

T.C. KAHRAMANMARAŞ SÜTÇÜ İMAM ÜNİVERSİTESİ FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

# POLİMER ESASLI GRAFEN KATKILI YENİ NESİL İLETKEN NANOKOMPOZİT MALZEMELERİN ÜRETİMİ, YAPISAL ÖZELLİKLERİNİN VE İLETKENLİK KARAKTERİSTİKLERİNİN İNCELENMESİ

# **BEHZAT YILDIRIM**

# YÜKSEK LİSANS TEZİ malzeme bilimi ve mühendisliği anabilim dalı

KAHRAMANMARAŞ 2016

# T.C. KAHRAMANMARAŞ SÜTÇÜ İMAM ÜNİVERSİTESİ FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

# POLİMER ESASLI GRAFEN KATKILI YENİ NESİL İLETKEN NANOKOMPOZİT MALZEMELERİN ÜRETİMİ, YAPISAL ÖZELLİKLERİNİN VE İLETKENLİK KARAKTERİSTİKLERİNİN İNCELENMESİ

# **BEHZAT YILDIRIM**

Bu tez,

Malzeme Bilimi ve Mühendisliği Anabilim Dalında YÜKSEK LİSANS derecesi için hazırlanmıştır.

KAHRAMANMARAŞ 2016

Kahramanmaraş Sütçü İmam Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü öğrencisi Behzat YILDIRIM tarafından hazırlanan "POLİMER ESASLI GRAFEN KATKILI YENİ NESİL İLETKEN NANOKOMPOZİT MALZEMELERİN ÜRETİMİ, YAPISAL ÖZELLİKLERİNİN VE İLETKENLİK KARAKTERİSTİKLERİNİN İNCELENMESİ" adlı bu tez, jürimiz tarafından 19/08/2016 tarihinde oy birliği ile Malzeme Bilimi ve Mühendisliği Anabilim Dalında Yüksek Lisans tezi olarak kabul edilmiştir.

Yrd. Doç. Dr. İsmail TİYEK (DANIŞMAN) Tekstil Mühendisliği Bölümü Kahramanmaraş Sütçü İmam Üniversitesi

Doç. Dr. Kani ARICI (ÜYE) Fizik Bölümü Kilis 7 Aralık Üniversitesi

Yrd. Doç. Dr. Muharrem İMAL (ÜYE) Makine Mühendisliği Bölümü Kahramanmaraş Sütçü İmam Üniversitesi

Yukarıdaki imzaların adı geçen öğretim üyelerine ait olduğunu onaylarım.

Doç. Dr. Mustafa ŞEKKELİ

.....

.....

Fen Bilimleri Enstitüsü Müdürü

# TEZ BİLDİRİMİ

Tez içindeki bütün bilgilerin etik davranış ve akademik kurallar çerçevesinde elde edilerek sunulduğunu, ayrıca tez yazım kurallarına uygun olarak hazırlanan bu çalışmada, alıntı yapılan her türlü kaynağa eksizsiz atıf yapıldığını bildiririm.

Behzat YILDIRIM



Bu çalışma Türkiye Bilimsel ve Teknolojik Araştırma Kurumu (TÜBİTAK) Araştırma Destek Programları Başkanlığı (ARDEB) tarafından 1001 - Bilimsel ve Teknolojik Araştırma Projelerini Destekleme Programı ile desteklenmiştir. Proje No: 114M527

Bu proje TÜBİTAK Bilim İnsanı Destekleme Daire Başkanlığı (BİDEB) tarafından 2014/3 döneminde 2210-C Öncelikli Alanlara Yönelik Yurt İçi Yüksek Lisans Burs Programı ile desteklenmiştir. Proje Başvuru No: 1649B021412612

Bu proje Kahramanmaraş Sütçü İmam Üniversitesi (KSÜ), Bilimsel Araştırma Projeleri Koordinasyon Birimi tarafından desteklenmiştir. Proje No: 2015/1-49YLS

<u>Not</u>: Bu tezde kullanılan özgün ve başka kaynaktan yapılan bildirişlerin, çizelge, şekil ve fotoğrafların kaynak gösterilmeden kullanımı, 5846 sayılı Fikir ve Sanat Eserleri Kanunundaki hükümlere tabidir.

# POLİMER ESASLI GRAFEN KATKILI YENİ NESİL İLETKEN NANOKOMPOZİT MALZEMELERİN ÜRETİMİ, YAPISAL ÖZELLİKLERİNİN VE İLETKENLİK KARAKTERİSTİKLERİNİN İNCELENMESİ (YÜKSEK LİSANS TEZİ)

## **BEHZAT YILDIRIM**

# ÖZET

Bu tezin amacı, iletkenliği çok yüksek olan grafenin polimer esaslı kompozit yapıda kullanılarak oluşturulan yapıya iletkenlik özelliği kazandırmaktır. Çalışmada öncelikle grafitten grafen oksit (GO) elde edilmiştir. Elde edilen GO'dan kimyasal yöntem kullanılarak indirgenmiş grafen oksit (RGO) üretilmiştir. Üretilen RGO ağırlıkça %25 oranında poli(akrilonitril-vinil asetat) (P(AN-VAc)) polimeri ile karıştırılmış ve bu karışımdan çok iğneli elektro çekim cihazı ile nano yüzeyler üretilmiştir. Üretilmiş olan GO, RGO ve P(AN-VAc)/RGO nanolif yüzeylerin yapısal özelliklerini belirlemek için çeşitli morfolojik, spektroskopik ve termal analizleri yapılmıştır. Analizler sonucunda GO ve RGO'nun yapılan tüm analizlerde literatür ile uyumlu olduğu görülmüş ve RGO'nun başarılı bir şekilde sentezlendiği anlaşılmıştır. RGO katkısının P(AN-VAc) nanolif yüzeyin özelliklerini bozmadığı aksine daha ince nanolif oluşumu sağladığı ve yüzeyin termal özelliklerini olumlu yönde değiştirdiği anlaşılmıştır. P(AN-VAc)/RGO nanolif yüzeyler farklı çalışma sürelerinde (tur sayısı) üretilmiştir. Üretilen nanolif yüzeylerin bir kısmı spunbond yüzeyler kullanılarak çok nanokompozit malzemelere dönüştürülmüştür. Yapılan performans testleri sonucunda nanolif yüzeyin tur sayısının artmasıyla numune kalınlığı, gramajı, esnekliğinin arttığı ve kat sayısının artmasıyla hava geçirgenliği azaldığı tespit edilmiştir. Son olarak iletkenlik test sonuçları hem tur sayısının hem de kat sayısının artmasıyla iletkenlik değerinin arttığını göstermiştir.

Anahtar Kelimeler: Grafen, Grafen Oksit, Polimer, Spunbond, Çok iğneli elektro çekim, Nanolif yüzey, Nanokompozit, İletkenlik

Kahramanmaraş Sütçü İmam Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Malzeme Bilimi ve Mühendisliği Anabilim Dalı, Ağustos / 2016

Danışman: Yrd. Doç. Dr. İsmail TİYEK Sayfa sayısı: 147

## PRODUCTION OF POLYMER BASED GRAPHENE ADDED NEW GENERATION CONDUCTIVE NANOCOMPOSITE MATERIALS, INVESTIGATION OF THE STRUCTURE PROPERTIES AND THE CONDUCTIVITY CHARACTERISTICS OF THEM (M.Sc. THESIS)

## **BEHZAT YILDIRIM**

## ABSTRACT

The aim of this thesis was to gain the conductivity property to the composite structures manufactured by using graphene which has very high conductivity. In the study, graphene oxide (GO) was firstly obtained from graphite. The reduced graphene oxide (RGO) was produced from GO by chemical method. The produced RGO (25 % wt.) was mixed with poly (acrylonitrile-vinyl acetate) (P(AN-VAc)) and then nanofiber surfaces are produced from this solution by multi needle electrospinning device. The structural properties of obtained GO, RGO and P(AN-VAc)/RGO nanofiber surfaces were analyzed by some morphological, spectroscopic and thermal methods. It was understood that the analysis results of the GO and RGO were compatible to the literature and RGO was successfully synthesized. The results showed that the addition of RGO did not alter the properties of P(AN-VAc) nanofiber surface. Contrary, it allowed the formation of finer nanofibers and positively changed the thermal properties of surface. P(AN-VAc)/RGO nanofiber surfaces were produced by using different working time (number of laps). Some of them were converted into multilayered nanocomposite materials by using spunbond surfaces. According to the performance test results; thickness, weight per unit area and flexibility of the samples increased with the increasing number of laps while the air permeability reduced with the increasing number of layers. Finally, the results of the conductivity test showed that the conductivity values were increased with the increasing both of the number of laps and number of layers.

**Keywords:** Graphene, Graphene Oxide, Polymer, Spunbond, Multi needle elektrospinning, Nanofiber surface, Nanocomposites, Conductivity

Kahramanmaraş Sütçü İmam University Graduate School of Natural and Applied Sciences Department of Materials Science and Engineering, August / 2016 Supervisor: Asst. Prof. İsmail TİYEK Page Numbers: 147

ii

# TEŞEKKÜR

Tezimin tüm faaliyetlerinde, bilgi birikimi ve tecrübesi ile çalışmayı yönlendiren, en yoğun zamanlarında bile büyük sabır ve anlayışla beni dinleyen yardımı esirgemeyen değerli danışman hocam Yrd. Doç. Dr. İsmail TİYEK'e sonsuz saygı ve teşekkürlerimi sunarım.

Çalışmalarım sırasında destek ve yardımlarını esirgemeyen başta TÜBİTAK proje yürütücümüz Fen Bilgisi Eğitimi öğretim üyesi Doç. Dr. Mustafa YAZICI olmak üzere proje ekip üyeleri; Orman Endüstri Mühendisliği Bölümü öğretim üyesi Prof. Dr. Hakkı ALMA'ya, Fizik Bölümü öğretim üyesi Prof. Dr. Şükrü KARATAŞ'a, Tekstil Mühendisliği Bölümü öğretim üyesi Yrd. Doç. Dr. Sabri ERSOY'a, Kimya Bölümü öğretim üyesi Yrd. Doç. Dr. Serhan URUŞ'a, Makine Mühendisliği Bölümü öğretim üyesi Yrd. Doç. Dr. Muharrem İMAL'a, Enerji Sistemleri öğretim üyesi Yrd. Doç. Dr. İbrahim KARTERİ'ye, Tekstil, Giyim, Ayakkabı ve Deri Bölümü Öğr. Gör. Utkay DÖNMEZ'e ve Arş. Gör. Tufan SALAN'a sonsuz saygı ve teşekkürlerimi sunarım.

Deney safhasında destek ve yardımlarını esirgemeyen Uzman Turan ERDOĞAN'a, Uzman Mahmut ÇAYLAR'a, Uzman Hakan YAYKAŞLI'ya, Teknisyen Adem BELVERENLİ'ye ve değerli arkadaşım Ayşegül GÜNDÜZ'e saygı, sevgi ve teşekkürlerimi sunarım.

Çalışmalarımda kullandığım malzemelerin temininde yardımlarını esirgemeyen Emrah KAÇMAZ'a ve TEKNOMELT A.Ş.' ye teşekkürü bir borç bilirim.

Finansal olarak bu tezin tamamlanmasında desteği bulunan TÜBİTAK Araştırma Destek Programları Başkanlığı (ARDEB)'na ve Kahramanmaraş Sütçü İmam Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri Birimi (BAP)'ne teşekkürlerimi sunarım. Ayrıca bu tezde burs desteklerinden ötürü TÜBİTAK Bilim İnsanı Destekleme Daire Başkanlığı (BİDEB)'na da teşekkürü bir borç bilirim.

Desteklerini ve sevgilerini her zaman hissettiren ve her zaman yanımda olan anneme, babama ve sevgili geniş aileme sonsuz saygı, sevgi ve şükranlarımı sunarım.

> Behzat YILDIRIM Ağustos 2016

# İÇİNDEKİLER

# <u>Sayfa No</u>

ÖZET	i
ABSTRACT	ii
TEŞEKKÜR	iii
İÇİNDEKİLER	iv
ÇİZELGELER DİZİNİ	vii
ŞEKİLLER DİZİNİ	ix
SİMGELER VE KISALTMALAR DİZİNİ	xiii
1. GİRİŞ	1
1.1. Kompozit Malzemeler	5
1.1.1. Kompozit tipleri ve sınıflandırılması	7
1.1.1.1. Seramik kompozitler	7
1.1.1.2. Metal matrisli kompozitler	7
1.1.1.3. Polimerik kompozitler	7
1.2. Grafen	11
1.2.1. Grafenin sentezi	13
1.2.2.1. Katman ayırma yöntemi	13
1.2.2.2. Kimyasal buhar biriktirme yöntemi	13
1.2.2.3. Kimvasal indirgeme vöntemi	
1.2.2. Grafenin özellikleri	
1 2 3 1 Elektronik özellikleri	
1 2 3 2 Mekanik özellikleri	21
1 2 3 3 Ontik özellikleri	22
1 2 3 Grafenin kullanım alanları	23
1.3. Flektro Cekim İslemi	23 24
1.3.1 Flektro cekim üretim vöntemleri	2 <del>-1</del> 26
1 3 1 1 Cözelti ile elektro cekim	
1 3 1 2 Frivik ile elektro cekim	
1 3 1 3 İğneli elektro çekim vöntemi	
1.3.1.4. Jănesiz elektro cekim vöntemi	30
1.3.2 Elektro cekim prosesinin modellenmesi	
1.3.2. Elektro çekim prosesinin modeneninesi	
1.3.3. Elektro çekilli işterimle etki eden parametreleri.	
1.3.3.1. Çozetti parametraleri	34
1.2.2.2. Proses parameteriari	50
1.2.2.4. Jolama atlei adan naramatralarin analizi	40
1.4. Dalausuz Vüzav Üretimi va Uvgulama Alanlari	40
1.4. Dokusuz i uzey Uletilili ve Uyguidilla Alanian	
1.4.1. Dokusuz yuzey utetim teknikien	
1.4.1.1. IVIEKANIK SETTE (carding) teknigi	
1.4.1.2. Havali serme (air-laid) teknigi	

1.4.1.4. Elektrostatik serme tekniği	
1.4.1.5. Ani olarak doku oluşturma tekniği	
1.4.1.6. Sonsuz elyaf serme (spunbond) tekniği	
1.4.1.7. Eriyikten püskürtme (meltbown) tekniği	
1.4.2. Dokusuz yüzeylerde doku bağlama (sabitleme) tekni	kleri48
1.4.2.1. Mekanik bağlama teknikleri	
1.4.2.2. Kimyasal bağlama teknikleri	
1.4.2.3. Isıl bağlama teknikleri	
1.4.2.4. Sıcak silindirlerle bağlama (Kalender)	
1.4.3. Bağlanmış (birleştirilmiş) yapılar, SMS	
1.4.3. Dokusuz yüzeylerin uygulama alanları	
1.5. İletken Kompozit Malzemeler	
1.5.1. İletken dolgular	
1.5.1.1. Karbon elyaf	
1.5.1.2. Karbon siyahı	
1.5.1.3. Grafit	
1.5.2. Kullanım alanları	
1.5.3. İletkenlik	
1.5.3.1. Bant teorisi	
1.5.3.2. İletkenlik ölçüm teknikleri	
2. ÖNCEKİ ÇALIŞMALAR	
2.1. Grafen Sentezi ile İlgili Calısmalar	66
2.1. Oraren Sentezi ne rigin Çanşınalar	
2.2. ficiken Kompozitler ne figiri çurişindu	
2.5. Grufen Rutkin Rompozitier ne figin çurişindur	
3. MATERYAL VE METOD	
3.1 Materval	74
3.1.1 Kimvevi malzemeler	74
3.1.2. Kullanılan cihazlar ve makineler	74
3.2. Metot	
3.2.1. Grafen oksit sentezi	
3.2. Metot 3.2.1. Grafen oksit sentezi 3.2.2. İndirgenmis grafen oksit sentezi	
<ul> <li>3.2. Metot</li></ul>	
<ul> <li>3.2. Metot</li></ul>	
<ul> <li>3.2. Metot</li></ul>	
<ul> <li>3.2. Metot</li></ul>	
<ul> <li>3.2. Metot</li></ul>	
<ul> <li>3.2. Metot</li></ul>	
<ul> <li>3.2. Metot</li></ul>	
<ul> <li>3.2. Metot</li></ul>	
<ul> <li>3.2. Metot</li></ul>	
<ul> <li>3.2. Metot</li></ul>	
<ul> <li>3.2. Metot</li></ul>	
<ul> <li>3.2. Metot</li></ul>	
<ul> <li>3.2. Metot</li></ul>	
<ul> <li>3.2. Metot.</li> <li>3.2.1. Grafen oksit sentezi</li></ul>	

4.2.3. FTIR analizi	. 97
4.2.4. DSC analizi	. 98
4.2.5. TGA ve dTGA analizleri	. 99
4.3. Nanolif ve Çok Katlı Yüzeylerin Fiziksel ve Mekanik Analizi 1	101
4.3.1. Gramaj	101
4.3.2. Kalınlık 1	103
4.3.3. Kopma dayanımı, kopma uzaması ve Young's modülü 1	105
4.3.4. Çok katlı yüzeylerin hava geçirgenliği 1	110
4.3.5. Elektriksel iletkenlik	111
1.3.5.1. Yüzeysel iletkenlik1	112
1.3.5.2. Hacimsel iletkenlik	115
5. SONUÇLAR VE TARTIŞMA 1	120
5.1. Grafen Oksit ve İndirgenmiş Grafen Oksit Karakterizasyonu 1	120
5.2. Nanolif ve Çok Katlı Yüzeylerin Yapısal Karakterizasyonu 1	121
5.3. Nanolif ve Çok Katlı Yüzeylerin Fiziksel, Mekanik ve İletkenlik Özellikleri 1	122
KAYNAKLAR 1	126
ÖZGEÇMİŞ 1	147

# ÇİZELGELER DİZİNİ

# <u>Sayfa No</u>

<b>Sujiu</b> 10
Çizelge 1.1. Bazı yarı iletken malzemelerin termal iletkenliği ve Young's modülü
Çizelge 1.2. Elektro çekim yönteminde kullanılan bazı polimerler ve çözücüleri
Çizelge 1.3. Eriyik polimerler ve üretim sıcaklıkları
Çizelge 1.4. Elektro çekim prosesine etki eden parametreler
Çizelge 1.5. Elektro çekim cihazında karşılaşılan problemler, sebepleri, çözüm önerileri. 41
Çizelge 1.6. Bazı polimerlerin elektrisel iletkenlik değerleri
Çizelge 3.1. P(AN-VAc)/RGO karışımları ve elektro çekim parametreleri
Çizelge 3.2. Nanolif yüzeylerin kodu, bileşimi ve özellikleri
Çizelge 3.3. Çok katlı nano yüzeylerin kodu, bileşimi ve özellikleri
Çizelge 4.1. GO ve RGO EDX analizi sonuçları
Çizelge 4.2. GO ve RGO'nun XRD spektrumuna ait değerler
Çizelge 4.3. P(AN-VAc) ve P(AN-VAc)/RGO % ağırlık oranlarına göre EDX analizi 96
Çizelge 4.4. RGO, P(AN-VAc) ve P(AN-VAc)/RGO'nun kimyasal yapısında tespit edilen bağlar ve dalga sayıları
Çizelge 4.5. P(AN-VAc) ve P(AN-VAc)/RGO nanolif yüzeylerin TGA analizi sonuçları 100
Çizelge 4.6. P(AN-VAc) ve P(AN-VAc)/RGO nanolif yüzeylerin dTGA analizi sonuçları 
Çizelge 4.7. Nanolif yüzeylerin gramaj ölçüm sonuçları 101
Çizelge 4.8. Çok katlı yüzeylerin gramaj ölçüm sonuçları 102
Çizelge 4.9. Nanolif yüzeylerin kalınlık ölçüm sonuçları 103
Çizelge 4.10. Çok katlı yüzeylerin kalınlık ölçüm sonuçları 104
Çizelge 4.11. Nanolif yüzeylerin kopma dayanımı, uzaması ve Young's modülü 105
Çizelge 4.12. Çok katlı yüzeylerin kopma dayanımı, uzaması ve Young's modülü 107
Çizelge 4.13. Hava geçirgenliği ölçüm sonuçları110
Çizelge 4.14. Nanolif yüzeylerin direnç ve iletkenlik ölçüm sonuçları

Çizelge 4.15.	P(AN-VAc)/RGO	Nanolif	yüzeylerin	numune	kalınlığı,	tur	sayısı	ve
iletkenliği		•••••	••••••	•••••	•••••		•••••	113
Çizelge 4.16. Ç	ok katlı yüzeylerin	hacimsel	direnç ve ile	etkenlik öl	çüm sonuç	ları.	1	115
Çizelge 4.17. Ç	ok katlı yüzeylerin	bazı özell	ikleri ve top	olam tur sa	yıları			117



# ŞEKİLLER DİZİNİ

# <u>Sayfa No</u>

Şekil 1.1. Yapılarına göre kompozitler; a) Elyaflı b) Parçacıklı c) Tabakalı d) Karma 6
Şekil 1.2. Tek tabakalı grafen yapısı 12
Şekil 1.3. Grafen yayın sayısının yıllara göre dağılımı 12
Şekil 1.4. RGO hazırlanmasında kullanılan genel sentez yöntemleri 14
Şekil 1.5. Grafen oksit
Şekil 1.6. Hidrazin ile indirgeme mekanizması
Şekil 1.7. Termal olarak indirgenmiş grafen oksite ait karakterizasyon spektrumları a)XRD, b) Raman c) SEM
Şekil 1.8. Grafen oksit ve farklı yöntemlerle indirgenmiş grafen oksite ait XRD spektrumları 
Şekil 1.9. Grafen tabakadan 0D fulloren,1D karbon nanotüp ve 3D grafitin oluşması 20
Şekil 1.10. Grafen düzlüğün band yapısı, band yapısının üstten görünüşü
Şekil 1.11. Elektro çekim yöntemi ve temel işlem sırası
Şekil 1.12. İğneli elektro çekim cihazının şematik gösterimi
Şekil 1.13. Titreşim üniteli elekto çekim
Şekil 1.14. Çoklu besleme üniteli elekto çekim
Şekil 1.15. Ekstrüder besleme üniteli elekto çekim
Şekil 1.16. Düzlem içinde veya bir hizada dizilmiş düze kullanılarak oluşturulan besleme ünitesi
Şekil 1.17. Elektrohidrodinamik (ESH) Sistem
Şekil 1.18. Çubuk metodu
Şekil 1.19. Silindirli elektro çekim cihazı
Şekil 1.20. a, b, c) Polimer damlacığının taylor konisi formuna geçişi, d) Damlacık formunun değişimi
Şekil 1.21. e) Polimer jetinin fışkırması, f) Polimer jetinin oluşumu
Şekil 1.22. Elektro çekimde kullanılan bazı toplayıcı tipleri;

Şekil 1.23. Elektro çekim cihazında yeni bir çözelti ile çalışırken tavsiye edilen parametre değişim döngüsü
Şekil 1.24. Mekanik serme işleminin şematik görünümü44
Şekil 1.25. Havalı serme tekniğinin şematik görünümü44
Şekil 1.26. Sulu serme tekniğinin şematik görünümü45
Şekil 1.27. Elektro statik serme tekniğinin şematik görünümü46
Şekil 1.28. Sonsuz elyaf serme tekniğinin şematik görünümü47
Şekil 1.29. Eriyik püskürtme tekniğinin şematik görünümü47
Şekil 1.30. İğneleme tekniğinin şematik görünümü49
Şekil 1.31. Kimyasal bağlama tekniğinin şematik görünümü 49
Şekil 1.32. Silindir sistem ile ısıl bağlama tekniğinin şematik görünümü 50
Şekil 1.33. Spunbond-Meltblown-Spunbond (SMS) dokusuz yüzey katmanları
Şekil 1.34. Perkolasyon teorisinin şematik gösterimi54
Şekil 1.35. Power law modeli
Şekil 1.36. Grafitin tabakalı yapısı
Şekil 1.37. Genleştirilmiş grafitin elde edilişi
Şekil 1.38. Enerji band diyagramları a) Yalıtkan, b) Yarı iletken ve c) İletken 60
Şekil 1.39. Ohm yasasının bir devre üzerinde şematik gösterimi
Şekil 1.40. Farklı maddelerin oda sıcaklığındaki iletkenlikleri
Şekil 1.41. Dört nokta tekniğine göre ile iletkenlik ölçümü63
Şekil 1.42. Değişken kutuplama yöntemi ile yüzeysel ve hacimsel iletkenlik ölçümü 64
Şekil 3.1. Üretimde kullanılan cihazlar; a) Ultrasonik banyo, b) Isı kontrollü manyetik karıştırıcı, c) Etüv, d) Analitik terazi, e) pH metre74
Şekil 3.2. Yarı endüstriyel çok iğneli elektro çekim cihazı
Şekil 3.3. Spunbond üretim makinesi77
Şekil 3.4. Silindirli kalandır makinası ve ekipmanları; a) Silindirli kalandır makinası, b) Silindir yüzey tipleri, c) Silindir çeşitleri
Şekil 3.5. Çok katlı nanolif yüzeylerin üretimi süreci

Şekil 3.6. GO sentezinden görüntüler; a) Grafit ve diğer kimyasalları ekleme, b-c) Potasyum permanganat ilavesi, d) Deiyonize su ilavesi, e) Hidrojen peroksit ilavesi, f) Filtreleme, g) GO
Şekil 3.7. GO sentez aşamalarında zamana bağlı sıcaklık grafiği
Şekil 3.8. RGO sentezinden görüntüler; a) Ultrasonik banyoda GO hazırlama, b) Hidrazin hidrat ilavesi, c) Karıştırma bittikten sonra, d) Etüvde RGO kurutma
Şekil 3.9. Elektro çekim çözeltisinin hazırlanması; a) P(AN-VAc), b) RGO ultrasonik banyoda, c) P(AN-VAc) üzerine RGO ilavesi, d) P(AN-VAc)/RGO karışımı
Şekil 3.10. Ön denemelerde üretilen nanolif yüzeyler
Şekil 3.11. Nanolif yüzeyler; a) NYPAN, b) NY2510, c) NY2515, d) NY2520, e) NY2550 
Şekil 3.12. a) Elektro çekim cihazında nanolif yüzeyin oluşturulması, b) Spunbond üzerine oluşturulmuş nanolif yüzeyler
Şekil 3.13. Çok katlı yüzeylerin tasarlanması
Şekil 3.14. Silindirli kalender makinasında birleştirilen çok katlı dokusuz yüzeyler; a) CKY450, b) CKY250, c) CKY150, d) CKY610, e) CKY410, f) CKY210
Şekil 3.15. Morfolojik karektarizasyonda kullanılan; a) SEM ve EDX, b) altın kaplama cihazı
Şekil 3.16. Yapısal karektarizasyonda kullanılan; a) Raman Spektroskopisi, b) XRD, c) FTIR, d) FTIR pelet aparatı
Şekil 3.17. Isıl ve termal karektarizasyonda kullanılan; a) DSC, b) TGA
Şekil 3.18. Yapısal özelliklerin belirlenmesinde kullanılan; a) Analitik terazi, b) Kalınlık ölçüm aleti, c) Hava geçirgenlik test cihazı, d-e) Kopma mukavemeti test cihazı
Şekil 3.19. İletkenlik ölçümünde kullanılan; a) Elektrometre, b) Test hücresi
Şekil 4.1. SEM görüntüleri; a) GO 10.00 KX, b) GO 30.00 KX, c) RGO 10.00 KX ve d) RGO 30.00 KX
Şekil 4.2. GO ve RGO'nun FTIR spektrumları91
Şekil 4.3. GO ve RGO Raman spektrumları
Şekil 4.4. RGO ve GO'nun XRD spektrumları
Şekil 4.5. GO ve RGO TGA eğrileri
Şekil 4.6. SEM görüntüleri a) P(AN-VAc) 1.00 K X, b) P(AN-VAc) 30.00 K X, c) P(AN-VAc)/RGO 1.00 K X, d) P(AN-VAc)/RGO 30.00 K X

Şekil 4.7. RGO, P(AN-VAc) ve P(AN-VAc)/RGO FT-IR Spektroskopisi
Şekil 4.8. P(AN-VAc) ve P(AN-VAc)/RGO nanoliflerine ait DSC eğrileri
Şekil 4.9. P(AN-VAc) ve P(AN-VAc)/RGO TGA eğrileri
Şekil 4.10. P(AN-VAc) ve P(AN-VAc)/RGO numunelerinin dTGA eğrileri 100
Şekil 4.11. Nanolif yüzeylerin tur saysına bağlı kalınlık değişimi 103
Şekil 4.12. Çok katlı yüzeylerin kat ve tur saysına bağlı kalınlık değişimi 104
Şekil 4.13. Nanolif yüzeylerin uygulanan kuvvete bağlı % uzama grafiği 106
Şekil 4.14. Çok katlı yüzeylerin maksimum uygulanan kuvvet ve % uzama grafiği 107
Şekil 4.15. Çok katlı yüzeylerin kopma dayanımları 108
Şekil 4.16. Çok katlı yüzeylerin % uzama sonuçları
Şekil 4.17. Çok katlı yüzeylerin Young's modulü sonuçları
Şekil 4.18. Çok katlı yüzeylerin kat ve tur sayısına bağlı olarak hava geçirgenliğinin değişimi 111
Şekil 4.19. P(AN-VAc)/RGO nanolif yüzeylerin tur sayısına göre iletkenlik değişimi 113
Şekil 4.20. P(AN-VAc)/RGO nanolif yüzeylerin kalınlığına göre iletkenlik değişim grafiği 114
Şekil 4.21. Çok katlı yüzeylerde kat sayısına bağlı olarak iletkenlik değişimi 116
Şekil 4.22. Çok katlı yüzeylerde toplam tur sayısına bağlı olarak iletkenlik değişimi 118
Şekil 4.23. Çok katlı yüzeylerde kalınlığa bağlı olarak iletkenlik değişimi 119

# SİMGELER VE KISALTMALAR DİZİNİ

0D	: Sıfır Boyutlu
1D	: Bir Boyutlu
2D	: İki Boyutlu
Å	: Angstrom
CNT	: Karbon Nano Tüp
CVD	: Kimyasal Buhar Biriktirme
GNR	: Grafen Nanoșerit
GO	: Grafen Oksit
RGO	: İndirgenmiş Grafen Oksit
MWNT	: Çok Duvarlı Karbon Nanotüp
PFLG	: Düzlemsel Birkaç Katmanlı Grafen
BN	: Bor Nitrür
C10H16O	: Kâfur
HCl	: Hidroklorik asit
H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	: Sülfürik asit
нсоон	: Formik asit
HI	: Hidriodik asit
HNO <sub>3</sub>	: Nitrik asit
H2O2	: Hidrojen peroksit
H <sub>3</sub> PO <sub>4</sub>	: Fosforik asit
KClO <sub>3</sub>	: Potasyum klorat
KMnO4	: Potasyum permanganat
КОН	: Potasyum hidroksit
K2S2O8	: Potasyum persülfat
NaBh4	: Sodyum borhidrür

NaCl	: Sodyum klorür
------	-----------------

- NaClO<sub>3</sub> : Sodyum klorat
- NH3 : Amonyak
- N2H3-OH : Hidrazino alkol
- NaHSO<sub>3</sub> : Sodyum bisülfit
- NaNO<sub>3</sub> : Sodyum nitrat
- NaOH : Sodyum hidroksit
- Na<sub>2</sub>SO<sub>3</sub> : Sodyum sülfit
- Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>4</sub> : Sodyum ditiyonit
- Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub> : Sodyum tiyosülfat
- Na2S.9H2O : Sodyum sülfür
- N<sub>2</sub>H<sub>4</sub> : Hidrazin
- SiC : Silisyum Karbür
- SO<sub>2</sub> : Kükürt dioksit
- SOCl<sub>2</sub> : Tiyonil klorür
- **DMA** : Dimetil asetamid
- **DMF** : Dimetil formamid
- **DMSO** : Dimetil sülfoksit
- **NMP** : N-metil 2-pirolidon
- **THF** : Tetrahidrofuran
- PAA : Poli(akrilik asit)
- **PA 6.6** : Poliamid 6.6
- PA : Poliamid
- PAN : Poliakrilonitril
- **P(AN-VAc)** : Poli(akrilonitril vinil asetat)
- PBI : Polibenzimidazol

PC	: Polikarbonat
PCL	: Polikaprolakton
PE	: Polietilen
PEDOT	: Poli(3,4-etilendioksitiyofen)
PEN	: Polietilen-2,6-naftalat
PEO	: Polietilen oksit
PET	: Polietilen teraftalat
PLA	: Polilaktikasit
PMMA	: Polimetilmetakrilat
PP	: Polipropilen
РРу	: Polipirol
Ру	: Pirol
PS	: Polistiren
PU	: Poliüretan
PVA	: Polivinil alkol
PVC	: Polivinilklorür
PVP	: Polivinil fenol
PVK	: Polivinil karbazol
SMS	: Spunbond Meltblown Spunbond birleşik dokusuz yüzey
NEMS	: Nano Elektro Mekanik Sistemler
MEMS	: Mikro Elektro Mekanik Sistemler
SI	: Uluslararası Birim Sistemi (Uluslararası Ölçüm Sistemi)
φ	: Kompozit malzeme içindeki dolgunun fraksiyonu
φc	: Perkolasyon noktasındaki dolgu fraksiyonu
σ	: İletkenlik (S/cm)
R	: Elektriksel direnci (ohm, $\Omega$ ),

ρ	: Örneğin spesifik direncini (ohm cm)
Ι	: Elektriksel akım, dış problar boyunca geçirilen akım (amper, A)
V	: Potansiyel farkı (volt, V)
J	: Akım yoğunluğu (A/cm <sup>2</sup> )
3	: Elektrik alan kuvvetini (V/cm)
l	: Örnek üzerine sabitleştirilen iki elektrot arasındaki uzaklık (mm)
Α	: Numune kalınlığı (mm)
S	: Problar arasındaki uzaklık (mm)
D	: Örneğin genişliği (cm)
w	: Örneğin yüksekliği (cm)
V	: İç problar boyunca meydana gelen voltaj düşüşü (volt, V)
AFM	: Atomik Kuvvet Mikroskobu
EDX	: Enerji dağılımı X-ray
FTIR	: Fourier Dönüşümlü Kızılötesi
HRTEM	: Yüksek Çözünürlüklü Geçirmeli Elektron Mikroskobu
SEM	: Taramalı Elektron Mikroskobu
TEM	: Geçirmeli Elektron Mikroskobu
TGA	: Termalgravimetrik Analiz
XRD	: X Işınları Kırınımı Spektroskopisi
ASTM	: Amerikan Test ve Malzeme Derneği
TS	: Türk Standartları
dTGA	: Diferansiyel Termogravimetrik Analiz

# 1. GİRİŞ

Kompozit malzeme, farklı türdeki iki veya daha fazla malzemenin en iyi özelliklerini bir araya getirmek, birbirinin zayıf yönlerini düzeltmek veya yeni bir özellik ortaya çıkarmak amacıyla bir araya getirilen farklı tür malzeme veya fazlardan oluşan yapıya denilmektedir (Çetin, 2007).

Kompozit malzeme denildiğinde akla ilk gelen elyafların plastikler ile güçlendirilmesi olsa da günümüzde kompozit malzemeler çok daha ileri boyuta ulaşmıştır. Kolay şekil verilebilir, düşük yoğunluk, korozyona dayanıklılık ve yüksek yüzey kalitesi gibi özellikler ile öne çıkmaktadır. Buna benzer birçok özelliğinin yanı sıra dayanıklılık ve sertlik özelliklerinin düşük olması üzerine çalışmalar yapılmasına sevk etmiştir. Bu özelliklerinin geliştirilmesi ve eksikliklerinin giderilmesi amacıyla ortaya "polimer esaslı kompozit malzemeler" çıkarılmıştır. Polimer kompozitler boyut, yüksek mukavemet, sertlik ve termal kararlılık gibi özellikleri ile çeşitli avantajlar sunmaktadır. Ayrıca polimer esaslı kompozitler metallere benzer dayanıklılık ve sertlik özellikleri olmasına rağmen çok daha hafiflerdir (Çetin, 2007).

Genel olarak bakıldığında, tekstil malzemeleri organik polimerlerden yapılmış olup, bu polimerler yüzey dirençleri 1012 ohm/cm<sup>2</sup>'yi geçen mükemmel yalıtkanlardır. Zayıf iletkenlik özelliği dolayısıyla, organik polimerlerin yüzeyinde elektriksel yük birikebilmektedir. Bu sebeple, elektriksel yük birikimini önlemek veya yük transferi olasılığını arttırmak için polimerler iletken bir hale dönüştürülmektedir (Cheng ve ark., 2001; Kadoğlu ve ark., 2010). Literatürde iletken hale getirilen polimerik kompozitler incelendiğinde, iletken polimerlerin kullanımı, kompozite iletken olan metal tel vb. malzemelerin eklenmesi, kompozitin iletken hale getirilmiş sıvı ile emdirilmesi gibi yöntemlerin kullanıldığı görülmektedir.

Karbon ve gümüş, çelik, nikel gibi metallerin tel, lif, mikro ve nano parçacıklar gibi çeşitli formlarda yapıya eklenmesiyle iletken özellikli tekstil malzemelerinin elde edilmesi mümkündür. Tekstil malzemelerinin yapısına entegre edilebilen metal lifler ve teller, yapıya yüksek iletkenlik özelliği kazandırmaktadır. Ancak, metal lif ve tellerle üretilen tekstillerin ağırlık, yüksek maliyet ve işlemede zorluk gibi dezavantajları bulunmaktadır (Lam Po Tang ve Stylios, 2006).

Yapısı gereği iletken olan bazı lifler bulunmaktadır. Bunlar metal teller, karbon lifleri, polianilin ve polipirol gibi polimerlerdir. İletken polimerler halen gelişmekte olan bir

alandır. Bu iletken polimerler arasında polianilin ısıl, kimyasal ve çevresel stabilitesinin yüksek olması bakımından en fazla dikkat çekenidir. Polipirol'de iletken özellik elde etmek için poliester, poliamid ve akriliklerin kaplanmasında başarılı bulunmuştur. Ancak bu polimerlerin esnekliklerinin sınırlı olması, pahalı olması ağırlıklarının fazla olması ve kesme problemi gibi bazı dezavantajları bulunmaktadır (Kim ve ark., 2004; Vassiliadis ve ark., 2004).

Tekstillerde iletkenlik özelliğinin sağlanmasında bir diğer yol, kaplanmış iletken liflerin kullanılmasıdır. Kaplamalar çeşitli elektrolitik yöntemlerle gerçekleştirilmektedir. Bu yollarla üretilmiş iletken liflerin sentetik liflerle karıştırılması dokuma ve örmede üretimi kolaylaştırmaktadır. Bu yolla üretilen iletken poliester iplik ve filamentler birçok farklı uygulamada kullanılmaktadır. Metalik ve galvanik kaplama yöntemleriyle yüksek iletkenlik özelliğine sahip lifler üretilebilmektedir, ancak bu tür yöntemlerin substrata uygunluk, adhezyon ve korozyon direnci gibi sınırlamaları bulunmaktadır (Cottet ve ark., 2003 ; Lam Po Tang ve Stylios, 2006; Kadoğlu ve ark., 2010).

Karbon elementinin altıgen iki boyutlu düzlemsel yapısı olan grafen, çok ender görülen iki boyutlu yapılar arasındadır. Grafen, ilk olarak 2004 yılında Konstantin Sergeevich Novoselov ve Andre Geim isimli iki bilim adamının çalışması ile ortaya çıkmıştır. Bu araştırmaları ile 2010 yılında Nobel Fizik Ödülünü almışlardır. Bu buluş bilim dünyasında heyecanla karşılansa da aslında grafen, çok nadir görülen bir malzeme olmamakla beraber kurşun kalemlerindeki grafitin üst üste gelmesinden oluşmaktadır. Grafen bir düzlem üzerinde karbon atomlarının altıgen yapıda dizilmesiyle oluşmaktadır (Devrim, 2014).

Grafen, sıfır band aralığı nedeniyle, teorik ve deneysel açıdan mükemmele yakın, elektronik iletken bir malzemedir. Elektronların enerjisi, Brillouin bölgesi kenarlarındaki elektronların momentumu ile doğrusal olarak ilişkilidir. Ayrıca, grafen tabakalarda balistik iletim gözlenmektedir. Grafenin içinde bulunan elektronlar ~ 106 m.s<sup>-1</sup> hızı ile kütlesiz rölativistik parçacıklar gibi davranmaktadır. Bu nedenle grafende, anormal kuantum Hall etkisi ve lokalizasyonun olmaması gibi çok tuhaf özellikler gözlenmektedir. Grafenin oda sıcaklığında 250,000 cm<sup>2</sup>/V.s. civarındaki yüksek elektron hareketliliği, 5000 Wm<sup>-1</sup>K<sup>-1</sup> civarında olağanüstü termal iletkenliği ve 1 TPa değerindeki Young's modülü ile üstün mekanik özellikleri, onun ilgi çekici özelliklerinin bir kaçını göstermektedir (Elibol, 2012).

Grafen, kimyasal, termal, ultraviyole veya mikrodalga yöntemleri ile elde edilebilmektedir. Kimyasal yöntem, düşük maliyetli ve büyük miktarlarda grafen elde etmenin en etkili yollarından biridir. Kimyasal yöntemde, grafite oksidasyon işlemi ile fonksiyonel gruplar kazandırılmakta ve böylece hidrofilik özellikli grafen oksit (GO) sentezlenmektedir. Elde edilen GO'ların indirgeyiciler ile reaksiyonu sonucunda hidrofobik özellikli indirgenmiş grafen oksit (RGO) elde edilmektedir (Park ve Ruoff, 2009; Loryuenyong ve ark., 2013; Hanifah ve ark., 2015). İndirgeme işleminde hidrazin, dimetil hidrazin, hidrokinon, sodyum borhidrür (NaBH<sub>4</sub>), askorbik asit, amino asit, sodyum hidroksit (NaOH), hidroik asit, vitamin C, sodyum bisülfit (NaHSO<sub>3</sub>) gibi indirgeyiciler kullanılmaktadır (Park ve Ruoff, 2009; Chen ve ark., 2010; Arbuzov ve ark., 2010; Tiyek ve ark., 2016a). İstenen özellikte RGO elde edilebilmesi için kullanılan GO'nun özellikleri çok önemlidir (Tiyek ve ark., 2016a).

Yoğun bir şekilde devam eden bilimsel araştırmalar ile grafenin üretim yöntemleri ve günlük hayattaki uygulamaları geliştirilmektedir. Günümüzde grafenin yüksek miktarda seri üretimi olmadığından günlük hayattaki uygulama çalışmaları henüz ilerleme gösterememiştir. Grafenin önceleri varlığından bile haberi olunmazken günümüzde üzerine en çok araştırma yapılan malzemelerin başında gelmektedir. Çok yakın bir gelecekte grafen, teknolojik ve bilimsel gelişmenin bir parçası olacak ve hayatımızın vazgeçilmezi haline gelecektir. Grafen ile esnek telefonlar, çok ince televizyonlar, ışık hızında internet bağlantısı ve süper hızlı işlemciler üretilebilecektir. Hızla ilerleyen teknolojik gelişmeler ile grafen yine yakın bir gelecekte tıp, elektrik-elektronik, enerji depolama, biyokimya, telekomünikasyon, güneş hücreleri ve robot yapımı gibi araştırmalar ve uygulamalar ile karşımıza çıkacaktır (Devrim, 2014).

Tekstil malzemelerinin yapısal özelliklerini iletkenlik fonksiyonuyla birleştiren iletken tekstiller, yalnızca tıbbi ve askeri alanlarda değil, aynı zamanda moda, mimari ve tasarım alanlarında da önemli uygulama alanlarına sahiptir. Bu nedenle iletkenlik fonksiyonuna sahip olan tekstiller, kişi ve elektronik cihazların elektromanyetik etkilere karşı korunması, ısıtma, bilgi depolama ve iletimi, giyilebilir elektronikler, sensörler gibi birçok teknik uygulamada kullanılmaktadır (Cottet ve ark., 2003; Vassiliadis ve ark., 2004; Kadoğlu ve ark., 2010).

Bu tezin amacı, iletkenliği çok yüksek olan grafenin polimer esaslı kompozit yapıda kullanılarak oluşturulan yapıya iletkenlik özelliği kazandırmaktır. Son yıllarda tekstil bilim

ve teknolojisinde oldukça büyük gelişmeler olmuştur. İletken tekstiller bu gelişmelerin en önemli sonuçlarından biridir. İletken lifler ve iletken tekstil malzemeleri tekstille elektroniğin birleşimidir. Bu hibrit yapı, lifli tekstil yapılarının konvansiyonel özelliklerinin bilgi iletimi, ısıtma, çevreyle iletişim, insanların ve hassas elektronik cihazların elektromanyetik dalgalara ve elektrostatik boşalmalara karşı korunması vb. gibi birçok farklı fonksiyonla birleştirilmesine imkân sağlamaktadır. Bu sayede iletken tekstiller akıllı giysiler, temiz oda giysileri, plastiklerin birbirine kaynatılması, sağlık ve konfor, inşaat mühendisliği, koruma, tıbbi ve askeri uygulamalar gibi birçok alanda kullanılabilmektedir.

Kompozit malzemelerin hazırlanması, değişik tür veya fazlardan her birinin tek başına sahip olamadığı özelliklerin veya birbirlerinin zayıf yönlerinin iyileştirilmesini mümkün kılarak üstün özelliklere sahip yeni ürünlerin elde edilmesine olanak sağlamaktadır. Polimerler, düşük yoğunluğa, yüksek kimyasal dirence, kolay şekillendirilebilme özelliklerine sahiptir. Ancak düşük mekanik ve ısıl dayanımları kullanım alanlarını sınırlamaktadır. Grafenin ise mukavemetinin ve ısıl dayanımının yüksek olması oluşturulacak kompozit malzemenin beklenen özellikleri sergilemesini sağlayabilmektedir.

Literatürde iletken hale getirilen polimerik kompozitler incelendiğinde, iletken polimerlerin kullanımı, kompozite iletken olan metal tel vb. malzemelerin eklenmesi, kompozitin iletken hale getirilmiş sıvı ile emdirilmesi gibi yöntemlerin kullanıldığı görülmektedir. Bu yöntemlerin bir kısmının üretimin zorluğu, kısıtlı kullanım alanları, pahalı olması ve istenilen verimi verememesi gibi dezavantajları bulunmaktadır.

Mikro ve nano yapılı fonksiyonel iletken polimer kompozitler; optik, elektrik, cihaz ve manyetik malzemelerin teknolojik uygulamalarında çok üstün elektriksel, elektrokimyasal ve optik özelliklerinden dolayı önemini her geçen gün artırmaktadır. İletken polimerler iyi kimyasal dayanıklılık ve çok iyi elektriksel iletkenlik göstermesine rağmen; proses edilebilme ve mekanik özelliklerinin kötü olduğundan kullanım alanları sınırlıdır.

Bu projenin konusu, iletkenliği çok yüksek olan grafenin polimer esaslı kompozit yapıda kullanılarak oluşturulan yapıya iletkenlik özelliği kazandırma amacını kapsamaktadır. Grafen, sıfır band aralığı nedeniyle, teorik ve deneysel açıdan mükemmele yakın, elektronik iletken bir malzemedir. Çalışmada grafen kullanılarak üretilecek olan bu malzemenin hafif, mukavemetli ve esnek yapılı olmasının yanı sıra daha yüksek bir iletkenliğe sahip olmasını mümkün kılmaktadır. Bu çalışmada modifiye Hummers yöntemi ile sentezlenen GO'ların indirgenmesi ile RGO elde edilmiştir. Elde edilen RGO'nun taramalı elektron mikroskopisi (SEM), enerji dağılımı X-ray (EDX), fourier dönüşümlü kızılötesi spektroskopisi (FTIR), raman spektroskopisi, X ışınları kırınımı spektroskopisi (XRD) ve termogravimetrik analizi (TGA) yapılmıştır. Başarılı bir şekilde üretildiği sonuçlardan anlaşılmıştır.

Elde edilen RGO farklı oranlarda DMF içerisinde Poli(akrilonitril-ko-vinil asetat) (P(AN-VAc)) polimerine eklenerek karışımlar oluşturulmuştur. Nihai amaç en yüksek seviyeye iletkenlik elde etmek olduğundan, çok iğneli elektro çekim cihazında yapılan denemelerde %25'lik RGO katkı oranına kadar çıkılmıştır. P(AN-VAc)/RGO %25'lik nanolif yüzeyin SEM, EDX, FTIR, TGA ve Diferansiyel Taramalı Kalorimetri (DSC) analizleri yapılmıştır.

Çekim işlemlerinde verimli şekilde çalışılabilen en yüksek RGO katkı oranına (%25) sahip karışımdan elde edilen yüzeyler farklı katman sayılarında üst üste getirilerek kalandırlama işlemi ile birleştirilmiş ve çok katlı nanolif yüzeyler elde edilmiştir. Ayrıca nanolif yüzeylerin TS ES 1149/1 standardına göre elektriksel iletkenlikleri ölçülmüştür.

P(AN-VAc)/RGO %25 nanolif yüzeylerin bir kısmı farklı çalışma sürelerinde (tur sayısı) üretilmiş bir kısmı ise spunbond yüzeyler kullanılarak çok katlı yapılara dönüştürülmüştür. Burada "tur" kavramı, çok iğneli elektro çekim cihazında kumaşın ileri veya geri yönde üretilen numune boyunca 1 kez sarılması anlamına gelmektedir. Başka bir ifade ile bir tur, numune boyunca ve sürede kumaş üzerine nanolif yüzeyin 1 kez kaplanması demektedir. Hem farklı tur sayılarındaki nanolif yüzeyler hemde spunbond ile birleştirilen çok katlı nanolif yüzeylerin gramaj, kalınlık, kopma dayanımı, kopma uzaması, Young's modülü, hava geçirgenliği ve elektriksel iletkenlik testleri yapılmıştır.

## 1.1. Kompozit Malzemeler

İki ya da daha fazla sayıdaki benzer veya farklı gruptaki malzemelerin üstün özelliklerini bir araya getirmek veya yeni bir özellik kazandırmak amacıyla, bu malzemelerin makro düzeyde birleşmesi ile oluşturulan malzemelere "kompozit malzeme" adı verilmektedir. Başka bir ifade ile farklı türdeki malzemelerin zayıf yönlerini geliştirmek veya gelişmiş özellikler kazandırmak için farklı türde malzemelerin kullanılması ile elde edilen yapı olarak tanımlanabilmektedir. Kompozit malzemeler uzun zamandan beri inşaat sektöründe saman ile güçlendirilmiş topraktan yapılan duvarlarda kullanılmaktadır. Günümüzde kum, taş, kireç, çimento ve demir gibi oluşturulan kompozit yapılar evlerimizde kullanılmaktadır. Selüloz ve reçineden oluşan kâğıt, kompozit malzemelere güncel örneklerden biridir (Aydın, 2007).

Kompozit malzemelerin sınıflandırılmasında en çok kullanılan yöntem yapılarındaki malzemenin formuna göre ayırmaktır. Şekil 1.1'de yapılarına göre kompozit malzemeler verilmiştir.



Şekil 1.1. Yapılarına göre kompozitler; a) Elyaflı b) Parçacıklı c) Tabakalı d) Karma (Materials Engineering, 2011'den değiştirilerek).

- a) Elyaflı kompozitler: İnce elyafların matris yapısında yer almasıyla meydana gelmiştir. Elyafların matris içindeki yerleşimi kompozit yapının mukavemetini etkileyen önemli bir unsurdur. Uzun elyafların matris içinde birbirlerine paralel şekilde yerleştirilmeleri ile elyaflar doğrultusunda yüksek mukavemet sağlanırken, elyaflara dik doğrultuda oldukça düşük mukavemet elde edilir, iki boyutlu yerleştirilmiş elyaf takviyelerle her iki yönde de eşit mukavemet sağlanırken, matris yapısında homojen dağılmış kısa elyaflarla ise izotrop bir yapı oluşturmak mümkündür. Elyafların mukavemeti kompozit yapının mukavemeti açısından çok önemlidir. Ayrıca, elyafların uzunluk/çap oranı arttıkça matris tarafından elyaflara iletilen yük miktarı artmaktadır. Elyaf yapının hatasız olması da mukavemet açısından çok önemlidir (Çetin, 2007).
- b) Parçacıklı kompozitler: Bir matris malzemesi içerisinde farklı bir malzemenin parçacıklar halinde bulunması ile elde edilirler. İzotrop yapılardır. Yapının mukavemeti parçacıkların sertliğine bağlıdır. En yaygın tip plastik matris içinde yer alan metal parçacıklardır. Metal parçacıklar ısıl ve elektriksel iletkenlik sağlar. Metal matris içinde seramik parçacıklar içeren yapıların, sertlikleri ve yüksek sıcaklık dayanımları yüksektir. Uçak motor parçalarının üretiminde tercih edilmektedirler (Çetin, 2007).
- c) Tabakalı kompozitler: En eski ve en yaygın kullanım alanına sahip olan kompozit tipidir. sahip olan tiptir. Farklı elyaf yönlenmelerine sahip tabakaların bileşimi ile çok yüksek mukavemet değerleri elde edilir. Isıya ve neme dayanıklı yapılardır. Metallere göre hafif ve aynı zamanda mukavemetli olmaları nedeniyle tercih edilen

malzemelerdir. Sürekli elyaf takviyeli tabakalı kompozitler uçak yapılarında, kanat ve kuyruk grubunda yüzey kaplama malzemesi olarak çok yaygın bir kullanıma sahiptirler.

d) Karma (hibrit) kompozitler: Aynı kompozit yapıda iki veya daha fazla türde elyafın bulunmasıdır. Bu tip kompozitlere hibrit kompozitler denir. Bu alan yeni tip kompozitlerin geliştirilmesine uygun bir alandır. Örneğin, kevlar ucuz ve tok bir elyaf olmasına rağmen basma mukavemeti düşüktür. Grafit ise düşük tokluğa sahip, pahalı ancak iyi basma mukavemeti olan bir elyafdır (Çetin, 2007).

Kompozit yapılardaki matrisin üç ana görevi vardır. Bunlar, elyafın bir arada tutulması, uygulanan yükün elyaflara dağıtılması ve elyafı çevresel etkilerden zarar görmemesini sağlamaktır (Çetin, 2007).

#### 1.1.1. Kompozit tipleri ve sınıflandırılması

Elyaf ve matris olarak kullanılan malzemeler kullanım amacına uygun olarak çok farklı olabilmektedirler. Ancak genellikle polimer, seramik ve metaller kullanılmaktadır (Aydın, 2007).

#### 1.1.1.1. Seramik kompozitler

Yüksek sıcaklığa karşı çok iyi dayanıklılık göstermesi ile birlikte gevrek bir yapıya sahip olan seramik kompozitler, metal veya metal olmayan malzemelerin birleşiminden oluşmaktadır (Aydın, 2007).

#### 1.1.1.2. Metal matrisli kompozitler

Metal ve metal alaşımlarının çoğu yüksek sıcaklıklarda bazı özellikleri sağlasa da kırılgan yapıdadırlar. Ancak metalik elyaf ile takviyelendirilmiş metal matrisli kompozitler her iki fazın uyumlu çalışmasıyla yüksek sıcaklıklarda iyi mukavemet özellikleri vermektedir. Bu tür kompozitler, matrisin özelliklerini geliştirdiği gibi bu özelliklere daha ekonomik bir şekilde ulaşılmasını sağlamaktadır (Aydın, 2007).

#### 1.1.1.3. Polimerik kompozitler

Son zamanlarda, bir malzemenin dezavantajlarını ortadan kaldırmak amacıyla iki veya daha çok bileşenin karıştırılmasıyla hazırlanan polimer matrisli kompozitlere olan ilgi artmıştır. Örneğin, polimer ile farklı iletkenlik değerine sahip dolgu malzemelerinin kombine edilmesiyle, elektronik sanayinde uygulanabilen üstün mekanik ve fiziksel özelliklere sahip polimer matrisli kompozit malzemeler üretilebilmektedir (Kanara, 2014).

Polimer matrisli kompozitler için takviye olarak kullanılan grafen ve türevleri birçok önemli uygulamada büyük bir atılım göstermiştir. Geçen birkaç yıl içerisinde, araştırmacılar karbon nano tüp (CNT) bazlı polimer kompozitlere benzer olarak grafen oksit ve grafen bazlı polimer kompozitler için başarılı adımlar atmışlardır. İki boyutlu grafen daha iyi elektriksel, termal ve mekanik özelliklere sahip olmasının yanı sıra diğer CNT karbon lifleri ve kevlar gibi destek materyallerinden daha geniş bir yüzey alanına sahiptir. Grafenin katkılı kompozitler elektronik alan, uzay, otomotiv ve yeşil enerji uygulamalarına çok iyi özellikler sunabilir. Son zamanlardaki grafen ve indirgenmiş grafen oksitin toplu sentezindeki ilerlemeler çeşitli polimer matrisleri içerisine bu benzersiz materyali karıştırmayı olan ilgiyi artırmıştır. Ancak üstesinden gelinmesinde hala sorunlar vardır;

- 1. Grafen tabakalarının fonksiyonlandırılması
- 2. En düşük seviyede kümelenme ile materyallerin homojen dağılımı
- 3. Polimerlerle grafen oksit ve grafenin etkili karışımı
- 4. Ara ürünlerin yapılarını ve özelliklerini anlama
- 5. Grafen materyalinin katlanması, buruşması ve eğilmesinin kontrolüdür (Erikli, 2014).

Polimer matrisli kompozitleri sentezleme yöntemleri arasında çözelti harmanlama (solution blending), eriterek karıştırma (melt mixing) ve polimerizasyon sırasında (in situ polymerization) yaygın olarak kullanılmaktadır. Bu yöntemler alt başlıklarda açıklanmıştır.

## <u>Eş zamanlı (in-situ) polimerizasyon yöntemi</u>

Eş zamanlı polimerizasyon yönteminde ilk olarak monomer veya monomerler belirli koşullarda dolgu ile karıştırılarak iyi bir dispersiyon sağlanır. İkinci aşamada, uygun bir başlatıcı kullanılarak polimerizasyon gerçekleştirilir. Literatürde, özellikle polimer-kil nanokompozitlerinin in-situ polimerizasyonu ile elde edilmesine ilişkin bir çok çalışma bulunmaktadır (Zeng, 2001; Sun ve Garces, 2002). Bu yöntem kil gibi tabakalı yapıda dolgular kullanıldığında polimer zincirlerinin dolgu yüzeyinde büyümesinden dolayı dolgu tabakalarının aralanmasını sağladığından tercih edilmektedir (Akın, 2013).

Bu üretim tekniği, polimerizasyonun monomerleri içinde GO ve RGO'nun dağıtılması ile başlar. Eş zamanlı polimerizasyon tekniği, fonksiyonel tabakalar arasındaki kovalent bağlarla polimer matrisinde çeşitli kondenzasyon reaksiyonlarına olanak sağlamaktadır. Diğer taraftan, PMMA-GO8 (Jang ve ark., 2009), PP-GO (Huang ve ark., 2010) ve PE-Grafit (Fim ve ark., 2010) gibi kovalent bağlı olmayan kompozitler de bu teknikle hazırlanabilir. Grafen katkılı kompozitler enerji depolamada, li-iyon batarya, süper kapasitör, mikrobiyal elektroliz hücreleri olarak ve enerji üretiminde, yakıt pilleri, mikrobiyal yakıt pilleri, enzimatik yakıt pilleri, güneş enerjisinden fotovoltanik enerji üreteçleri kullanılabilmektedir. İdeal grafen yapısına sahip grafenin çeşitli fonksiyonel gruplar içermemesi nedeniyle organik polimerlerle kimyasal bağ oluşturduğundan bağlanmasında zorluklar vardır. Buna karşılık grafen oksit taşıdığı oksijenli fonksiyonel gruplar ile organik polimerlere bağlanarak kararlı kompozitler oluşturabilmektedir (Dikin ve ark., 2007; Vickery ve ark., 2009; McAllister ve ark., 2007). Diğer taraftan, grafen organik çözücüler içinde daha iyi dağılım (dispersiyon) gösterirken, grafen oksit ise tersine sulu çözeltilerde iyi dağılım göstermektedir (Erikli, 2014).

#### <u>Çözeltide karıştırma yöntemi</u>

Bu yöntemde, matris olarak kullanılacak polimer uygun bir çözücüde çözülerek polimer çözeltisi hazırlanır. Daha sonra kullanılacak dolgu maddesi ilave edilerek çözelti karıştırılır. Kullanılan çözücünün ortamdan uzaklaştırılmasıyla polimer kompozit elde edilir. Bu yöntemde polimer çözeltisinin konsantrasyonu, çözelti viskozitesi ve karıştırma şartlarına dikkat edilmelidir. Bu yöntem polimer ve dolgunun homojen bir şekilde karıştırılması ve üstün dolgu dağılımının sağlanması için termodinamik koşullar açısından en elverişli yöntem olmasına rağmen çok miktarda çözücü kullanılmasından dolayı ekonomik olmaması nedeniyle endüstriyel uygulamalarda tercih edilmez. Ancak kil katkılı lateks ve boya dispersiyonlarının hazırlanması için tercih edilmektedir (Akın, 2013).

Çözeltide karıştırma tekniği polimer bazlı kompozitlerin üretiminde yaygın olarak kullanılan bir tekniktir. Bu teknik polimerin, su ve aseton, dimetilformamid, kloroform ve toluen gibi organik çözücülerde kolayca çözünmesini sağlar. Teknikte, polimer uygun bir çözücü içerisinde çözülür ve çözelti içerisinde disperse olmuş grafen ile karıştırılır. PMMA, PAA, PAN ve polyesterler gibi polar polimerler bu teknik ile organik çözeltilerde dispersiyonu iyileştirmek için isosiyanat, alkil amin vb. ile fonksiyonlaştırılmış grafen oksit ile başarılı bir şekilde karıştırılmıştır. Örneğin, esterleştirilmiş grafit, PVA-GO kompoziti üretmek için grafen oksit DMSO içerisinde çözülmüş PVA ile karıştırılmıştır (Salavagione ve ark., 2009; Erikli, 2014).

Grafen tabakalarının dağılımını homojenize etmek için ultrasonik kuvvet kullanılabilir. Fakat uzun süre yüksek ultrasonikasyona maruz bırakmanın kompozit özelliklerine zararlı olabilecek grafen tabakalarında defektlere sebep olabileceği unutulmamalıdır. Grafen tabakalarını fonksiyonlaştırma, su ve diğer çözücülerde dispersiyonu sağlamaya yardımcı olabilir. Harmanlama sırasında polimer, tabakaların yüzeyini kaplar ve çözelti uzaklaştırıldıktan sonra her bir tabakayı birleştirir. Dağılım, spin kaplama ya da damla düşürme yönteminin kullanılması ile kontrol edilebilir. Grafen-PVA (Jiang ve ark., 2010), GO-PVA (Liang ve ark., 2009), Grafen-PVC (Vadukumpully ve ark., 2011), GO-PVA tabaka tabaka yükleme (Zhao ve ark., 2010), ve RGO-PVDF (Ansari ve ark., 2009) gibi çeşitli polimer kompozitler bu teknik kullanılarak hazırlanmıştır (Erikli, 2014).

## <u>Eriyik harmanlama yöntemi</u>

Bu yöntemde çeşitli tiplerde ısıtıcılı eriyik karıştırıcılar ve ekstruderler kullanılmaktadır. Büyük miktarda üretimlere elverişli olması nedeniyle ekstruderler endüstriyel uygulamalarda tercih edilir. Ekstruder kullanılarak kompozit elde edilmesi uygulamalarında, dolgunun polimer ile karışma süresi kısa olduğundan homojen karışımların elde edilmesinde problemler ortaya çıkabilir. Ayrıca erime ve proses sıcaklığı yüksek olan polimerlerin kullanımında ortaya çıkan diğer bir problem de kullanılan dolguların yüzey modifikasyonu için kullanılan organik grupların bozunması riskidir. Bu etki dolgu-polimer ara yüzey etkileşimlerinin yeterince sağlanamaması, sonuç olarak homojen bir karışım elde edilememesi ve fiziksel özelliklerin yeterince iyileştirilememesine sebep olabilmektedir (Akın, 2013).

Eriterek karıştırma tekniği, yüksek sıcaklık ve matris polimerinde dağılımı arttırmak amacıyla "shear" kuvveti kullanılır. İşlem sırasında toksik çözücü kullanımdan sakınılmalıdır. Yüksek sıcaklık, polimer fazının sıvılaşmasını ve GO tabakaları arasındaki dağılımı kolaylaştırmaktadır. Eriterek karıştırma yöntemi, grafen tabaklarının yüklenmesi sonucu oluşan yüksek viskoziteden dolayı çözeltide karıştırma yöntemine göre daha az verimlidir. İşlem hem polar hem apolar polimerlere uygulanabilir. Ayrıca bu teknik, geniş ölçekli termoplastik üretiminde oldukça pratik bir yöntemdir. Grafit-PMMA (Kalaitzidou ve ark., 2007), Grafen/PP, GO/PEN (Kim ve Macosko, 2008) ve Grafen-PC (Kim ve Macosko, 2009) gibi grafen katkılı kompozit çeşitleri bu yöntemle hazırlanır. Kimyasal olarak indirgenmis grafenin düşük verimliliği, grafenin bu teknikte kullanılmasını sınırlandırmaktadır. Ayrıca termal indirgemeyle yapılan grafen üretimi, endüstriyel ölçekte üretime uygun olabilir. Termal indirgemeyle fonksiyonel grupların uzaklaştırılması, polimerik matrislerde ve özellikle apolar polimerde homojen dağılımı engelleyebilir (Erikli, 2014).

## 1.2. Grafen

Karbon elementi canlılar için en önemli yaşam kaynaklarının başında gelmektedir. Organik kimyanın temelleri karbon elementine dayanmaktadır. Karbon ametal bir element olmasıyla birlikte periyodik tablonun 4A grubunda yer almaktadır. Taban durumundayken dört tane değerlik elektronuna sahiptir. Bunlardan ikisi 2s alt kabuğunda, diğer ikisi de 2p alt kabuğundadır. Bir karbon atomu diğer karbon atomları ile bağ oluştururken 2s yörüngesindeki elektronlarından bir tanesini tam dolu olmayan 2p yörüngesine geçirir. Sonuç olarak sp hibrit yörüngeleri vasıtasıyla diğer karbon atomları ile bağ yapar. S yörüngesi ile karışan p yörüngesinin sayısına (Fowler, 1984; Curl, 1997; Kroto, 1997) bağlı olarak sp<sup>1</sup>, sp<sup>2</sup> ve sp<sup>3</sup> şeklinde üç çeşit sp hibrit yörüngesi vardır. Buna bağlı olarak karbon, doğada farklı allotropları ile karşımıza çıkmaktadır. Bu allotroplardan elmas ve grafit çok eski çağlardan beri bilinmektedir. Yakın geçmişte keşfedilen fullerenler (Curl, 1997; Kroto, 1997; Smalley, 1997) ve nanotüpler (lijima,1991) pek çok fizikçi ve kimyacı için ilgi odağı haline gelmeyi başarmıştır. Böylece karbonun üç boyutlu (elmas, grafit), bir boyutlu (nanotüpler) ve sıfır boyutlu (fullerenler) yapıları bilinir hale gelmiştir (Kuloğlu, 2012).

Karbonun iki boyutlu allotropunun sentezlenememiş olması pek çok bilim insanını düşünceye sevk etmiştir. Nihayet Manchester Üniversitesi'nden Konstantin Novoselov ve Andre Geim'in öncülük ettiği bir grup fizikçi tarafından, 2004 yılında çok farklı bir yöntem kullanılarak, karbonun iki boyutlu allotrop yapısı olan grafen sentezlenmiştir (Novoselov ve Geim, 2004). Novoselov ve Geim'e bu çalışmalardan dolayı 2010 yılında Nobel Fizik Ödülü verilmiştir. Çalışmaya karbonun üç boyutlu yapısı olan grafit ile başlamışlardır. Grafit, katmanlı bir yapıdır ve iki boyutlu grafen kristallerinin zayıf van der Waals kuvveti ile birbirlerine bağlanmaları sonucu oluşur. Buradan yola çıkarak Manchester Üniversitesi'ndeki grup katman ayırma (Novoselov ve ark., 2004; Novoselov ve ark., 2005) adı verilen tekniği kullanarak grafiti tek katmana kadar ayırmayı başarmışlardır. Grup aynı tekniği kullanarak, BN (Bor Nitrür) ve periyodik tablonun 6A grubunun bazı elementlerinin, ikili bileşiklerini içeren diğer malzemelerin, iki boyutlu kristal yapılarını da elde etmişlerdir. Bu sonuçlara dayanarak iki boyutlu kristallerin var olduğu ve doğal çevre şartlarında kararlı oldukları ortaya çıkmıştır.

Novoselov ve Geim, grafen bu zar içerisinde hareket eden elektron bulunmadığı durumda bile grafenin elektriksel iletkenliğinin belirli bir alt sınırdan aşağı inmediğini belirlemişlerdir. Bu, o zamana kadar kabul görmüş bilgiler ile çelişmektedir. Tüm bilinen sistemlerde yük taşıyıcılar ortadan kalktığında iletkenlikte kaybolmasına rağmen, grafende sistem iletkenlik göstermeye devam etmektedir (Geim ve Novoselov, 2007; Arseven, 2011). Grafenin yapısı Şekil 1.2'de gösterilmiştir.



Şekil 1.2. Tek tabakalı grafen yapısı (Meyer J., 2010)

Grafenin sentezlenmesiyle birlikte araştırmacıların ilgi odağı haline gelmesi çok uzun sürmemiştir (Kuloğlu, 2012). Grafenin yayın sayısının yıllara göre dağılımında Şekil 1.3'de verilen pembe sütunlar gafen, mavi sütunlar tek tabaka grafit olarak gösterilmiştir (Arseven, 2011).



Şekil 1.3. Grafen yayın sayısının yıllara göre dağılımı

Grafenin keşfiyle, şimdiye kadar bilinmeyen bir malzeme sınıfı ortaya çıkmıştır. 2B kristal malzemeler son zamanlarda tespit edilmiş ve karakterizasyon tekniklerinin ilerlemesiyle de analiz edilmeye başlanmıştır. İlk önceleri tek tabaka grafit olarak adlandırılan bu malzeme daha sonraları grafen adını almıştır. Keşfedilen bu yeni sınıftaki ilk malzeme, tek atomlu karbon tabakasına sahip grafendir. Bu malzeme için, "tek atom kalınlığında ince bir zar" tanımı da yapılabilir (Arseven, 2011).

## 1.2.1. Grafenin sentezi

Tek katman grafitin sentezlenmesi ile ilgili ilk deneme, 1975 yılında B. Lang'ın tek kristal plâtin (Pt) alt katman üzerinde karbonun termal ayrıştırılması yolu ile tek ve çok katmanlı grafitin oluşumunu göstermesiyle olmuştur (Lang, 1975; Kuloğlu, 2012). Benzer katmanların özellikleri arasındaki tutarsızlık, Pt'un farklı kristal düzlemler üzerindeki oluşumu ve ürünün kazançlı uygulamalarını belirlemedeki başarısızlıktan dolayı o zamanlarda bu işlem üzerinde çok fazla çalışılmamıştır. Uzun bir süre grafen sentezi ile ilgili rapor sunulmamıştır. Grafen sentezi ile ilgili dağınık halde duran girişim çabaları 1999'da yayınlanan çalışmalarla (Rokuta, 1999; Shioyama, 2001) tekrar gündeme gelmiştir. Yaptıkları çalışmalarla 2004 yılında, Novoselov ve ark., 2005). Öncelikle grafenin tekrarlanır sentezini göstermişlerdir. Bu işlemi pul pul dökülme adı verilen yöntem vasıtasıyla gerçekleştirmişlerdir. Bu tekniğin ardından daha geniş ölçekli ve daha verimli grafen sentezlemek için farklı teknikler uygulanmaya başlamıştır (Kuloğlu, 2012). Bu bölümde bu tekniklere kısaca değinilmiştir.

### 1.2.2.1. Katman ayırma yöntemi

Bu yöntem ilk grafen sentezi olarak bilinmektedir. Manchester Üniversitesi'nden Geim ve Novaselov tarafından grafit tabakası bir zemin üzerine yatırılmış ve tabakaların ayrılması selo bant ile yapılmıştır (Geim ve Novaselov, 2004).

#### 1.2.2.2. Kimyasal buhar biriktirme yöntemi

Kimyasal buhar biriktirme (CVD) tekniği kullanılarak düzlemsel birkaç katmanlı grafen (PFLG) sentezleme çalışması ile ilgili ilk yayın 2006 yılında Somani ve arkadaşları (Somani ve ark., 2006) tarafından çıkarılmıştır. Bu çalışmada, Ni folyolar üzerinde grafen sentezlemek için doğal, çevre dostu, düşük ücretli Kâfur (C<sub>10</sub>H<sub>16</sub>O) kullanılmıştır. Öncelikle Kâfur 180 °C'de buharlaştırılmıştır ve daha sonra CVD fırınının başka bir haznesinde taşıyıcı gaz olarak argonun kullanılmasıyla ısıya maruz bırakılarak 700 ile 800 °C arasında pirolize (ısıl bozunma) uğrar. Doğal yolla oda sıcaklığına soğuduğunda Ni folyolar üzerinde birkaç katman grafen tabakaları gözlenmiştir. Bu sayede elde edilen yapı yüksek çözünürlüklü geçirmeli elektron mikroskobu (HRTEM) ile incelendiğinde yaklaşık olarak 35 grafen katmanı içerdiği gözlemlenmiştir (Kuloğlu, 2012).

Diğer bir yaklaşımda, ısısal CVD kullanılarak Ni alt yüzeyi üzerinde 1 ila 2 nm kalınlıklı grafen tabakası elde edilmiştir (Obraztsov ve ark., 2007). Ayrıca aynı çalışmada Si

üzerinde grafen sentezleme çalışması da yapılmış ve başarısızlıkla sonuçlanmıştır. Bu yöntemde ön madde olarak H<sub>2</sub> ve CH<sub>4</sub> gazlarının karışımı kullanılmıştır. Elde edilen grafen yapıları Auger Elektron Spektroskopisi ile incelendiğinde, tepelerin ayrılmasıyla pürüzsüz, mikrometre boyutunda alanlar içeren nanometre kalınlığında grafitik filmler elde edildiği gözlemlenmiştir. Wang ve arkadaşları CVD ile alt katmansız çok az miktarda katmanlı grafen elde etmek için yeni bir metot (Wang ve ark., 2009) önerdiler. CH<sub>4</sub> ve Ar gaz karışımında seramik bir kayık içerisinde grafen büyütmek için MgO ile destekli Co katalizörü kullanmışlardır. Elde edilen yapılar taramalı elektron mikroskobu (SEM), HRTEM ve Raman spektroskopi yöntemleri ile incelendiğinde beş katman kadar az, dalgalı grafen katmanları gözlenmiştir. Başka bir çalışmada ısısal CVD kullanılarak 1-2 cm<sup>2</sup>'lik çoklu kristal Ni film üzerinde birkaç katman arasında grafen büyütüldüğü ifade edilmiştir (Reina, 2009). 2009 yılında Chae ve arkadaşları gaz oranı, büyüme süresi ve sıcaklığı çok iyi bir şekilde kontrol ederek çoklu kristal Ni alttaşların 1 cm<sup>2</sup>'lik alan üzerinde birkaç katman grafen sentezlemeyi başarmışlardır (Chae, 2009; Kuloğlu, 2012).

Diğer bir ısısal CVD çalışmasında ise bakır folyonun 1 cm<sup>2</sup>'lik alanı üzerinde grafen sentezlenmiştir (Li ve ark., 2009). Bu yöntemle elde edilen grafen yapısı son derece kaliteli ve tekdüzedir (Kuloğlu, 2012).

## 1.2.2.3. Kimyasal indirgeme yöntemi

Grafen laboratuvar şartlarında grafite bir takım kimyasal işlemler uygulaması ile elde edilmektedir. Yüksek miktarda grafen elde edilmesi için araştırmacılar tarafından en çok kullanılan yöntemlerden biri kimyasal olarak grafitin grafen oksite yükseltgenmesi daha sonrasında ise hidrazin veya hidrokinon gibi kuvvetli bir indirgeyici veya termal olarak grafen tabakalarına indirgenmesi olmuştur (Tiyek ve ark., 2016a). İndirgenmiş Grafen Oksit (RGO) üretiminde genel olarak kullanılan yöntemler Şekil 1.4'te şematize edilmiştir.



Şekil 1.4. RGO hazırlanmasında kullanılan genel sentez yöntemleri (Wong ve ark., 2014'den değiştirilerek)

RGO üretimi için bütün sentez yöntemlerinde başlangıçta grafit kullanılarak başlanmaktadır. Yöntemlerde kullanılan kimyasal malzemelerin içeriğinden kaynaklanan yabancı maddeler kirlenmeye yol açmaktadır. Şekilde görüldüğü gibi (Bkz. Şekil 1.4) gri küreler karbon atomlarını, kırmızı küreler oksijen ve diğer renklerdeki küreler ise metalik yabancı maddeleri temsil etmektedir (Wong ve ark., 2014).

Grafen oksit (GO) yüzeyinde karboksil, hidroksil, epoksi ve keto vb. gibi farklı oksijen gruplarını içermekte ve bu gruplar GO yapısını oldukça hidrofil yapıya dönüştürmektedir (Erikli, 2014). Bu işlem için temelde, Brodie (Brodie, 1859), Staudenmaier (Staudenmaier, 1898), Hofmann ve König (Hofmann ve König, 1937), Hofmann ve Holst (Hofmann and Holst, 1939) ve Hummers ve Offeman (Hummers ve Offeman, 1958) gibi yöntemler ile kullanılmaktadır. Bu yöntemler içerisinde en çok kullanılan Hummers yöntemi olmakla beraber diğer yöntemlere kıyasla reaksiyon sırasında daha az zehirli gaz açığa çıkarması ile daha çevrecidir (Wong ve ark., 2014). Bu yöntemlerde sentez aşamaları aşağıda verilmiştir;

- 1. Brodie: Grafit, HNO<sub>3</sub> ve NaClO<sub>3</sub> ile 250 °C'de 3-4 saat karıştırılır. Karışım eter ve alkol ile yıkanıp filtrelendikten sonra 100 °C'de kurutulmaktadır (Brodie, 1859).
- Staudenmaier: 87,5 mL H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> (98%) ve 27 mL HNO<sub>3</sub> (98%) buz banyosunda 30 dk kontrollü bir şekilde karıştırıltıktan sonra üzerine 5 g grafit eklenir homojen bir karışım oluşuna kadar karıştırmaya devam edilir. Karışıma 55 g KClO<sub>3</sub> 30 dk içerisinde yavaşça eklenmektedir. Karışım iyice homojen hale geldikten sonra hava kaçırmaması için kapatılmış ve kuvvetli bir şekilde oda sıcaklığında 96 saat karıştırılmıştır. Karışım sonunda 3 L deiyonize su eklenmektedir. Ardından karışım % 5'lik HCI ile yıkanmış ve deiyonize su ile filtrelenmiştir. Sonunda kalan madde 50 °C'de 48 saat vakum altında kurutulmuştur (Staudenmaier, 1898; Wong ve ark., 2014).
- 3. Hofmann ve König: 87,5 mL H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> ve 27 mL HNO<sub>3</sub> 30 dk buz banyosunda karıştırılmıştır. Karışıma 5 g grafit eklenip homojen bir karışım oluşana kadar karıştırılmaktadır. 55 gram KClO<sub>3</sub> ani sıcaklık artışı ve patlayıcı klor dioksit gazı oluşumunu önlemek için çok yavaş bir şekilde 30 dk boyunca eklenmektedir. Ardından karışım gaz kaçağını önlemek için kapatılıp oda sıcaklığında 96 saat kuvvetli bir şekilde karıştırılmaktadır. Süre sonunda karışıma 3 L deiyonize su eklenip süzülmektedir. Hazırlanan % 5'lik HCI solisyonu ile filtrelenip deiyonize su ile yıkanır ve santrifüjde işlem görmektedir. Son olarak grafen oksit vakum altında

50 °C'de 48 saat boyunca kurutulmaktadır (Hofmann ve König, 1937; Wong ve ark., 2014).

4. Hummers ve Offemann: 5 g grafit, 2,5 g NaNO<sub>3</sub> ve 115 mL H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> (%98) buz banyosunda karıştırılmıştır. Çok yavaş bir şekilde 15 g KMnO<sub>4</sub> (yaklaşık 2 saat) buz banyosundaki karışıma eklenmiş ve 2 saat boyunca 35 °C'de karıştırılmıştır. Karışım oda sıcaklığında 4 saat daha karıştırıldıktan sonra 30 dk da 35°C'ye kadar ısıtılmıştır. Karışıma 250 mL deiyonize su ilave edilmiş ve sıcaklık 70 °C'ye kadar çıkmıştır. Karışıma 15 dk sonra 1 L deiyonize su eklenmiştir. Reaksiyona girmemiş potasyum permanganat ve manganez dioksit %3 (wt/wt) H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> ilavesi ile uzaklaştırılmıştır. Karışım cökelmeye bırakılmıs ve süzülmüştür. Süzüntü birkac kez santrifüjlendikden sonra negatif iyonlar uzaklasana kadar deiyonizesu ile yıkanmış ve filtrelenmiştir. Son olarak kalan çamurumsu, 50 °C'de 48 saat vakum altında kurutulmuştur (Hummers ve Offemann, 1958; Wong ve ark., 2014).

Hummers'ın metodunu grafitin oksidasyon derecesini arttırmak için farklı yöntemler ile modifiye edilmiştir. Grafitin ön oksidasyon ile yükseltgenmesi bu yöntemler içerisinde biri olarak modifiye Hummers metodunda kullanılmaktadır. Ön oksidasyon işleminde sülfürik asit, difosforpentaoksit ve potasyum persülfat gibi kimyasallar kullanılmaktadır.

GO hazırlanırken grafite Hummers ya da modifiye Hummers metotlarında olduğu gibi kuvvetli asitlerle ve kuvvetli oksidasyon ajanları ile veya Staudenmaier ve Brodie yöntemlerindeki gibi KClO<sub>3</sub> ve HNO<sub>3</sub> ile kimyasal işlemler uygulanarak hazırlanmaktadır. Bu reaksiyonların sonucunda benzer oksidasyon seviyelerine ulaşılmaktadır (C/O  $\cong$  2:1). Oluşturulan GO yapısında, hidroksil ve epoksi, tabakanın çevresinde ise karboksil gruplarının olduğu düşünülmektedir (Şekil 1.5) (Erikli, 2014).



Şekil 1.5. Grafen oksit (Dreyer ve ark., 2010)
GO, grafite kıyasla yapısında bulunan su moleküllerine (nem) bağlı olarak katmanlar arası mesafesi daha fazladır (Çiftçi, 2015).

Grafen oksitin indirgenmesi için termal ve kimyasal birçok yaklaşım öne sürülmüştür. Kimyasal indirgeme metotları uygulanabilirliğinin kolay olması ve maliyetinin düşük olmasından dolayı en çok tercih edilenler arasındadır. Birçok kimyasal indirgeyici ajanları içerisinde hidrazin, alkol, sodyumborhidrür, hidriodik asit ile asetikasit, sodyum/potasyum hidroksit, demir/alüminyum tozları, amonyak, hekzilamin, sülfür içeren bileşikler (NaHSO<sub>3</sub>, Na<sub>2</sub>SO<sub>3</sub>, Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>4</sub>, Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Na<sub>2</sub>S.9H<sub>2</sub>O, SOCl<sub>2</sub> ve SO<sub>2</sub>), üre ve C vitaminidir. Diğer taraftan termal indirgeme metotları genellikle farklı atmosferlerde (ultrahigh vacuum, Ar, H<sub>2</sub>, NH<sub>3</sub>), grafitin ısıtılmasına ya da mikrodalga, lazer, plazma gibi farklı ısı kaynaklarının kullanılmasına dayanmaktadır.

Genellikle kimyasal ve termal indirgeme metotlarının kendine göre avantajları vardır. Kimyasal indirgeme metotlarında grafen oksit sulu ortamda indirgenebilir, elde edilen indirgenmiş grafen oksitler yapısında birçok organik fonksiyonel gruplar ya da nano yapılar barındırır. Üzerinde bulunan bu yapılar ile indirgenmiş grafen oksitin özelliklerini değiştirmekte kullanılabilmektedir. Termal indirgemede indirgeme düzeyi uygulama sıcaklığı, bekleme süresi gibi parametreler ile kontrol edilebilmektedir.

Kimyasal indirgemede yaygın olarak kullanılan indirgeme ajanı hidrazindir. Stankovich ve Ruoff grafit oksitin hidrazin ile indirgemesi olayı için bir mekanizma önermişlerdir (Şekil 1.6). İlk olarak, hidrazinin (N<sub>2</sub>H<sub>4</sub>) hidrojeni vasıtasıyla epoksi grubu açılması sonucu oluşan hidrazin (N<sub>2</sub>H<sub>3</sub>), indüklenmiş epoksi ile bir hidrojen daha transfer ederek hidrazin alkol (N<sub>2</sub>H<sub>3</sub>-OH) ve bir molekül su verir. Geriye kalan -NNH<sub>2</sub> karbon atomları arasında bir köprü oluşturur ve ısıtmanın etkisiyle termal desorpsiyonu sonucu N<sub>2</sub>H<sub>2</sub> salınır (Erikli, 2014).



Şekil 1.6. Hidrazin ile indirgeme mekanizması (Erikli, 2014)

Grafen oksit tabakalı bir yapıdan oluşmaktadır ve bu tabakalar oksijenli grupları (hidroksil, epoksi, karbonil ve karboksil) içerir. Bu fonksiyonel gruplar tabakalar arasındaki van der Waals etkileşimlerini önemli derecede değiştirir ve grafen oksit yapısını hidrofilik yapmaktadır (Parades ve ark., 2008; Dreyer ve ark., 2010; Erikli, 2014; Yazıcı ve ark., 2016). Bu fonksiyonel grupların varlığı grafitin düzlemsel sp<sup>2</sup> karbonlarını bozar ve onları sp<sup>3</sup> karbonlarına dönüştürür (Parades ve ark., 2008; Dreyer ve ark., 2010; Yazıcı ve ark., 2016). Böylelikle grafen oksit yapısındaki grafitin n-n elektronik konjugasyonunda bozukluk ortaya çıkar. İndirgeme sırasında da bu oksijenli gruplar ortadan kaldırılır ve farklı çözeltilerdeki grafen oksit dispersiyonu azalmaktadır (Erikli, 2014).

Elde edilen grafen oksitin indirgenmesinde hem kimyasal indirgenme hem de termal indirgeme metodundan yararlanılmıştır. Grafen oksitin termal indirgenmesi sonucu elde edilen indirgenmiş grafen oksite ait karakterizasyon çalışmalarında Raman, SEM, XRD analizlerinden yararlanılmıştır (Şekil 1.7)



Şekil 1.7. Termal olarak indirgenmiş grafen oksite ait karakterizasyon spektrumları a)XRD, b) Raman c) SEM (Erikli, 2014)

Termal indirgeme grafen oksit yüzeyindeki oksijenli grupların kaldırılması için iyi bilinen bir yöntemdir (Go'mez-Navarro ve ark., 2007; Yang ve ark., 2009; McAllister ve ark., 2009; Zhu ve ark., 2010). Bu metotta oksijenli gruplar yapıdan su, karbondioksit ve karbonmonoksit şeklinde ayrılırlar. İşlem 1000-1100°C'de inert bir atmosferde belirli bir süre gerçekleştirilir (Schniepp ve ark., 2006). Termal olarak 950°C de 5dk indirgenmiş grafen oksitin XRD spektrumu incelendiğinde 29 = ~11,0° civarındaki pikin şiddetindeki azalış, kısmı bir indirgeme olduğunu göstermektedir (Şekil 4.3). SEM görüntüleri incelendiğinde indirgenmiş grafen oksit tabakaları arasındaki mesafelerin grafen oksite göre arttığı gözlenmiştir (Bkz. Şekil 1.7c). İndirgenmiş grafen oksitteki buruşuk görüntünün termal indirgeme sırasındaki ani ısıtmanın bir sonucu olduğu varsayılabilir (Schniepp ve ark., 2006). Ayrıca genişleyen grafen oksit tabakaları sonucu oluşan transparan görüntü açıkça gözlenmektedir (Bkz. Şekil 1.7c). Raman spektrumuna bakıldığında I(D)/I(G) oranında grafen oksite göre indirgenme işleminden sonra önemli bir değişiklik göstermediği gözlenmiştir (Şekil 1.7b) (Erikli, 2014).

Termal indirgemenin yanı sıra hidrazin monohidratta indirgeme prosesinin kolaylığı ve grafen oksiti indirgemedeki gelişimine bağlı olarak indirgeme prosesinde kullanılmıştır (Stankovich ve ark., 2006; Stankovich ve ark., 2007; Si ve ark., 2008; Wang ve ark., 2008). Grafen oksitin indirgenme derecesi, kimyasal olarak indirgenen grafen oksit materyalinin fiziksel özelliklerini önemli bir şekilde etkiler ve reaksiyon koşullarına bağlıdır. Ayrıca grafitin partikül boyutu, grafen oksit hazırlanırken kullanılan metot, reaksiyon sıcaklığı, çözücüler vb. diğer faktörlerde indirgeme olayı üzerinde etkilidir. Karbon oksijen oranının ve indirgenmiş grafen oksitin elektriksel iletkenliğinin kullanılan kimyasal indirgeyicilere göre farklılık gösterdiği bilinmektedir (Stankovich ve ark., 2007; Park ve ark., 2008; Li ve ark., 2008; Park ve ark., 2009). Hidrazin ile indirgeme sonucu elde edilen örneğin XRD spektrumu termal indirgeme ile karsılaştırmalı olarak Sekil 1.8'da verilmiştir. Hidrazin ile indirgeme sonucu ana pik olarak 20=25-26° civarında bir pik gözlenmiştir. Tabakalar arası mesafede (d) yaklaşık olarak 0,33nm bulunmuştur. Bu tabakalar arası mesafe grafen oksite göre daha küçüktür ve grafitin değerine daha yakındır. Grafen oksitin tabaklar arası mesafesinin daha geniş olmasının sebebi tabakalar arasındaki su molekülleri ve oksijenli grupların varlığındandır. Termal indirgeme sonucu 20=25-26° civarındaki pik hidrazin ile indirgeme sonucu elde edilen piklere göre daha geniştir ve düşük bir şiddete sahiptir.



Şekil 1.8. Grafen oksit ve farklı yöntemlerle indirgenmiş grafen oksite ait XRD spektrumları (Erikli, 2014)

## 1.2.2. Grafenin özellikleri

Grafen keşfedildiğinden bu yana daha önce görülmemiş fiziksel ve kimyasal özelliklerine bağlı olarak oldukça dikkat çekmiştir. Grafenin tek bir katmanının 0,42 nm olduğu düşünüldüğünde, çelikten 30 kat daha güçlü olması etkileyicidir. Grafen yüksek bir taşıyıcı konsantrasyonu ve mobilitesi özeliklerinden dolayı ışık hızında elektrik akımını

sağlayabilmektedir. Başka bir ifade ile elektrik akımını sağlayan taşıyıcı elektronların ışık hızına yakın bir hız ile malzeme içerisinde akımı iletmesi, grafeni bilinen malzeme türlerinden daha iletken yapmaktadır. Buna bağlık olarak daha yüksek performans sağlayan bilgisayar ve telefon vb. elektronik aygıtların üretilmesinde bir yol açmıştır (Erikli, 2014).

## 1.2.3.1. Elektronik özellikleri

Grafen; sıfır boyutlu fulorenleri, bir boyutlu karbon nanotüpleri ve üç boyutlu grafiti (Şekil 1.9) oluşturan madde olmuştur (Slonczewski ve Weiss, 1958). Özellikle bunlar arasındaki karbon nanotüplerin sergilemiş oldukları elektriksel özellikler grafenin elektriksel özelliklerine karşı olan ilgiyi daha da artırmıştır (Baughman, 2002; Çetin, 2013).



Şekil 1.9. Grafen tabakadan 0D fulloren,1D karbon nanotüp ve 3D grafitin oluşması (Geim ve Novoselov, 2007).

Grafen, sıfır band aralığı nedeniyle, teorik ve deneysel açıdan mükemmele yakın bir elektronik iletken malzemedir (Avouris, 2010). Elektronların enerjisi, Brillouin bölgesi kenarlarındaki elektronların momentumu ile doğrusal olarak ilişkilidir (elektronlar kütlesiz Dirac fermiyonları gibi davranır). Ayrıca, grafen düzlüklerde balistik iletim gözlenir. Grafenin band yapısı ilk kez 1947 yılında sıkı-bağ modeli kullanılarak elde edilmiştir (Wallace, 1947; Elibol, 2012). Bir grafen düzlüğünün band yapısı ve band yapısının üstten görünüşü Şekil 1.10'da verilmiştir.



Şekil 1.10. Grafen düzlüğün band yapısı, band yapısının üstten görünüşü (Elibol, 2012)

Grafenin yüksek elektron hareketliliği geniş bir küçük sinyal geçiş iletkenliği sağlayabilir. Sinyal geçiş iletkenliği, bir amplifikatörün kazancını ve bir transistörün yüksek frekans performansını belirleyen önemli bir parametredir (Yang ve ark., 2010). Grafen transistörlerdeki kanallar, mikrometre genişliğindeki grafen tabakalar ya da grafen şeritlerden oluşur ve grafenin band yapısından dolayı grafen transistörler ambipolar akım iletimi sergilerler (Wang ve ark., 2010). Grafende taşıyıcılar hem elektronlar hemde deşikler olabilir. Grafende iletim ve valans bandı huniye benzemektedir (Bkz. Şekil 1.10) ve bu huni şeklindeki valans ve iletim bandının birbirine en yakın olduğu noktalar Dirac noktalarıdır. Dirac noktalarında, elektronların ve deşiklerin sayısı eşit fakat taşıyıcıların yükleri zıt olduğundan, bu noktalar yüksüzdür. Bu nedenle, Dirac noktalarında iletim minimum değerini alır. Dirac noktasına ayrıca minimum iletim noktası da denir (Cho ve Fuhrer, 2008; Elibol, 2012).

### 1.2.3.2. Mekanik özellikleri

Grafende C-C bağları arasında kuvvetli kovalent bağlar olduğu için bir grafen düzlük olağanüstü mekanik özeliklere sahiptir. Grafiti oluşturan grafen düzlüklerin arasında ise zayıf van der Waals bağları olduğu için grafen düzlükler çok az bir kuvvet uygulandığında birbirlerinin üstünden kayarak grafit yapısını bozabilir (Rozploch ve ark., 2007; Elibol, 2012).

Bir malzemenin mekanik özelliklerini belirlemek için üç parametre gereklidir: Malzemenin sertliğini tespit eden Young's modülü, Poisson oranı ve makaslama modülü. Poisson oranı ve makaslama modülü tek tabaka grafen üzerinde deneysel olarak doğrulanmadı fakat hesaplamalar yönteme dayalı değerleri sağlamıştır. Bir malzemenin mekanik özelliklerinin bilinmesi, nanografen yapıların ve aygıtların kontrol edilmesi ve tasarlanmasında çok faydalı ve önemlidir. Bu nedenle, birçok araştırmacı grafen düzlüklerin Young's modülünü ölçmek için deneysel yöntemler ve moleküler dinamik simülasyonları uygulamıştır. Araştırmacılar, atomik kuvvet mikroskobu kullanarak 5 tabakadan daha az grafen yığınının etkin yay sabitini ölçmüşler ve Young's modülünü çıkarabilmişlerdir (Gao ve Hao, 2009). Tek tabaka grafen için ise Young's modülü 1500 GPa bulunmuştur (Dragoman, 2008). Geim'in çalışması esas alınarak Avrupa topluluğunun oluşturduğu STCF (Bilim ve Teknoloji Hizmetleri Konseyi) tarafından hazırlanan Çizelge 1.1'de grafen ve diğer farklı malzemeler için termal iletkenlik ve Young's modülleri gösterilmiştir (Geim, 2009). Çizelgede, grafenin termal iletkenliğinin ve Young's modülünün diğer malzemelere göre daha büyük olduğu görülmektedir (Elibol, 2012).

Malzeme	Termal iletkenlik (W/cm.K)	Young's modülü (10 <sup>9</sup> Pa)
Grafen	~ 50	1500
Karbon nanotüp	~ 35	~ 1000
Elmas	10 ~ 22	1050 ~ 1200
Silisyum	1,4	131
Germanyum	0,6	103
Silisyum karbür	4,1	450

Çizelge 1.1. Bazı yarı iletken malzemelerin termal iletkenliği ve Young's modülü

Çizelge 2.1'de görüldüğü gibi karbonun allotropları (grafen, karbon nanotüp ve elmas) diğer malzemelere göre daha yüksek termal iletkenlik ve Young's modülü sergilemektedir (Elibol, 2012).

### 1.2.3.3. Optik özellikleri

Grafen optiksel ve elektriksel özelliklerinin birleştirilmesi, fotonik ve optoelektronik uygulamalar için yeni bir yol açmıştır. Grafenin bu özellikleri sayesinde fotodedektör, dokunmatik ekran, ışık yayan devreler ve optik sınırlayıcılar gibi devrelerde kullanılması mümkündür (Zheng ve Ando, 2002; Somani, 2006; Graf ve Molitor, 2006; Stankovich ve ark., 2006; Adam ve Das Sarma, 2008; Çetin, 2013).

Grafen inanılmaz derecede iletken ve dayanıklı olmasının yanı sıra optik geçirgenliği nedeniyle çalışmak için çok caziptir. Grafen ince olduğu için fotonlar içinden kolaylıkla geçebilir. Ayrıca, grafen sadece bir atom kalınlığında olmasına rağmen şaşırtıcı derecede yüksek soğurma oranına sahiptir. Grafen üzerine gelen beyaz ışığın % 2,3'ü bir tek tabaka grafen düzlük tarafından soğurulur (Bao ve ark., 2009). Şaşırtıcı olarak, bu değer tam olarak

 $\pi \alpha$ 'ya eşittir. Burada  $\alpha$  ince yapı sabitidir (e<sup>2</sup>/hc) (Nair ve ark., 2008). Bu 2-B Dirac fermiyonlarını içeren kuantum mekanik prensipler kullanılarak elde edilebilmektedir (Chhowalla ve ark., 2001; Elibol, 2012).

Tüm karbon atomları bazı özel dalga boylarındaki ışığa karşı belirli bir yakınlık gösterir. Bu dalga boyları karbon-karbon bağlarının sp titreşim modlarına karşılık gelir. Karbon malzemesi herhangi bir yüksek enerjili ışıkla uyarıldığında fotonlar bu dalga boylarında tekrar ışımalıdır. Moleküler titreşim modlarını uyarma tekniği ve tekrar ışımalı ışık ölçümleri Raman spektroskopisi olarak bilinir ve grafen belirlemenin en güvenilir yollarından biridir.

Grafen ve alttaş arasında belirli etkileşimler meydana geldiği için optik mikroskop altında grafen tabakaları belirlemek zordur. Fakat grafen ve alttaş arasındaki kontrast farkından, grafen tabakaları belirlemek mümkündür (Jung ve ark., 2007; Elibol, 2012).

## 1.2.3. Grafenin kullanım alanları

Grafenin uygulama alanlarına polimer destekleri, kompozit malzemeler, gaz sensörleri, biyolojik sensörler, alan etkili transistörler, hidrojen depolama aygıtları, şeffaf dokunmatik ekranlar, ışık panelleri ve lityum iyon bataryaları gibi örnekler verilebilir (Arseven, 2011; Hsiao ve ark., 2011; Kozal, 2012; Wang ve ark., 2013; Ryu ve Shanmugharaj, 2014; Yuan ve ark., 2014). Fonksiyonellik kazandırılmış grafen materyallerinin geliştirilmesi ile özellikle kompozit alanındaki kullanımı hızla artış göstermektedir (Tiyek ve ark., 2016a).

Grafenin kullanım alanlarına gün geçtikçe yenisi eklenmektedir. Araştırmacılar yoğun bir şekilde grafenin uygulama alanları üzerine çalışmalar yapmaktadır. Grafen optik ve elektronik uygulamada, kompozit malzemede, katalizör destek maddesi olarak, analitik ve sensör uygulamalarında ve enerji depolaması gibi birçok alanda kullanılabilmektedir (Çiftçi, 2015).

Grafen li-iyon batarya uygulamalarda kullanılmaktadır. Li-iyon bataryalar yüksek yoğunluğa sahip olması ile birlikte farklı enerji cihazlarında, gelişmiş elektronik teknolojide ve elektriksel araçlarda kullanımı araştırmacılar tarafından araştırılmaktadır. Elektrokimyasal olarak ayrılan grafen tabakalarına, lityum iyonları adsorbe olarak lityum ve grafit interkalasyonu ile C<sub>6</sub>Li şeklinde bir bileşik oluşturmaktadır. Buna bağlı olarak lityum depolanmış grafen nano tabakaları şarj edilebilir li-iyon bataryası olarak kullanılması sağlanmaktadır (Eun ve ark., 2008; Çiftçi, 2015). Grafen tabakalı yapısı ile büyük bir yüzey alanına sahiptir. Bu sebeple katalizör destek maddesi olarak birçok çalışmada kullanılmıştır (Metin ve ark., 2012; Eun ve ark., 2012; Michael ve ark., 2012; Metin ve ark., 2013; Sherif ve ark., 2014; Çiftçi, 2015)

Sensör yapımlarında grafen kullanılmaya başlanmıştır. Esnek iletkenlik özellikleri olan sensör yapımında karbon nano tüp ve tabakalı grafenler kullanılabilmektedir. Grafen, son yıllarda gaz sensör araştırmalarında yoğun bir biçimde kullanılmaktadır (Lu ve ark., 2011; Basu ve Bhattacharyya 2012; Çiftçi, 2015).

Esneklik ve iletkenlik özellikleri grafenin, lif, iplik ve kumaş gibi esnek giyilebilir elektronik tekstil alanında uygulanabilir olduğunu göstermektedir (Arseven, 2011; Yun ve ark., 2013; Shanmugharaj ve ark., 2013; Javed ve ark., 2014). İletken esnek yüzeylerin kullanım alanları incelendiğinde çok geniş bir yelpazede kullanılmakta olduğu görülmektedir. Bunlar daha çok bilgi aktarma, iletişim sağlama, ısıtma, belirli bir işlevi yerine getirme, etkiye tepki verme, insanların ve hassas elektronik cihazların elektromanyetik dalgalara ve elektrostatik boşalmalara karşı korunması vb. gibi geliştirilmiş ürünlerde kullanılmaktadır. Malzemenin mekanik ve optik özelliklerinin iyi olması direkt olarak ürünlere de yansımaktadır. Çok işlevli kumaşlar, medikal tekstiller ve giyilebilir elektronik tekstillerin elde edilmesinde grafen alternatif bir malzeme haline gelmiştir (Dong ve ark., 2012; Xu ve ark., 2012; Ma ve ark., 2013). Grafen ve türevlerinin, polimer içerisinde kullanımı ile üretilen liflerin, ipliklerin veya kumaşların mukavemetleri arttırıldığı gibi iletkenlik özellikleri de arttırılabilmektedir (Shin ve ark., 2012). İletken nano tekstiller bu özellikleri sayesinde nano-optoelektronik alanında da kulanım alanı bulmaktadır (Li ve ark., 2012; Tiyek ve ark., 2016a).

# 1.3. Elektro Çekim İşlemi

Elektro çekim (elektrospining, elektro-üretim) yöntemi nanolif üretiminde en etkin ve uygun yöntemdir. En genel ifadeyle, elektro çekim yöntemi, yüksek voltaj uygulanan eriyik ya da çözelti formdaki polimerik malzemenin elektrik alan etkisiyle nano çaplara sahip liflere ayrışmasıdır. Elektro çekim, polimer kimyası, akışkanlar dinamiği, elektrik fiziği, temel fizik, tekstil ve makine mühendisliği alanlarını içeren disiplinler arası bir yöntemdir (Kozanoğlu, 2006; Kırıştı, 2011).

Elektro çekim düzeneğinde (Şekil 1.11), eriyik ya da çözelti halindeki sıvı polimer kılcal bir borudan beslenir. Bir yüksek voltaj güç kaynağı vasıtası ile polimer çözeltisine çok

yüksek değerlerde voltaj uygulanır. Böylece iğnenin ucunda (1) asılı kalan çözelti damlacığının yüzeyi elektriksel olarak yüklenir. Uygulanan voltaj arttıkça polimer damlacığı (2), koni formunu (Taylor konisi) alır. Voltaj kritik bir değere ulaşıp damlacıktaki yüklerin itme kuvvetleri, yüzey gerilimi kuvvetlerini yendiğinde Taylor konisinin ucundan ince bir jet baş gösterir (3) ve jet yüzeyindeki aynı elektriksel yüklerin birbirini itmesi ilkesinden hareketle jet uzayıp incelerek topraklanmış toplayıcıya doğru ilerler. İlerleme esnasında bu polimer jeti, önce kararlı daha sonra kararsız (spiral) bir yol (5) izler. Bu esnada, içindeki çözücü buharlaşır ve ardında nano boyutta çaplara sahip yüklü bir polimerik lif bırakır. Oluşan bu sürekli nanolifler, toplayıcı plaka üzerinde rastgele konumlanır (6) ve bir dokusuz yüzey oluşturur (Üstündağ, 2009; Doğan 2013).



Şekil 1.11. Elektro çekim yöntemi ve temel işlem sırası

Elektro çekim sistemi temel olarak, elektrik yüklü polimer sıvısına ait zayıf yüzey geriliminin, elektriksel itici coulomb kuvvetlerine yenik düşmesi ilkesine dayanmaktadır. Taylor (1969)'ın "elektrik yüklü jetler" çalışması elektro çekim sistemlerinde polimerden nanolife dönüşüm sürecinin aydınlatılmasında faydalı olmuştur (Kırıştı, 2011).

Literatüre incelendiğinde, elektro çekim yöntemiyle polimerden lif üretimi son yıllarda çok yoğun çalışıldığından, yeni bir konu gibi görünse de tekstil endüstrisinde bu teknikle nonwoven üretimi 60 yıldır bilinmektedir (Bhardwaj ve Kundu, 2010). Elektro çekimde polimerden lif eldesinin ilk patenti Formhals'a (1934) aittir (US Patent No: 2116942). Son 60 yılda polimer eriyiği ve çözeltisinin elektro çekimi ile ilgili 50 patent kaydedilmiştir (Li ve Xia, 2004). Elektro çekim çalışmalarında bugüne dek 200 den fazla sentetik ve doğal polimer nanolifi çeşitli uygulamalarda kullanılmıştır. Bu sayı sürekli olarak artmaya devam etmektedir (Kırıştı, 2011).

# 1.3.1. Elektro çekim üretim yöntemleri

Elektro çekim yöntemi ilk buluşundan beri çok farklı tiplerde tasarlanmıştır. Önceleri yüksek sıcaklıklarda eriyen termoplastik liflerin çekimi mümkün değildi. Ancak günümüzde termoplastikler için de farklı yöntemler uygulanmaktadır. Toplayıcı ve besleme sistemleri yöntemlere göre değişmektedir. Elektro çekim için temel bir sınıflandırma olmamakla birlikte bu tez de elektro çekim yöntemleri polimerin akışkan hale getirilmesi açısından çözelti ve eriyik elektro çekim yöntemleri, nanolif oluşturulması açısından ise iğneli (klasik) ve iğnesiz elektro çekim yöntemleri olarak sınıflandırılmıştır.

## 1.3.1.1. Çözelti ile elektro çekim

Bu yöntemde polimer uygun bir çözücü içinde çözülerek elektro çekim mekanizması içinde kullanılır. (Yılmaz, 2011)

Polimer	Çözücü	
Poliamid 6.6 (PA6.6)	Formik asit (FA)	
Poliamid (PA)	Dimetil asetamid (DMA)	
Poliüretan (PU)	Dimetil formamid (DMF)	
Polibenzimidazol (PBI)	DMA	
Polikarbonat (PC)	Karışık çözücü	
Poliakrilonitril (PAN)	DMF	
Pollivinilalkol (PVA)	Destile Su	
Polilaktikasit (PLA)	DMF	
Polietilen oksit (PEO)	Destile Su	
Polivinilkarbazol (PVK)	Diklorometan	
Polietilen teraftalat (PET)	Karışık çözücü	
Polistiren (PS)	Tetrahidrofuran (THF)	
Polimetilmetakrilat (PMMA)	THF	
Polivinilklorür (PVC)	Karışık çözücü	
Polivinil fenol (PVP)	THF	
Selüloz asetat (CA)	Aseton	
Polikaprolakton (PCL)	Karışık çözücü	
Kollajen	Hekzafloro-2-propanol	

Çizelge 1.2. Elektro çekim yönteminde kullanılan bazı polimerler ve çözücüleri

Çizelge 1.2'de elektro çekimde kullanılan bazı polimerler ve çözücüleri gösterilmektedir (Andrady, 2008; Yılmaz, 2011). Polimer çözeltisi kullanmak bazı sorunlar ve dezavantajlar getirir. Polimerler genelde toksik ve sağlığa zararlı çözücülerle çözünmek zorundadır. Bu da endüstriyel alanda işçilerin soluması ve dokunmasından korunmasını gerektirir. Bunu önlemek için suda çözünür polimerler kullanılabilir. Suda çözünür polimerden elde edilen liflerin nemli ortamda çözünmelerini engellemek için de çapraz bağlanma prosesi uygulanabilmektedir (Yılmaz, 2011).

# 1.3.1.2. Eriyik ile elektro çekim

Bu yöntemde polimer uygun bir sıcaklıkta akışkan hale getirilerek elektro çekim mekanizması içinde kullanılmaktadır.

Çizelge 1.3'te elektro çekimde kullanılan bazı polimerler ve proses sıcaklıkları gösterilmiştir (Andrady, 2008; Yılmaz, 2011).

Polimer	Proses sıcaklığı [°C]
Polietilen (PE)	200 - 220 °C
Polipropilen (PP)	220-240 °C
Poliamid 12 (PA12)	220 °C
Polietilen teraftalat (PET)	270 °C
Polietilen neptalat (PEN)	290 °C

Çizelge 1.3. Eriyik polimerler ve üretim sıcaklıkları (Yılmaz, 2011)

Eriyik elektro çekim yönteminde, polimer eritme tankı içinde polimerin erime noktasının üzerinde bir sıcaklıkta eritilir. Sıcaklık değişimini önlemek ve sabit tutmak için ikinci bir tank kullanılır. Elektrik alan içerisinde lifler toplayıcı elektrota doğru ilerlerken, lifler soğutulmaktadır.

Eriyik elektro çekim, eriyiğin yüksek viskozitesinin çok ince lif şekillenmesine izin vermemesi ve vakum gerektirmesi gibi dezavantajlara sahiptir. Bunun yanı sıra eriyik ile yapılan üretimlerin çevre dostu olması tercih sebebidir (Yılmaz, 2011).

## 1.3.1.3. İğneli elektro çekim yöntemi

İğneli elektro çekim yönteminin esası, polimer çözeltisi veya eriyiği şırınga veya benzer bir hazneye sahip bir düzenek ile iğne uçlarına hortumlar ile beslenir ve iğne uç/uçlarından polimerin püskürtülmesi ile toplayıcıya ulaşana kadar lif formunda katılaşarak nano yüzey oluşturmaktır. Her geçen gün elektro çekim yönteminin kullanım alanlarının artmasıyla araştırmacılar, farklı üretim metotları ortaya çıkmaktadır. Genel olarak bakıldığında, birbirine benzer olan bu yöntemlerin temel olarak kabul edilen tek iğneli elektro çekim sisteminin düzeneği Şekil 1.12'de verilmiştir. Basit bir iğneli elektro çekim yöntemi için gerekli deney düzeneği temelde, besleme ünitesi (şırınga, metal iğne, düze vb.), yüksek voltaj güç kaynağı ve toplayıcı (döner silindir, iletken plaka vb.) olmak üzere önemli üç ana parçadan oluşmaktadır (Kozanoğlu, 2006).



Şekil 1.12. İğneli elektro çekim cihazının şematik gösterimi (Kırıştı, 2011)

Elektro çekimdeki iğne tıkanması ve düşük üretim oranı gibi teknik sorunları çözmek için birçok çalışma yapılmıştır. He ve ekibi, elektro çekimde vibrasyon teknolojisi uygulamışlardır (Şekil 1.13). Bu teknikte polimer akışkana uygulanan titreşim, polimer akışkanın viskozitesini düşürerek, daha düşük voltaj uygulamasını sağlamaktadır (He ve ark., 2006; Yılmaz, 2011).



Şekil 1.13. Titreşim üniteli elekto çekim (Yılmaz, 2011)

Ding ve arkadaşları, birden fazla jetin oluşabileceği çoklu şırınga sistemini kullanmışlardır (Şekil 1.14) (Ding ve ark., 2004).



Şekil 1.14. Çoklu besleme üniteli elektro çekim (Yılmaz, 2011)

Lyons yaptığı çalışmada, ekstruder düzeneğini kullanarak düzeden çıkan eriyik polimeri elektrik alan etkisinde inceltmiştir (Şekil 1.15) (Lyons, 2004). Bu yöntem eriyikten elektro çekim için uygundur.



Şekil 1.15. Ekstruder besleme üniteli elektro çekim (Yılmaz, 2011)

Theron ve arkadaşları, birden fazla sayıdaki besleme ünitesini, aynı hizada ya da düzlem içinde farklı şekillerde kullanmıştır (Şekil 1.16) (Theron ve ark., 2005; Yılmaz, 2011).



Şekil 1.16. Düzlem içinde veya bir hizada dizilmiş düze kullanılarak oluşturulan besleme ünitesi (Yılmaz, 2011)

Nanostatic tarafından geliştirilen Elektrohidrodinamik (ESH) sistemi, yüksek kontrol edilebilirlik ve yüksek üretim sağlanabilen, yüksek elektrik alan kullanılarak polimer akışkandan sürekli nano lif üretimi yapılabilen bir sistemdir (Yılmaz, 2011). 100 inç genişliğindeki ESH birimi 10.000'den fazla kontrollü düze içermektedir. Bu nanoliflerin hızı 1000 fpm (feet per meter)'e kadar çıkabilmektedir (Şekil 1.17).



Şekil 1.17. Elektrohidrodinamik (ESH) Sistem (Yılmaz, 2011)

# 1.3.1.4. İğnesiz elektro çekim yöntemi

İğnesiz elektro çekim sistemleri iğne yerine alternatif bir besleme düzeneğinin geliştirilmesiyle ortaya çıkmıştır. İğneli elektro çekim yöntemlerinden farklı olarak geliştirilen sistemlerde iğne olmaması, avantajlarının yanında çeşitli dezavantajlarıda bulunmaktadır. İğneler üretimi kısıtlamakla beraber uçların sürekli tıkanması, temizleme zorluğu vb. dezavantajları bulunmaktadır. Bu sebeple araştırmacılar hem üretimi arttırmak hemde diğer sorunların çözülmesi açısından farklı besleme sistemleri geliştirmişlerdir. Bu sistemler iğneli sistemlere göre nispeten daha az üniform yapıda lifler, homojen lif dağılımı olmayan yüzey oluşumu, üretimin tekrarlanabilirliğinin zor olması ve fazla miktarda telef polimer çözeltisi/eriyiği gibi dezavantajlara sahiptir.

Lukas ve arkadaşları, üretim miktarını geliştirmek için polimer solüsyondan nano lif üreten çubuk metodunu (Şekil 1.18) geliştirmişlerdir (Yılmaz, 2011).



Şekil 1.18. Çubuk metodu (Yılmaz, 2011).

Yarin ve Zussman geliştirdikleri sistemde, bir kutu içerisinde iki tabaka oluşturmuşlardır. Birinci tabaka ferromanyetik süspansiyondan, ikinci tabaka ise polimer çözeltisinden oluşmaktadır. Bu iki tabaka mıknatıslandığında, polimer çözeltide damlacıklar oluşur ve yüksek voltaj uygulamasıyla birçok jet toplayıcıya doğru hareket etmektedir. Çözücünün buharlaşmasıyla katılaşan nano lifler elde edilmektedir (Yarin ve Zussman, 2004).

Jirsak ve ekibi, silindirli elektro çekim metodunu (Şekil 1.19) geliştirerek patentini almışlardır. Silindirli elektro çekim cihazı, silindir içerisinde beslenen polimerden doğrudan lif çekimine dayanan bir sisteme sahiptir. Silindirin bir kısmı çözelti içerisine daldırılmış pozisyondadır. Silindir üzerine ayrıca toplayıcı levha yerleştirilmiştir. Yüksek voltaj güç kaynağının pozitif ve nötr uçları ayrı ayrı dönen silindir ve toplayıcıya bağlanmıştır. Bu sayede toplayıcı levha ile dönen silindir arasında elektrik alan oluşmaktadır. Silindir çözelti içerisinde dönerken üzerine aldığı çözelti, üst kısma taşındığında Taylor konisi oluşumu takiben toplayıcıya ulaşmaktadır. Geçiş sırasında çözücü uçarak toplayıcıda nanolifler toplanmaya başlamaktadır (Jirsak ve ark., 2003; Yılmaz, 2011)



Şekil 1.19. Silindirli elektro çekim cihazı (Yılmaz, 2011)

Elektro çekim işleminde üretilen lifler metal, yarı iletken ve yalıtkan toplayıcılarda toplanabilirler. Elektro çekim cihazında toplayıcılar daha düzgün bir nanolif yüzey oluşumu için farklı yollarla modifiye edilmiştir. Genel kullanım olarak, düz plaka, ızgara veya çerçeveler kullanılmaktadır (Yılmaz, 2011).

# 1.3.2. Elektro çekim prosesinin modellenmesi

Elektro çekim prosesindeki aşamalar şu şekilde ifade edilebilir (Şekil 5.3):

- 1. Damlacık oluşumu,
- 2. Taylor konisi oluşumu,
- 3. Elektro çekim jetinin oluşumu,
- 4. Kararlı bölgede jetin uzaması,
- 5. Kararsız bölgenin oluşması (whipping instability)
- 6. Lif formunda katılaşması (Selbes, 2013)

**Damlacık oluşumu;** Elektro çekim metodunun ilk aşamasında eriyik ya da çözelti biçimindeki sıvı polimer bir iğne ucundan çok düşük bir hızda beslenmektedir. Herhangi bir elektrik alan uygulanmadığı durumda kılcal boru ucunda bir damlacık oluşur ve yer

çekiminin etkisi ile damlacık düşer. Bu durumda damlacığa etki eden sadece iki kuvvet vardır. Bunlardan biri sıvının yüzey gerilimi diğeri yer çekimi kuvvetidir (Andrady, 2008). Polimer beslemek için genellikle perküzyon pompası kullanılır. Perküzyon pompasında polimer çözeltisi besleme hızı mL/dk veya mL/h şeklinde ayarlanır.

**Taylor konisi oluşumu;** İğne ucunda duran çözelti damlacığı, uygulanan voltaj kritik bir voltaj değere ulaşana kadar küre formunda bulunmaktadır (Şekil 5.4a,b,c). Voltaj arttırılarak kritik bir değere ulaştığı anda, elektrostatik kuvvetler yardımıyla yüzey gerilimi ve yerçekimi kuvvetlerine eşitlenir. Polimer damlası biçim değiştirerek koni biçimini alır, koni açısı 50°'dir (Şekil 1.20d). Bu koniye Taylor konisi denir (Kozanoğlu, 2006). Taylor, elektrik alan içindeki viskoz sıvının bu açıda konik formdayken yüzey gerilimi ile elektrostatik kuvvetlerin denge halinde olduğunu göstermiştir (Huang ve ark., 2003). Farklı çözelti ve eriyikler için bu değer farklı olabilir (Andrady, 2008).



Şekil 1.20. a, b, c) Polimer damlacığının taylor konisi formuna geçişi, d) Damlacık formunun değişimi (Kozanoğlu, 2006)

**Jet oluşumu;** Polimer damlacığı Taylor konisi biçimi aldıktan sonra gerilimdeki çok küçük bir artışla birlikte koni ucundan bir jet fışkırmaktadır (Şekil 1.21) (Kozanoğlu, 2006; Andrady, 2008).



Şekil 1.21. e) Polimer jetinin fişkırması, f) Polimer jetinin oluşumu (Kozanoğlu, 2006)

**Kararlı bölgede jetin uzaması;** Uygulanan voltaj değeri kritik voltaj değerini geçtiğinde polimer çözeltisinde aninden jetin başlangıcı gerçekleşmektedir. Jetin toplayıcıya ulaşmasında meydana gelen polimer jetinin yüzeyindeki yüklerin coulomb itme kuvvetleri eksenel bir bileşime sahip olmaktadır. Yapılan akışkan hızı ölçümlerinde Taylor konisinden uzaklaştıkça jet hızının yanı sıra jet hızının varyansı da artış göstermektedir. Yani Taylor

konisinden baş gösteren jet, gittikçe hızlanarak bir müddet lineer bir yolda seyretmektedir. Buna bağlı olarak jet çapı, çözücünün buharlaşmaya başlaması ve jetteki uzama hızla düşmektedir. Jetin incelmesi ile jetin kütledeki yüzey alanı artarken jetin birim alandaki yüzey yükü azalmaktadır (Üstündağ 2009; Selbes, 2013)

Kararsız bölgenin oluşması; Bu aşamada çeşitli kararsızlıklar oluşur. Bir miktar mesafe sonrasında koniden çıkan jet toplayıcıya doğru, jetin içinde bulunan yükler sebebiyle itici elektrostatik kuvvetlere bağlı olarak hızla uzamaya devam etmektedir. Ardından jetin birçok başka jete bu bükülme kararsızlığından ötürü ayrıldığına inanılmaktadır. Jetin aynı anda uzaması nedeniyle lif çapının küçülmesi ve çözücünün buharlaşmasıyla da yüzey alanını artması gerçekleşmektedir. Whipping kararsızlığı olarak bilinen durum, jet çapının azalmasına sebep olmuştur (Çakmakçı 2009; Doğan, 2013)

Lif formunda katılaşma; Polimer jetinin kararsız bölgede ilerlemesine bağlı olarak jet alanı inanılmaz derecede artmakta ve bu esnada çözelti içerisindeki çözücünün buharlaşması gerçekleşmektedir. Jetin kararsız bölgeden geçtiği süreç aynı zamanda çözücünün buharlaşma hızı ile kontrol edilmektedir. Yüksek buharlaşma hızına sahip bir çözücü kullanılması ile whipping kararsızlığı daha kısa sürecek ve daha kalın nanolifler elde edilecektir. Kullanılan çözücünün buharlaşma hızı, lif çapını kontrol etmekte önemli bir etkendir. Çözücü seçiminin uygunluğu ve optimum proses parametreleri ile ultra ince nanoliflerin üretilmesi sağlanmaktadır (Üstündağ 2009; Doğan, 2013)

## 1.3.3. Elektro çekim işlemine etki eden parametreler

Elektro çekim işleminde üretilen liflerin çapı, morfolojisi, konumlaması, dağılımı gibi istenen özellikleri sağlayabilmek için ancak proses parametrelerinin iyi bilinmesi gerekir. Fakat prosese etki eden çok sayıda parametre olduğundan proses kontrolü güçtür. İstenen özellikleri sağlayabilmek için kontrollü bir elektro çekim işlemi gerçekleştirilmelidir. Elektro çekim yöntemi, basit ve ucuz bir nanolif üretim yöntemi olarak avantajlı olmasına rağmen prosese etki eden bir çok parametre olduğundan kontrol edilmesi oldukça zor olan bir yöntemdir (Selbes, 2013).

Elektro çekim prosesine etki eden parametreler başlıca üç bölümde incelenebilir. Bunlar çözelti parametreleri, proses parametreleri ve ortam parametreleridir. Çözelti parametreleri polimer çözeltisinin özelliğiyle ilgilidir. Proses parametreleri elektro çekim cihazı ve deney parametreleriyle yakından ilişkilidir (Çizelge 1.4) (Selbes, 2013).

33

Çözelti parametreleri	Proses parametreleri	Ortam parametreleri
Molekül ağırlığı ve viskozite	Uygulanan voltaj	Rutubet
Yüzey gerilimi	Çözelti besleme hızı	Atmosfer tipi
Elektrik iletkenliği	Toplayıcı tipi	
	Düze çapı	
	Toplayıcı-düze mesafesi	

Çizelge 1.4. Elektro çekim prosesine etki eden parametreler

## 1.3.3.1. Çözelti parametreleri

Polimer çözeltisinin özellikleri, elektro çekim prosesini ve oluşan lif özelliklerini etkileyen en önemli parametredir. Çözelti parametreleri, polimerin molekül ağırlığı, yüzey gerilimi, polimer çözeltisinin elektrik iletkenliği ve dielektrik özelliğidir (Selbes, 2013).

#### <u>Molekül ağırlığı ve viskozite</u>

Çözelti viskozitesini etkileyen faktörlerden biri, polimerin molekül ağırlığıdır. Aynı polimerin farklı molekül ağırlığındaki numuneleri çözüldüğünde genel olarak, yüksek molekül ağırlığına sahip polimerden elde edilen çözelti, düşük molekül ağırlığına sahip çözeltisinden daha yüksek viskoziteye sahiptir. Yani polimerin molekül ağırlığı arttıkça, çözeltinin viskozitesi de artar (Ramakrishna ve ark., 2005).

Elektro çekim prosesinde polimer jeti, düze ucunda oluşan Taylor konisinden ayrıldığında toplayıcıya doğru ilerlerken elektrostatik kuvvetler, Coloumb itme kuvvetleri etkisi ile uzar ve gerilir. Çözelti gerildiğinde elektrikle hareket eden polimer jetinde kopmaların olmasını önleyen ve böylece sürekli bir çözelti jetinin oluşmasını sağlayan etken, molekül zincirlerinin karmaşıklığıdır. Yani, monomerik polimer çözeltisinden elektro çekim ile nanolif elde etmek mümkün değildir (Ramakrishna ve ark., 2005).

Çözeltinin viskozitesine etki eden diğer bir önemli faktör ise polimer konsantrasyonudur. Molekül ağırlığının artırılmasına benzer olarak, konsantrasyonun yükselmesi de polimer zincir karmaşıklığının artmasına ve böylece elektro çekim sürecinde jet sürekliliğinin sağlanmasına sebep olur (Ramakrishna ve ark., 2005). Konsantrasyondaki artışla, elde edilen nanoliflerdeki boncuk oluşumu azalırken boncuk şekilleri de küresel formdan yassı forma doğru değişirler (Kozanoğlu, 2006). Ancak buna rağmen elektro çekim prosesi için minimum polimer zinciri karmaşıklığı ve dolayısıyla minimum viskozite gereklidir. Çok yüksek viskozite, çözeltinin düzeden pompalanmasını zorlaştıracaktır. Ayrıca çok yüksek viskozite, daha elektro çekim başlamadan çözeltinin düzenin ucunda kurumasına sebep olabilmektedir (Ramakrishna ve ark., 2005; Selbes, 2013). Artan viskozite

34

ile lif çapları da artar. Bu durum muhtemelen çözeltinin jetteki yükler nedeniyle gerilmeye karşı direncinin artmasına bağlıdır (Ramakrishna ve ark., 2005).

Yüksek viskozitenin diğer bir etkisi de küçük toplanma alanıdır. Artan viskozite, jetin whipping kararsızlığını önleyebilir. Bu durumda jetin izlediği yol azalır, oluşan lifler daha küçük bir alana yayılır. Jetin izlediği yolun azalmasıyla, çözeltinin daha az uzamasına ve daha büyük çaplarda lifler oluşmasına sebep olur (Ramakrishna ve ark., 2005; Selbes, 2013).

#### <u>Yüzey gerilimi</u>

Elektro çekimin başlayabilmesi için, elektriksel olarak yüklenen çözeltinin, yüzey gerilimini yenmesi gerekir. Yüzey gerilimi, bir sıvının birim kütlesindeki yüzey alanını azaltma etkisine sahiptir. Yüzey gerilimine bağlı olarak serbest çözücü moleküllerinin konsantrasyonu yüksek olduğunda, çözücü moleküllerinin bir araya toplanma ve küresel bir şekil alma eğilimi artacaktır. Bu durumda, polimer jeti toplayıcı plakaya doğru ilerlerken yüzey gerilimi, jet boyunca boncuklar oluşmasına neden olabilmektedir. Yüksek viskozite, polimer molekülleri ve çözücü arasında daha çok etkileşim anlamına gelir ve böylece yüklerin etkisi ile çözelti gerildiğinde çözücü molekülleri, karmaşık polimer moleküllerine yayılmaya yönelecek ve bu şekilde yüzey geriliminin etkisi altında çözücü moleküllerinin bir araya toplanma eğilimi azalacaktır (Ramakrishna ve ark., 2005).

Düzgün nanoliflerin oluşumunu desteklemek için elektro çekim çözeltisine düşük yüzey gerilimine sahip etanol gibi çözücüler ilave edilebilmektedir. Yüzey gerilimini düşürmenin diğer bir yolu ise çözeltiye yüzey aktif madde ilave etmekle sağlanabilmektedir. Yüzey aktif madde ilavesi ile daha homojen lifler elde edilebilir. Çözeltiye, ince toz halinde, çözünmeyen bir yüzey aktif madde ilave edildiğinde dahi, lif morfolojisi geliştirilir (Ramakrishna ve ark., 2005; Selbes, 2013)

### <u>Çözeltinin iletkenliği</u>

Elektro çekim prosesinde çözelti, yüzeyindeki yüklerin itmesi sayesinde gerilir. Eğer çözeltinin iletkenliği artırılırsa, elektro çekim jetinde daha fazla yük taşınabilmektedir. Çözelti iletkenliği, iyon ilavesi ile artırılabilmektedir. Bunun dışında, pek çok ilaç ve protein, suda çözündüğünde iyon oluşturur. Eğer çözelti tamamen gerilmezse, boncuklanmalar oluşacaktır. Bu nedenle, çözeltiye çok az miktarda tuz ya da polielektrod ilave edildiğinde, çözeltinin taşıdığı yükler artacak ve çözeltinin gerilmesini artıracaktır. Sonuç olarak, düzgün lifler oluşacaktır. Çözeltinin gerilmesinin artırılması, daha küçük çaplarda lifler elde etmeyi

sağlar. Ancak lif çapındaki düşüşün bir limiti vardır. Çözelti gerilirken, yüklerin coloumb kuvvetine karşı, büyük bir viskoelastik kuvvet oluşacaktır (Ramakrishna ve ark., 2005). İyon varlığı ile çözelti iletkenliği artırıldığında, elektro çekimin oluşması için gereken kritik voltaj da düşer. Artan yüklerin diğer bir etkisi de, daha yüksek whipping kararsızlığıdır. Bunun sonucu olarak da liflerin toplanma alanı artar. Bu durumda jet yolu artacağından daha küçük lifler elde edilmektedir (Ramakrishna ve ark., 2005).

Elektrik iletkenliği her ne kadar elektro çekim prosesi için avantaj sağlasa da belirli bir sınırdan sonra prosesi güçleştiren hatta imkânsız kılan bir etkiye sahiptir. Elektro çekim işleminde çok yüksek çözelti iletkenliği değerlerinde düze ucundaki damlacıkta bulunan yükleri muhafaza etmek oldukça güçleşmektedir. Bu durum koni oluşumunu etkilemektedir. Çözelti iletkenliği arttıkça klasik jet ve koni modeli değişir ve yerine çoklu-jet oluşumu görülebilmektedir. Bu nedenle iletkenliği çok yüksek olan çözeltilerle çalışırken jet ve koni oluşumu görülmeyebilir (Üstündağ ve Karaca, 2009; Selbes, 2013)

# 1.3.3.2. Proses parametreleri

Elektro çekim prosesini etkileyen proses parametreleri, çözelti özelliğini etkileyen ikinci önemli parametre grubudur. Proses parametreleri çözelti besleme, uygulanan voltaj, hızı, çözelti sıcaklığı, düze çapı, toplayıcı tipi, ve düze-toplayıcı arası mesafedir (Selbes, 2013).

## <u>Uygulanan voltaj</u>

Voltaj uygulandığında, elde edilen elektrik alan, jetin gerilmesine ve hızlanmasına etki eder. Daha yüksek voltaj uygulandığında, jet içindeki coloumb kuvvetlerinin de fazla olmasına bağlı olarak, çözelti daha fazla gerilecektir. Bu durum, lif çapının azalmasını sağladığı gibi aynı zamanda çözücünün daha hızlı buharlaşmasına neden olarak daha kuru liflerin elde edilmesini sağlar. Düşük viskozitelerde çözelti kullanıldığında yüksek voltaj uygulanması, elektro çekim süresince ikincil jet oluşumunu sağlayabilir. Bu da, lif çapında azalmaya neden olmaktadır. Lif çapını etkileyebilecek bir başka faktör ise elektro çekim jetinin uçuş süresi yani havada ilerleme süresidir. Uzun bir uçuş süresi, toplayıcıya ulaşmadan önce, liflerin gerilmesi ve uzaması için zaman sağlar (Ramakrishna ve ark., 2005).

Voltaj arttıkça jet üzerindeki elektrostatik itme kuvvetlerinin de artması sonucu elde edilen lif çapı küçülür ve genel olarak boncuk oluşumu azalır (Ramakrishna ve ark., 2005). Ancak çok yüksek voltajlarda Taylor konisinin iğne içerisine geri çekilmesi ile jet kararsızlığında artış görülebilir ve bunun bir sonucu olarak da boncuk oluşumunda artış görülebilir (Deitzel ve ark., 2001). Belirli bir değere kadar voltaj artışı ile boncuk oluşumu azalırken boncuk şekilleri küresel formdan yassı forma gelirler. Ancak voltajın daha fazla artması ile boncuklar tekrar küresel forma yaklaşır. Yani uygulanan voltajın da bir üst limiti olmalıdır (Selbes, 2013).

## <u>Çözelti besleme hızı</u>

Besleme hızı, elektro çekim için kullanılabilir çözelti miktarını tanımlar. Taylor konisini kararlı tutmak için belirli bir gerilme ve besleme hızı söz konusudur. Besleme hızı arttığında, düzeden çekilen çözeltinin hacmi arttığından lif çapında ya da boncuk boyutlarında artış gerçekleşir. Ancak, yüksek besleme hızına bağlı olarak lif çapındaki artışın da bir limiti vardır (Ramakrishna ve ark., 2005; Selbes, 2013).

Düze ucundan çekilen çözelti hacminin daha fazla olmasına bağlı olarak, jetin kuruması daha uzun zaman alır. Aynı uçuş süresinde toplanan lifler içindeki çözücü, buharlaşmak için yeterli süreyi bulamaz. Buharlaşmadan kalan bir miktar çözücü, lifler toplayıcı üzerinde konumlandıktan sonra buharlaşacağından liflerin birbiri ile temas ettiği noktalarda yapışmalar gerçekleşebilir. Bu nedenle çözelti besleme hızı, çözücünün buharlaşmak için yeterli zaman bulabileceği kadar düşük olmalıdır. Ancak, elektrostatik kuvvetlerle çözeltinin toplayıcıya çekilme hızı, kaynaktan beslenme hızından daha yüksek olursa koni stabilitesi bozulabilir ve bu da boncuk oluşumuna neden olur (Deitzel ve ark., 2001; Ramakrishna ve ark., 2005).

### <u>Çözelti sıcaklığı</u>

Çözelti sıcaklığı, hem buharlaşma hızının artmasında, hem de çözelti viskozitesinin düşmesinde etkilidir. Düşük viskozitelerde coloumb kuvvetleri, çözelti jeti üzerinde daha fazla gerilme kuvveti yaratacağından daha düzgün ve ince lifler elde etmek mümkün olacaktır. Ayrıca, çözelti sıcaklığının artması ile polimer moleküllerinin hareketliliği arttığından coloumb kuvvetlerinin çözelti jeti üzerindeki çekim etkisi daha fazla olmaktadır (Ramakrishna ve ark., 2005). Demir ve ark. (2002) PU nanoliflerinin elektro çekim ile elde edilmesi üzerine yaptıkları çalışmada, yüksek çözelti sıcaklığında üretilen liflerin oda sıcaklığında üretilen liflere nazaran daha düzgün ve homojen olduğunu tespit etmişlerdir. Ayrıca yüksek çözelti sıcaklıklarında elektro çekim prosesinin daha hızlı gerçekleştiğini ve bu durumun endüstriyel uygulamada avantaj sağlayabileceğini belirtmişlerdir. Ancak enzim, protein gibi biyolojik materyallerin elektro çekim çözeltilerinde yüksek sıcaklık uygulamak, bu malzemelerde fonksiyon kaybına sebep olabilmektedir (Ramakrishna ve ark., 2005; Selbes, 2013)

# <u>Toplayıcı tipi</u>

Toplayıcı malzemesi kadar, şekli de elektro çekim ve oluşan nanoliflerin yapısı üzerinde etkilidir. Yapılan çalışmalarda hareketli ve sabit pek çok farklı toplayıcı tasarımı uygulanmıştır. En sık kullanılan toplayıcı, alüminyum plakalardır. Bunun yanı sıra, metal ızgaralar, dönen tambur, dönen disk, taşıyıcı bant, üçgen çerçeve, paralel bilezik ve sıvı banyosu, elektro çekim ile oluşturulan nanolifleri toplamak için kullanılan malzemeler arasındadır (Şekil 1.22) (Kozanoğlu, 2006; Selbes, 2013).



Şekil 1.22. Elektro çekimde kullanılan bazı toplayıcı tipleri; a) sabit plaka, b) dönen tambur, c) dönen disk, d) paralel bilezikler, e) taşıyıcı bant, f) sıvı banyo, g) metal ızgara (Üstündağ, 2009)

Elektro çekimin başlayabilmesi için besleme ünitesi ile toplayıcı arasında bir elektrik alan olmalıdır. Pek çok elektro çekim düzeneğinde bu elektrik alanı sağlayabilmek için toplayıcı olarak alüminyum folyo gibi iletken bir malzeme kullanılır ve bu malzeme elektriksel olarak topraklanır. Böylece besleme ünitesi ile toplayıcı arasında kararlı bir potansiyel fark oluşur (Andrady, 2008).

Elektro cekim prosesinde oluşan liflerin toplayıcı üzerinde konumlanma şekli, elde edilen yüzeyin özellikleri üzerinde etkili bir faktördür. Sabit plaka üzerinde toplanan lifler, birbiri üzerinde rastgele konumlanır. Bu rastgele konumlanma, elektro çekim yöntemi ile elde edilen nanolif yüzeyin kullanım alanlarını sınırlandırmaktadır. Nanoliflerin potansiyel kullanım alanlarını artırmak için nanoliflerin çeşitli örüntülerde hizalanması ve bunun için de farklı toplayıcı tipleri kullanarak kontrollü nanolif konumlanması sağlanmaya çalışılmıştır. Bu amaçla dönen tambur veya disk, taşıyıcı bant gibi hareketli toplayıcılar paralel kullanılabilirken, bilezik cerceveler veya gibi sabit toplayıcılar da

kullanılabilmektedir. Hareketli toplayıcıların dönüş hızları da oluşan liflerin hizalanmasında önemli etkiye sahiptir (Ramakrishna ve ark., 2005; Selbes, 2013)

### <u>Düze çapı</u>

Çözeltinin çekim bölgesine beslendiği düze, iğne olarak adlandırılan kılcal boruların iç çapı, elektro çekim prosesi üzerinde etkiye sahiptir. Düze çapının küçük olması daha ince liflerin oluşmasını sağlar. Düzenin iç çapı küçüldükçe ucunda oluşan damlacık daha küçük çapta olacağından damlacığın yüzey gerilimi artar.

Bu durumda aynı miktarda voltaj altında jetin başlayabilmesi için daha fazla coloumb itme kuvveti gerekir ve jetin ivmesi düşer. Dolayısıyla jetin toplayıcıya ulaşmadan önce havada ilerlediği ve gerildiği süre uzayacağından daha ince lifler oluşur. Ancak çok küçük düze çapları çözeltinin püskürtülmesini zorlaştırarak tıkanmalara neden olarak ve boncuk oluşumunu artırmaktadır (Selbes, 2013).

# Toplayıcı ile düze arasındaki mesafe

Elektro çekim işlemi toplayıcı ile düze arasındaki bölgede gerçekleşir. Bu bölgede düzeden çıkan jet incelerek, çözücü buharlaşır.

Polimer jetinin toplayıcıya ulaşana kadar havada geçirdiği uçuş süresi ve elektrik alan kuvveti, elektro çekim prosesini ve oluşan lifleri etkileyen faktörlerdir. Düze ile toplayıcı arasındaki mesafe değiştirilerek hem uçuş süresi hem elektrik alan kuvveti değiştirilmiş olur. Ayrıca, toplayıcı ile düze arasındaki mesafe azaltıldığında elektrik alan kuvveti artacak ve dolayısıyla jet hızı yükselecektir. Böylece, polimer jeti toplayıcıya daha erken ulaşacaktır. Serbest nanolif oluşumu için jetin uçuş süresi, çözücünün buharlaşmasına yetecek kadar uzun olmalıdır. Mesafe oldukça kısaldığında bu süre azalacak, çözücünün tamamı buharlaşmadığı için liflerin temas noktalarında yapışmalar görülecektir (Ramakrishna ve ark., 2005).

Ramakrishna ve ark. (2005) elektro çekim mesafesinin küçük bir miktar değişmesiyle lif çapını ve morfolojisini etkilemeyeceğini, mesafenin çok küçük olması durumunda elektro çekim yerine zerrecik oluşarak lif yerine boncuklar meydana geldiğini söylemiştir. Ayutsede ve ark. (2005) mesafenin artmasıyla elektrostatik çekim gücünün azaldığını, jetin daha fazla uçuş zamanı bulacağını böylece daha ince parçalara ayrılacağını, böylece daha küçük çapa sahip nanoliflerin oluştuğunu gözlemiştir. Lee ve arkadaşları ise, Ayutsede ve ekibinin tam tersi bir tezi savunarak, artan mesafe ile çekim gücünün

39

azalacağını böylece daha büyük çapa sahip nanoliflerin oluşacağını belirtmiştir (Ramakrishna ve ark., 2005; Selbes, 2013).

### 1.3.3.3. Ortam parametreleri

Polimer jetinin bulunduğu ortamın nemliliği, atmosfer tipi ve basıncı, liflerin yapısı üzerinde etkili faktörlerdir. Ortamın yüksek nemi, özellikle uçucu bir çözücü ile hazırlanan çözeltilerin elektro çekimden elde edilen liflerin morfolojisi üzerinde etkilidir. Polisülfon-THF polimer çözeltisi ile yapılan bir çalışmada, %50'nin altındaki bağıl nemde lif yüzeylerinin düzgün olduğu, ancak nem miktarı artınca lif yüzeyinde dairesel gözenekler oluştuğu ve rutubet miktarı arttıkça gözenek boyutlarının arttığı tespit edilmiştir. Ayrıca bağıl nem, çözücünün uçma hızını da belirler. Çok düşük bağıl nemde çözücü çok hızlı buharlaşabilmektedir. Hatta buharlasma. cözelti henüz düzenin ucundavken gerçekleşebilmekte ve düze ucunda katılaşma meydana gelmektedir. Bu durum tıkanmalara yol açar ve elektro çekimi engeller (Ramakrishna ve ark., 2005). Literatürde ortamın bağıl nemi ile oluşan lif çapları arasındaki ilişkinin incelendiği çalışmalarda, nem arttıkça elde edilen lif çaplarında da artış olduğu gözlemlenmiştir. Yani bağıl nemin artışı, jetin incelmesi için gereken elektrik alan kuvvetini azaltmaktadır (Kozanoğlu, 2006; Selbes, 2013).

Elektro çekimin gerçekleştiği ortamdaki havanın bileşimi de önemlidir. Çünkü bazı gazlar yüksek elektrik alan altında farklı davranışlar sergilerler. Örneğin helyum gazı, elektrik alanını bozar, elektro çekimi engeller. Ortamdaki hava basıncının azalması ile damla dışarıya doğru kolayca akacağından kararlı bir elektro çekim yapılamaz. Çok düşük basınçlarda damlacıkta kabarcıklar görülür, diğer yandan hava yetersizliğinden dolayı elektrik arkı olabilir (Ramakrishna ve ark., 2005; Selbes, 2013)

## 1.3.3.4. İşleme etki eden parametrelerin analizi

Elektro çekim cihazı farklı alanları içeren disiplinler arası bir yöntemdir. Bu nedenle cihaz üzerinde çalışılırken karşılaşılan problemler ve çözüm yolları tüm hatlarıyla düşünülmelidir.

Çizelge 1.5'te Elektro çekim cihazında karşılaşılan problemler, sebepleri ve çözüm önerileri verilmiştir. Burada verilen bilgilerin bir kısmı elektro çekim işlemine etki eden parametreler bölümünden derlenmiş (Kırıştı, 2010; Selbes, 2013; Doğan, 2013) bir kısmı ise deneysel çalışmalar sırasında elde edilen verilerden elde edilmiştir.

Karşılaşılan Problemler	Sebepleri	Çözüm Önerileri
	Çözelti konsatrasyonunun fazla olması	Konsantrasyon düşürülmelidir, çözelti sıcaklığı düşürülmelidir
	Jetin kesikli beslemesi	Konsantrasyon arttırılmalıdır
Boncuklaşmanın artması	Yüksek molekül ağırlığı polimer kullanımı	Düşük molekül ağırlıklı polimer kullanılmalıdır
	Çözelti iletkenliğinin düşük olması	Çözelti iletkenliği arttırılmalıdır
	Düşük voltaj	Voltaj arttırılmalıdır
	Çok yüksek voltaj	Voltaj düşürülmelidir
	Yüksek konsantrasyon	Konsantrasyon düşürülmelidir
	Yüksek voltaj kullanımı	Voltaj düşürülmelidir
	Yüzey aktif madde kullanımı	Küçük lif çapı için daha yüzey aktif madde kullanılmalı
Lif çaplarının büyük olması	Düşük çözelti iletkenliği	Çözelti iletkenliği arttırılmalıdır
	Yüksek besleme hızı	Besleme hızı düşürülmelidir
	Düze-iğne çapının büyük olması	Küçük çaplı düze-iğne kullanılmalıdır
	İğne ucu-toplayıcı arası mesafenin düşük olması	Mesafe arttırılmalıdır.
	Ortamda ki bağıl nemin fazla olması	Ortamda ki bağıl nem düşürülmelidir
Düze ucunda cözeltinin	Düşük besleme hızı	Besleme hızı arttırılmalıdır
kuruması	Yüksek konsantrasyon	Konsantrasyon düşürülmelidir
Vüoük toplama alanı	İğne ucu-toplayıcı arası mesafenin düşük olması	Mesafe arttırılmalıdır
Καζακ ιοριαπά αιαπί	Çözelti iletkenliğinin düşük olması	Çözelti iletkenliği arttırmalıdır
Düzzün almanan nanalif	Küçük çaplı düze kullanımı	Büyük çaplı düze kullanılmalıdır
oluşumu	Yüksek yüzey gerilimi	Düşük yüzey gerilimine sahip yüzey aktif madde veya etanol kullanılabilir
Lif yerine zerrecik oluşumu	İğne ucu-toplayıcı arası mesafenin çok düşük olması	Mesafe arttırılmalıdır
Taylor konisi oluşmadan jet oluşumu	Düşük konsantrasyon	Konsantrasyon arttırılmalıdır
Taylor konisi yerine çoklu jet	Çözelti iletkenliğinin yüksek	Çözelti iletkenliği
oluşumu	olması	düşürülmelidir
Ikincil jet oluşumu	Yüksek Voltaj	Voltaj düşürülmelidir
Boncuk büyüklüğünün artması	Yüksek besleme hızı	Besleme hızı düşürülmelidir
Jetin kesikli beslemesi	Düşük konsantrasyon	Konsantrasyon arttırılmalıdır

Çizelge 1.5. Elektro çekim cihazında karşılaşılan problemler, sebepleri, çözüm önerileri

Çizelgeden görüldüğü üzere bir problemin birden fazla sebebi ve çözüm önerisi olabilmektedir (Bkz. Çizelge 1.5). Burada dikkat edilecek nokta kritik değerdir. Her parametre için bir kritik değer olduğu söylenebilmektedir. Kritik değerin altında veya üstünde bir değer çalışırken verilen problemin sebepleri ve çözüm önerileri değişebilmektedir. Bu sebeple elektro çekim cihazında çalışırken parametrelerin birbiri ile bağlantılı olduğu unutulmamalıdır.

Karşılaşılan problemin çözüm önerisinde verilen bilgiler, kritik değerin altında veya üstünde olmasına göre değişebilmektedir. Elektro çekim cihazında yeni bir çözelti ile çalışırken tavsiye edilen parametre değişim sırası Şekil 1.23'de verilmiştir.



Şekil 1.23. Elektro çekim cihazında yeni bir çözelti ile çalışırken tavsiye edilen parametre değişim döngüsü

Lif çekimi sırasında dikkat edilecek diğer bir husus ise lifin oluşup oluşmamasıdır. Bu durumda elektro çekim cihazında lif attığı görülebilir, ancak lif oluşmayabilir. Bu durumda elde edilen yüzeylerin SEM görüntüleri alınarak kontrol edilmesi gerekmektedir.

# 1.4. Dokusuz Yüzey Üretimi ve Uygulama Alanları

Dokusuz yüzey üretim sürecinde doku oluşturma ve bağlamada çeşitli teknikler kullanılmaktadır. Bu teknikler elyafın cinsi ve ürünün kullanım alanlarına göre değişmektedir.

Kesikli elyaflarda üretim; elyafların hazırlanması ile başlayıp, dokunun oluşturulması, dokunun sabitlenmesi, dönüştürme ve bitim işlemleri ile sona ermektedir. Kesiksiz elyaflarda ise işlem polimer eriğinin oluşturulması ve elyaf üretimi ile başlayıp sonra kesikli elyaf üretimi ile aynı aşamalardan geçmektedir. Elyafla üretime hazır hale geldikten sonra, tülbent oluşumu için serilmekte ve oluşan tülbent farklı yöntemler ile birleştirilmektedir. Kesiksiz elyaftan yapılan üretimde, elyafların oluşumu ve tülbentin serilmesi aynı anda gerçekleşmektedir. Üretilen yüzeyler, kullanılacak alana göre çeşitli bitim işlemleri uygulanır, daha sonra ise kesim ve dikim işlemleri yapılarak kullanıma hazır hale getirilmektedir (Gönül, 2013)

## 1.4.1. Dokusuz yüzey üretim teknikleri

Ürünlerin doku haline gelebilmesi için ilk adım; yapılacak ürünün özelliklerinin belirlenmesi, kullanılacak elyafların seçilmesi, kullanılacak elyafın özellikleri dikkate alınarak harman yapılmasıdır. Doku oluşturma bölümünde, elyaf veya flament serilerek bir tabaka haline getirilir. Kullanılan hammadde kesik elyaf, granüllü tanecikler veya çözelti şeklinde olabilir. Doku oluşturma tekniği seçimi, hammaddenin yapısına bakılarak yapılabilmektedir. Elyaf kesikli halde ise; kuru serme tekniklerden mekanik serme, havalı serme ve bunların kombinasyonu olan mekanik ve havalı serme işlemlerinden biri kullanılmaktadır. Kesiksiz elyaf serme tekniğinde ise; sonsuz elyaf serme, eriyikten püskürtme ve elektrostatik serme tekniklerinden biri kullanılmaktadır Bahsedilen doku oluşturma teknikleri aşağıda açıklanmıştır (Kalabek, 2004; Çinçik, 2010; Gönül, 2013)

# 1.4.1.1. Mekanik serme (carding) tekniği

Tekstil endüstrisinde en çok kullanılan doku serme tekniklerden biridir. Mekanik yolla elde edilmiş tülbent esaslı dokusuz yüzeyleri (nonwoven) üç tabaka halinde incelemek mümkündür. Birinci tabaka üst yüzey, ikinci orta veya dolgu tabakası, üçüncü ise taşıyıcı (taban) tabakasıdır. Fakat uygulamada iki tabaklı olanlarına da rastlamak mümkündür. Mekanik serme tekniğinde balya halindeki elyaflar ürün özelliğine göre ince açma, kaba açma işlemleri gerçekleştirildikten sonra taranarak elyaflar paralel hale getirilmektedir (Gönül, 2013). Mekanik serme işleminin şematik görüntüsü Şekil 1.24'te verilmiştir.





### 1.4.1.2. Havalı serme (air-laid) tekniği

Havalı serme tekniği, hava akımı ile beslenen elyafların delikli emme tamburu (biçimlendirme başlığı) üzerine vakumlama yapılarak biriktirilmesine dayanmaktadır. Bu makinede kısa elyaflar önce darbeli milden geçirilerek açılır ve tek lif haline dönüştürülmektedir. Aynı zamanda bir kanaldan hava akımı ile eriyebilir lifler beslenmektedir. Hava akımı ile kanal içerisinde taşınırken tek lifler ve eriyebilir lifler karışmaktadır. Burada biçimlendirme başlığı üzerine gelen karışım biçimlendirme başlığında vakum ile emilerek doku oluşmakta ve oluşan doku birleştirme ünitesine sevk edilmektedir (Şekil 1.25). Havalı serme tekniğinde çok kısa elyaflar ile çalışabilmektedir. Bu teknikle, daha az döküntü oluşmaktadır ve daha yumuşak dokular yapılabilmektedir. Bunun yanı sıra enerji tüketimi yüksek ve elyafın iyi açılmaması gibi dezavantajları bulunmaktadır. Bu yöntem ile elde edilen dokusuz yüzeyler sağlık ve temizlik alanlarında kullanılmaktadır (Onan, 2010; Gönül, 2013).



Şekil 1.25. Havalı serme tekniğinin şematik görünümü (Edena, 2016a'dan değiştirilerek)

# 1.4.1.3. Sulu serme (wet-laid) tekniği

Sulu serme tekniğinde, 2-30 m uzunluğundaki elyaflar çeşitli kimyevi malzemeler kullanılarak su ile karıştırılmakta ve homojen halde bulunan karışım elde edilmektedir. Elde edilen elyaf ve su karışımı bir sistem ile karıştırılmakta ve hareketli vakum bandı üzerine doku oluşturulmaktadır. Aynı zamanda doku üzerinde kalan fazla su hareketli bandın deliklerinden uzaklaştırılmaktadır. Doku oluşumundan hemen sonra sabitleme için doku üzerine bağlayıcı püskürtülmektedir. Oluşan doku sıcak silindirlerden geçerek kurutulmakta ve bağlayıcının dokuyu bir arada tutmasını sağlamaktadır. Kurutma çıkışında oluşan doku silindire sarılmaktadır (Şekil 1.26). Sulu serme yöntemi çok hızlı bir teknik olmakla birlikte kurutma işleminde yüksek miktarda enerjiye ihtiyaç duyulduğundan ekonomik değildir (Turbak, 1993; Gönül, 2013).



Şekil 1.26. Sulu serme tekniğinin şematik görünümü (Edena, 2016a'dan değiştirilerek)

# 1.4.1.4. Elektrostatik serme tekniği

Elektrostatik serme tekniği, elektrik akımı ile kutuplaştırılarak elektrostatik olarak şarj edilen karşılıklı iki elektrod arasında, elektrostatik alan içinde bulunan kuvvet yardımıyla polimer eriyiğini life dönüştürülmesi ve doku oluşturulması esasına dayanmaktadır (Şekil 1.27). Polimer eriyiğinden elektrostatik alan içinde elde edilen lifler, düzleme dik şekilde biriktirici yüzey üzerine toplanır ve doku haline getirilmektedir (Gönül, 2013).



Şekil 1.27. Elektro statik serme tekniğinin şematik görünümü (Gönül, 2013)

## 1.4.1.5. Ani olarak doku oluşturma tekniği

Yüksek yoğunluğa sahip polimer çözücü içerisinde çözünür ve sabit basınç altında bir kap içerisine püskürtülmektedir. Polimer üzerindeki çözücü, kap içerisinde karşılaştığı sıcak hava ile hızla buharlaşmaktadır. Polimer lif formunda katılaşıp devamlı bir elyaf yığını halinde toplanmaktadır. Oluşan elyaf yığını bir toplayıcı üzerinde doku oluşturmaktadır (Gönül, 2013).

# 1.4.1.6. Sonsuz elyaf serme (spunbond) tekniği

Dokusuz yüzey oluşturma yöntemlerinin içerisinde en çok kullanılan yöntemdir. Bu yöntemde lif oluşumu ile dokusuz yüzey oluşumu aynı anda gerçekleştirilmektedir. Bu yöntemde bir kanaldan beslenen polimer ısı ile eritilir ve düzelerden sabit basınç ile püskürtülmektedir. Lifler yönlendirilen soğuk hava ile soğutulmakta ve liflerin yönlenmesini sağlamak için bir miktar çekim işlemine tabi tutulmaktadır. Çekim işleminden sonra basınçlı hava ile lifler dağıtılır ve taşıyıcı bant üzerine rastgele toplanması sağlanmaktadır. Oluşan dokusuz yüzey kabartma silindirlerinden geçerek yüzey sabitlenmektedir (Şekil 1.28). Tercihe göre ısıl veya kimyasal işlem uygulanabilmektedir (Çinçik, 2010; Tiyek ve ark., 2014).

Spunbond yöntemi ile sert ve çok ağır yapılardan oldukça esnek ve hafif yapılara kadar çeşitli özelliklere sahip farklı dokular elde etmek mümkündür. Dokuma, örme, ve diğer dokusuz yüzeyler ile kıyaslandığında aynı ağırlıkta yüksek mukavemet göstermektedir. Boşluklu yapısından dolayı yüksek su emicilik kapasiteleri vardır. Dokusuz yüzeyde lif dağılımından dolayı mukavemet tüm yönlerde aynıdır. Dökümlülük özelliği düşüktür. Rahatlık hissi veren bir yapıda olması ve kuru kalması kullanımını artırmaktadır (Jeon, 2001; Onan, 2010).



Şekil 1.28. Sonsuz elyaf serme tekniğinin şematik görünümü (Shinwa, 2015b'den değitirilerek)

# 1.4.1.7. Eriyikten püskürtme (meltbown) tekniği

Yöntemin esası; polimer bir ekstruderden beslenir, burada ısı ile eritilip sıvı hale gelmektedir. Sıvı haldeki polimer bazı filtrelerden geçtikten sonra pompa aracılığıyla karıştırıcı bölgeye iletilir, bu işlem ile homojenliğin sağlanması amaçlanmaktadır. Karıştırıcı kısmından geçen erimiş polimer düzelerden sabit basınç altında püskürtülmektedir. Düze çıkışında polimer eriyiği sıcak hava ile üflenerek inceltilmesi sağlanmaktadır. Sıcak hava ile karşılaşan polimer katılaşmakta ve lif formunda taşıyıcı bant üzerine toplanmaktadır. Oluşan dokusuz yüzey kalender silindirleri arasından geçirilerek sabitlenir ve levende sarılmaktadır. Bu yöntemin bilinen eriyikten çekim sisteminden farkı sahip olduğu düze sistemidir. Bu teknikte düzenin enine uzunluğu yaklaşık 150 – 300 cm arasında değişmektedir (Kozanoğlu, 2006). Eriyikten püskürtme yönteminin şematik gösterimi Şekil 1.29'da verilmiştir.



Şekil 1.29. Eriyik püskürtme tekniğinin şematik görünümü (Shinwa, 2015a'dan değiştirilerek)

Meltblown prosesinin, küçük çaplı lif üretimi yapmak amacıyla dokusuz yüzey oluşturmada kullanılan yaygın bir yöntemdir. Bu yöntem ile üretilen dokusuz yüzeyler diğer yöntemlere kıyasla daha yumuşak bir tuşe özelliği göstermesi ile beraber gözeneklilik ve şeffaflık özelliği liflerin farklı çaplarda oluşumundan dolayı yer yer farklılık gösterebilmektedir (Dahiya ve ark. 2004, Hagewood, 2004). Eriyikten püskürtme tekniği ile elde edilen dokusuz yüzeyler; yüz maskeleri, ameliyat eldivenleri, steril sargılar, tek kullanımlık önlükler, yetişkinler için kullanılan emici ürünler ve bayanların kullandığı pedler, sıvı gemi torbaları, solunum koruma ürünleri, sigara filtreleri ve bazı özel HEPA filtrelerinde kullanılmaktadır (Gönül, 2013).

## 1.4.2. Dokusuz yüzeylerde doku bağlama (sabitleme) teknikleri

Kesikli ve kesiksiz elyafdan yapılan tülbent esaslı dokusuz yüzey üretiminde, üretilen ürünlerin özellikleri bazı kullanım alanlarında ihtiyaçların tamamını karşılayamadığından, oluşturulan doku sabitlenmektedir. Dokuyu sabit hale getirme kimyasal, mekanik ve ısıl işlemler ile gerçekleştirilmektedir. Doku bağlama (sabitleme) işlemi genellikle doku oluşturma işleminden hemen sonra uygulanmaktadır. Dokusuz yüzey oluşturma tekniklerinde olduğu gibi, doku bağlama tekniklerinin belirlenmesinde de ekonomiklik, istenilen ürün özellikleri ve çok yönlülük esas alınmaktadır. Üretilecek dokusuz yüzeylerin fiziksel özelliklerinde, kullanılan elyaf ve dokusuz yüzey oluşturma yöntemiyle beraber bağlama tekniğinin etki dereceside önemlidir. Doku sabitleme teknikleri mekanik, kimyasal ve ısıl yöntemler olmak üzere üç ana başlık altında sınıflandırmak mümkündür. Mekanik teknikler; iğneleme, su jeti ile sabitleme ve dikme olmak üzere 3 farklı teknikten oluşmaktadır. Kimyasal yöntemler; emdirme, püskürtme, pudralama, kimyasalı desenle aktarma ve köpükle aktarma olmak üzere 5 farklı teknikle uygulanabilmektedir. Isı yöntemlerde ise; sıcak silindirler, boşluklu silindirler, ses dalgaları, sıcak hava ve radyasyon ile uygulanarak doku bağlama işlemleri yapılabilmektedir (Kalabek, 2004; Çinçik, 2010; Gönül, 2013)

# 1.4.2.1. Mekanik bağlama teknikleri

Çeşitli yöntemlerle elde edilen elyaf ve tülbent yapıların tekstil yüzeyi olarak kullanılabilmesi için doku oluşturmanın ardından uygulanan mekanik bağlama tekniklerinde amaç elyafları birbirine dolaştırarak bir çeşit keçe oluşturmaktadır (Gönül, 2013). Mekanik bağlama iğneleme, su jeti ile bağlama ve dikme tekniklerinden yapılmaktadır. Mekanik bağlamada en çok kullanılan iğneleme tekniği Şekil 1.30'da şematik olarak verilmiştir.



Şekil 1.30. İğneleme tekniğinin şematik görünümü (Edena, 2016b'den değiştirilerek)

# 1.4.2.2. Kimyasal bağlama teknikleri

Bu teknik reçine, polimer dispersiyonu, emilsiyonu veya çözeltisi gibi kimyasal maddeler ile elyafın birbirine bağlanması esasına dayanmaktadır. Bu teknikte elyafın birbirine bağlanmasına kimyasal bağlayıcı maddenin uygulama tipi, bağlayıcının pıhtılaşması, fiksaj ve kurutma adımları önemli etkenlerdir. Bağlayıcının yüzeye uygulanmasında desenli aktarma, köpükleme, püskürtme ve emdirme gibi yöntemler kullanılmaktadır. Şematik gösterimde desenli baskı silindiri bağlayıcı haznesinden aldığı kimyasalı dokusuz yüzeye aktarmaktadır (Şekil 1.31). Kıstırma silindirlerinden geçen dokusuz yüzeye bağlayıcı bağlanmaktadır. Son olarak kurutma işlemi ile birleşen dokusuz yüzey sarılmaktadır. (Gönül, 2013)



Şekil 1.31. Kimyasal bağlama tekniğinin şematik görünümü (Edena, 2016b'den değiştirilerek)

# 1.4.2.3. Isıl bağlama teknikleri

Bu yöntemde termoplastik polimerlerden elde edilmiş dokusuz yüzeylerin ısıl ve termal özelliklerinden yararlanılmaktadır. Bu yöntemde doku oluşumu sırasında yapıyı oluşturan ana malzemenin yanında bağlayıcı elyafda eklenmektedir. Bağlayıcı görevindeki elyaflar, kolay eriyebilir ve çözünebilir olması ile etrafındaki diğer elyaflara yapışma veya bağlanma özelliğini taşımaktadır. Bu yöntem ısının uygulanma tipine göre beş farklı şekilde gerçekleşmektedir;

- Sıcak silindirlerle bağlama (kalender)
- Boşluklu silindirlerle bağlama
- Sıcak havayla bağlama
- Ses dalgalarıyla bağlama
- Radyasyonla bağlama (Gönül, 2013).

## 1.4.2.4. Sıcak silindirlerle bağlama (Kalender)

Isı ile bölgesel basınç altında gerçekleştirilen ısıl doku bağlama işlemidir (Şekil 1.32). Bu teknikle bölgesel bağlama yerlerinde boşluklu silindirin dizaynına göre değişik desenler oluşturmak mümkündür. Desen tipine göre bölgesel, noktasal veya kabartma tipli olmak üzere üç farklı yöntem mevcuttur. Isı, basınç, geçiş hızı, silindir deseni ve soğutucu silindirlerin yeri önemli bir faktördür. Ayrıca bu teknikle desen türüne göre oldukça sağlam dokular elde edilebilir. Bu teknikle başta tela üretimi olmak üzere, kadın bağları, çocuk bezleri, suni deri altı ve ayakkabı iç kaplaması gibi çeşitli tülbent esaslı dokusuz yüzeyler üretilmektedir (Kalabek, 2010; Gönül, 2013)





# 1.4.3. Bağlanmış (birleştirilmiş) yapılar, SMS

Dokusuz yüzeyler elde edildikten sonra kullanım yerine göre farklı özellikler kazandırılır. Dokusuz yüzeyler kendisinden beklenen mukavemet, filtreleme, temizlik, emicilik gibi özellikleri tek başlarına sağlayamayabilirler. Bu özellikleri sağlaması için dokusuz yüzeyler farklı katmanlarda bir araya getirilirler. Bu dokusuz yüzeylerden Spunbond – Meltblown – Spunbond (SMS) piyasada en çok tercih edilen ve kullanılandır.

Özel olarak üretilen Spunbond – Meltblown – Spunbond (SMS) yapılar termal veya yapıştırma yöntemleri ile bağlanmış 3 ayrı tabakadan oluşmaktadır. Üç ayrı tabaka bir araya getirilerek tek başlarına yeterli olmayacak özellikler kazandırılmaktadır. Orta tabaka meltblown alt ve üst tabakalar ise spunbond, malzemeden meydana gelmektedir. Malzemenin orta katı (melwblown) bir filtre gibi görev yapar ve istenmeyen geçişleri önleyebilmektedir. Dış yüzeyler (spunbond) ise, kompozitin mekanik özelliklerinden sorumludur. Bu katmanlı yapı, hava ve buhar gibi gazların geçişine izin vermekte ancak bakteri ve sıvıların geçişini engellemektedir. (Pamuk ve Öndoğan, 2008). Çok katmanlı kompozit kumaş yapı örneği Şekil 1.33'de verilmiştir.



Şekil 1.33. Spunbond-Meltblown-Spunbond (SMS) dokusuz yüzey katmanları (Lynonwoven, 2016'dan değiştirilerek)

## 1.4.3. Dokusuz yüzeylerin uygulama alanları

Farklı tekniklerle üretilen dokusuz yüzeyler geniş bir uygulama alanına sahiptir. Dokusuz yüzeylerin kullanım alanları çok çeşitli olmakla birlikte kullanım ömrüne göre üç sınıfa ayrılabilmektedir.

- 1. Tek kullanımlık dönüşümlü dokusuz yüzeyler: tekrar kullanılamazlar.
  - Tıbbi tekstil
  - Bebek bezleri
  - Yetişkin bezleri
  - Kadın bağı ürünleri
  - Tıbbi ürünler
  - Temizlik bezleri (Star, 2003; Baylan, 2006).

- Kısa ömürlü dokusuz yüzeyler: birkaç kez kullanıldıktan sonra atılabilen kısa ömürlü ürünlerdir.
  - Yağmur ve rüzgâr gibi hava koşullarında ve vücudun ısı kaybına karşı koruma sağlayan giysilerde, su geçirmez ve nefes alan kumaşlarda,
  - Katı parçacıkların tekstil sıvı veya gaz ortamından ayrışması ve ayrıştırılan parçacıkların tekrar geri kazanımı için filtrasyonda,
  - Yumuşak zeminlerin güçlendirilmesi için jeotekstiller olarak,
  - Düşmana ait çevrede kişinin hareket etmesi yaşaması ve savaşması gereken durumlar için savunmada kullanılan gerekli malzemelerde,
  - Hayatta kalmak için koruyucu tekstiler, insanların maruz kaldığı tehlikelere karşı korumalarda,
  - Taşımacılıkta, dekorasyon, insanların sağlık ve rahatı için, yumuşak bir tutum istenen tüm yüzeylerde,
  - Ev döşemeleri olarak,
  - Zirai kumaşlar, tarım ağaçlandırma, balıkçılık sektöründe, korumai, toplama ve saklama için,
  - Tekstil takviyeli kompozitler mühendislik malzemeleri olarak kullanılan ve birçok lif ve matris bileşeninden oluşmaktadır (Star, 2003; Emek, 2004; Baylan, 2006).
  - 3. Uzun ömürlü dokusuz yüzeyler: amaca ve modaya göre farklılıklar göstermektedir (Emek, 2004; Baylan, 2006).

# 1.5. İletken Kompozit Malzemeler

Polimerler, kovalent bağlarla bağlı atomlardan oluşan makro moleküllerdir. İletkenlik ve değerlik bantları arasındaki enerji farklarının büyük olmasından dolayı polimerler elektriksel olarak yalıtkan malzemeler olarak kabul edilmektedir. Yaygın olarak kullanılan ticari polimerler, iletkenlik değerleri 10<sup>-20</sup> siemens/santimetre (S/cm) seviyelerinde olan ve yalıtkan olarak sınıflandırılan malzemelerdir (Çizelge 1.6). Bu özellikleri sayesinde günlük hayatta kullanılan ticari termoplastikler elektrik kablolarının ve iletken parçaların kaplanması gibi yalıtkanlık gerektiren birçok uygulamada kullanılmaktadır. İletken malzeme olarak ise geçmişten günümüze yüksek iletkenlik değerleri ile metaller ve grafit, karbon siyahı gibi karbon esaslı malzemeler kullanılmaktadır. Polimerlerin metallere göre hafiflikleri, çevresel şartlara karşı dayanıklılığı, uzun
ömürlülüğü, işlenme kolaylığı ve maliyet açısından daha hesaplı olması özellikleri ile alternatif iletken malzeme olarak kullanılması uzun yıllardan beri hem bilimsel araştırmalarda hem de endüstriyel uygulamalarda ilgi çeken konulardan biri olmuştur (Akın, 2013).

Polimer	İletkenlik (S/cm)		
Polietilen	10-20		
Polistiren	10-18		
Poliamid 6,6	10-17		
Poli(metil metakrilat)	10-20		
Poli(vinil klorür)	10-16		
Poli(etilentereftalat)	10-21		

Cizelge 1.6. Bazı polimerlerin elektrisel iletkenlik değerleri (Akın, 2013)

Poliasetilen, polifenilen, polipirol, polianilin, politiyofen gibi polimerlerde iletkenlik, yapılarındaki konjuge çift bağlar üzerinden elektron taşınımına dayanır. Ayrıca iletkenliğin artırılması için polimerin yapısına, elektron sağlayan HCl, HBr, HNO<sub>3</sub>, H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> gibi asitler yüklenerek (doplama) iletkenlik artırılır. Yükleme işlemi ile aynı zamanda yapıda katyonik boşluklar oluşur. Bu katyonik yapıya etraftaki elektronların sıçraması ile bu boşluk doldurulur. Elektronların boşalttığı yerlerde ise artı yük boşluklar tekrar açılmış olur ve bu şekilde elektriksel iletkenliğin artışı sağlanır (Akın, 2013).

Polimerlerin iletken hale getirilmesinde kullanılan yöntemlerden bir diğeri ise yalıtkan polimerlerin iletken özelliğe sahip metal tozları ya da karbon esaslı malzemeler ile kompozitlerinin hazırlanmasıdır. İletken polimer kompozitlerin hazırlanmasının daha kolay, maliyetinin daha düşük ve iletkenlik değerleri daha yüksek olması ile elektriksel iletkenlik uygulamalarında kendiliğinden iletken polimerlere göre daha yaygın olarak kullanılmaktadır. İletken dolgu olarak alüminyum, demir ve nikel tozu gibi metal dolgular ya da karbon siyahı, grafit, karbon elyaf gibi karbon esaslı iletken organik dolgular kullanabilmektedir (Akın, 2013).

Kompozit malzemelerin iletkenliğinin sağlanabilmesi için, kullanılan iletken dolgunun polimer matrisi içerisinde sürekli bir yol oluşturabilmesi gereklidir. Bu süreklilik ise belirli bir kritik dolgu miktarına ulaşıldıktan sonra gerçekleşir. Bu kritik noktadan önce iletkenlik sağlanamaz ya da çok az miktarda sağlanır, ancak bu değerden sonra kompozitin iletkenlik değeri hızla artış gösterir. Bu kritik iletken dolgu miktarı "elektriksel perkolasyon noktası" olarak tanımlanır (Lisunova ve ark., 2007; Costa ve Henry 2011; Akın, 2013).



Şekil 1.34. Perkolasyon teorisinin şematik gösterimi (Akın, 2013)

Şekil 1.34'te görüldüğü gibi, düşük dolgu kullanımında, iletkenlik mekanizmasını yalıtkan polimer matrisi kontrol ettiğinden elde edilen kompozitin direnç değerleri hala yüksektir. Ancak, perkolasyon için gerekli dolgu miktarından başlayarak iletken dolgu iletkenlik mekanizmasını domine etmeye başlar ve dolgu miktarı arttıkça direnç değeri azalır ve iletkenlik artar. İletkenlik artışı belirli bir seviyeden sonra dolgu miktarından bağımsız hale gelmeye başlar ve dolgu miktarıyla birlikte iletkenlik artışı çok fazla olmaz. Mekanik ve reolojik özellikler de dikkate alınarak istenilen özelliklerdeki kompozitin içindeki dolgu miktarı perkolasyonun gerçekleştiği dolgu oranının bir miktar daha üstü olduğu görülmektedir. Bu orandan sonra dolgunun daha da artırılması iletkenlikte çok ciddi iyileşmelere neden olmazken mekanik ve reolojik özellikler üzerinde istenmeyen etkilere neden olmaktadır (Akın, 2013).

Polimerler yalıtkan malzemeler olarak bilinmelerine rağmen, yapılarına iletken dolguların katılmasıyla iletkenliklerinin artış gösterdiği görülmektedir. İletkenliğin dolgu miktarına bağlı olarak değişimini ortaya koyan modellerden biri power law modelidir. Matematiksel olarak,

$$\sigma \alpha \left( \varphi - \varphi_c \right)^t \tag{1.1}$$

ifade edilebilen power law modelinde,  $\varphi$  kompozit içindeki dolgunun fraksiyonu,  $\varphi_c$  perkolasyon noktasındaki dolgu fraksiyonu, t ise bir sabittir. Denklem logaritmik olarak düzenlendiğinde;

$$\log \sigma \alpha t \log (\varphi - \varphi_c) \tag{1.2}$$

olur. İletkenlik dolgu miktarıyla bir t sabitine bağlı olarak artış gösterir.



Şekil 1.35. Power law modeli

Zois ve arkadaşlarının yaptıkları çalışmada, karbon siyahı dolgulu polipropilen kompozit için power law modelinin uygulanışı Şekil 1.35'da görülmektedir. Perkolasyon dolgu miktarı %6.2 bulunmuş ve bunun neticesinde çizilen power law grafiğinde t değeri 1.93 olarak hesaplanmıştır (Zois ve ark., 2001; Akın, 2013).

### 1.5.1. İletken dolgular

İletken polimer kompozitlerde kullanılan iletken dolguları karbon ve metal esaslı dolgular olarak ikiye ayırmak mümkündür. Metal esaslı dolgular içeren polimer kompozitler, hazırlama ve şekillendirme zorlukları, maliyetleri, polimer-dolgu ara yüzey etkileşimlerinin görece zayıflığı gibi nedenlerle karbon esaslı dolgular içeren polimer kompozitlere göre daha az tercih edilirler. Karbon esaslı dolgular; karbon elyaf, grafit, karbon siyahı, karbon nanotüp ve fulleren gibi farklı yapısal ve fiziksel özelliklere sahip malzemelerdir (Akın, 2013).

#### 1.5.1.1. Karbon elyaf

Karbon elyaf, ön malzeme olarak kullanılan PA, PAN veya ziftin yüksek sıcaklıklarda (1000-3000 °C) karbonizasyonu ile elde edilen bir malzeme türüdür. Karbon elyafın, karbonizasyon sıcaklığı 1000 °C'den 3000 °C'ye gittikçe elastik modül değeri artarken çekme dayanımı azalmaktadır.

Karbon elyaflar;

- Düşük yoğunluk
- Yüksek çekme modülü ve dayanımı

- Düşük termal genleşme katsayısı
- Mükemmel sürünme dayanımı
- Yüksek termal iletkenlik
- Düşük elektrik özdirenç

gibi özellikler gösteren karbon türevleridir (Akın, 2013).

Elektriksel ve termal iletkenliği yüksek olan karbon elyaflar iletken olmayan polimerlere katılarak, elektriksel ve termal olarak iletken bir kompozit elde edilir. Ayrıca termal genleşme katsayıları çok düşük olan karbon elyaflar, kullanıldıkları malzemenin termal genleşmesini de düşürür.

Cam elyaftan daha sonra gelişen ve kullanım alanları hızla artan karbon elyaflar; kullanıldıkları kompozitlerde, ağırlık ve mukavemet avantajları ile otomotiv, inşaat, uzay araçları ve diğer sektörlerde büyük bir ilgi görmektedir (Dokur, 2009; Akın, 2013).

### 1.5.1.2. Karbon siyahı

Karbon siyahı, karbonun amorf bir türevidir. Metan gazı, hafif ve ağır petrol yağları, aromatik hidrokarbonların kısmi olarak yanması ya da ısıl bozunması ile elde edilir (Erkek, 2007). Aromatik hidrokarbonlar, yüksek sıcaklıkta kısmı yanmaya maruz kaldıklarında, C-H bağlarının kopması sonucu molekülleri birbirlerinden ayrılmaya başlarlar. Daha sonra C-H bağlarının kopması sonucu oluşan karbon atomları ile aromatik radikaller kristalografik yapıdaki tabakalı hekzagonal karbon halkalarını oluşturmak üzere reaksiyona girerler. Bu kristalitlerden de karbon siyahı partikülleri meydana gelirler (Huang, 2002). Dünya genelinde kullanılan karbon siyahının büyük miktarı fırında yakma ve ısıl bozunma yöntemi olmak üzere iki yöntemle üretilmektedir. Kullanılan prosese göre değişik özellikte karbon siyahları elde edilir. Karbon siyahının en çok kullanıldığı sektör olan kauçuk sektöründe fırında yakma ile elde edilen karbon siyahı sektörde kullanılan toplam karbon siyahının %90'ından fazlasını oluşturmaktadır. Bu yöntemde yağlar yüksek sıcaklıklarda yakılarak karbon siyahı taneciklerine dönüşmesi sağlanmaktadır. Oluşan karbon siyahının tanecik çapları 10 ile 100 nm arasında değişirken, önemli fiziksel parametrelerden biri olan yüzey alanı ise 25 ile 2500 m<sup>2</sup>/g arasında değişimektedir (Akın, 2013).

Karbon siyahı kompozitlerde boyutsal kararlılığı artırır, elektriksel/termal iletkenliği ve ultraviyole ışınlara karşı kararlılık sağlar, lastikte antioksidan madde olarak lastiğin ömrünü uzatır ve mürekkeplerde statik yüklenmenin engellenmesi sağlar ve boyarmadde görevi görür.

Karbon siyahı kullanılarak elde edilen polimer kompozitlerin iletkenlik değerleri, kullanılan karbon siyahının yüzey alanına, partikül büyüklüğüne, karbon siyahının yüzey özelliklerine bağlıdır. Kompozitlerin iletkenlik değerlerini artırmak için, yüksek yüzey alanına sahip, ve tanecik çapı küçük karbon siyahı tercih edilir (Huang, 2002; Akın, 2013).

#### 1.5.1.3. Grafit

Grafit, karbonun üç ana şeklinden (elmas, kömür, grafit) biridir. Eskiden beri bilinen bu mineralin adını, Alman mineralog A.G. Werner, eski yunancada yazmak anlamına gelen "Graphein"den türettiği "Grafit" adını vermiştir (Kaya, 2006). Doğal grafit, ucuz ve oda sıcaklığında elektrik iletkenliği 104 S/cm olan bir mineraldir (Şekil 1.36). Grafit, hegzagonal kristal örgülerden ve zayıf Van der Waals bağları ile birbirine bağlı bir atom kalınlığında düzlemsel tabakalardan oluşan iki boyutlu, nanoyapılı bir karbon allotropudur (Akın, 2013).

Grafitte karbon atomları hekzagonal halkalar oluşturur. Her karbon atomu sigma bağları ile diğer üç karbon atomuna sp hibritleşmesi yaparak bağlanmaktadır. Karbon atomlarının dördüncü elektronları p bağlarında kullanılmaktadır (Akın, 2013).



Şekil 1.36. Grafitin tabakalı yapısı (Akın, 2013)

Grafitin çeşitli yüzey modifikasyonu ile bazı yapısal ve fiziksel özelliklerinin değiştirilmesi konusunda çok sayıda çalışma mevcuttur. Bilimsel çalışmalarda, grafitin yüzey modifikasyonu için kullanılan yaygın yöntem; nitrik asit veya sülfürik asit varlığında çeşitli yükseltgeyiciler (KMnO<sub>4</sub>, NaNO<sub>3</sub>, H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>) kullanılarak grafit tabakalarının oksidasyonun sağlanması ve "grafen oksit" elde edilmesidir. Yüzeyleri oksitlenmiş grafit tabakalarının patlatılması ile tabakaların 200-300 kat genişleyebilmesinin mümkün olduğu bildirilmektedir (Zhao, 2007). Elde edilen ürün

genleştirilmiş grafit olarak tanımlanır. Doğal grafite oranla, düşük yoğunluğu ve gözenekli yapısı sayesinde oldukça düşük miktarlarda ilave edildiği kompozitlerde dahi mekanik, reolojik ve iletkenlik özelliklerini diğer klasik dolgulara göre çok daha iyi geliştirdiği bilinmektedir (Zhang ve Li, 2008). Şekil 1.37'te şematik olarak grafit tabakalarının patlatılması sonucu genleştirilmiş grafit eldesi gösterilmiştir.



Şekil 1.37. Genleştirilmiş grafitin elde edilişi (Akın, 2013)

# 1.5.2. Kullanım alanları

İletken kompozitler elektromanyetik dalgalara karşı korunumlu bölgeler oluşturmak amacı ile elektromanyetik dalgaların (EMI) ve radyo dalgalarının (RFI) perdelenmesi, sensör uygulamaları, elektronik aletlerin elektrostatik yük boşalmasına karşı hassas olan parçalarının antistatik yüklenmesinin engellenmesi, çeşitli elektronik devreler, batarya ve piller gibi birçok farklı alanda kullanımı olan ileri teknoloji malzemeleri olarak sınıflandırılmaktadır (Akın, 2013).

Yakıt hücrelerinde kullanılan iletken bipolar plakalar da iletken kompozit malzemelerin bir diğer kullanım alanıdır. Yakıt hücrelerinin maliyetinin ve ağırlığının önemli bir kısmını oluşturan bipolar plakalar günümüzde daha çok metallerden ya da grafitlerden yapılmaktadır. Ancak metal bipolar plakalar için yüksek ağırlık ve işleme zorluğu, grafit bipolar plakaların ise düşük mekanik dayanım ve yüksek maliyeti bu malzemeler için önemli uygulama dezavantajlarını oluşturmaktadır. Son yıllarda yapılan araştırmalar ise iletken kompozitlerin düşük maliyetleri, kolay işlenebilmeleri, yüksek iletkenlik ve mekanik dayanımları ile bu malzemelere alternatif olabileceğini göstermektedir (Tekin, 2006; Akın, 2013)

Yeni uygulamalarla ve özelliklerle tekstil yapılarının/yüzeylerinin gelişimi, son yıllarda büyük önem kazanmıştır. Bu önemli özelliklerden biri, tekstil yapılarındaki elektriksel iletkenliktir (Çetiner, 2011). İletken özellikli tekstil yüzeyleri;

- Elektromanyetik ekranlama özelliğine sahip kumaşlar
- Antistatik giysiler ve ürünler
- Güç tutuşur tekstiller
- Askeri uygulamalar (radar önleyici kumaşlar)
- Anti bakteriyel kumaşlar
- Sensör özellikli giysiler
- Zemin döşemeleri vb. endüstriyel alanlarda kullanılmaktadır (Kuhn ve ark., 1995; Lekpittaya ve ark., 2004; Micusik ve ark., 2007; Molina ve ark., 2008; Kaynak ve Hakansson, 2008)

## 1.5.3. İletkenlik

Kompozit malzemeler, özellikle yüksek performanslı ürünlerde önem kazanmıştır. Termal kararlılığın artışı ise kompozit malzemeler için pek çok uygulamada çok yararlıdır. Polimer esaslı malzemelerin iletken hale getirilmesi için çeşitli iletken yapıda ki dolgu malzemelerinin kullanımı, iletken polimer kullanımı, iletken içerikli sıvılar ile muamele edilmesi gibi yöntemlerle elde edilen iletken kompozit malzemeler polimerlerin arzu edilen fiziksel özellikleri ile elektriksel iletkenliği kombine etmek için uygulanan yaklaşımlardır. Bu yaklaşımlar, tekstil yapılarının mekanik özelliklerinin dolgu malzemelerinin elektriksel özellikleri ile kombine edilmesiyle oluşturulan iletken kompozitlerin tasarımında sınırsız olanaklar sağlamaktadır (Çetiner, 2011).

## 1.5.3.1. Bant teorisi

Elektriğin iletilmesi maddenin temel özelliklerinden bir tanesidir. Bu özelliğine göre maddeler iletken, yarı iletken ve iletken olmayan olarak sınıflandırılabilmektedir.

Polimer yapılarda elektrik iletkenliği bant teorisi ile açıklanabilmektedir. Kuantum mekanizmasında bir atom elektronlarının ancak belirli enerji seviyelerinde olabileceğini öngörmektedir. Ancak atomların elektronik seviyeleri değişmektedir. Atomlar birbirine yakınlaştığı zaman enerji seviyeleri bandlar oluşturmaktadır (Acar, 2008).

Elektriksel iletkenliğin sağlanabilmesi elektronların serbestçe hareket etmesine bağlıdır. Elektronlar belirli enerji seviyelerinde hareket edebilmektedir. Elektronların belirli bir enerji seviyelerinde olabilmeleri için belirli bir enerjiye sahip olması gerekmektedir. Her enerji seviyesinin kendine özgü bir elektron alabilme yeteneği bulunmaktadır. Dolu ve boş bantlar birbirine bitişik olması ile elektriksel iletkenlik sağlanabilmektedir. Eğer bir maddedeki enerji bantlarından bir tanesi elektronlar ile tamamen dolu ise ve kendisinden sonra gelen elektron olmayan enerji bandı ile arasındaki enerji farkı büyük ise madde elektriği iletememektedir.



Şekil 1.38. Enerji band diyagramları a) Yalıtkan, b) Yarı iletken ve c) İletken (Gevv, 2010)

Valans bandındaki bir elektron farklı etkiler ile bulunduğu enerji bandından koparılıp serbest hale gelirse, elektronun o anda bulunduğu banda "iletim bandı" denilmektedir. İletim bandı ile valans bant arasındaki "yasak band" aralığında elektronların alabileceği bir enerji seviyesine sahip değildir (Gevv, 2010).

Yasak band bölgesinin genişliği malzemelere göre farklılık gösterebilmektedir (Şekil 1.38). Yasak band, dolu olan valans bandını boş olan iletim bandından ayırmaktadır. Bu yapıda dışardan uygulanacak bir etki ile sağlanacak enerji, elektronları dolu valans bandından boş iletim bandına geçirmeye yetmemektedir. Elektronlar dışardan uygulanan bir etkiyle gereksinim duyduğu enerjiyi kazanamayacağı için iletim mümkün olmamaktadır.

Mutlak sıfırda veya 0°K'de, yarı iletkenlerin bütün serbest elektronları valans bandında bulunmaktadır. Fakat oda sıcaklığında (25°C=300°K), birçok sayıda elektronun iletim bandına geçmek için gerekli enerjiyi aldıkları görülebilmektedir. İletken malzemelerde iletim bandı ile valans bandı iç içe olmasıyla birlikte her ikisi arasında yasak band aralığı bulunmamaktadır. Diğer bir ifade ile valans banındaki elektronlar dışarıdan uygulanacak küçük bir etki ile daha yüksek enerji seviyelerine çıkabilmektedir (Acar, 2008). İletkenlik ( $\sigma$ ), bazı formülleri aşağıda verilen Ohm yasası ile açıklanabilmektedir;

$$\mathbf{V} = \mathbf{I} \times \mathbf{R} \tag{1.3}$$

Denklem 1.3'te verilen, V potansiyel farkı (volt, V), I elektriksel akımı (amper, A) ve R elektriksel direnci (ohm,  $\Omega$ ) ifade etmektedir (Bedeloğlu ve ark., 2010).

$$\mathbf{J} = \boldsymbol{\sigma} \times \boldsymbol{\varepsilon} \tag{1.4}$$

$$\mathbf{J} = \frac{\mathbf{I}}{\mathbf{A}} \tag{1.5}$$

Denklem 1.4'te J akım yoğunluğu (A/cm<sup>2</sup>),  $\sigma$  iletkenlik (1/ $\Omega$  cm) ve  $\varepsilon$  elektrik alan kuvvetini (V/cm) belirtmektedir. İletkenlik, elektriksel direncin tersidir ve SI birim sisteminde metredeki siemens (S/m) olarak da ifade edilmektedir. Şekil 1.39'da Bir devre üzerinde Ohm yasası şematize edilmiştir.



Şekil 1.39. Ohm yasasının bir devre üzerinde şematik gösterimi

Bir elektrik devresinde iki nokta arasındaki iletken üzerinden geçen akım, voltaj düşümü ile doğru; iki nokta arasındaki dirençle ters orantılıdır. İletkenlik, malzeme içerisinde taşınan elektronların miktarına ve onların hareketliliğine bağlıdır. İletkenlik sağlanması için elektronların akışına ihtiyaç duyulmaktadır. Yalıtkan malzemeler birbirine sıkıca bağlanmış elektronları olduğunda elektronların akışı olmayacak kadar zorlaşmaktadır. Metallerde, dışta bulunan elektronlar yükleri taşıyabilmektedir. Yarı iletkenler ise normal koşullarda elektriği iletmeyen ancak dışarıdan uygulanan bir etki ile iletken duruma geçebilen malzemelerdir. Dışarıdan uygulanan etki sonlandığında, malzemeler tekrar yalıtkan duruma geçebilmektedir (Bedeloğlu ve ark., 2010). Şekil 1.40'da verilen diyagramda farklı maddelerin iletkenlik değerleri gösterilmektedir.



Şekil 1.40. Farklı maddelerin oda sıcaklığındaki iletkenlikleri (MacDiarmid, 2001'den değiştirilerek)

Tekstil malzemelerinde iletkenlik ölçümünde farklı cihazlar ile farklı teknikler uygulanabilmektedir. Bu yöntemlerden en çok kullanılanları iki nokta tekniği, dört nokta tekniği ve değişken kutuplama yöntemleridir.

### 1.5.3.2. İletkenlik ölçüm teknikleri

Tekstil malzemelerinde iletkenlik ölçümü oldukça zor bir uygulama olmakla birlikte genelde iki nokta, dört nokta ve değişken kutuplama yöntemleri kullanılmaktadır. Tekstil malzemeleri yüksek direnç değerlerine sahip olduğundan prob veya elektrotların malzeme ile iyi temas etmesi gerekmektedir. Temas tam olarak sağlanamadığı durumlarda ölçülen iletkenlik değeri daha da düşmekte ve ölçümlerde hataya neden olmaktadır. Bu sebeple elektrotların tekstil malzemesine iyi temas etmesi gerekmektedir. Bu yöntemlerde çok hassas elektrometreler kullanılmaktadır. Elektrometrelerde sabit gerilim ve sabit akım kaynakları bulunmakla birlikte çok hassas ampermetre ve voltmerelere sahiptir. Ancak ölçümlerde daha önemli olan iki husus vardır ki bunlar sabit akım ve sabit gerilim yöntemleridir (Dolaştır, 2009).

Sabit akım yöntemi; Ölçümlerde sabit akım kaynağı ve voltmetresi bulunan elektrometreler kullanılmaktadır. Tekstil malzemesine önceden belirlenmiş olan bir akım değeri geçirilmektedir. Aynı anda cihazdan gerilim okunması yapılmaktadır. Bu yöntem basit gibi görünse de yalıtkan malzemelere uygulanmasında zorluklar vardır. Burada yüksek dirençli yalıtkan malzemelerden sabit bir akım geçirilebilmesi için çok yüksek gerilimleri ihtiyaç duymaktadır. Bu kısımda ihtiyaç duyulan gerilim verilse dahi malzeme yapısından kaynaklı olarak ölçüm sırasında gerilim ihtiyacı yükselmektedir. Bu yöntem bu sebeple yüksek dirençli malzemelerin iletkenliğini ölçmede yeterli değildir (Dolaştır, 2009).

Sabit gerilim yöntemi; Bu yöntemde sabit akım yöntemine benzemekle beraber elektrometrede sabit gerilim kaynağı ve hassas piko ampermetre vardır. Bu yöntemde elektrometre malzemenin direnç veya özdirencini kendi içerisinde otomatik olarak hesaplamaktadır. Bulunan sonuç direk olarak direnç değeri değildir, direncin bir alt parametresi olan özdirençtir. Bu sebeple yüzeysel ve hacimsel özdirenç olarak iki değer karşımıza çıkmaktadır. Yüzeysel özdirençte numune yüzeyine eksenel yönde direnç ölçümü yapılırken hacimsel özdirençte numune kalınlığına bağlı olarak derinlemesine ölçüm yapılmaktadır. Yüzeysel özdirenç ohm, hacimsel özdirençte ise ohm/cm veya ohm/m birimleri kullanılmaktadır. Bu yöntemde yüksek dirence sahip yalıtkan tekstil malzemelerinin ölçümünde sağlıklı sonuçlar vermemekle birlikte testlerde özel tasarlanmış ölçüm hücresine ihtiyaç duyulmaktadır (Dolaştır, 2009).

### <u>İki nokta tekniği ile iletkenlik ölçümü</u>

İki nokta (iki prob, two probe) tekniğinde örneğin ve elektrotların boyutları önemlidir (Yılmaz, 2007; Adamhasan, 2008; Bedeloğlu ve ark., 2010). Örneğin direnci ve iletkenliği Denklem 1.6 ve Denklem 1.7'ye göre hesaplanabilmektedir;

$$\mathbf{R}_{\mathbf{S}} = \mathbf{\rho} \times \frac{l}{\mathbf{A}} \tag{1.6}$$

$$\sigma = \frac{1}{\rho} \tag{1.7}$$

Denklem 1.6'da  $\rho$  ohm/cm cinsinden örneğin özdirencini, A numune kalınlığını (cm), *l* örnek üzerine sabitleştirilen iki elektrot arasındaki uzaklığı (cm) ve Denklem 1.7'de  $\sigma$  ise S/cm cinsinden iletkenliği göstermektedir.

# Dört nokta tekniği ile iletkenlik ölçümü

Tekstil malzemelerinde dört nokta (dört prob, four probe) tekniği iletkenlik veya direnç ölçümlerinde en çok kullanılan yöntemlerdendir (Şekil 1.41). Bu yöntemde birbirinden eşit uzaklıkta yer alan dört prob malzeme üzerine temas ettirilmektedir. Cihazdan doğru akım veya alternatif akım uygulanacağı belirlenmektedir. Cihazda uygulanan akım ile malzeme direncine bağlı olarak gerilim düşmektedir. Dış taraftaki iki prob akım gönderirken iç taraftaki iki prob malzeme yüzeyinde meydana gelen gerilim düşüşlerini okumaktadır.



Şekil 1.41. Dört nokta tekniğine göre ile iletkenlik ölçümü (Ummartyotin ve ark., 2011)

Şekil 1.41'de  $\sigma$  kumaşın iletkenliği, *S* problar arasındaki uzaklık, *W* örneğin yüksekliğini, *D* örneğin genişliğini, *I* dış problar boyunca geçirilen akım, *V* iç problar boyunca meydana gelen voltaj düşüşünü ifade etmektedir. Bu verilenlere göre kumaşın iletkenliği aşağıda verilen Denklem 1.8'e göre hesaplanmaktadır.

$$\sigma(S/cm) = \frac{S}{D \times W} \times \frac{I}{V}$$
(1.8)

# Değişken kutuplama yöntemi ile yüzeysel ve hacimsel iletkenlik ölçümü

İletkenli ölçümleri yapılırken yüksek dirençli olan malzemelerde istenmeyen arka palan akımları olabilmektedir. Arka plan akımları malzemedeki statik elektrik şarjı veya piezoelektrik etkiler ile meydana gelebilmektedir. Bu akımlar uygulanan gerilimin meydana getirdiği akımlardan daha büyük veya eşit olabilmektedir. Eğer uygulanan gerilim ile akım aynı doğrultuda ise gerçek akım değerinden daha büyük bir sonuç elde edilecektir. Eğer ters yönde ise gerçek akım değerinden daha küçük sonuçlar elde edilmektedir. Tüm bunlar malzemenin özdirencinin yanlış ölçülmesine neden olabilmektedir. Bu problemleri yok etmek için değişken kutuplama yöntemi kullanılmaktadır (Dolaştır, 2009).

Bu yöntemde gerilim uygulandıktan sonra akım belirli bir süre sonra ölçülmektedir. Uygulanan gerilimin polaritesi ters çevrilir ve tekrar uygulanır, ardından akım ölçülmektedir. Bu şekilde ters çevirme işlemi tekrar uygulanmaktadır. En son ölçülen akımların ortalama değeri hesaplanarak direnç değeri bulunabilmektedir. Ölçüm öncesinde uygulanacak gerilim, gerilimi uygulama süresi ve yapılacak test sayısı programa girilmektedir. Bu değeler programda hesaplanarak direnç değerleri kaydedilmektedir. Test yapılacak numuneye gerilim uygulandıktan sonra cihazdan kaynaklı arka plan akımlarının ölçülmemesi için bir süre beklenmektedir. Bu süre standartta 15 saniyedir. Ölçüm sayısının çok olması doğru sonuçlara ulaşmakta önemlidir.

Değişken kutuplama tekniğinde, test programı içerisinde örneğe uygulanan gerilimi, belirlenen süre boyunca ve tanımlanmış test sayısı kadar değişken polaritelerde uygulamaktadır. Ölçüm işleminin bitiminde bu değerleri kullanarak direnci hesaplanmaktadır. Elektrometre istendiğinde, üzerinde bulunan problar ile ortamın sıcaklığını ve nemini ölçerek zamanın fonksiyonu olarak kaydedilebilmektedir (Dolaştır, 2009). Örnek bir test hücresi ve elektrometre Şekil 1.42'da verilmiştir.



Şekil 1.42. Değişken kutuplama yöntemi ile yüzeysel ve hacimsel iletkenlik ölçümü

Elde edilen veriler malzemenin direnç ölçüm sonuçlarıdır. Malzemenin yüzeysel ve hacimsel iletkenliği,  $\sigma = 1 / R$  denklemine göre basit bir şekilde S/cm birimine çevrilebilmektedir. Bu ölçüm tekniğinde malzemenin yüzey öz direnci TS EN 1149-1 ve dikey (hacimsel) direnci ise TS EN 1149-2 standartlarına göre yapılabilmektedir (TSE, 2000; TSE, 2006).



# 2. ÖNCEKİ ÇALIŞMALAR

Bu tez çalışmasında grafitten modifiye Hummers metodu (Yazıcı ve ark., 2016) ile GO (grafen oksit) elde edilmiş, hidrazin hidrat ile kimyasal indirgeme yöntemi (Tiyek ve ark., 2016a) kullanılarak RGO (indirgenmiş grafen oksit) elde edilmiştir. Elde edilen RGO, polimer ile karıştırılarak elektro çekim cihazında spunbond yüzey üzerinde nanolif yüzeyler oluşturulmuş ve bu yüzeyler sıcak silindir ile sabitleme tekniği kullanılarak farklı katman sayılarında birleştirilmiştir. Elde edilen grafen katkılı kompozitlerin iletkenliği ölçülmüştür. Bu sebeple grafen sentezi, iletken kompozitler ve grafen katkılı kompozitler ile ilgili literatür araştırması yapılarak ayrı alt başlıklar altında açıklanmıştır.

## 2.1. Grafen Sentezi ile İlgili Çalışmalar

Grafen sentezinde özellikle laboratuvar çalışmalarına uygun olması yönünden kimyasal yöntem en uygun yöntem olarak öne çıkmaktadır. Kimyasal yöntem ile sentezde öncelikle oksidasyon işlemi ile grafitin karbon atomları arasında yeni bağlar oluşturularak karbon tabakalarının birbirinden uzaklaştırılması sağlanmaktadır. Ardından yapılan indirgeme işlemi ile birbirinden uzaklaşmış karbon tabakalarının arasındaki bağlar bozundurularak tek veya birkaç katmanlı karbon tabakaları elde edilmektedir. Elde edilen yapıya grafen denilmektedir. Bu yöntem farklı araştırmacılar tarafından araştırılmış ve hem oksidasyon hemde indirgeme işlemlerinde yeni yöntemler keşfedilmiştir.

Grafitin oksidasyonunda temelde, Brodie (Brodie, 1859), Staudenmaier (Staudenmaier, 1898), Hofmann ve König (Hofmann ve König, 1937), Hofmann ve Holst (Hofmann and Holst, 1939) ve Hummers ve Offeman (Hummers ve Offeman, 1958) gibi yöntemler kullanılmaktadır. Bu yöntemler zamanla eksikliklerinin giderilmesi için modifiye edilmiştir. Burada yöntem olarak en çok modifiye edilen ve kullanılan ise Hummers'ın yöntemidir. Hummers yöntemi kolay bir yöntem olmakla birlikte diğerlerine göre daha az zehirli gaz açığa çıkardığından daha çevrecidir (Yazıcı ve ark., 2016).

Brodie yönteminde HNO<sub>3</sub> ve NaClO<sub>3</sub>, Staudenmaier'in yönteminde H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, HNO<sub>3</sub>, KClO<sub>3</sub>, HCl, Hofmann ve König'in yönteminde H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, HNO<sub>3</sub>, KClO<sub>3</sub>, HCl, Hummers ve Offemann yönteminde ise NaNO<sub>3</sub>, H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, KMnO<sub>4</sub> ve H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> gibi kimyasallar kullanılmaktadır (Wong ve ark., 2014). GO'nun farklı yöntemlerle üretilmesi ile farklı oksidasyon ve C/O oranları elde edilmiştir. Ayrıca elde edilen GO'nun bağ yapılarının belirlenmesinde bu yöntemler etkilidir. Chen ve ark. (2009) pH'ın grafen oksit üzerindeki etkisini incelenmişlerdir. Grafitin asidik ortamda oksitlenmesi ve ortamdan metal iyonlarını uzaklaştırmak amaçlı kullanılan %5'lik hidroklorik asitten dolayı grafit oksitin asitliğinin nötrleşmesinin gerektiği gözlenmiştir. Ultra saf su ile yıkanan süspansiyonun pH'ının artarak kolloid şekline dönüştüğü ve grafen oksitin zeta potansiyelinin daha yüksek olduğu ve bununla birlikte sentezlenen grafen oksitin stabilizasyonunun sağlanabileceği belirtilmiştir.

Grafit, oksitlendiğinde grafen oksit (GO) elde edilmektedir. Elde edilen GO indirgeme işlemine tabi tutulup indirgenmiş grafen oksit (RGO) üretilmektedir. İndirgeme yönteminde hidrazin, alkol, sodyumborhidrür, hidriodik asit ile asetikasit, sodyum/potasyum hidroksit, demir/alüminyum tozları, amonyak, hekzilamin, sülfür içeren bileşikler (NaHSO<sub>3</sub>, Na<sub>2</sub>SO<sub>3</sub>, Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>4</sub>, Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Na<sub>2</sub>S.9H<sub>2</sub>O, SOCl<sub>2</sub> ve SO<sub>2</sub>), üre ve C vitamini gibi kimyasallar kullanılmaktadır (Erikli, 2014). Bu yöntemler arasından en çok hidrazin ve sodyum bor hidrür kullanılmaktadır. Literatürde farklı miktarlarda hidrazin kullanılmıştır. Kullanılan hidrazinin miktarı bir yönüyle GO'nun indirgeme derecesini belirlemektedir.

Stankovich ve ark. (2007) 100 mg GO için 100 mL deiyonize su ve 1 mL hidrazin kullanmışlardır. Kullanılan hidrazinin RGO'nun karakteristik özelliklerini değiştirdiğini belirtmişlerdir. Elde edilen RGO'nun elektrik uygulamalarda kullanılabileceğini rapor etmişlerdir.

Kumar ve Kaur (2015) yaptıkları çalışmada, 100 mg GO için 100 mL deiyonize su ve 1 mL hidrazin kullanmıştır. Yaptıkları çalışmada  $1.9 \times 10^{-2}$  S/cm seviyesine kadar iletken RGO üretmişlerdir.

Cao ve Zhang (2015) çalışmalarında, 400 mg GO ile 400 mL deiyonize su içerisinde hidrazin hidrat eklediklerini ve GO, hidrazin hidrat oranını 7:10'da tuttuklarını belirtmişlerdir. Başarılı bir şekilde RGO elde ettiklerini, CVD yöntemine kıyasla daha az maliyetli olduğunu ve kompozit, enerji depolama aygıtlarında kullanılabileceğini rapor etmişlerdir.

Krane (2011) grafen sentezleme yöntemlerinin verimliliğini araştırmıştır. Eksfoliyasyon metodunun, özellikle laboratuvar araştırmalarında kullanılan yüksek kalite ve saflıkta grafen sentezi için en uygun metot olduğunu ve bu metot ile elde edilen grafen tabakalarının boyutları bakımından endüstriyel üretim için uygun olmadığı, kimyasal buhar biriktirme yönteminin endüstriyel üretim için uygun olduğu belirtilmiştir. Grafen oksitten grafen elde etmek için literatürde farklı yöntemler bulunmaktadır. Bu tezde hidrazin ile indirgeme yöntemi kullanılmıştır. Hidrazin ile indirgeme işlem kolaylığı, ucuz olması ve tekrar edilebilirlik gibi avantajları bulunmaktadır.

# 2.2. İletken Kompozitler ile İlgili Çalışmalar

iletken kompozitlerin Polimer esaslı üretimi konusundaki calışmalar incelendiğinde, büyük bir kısmının dolgu bileşeni olarak yeni nesil karbon türevlerinden biri olan karbon nanotüplerin kullanıldığı görülmektedir (Jin ve ark., 2001; Valentini ve ark., 2003; Geng ve ark., 2011; Khattari ve ark., 2012). Grafen türevli malzemeler sahip oldukları mükemmel geometri ve yüksek yüzey alanlarından dolayı, kompozit malzeme içerisine çok küçük miktarlarda eklendiğinde dahi elektriksel iletkenliği önemli ölçüde arttırdığı söylenebilmektedir. Ayrıca mekanik dayanımları çelikten 15-20 kat fazla ve çelikten 5 kat daha hafif olan karbon nanotüpler, kullanıldıkları kompozit malzemelerin mekanik özelliklerini de ivileştirmektedir. Bunun yanı sıra bu tür malzemelerin yüksek ısıl dayanımları sayesinde kompozit malzemelerin termal ve ısıl dayanımlarını arttırdığı söylenebilmektedir. Ancak grafen türevli malzemelerin büyük çapta üretiminin olmaması, maliyetinin yüksek olması gibi dezavantajlarıyla endüstriyel bir malzeme olarak kullanılması şu an için mümkün değildir (Akın, 2013; Tiyek ve ark., 2016a).

Hsu ve ark. (1993) iletken polianilini, N-metil-2-pirolidon (NMP) çözücüsü içerisinde çözüp, yaş çekim yöntemiyle 157,8 S/cm iletkenlik değerinde polianilin liflerini üretmişlerdir.

Cvetkovska ve ark. (1996) polipirol ve PAN kullanılarak karma kompozit ürettiklerini belirtmişlerdir. Yapılan çalışmada su veya eter içerisinde hazırlanmış FeCI<sub>3</sub> karışımına PAN lifleri daldırılmıştır. Bu karışım vakumlu bir ortamda pirol buharı ile işlem görmüştür. Yapılan çalışmada elde edilen kompzit, referans PAN ile mukayese edilerek yapılan işlemlerin etkisi yorumlanmıştır.

Thongruang ve ark. (2002) yaptıkları çalışmada polietilen ile karbon elyaf, karbon siyahı ve grafit dolgularını mekanik karıştırma ile karıştırmışlar ve sonrasında karışımı sıcak pres yardımıyla presleyerek kompozit filmleri elde etmişlerdir. Yapılan iletkenlik ölçümleri ile 10<sup>1</sup> seviyesinde iletkenliğe ulaşılması için ayrı ayrı %20 karbon elyaf, %35 karbon siyahı ve %60 grafit kullanıldığı açıklanmıştır. Grafitin perkolasyon değerinin bu

kadar yüksek olmasının sebebinin polimer matris içerisinde kötü dağılımı ve dağılım oranının düşük olduğu rapor edilmiştir.

Kim ve ark. (2003) çalışmalarında, polipirol/poliamid 6 kompozitlerini kimyasal ve elektrokimyasal polimerizasyon yöntemleri ile üretmişlerdir. Üretilen kompozit malzemelerin iletkenlik ve EMKE testlerini yapmışlardır. Kimyasal polimerizasyon yöntemi ile elde edilen kompozitlerin elektrokimyasal yönteme göre daha iletken olduklarını rapor etmişlerdir.

Lin ve Lou (2003) yaptıkları çalışmada rotor tipi bir eğirme ünitesi kullanılarak sargılı iplik yapmışlardır. Sargılı iplik yapısı paslanmaz çelik filament, polipropilen dokusuz yüzey şeritleri ve kuvvetlendirici bir filamentten oluşturulmuştur. Oluşturulan iplikler dokunmuş ve dokuma yüzeyler 170 °C sıcaklıkta 60, 90, 120 ve 150 saniye süre ile işlem görmüştür. Polipropilen eriyerek kumaş, lamine esnek yüzeyler haline getirilmiştir. Isı ile PP eritilerek elde dilen kompozit yüzeylerin 1000-100.000 ohm/m<sup>2</sup> arasında lamine numunelerin ise 103-105 ohm/m<sup>2</sup> elektrik direnci olduğu belirlenmiştir.

Hirase ve ark. (2003) yaptıkları çalışmada elektrokimyasal polimerizasyon yöntemi ile ürettikleri PAN'ı, PET lifleri üzerine kaplamışlardır. Üretilen PAN/PET iletken liflerinde PAN miktarının ağırlıkça artışında PAN/PET kompozitinin iletkenliğinin arttığını rapor etmişlerdir.

Geetha ve ark. (2005) çalışmalarında farklı dopant molekülleri kullanarak elde ettikleri polianilini cam yünü kumaşların üzerine kaplamışlardır. Kullanılan dopant molekülüne göre iletkenlik ve direnç ilişkileri incelenmiştir. Elde ettikleri kaplı kumaşların iletkenliğinin oldukça yüksek olduğunu belirtmişlerdir.

Aydın (2007) farklı türde oksadantlar kullanarak polipirol/PET kompozit lifleri üretmiştir. Üretilen kompozitin, polipirolün miktarı ve kompozit liflerin yüzey direnci üzerine yükseltgen türü, asit türü, sıcaklık, polimerizasyon zamanı, şişirme süresi, monomer, yükseltgen ve asit derişimi gibi polimerizasyon koşullarının etkisi araştırılmıştır.

Lisunova ve ark. (2007) çok duvarlı karbon nanotüpler ile ultra yüksek molekül ağırlıklı polietilen matrisli kompozitler hazırlamışlar ve çok düşük miktarda karbon nanotüp kullanarak iletkenliği 10<sup>-3</sup> S/cm seviyelerine kadar çıkarmışlardır.

Zhang ve ark. (2008) hazırladıkları poli(etilen tereftalat) ve genleştirilmiş grafit kompozitlerinin özelliklerini inceledikleri çalışmada, genleştirilmiş grafitin perkolasyon değerini hacimce %2 olarak bulmuşlardır ve hacimce %8 genleştirilmiş grafit kullanarak hazırladıkları kompozitin iletkenlik değerini 10<sup>-3</sup> S/cm olarak ölçmüşlerdir.

Kaynak ve Hakansson (2009) çalışmalarında poliamid/likra kumaşları p-toluen sülfonik asit (pTSA) kullanılarak sentezlediği polipirol ile kaplamışlardır. Elde edilen yüzeylerin EMKE ve iletkenlik testlerini yaptıkları çalışmalarında, pTSA katkısı ile iletkenliğin arttığını rapor etmişlerdir.

Shang ve ark. (2010) yaptıkları çalışmada buhar fazında ürettiği iletken polipirolü, PET kumaşları üzerine kaplamışlardır. Kaplı kumaşların yüzey özdirenç ölçümü yapılmıştır. Direnç ve iletkenlik değerinin konsantrasyon, oksidant, reaksiyon süresi ve ısısı gibi polimerizasyon koşullarına bağlı olarak değiştiğini rapor etmişlerdir.

### 2.3. Grafen Katkılı Kompozitler ile İlgili Çalışmalar

Du ve ark. (2003) ise koagülasyon metodu ile tek duvarlı karbon nanotüp dolgulu poli(metil metakrilat) kompozitlerini hazırlamıştır. Hazırlanan karışım içerisine karbon nanotüp ağırlıkça % 0,1-7 oranlarında eklenmiştir. Ağırlıkça % 2 karbon nanotüp eklenmesiyle elektriksel iletkenliğin 10<sup>-5</sup> S/cm düzeyine ulaştığı belirlenmiştir. Bu çalışmada perkolasyon değerinin bu kadar düşük olmasının sebebi olarak nanotüplerin dağılım oranının çok iyi olması ve polimer matris içerisindeki homojen dağılımı olduğu belirtilmiştir.

Lisunova ve ark. (2007) çok duvarlı karbon nanotüpler ile ultra yüksek molekül ağırlıklı polietilen matrisli kompozitler hazırlamışlar ve çok düşük miktarda karbon nanotüp kullanarak iletkenliği 10<sup>-3</sup> S/cm seviyelerine kadar çıkarmışlardır.

Hong ve ark. (2008) tarafından farklı uygulamalarda kullanılan yüksek esnekliğe sahip, transparan, iletken polimer olan PEDOT:PSS ile grafen kompoziti yerinde polimerizasyon ile hazırlanmış ve mükemmel transparanlık, iletkenlik ve daha iyi esneklik gösterdiğini belirtmişlerdir. PEDOT:PSS/Grafen kompozit filmi ile kaplanmış PMMA'nın, PEDOT:PSS/Grafen ile kaplanmış kuvarsa göre daha yüksek iletkenliğe sahip olduğunu ve termal olarak daha stabil olduğunu ifade etmişlerdir.

Liu ve ark. (2008) DMF çözücü ortamında PS/grafen kompoziti hazırlamışlardır. Hazırlanan kompozit yüksek hacimli metanol üzerine DMF damlatılarak koagüle edilmiştir. Daha sonra polistirenin hacminin %2,4'ü oranında grafen çözeltisi eklenerek polistirenin yüzeyinin tamamının kaplandığını belirtmişlerdir. Ayrıca hazırlanan PS/grafen kompozitinin iletkenliği eklenen grafen oranıyla aynı oranda arttığını ifade etmişlerdir.

Ansari ve Giannelis (2009), yaptıkları çalışmada Polivinilidin Florür (PVDF)/fonksiyonelleştirilmiş grafen yapraklar (FGS) nanokompozitleri, sıkıştırma kalıplama yöntemiyle hazırlanmışlardır. Hazırlanan PVDF/FGS yapının kompozit matris içerisinde iyi dağılım gösterdiğini ve kompozit depolama modülünü, iletkenliğini ve alışılmadık bir direnç/sıcaklık değeri gösterdiğini ifade etmişlerdir.

Huang ve arkadaşları (2010), Ziegler-Natta polimerizasyonu ile polipropilen/grafen oksit (PP/GO) nanokompozitleri üretmişlerdir. GO yapısında bulunan -OH ve -COOH içeren yüzey fonksiyonel grupları vasıtasıyla polimere bağlandığını belirtmişlerdir. PP/GO kompozitlere ağrılıkça %4,9'luk oranda GO takviyesiyle iletkenliğin 0,3 S/m<sup>-1</sup> seviyesine ulaştığını bulmuşlardır.

Xu ve Gao (2010) in-situ polimerizasyon yöntemi ile bir takım kimyasal işlem uygulayarak PA6 polimerine farklı miktarlarda GO eklemiştir. Bu çalışma ile saf nylon-6 polimerinin 56 MPa olan gerilme direnci, ağırlıkça %0,01 oranında grafen oksitin eklenmesiyle 84 MPa ve %0,1 oranında eklenmesiyle 123 MPa'ya kadar yükseltmiştir. Geliştirilen kompozitin XPS, FTIR, TGA ve AFM ile analizleri yapılmıştır.

Zhang ve ark. (2010) eriyik birleştirme yöntemi ile PET/grafen nanokompoziti hazırlamışlardır. Kompozitteki grafen oranı arttıkça PET/grafen nanokompozitinin iletkenliğinin hızla arttığını gözlemişlerdir. Üretilen nanokompozitin elektriksel iletkenliği % 3'lük grafen eklenmesiyle 2,11 S/m seviyesine çıktığını rapor etmişlerdir.

Vadukumpully ve arkadaşları (2011), esnek ve iletken grafen/poli(vinil klorür) kompozit malzemeler üretmiş mekanik, termal ve iletkenlik özelliklerini incelemişlerdir. Kompozit malzemeye %2'lik bir grafen eklenmesiyle Young's modülünde % 58'lik ve gerilme mukavemetinde % 130'luk bir artış gözlemlenmiştir. Maksimum elektrik iletkenliği %6,47'lik grafen eklenmesiyle 0,058 S/cm değerine ulaşılmıştır.

Potts ve ark. (2011) PMMA ve kimyasal olarak modifiye edilmiş grafen dolgu malzemelerinin morfolojik ve termomekanik özelliklerini araştırmışlardır. İn situ polimerizasyon ile elde edilen %0,05'lik gibi çok düşük oranlarda grafen oksit ve indirgenmiş grafen oksit dolgu malzemeleri ile yüklenmiş kompozitlerin camsı geçiş

sıcaklıklarda özellikleri gözlemlenmiştir. Oluşturulan kompozitlerin Young's modülü %1'lik yükleme ile %28 arttığı görülmüştür.

Zhang (2011) grafenin yüksek elektrik, kuantum Hall etkisi, ısı iletkenlikleri, elektron iletimi ve yüksek mukavemet özellikleri ile saf selülozdan oluşan pamuk nano kompozit oluşturmak için incelemelerde bulunmuştur. Pirolitik karbon ile kaplanan pamuklu kumaşların lityum iyon pilleri başta olmak üzere enerji depolamada, giyilebilir uygulamalarda, elektronik sektöründe ve su üretim işleme alanlarında uygulanabileceğini rapor etmiştir.

Upadhyay ve ark. (2012) Hummers metodu ile elde ettiği grafen oksiti, PMMA ile karıştırarak elektro çekim sistemi ile nanolif yüzey elde etmişlerdir. Elde edilen nanolif yüzey PMMA yüzeyleri ile vakumlama yapılarak sandviç yapı oluşturulmuştur. PMMA/GO yüzeylerin yapısı SEM ve TEM ile incelenmiş, sandviç yapının elektrik iletkenliği ölçülmüştür.

Das ve ark. (2013) polivinilpirolidin de sabitlenmiş grafen ve PVA karışımı hazırlayarak elektro çekim ile saf grafen/polivinilalkol nano lifi oluşturmuşlardır. Mikroskobik incelemede grafen, elde edilen nanolif içerisinde çok iyi dağılım göstermiş ve üniform bir lif yüzeyi tespit etmişlerdir. Elde edilen nanolifin iletken teller, elektrot, biyomedikal, akıllı tekstiller ve benzer uygulama alanlarında kullanılabileceği rapor edilmiştir.

Menchaca-Compos ve arkadaşları (2013), grafen içeren PA-6.6 karışımından elektro çekim sistemiyle PA-6.6/fonksiyonel grafen oksit nanolif yüzey üretmiş ve karbonizasyon işlemini gerçekleştirmişlerdir. En iyi kapasidans değerini % 2'lik FGO eklemesiyle elde etmişlerdir.

Shateri-Khalilabad ve Yazdanshenas (2013) grafen kaplı pamuklu tekstillerin elektrik iletkenliğinin arttırılması için parametreler üzerinde incelemeler yapmışlardır. Öncelikle Hummers metodu ile grafitten GO elde edilmiştir. Pamuklu kumaşa, daldırma ve kurutma yöntemi ile GO yüklenmiştir. GO kaplı kumaşlar indirgen madde ile çözücü içerisinde muamele edilerek indirgenmesi sağlanmıştır. İndirgen madde (NaBH4, N<sub>2</sub>H4, C<sub>6</sub>H<sub>8</sub>O<sub>6</sub>, Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>4</sub> ve NaOH), konsantrasyon, indirgenme süresi, iletkenlik üzerine denemeler yapılmıştır. İndirgen maddenin türüne bağlı olarak pamuklu kumaşların direnç değerleri  $10^3$  ile  $10^6$  k $\Omega$  arasında değişmektedir. Çalışmanın sonucunda mekanik ve iletkenlik konularında en iyi sonucu Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>4</sub> ile hazırlanan kumaş olduğu belirtilmiştir. Das ve Prusty (2016) yaptıkları derleme makalede grafen bazlı polimer kompozitlerin elektronik cihazlar, enerji depolama, sensörler, elektrostatik boşalım (ESD), elektromanyetik girişim (EMI) ve biyomedikal uygulamaları gibi farklı alanlarda kullanım alanı bulduklarını belirtmişlerdir. Aynı zamanda polianilin, PEDOT, epoksi, poliüretan, polivinil alkol, polistiren, polietilen tereftalat, polikarbonat, Polivinildin Florür, Nafion, PCL, PLA, PMMA, PDA ve PPS gibi farklı polimerlerin grafen ile kullanıldıklarını belirtmişlerdir. Grafenin düşük miktarda dahi polimer ile kullanıldığında iletkenliği ciddi şekilde artırdığını rapor etmişlerdir.



# **3. MATERYAL VE METOD**

## 3.1. Materyal

## 3.1.1. Kimyevi malzemeler

GO sentezi için gerekli malzemelerden grafit tozu (<20  $\mu$ m), hidrojen peroksit (H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>, %30) ve sülfürik asit (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, %96,4) Sigma Aldrich (Taufkirchen, Almanya) firmasından, sodyum nitrat (NaNO<sub>3</sub>), potasyum permanganat (KMnO<sub>4</sub>) ise Merck firmasından (Ontario, Kanada) temin edilmiştir. RGO sentezi için gerekli kimyasallardan etanol Sigma Aldrich firmasından, hidrazin hidrat (H<sub>6</sub>N<sub>2</sub>O, %80) ise Merck firmasından temin edilmiştir.

Elektro çekim karışımlarının hazırlanmasında polimer olarak kullanılan %10 vinil asetat içeren poliakrilonitril [P(AN-VAc)] lifleri, Aksa Akrilik Kimya San. A.Ş. (Kocaeli, Türkiye)'den, çözücü olarak kullanılan dimetilformamid (DMF, C<sub>3</sub>H<sub>7</sub>NO) ise Sigma Aldrich firmasından temin edilmiştir.

Elektro çekim cihazında taban malzemesi olarak çalışılan polipropilen esaslı ve kalandır işlemi görmüş 70 ve 12 g/m<sup>2</sup> gramajlarına sahip 48 cm eninde beyaz spunbond dokusuz yüzeyler ise Teknomelt Teknik Mensucat San. ve Tic. A.Ş. (Kahramanmaraş, Türkiye)'den temin edilmiştir.

# 3.1.2. Kullanılan cihazlar ve makineler

GO, RGO ve P(AN-VAc)/RGO üretiminde kullanılan ultrasonik banyo (Şekil 3.1a), ısı kontollü manyetik karıştırıcı (Şekil 3.1b), etüv (Şekil 3.1c), analitik terazi (Şekil 3.1d) ve pH metre (Şekil 3.1e) aşağıda verilmiştir.



Şekil 3.1. Üretimde kullanılan cihazlar; a) Ultrasonik banyo, b) Isı kontrollü manyetik karıştırıcı, c) Etüv, d) Analitik terazi, e) pH metre

**Ultrasonik banyo;** Ultrasonik banyo içerisindeki malzemeyi oluşturduğu ses dalgaları ile parçalayıp homojen karışım sağlayabilmektedir. Projede kullanılan ISOLAB marka homojenizatörün ses gücü 180 W, 40 kHz frekansında ve 300W ısıtma gücündedir. Ayrıca 6 L hacminde ve 5-80 °C sıcaklık aralığında çalışabilmektedir.

Isi kontrollü manyetik karıştırıcı; Bu cihaz, sıvıların manyetik alan etkisi ile karıştırılmasını sağlamaktadır. Aynı zamanda dijital ekran üzerine yerleştirilen probun sıvı içerisine daldırılmasıyla, sıvıyı istenen sıcaklık değerinde tutabilmektedir. Kullanılan Laborgate marka ısı kontrollü manyetik karıştırıcı, 20-300 °C'ye kadar ısıtma, maksimum 15000 d/dk dönme hızı ve otomatik olarak 1-24 saat kapanma süresi ayarlanabilmektedir.

**Etüv;** Malzemeleri istenen sıcaklıkta ısıtma, kurutma ve pişirme işlemi için kullanılabilmektedir. İstenen süre ve sıcaklığa ayarlanan etüv, mikrop öldürme, malzemelerin dezenfekte edilmesinde vb. amaçlar içinde kullanılır. Bu projede kullanılan etüv, Memmert marka olup dijital ekrandan 300 °C'ye kadar ısıtma gücüne ayarlanabilmektedir.

Analitik terazi; Çok düşük miktarların bile çok hassas bir şekilde ağırlıklarının belirtilmesinde kullanılmaktadır. Örneğin kimyasal maddelerin tartımında, eczacılıkta ve kuyumculukta kullanılan teraziler hassas terazilerdir. Bu projede kullanılan Radwag marka AS 220.R2 model analitik terazi, otomatik kalibrasyon sistemi,  $\pm$  0,0002 g hassasiyet ve programlanabilir LCD ekran özelliklerine sahiptir.

**Masa tipi pH metre;** Sıvı veya çamurumsu malzemelerin pH değerini ölçen laboratuvar cihazına verilen isimdir. pH elektrodu, çözeltinin pH değerine göre voltaj veren bir pil gibi çalışır. pH ölçüm elektrodu hidrojen iyonuna hassas bir cam haznedir. İçindeki ve dışındaki bağıl hidrojen oranlarının değişimine göre farklı milivolt çıkışları vermektedir. Bu projede  $\pm 0,005$  pH ölçüm hassasiyetindeki WTW inoLab pH 7110 masa tipi pH metre kullanılmıştır.

**Elektro çekim cihazı;** Elektro çekim yöntemi polimer esaslı nanolif üretimi için en etkin yöntemlerden birisidir. Bu yöntem polimer kimyası, makine mühendisliği, akışkanlar dinamiği, elektrik fiziği ve temel fizik gibi bilim alanlarını içeren disiplinler arası bir yöntemdir (Güçlü, 2012). Elektro çekim elyaf çapının 10 nm'den birkaç yüz nanometreye kadar olduğu elyaf üretim sistemidir. Nano lif üretiminde temel olarak iğneli ve iğnesiz olmak üzere iki farklı elektro lif çekim yöntemi mevcuttur (Cengiz-Çallıoğlu, 2013). Elektro çekim yönteminde elyaf özellikleri, çalışma alanın düzgünlüğü, polimer viskozitesi, elektrik alanının kuvvetli olması ve iğne-toplayıcı arasındaki mesafeye bağlıdır. Bu projede Şekil 3.2'de resimleri verilen İnovenso marka NanoSpinner PilotLine model yarı endüstriyel çok iğneli elektro çekim cihazı kullanılmıştır.



Şekil 3.2. Yarı endüstriyel çok iğneli elektro çekim cihazı

Cihaz maksimum 5 set (her sette 6 iğne) ile çalışabilme kapasitesi, 10-40 bin voltaj aralığı, 80 x 65 cm boyutlarında taşıyıcı besleme (toplayıcı), programlanabilir dokunmatik ekran kontrolü ve sürekli taşıyıcı kumaş besleme sistemine sahiptir. Ayrıca 100-1000 mm/dk kumaş sarım hızı, 0,1-2.499 mL/h pompa besleme hızı, 80 mm kumaş sarım yönüne dik doğrultuda homojenizasyon hareket stroğu, 50-200 mm aralığında ayarlanabilir iğne-toplayıcı mesafesi özelliklerine sahiptir.

**Spunbond makinesi;** Dokusuz yüzeyler içerisinde en yaygın tekstil yüzeyi oluşturma yöntemlerinden biri olarak bilinen bu yöntemde lif oluşumu ile yüzey oluşumu aynı anda gerçekleşmektedir. Bu yöntemde polimer formundaki termoplastik elyaf cipsleri eritilmekte, düzelerden püskürtülerek soğuk hava ortamından geçmektedir. Lif yapısındaki moleküllerin düzgün yönlenmesi için bir miktar çekildikten sonra rastgele dağılımla gözenekli yapıdaki taşıyıcı band üzerine serilmektedir. Dokunun meydana gelmesini takiben uygulanan ısıl, mekanik ya da kimyasal yöntemlerle liflerin birbirine bağlanması gerçekleştirilerek dokusuz yüzey elde edilmektedir (Çinçik, 2010). Bu projede kullanılan spunbond üretim makinesi Teknomelt A.Ş.'de slot sistem teknolojisiyle üretilmektedir. Slot sistem teknolojisi sayesinde liflerin üretim aşamasında

kumaş yüzeyinde daha homojen dağılım oluşturması sağlanmaktadır. Spunbond üretim makinesi Şekil 3.3'te verilmiştir.



Şekil 3.3. Spunbond üretim makinesi

Silindirli kalandır makinesi; Dokusuz yüzeyleri içerisindeki kızgın buhar veya yağ ile eriterek yapıştıran ve birleştiren makinedir. Sıcak silindirlerle silindirler arasından geçen katlı yüzeyler yüksek sıcaklık ve basınç ile silindirler üzerindeki kabartma noktalarında erimektedir. Silindir üzerindeki kabartma noktaları farklı desenlerde olabilmektedir (Şekil 3.4). Spunbond üzerinde nanolif yüzeylerin üzerinde oluşturulduğu spunbond dokusuz yüzeylerin çok katlı olarak birleştirilmesi için Teknomelt A.Ş.'de bulunan Şekil 3.4'te verilen silindirli kalandır makinesi kullanılmıştır.



Şekil 3.4. Silindirli kalandır makinası ve ekipmanları; a) Silindirli kalandır makinası, b) Silindir yüzey tipleri, c) Silindir çeşitleri

# 3.2. Metot

Bu çalışmada gerçekleştirilen üretim ve tasarım işlemlerinin şematik gösterimi Şekil 3.5'de aşamalar halinde verilmiştir. Bu aşamalar ilerleyen bölümlerde ayrıntılı biçimde ayrı ayrı açıklanmıştır.



Şekil 3.5. Çok katlı nanolif yüzeylerin üretimi süreci

# 3.2.1. Grafen oksit sentezi

Grafitten, GO elde edilmesi için kimyasal yöntemlerden modifiye Hummers Metodu kullanılmıştır (Zhou ve ark., 2011; Dittrich ve ark., 2013; Chen ve ark., 2013; Yazıcı ve ark., 2016). Bu yöntem 5 aşamadan oluşmaktadır. Sentez aşamalarında çekilmiş resimler Şekil 3.6'da verilmiştir.



Şekil 3.6. GO sentezinden görüntüler; a) Grafit ve diğer kimyasalları ekleme, b-c) Potasyum permanganat ilavesi, d) Deiyonize su ilavesi, e) Hidrojen peroksit ilavesi, f) Filtreleme, g) GO

Birinci aşamada 5 g grafit tozu, 2,5 g sodyum nitrat (NaNO<sub>3</sub>) ve 115 mL sülfürik asit (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>) buz banyosunda yaklaşık 5°C'de 1 saat karıştırılmıştır. Bu karışıma 2. aşamada kuvvetli bir yükseltgeyici olan 15 g potasyum permanganat (KMnO<sub>4</sub>) yavaşça ilave edilerek 35 °C'yi geçmeyecek şekilde 2 saat karıştırılmıştır. Karışıma 3. aşamada 500 mL deiyonize su eklenerek 35 °C'de 1 saat karıştırına işlemine devam edilmiştir. 4. aşamada karışıma konsantrasyonu %30 olan 10 mL hidrojen peroksit (H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>) ilave edilmiş ve 2 saat daha karıştırılmıştır. Bu işlemlerin sonunda (5. aşama) karışım deiyonize su ile filtrelenerek süzüntünün pH:7 oluncaya kadar yıkanmıştır. Son olarak filtre kağıdı üzerinde kalan koyu kahverengi görünümlü yoğun çamur şeklindeki malzeme 50 °C'de etüvde 24 saat boyunca kurutularak toz halinde GO elde edilmiştir. Sentez aşamalarının sıcaklık ve süreye bağlı olarak gösterimi Şekil 3.7'de verilmiştir.



Şekil 3.7. GO sentez aşamalarında zamana bağlı sıcaklık grafiği

## 3.2.2. İndirgenmiş grafen oksit sentezi

İndirgeme işlemi için 3 g toz halindeki GO üzerine 900 mL deiyonize su eklenip 35 °C'de manyetik karıştırıcıda 24 saat karıştırıldıktan sonra ultrasonik banyoda 2 saat daha karıştırmaya devam edilmiştir. Elde edilen karışıma 90 mL hidrazin hidrat (H<sub>6</sub>N<sub>2</sub>O, %80) eklenerek 95 °C'de gece boyunca geri soğutma düzeneği altında ısıtıcılı manyetik karıştırıcı üzerine yerleştirilmiş yağ banyosunda karıştırılmıştır. Son olarak oda sıcaklığında soğumaya bırakılan karışım aseton ve deiyonize su ile yıkanmış ve filtrelenmiştir. Filtre kağıdı üzerinde kalan siyah görünümlü yoğun çamur şeklindeki malzeme etüvde 40 °C'de 24 saatte kurutulmuş ve toz halde RGO elde edilmiştir (Park ve ark., 2011, Konios ve ark., 2014; Shalaby ve ark., 2015; Tiyek ve ark., 2016a). RGO sentezi sırasında çekilen dijital resimler Şekil 3.8'te verilmiştir.



Şekil 3.8. RGO sentezinden görüntüler; a) Ultrasonik banyoda GO hazırlama, b) Hidrazin hidrat ilavesi, c) Karıştırma bittikten sonra, d) Etüvde RGO kurutma

## 3.2.3. Elektro çekim işlemleri

Bu çalışmada nihai amaç; en yüksek değerde iletkenlik elde edebilmek için P(AN-VAc) polimerine mümkün olan en yüksek oranda RGO katkısıyla nanolif yüzeylerin oluşturulmasıdır. Bu bağlamda farklı RGO katkı oranlarında P(AN-VAc) karışımları hazırlanarak İnovenso marka NanoSpinner PilotLine model yarı endüstriyel çok iğneli elektro çekim cihazında nanolif yüzeyler üretilmiştir. Üretim sürecinde çekilen dijital resimler Şekil 3.9'da verilmiştir.



Şekil 3.9. Elektro çekim çözeltisinin hazırlanması; a) P(AN-VAc), b) RGO ultrasonik banyoda, c) P(AN-VAc) üzerine RGO ilavesi, d) P(AN-VAc)/RGO karışımı

Elektro çekim karışımlarının hazırlanması için öncelikle P(AN-VAc) lifi, DMF çözücüsü içerisinde 80 °C'de ve 1 saat karıştırılarak çözünmüştür. Aynı zamanda ayrı bir beherde RGO da DMF içerisinde 35 °C'de 1 saat ultrasonik banyo yardımıyla dispers edilmiştir. Elde edilen RGO karışımı çok yavaş bir şekilde P(AN-VAc) çözeltisine bir büret yardımıyla damla damla aktarılmış ve 80 °C'de gece boyunca karıştırılmıştır. Elektro çekim işlemleri için hazırlanan P(AN-VAc)/RGO (PRGO) karışımlarının konsantrasyonları, RGO içerikleri ve miktarları Çizelge 3.1'de verilmiştir.

Numune	K	onsantrasyon	Elektro çekim parametreleri			
Kodu	Karışım (%)	RGO (Ağırlıkça, %)	Voltaj (kV)	Mesafe (cm)	Besleme hızı (mL/h)	
PRGO3	11	3	24	14	3,0	
PRGO9	11	9	24	20	1,3	
PRGO15	11	15	24	20	1,8	
PRGO21	11	21	24	20	1,7	
PRGO25	10	25	28	18	1,8	
PRGO30	10	30	26	20	1,7	

Çizelge 3.1. P(AN-VAc)/RGO karışımları ve elektro çekim parametreleri

Hazırlanan her bir karışımın Çizelge 3.1'de verilen optimum elektro çekim değerinin belirlenmesi için yapılan ön denemelerde elektro çekim cihazında 2 düze (iğne) kullanılarak güç, besleme, düze-toplayıcı mesafesi gibi parametreler sürekli değiştirilerek Taylor konisinin oluşumu, lif/yüzey oluşumu ve besleme akışı gözlemlenmiştir. Her bir numune için optimum parametrelerle toplayıcıya yerleştirilen alüminyum folyo üzerinde elde edilen nanolif yüzeylerin görünümü Şekil 3.10'de verilmiştir.



Şekil 3.10. Ön denemelerde üretilen nanolif yüzeyler

Denemeler sonucunda elektro çekim işleminde çalışılabilecek en yüksek RGO katkı oranına sahip en uygun numunenin PRGO25 olduğu bulunmuştur. Çünkü %30 RGO katkılı karışımın elektro çekim işlemleri sırasında düze ucunda çözelti pıhtılaşması, düzgün olmayan lif oluşumu ve elektro çekimde aksaklıklar (tıkanma, Taylor konisinin oluşmaması vb.) gözlemlenmiştir.

Elektro çekim, spunbond yüzeyler üzerine tek set (6 düze) kullanılarak 5,4 mL/h besleme hızında Çizelge 3.1'de verilen parametrelere göre gerçekleştirilmiştir. Çekim işlemlerinde kumaş sarım hızı 10 cm/dk olacak şekilde homojenliği sağlamak için sağsol strok hareketi yapılarak 20 cm boyunda, 30 cm eninde, 70 g/m<sup>2</sup> gramaja sahip spunbond yüzeyler üzerine ayrı ayrı nanolif yüzeyler oluşturulmuştur. Kumaş sarım hızının minimum 10 cm/dk olması uzun çalışma sürelerinde probleme yol açmıştır. Bu sebeple belirli bir mesafedeki kumaş, ileri ve geri yönünde sürekli sarılarak (tur sayısı) istenilen çalışma süreleri ayarlanmıştır. Burada "tur" kavramı kumaşın ileri veya geri yönde birim mesafede 1 kez sarılması anlamına gelmektedir. Testlerde kullanılacak nanolif yüzeylerin hazırlanması için PRGO25 karışımı kullanılarak spunbond yüzey üzerinde elektro çekim işlemiyle nano yüzey oluşturulmuş ve NY25 olarak kodlanmıştır. Spunbond yüzey üzerinde sırasıyla 10, 15, 20 ve 50 turda elektro çekim işlemi yapılarak üretilen numuneler NY2510, NY2515, NY2520 ve NY2550 olarak kodlanmıştır. Üretilen nanolif yüzeylerin görüntüleri Şekil 3.11'de, özellikleri ise Çizelge 3.2'de verilmiştir.



Şekil 3.11. Nanolif yüzeyler; a) NYPAN, b) NY2510, c) NY2515, d) NY2520, e) NY2550

Numune kodu		Karışım	Tur Sayısı	
1	NYPAN	P(AN-VAc)	15	
2	NY2510	P(AN-VAc)/RGO %25	10	
3	NY2515	P(AN-VAc)/RGO %25	15	
4	NY2520	P(AN-VAc)/RGO %25	20	
5	NY2550	P(AN-VAc)/RGO %25	50	

Cizelge	3.2.	Nanolif	vüzev	vlerin	kodu.	bilesimi	ve öze	ellikleri
5 - 0-			J ··· · ·	-	,			

Ayrıca bu yüzeylerin birleştirilmesi ile çok katlı olarak da üretilmiştir. Çok katlı nanolif yüzeylerin hazırlanması için ise PRGO25 karışımının elektro çekim işleminde (Şekil 3.12) yine aynı parametreler kullanılarak 85 cm boyunda, 35 cm eninde, 20 ve 70  $g/m^2$  gramaja sahip 6 adet spunbond yüzey üzerine ayrı ayrı nanolif yüzeyler oluşturulmuştur. Kumaş sarım tertibatı üzerine yerleştirilen 70  $g/m^2$  gramaja sahip spunbond yüzey üzerine ise 10 turda nanolif yüzeyler oluşturulmuştur.



Şekil 3.12. a) Elektro çekim cihazında nanolif yüzeyin oluşturulması, b) Spunbond üzerine oluşturulmuş nanolif yüzeyler

# 3.2.4. Dokusuz yüzey birleştirme (kalandırlama)

Nano yüzey kaplanmış spunbond yüzeyler 6, 4, 2 ve 1 katlı olacak şekilde bir araya getirilmiş ve her katman arasına spunbond yüzeyler yerleştirilmiştir. Tasarısı oluşturulan çok katlı yüzeylerin şematik yapısı Şekil 3.13'da verilmiştir. Üretilen yüzeylerin çok katlı halde birleştirilmesi için kalandırlama işlemi yapılmıştır.



Şekil 3.13. Çok katlı yüzeylerin tasarlanması

Üst üste getirilen dokusuz yüzeylerin birleştirilmesi Teknomelt'te bulunan sıcak silindirli kalandır makinasında yapılmıştır. Makinenin parametreleri; üst ve alt silindir sıcaklıkları sırasıyla 150-155 °C, 145-150 °C sıcaklık aralığında, kumaş hızı 5 m/dk ve basınç 5 bar olarak belirlenmiştir. Birleştirilmesi için tasarısı yapılan çok katlı yüzeylerin (CKY) gösterimi ve diğer özellikleri Çizelge 3.3'te verilmiştir.

Nur	nune kodu	Çok katlı yapıların gösterimi	Karışım	Nanolif yüzey kat sayısı	Tur sayısı
1	CKY450	SNSNSNSNS	P(AN-VAc)/RGO %25	4	50
2	CKY250	SNSNS	P(AN-VAc)/RGO %25	2	50
3	CKY150	SNS	P(AN-VAc)/RGO %25	1	50
4	CKY610	SNSNSNSNSNSNS	P(AN-VAc)/RGO %25	6	10
5	CKY410	SNSNSNSNS	P(AN-VAc)/RGO %25	4	10
6	CKY210	SNSNS	P(AN-VAc)/RGO %25	2	10

Çizelge 3.3. Çok katlı nano yüzeylerin kodu, bileşimi ve özellikleri

CKY: Çok katlı yüzey; N: Nano yüzey (P(AN-VAc)/RGO) S: Spunbond

Yüzeyler kalandırlama işlemi yapıldıktan sonra 20 x 30 cm boyutlarında kesilerek testler için hazır hale getirilmiştir. Birleştirme işlemi yapılan çok katlı dokusuz yüzeyler Şekil 3.14'de verilmiştir.



Şekil 3.14. Silindirli kalender makinasında birleştirilen çok katlı dokusuz yüzeyler; a) CKY450, b) CKY250, c) CKY150, d) CKY610, e) CKY410, f) CKY210

## 3.2.5. Karakterizasyon

Zeiss EVO LS10 marka taramalı elektron mikroskobu (SEM) ile GO, RGO ve P(AN-VAc)/RGO numunelerinin görüntüleri incelenmiştir (Şekil 3.15a). Görüntüler farklı büyütme oranlarında alınmıştır. Ayrıca daha yüksek bir çözünürlükte görüntü elde edebilmek için numunelere SEM analizinden önce altın kaplama cihazında (Şekil 3.15b) altın kaplanmıştır (KSÜ, ÜSKİM, Kahramanmaraş, Türkiye).

Enerji-Dispersive X-Ray Spektroskopisi (EDX), Bruker 123 eV Quantax Microanalysis System cihazı (Şekil 3.15a) ile GO, RGO ve P(AN-VAc)/RGO numunelerinin elemental analizi yapılmıştır. EDX özellikle GO ve RGO'nun karbon ve oksijen miktarlarının hesaplanmasında önemli bilgiler vermektedir (KSÜ, ÜSKİM, Kahramanmaraş, Türkiye).



Şekil 3.15. Morfolojik karektarizasyonda kullanılan; a) SEM ve EDX, b) altın kaplama cihazı

Fourier dönüşüm kızılötesi spektroskopisi (FTIR) analizi, Perkin Elmer Spectrum 400 cihazı (Şekil 3.15a) ile 500-4000 cm<sup>-1</sup> dalga sayısı aralığında çalışılmıştır. GO ve RGO numuneleri pelet aparatında (Şekil 3.15b) pelet haline getirildikten sonra KBr ile P(AN-VAc)/RGO numuneleri ise ATR ile incelenmiştir (KSÜ, ÜSKİM, Kahramanmaraş, Türkiye). FTIR, numunelerin sahip oldukları fonksiyonel grupların tespiti amacıyla kullanılmıştır.

Raman spektroskopi analizleri, GO için 20 mW, RGO için 50 mW lazer gücünde ve 785 nm lazer kaynağı ile çalışan i-RAMAN Plus cihazında (Şekil 3.15c) yapılmıştır. Raman spektroskopi, GO ve RGO numunelerindeki düzenli ve düzensiz yapıları incelemek amacıyla kullanılmıştır (KSÜ, ÜSKİM, Kahramanmaraş, Türkiye).



Şekil 3.16. Yapısal karektarizasyonda kullanılan; a) Raman Spektroskopisi, b) XRD, c) FTIR, d) FTIR pelet aparatı

X Işını Kırınım (XRD) analizleri Philips X'Pert PRO diffractometer cihazında (Şekil 3.15d) 40kV, 30 mA altında  $\lambda$ =0.154 nm dalga boyu olan CuK $\alpha$  radyasyonu ile yapılmıştır. XRD analizi, GO ve RGO'da kristalin atomik ve moleküler yapıdaki değişiklikleri incelemek amacıyla kullanılmıştır (KSÜ, ÜSKİM, Kahramanmaraş, Türkiye).

Diferansiyel Taramalı Kalorimetri (DSC) analizleri Shimadzu DSC-60 cihazında (Şekil 3.17a) 25-350 °C sıcaklık aralığında, 10 °C/dk sıcaklık artış ve 100 ml/dk azot akış hızında gerçekleştirilmiştir. DSC analizi P(AN-VAc)/RGO numunelerinin termal özellikleri ve bozunma sıcaklıklarının belirlenmesi amacıyla kullanılmıştır (KSÜ, ÜSKİM, Kahramanmaraş, Türkiye).



Şekil 3.17. Isıl ve termal karektarizasyonda kullanılan; a) DSC, b) TGA

Termogravimetrik Analizi (TGA), Exstar TG/DTA 6300 cihazında (Şekil 3.17b) 0-800 °C sıcaklık ve 100 ml/dk azot çıkış hızında yapılmıştır. Nanolif numuneleri ve RGO için 10 °C/dk artış hızında, GO için ise 5 °C/dk artış hızında gerçekleştirilmiştir. TGA ile numunelerin ısıl özellikleri incelenmiştir (KSÜ, ÜSKİM, Kahramanmaraş, Türkiye).

P(AN-VAc)/RGO numunelerinin metrekare ağırlığı (gramaj) tayini, TS EN 12127 küçük numuneler kullanarak birim alan başına kütlenin tayini standardına göre yapılmıştır. Her numuneden 3 adet analitik terazide tartılmış (Şekil 3.18a), ağırlık ve alanları hesaplanarak ölçüm yapılmış ve ortalaması alınmıştır (KSÜ, ÜSKİM, Kahramanmaraş, Türkiye).

Nanolif yüzeylerin ve çok katlı yüzeylerin kalınlık ölçümü, 0,001 mm hassasiyetindeki kumaş kalınlık ölçüm aleti (Şekil 3.18b) kullanılarak ölçülmüştür (KSÜ, Malzeme Araştırma Laboratuvarı, Kahramanmaraş, Türkiye). Her numune için 10 farklı bölgeden kalınlık ölçümü yapılarak ortalaması alınmıştır. Çok katlı yüzeylerin hava geçirgenlik testleri, 500 Pa'ya kadar basınç düşümü sağlayabilen, hava geçişi dm<sup>3</sup>/dk cinsinden veren, elektronik kontrollü Prowhite marka hava geçirgenlik test cihazında (Şekil 3.18c) yapılmıştır (KSÜ, KMYO, Kahramanmaraş, Türkiye). Testler 20 cm<sup>2</sup> test alanında, 60 sn deney süresince ve 400 Pa hava basıncında TS 391 EN ISO 9237 standardına (TS 391 EN ISO 9237, 1999) göre ölçülmüştür. Her bir numune için 5 ölçüm yapılarak ortalamaları alınmıştır.



Şekil 3.18. Yapısal özelliklerin belirlenmesinde kullanılan; a) Analitik terazi, b) Kalınlık ölçüm aleti, c) Hava geçirgenlik test cihazı, d-e) Kopma mukavemeti test cihazı

P(AN-VAc)/RGO numunelerinin kopma mukavemeti, kopma uzaması ve Young's modülü, Zwick-Roell BT-1 cihazında (Şekil 3.18d-e) yapılmıştır (KSÜ, ÜSKİM, Kahramanmaraş, Türkiye). Nanolif yüzeyler ASTM-D 638 – Tip I standardına (ASTM D638-14, 2014) göre 0,1 MPa ön gerilme, 50 mm/dk çene hızı ve 65 mm çene mesafesi ile çok katlı yüzeyler ise ASTM-D 638 – Tip IV<sup>B</sup> standardına (ASTM D638-14, 2014) göre 0,1 MPa ön gerilme, 50 mm/dk çene hızı ve 115 mm çene mesafesi ile testleri gerçekleştirilmiştir.



Şekil 3.19. İletkenlik ölçümünde kullanılan; a) Elektrometre, b) Test hücresi

Yüzeysel ve hacimsel elektrik iletkenlikleri sırasıyla TS EN 1149/1 (TS EN 1149-1, 2006) ve TS EN 1149/2 (TS EN 1149-2, 2000) stantandartlarına göre yapılmıştır. Ölçümlerde Keithley Model 6517B elektrometresi (Şekil 3.19a) ve elektrometre ile birlikte çalışan Model 8009 test hücresi (Şekil 3.19b) kullanılmıştır (Bursa Teknik Üniversitesi, Lif ve Polimer Mühendisliği Bölümü, Bursa, Türkiye). Akım, uygulanan voltaja göre otomatik olarak ayarlanmış ve akım değeri 20 mA olarak gözlemlenmiştir. Test gerilimi ise hacimsel ölçümlerde 100 V, yüzeysel ölçümlerde 1 V olarak uygulanmıştır. Ölçüm için her numuneden 7 cm x 7 cm boyutlarında üç adet kesilmiş ve ayrı ayrı ölçülmüştür. Her numune cihaza yerleştirilip, voltaj uygulandığında ilk 15 saniyeden sonra 1'er saniye arayla 5 adet değer bulunmuş ve ortalamaları esas alınmıştır.
#### 4. BULGULAR VE TARTIŞMA

#### 4.1. Grafen Oksit ve İndirgenmiş Grafen Oksitin Analizi

Yapısında çeşitli oranlarda karbon, oksijen ve hidrojen elementleri ile epoksi, hidroksil, karbonil ve karboksil grupları bulunduran (Gomez-Navarro ve ark., 2007; Botas ve ark., 2013) grafen oksitte oksidasyonun derecesi, kullanılan yönteme, reaksiyon koşullarına ve grafitin özelliklerine göre değişmektedir (Park ve Ruoff, 2009; Kim ve ark., 2010; Menchaca-Campos ve ark., 2013). Literatürde bilinen GO üretim yöntemlerine kıyasla Hummers yönteminde daha az kimyasal toksit ve zehirli gaz açığa çıkmakta olup, daha ucuz ve daha fazla miktarda grafen oksit sentezlenebilmektedir (Marcano ve ark., 2010; Topçu, 2012; Arbuzov ve ark., 2012; Karteri ve ark., 2014; Yazıcı ve ark., 2016). Bu çalışmada, 5 g grafit tozu ile reaksiyona başlanmış ve 8,37 g GO tozu elde edilmiştir. İndirgenme işleminde ise 3 g GO ile 1,67 g RGO elde edilmiştir (Tiyek ve ark., 2016a).

### 4.1.1. SEM analizi

SEM cihazı ile GO ve RGO'ya ait görüntüler Şekil 4.1'de verilmiştir (Tiyek ve ark., 2016a).



Şekil 4.1. SEM görüntüleri; a) GO 10.00 KX, b) GO 30.00 KX, c) RGO 10.00 KX ve d) RGO 30.00 KX

SEM görüntülerinden, kimyasal indirgenme reaksiyonu sonucunda GO yapısının, parçalanarak ve ayrılarak daha küçük ve daha saydam olan RGO yapılarına dönüştüğü anlaşılmaktadır (Park ve ark., 2011; Arbuzov ve ark., 2012; Loryuenyong ve ark., 2013; Yazıcı ve ark., 2016; Tiyek ve ark., 2016a). RGO'ya ait görüntülerde katmanlı, buruşuk yüzeyli ve birbirine benzer, rastgele dağılmış ince katmanlar görülmektedir (Shalaby ve ark., 2015). Ayrıca RGO görüntülerinden GO'ya göre daha saydam olarak görülen bölgelerde, RGO'nun daha az miktarda katman sayısına sahip olduğu anlaşılmaktadır (Yazıcı ve ark., 2016; Tiyek ve ark., 2016a).

#### 4.1.2. EDX analizi

SEM cihazına entegre olan EDX cihazı elemental analiz sonuçları ile tespit edilen karbon, oksijen ve diğer elementlerin ağırlıkça miktarı ile karbon/oksijen oranı Çizelge 4.1'de verilmiştir. GO ve RGO yapısında bulunan karbon (C) oranı sırasıyla 48,35 ve 89,68, oksijen (O) oranı ise sırasıyla 23,60 ve 6,72 olarak tespit edilmiştir. GO yapısında bulunan O içeren fonksiyonel gruplardan (COOH, CO, OH, O), indirgenme işlemi ile (-O), (-OH) bağları bozunmuş ve uzaklaştırılmıştır. RGO yapısında bulunan karbon miktarında artış, oksijen miktarında ise azalış görülmüş ve C/O oranı 13,73 olarak tespit edilmiştir. Elde edilen EDX oranları literatür ile uyumlu bulunmuştur ancak GO sentezleme ve indirgenme yöntemlerine göre C/O oranı farklılık gösterebilmektedir (Park ve ark., 2011; Pei ve Cheng, 2012; Abdolhosseinzadeh ve ark., 2015; Tiyek ve ark., 2016a).

Elementler	G	0	RGO			
	Ortalama (% Ağrılık)	Standart sapma (σ)	Ortalama (% Ağrılık)	Standart sapma (σ)		
Karbon (C)	48,35	± 6,12	89,68	± 1,94		
Oksijen (O)	23,60	$\pm 6,40$	6,72	$\pm 1,06$		
Diğerleri (S, N)	28,05	±12,50	3,6	± 1,33		
C/O	2,11	± 0,34	13,73	± 2,74		

Çizelge 4.1. GO ve RGO EDX analizi sonuçları

İndirgeme işlemine, 3 g GO ile başlanmış ve 1,67 g RGO elde edilmiştir. Burada oluşan ağırlık kaybı, yapıdan uzaklaşan fonksiyonel gruplardan kaynaklandığı düşünülmektedir. Bu durum C/O oranın 2,11'den 13,73'e çıkmasından açıkça görülmektedir (Yazıcı ve ark., 2016; Tiyek ve ark., 2016a).

### 4.1.3. FTIR analizi

FTIR spektroskopi analizleri ile GO ve RGO'da bulunan bağ yapıları ve fonksiyonel gruplar incelenmiştir. GO ve kimyasal indirgenme ile elde edilen RGO'nun spektrumları Şekil 4.2'de verilmiştir.

GO numunesine ait FTIR spektrumunda literatür ile uyumlu olarak 3116 cm<sup>-1</sup>'de hidroksil bağı (-OH), 1713 cm<sup>-1</sup>'de karbonil bağı (C=O), 1613 cm<sup>-1</sup>'de aromatik bağı (C=C), 1215 cm<sup>-1</sup>'de epoksi bağı (C-O) ve 1042 cm<sup>-1</sup>'de alkoksi bağı (C-O) olduğu görülmektedir (Ryu ve Shanmugharaj, 2014; Karteri ve ark., 2014; Zhou ve ark., 2009; Song ve ark., 2014; Yazıcı ve ark., 2016).



Şekil 4.2. GO ve RGO'nun FTIR spektrumları

RGO'nun FTIR spektrumunda 3437 cm<sup>-1</sup>'de –OH ve 1624 cm<sup>-1</sup>'de C=C bağı görülmektedir. FTIR spektrumu incelendiğinde GO'ya ait 1713 cm<sup>-1</sup>, 1215 cm<sup>-1</sup> ve 1042 cm<sup>-1</sup>'de bulunan fonksiyonel gruplar ve bağ yapıları RGO'da görülmemektedir. Bu durum indirgenme reaksiyonları ile GO yapısındaki bağ yapılarının koptuğunu ve fonksiyonel grupların uzaklaştığını göstermektedir (Loryuenyong ve ark., 2013; Freng ve ark., 2013; Konios ve ark., 2014; Tiyek ve ark., 2016a). Bununla birlikte RGO'da görülen (–OH) bağ yapılarının GO'ya kıyasla şiddetinin daha düşük olmasından –OH bağlarının tamamen uzaklaşmadığı da anlaşılmaktadır (Topçu, 2012; Arbuzov ve ark., 2012; Tiyek ve ark., 2016a).

## 4.1.4. Raman spektroskopisi analizi

Karbon yapılı malzemelerin kristal yapı ve elektronik özelliklerinin incelenmesinde Raman spektroskopisi kullanılmaktadır. GO ve RGO'ya ait Raman spektrumları Şekil 4.3'te verilmiştir.



Şekil 4.3. GO ve RGO Raman spektrumları

Kimyasal yöntem ile GO'nun indirgenmesiyle elde edilen RGO'da meydana gelen değişim Raman spektroskopisi ile incelenmiştir. Raman spektrumunda G (sp<sup>2</sup>) bandı düzenli/aromatik yapıları ifade ederken D (sp<sup>3</sup>) bandı ise karbon yapının düzensizliklerini, amorf yapıları ve oksidasyon sonucunda bozulan yapıları göstermektedir (Ryu ve Shanmugharaj, 2014; Zhou ve ark., 2009; Shahriary ve Athawale, 2014; Tiyek ve ark., 2016a).

Raman spektrumunda literatür ile uyumlu olarak sırasıyla GO'ya ait D piki 1330 cm<sup>-1</sup> ve G piki 1601 cm<sup>-1</sup>'de görülmekte ve RGO yapısına ait D piki 1314 cm<sup>-1</sup> ve G piki 1588 cm<sup>-1</sup>'de görülmektedir (Gao ve ark., 2011; Loryuenyong ve ark., 2013) D pikinin şiddeti (I<sub>D</sub>) düzensiz yapıları, G pikinin şiddeti (I<sub>G</sub>) ise düzenli yapıları ifade etmektedir. GO'ya ait D pikinin şiddeti RGO'ya ait D piki şiddetinden daha yüksek bulunmuştur. Benzer bir durum GO yapısının I<sub>D</sub>/I<sub>G</sub> oranı 1,12, RGO yapısının I<sub>D</sub>/I<sub>G</sub> oranı ise 1,075 olarak tespit edilmiştir (Zhou ve ark., 2009; Chen ve ark., 2010). Bu durum indirgenme reaksiyonu sonucu uzaklaşan fonksiyonel grupların yerine yeni sp<sup>2</sup> yapılarının oluştuğunu ve düzenli yapı miktarının arttığını göstermektedir (Ferrari, 2007; Loryuenyong ve ark., 2013; Abdolhosseinzadeh ve ark., 2015; Yazıcı ve ark., 2016; Tiyek ve ark., 2016a).

# 4.1.7. XRD analizi

XRD analizi, GO ve RGO tabakaları arasındaki değişikliği ve kristal özellikleri inceleme amacıyla kullanılmıştır. Şekil 4.4'te GO ve RGO'nun XRD grafiği, Çizelge 4.2'de ise XRD analizi sonucunda elde edilen veriler ve hesaplamalar verilmiştir.



Şekil 4.4. RGO ve GO'nun XRD spektrumları

Yapılan XRD spektroskopisi analizi neticesinde GO için  $2\theta=10,5524^{\circ}$  piki ve düzlemler arası d mesafesi 0,83 nm olarak tespit edilmiştir (Liao ve ark., 2011; Karteri ve ark., 2015; Hanifah ve ark., 2015). Kimyasal indirgenme işleminden sonra RGO piki  $2\theta=26,1051^{\circ}$  değerlerinde ve d mesafesi ise 0,36 nm olarak tespit edilmiştir (Park ve ark., 2011; Abdolhosseinzadeh ve ark., 2015). GO'nun indirgenme işlemleri ile yapısında bulunan fonksiyonel grupların (COOH, CO, OH, H<sub>2</sub>O) uzaklaşması ile d mesafesinde 0,83 nm'den 0,36 nm'ye düşüş görülmüştür (Arbuzov ve ark., 2012; Wojtoniszak ve ark., 2012; Loryuenyong ve ark., 2013)

GO ve RGO için XRD spektroskopisinden (002) düzlemine ait kristal büyüklüğü Eşitlik 4.1'de verilen Scherrer denklemi kullanılarak, katman sayısı ise kristal büyüklüğü ve düzlemler arası d-mesafesine bağlı olarak Eşitlik 4.2'ye göre hesaplanabilmektedir (Bajaj ve ark., 2002; Tiyek ve Bozdoğan, 2008; Karacan, 2012; Tiyek ve ark., 2016a).

$$t_{c} = \frac{K.\lambda}{\beta.\cos\theta}$$
(4.1)

Katman Sayısı = 
$$\frac{t_c}{d}$$
 (4.2)

Burada;

- *t*<sub>c</sub> : Kristal büyüklüğü (kalınlığı)
- K : Scherer sabiti
- $\lambda$  : Dalga boyu
- $\beta$ : Pik yarı yükseklik genişliği
- $\theta$ : Bragg açısı
- *d* : Düzlemler arası mesafedir.

XRD verileri ve hesaplamalar	GO	RGO
Pik Pozisyonu (20) (002) (°)	10,5524	26,1051
Pik Yüksekliği (cts)	252,21	70,36
Yarı Yükseklik Genişliği (°)	0,5510	0,9446
d-mesafesi (nm) (002)	0,838364	0,366434
Kristal Kalınlığı (nm)	14,31283	8,53402
Grafen Katman Sayısı	17,09	23,29

Çizelge 4.2. GO ve RGO'nun XRD spektrumuna ait değerler

Literatürde tek katmanlı GO yapıları 1,1±0,2 nm boyutlarında olduğu ifade edilmiştir (Schniepp ve ark., 2006; Pandey ve ark., 2008). Tek katmanlı grafenin ise 0,34 nm boyutlarında ve iki katman arası mesafenin 0,142 nm olduğu bilinmektedir (Stankovich ve ark., 2007; Bolotin ve ark., 2008; Neto ve ark., 2009; Cooper ve ark., 2012). Çizelge 4.2 incelendiğinde, GO yapısındaki katman sayısı yaklaşık olarak 17 iken indirgenme reaksiyonları sırasında katmanlar arasında bulunan grupların uzaklaşması ve bu katmanların birbirine yakınlaşması ile RGO yapılarının yaklaşık 23 katmanlı bir yapıya dönüştüğü tespit edilmiştir (Schniepp ve ark., 2006; Zhou ve ark., 2011; Yazıcı ve ark., 2016; Tiyek ve ark., 2016a).

# 4.1.8. TGA analizi

GO ve RGO numunelerinin TGA eğrileri Şekil 4.5'te verilmiştir.



Şekil 4.5'te verilen GO'ya ait TGA eğrisinde üç aşamalı bir bozunma tespit edilmiştir. Spektrum incelendiğinde malzemenin 25-125 °C aralığında %11,5, 125-260

°C aralığında %32,4, 260-800 °C aralığında %26,1 ağırlık kaybına uğradığı belirlenmiştir. Malzemenin %29,7'lik bir kısmı ise 800 °C sıcaklık sonunda bozunmadan geriye kalmıştır. RGO'ya ait TGA eğrisinde birinci aşamada 0-150 °C sıcaklık aralığında bozunma tespit edilmiş olup, yapısındaki oksijen ve –OH yapılarının uzaklaşması ile oluşan kütle kaybı % 1,5 olarak tespit edilmiştir. İkinci aşamada ise 150-800 °C sıcaklık aralığında % 11,1 kütle kaybı gerçekleşmiştir. Ayrıca 800 °C sıcaklık sonunda kalıntı miktarı % 87,4 olarak tespit edilmiştir.

# 4.2. Nanolif Yüzeyin Yapısal Karakterizasyonu

P(AN-VAc) ve P(AN-VAc)/RGO %25 numunelerin lif çapları ve nanolif yüzey incelemeleri için taramalı elektron mikroskobu (SEM) kullanılmıştır. Elektron dağılımlı X-ışınları analizi (EDX) ile kimyasal analizi yapılmıştır. Numunelerin termal özellikleri termogravimetrik analizi (TGA) ve diferansiyel taramalı kalorimetri (DSC) analizi ile yapılmıştır.

# 4.2.1. SEM analizi

P(AN-VAc) nanoliflerin 1.00 ve 30.00 büyütme, P(AN-VAc)/RGO nanoliflerin ise 2.00 ve 30.00 büyütme ile alınmış SEM görüntüleri Şekil 4.6'da verilmiştir.



Şekil 4.6. SEM görüntüleri a) P(AN-VAc) 1.00 K X, b) P(AN-VAc) 30.00 K X, c) P(AN-VAc)/RGO 1.00 K X, d) P(AN-VAc)/RGO 30.00 K X

Çözelti iletkenliği, viskozitesi gibi parametreler elde edilecek nanolif yüzey yapısını etkilemektedir. Elektro çekim işlemi esnasında oluşan nanolif yüzeyler RGO ve P(AN-VAc)'ın miktarı ve ayrıca çözücü özellikleri ile değişkenlik göstermektedir (Wang ve ark., 2013; Chien ve ark., 2015; Tiyek ve ark., 2016b).

Şekil 4.6'daki SEM görüntüleri incelendiğinde, tekstil yüzeyi içerisinde farklı çaplarda nanoliflerin oluştuğu ve yapı içerisinde ağ şeklinde dağıldığı görülmektedir. Elde edilen nanolif yüzeyler oldukça üniform yapıdadır. P(AN-VAc) nanoliflerine ait ortalama lif çapı 205  $\pm$  34 nm, P(AN-VAc)/RGO nanoliflerin ortalama çapları ise 167  $\pm$ 21 nm olarak tespit edilmiştir. RGO'nun, P(AN-VAc) nanoliflerin ortalama lif çapına etkisi görülmüş ve RGO katkısı P(AN-VAc) nanoliflerin ortalama lif çapını yaklaşık 38 nm azalttığı tespit edilmiştir.

Elektro çekim ile ilgili bir çalışma yapan Ramakrishna ve ark. (2005) çözelti iletkenliğinin artması ile yüzey geriliminin düştüğünü ve daha küçük çaplarda lif elde edildiğini rapor etmişlerdir. Elektro çekim çözeltisinde kullanılan RGO, iletken bir malzeme olduğundan çözelti iletkenliğini de artırmaktadır. Dolayısıyla çözelti iletkenliğinin artmasıyla yüzey gerilimi düşerek daha küçük çaplarda lif elde edilmiştir. Ayrıca Şekil 4.6c'de RGO'nun nanolifler yüzeyin içerisinde rastgele dağıldığı görülmüştür. RGO partiküllerinin boyutlarına göre farklı boyutlarda nanolifler içerisinde olduğu tespit edilmiştir.

#### 4.2.2. EDX analizi

P(AN-VAc) ve P(AN-VAc)/RGO nanolif yüzeylerin EDX analiz sonuçlarına göre tespit edilen elementlerin ağırlıkça yüzde oranları ve standart sapma değerleri Çizelge 4.3'te verilmiştir.

Numuneler	Karbon	Std. sap.	Azot	Std. sap.	Oksijen	Std. sap.
P(AN-VAc)	72,59	±2,01	17,89	±5,59	9,50	±6,72
P(AN-VAc)/RGC	80,52	±0,96	15,87	±0,75	3,60	±0,22

Cizelge 4.3. P(AN-VAc) ve P(AN-VAc)/RGO % ağırlık oranlarına göre EDX analizi

P(AN-VAc) ve P(AN-VAc)/RGO yapılarında azot, karbon, oksijen elementleri tespit edilmiştir. P(AN-VAc) polimeri içerisine RGO eklenmesiyle karbon miktarında artış oksijen ve azot miktarlarında azalma görülmektedir. Bu durum beklenen bir sonuçtur ve P(AN-VAc) lifleri içerisinde RGO nano parçacıklarının bulunduğunu göstermektedir (Tiyek ve ark., 2016b). RGO karbon, oksijen oranları önceki bölümde Çizelge 4.1'de verilmiştir. RGO'nun C/O oranının 13,73 olması ve azot miktarının düşük olması bu durumu doğrulamaktadır.

# 4.2.3. FTIR analizi

RGO, P(AN-VAc) ve P(AN-VAc)/RGO numunelerine ait FTIR spektraları Şekil 4.7'de verilmiştir.



Şekil 4.7. RGO, P(AN-VAc) ve P(AN-VAc)/RGO FT-IR Spektroskopisi

RGO, P(AN-VAc) ve P(AN-VAc)/RGO'nun kimyasal yapısında tespit edilen bağlar ve dalga sayıları Çizelge 4.4'te verilmiştir. P(AN-VAc) spektrumda, 2924 cm<sup>-1</sup> (C-H<sub>2</sub> içindeki C-H), 2243 cm<sup>-1</sup> (C $\equiv$ N), 1733 cm<sup>-1</sup> (C=O), 1656 cm<sup>-1</sup> (C=C), 1450 cm<sup>-1</sup> (-CH<sub>2</sub>), 1387 cm<sup>-1</sup> (C-H), 1233 cm<sup>-1</sup> (C-O)'de polimere ait karakteristik bağlar tespit edilmiştir (Uddin ve ark., 2015; Ribeiro, 2015).

P(AN-VAc)/RGO spektrumu ile P(AN-VAc) spektrumu karşılaştırıldığında, bazı piklerin kaybolduğu ve bazılarında kayma olduğu görülmüştür. P(AN-VAc) spektrumunda görülen 2852 cm<sup>-1</sup> (CH<sub>2</sub>) pikinin kaybolduğu, 1656 cm<sup>-1</sup> pikinin ise 1586 cm<sup>-1</sup>'ya kaydığı görülmüştür. P(AN-VAc)/RGO spektrumundaki kaymanın RGO'da 1635 cm<sup>-1</sup>'de görülen C=C bağından kaynaklandığı düşünülmektedir. Bu sonuçlardan RGO'nun P(AN-VAc) polimer zincirini bozmadığı yapı içerisine yerleştiği anlaşılmaktadır (Rahaman ve ark., 2007; Lee ve ark., 2012; Wang ve ark., 2013).

	D ~ 17	Dalga sayısı (cm <sup>-1</sup> )					
Fonksiyonel Grup	Bağ Yapısı –	RGO	P(AN-VAc)	P(AN-VAc)/RGO			
Hidroksil	О-Н	3433					
Alifatik	С-Н, Н-С-Н		2924, 2852, 1450, 1367	2924, 1450, 1367			
Nitril	C≡N		2243	2243			
Karbonil / Karboksil	C=O		1733	1733			
Aromatik	C=C	1635	1656	1586			
Epoksi	C-0		1233	1233			
Alkoksi	C-0		1074	1074			

Çizelge 4.4. RGO, P(AN-VAc) ve P(AN-VAc)/RGO'nun kimyasal yapısında tespit edilen bağlar ve dalga sayıları

# 4.2.4. DSC analizi

P(AN-VAc) ve P(AN-VAc)/RGO numunelerine ait DSC eğrileri Şekil 4.8'de verilmiştir. PAN'ın yapısındaki –CN grupları, hava oksijeni varlığında halka kapanma ve çapraz-bağlanma reaksiyonları ile ekzotermik bir bant vermektedir. PAN ekzotermik reaksiyonlar ile bozunmaya uğradığından dolayı 295 °C sıcaklıktan sonra herhangi bir faz değişim bandı gözlemlenmemektedir (Wang ve ark., 2007; Karacan, 2012). Şekil 4.8'de P(AN-VAc) faz değişim bandının 302 °C' olduğu görülmüştür. PAN polimerinin faz değişim bandına göre artış göstermesi P(AN-VAc) polimerindeki vinil asetat içeriğinden kaynaklanmaktadır.



Şekil 4.8. P(AN-VAc) ve P(AN-VAc)/RGO nanoliflerine ait DSC eğrileri

P(AN-VAc) lifine ait ekzotermik reaksiyon bandı 302 °C, P(AN-VAc)/RGO nanolifine ait DSC eğrisinde ekzotermik reaksiyon bandı ise 323 °C'de tespit edilmiştir. Buradan RGO'nun polimerin faz değişimine başlama sıcaklığını arttırdığı anlaşılmaktadır. Bu durum RGO nano parçacıklarının çok iyi ısı iletimine sahip olmasından kaynaklanmaktadır. Şekilden de görüleceği üzere polimerin faz değişimi için 30,36 μW ısı akışına (302 °C'de) ihtiyaç varken, RGO katkılı nanolifli yüzeyde 30,66 μW ısı akışına (323°C'de) ihtiyaç duyulmuştur. RGO katkılı P(AN-VAc) polimerinde -CN grupları arası çapraz bağların oluşmasını ve halka kapanma reaksiyonları için gerekli olan enerji seviyesi değişmemişken, polimerin faz değişimine başlama sıcaklığını arttırmıştır. Dolayısıyla RGO katkısı P(AN-VAc) nanolif yüzeyinin termal özelliğini iyileştirdiği anlaşılmıştır.

## 4.2.5. TGA ve dTGA analizleri

P(AN-VAc) ve P(AN-VAc)/RGO numunelerinin TGA eğrileri Şekil 4.9'de, P(AN-VAc) ve P(AN-VAc)/RGO numunelerinin dTGA eğrileri ise Şekil 4.10'da verilmiştir.



Şekil 4.9. P(AN-VAc) ve P(AN-VAc)/RGO TGA eğrileri

P(AN-VAc)/RGO nanolif yüzeyine ait TGA ve dTGA grafikleri incelendiğinde 100-280 °C ile 280-500 °C sıcaklık aralıklarında iki önemli termal bozunma gözlemlenmiştir. P(AN-VAc) ve P(AN-VAc)/RGO nanolif yüzeylerin TGA eğrilerinden elde edilen bazı parametre değerleri Çizelge 4.5'te verilmiştir.

Numuneler	Ağırlık sıcaklık a	kaybı (%) aralığı (°C)	Bozunmaya başlama	Yarılanma sıcaklığı	Kalıntı (%)	
	50-280	280-450	sıcaklığı (°C)	(°C)		
P(AN-VAc)	7,02	47,89	287	425	36,68	
P(AN-VAc)/RGO	4,17	44,52	314	524	43,70	

Çizelge 4.5. P(AN-VAc) ve P(AN-VAc)/RGO nanolif yüzeylerin TGA analizi sonuçları

Şekil 4.9'de verilen TGA eğrileri incelendiğinde, P(AN-VAc) nanolif yüzeylerin 50-280 °C sıcaklık aralığında kütle kaybında azalma görüşmüştür. Aynı sıcak aralığında RGO katkılı P(AN-VAc) nanolif yüzeyin kütle kaybının daha az olduğu anlaşılmaktadır. Özellikle 147 °C sıcaklıktan sonra RGO'nun nanolif yüzeylerin termal dayanıklılığına etkisi açık biçimde görülmektedir. 280-500 °C sıcaklık aralığında ise özellikle 385 °C de P(AN-VAc) nanolif yüzey hızla bozunurken ve RGO katlı P(AN-VAc) nanolifleri daha düşük bir değerde bozulma göstermiştir. Bu durum nanolif yüzeylerin kalıntı madde miktarları ile desteklenmiştir (Tiyek ve ark., 2016b). P(AN-VAc) nanolif yüzeyin TGA analizi sonucunda % 36,68 kalıntı madde oranı, RGO katkılı P(AN-VAc) nanolif yüzeyin analiz sonucunda bozunmadan kalan madde miktarı % 43,7 olarak tespit edilmiştir. RGO katkısı P(AN-VAc) nanolif yüzeyinin termal özelliğini geliştirmiştir.



Şekil 4.10. P(AN-VAc) ve P(AN-VAc)/RGO numunelerinin dTGA eğrileri

Şekil 4.10'da nanolif yüzeylere ait dTGA eğrileri verilmiştir. P(AN-VAc) ve P(AN-VAc)/RGO nanolif yüzeylerin dTGA eğrilerinden elde edilen bozunma hızının maksimum olduğu sıcaklık ve maksimum bozunma hızı değeri bazı parametre değerleri Çizelge 4.6'te verilmiştir.

Numuneler	Bozunma hızının maksimum olduğu sıcaklık (°C)	Maksimum bozunma hızı değeri (% min <sup>.1</sup> )			
P(AN-VAc)	312	9,12			
P(AN-VAc)/RGO	330	14,98			

Cizelge 4.6. P(AN-VAc) ve P(AN-VAc)/RGO nanolif yüzeylerin dTGA analizi sonuçları

RGO katkısı maksimum bozunma hızının gerçekleştiği sıcaklığı 312 °C'den 330 °C'ye yükseltmiştir. Bununla birlikte RGO katkısıyla pik noktası değeride (% min<sup>-1</sup>) artış göstermiştir. Ayrıca P(AN-VAc) nanolif yüzeyin 370-460 °C'de gerçekleşen bozunma, RGO katkısıyla yok olmuştur. Çizelge 4.6'teki dTGA eğrilerinden elde edilen veriler de RGO katkısının P(AN-VAc) nanolif yüzeyin ısıl kararlılığı arttırdığını desteklemiştir.

# 4.3. Nanolif ve Çok Katlı Yüzeylerin Fiziksel ve Mekanik Analizi

Nanolif yüzeylerde kullanılan P(AN-VAc)/RGO katkısının, birleştirilmiş çok katlı yüzeylerinde kat ve tur sayılarının etkisinin incelenmesi ayrıca üretilen yapının muhtemel kullanım yerlerinin belirlenmesinde fikir vermesi için gramaj, kalınlık, kopma mukavemeti, kopma uzaması, Young's modülü, hava geçirgenliği ve elektriksel iletkenlik performans testleri yapılmıştır.

#### 4.3.1. Gramaj

Nano yüzeyler ve çok katlı yüzeyler oluşturulduktan sonra gramaj ölçümü yapılmıştır. Ölçüm yapılırken spunbond yüzey üzerine kaplanan nanolif yüzeyler, spunbond yüzey üzerinden alınmıştır. Çizelge 4.7'da g/m<sup>2</sup> cinsinden nanolif yüzeylerde her numuneden yapılan 5 farklı gramaj ölçümünün ortalaması verilmiştir.

Numuneler	Gramaj ort. (g/m²)	Gramaj std. sap.
NYPAN	3,321	0,200
NY2510	1,776	0,047
NY2515	2,817	0,039
NY2520	3,448	0,051
NY2550	8,952	1,235

Çizelge 4.7. Nanolif yüzeylerin gramaj ölçüm sonuçları

Gramaj ölçüm sonuçlarına göre nanolif yüzeylerde tur sayısının artmasıyla gramaj değerlerinin artığı görülmüştür. NYPAN numunesine 15 tur uygulandığından NY2515 numunesi ile yakın bir sonuç vermiştir. En yüksek gramaj değeri beklendiği gibi NY2550 numunesinde 8,952 g/m<sup>2</sup> ile görülmüştür. Çok katlı yüzeylerinde aynı yöntemle gramaj değerleri ölçülmüştür. Ölçüm sonuçları Çizelge 4.8'de verilmiştir.

Numuneler	Gramaj ort. (g/m²)	Gramaj std. sap.
CKY450	385,244	4,445
CKY250	211,048	3,086
CKY150	148,225	2,359
CKY610	98,004	1,059
CKY410	76,680	0,978
CKY210	45,317	0,456

Çizelge 4.8. Çok katlı yüzeylerin gramaj ölçüm sonuçları

Çok katlı yüzeylerde aynı durum söz konusundur. Kat sayısının artmasıyla gramaj değerininde artığı görülmüştür. CKY150 numunesinde 148 g/m<sup>2</sup>, CKY250 numunesinde 211 g/m<sup>2</sup> ve CKY450 numunesinde 350 g/m<sup>2</sup> gramaj değerleri ölçülmüştür. Kat sayısının artmasıyla gramaj değerinde belirgin bir artış görülmüştür. Bu durum 10 turlu numunelerde benzemektedir. Bu ilişkiyi gösteren kat ve tur sayısına bağlı gramaj değişimi Şekil 4.5'te verilmiştir.



Çizelge 4.5. Kat ve tur sayısına bağlı gramaj değişimi

Grafikte kat ve tur sayısının artmasıyla gramaj değerlerininde artığı görülmektedir. Ancak 50 turlu ve 10 turlu numuneler arasında belirgin bir gramaj farkı vardır. Çok katlı yüzeylerin oluşumunda 50 turlu numunelerde 70 g/m<sup>2</sup> gramajında, 10 turlu numunelerde ise 12 g/m<sup>2</sup> gramajında spunbund yüzeyler kullanılmıştır. Yüksek gramaja sahip spunbond yüzeyler 50 turlu numunelerin gramajını artırmaktadır.

# 4.3.2. Kalınlık

Kalınlık ölçümleri yüzeylerin 5 farklı noktasından alınmış ve ortalanmıştır. Nanolif kaplanmış spunbond yüzeylerin üzerinden, nanolif yüzeyler alınarak kalınlıkları ölçülmüştür. Çok katlı yüzeylerin ise birleştirilmiş yüzeylerin kalınlıkları ölçülmüştür. Nanolif yüzeylerin sonuçları Çizelge 4.9'da verilmiştir.

Numune kodu	Kalınlık ort. (mm)	Kalınlık std. sap.
NYPAN	0,048	0,011
NY2510	0,012	0,008
NY2515	0,038	0,011
NY2520	0,112	0,019
NY2550	0,140	0,023

Çizelge 4.9. Nanolif yüzeylerin kalınlık ölçüm sonuçları

Ölçüm sonuçlarına göre nanolif yüzeylerde tur sayısının artması ile numune kalınlığında da artış olduğu görülmüştür. Beklendiği gibi nanolif yüzeylerde en kalın numune en çok tur sayısına sahip olan NY2550 ve en az tur sayısına sahip olan NY2510 numunesi benzer şekilde en düşük kalınlıktadır. Nanolif yüzeylerin tur sayısına bağlı kalınlık değişimi Şekil 4.11'da verilmiştir.



Şekil 4.11. Nanolif yüzeylerin tur saysına bağlı kalınlık değişimi

Şekilden görüldüğü üzere tur sayısının artmasıyla kalınlık artmış ve NY2510 numunesinin kalınlığı 0,012 iken NS2550 numunesinin kalınlığı 0,140 mm seviyesine kadar ulaşmıştır. Çok katlı yüzeylerin kalınlık ölçüm sonuçları Çizelge 4.10'da verilmiştir.

Numune kodu	Kalınlık ort. (mm)	Kalınlık std. sap.
CKY450	1,422	0,019
CKY250	0,784	0,024
CKY150	0,564	0,018
CKY610	0,522	0,013
CKY410	0,430	0,010
CKY210	0,278	0,008

Çizelge 4.10. Çok katlı yüzeylerin kalınlık ölçüm sonuçları

Çok katlı yüzeylerin sonuçları nanolif yüzeylerle benzerlik göstermektedir. Ancak çok katlı yüzeylerde kat sayısının etkisinin daha etkili olduğu söylenebilmektedir. Bu durum Şekil 4.12'de verilen numunelerin kat ve tur sayısına bağlı kalınlık değişimi ile daha iyi analiz edilebilmektedir.



Şekil 4.12. Çok katlı yüzeylerin kat ve tur saysına bağlı kalınlık değişimi

Grafikte 50 turlu ve 10 turlu numuneler ayrı ayrı verilmiştir. Burada kalınlık değişiminde hem katın hemde tur sayısının etkili olduğu söylenebilmektedir. Çok katlı yüzeylerde 50 turlu ve 10 turlu numunelerde kendi arasında bu değişim bozulmamıştır. Ayrıca 10 turlu numunelerde 20 g/m<sup>2</sup> gramaja sahip spunbond yüzeyler kullanılırken 50 turlu numunelerde 70 g/m<sup>2</sup> gramaja sahip spunbond yüzeyler kullanılmıştır. Bu durum CKY150 ve CKY210 numunelerindeki gramaj farklılığı ile görülebilmektedir. CKY150 numunesinde 2 kat spunbond kullanılmış, CKY210 numunesinde ise 3 kat spunbond kullanılmıştır. Ancak CKY150 numunesi daha az kat sayısına sahip olmasına rağmen daha kalın bulunmuştur. Çok katlı yüzeylerin kalınlığında tur sayısından çok kat sayısının daha etkili olduğu görülmüştür.

### 4.3.3. Kopma dayanımı, kopma uzaması ve Young's modülü

Kopma dayanımı, % uzama, Young's modülü testi her numune için 3 adet ölçümün ortalaması alınmıştır. Nanolif yüzeyler çok ince ve hassas olduğundan 70 g/m<sup>2</sup> gramaja sahip spunbond yüzey ile birlikte testi yapılmıştır. Nanolif yüzey testleri ASTM D 366 Tip IV<sup>B</sup> standardına göre, çok katlı yüzeyler ise ASTM D 366 Tip I standardına göre yapılmıştır. Nanolif yüzeylerin ölçüm sonuçları Çizelge 4.11'da verilmiştir.

Yapılan kopma dayanımı test sonuçları incelendiğinde referans NYPAN nanolif yüzeyin 7,61 MPa seviyesinde kopma dayanımına sahip olduğu belirlenmiştir. RGO katkılanmış nanolif yüzeylerde kopma dayanımında artış görülmemiş aksine azalma görülmüştür. Uygulanan maksimum kuvvetlerde bu duruma benzer bir sonuç vermiştir. Bu durumun, RGO katkılı nanolif yüzeylerin spunbond ile bağ yapmayıp sadece yüzeye tutunduğundan dolayı uygulanan kuvvete bireysel olarak karşı koymaları sebebiyle olabileceği düşünülmektedir.

Örnek kodu	Örnek kodu		Kopma layanımı (MPa)		Maksimum kuvvet (MPa)		ma 6)	Max. kuv. altında uzama (%)		Young's modülü (MPa)	
	( <b>mm</b> )	Değer	Ort.	Değer	Ort	Değer	Ort.	Değer	Ort.	Değer	Ort.
		6,77	_	7,64		55,49		58,49		92,31	
NYPAN	0,434	6,61	7,21	8,11	8,19	69,08	65,9	74,41	70,4	69,60	82,1
		8,25		8,82		73,23		78,16		84,47	
		7,30		7,82		66,77		68,34		81,47	
NY2510	0,398	6,44	6,19	7,56	7,51	61,31	55,9	66,49	59,2	87,57	87,1
		4,82		7,14		39,54		42,82		92,32	
		5,74		6,13		66,13		69,28		52,01	50,2
NY2515	0,424	5,55	5,75	5,84	6,05	73,21	71,7	79,85	75,6	47,22	
		5,97		6,19		75,80		77,57		51,49	
		4,77		5,37		73,44		75,34		42,60	
NY2520	0,498	5,68	5,58	6,23	6,07	64,34	66,2	66,87	68,2	71,02	63,7
		6,30		6,62		60,77		62,46		77,54	
		5,20		5,44		84,34		87,31		45,90	
NY2550	0,526	4,79	4,78	4,88	5,01	70,54	74,4	71,28	77,2	40,99	43,3
		4,34		4,70		68,18		73,16		43,14	

Çizelge 4.11. Nanolif yüzeylerin kopma dayanımı, uzaması ve Young's modülü

Nanolif yüzeylerin % uzama değerleri incelendiğinde, referans NYPAN numunesine, 10 turda RGO katkılandığında uzama değerinde düşüş, 15 turda katkılandığında ise yükseliş görülmüştür. Ayrıca 20 turda RGO katkılandığında referans numunesine yakın bir uzama değeri görülürken 50 turlu numunede uzama değeri % 74,4

ile en yüksek seviyeye ulaşılmıştır. Bu durum kopma dayanımı sonuçları ile karşılaştırıldığında, kopma dayanımındaki düşüşün kristal bölgelerin amorf bölgelere dönüşümü ile % uzama değerlerine tam tersi yönde bir etki göstermesi muhtemel bir sonuçtur. Maksimum kuvvet altındaki % uzama değerleride benzer sonuçlar göstermesiyle birlikte NY2520 Nanolif yüzeylerdeki % uzama kuvvet ilişkisi Şekil 4.13'de verilmiştir. Verilen grafikte her numune için yapılan 3 ölçümden ortalamaya yakın olan bir numune seçilmiş ve grafikte gösterilmiştir.



Şekil 4.13. Nanolif yüzeylerin uygulanan kuvvete bağlı % uzama grafiği

Young's Modülü sonuçları incelendiğinde referans NYPAN numunesi 82,1 MPa seviyesinde iken NS2510 numunesinde bu değer 87,1 MPa seviyesine yükselmiştir. Tur sayısı artıkça Young's modülü değerlerinde düşüş görülmüştür. Bu durum referans nanolif yüzeye RGO 10 tur ile katkılandığında yapının kırılgan hale geldiğini göstermiştir. Tur sayısının artması Young's modülü değerlerini düşürmüş NY2550 numunesinde 43,3 MPa seviyesine kadar düşmüştür. Bu sonuçlar tur sayısının artmasıyla nanolif yüzeyin daha esnek bir yapıya dönüştüğünü göstermiştir.

Çok katlı yüzeylerin kopma dayanımı, % uzama, Young's modülü testi birleştirilmiş yüzeylere uygulanmıştır. Katlı yüzeylerin kopma dayanımı, % uzama, Young's modülü sonuçları ise Çizelge 4.12'de verilmiştir. Çok katlı yüzeylerin maksimum uygulanan kuvvet ve % uzama grafiği Şekil 4.14'da verilmiştir. Verilen grafikte her numune için yapılan 3 ölçümden ortalamaya yakın olan bir numune seçilmiş ve grafikte gösterilmiştir.

Örnek	Numune kalınlığı	Kopma day (MPa)	anımı	Maks kuvvet	imum (MPa)	Uza (%	ma 6)	Max. ku uzam	v. altında a (%)	ı You modüli	ıng's i (MPa)
Kouu	(mm)	Değer	Ort.	Değer	Ort	Değer	Ort.	Değer	Ort.	Değer	Ort.
		4,34		12,48		89,90		71,33		37,44	
CKY450	1,422	4,28	4,08	12,31	12,0	91,71	86,7	63,57	65,1	27,57	29,01
		3,62		11,32		78,45		60,54		22,03	
		7,69		12,31		93,44		90,80		25,63	
CKY250	0,784	4,22	5,08	11,61	11,8	100,86	93,0	75,26	81,8	55,93	46,50
		3,34		11,37		84,73		79,20		57,94	
		7,22		11,00		85,22		83,24		46,97	
CKY150	0,564	8,13	7,99	10,50	10,6	86,14	88,8	76,12	76,0	49,24	49,09
		8,61		10,40		95,18		68,71		51,05	
		0,48		1,76		73,39		67,22		8,98	
CKY610	0,522	0,54	0,45	1,64	1,7	70,48	77,4	59,87	61,8	11,13	10,29
		0,34		1,72		88,23		58,35		10,75	
		0,59		7,23		71,33		61,23		10,89	
CKY410	0,430	0,36	0,54	5,52	7,1	75,03	74,2	45,10	52,8	8,82	9,29
		0,68		8,70		76,19		52,07		8,16	
		0,68		2,00		56,14		52,00		9,54	
CKY210	0,278	0,51	0,66	1,53	2,0	81,26	71,1	37,00	48,3	8,47	9,33
		0,81		2,41		75,99		56,00		9,99	

Çizelge 4.12. Çok katlı yüzeylerin kopma dayanımı, uzaması ve Young's modülü



Şekil 4.14. Çok katlı yüzeylerin maksimum uygulanan kuvvet ve % uzama grafiği

Çok katlı yüzeylerin kopma dayanımı incelendiğinde, 50 turlu numuneler ile 10 turlu numuneler arasında ters ilişki görülmüştür. Bu durumu maksimum kuvvet sonuçlarıda doğrulamaktadır. Bu ilişki Şekil 4.15'te verilmiştir. 50 turlu numunelerde kat sayısı arttıkça kopma dayanımı düşüş gösterirken 10 turlu numunelerde kat sayısı artıkça

kopma dayanımı yükselmiştir. Bu durumun çok katlı yüzeylerde kalandırlama işleminden kaynaklandığı düşünülmektedir. 50 turlu numunelerde 70 g/m<sup>2</sup> gramaja sahip spunbond yüzeyler, 10 turlu numunelerde ise 12 g/m<sup>2</sup> gramaja sahip yüzeyle kullanılmıştır. Kalandırlama işleminde 50 turlu numunelerde katların birbirini iyi tutmadığı görülürken 10 turlu numuneler tam olarak birleştirilmiştir. Bu nedenle 50 turlu numune katlarının birbirinden ayrı olduğu test sırasında gözlemlenmiştir. CKY450 numunesine ait kopma dayanımı - % uzama eğrisinde katların bireysel kopuşları görülmektedir. Katların birlikteliğinin bozulması ile kopma dayanımında düşüş görülmüştür. Benzer şekilde 50 turlu numunelerin genel olarak kopma dayanımı yüksek iken 10 turlu numunelerdeki düşüşün spunbond yüzeyin gramajından kaynaklandığı düşünülmektedir.



Şekil 4.15. Çok katlı yüzeylerin kopma dayanımları

Numunelerin % uzama değerleri incelendiğinde 50 turlu ve 10 turlu numunelerin farklı bir ilişki içinde olduğu görülmüştür. 50 turlu numunelerde kat sayısı arttıkça uzama değerleri azalmış ve 10 turlu numunelerde kat sayısının artması, % uzamayı da arttırmıştır. Ancak CKY450 numunesinde bir düşüş görülmüştür. Bu sonucun katların üniform olmayan birleşiminden kaynaklandığı düşünülmektedir. Şekil 4.16'te verilen grafikten numunede kopma gerçekleşirken, katların birlikte kopmak yerine birer birer koptuğu görülmektedir. Özelikle CKY450 numunesinde bu durum daha belirgindir. Maksimum kuvvet altındaki % uzama değerlerinde 10 turlu numunelerde kat sayısı arttıkça numunelerin % uzama değerleri düşmektedir. 50 turlu numunelerde ise % uzama değerlerine benzer durum gerçekleşmiştir.



Şekil 4.16. Çok katlı yüzeylerin % uzama sonuçları

Çok katlı yüzeylerin Young's modülü sonuçları Şekil 4.17'da verilmiştir. Bu sonuçlar incelendiğinde, 50 turlu numunelerde kat sayısının artmasıyla Young's modülü değerleri azalmış ve numuneler daha esnek bir yapı kazanmıştır. 10 turlu numunelerde ise CKY610, CKY410 ve CKY210 numuneleri sırasıyla 10,29 MPa, 9,29 MPa ve 9,33 MPa değerleri görülmüştür. CKY210 ve CKY410 numuneleri birbirine yakın sonuçlar vermekle beraber CKY610 numunesinde Young's modülü artmıştır. CKY610 numunesinin daha rijit bir yapıya sahip olduğu anlaşılmıştır. Bu sonuçlar değerlendirildiğinde genel olarak numunelerin kat sayısının artmasıyla çok katlı yüzeylerin daha esnek bir yapıya dönüşmüş olup kırılganlığının azaldığı söylenebilmektedir.



Şekil 4.17. Çok katlı yüzeylerin Young's modulü sonuçları

# 4.3.4. Çok katlı yüzeylerin hava geçirgenliği

Hava geçirgenliği, kumaşın verilen bir alanında dikey yönde, belirlenen bir zaman aralığında, belirli bir basınç altında geçen havanın akış hızı olarak ölçülmektedir. Temelde kumaşın gramajı, kalınlığı ve gözenekliliğe bağlıdır (E-tex lab, 2016). TS 391 EN ISO 9237 standardına göre dokunmamış mamuller için, hava geçirgenliği (R<sub>H</sub>), mm/s cinsinden aşağıdaki Eşitlik 4.2 kullanılarak hesaplanabilmektedir;

$$R_{\rm H} = \frac{q_{\rm V}}{A} \times 0,167 \tag{4.2}$$

 $q_v$  : Hava akış hızının aritmetik ortalaması (dm<sup>3</sup>/dk)

A : Deneye tâbi tutulan kumaş alanı (cm<sup>3</sup>)

0,167 : dm<sup>3</sup>/dk biriminden mm/s birimine geçiş için dönüştürme faktörü

Yapılan ölçümlerde numunelerin hava geçirgenlik sonuçları Çizelge 4.13'de görülmektedir.

Numuneler	Hava akış hızı ortalaması, $\overline{q_V}$ (dm <sup>3</sup> /dk)	R <sub>H</sub> (Hava geçirgenliği, mm/s )
CKY450	28	0,0935
CKY250	52	0,1737
CKY150	104	0,3474
CKY610	10	0,0334
CKY410	16	0,0534
CKY210	36	0,1202

Çizelge 4.13. Hava geçirgenliği ölçüm sonuçları

Çok katlı yüzeylerde hava geçirgenliğinin kat sayısının artmasıyla azaldığı görülmektedir. Bu beklenen bir sonuçtur. CKY450 numunesinde 5 kat spunbond 4 kat nanolif yüzey bulunurken CKY250 numunesinde 3 kat spunbond 2 kat nanolif yüzey bulunmaktadır. Dolayısıyla daha çok spunbond ve nanolif yüzeyden oluşan CKY450 numunesi 0,0935 mm/s hava geçirgenliği gösterirken, CKY250 numunesi 0,1737 mm/s hava geçirgenliği göstermiştir. Bu azalma değeri diğer tüm numunelerde de görülmektedir. Numunelerin kat ve tur sayısına bağlı olarak hava geçirgenlik değişimi Şekil 4.18'de verilmiştir.

Grafik incelendiğinde, en yüksek hava geçirgenlik değeri CKY150 numunesinde görülürken bunu sırayla CKY250, CKY210, CKY450, CKY410 ve CKY610 numuneleri

izlemiştir. Burada spunbond kat sayısının artışıyla hava geçirgenliğinde düşüş olduğu görülmektedir. Ayrıca 10 ve 50 turluk numunelerde yapılan incelemede, tur sayısının artması hava geçirgenliğinin artmasına sebep olmuştur.



Şekil 4.18. Çok katlı yüzeylerin kat ve tur sayısına bağlı olarak hava geçirgenliğinin değişimi

Tur sayısının artmasıyla numunelerin hava geçirgenliğinin azalması beklenmektedir. Fakat tur sayısının artması hava geçirgenliğinde artışa sebep olmuştur. Bu durum, 10 ve 50 turluk numunelerde farklı gramajda spunbond yüzeylerin kullanımı ile acıklanabilmektedir. 50 turluk numunelerde 70 g/m<sup>2</sup> gramaja sahip spunbond yüzevler kullanılırken 10 turluk numunelerde 12 g/m<sup>2</sup> gramaja sahip spunbond yüzeyler kullanılmıştır. Spunbond yüzeylerin gramaj değerinin artmasıyla gözeneklilik değerleride artmaktadır. Bu sebeple 70 g/m<sup>2</sup> gramaja sahip spunbond yüzeyler daha fazla hava geçişine izin vermektedir. Düşük gözenekliliğe sahip 12 g/m<sup>2</sup> gramajındaki spunbond yüzeylerde elektro çekim cihazı ile yüksek turlara çıkıldığında konstrüksiyondan dolayı toplanmalar ve büzüşmeler yaşanmaktadır. Bu sebeple yüksek turlu numunelerde 70 g/m<sup>2</sup> gramaja sahip spunbond yüzeyler kullanılmıştır.

#### 4.3.5. Elektriksel iletkenlik

P(AN-VAc)/RGO numunelerinin yüzeysel iletkenlikleri TS EN 1149/1 standardına göre ve bunların birleştirilmesi ile oluşan çok katlı nanolif yüzeylerin hacimsel iletkenlikleri TS EN 1149/2 standardına göre yapılmıştır. Yüzeysel ve hacimsel iletkenlik ölçüm sonuçları iki bölüm olarak ayrı ayrı verilmiştir.

## 1.3.5.1. Yüzeysel iletkenlik

Yüzeysel iletkenlik ölçümü yapılırken kalınlık dikkate alınmaz, voltaj değeri cihaza girilip ölçüm yapılmaktadır. Her ne kadar yüzeysel ölçümlerde kalınlık hesaba katılmasa dahi hem yüzeysel hemde hacimsel testlerde numune kalınlığının önemli bir etken olduğu görülmüştür. Diğer bir ifadeyle çalışmada birbirine yakın kalınlıktaki numunelerin kıyaslanması daha doğru olacaktır. Yapılan testlerde, elde edilen yüzeysel direnç ve iletkenlik ölçüm sonuçları Çizelge 4.14'te verilmiştir.

Numune kodu	Numune kalınlığı (mm)	Direnç (ohm)	Ort. direnç (ohm)	İletkenlik (Siemens)	Ort. iletkenlik (Siemens)
		7,257 x 10 <sup>12</sup>	_	1,378 x 10 <sup>-13</sup>	
		6,858 x 10 <sup>12</sup>		1,458 x 10 <sup>-13</sup>	
NYPAN	0,434	6,829 x 10 <sup>12</sup>	6,837 x 10 <sup>12</sup>	1,464 x 10 <sup>-13</sup>	1,464 x 10 <sup>-13</sup>
		6,606 x 10 <sup>12</sup>		1,514 x 10 <sup>-13</sup>	
		6,633 x 10 <sup>12</sup>		1,508 x 10 <sup>-13</sup>	
		1,485 x 10 <sup>9</sup>		6,735 x 10 <sup>-10</sup>	
		1,456 x 10 <sup>9</sup>		6,867 x 10 <sup>-10</sup>	
NY2510	0,398	1,461 x 10 <sup>9</sup>	1,471 x 10 <sup>9</sup>	6,845 x 10 <sup>-10</sup>	6,801 x 10 <sup>-10</sup>
		1,433 x 10 <sup>9</sup>		6,977 x 10 <sup>-10</sup>	
		1,520 x 10 <sup>9</sup>		6,580 x 10 <sup>-10</sup>	
	0,424	1,241 x 10 <sup>9</sup>	1,294 x 10 <sup>9</sup>	8,058 x 10 <sup>-10</sup>	7,732 x 10 <sup>-10</sup>
		1,313 x 10 <sup>9</sup>		7,617 x 10 <sup>-10</sup>	
NY2515		1,317 x 10 <sup>9</sup>		7,595 x 10 <sup>-10</sup>	
		1,305 x 10 <sup>9</sup>		7,661 x 10 <sup>-10</sup>	
		1,294 x 10 <sup>9</sup>		7,727 x 10 <sup>-10</sup>	
	0,498	1,276 x 10 <sup>9</sup>	1,278 x 10 <sup>9</sup>	7,840 x 10 <sup>-10</sup>	7,835 x 10 <sup>-10</sup>
		1,305 x 10 <sup>9</sup>		7,663 x 10 <sup>-10</sup>	
NY2520		1,336 x 10 <sup>9</sup>		7,487 x 10 <sup>-10</sup>	
		1,261 x 10 <sup>9</sup>		7,928 x 10 <sup>-10</sup>	
		1,211 x 10 <sup>9</sup>		8,259 x 10 <sup>-10</sup>	
NY2550	0 0,526	0,721 x 10 <sup>9</sup>	0,719 x 10 <sup>9</sup>	13,86 x 10 <sup>-10</sup>	13,90 x 10 <sup>-10</sup>
		0,726 x 10 <sup>9</sup>		13,77 x 10 <sup>-10</sup>	
		0,711 x 10 <sup>9</sup>		14,06 x 10 <sup>-10</sup>	
		0,719 x 10 <sup>9</sup>		13,91 x 10 <sup>-10</sup>	
		0,719 x 10 <sup>9</sup>		13,91 x 10 <sup>-10</sup>	

Çizelge 4.14. Nanolif yüzeylerin direnç ve iletkenlik ölçüm sonuçları

Test sonuçları incelendiğinde, referans yalıtkan P(AN-VAc) numunesinin (NYPAN) iletkenliğinin 1,464 x 10<sup>-13</sup> siemens olduğu görülmüştür. En düşük iletkenliğe

10 turlu NY2510 numunesi sahip iken en yüksek iletkenliğe ise 50 turlu NY2550 numunesi sahip olmuştur. İletkenlik tur sayısının artmasıyla artış göstermiştir.

Ölçümlerde 10, 15 ve 20 turlu numunelerin iletkenliğinin yaklaşık 6,8 x 10<sup>-10</sup> - 7,8 x 10<sup>-10</sup> aralığında iken artış miktarı daha az miktarda olsa da 50 turlu numune ile 13,90 x 10<sup>-10</sup> Siemens seviyesine kadar ulaşılmıştır. RGO nano parçacıklarının P(AN-VAc) içerisinde aşağı ve yukarı doğru iletken yollar oluşturmaya başlaması ve parçacıkların yüzey üzerine dağıtılması ile iletkenlikte artış sağlanmaktadır. Çizelge 4.15'te P(AN-VAc)/RGO nanolif yüzeylerin bazı önemli özellikleri verilmiştir.

Numune kodu	Numune kalınlığı	Tur sayısı	İletkenlik
NY2510	0,012	10	6,801E-10
NY2515	0,038	15	7,732E-10
NY2520	0,112	20	7,835E-10
NY2550	0,140	50	1,390E-09

Çizelge 4.15. P(AN-VAc)/RGO Nanolif yüzeylerin numune kalınlığı, tur sayısı ve iletkenliği

Çizelgede verilen bilgiler ile numunelerin tur sayısına göre iletkenlik değişim Şekil 4.19'da verilmiştir.





P(AN-VAc)/RGO nanolif yüzeylerin tur sayısına göre iletkenlik değişim grafiğinde, iletkenliğin tur sayısına göre artışında doğrusal bir eğilim görülmüştür. Tur sayısının 10 turdan 15 tura çıkmasıyla nispeten yüksek bir iletkenlik artışı olmuş ancak 20 turda daha az bir iletkenlik artışı gerçekleşmiştir. Özellikle 50 turlu numunede maksimum iletkenliğe ulaşmış ve diğer numunelere göre yüksek oranda bir artışı

göstermiştir. Şekil 4.19'da noktalı çizgi ile verilen regresyon doğrusundan da İletkenliktur sayısı arasında doğrusal bir ilişki olduğu görülmektedir. Korelasyon katsayısının (r = 0,9933) 1'e yakın çıkması iletkenlik ile tur sayısı arasında çok kuvvetli bir ilişki olduğu anlamına gelmektedir. Ayrıca belirlilik katsayısı ( $r^2 = 0,9867$ ) iletkenlikteki artışın %98,67 tur sayısındaki artıştan kaynaklandığını göstermektedir. Tur sayısı, her ne kadar çok iğneli elektro çekim cihazının bir parametresi olarak görülse dahi yüzey üzerine hazırlanan P(AN-VAc)/RGO karışımının çekilme miktarı ile ilgilidir. Başka bir ifade ile tur sayısının artması ile yüzeyde biriken veya katkılanan RGO miktarı artmaktadır. Bu sebeple tur sayısının artışını, nanolif yüzey içerisindeki RGO artışı gibi düşünmek doğru olacaktır. Bu çıkarım ile nanolif yüzey içerisinde kullanılan RGO miktarı arttıkça iletkenliğin arttığı söylenebilmektedir.



Şekil 4.20. P(AN-VAc)/RGO nanolif yüzeylerin kalınlığına göre iletkenlik değişim grafiği

Şekil 4.20'de nanolif yüzeylerin kalınlığına göre iletkenlik değişim grafiği verilmiştir. Nanolif yüzeylerde kalınlık aslında tur sayısı ile ilişkilidir. Tur sayısının artmasıyla nanolif yüzey içerisindeki liflerin miktarı artar, dolayısıyla numune kalınlığı da artmış olmaktadır. Numune kalınlığı ile iletkenliği arasındaki ilişki incelendiğinde, tur sayısına benzer bir sonuç görülmektedir. Ancak 10 turlu numunede 0,012 mm kalınlık değeri görülürken 15 turlu numunede 0,038 mm kalınlık ölçümü yapılmıştır. Benzer şekilde 20 turlu numunede, yaklaşık 0,062 mm dolaylarında beklenen kalınlık 0,112 mm olarak ölçülmüştür. Bu değer beklenen sonucun yaklaşık iki katıdır. Dolayısıyla kalınlıktaki bu artış numunenin beklenen iletkenliğini düşürmüştür. Genel olarak bu sonuçlardan yüzeysel iletkenlik ölçümlerinde kalınlığın da etkili olduğu söylenebilir.

# 1.3.5.2. Hacimsel iletkenlik

Çok katlı yüzeylerin hacimsel direnç ve iletkenlik ölçüm sonuçları Çizelge 4.16'da verilmiştir.

Numune Kodu	Numune Kalınlığı (mm)	Direnç (ohm/cm) (x10 <sup>12</sup> )	Ort. Direnç (ohm/cm) (x10 <sup>12</sup> )	İletkenlik (S/cm) (x10 <sup>-13</sup> )	Ort. İletkenlik (S/cm) (x10 <sup>-13</sup> )
		0,818		12,22	
		0,763		13,11	
CKY450	1,422	0,751	0,778	13,31	12,86
		0,757		13,21	
		0,804		12,43	
_		1,106	_	9,038	
		1,094		9,141	
CKY250	0,784	1,223	1,150	8,176	8,714
		1,208		8,280	
		1,119		8,935	
		1,614		6,196	
		1,607		6,223	
CKY150	0,564	1,593	1,574	6,278	6,360
		1,566		6,387	
		1,489		6,714	
		1,884		5,307	
		1,855		5,392	
CK610	0,522	1,784	1,862	5,605	5,374
		1,925		5,195	
		1,862		5,370	
		2,437		4,104	
		2,528		3,955	
CKY410	0,430	2,447	2,777	4,087	4,086
		2,225		4,494	
		2,638		3,791	
		3,219		3,106	
		2,945		3,396	
CKY210	0,278	3,060	3,100	3,268	3,229
		3,126		3,199	
		3,149		3,176	

Çizelge 4.16. Çok katlı yüzeylerin hacimsel direnç ve iletkenlik ölçüm sonuçları

Bu ölçüm tekniğinde numune kalınlığı önemli bir etkendir. Yönteme göre elektriksel iletkenlik ölçümü yapılacak numune ölçüm hücresinin alt plakasına yerleştirilerek üstüne diğer plaka gelecek şekilde kapatılmaktadır. Cihaza güç verildiğinde elektronlar alt plakadan üst plakaya doğru geçmektedir. Bu aşamada karşıya

geçen elektronların miktarına göre iletkenlik değeri okunmaktadır. Hacimsel iletkenlikleri ölçülecek numunelerin alt ve üst tarafı yalıtkan polipropilen spunbond yüzeyler ile kapatılmıştır. Ayrıca numunelerin iç katmanlarına nanolif kat sayısına göre yalıtkan spunbond yüzeyler eklenmiş ve birleştirilmiştir. Bu sebeple yapılan ölçümde elektronlar alt plakadan üst plakaya geçişte yalıtkan olan spunbond tabakasına karsılastığı her carpmaktadır. Elektronlar spunbond tabakasında aynı olay gerçekleştiğinden numunelerin direnç değeri yükselmektedir. Dolayısıyla iletkenlik düşüşü gerçekleşmektedir. Yüzeysel ölçümlerde aynı iletken P(AN-VAc)/RGO nanolif yüzeyi kullanılsa da çok katlı yüzeylerde (CKY) spunbond katmanlarından dolayı iletkenlik düşüşü meydana gelmektedir. Bununla birlikte çok katlı numuneler kendi aralarında karsılaştırıldığında katman sayısının artmasıyla genel bir direnç düsüsü dolayısı ile iletkenlik değerlerinde artış görülmektedir.

Numuneler, 50 turlu 4 katlı (CKY450), 2 katlı (CKY250), 1 katlı (CKY150) ve 10 turlu 6 katlı (CKY610), 4 katlı (CKY410), 2 katlı (CKY210) olmak üzere iki sınıfa ayrılabilmektedir. Bu numunelerin sonuçları kendi arasında incelendiğinde, 50 turlu numunelerden en yüksek iletkenlik değeri CKY450 numunesinde görülür iken en düşük iletkenlik değeri CKY150 numunesinde görülmektedir. Benzer şekilde 10 turlu numunelerde en yüksek iletkenlik değeri CKY610 numunesinde görülür iken en düşük iletkenlik değeri CKY210 numunesinde görülmektedir. Bu ilişkinin daha iyi görülebilmesi için Şekil 4.21'da numunelerin kat sayısına göre iletkenlik değişimi verilmiştir.



Şekil 4.21. Çok katlı yüzeylerde kat sayısına bağlı olarak iletkenlik değişimi

Grafik incelendiğinde 10 turlu ve 50 turlu numunelerin kat sayısına göre iletkenlik eğrilerinin birbirinden ayrıldığı görülmektedir. Beklendiği gibi her iki tur sayısında da kat sayılarının artmasıyla iletkenlik değeri artmaktadır. Numunelerin kat-iletkenlik ilişkilerinin doğrusal eğilimlerine bakıldığında, 50 turlu numunelerde 10 turlu numunelere göre daha yüksek bir eğilim olduğu görülmektedir.

Numunelerin tur sayıları arasındaki ilişki incelendiğinde, CKY450 ve CKY410 numuneleri aynı kat sayısına sahip olmasına rağmen CKY450 numunesinin iletkenlik sonuçları daha yüksek bulunmuştur. Benzer şekilde CKY250 ve CKY210 numuneleri aynı kat sayısına sahip iken CKY250 numunesinin tur sayısının CKY210 numunesinden fazla olması ile birlikte iletkenlik değeri de yüksek çıkmıştır.

Nanolif yüzeylerden farklı olarak çok katlı yüzeylerde RGO miktarı ile iletkenlik değişimi arasındaki ilişkiyi görmek için her numunedeki toplam kat ve tur sayısından hesaplanan toplam tur sayısı kullanılarak karşılaştırma yapılmıştır. Çok katlı yüzeylerde uygulanan toplam tur sayısı Denklem 1.2'ye göre hesaplanmıştır.

$$Toplam Tur Sayısı = Kat Sayısı x Tur Sayısı$$
(1.2)

Her numuneye uygulanan toplam tur sayısı Denklem 1.2'ye göre çok katlı yüzeyde kullanılan kat sayısının ve tur sayısının çarpımı ile hesaplanarak sonuçlar Çizelge 4.17'de verilmiştir.

Numune kodu	Numune kalınlığı	Kat sayısı	Tur sayısı	Toplam tur sayısı	İletkenlik
CKY450	1,422	4		200	1,286E-12
CKY250	0,784	2	50	100	8,714E-13
CKY150	0,564	1		50	6,360E-13
CKY610	0,522	6		60	5,374E-13
CKY410	0,430	4	10	40	4,086E-13
CKY210	0,278	2		20	3,229E-13

Çizelge 4.17. Çok katlı yüzeylerin bazı özellikleri ve toplam tur sayıları

Çok katlı yüzeylerde iletkenliğin uygulanan toplam tur sayısına göre değişimi Şekil 4.22'de görülmektedir. Grafik incelendiğinde en düşük toplam tur sayısına sahip olan CKY210 numunesinde en düşük iletkenlik değeri görülür iken en yüksek toplam tur sayısına sahip CK450 numunesinde en yüksek iletkenlik değeri görülmektedir. Toplam tur sayısına bağlı olarak bağlı olarak iletkenlik değişiminin doğrusal eğilim çizgisi (regresyon doğrusu) grafikte verilmiştir.



Şekil 4.22. Çok katlı yüzeylerde toplam tur sayısına bağlı olarak iletkenlik değişimi

CK610 numunesinde toplam 60 tur uygulanırken CKY150 numunesinde toplam 50 tur uygulanmıştır. Uygulanan toplam tur sayısının birbirine yakın olmasıyla birbirine yakın iletkenlik değeri göstermiş ancak daha az toplam tur sayısına sahip olan CKY150 numunesinin (50 tur) iletkenliği CKY610 numunesinden (60 tur) daha yüksek çıkmıştır. Bu durum çok katlı yüzeyler içerisinde kullanılan yalıtkan spunbond dokusuz yüzeylerinden kaynaklanmaktadır. CKY150 numunesinde sadece alt ve üst tabakada spunbond kullanılmıştır. CKY610 numunesinde ise alt ve üst tabakalar dahil toplam 7 adet spunbond yüzey kullanılmıştır. Konu girişinde bu iletkenlik ölçüm yönteminden kaynaklı olarak yalıtkan spunbond yüzeylerin fazla olması numunelerin iletkenliğini düşürdüğünden bahsedilmiştir. CKY150 ve CKY610 numuneleri arasındaki ilişki bu durumu açıklamaktadır.

Yapılan hacimsel iletkenlik testinde en yüksek iletkenlik beklendiği gibi en yüksek toplam tur sayısına sahip CKY450 numunesinde 12,86 x 10<sup>-13</sup> S/cm değeri ile görülmüştür. En düşük iletkenlik değeri ise 10 turlu en düşük kat sayısına sahip olan CKY210 numunesinde 3,229 x 10<sup>-13</sup> S/cm değeri ile ölçülmüştür.

Şekil 4.23'de çok katlı yüzeylerde kalınlığa bağlı olarak iletkenlik değişim grafiği verilmiştir. Genel olarak, numune kalınlığının artmasıyla tüm numunelerde iletkenlik değeri artmıştır. Numune kalınlığı – iletkenlik ilişkisi noktalı çizgi ile verilen regresyon doğrusu incelendiğinde, belirtilen doğrusal ilişki görülmüştür. Korelasyon katsayısının (r = 0,986) 1'e yakın çıkması iletkenlik ile numune kalınlığı arasında çok kuvvetli bir ilişki olduğunu doğrulamaktadır. Ayrıca belirlilik katsayısı (r<sup>2</sup> = 0,9721) iletkenlikteki artışın %97,21 numune kalınlığındaki artıştan kaynaklandığını göstermektedir.



Şekil 4.23. Çok katlı yüzeylerde kalınlığa bağlı olarak iletkenlik değişimi

Çok katlı yüzeyler içerisinde 50 turlu numunelerde 70 g/m<sup>2</sup> gramajına sahip, 10 turlu numunelerde ise 12 g/m<sup>2</sup> gramajına sahip spunbond yüzeylerin kullanıldığı önceki bölümlerde belirtilmiştir. Bu sebeple 10 ve 50 turlu çok katlı yüzeyler arasındaki kalınlık değişimi farklı olmakla birlikte kalınlık ile iletkenlik değişimi arasındaki ilişki, toplam tur sayısı ile iletkenlik arasındaki ilişkiye benzer sonuçlar göstermiştir. Dolayısıyla CKY610 numunesi CKY150 numunesinden daha fazla kat sayısına sahip olmasına rağmen CKY150 numunesinin daha kalın olduğu ve iletkenlik değerinin de kalınlık değeri gibi daha yüksek olduğu tespit edilmiştir. Bu durum 50 turlu numunelerin 10 turlu numunelere göre daha yüksek iletkenlik değeri göstermesini doğrulamakla birlikte çok katlı yüzeylerin iletkenliğinde kat sayısından ziyade tek katmandaki tur sayısının daha önemli olduğunu ortaya çıkarmıştır. Başka toplam tur sayısı daha az olmasına rağmen tek kata sahip olan CKY150 numunesinin, 6 kata sahip olan CKY610 numunesine göre daha iletken olması katlar arasındaki yalıtkan spunbond yüzeyler iletkenlik değerindeki düşüşün sebebini açıklamaktadır.

#### 5. SONUÇLAR VE TARTIŞMA

Bu çalışmada elde edilen bulgular ve sonuçlar üç başlık altında toplanmıştır. Öncelikle sentezlenmiş olan GO ve RGO'nun karakterizasyonu yapılmıştır. Üretilen RGO'nun P(AN-VAc) polimeri ile etkileşimi analiz edilmiş ve sonuçlar tartışılmıştır. Son olarak üretilen P(AN-VAc)/RGO nanolif yüzeylerin ve çok katlı olarak birleştirilen yüzeylerin mekanik, fiziksel ve iletkenlik sonuçları tartışılmıştır.

## 5.1. Grafen Oksit ve İndirgenmiş Grafen Oksit Karakterizasyonu

Bu çalışmada öncelikle grafitten grafen oksit (GO) elde edilmiştir. GO'nun SEM analizinde karbonun katmanlı yapılar görülmüştür. EDX analizinde % 48,35 karbon ve % 23,60 oksijen elementi tespit edilmiş, C/O oranın yaklaşık 2,11 olması foksiyonel grupların oluşumunu desteklemiştir. GO'nun karakteristik pikleri FTIR spektroskopisinde görülmüş ve görünen bağ yapıları GO yapısını doğrulamıştır. Raman spektroskopisinde GO'ya ait olan D ve G bandı görülmüş, I<sub>D</sub>/I<sub>G</sub> oranı 1,106 olarak tespit edilmiştir. XRD analizinde beklendiği gibi  $2\theta = 10,5524^{\circ}$ 'de pik elde edilmiştir. TGA analizinde ise % 29,7'lik bir kalıntı miktarı vermiş olan GO, beklenen ısıl davranışı göstermiştir.

İndirgenmiş grafen oksit (RGO) elde etmek için üretilen GO, kimyasal yöntem ile indirgenmiştir. İndirgeme işlemi sonucunda RGO'nun SEM görüntülerinden GO'ya göre daha kıvrımlı ve dağılmış katmanlı yapılar görülmüştür. EDX element analizinde % 89,68 karbon, % 6,72 oksijen ve C/O oranın 13,73'e kadar çıkması ile GO'ya ait fonksiyonel grupların bozundurulduğu anlaşılmıştır. FTIR spektroskopisinde GO'ya ait bazı pikler yok olmuş yerine –OH ve C=C gerilmeleri kaldığı görülmüştür. İndirgeme reaksiyonu ile GO yapılarındaki foksiyonel grupların bağları bozundurularak daha az katmanlı RGO yapıların oluştuğu tespit edilmiştir. Raman spektroskopisinde RGO'nun karakteristik yapısında bulunan D ve G bandı görülmüş ve I<sub>D</sub>/I<sub>G</sub> oranı 1,119 olarak tespit edilmiştir. Raman spektroskopisinde I<sub>D</sub>/I<sub>G</sub> oranının yükselmesiyle indirgeme reaksiyonu sonucu uzaklaşan foksiyonel grupların yerine yeni düzenli yapıların oluştuğu anlaşılmıştır. XRD analizinde GO'ya ait 2θ = 10,5524°'de görülen pik kaybolmuş yerine 2θ=26,1051°'de pik görülmüştür. Ayrıca GO'da görülen d mesafesi 0,83 nm'den 0,36 nm'ye kadar düşüş göstermiş, bu durum GO yapısındaki katmanların bozundurularak katmanlar arası mesafenin düşmesi olarak yorumlanmıştır. TGA analizinde GO'nun % 29,7'lik kalıntı miktarının aksine RGO'da bu oran % 87,4'e kadar yükselmiştir. Karbon oranının artması ile RGO daha kararlı bir yapı haline gelmiş olup ısısal davranışı iyileşmiştir.

GO ve RGO'nun yapılan tüm analizlerde literatür ile uyumlu olduğu görülmüş ve başarılı bir şekilde RGO'nun sentezlendiği anlaşılmıştır. Böylece üretilen RGO ağırlıkça % 25 oranında, P(AN-VAc) polimeri ile karışım oluşturulmuş ve bu karışımdan çok elektro çekim cihazı ile nano yüzeyler üretilmiştir. Üretilen P(AN-VAc)/RGO %25 nanolif yüzeyin ve kıyaslamak amacıyla P(AN-VAc) polimerinin analizleri yapılmıştır.

#### 5.2. Nanolif ve Çok Katlı Yüzeylerin Yapısal Karakterizasyonu

P(AN-VAc) ve P(AN-VAc)/RGO nanolif yüzeylerin SEM görüntüleri incelendiğinde liflerin üniform olarak oluştuğu yüzeyde rastgele dağıldığı görülmektedir. P(AN-VAc)/RGO nanolif yüzeyde nanolifler arasında RGO nano parçacıkları görülmüş ve RGO katkısıyla ortalama lif çapının 38 nm azaldığı görülmüştür. EDX analizinde P(AN-VAc) ve P(AN-VAc)/RGO yapılarında azot, karbon, oksijen elementleri tespit edilmiştir. P(AN-VAc) polimeri içerisine RGO eklenmesiyle karbon ve oksijen miktarlarında artış azot miktarında ise azalma görülmüştür. FTIR analizinde P(AN-VAc) polimerine ait karakteristik bağ yapıları görülmüştür. Ayrıca P(AN-VAc)/RGO nanolif yüzeyinde, P(AN-VAc) polimerinde gözlenen bazı piklerin kaybolduğu görülmüş ve RGO katkısını destekleyen C=C bağının dalga sayısında kayma tespit edilmiştir. DSC analizinde ise P(AN-VAc) nanolif yüzeyde ekzotermik reaksiyon bandı 302 °C'den RGO eklemesiyle 323 °C'ye kadar yükselmiştir. Bu durumdan, RGO'nun polimerin faz değişimine başlama sıcaklığını arttırdığı anlaşılmıştır. Ayrıca polimerin faz değişimi için gerekli ısı akışında kayda değer bir değişim görülmemiştir. TGA analizinden P(AN-VAc) nanolif yüzeyine RGO katkılanmasıyla bozunmaya başlama sıcaklığında 27 °C, varılanma sıcaklığını ise 99 °C artırdığı tespit edilmiştir. Ayrıca RGO katkısı nanolif yüzeyin 800 °C sonrasında kalıntı madde miktarını % 7,06 oranında artırmıştır. dTGA analizinde bozunma hızını gösteren pik noktası maksimum sıcaklığı 318 °C'den, nanolife RGO eklenmesi ile 325 °C'ye kadar artış göstermiştir. Bununla birlikte en yüksek oranda bozunduğu sıcaklıktaki pik değeri azalmış ve TGA analiz sonuçları desteklenmiştir.

Analizler sonucunda üretilen RGO katkısının P(AN-VAc) nanolif yüzeyin özelliklerini bozmadığı aksine daha ince nanolifler elde edilmiş olup elde edilen yüzeyin termal ve ısısal özellikleri olumlu yönde değişmiştir. P(AN-VAc)/RGO nanolif yüzeylerin bir kısmı farklı çalışma sürelerinde üretilmiş bir kısmı ise çok katlı olarak bir

araya getirilmiştir. Hem farklı çalışma sürelerindeki (tur sayısı) nanolif yüzeyler hemde spunbond ile birleştirilen nanolif yüzeylerin fiziksel, mekanik ve elektriksel testleri yapılmıştır.

### 5.3. Nanolif ve Çok Katlı Yüzeylerin Fiziksel, Mekanik ve İletkenlik Özellikleri

P(AN-VAc)/RGO nanolif yüzeylerin gramaj ölçümleri sonucunda, yüzeylerin uygulanan tur sayılarına göre gramajlar artış göstermiştir. Ayrıca çok katlı nanolif yüzeylerin kat sayısının artmasıyla gramaj değerleri artmıştır. En yüksek gramaj nanolif yüzeyler 50 turlu NY2550 numunesinde ölçülmüş, çok katlı yüzeylerde ise 4 katlı CKY450 numunesinde ölçülmüştür.

Kalınlık ölçümünde ise yine tur sayının armasıyla artış olduğu görülmüştür. Çok katlı yüzeylerin kalınlık ölçümünde kat sayısının daha etkili olduğu görülmekle birlikte kullanılan spunbond yüzeyin gramaj değerininde sonuca etki ettiği tespit edilmiştir.

Kopma dayanımı test sonuçlarında nanolif yüzeylerde P(AN-VAc) polimerine RGO katkılanmasıyla kopma dayanımında düşüş görülmüştür. RGO nano parçacıklarının nanolifler arasındaki kristal yapıyı bozduğu, bu sebeple kopma dayanımına olumlu bir etki yapmadığı anlaşılmıştır. Çok katlı nanolif yüzeylerde, 50 turlu numunelerde kat sayısı arttıkça kopma dayanımı düşüş gösterirken 10 turlu numunelerde kat sayısı artıkça kopma dayanımı yükselmiştir. Bu durumun çok katlı yüzeylerde kalandırlama işleminden kaynaklandığı düşünülmektedir. 50 turlu numunelerde 70 g/m<sup>2</sup> gramaja sahip spunbond yüzeyler, 10 turlu numunelerde ise 12 g/m<sup>2</sup> gramaja sahip yüzeyle kullanılmıştır. Kalandırlama işleminde 50 turlu numunelerde katların birbirini iyi tutmadığı görülürken 10 turlu numuneler tam olarak birleştirilmiştir. Bu nedenle 50 turlu numune katlarının birbirinden ayrı olduğu test sırasında gözlemlenmiştir. Ayrı yüzeylerde katların bireysel kopuşları görülürken tam birleşmiş yüzey katları birlikte koptuğu görülmüştür. Bu sebeple bireysel kopuşlardan kaynaklanan stabil olmayan kopma dayanımları tespit edilmiştir.

Nanoliflerin % uzama değerlerinde düşük tur sayılarında anlamsız bir dağılım gözlemlenmesine rağmen en yüksek % uzama değeri NY2550 numunesinde görülmüştür. Bu sonuçtan RGO katkısı nanoliflerin uzama değerlerini desteklediği anlaşılmıştır. Çok katlı yüzeylerin % uzama testinde, 50 turlu numunelerde kat sayısı arttıkça % uzama değerleri azalmış ve 10 turlu numunelerde ise kat sayısının artması ile % uzamada artmıştır. Bu durum 50 turlu numunelerin üniform olmayan birleşiminden kaynaklandığı

düşünülmektedir. Maksimum kuvvet altındaki % uzama değerleride benzer sonuçlar göstermiştir.

Young's modülü sonuçlarında 10 turlu numunede referans numunenin üzerinde bir sonuç görülmesine rağmen tur sayısının artmasıyla nanolif yüzeylerin Young's modülü artmış ve daha esnek yüzeylere dönüştüğü tespit edilmiştir. Çok katlı yüzeylerin Young's modülü sonuçlarında 50 turlu numunelerde kat sayısının artmasıyla Young's modülü değerleri azalmış ve numuneler daha esnek bir yapı kazanmıştır. Bununla birlikte 10 turlu numunelerde 6 katlı CKY610 numunesinin diğer numunelere oranla Young's modülü değeri artmış ve daha rijit bir yapı elde edildiği anlaşılmıştır. CKY210 ve CKY410 numuneleri birbirine yakın sonuçlar vermiştir.

Çok katlı yüzeylerde, kat sayısının artmasıyla hava geçirgenliğinin azaldığı görülmüştür. En yüksek hava geçirgenlik değeri en düşük kat sayısına sahip CKY150 numunesinde görülürken en yüksek kat sayısına sahip CKY610 numunesinde görülmüştür. Ayrıca 10 ve 50 turluk numunelerde tur sayısının artması hava geçirgenliğinin artmasına sebep olmuştur. Tur sayısının artmasıyla numunelerin hava geçirgenliğinin azalması beklenmektedir. Fakat tur sayısının artması hava geçirgenliğinde artışa sebep olmuştur. Bu durum, 10 ve 50 turluk numunelerde farklı gramajda spunbond yüzeylerin kullanımı ile açıklanabilmektedir. 50 turluk numunelerde 70 g/m<sup>2</sup> gramaja sahip spunbond yüzeyler kullanılmıştır. Spunbond yüzeylerin gramaj değerinin artmasıyla gözeneklilik değerleride artmaktadır. Bu sebeple 70 g/m<sup>2</sup> gramaja sahip spunbond yüzeyler kullanılmıştır.

Nanolif yüzeylerde yapılan iletkenlik testlerinde, referans P(AN-VAc) numunesinde 1,464 x 10<sup>-13</sup> siemens iletkenlik değeri ölçülmüş ve tur sayısının artmasıyla iletkenlik değeri artmıştır. En yüksek tur sayısına sahip NY2550 numunesinde 1,390 x 10<sup>-9</sup> siemens iletkenlik değeri ölçülmüştür. Ayrıca numune kalınlığı ile iletkenlik arasındaki ilişki incelenmiş ve numune kalınlığının armasıyla iletkenliğin artığı tespit edilmiştir. Çok katlı nanolif yüzeylerin iletkenlikleri nanolif yüzeylere göre düşük ölçülmüştür. Yapılan iletkenlik ölçüm tekniğinde iletkenlik ölçümü iki plaka arasındaki elektron hareketine göre yapıldığından çok katlı yüzeylerde kullanılan yalıtkan spunbond katmanları iletkenlik seviyesini düşürmüştür. Ancak numunelerde genel bir iletkenlik düşüş görülmesine rağmen kendi aralarında beklenen iletkenlik değerlerini göstermiştir. İletkenlik, kat sayısının artmasıyla artış göstermiştir. Ancak numunelerde tur sayısının daha etkili olduğu görülmüştür. Yapılan testte 50 turlu numunelerin iletkenliği 10 turlu numunelerin iletkenliğinden daha yüksek değerde ölçülmüştür. Ayrıca 50 ve 10 turlu numuneler kat sayısına bağlı olarak iletkenlik değerleride artmıştır. En yüksek iletkenlik değeri 50 turlu numunelerde 1,286 x  $10^{-12}$  S/cm değeri ile CKY450 numunesinde görülürken 10 turlu numunelerde 5,37 x  $10^{-13}$  S/cm değeri ile CKY610 numunesinde görülmüştür.

Bununla birlikte çok katlı yüzeylerde, uygulanan tur sayısının tam olarak tespit edilebilmesi için toplam tur sayısı hesaplanmış, 50 turlu numunelerin 200, 100 ve 50, 10 turlu numunelerin ise 60, 40 ve 20 toplam tur sayısına sahip olduğu görülmüştür. Toplam tur sayısının artmasıyla iletkenliğin arttığı görülmüştür. En düşük toplam tur sayısına sahip olan CKY210 numunesinin en düşük iletkenlik değerine, en yüksek toplam tur sayısına sahip CK450 numunesinin ise en yüksek iletkenlik değerine sahip olduğu belirlenmiştir. Ek olarak çok katlı yüzeylerde numune kalınlığının iletkenlik ile ilişkisi incelenmiş ve numune kalınlığının arttıkça iletkenliğin arttığı tespit edilmiştir. Tüm bu sonuçlardan tur sayısı, kat sayısı, toplam tur sayısı ve numune kalınlığının P(AN-VAc)/RGO ile ilişkisi incelendiğinde, belirtilen parametrelerin artmasıyla numune içerisinde kullanılan P(AN-VAc)/RGO miktarıda artmaktadır. Dolayısıyla yapılarda kullanılan RGO miktarıda artmaktadır. İletkenliği sağlayan RGO miktarının artışıyla tüm incelenen parametrelerde iletkenlik değerleri artmıştır.

Günlük yaşantımızın her yerinde kullanılan iletken esnek yüzeylerin gün geçtikçe kullanım alanları artmakta ve buna bağlı olarak performans gereksinimleri yükselmektedir. Bu nedenle her geçen gün araştırmacılar/kurumlar/şirketler bu tür malzemeleri alternatif hammaddeler ve farklı üretim teknikleri ile geliştirmeye ve üretmeye çalışmaktadır. Bu projede üretilen malzeme yapılan sonuç analizi ve tartışma ile beklenen sonuçları verdiği tespit edilmiş ve elde edilen bulgulardan polimer esaslı grafen katkılı iletken kompozit malzemenin başarılı bir şekilde üretildiği belirlenmiştir. Beklenen iletkenlik değerlerini vermesiyle birlikte mekanik ve fiziksel testlerinde üretilen kompozit malzemenin muhtemel kullanım alanları ile ilgili bilgilere ulaşılmıştır. Bu proje ile üretilen iletken kompozit malzemenin muhtemel kullanım alanları ile ilgili bilgilere ulaşılmıştır. Bu proje

• İletkenlik gereksinimi olan tasarım ve dekorasyon uygulamalarında
- Elektronik giysi yapımında
- Zemin altı ısıtma sistemlerinde
- Antistatik filtrelerde
- İnsanların zararlı elektromanyetik dalgalara karşı korunmasında
- Hassas cihazların elektromanyetik dalgalara karşı korunmasında
- Gaz sensörlerinde
- Basınç sensörlerinde

Kompozit malzemelerin ileri teknoloji katma değeri yüksek ürünleri incelendiğinde, polimer esaslı ürünlerin daha çok kullanıldığı görülmektedir. Proje ile üretilen polimer esaslı nano kompozit malzemenin yukarıda belirtilen alanların dışında Nano Elektromekanik Sistemlerde (NEMS) ve Mikro Elektromekanik Sistemlerde (MEMS) kullanım alanları bulması beklenmektedir.

#### KAYNAKLAR

- Abdolhosseinzadeh, S., Asgharzadeh, H., Kim, H. S. 2015. Fast and fully-scalable synthesis of reduced graphene oxide. *Scientific reports*, 5 (10160) : 1-7.
- Acar, H., 2008. Potasyum Persülfat Yükseltgeni Kullanılarak İletken Polipirol/Poliakrilonitril Kompozit Lif Hazırlanması ve Karakterizasyonu. Yüksek Lisans Tezi. Ankara Üniversites Fen Bilimleri Enstitüsü. Ankara. 106s.
- Adam, S., Sarma, S. D. 2008. Transport in suspended graphene. *Solid State Communications*, 146 (9) : 356-360.
- Adamhasan, A.S., 2008. Poliester/Polianilin, Pamuk Polianilin Kompozit Kumaslarının Hazırlanması ve Elektriksel Özelliklerinin İncelenmesi. Yüksek Lisans Tezi. Süleyman Demirel Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü. Isparta, 96s.
- Akın, D., 2013. Karbon Dolgulu Siklo-Olefin Kopolimer (COC) Kompozitlerin Elektriksel Ve Mekanik Özelliklerinin İncelenmesi. Yüksek Lisans Tezi. İstanbul Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü. İstanbul. 94s.
- Akşit, A., Nurhan, O. N. A. R., Kayatekin, I., Ebeoglugil, M. F., Çelik, E., Özdemir, İ. 2007. Polianiline ve Polipirol Kaplanan Pamuklu Kumaşların Elektromanyetik Koruyuculuk Ve İletkenlik Özellikleri. *Tekstil ve Mühendis*, 14: 67.
- Andrady, A. L. 2008. *Science and technology of polymer nanofibers*. John Wiley & Sons. 404 s.
- Ansari, S., Giannelis, E. P. 2009. Functionalized graphene sheet—Poly (vinylidene fluoride) conductive nanocomposites. *Journal of Polymer Science Part B: Polymer Physics*, 47 (9): 888-897.
- Arbuzov, A. A., Tarasov, B. P., Muradyan, V. E. 2012. Synthesis Of Few-Layer Graphene Sheets Via Chemical And Thermal Reduction Of Graphite Oxide. The International Conference Nanomaterials: Applications And Properties. Ukraine, Sumy State University, Proceedings, 1 (1): 1-4.
- ASTM D638-14, 2014. Standard Test Method for Tensile Properties of Plastics Classes. ASTM Intarnational, United States.
- Avouris, P. 2010. Graphene: electronic and photonic properties and devices. *Nano letters*, 10 (11) : 4285-4294.
- Aydın, Z., 2007. İletken Poli(Etilen Teraftalat)/Polipirol Kompozit Liflerinin Kimyasal Polimerizasyonla Hazırlanması ve Karakterizasyonu. Yüksek Lisans Tezi. Ankara Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü. Ankara. 126s.
- Aydın, Z., Karakişla, M., Saçak, M. 2009. Preparation And Characterization Of Conducting Poly (Ethylene Terephthalate)/Polypyrrole Composite Fibers. *Journal Of Thermoplastic Composite Materials*.

- Ayutsede, J., Gandhi, M., Sukigara, S., Micklus, M., Chen, H. E., Ko, F. 2005. Regeneration of Bombyx mori silk by electrospinning. Part 3: characterization of electrospun nonwoven mat. *Polymer*, 46 (5) : 1625-1634.
- B. Kozal, 2012. Karbon tabanlı petek örgülerin elektronik özellikleri. Doktora Tezi. Ankara Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü. 119s.
- Bajaj, P., Sreekumar, T. V., Sen, K. 2002. Structure development during dry–jet–wet spinning of acrylonitrile/vinyl acids and acrylonitrile/methyl acrylate copolymers. *Journal of applied polymer science*, 86 (3) : 773-787.
- Bao, Q., Zhang, H., Wang, Y., Ni, Z., Yan, Y., Shen, Z. X., Loh K. P., Tang, D. Y. 2009. Atomic-layer graphene as a saturable absorber for ultrafast pulsed lasers. Advanced Functional Materials, 19 (19): 3077-3083.
- Basu, S., Bhattacharyya, P., 2012. Recent developments on graphene and graphene oxide based solid state gas sensors, *Sens. Actuators B.Chem.*, 173 : 1–21.
- Baughman, R.H., Zakhidov, A.A., de Heer, W.A., Carbon nanotubes--the route toward applications. *Sience*, 297 (5582) : 787-792.
- Baylan, E. E., 2006. Tıbbi Alanlarda Kullanılan Non-Woven (Dokusuz Yüzey) Tasarımları. Yüksek Lisans Tezi. Kahramanmaraş Sütçü İmam Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü. Kahramanmaraş. 101s.
- Bedeloğlu, A. Ç., Sünter, N., Bozkurt, Y. 2010. Elektriksel Olarak İletken Tekstilyapıları, Üretim Yöntemleri ve Kullanım Alanları. *Tekstil ve Mühendis*, *17*(79).
- Bhardwaj, N., Kundu, S.C., 2010. Electrospinning: A fascinating fiber fabrication technique. *Biotechnology Advances*, 28 : 325–347.
- Bolotin, K. I., Sikes, K. J., Jiang, Z., Klima, M., Fudenberg, G., Hone, J., Kim, P., Stormer, H. L. 2008. Ultrahigh electron mobility in suspended graphene. *Solid State Communications*, 146 (9) : 351-355.
- Botas, C., Álvarez, P., Blanco, P., Granda, M., Blanco, C., Santamaría, R., Romasanta L. J., Verdejo R., Menéndez, R. 2013. Graphene Materials With Different Structures Prepared From The Same Graphite By The Hummers And Brodie Methods. *Carbon*, 65 : 156-164.
- Brodie, B. C. 1859. On the atomic weight of graphite. *Philosophical Transactions of the Royal Society of London*, 149 : 249-259.
- Cao, N., Zhang, Y. 2015. Study of reduced graphene oxide preparation by Hummers' method and related characterization. *Journal of Nanomaterials*, ID 168125: 1-5.
- Celep, Ş., 2007. Nanoteknoloji Ve Tekstilde Uygulama Alanları. Yüksek Lisans Tezi. Çukurova Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü. Adana. 171s.
- Cengiz-Çallıoğlu, F. 2011. Silindirli elektro lif çekim yöntemi ile poliüretan nano lif üretimi. Doktora Tezi, Süleyman Demirel Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Isparta, 222s.

- Chae, S. J., Güneş, F., Kim, K. K., Kim, E. S., Han, G. H., Kim, S. M., Shin, H. J., Yoon, S. -M., Choi, J. -Y., Park, M. H., Yang, C. W., Pribat, D., Lee, Y. H. 2009. Synthesis of large-area graphene layers on poly-nickel substrate by chemical vapor deposition: wrinkle formation. *Advanced Materials*, 21 (22) : 2328-2333.
- Chang, Y., Yang, S.T., Liu, J.H., Dong, E., Wang, Y., Cao, A., 2011. In vitro toxicity evaluation of graphene oxide on A549 cells, *Toxicol Lett*, 200 (3), 10-201.
- Chen, T., Zeng, B., Liu, J. L., Dong, J. H., Liu, X. Q., Wu, Z., Yang, X.Z., Li, Z. M. 2009. High throughput exfoliation of graphene oxide from expanded graphite with assistance of strong oxidant in modified Hummers method. In *Journal of Physics: Conference Series*, 188 : 1-5.
- Chen, W., Yan, L., Bangal, P. R. 2010. Chemical Reduction Of Graphene Oxide To Graphene By Sulfur-Containing Compounds. *The Journal Of Physical Chemistry C*, 114 (47) : 19885-19890.
- Cheng, K. B., Cheng, T. W., Lee, K. C., Ueng, T. H., Hsing, W. H. 2003. Effects of yarn constitutions and fabric specifications on electrical properties of hybrid woven fabrics. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 34 (10) : 971-978.
- Cheng, K.B., Ueng, T.H., Dixon, G., 2001. Electrostatic Discharge Properties of Stainless Steel/Polyester Woven Fabrics. *Textile Research Journal*, 71 (8) : 732-738.
- Chhowalla, M., Teo, K. B. K., Ducati, C., Rupesinghe, N. L., Amaratunga, G. A. J., Ferrari, A. C., Roy D., Robertson J., Milne, W. I. 2001. Growth process conditions of vertically aligned carbon nanotubes using plasma enhanced chemical vapor deposition. *Journal of Applied Physics*, 90 (10) : 5308-5317.
- Chien, A. T., Liu, H. C., Newcomb, B. A., Xiang, C., Tour, J. M., Kumar, S. 2015. Polyacrylonitrile Fibers Containing Graphene Oxide Nanoribbons. *ACS applied materials & interfaces*, 7 (9): 5281-5288.
- Cho, S., Fuhrer, M. S. 2008. Charge transport and inhomogeneity near the minimum conductivity point in graphene. *Physical Review B*, 77(8), 081402.
- Cireli, A., Kutlu, B., Onar, N., Erkan, G., 2006. Tekstilde İleri Teknolojiler. *Tekstil ve Mühendis*, 13 (61) : 7-20.
- Cooper, D. R., D'Anjou, B., Ghattamaneni, N., Harack, B., Hilke, M., Horth, A., Majlis, N., Massicotte, M., Vandsburger, L., Whiteway, E., Yu, V. 2012. Experimental review of graphene. *ISRN Condensed Matter Physics*, ID 501686 : 1-56.
- Costa L.C., Henry F., 2011. DC Electrical Conductivity Of Carbon Black Polymer Composites At Low Temperatures, *Journal Of Non-Crystalline Solids*. 357 (7) : 1741-1744.
- Costa, L. C., Henry, F. 2011. DC electrical conductivity of carbon black polymer composites at low temperatures. *Journal of Non-Crystalline Solids*, 357 (7) : 1741-1744.

- Cottet, D., Grzyb, J., Kirstein, T., Tröster, G., 2003. Electrical Characterisation of Textile Transmision Lines. *IEEE Transaction on Advanced Packaging*, 26 (2): 182-190.
- Curl, R. F. 1997. Dawn of the fullerenes: experiment and conjecture. *Reviews of modern physics*, 69 (3) : 691.
- Cvetkovska, M., Grchev, T., Obradovic, T. 1996. Electroconductive polymer composite: Fibrous carrier–polypyrrole. *Journal of applied polymer science*, 60 (12) : 2049-2058.
- Çetin, E., 2007. Anilin ve Poli(Etilen Teraftalat) Kullanarak Kimyasal Polimerizasyon Yöntemi ile İletken Kompozit Lif Hazırlanması ve Karakterizasyonu. Yüksek Lisans Tezi. Ankara Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü. Ankara. 92s.
- Çetiner, S., 2011. Polipirol-Poli(Akrilonitril-Ko-Vinil Asetat) Kompozit İnce Film ve Nanolif Oluşumu ve Karakterizasyonu. Doktora Tezi. İstanbul Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü. İstanbul. 109s.
- Çiftçi, N. S., 2015. İndirgenmiş Grafen Okside Desteklenmiş Nikel-Paladyum Alaşım Nanopartikülleri: Sentezi, Yapısal Tanımlanmaları ve Amonyak Boran'dan Hidrojen Üretiminde Katalitik Etkinlikleri. Yüksek Lisans Tezi. Atatürk Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü. Erzurum. 72s.
- Çinçik, E., 2010. İğneleme Yöntemiyle Üretilen Polyester/Viskon Karışımlı Dokusuz Yüzey Özelliklerinin Deneysel ve İstatiksel Analizi. Doktora Tezi, Çukurova Ünivertsitesi Fen Bilimleri Enstitüsü. Adana. 273s.
- Das, S., Wajid, A. S., Bhattacharia, S. K., Wilting, M. D., Rivero, I. V., Green, M. J. 2013. Electrospinning of polymer nanofibers loaded with noncovalently functionalized graphene. *Journal of Applied Polymer Science*, 128 (6) : 4040-4046.
- Das, T. K., Prusty, S. 2013. Graphene-based polymer composites and their applications. *Polymer-Plastics Technology and Engineering*, 52 (4): 319-331.
- Deitzel, J.M., Kleinmeyer, J., Harris, D., Becktan, N.C., 2001. The Effect of Processing Variables on the Morphology of Electrospun Nanofibers and Textiles. *Polymer*, 42: 261–272
- Demir, M.M., Yılgör, İ., Yılgör, E., Erman, B., 2002. Electrospinning of Polyurethane Fibers, *Polymer*, 43 (11) : 3303-3309
- Devaux, E., Koncar, V., Kim, B., Campagne, C., Roux, C., Rochery, M., Saihi, D. 2007. Processing and characterization of conductive yarns by coating or bulk treatment for smart textile applications. *Transactions of the Institute of Measurement and Control*, 29 (3-4) : 355-376.
- Dikin, D. A., Stankovich, S., Zimney, E. J., Piner, R. D., Dommett, G. H., Evmenenko, G., Nguyen, S. T., Ruoff, R. S. 2007. Preparation and characterization of graphene oxide paper. *Nature*, 448 (7152) : 457-460.

- Ding, B., Kimura, E., Sato, T., Fujita, S., Shiratori, S. 2004. Fabrication of blend biodegradable nanofibrous nonwoven mats via multi-jet electrospinning. *Polymer*, 45 (6): 1895-1902.
- Dokur M.M., 2009, Karbon Fiber Esaslı Polimerik Matrisli Kompozitlerin Üretimi ve Karakterizasyonu. Yüksek Lisans Tezi, İstanbul Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul, 87s.
- Dolaştır, F., 2009. Polimer malzemelerin elektriksel dirençlerinin ve optik geçirgenliklerinin ölçülmesi. Yüksek Lisans Tezi. Trakya Üniversitesi Fen Bilimleri Ens. Edirne. 98s.
- Dong, Z., Jiang, C., Cheng, H., Zhao, Y., Shi, G., Jiang, L., Qu, L. 2012. Facile Fabrication of Light, Flexible and Multifunctional Graphene Fibers. Advanced Materials, 24 (14): 1856-1861.
- Dragoman, D., Dragoman, M., Muller, A. 2008. Graphene: a one-atom-thick material for microwave devices. *Rom. J. Inf. Sci. Technol*, 11 : 29-35.
- Dreyer, D. R., Park, S., Bielawski, C. W., Ruoff, R. S. 2010. The chemistry of graphene oxide. *Chemical Society Reviews*, 39 (1) : 228-240.
- Dreyer, D.R., Park, S., Bielawski, C.W., Ruoff, R.S., 2010. The chemistry of graphene oxide, *Chem. Soc. Rev.*, 39 : 228–240.
- Du, F., Fischer, J. E., Winey, K. I. 2003. Coagulation method for preparing single-walled carbon nanotube/poly (methyl methacrylate) composites and their modulus, electrical conductivity, and thermal stability. *Journal of Polymer Science* Part B: Polymer Physics, 41 (24) : 3333-3338.
- Edana, 2016a. Formation, Drylaid, Airlaid, Wetlaid, URL (erişim tarihi: 07.01.2016) http://www.edana.org/discover-nonwovens/how-they're-made/formation
- Edana, 2016b. Bonding, Chemical bonding, Thermal bonding, Web bonding, Mechanical bonding, URL (erişim tarihi: 10.01.2016) <u>http://www.edana.org/discover-nonwovens/how-they/re-made/bonding</u>
- Elibol, K., 2012. Grafit Soyma ve Epitaksiyel Yöntemlerle Elde Edilmiş Grafenlerde Manyetoiletim ve Yüzey Özellikleri İncelemeleri. Yüksek Lisans Tezi. Gazi Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü. Ankara. 95s.
- EMEK, A. 2004. Teknik Tekstiller Dünya Pazarı Türkiye'nin Üretim ve İhraç İmkanları. T.C. Başbakanlık İGEM Raporu, Ankara.
- Erikli E., 2014. Grafen Oksit/Aramid ve Grafen/Aramid Kompozitlerinin Geliştirilmesi. Yüksek Lisans Tezi. Çukurova Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü. Adana. 67s.
- Erkek S., 2007, Karbon Siyahı/Yağ ve Karbon Siyahı/Dolgu Maddesi Oranının Farklı Vulkanizasyon Sistemlerinde EPDM, NBR Ve SBR Elastomerinin Fiziko-Mekaniksel Özellikleri Üzerine Etkisi. Yüksek Lisans Tezi, Çukurova Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü. Adana. 141s.

- E-tex Lab, 2016. Tekstil Mamüllerinde Hava Geçirgenliğinin Ölçülmesi, Internet Based Textile Education Laboratory, URL (erişim tarihi: 19.07.2016) <u>http://www1.gantep.edu.tr/~e-tex-lab/index.php/tr/testler/kuma-testleri.html</u>
- Eun, J.Y., Jedeok, K., Eiji, H., Haoshen, Z., Tetsuichi, K., Itaru, H. 2008. Large reversible li storage of graphene nanosheet families for use in rechargeable lthium ion batteries, *Nano letters*, 8 (8), 2277-2282.
- Eun, K.C., Esmeralda, N.Y., Erin, V.I., Nathan, P.G., Kuech, T.F., 2012. Atomic-scale investigation of highly stable Pt clusters synthesized on a graphene support catalytic applications, *The journal of physical chemistry*, 116 (49) : 26066-26071.
- Feng, H., Cheng, R., Zhao, X., Duan, X., Li, J. 2013. A low-temperature method to produce highly reduced graphene oxide. *Nature communications*, 4 : 1539.
- Ferrari, A. C. 2007. Raman spectroscopy of graphene and graphite: disorder, electronphonon coupling, doping and nonadiabatic effects. *Solid state communications*, 143 (1) : 47-57.
- Fim, F. D. C., Guterres, J. M., Basso, N. R., Galland, G. B. 2010. Polyethylene/graphite nanocomposites obtained by in situ polymerization. *Journal of Polymer Science Part A: Polymer Chemistry*, 48 (3) : 692-698.
- Formhals, A., 1934. Process and apparatus for preparing artificial threads. U.S. Patent No. 1, 975, 504.
- Four-Point Probe Manual, EE143, Microfabrication Technology, University of California,
- Fowler, W. A., 1984. Experimental and theoretical nuclear astrophysics: The quest for the origin of the elements. *Reviews of Modern Physics*, 56 (2) : 149-179.
- Fugetsu, B., Akiba, E., Hachiya, M., Endo, M. 2009. The production of soft, durable, and electrically conductive polyester multifilament yarns by dye-printing them with carbon nanotubes. *Carbon*, 47 (2): 527-530.
- Gao, Y., Hao, P. 2009. Mechanical properties of monolayer graphene under tensile and compressive loading. *Physica E: Low-dimensional Systems and Nanostructures*, 41 (8) : 1561-1566.
- Gao, Y., Ma, D., Wang, C., Guan, J., Bao, X. 2011. Reduced graphene oxide as a catalyst for hydrogenation of nitrobenzene at room temperature. *Chemical Communications*, 47 (8): 2432-2434.
- Geetha, S., Kumar, K. K. S., Trivedi, D. C. 2005. Improved Method To Graft Polyaniline On E-Glass Fabric To Enhance İts Electronic Conductivity. *Journal Of Applied Polymer Science*, 96 : (6) : 2316-2323.
- Geim, A. K. 2009. Graphene: status and prospects. Science, 324 (5934) : 1530-1534.

- Geim, A. K., Novoselov, K. S. 2007. The rise of graphene. *Nature materials*, 6 (3): 183-191.
- Geng S., Wang P., Ding T., 2011 Impedance Characterictics And Electrical Modelling Of Multi-Walled Carbon Nanotube/Silicone Rubber Composites. *Composites Science and Technology*, 72 : 36-40
- Gevv, 2010. Elektronik Devreler Projeler, Yarı İletkenler ve Diyot. URL (erişim tarihi: 29.05.2016) <u>http://320volt.com/yari-iletkenler-ve-diyot/</u>
- Gómez-Navarro, C., Weitz, R. T., Bittner, A. M., Scolari, M., Mews, A., Burghard, M., Kern, K. 2007. Electronic transport properties of individual chemically reduced graphene oxide sheets. *Nano letters*, 7 (11) : 3499-3503.
- Gönül, G., 2013. Dokusuz Yüzey Üretiminin Hammadde Teknik Kullanım Özellikleri Ve Alanları Yönünden İncelenmesi. Yüksek Lisans Tezi. Gazi Üniversitesi Eğitim Bilimleri Enstitüsü. Ankara, 164s.
- Graf, D., Molitor, F., Ensslin, K., Stampfer, C., Jungen, A., Hierold, C., Wirtz, L. 2007. Spatially resolved Raman spectroscopy of single-and few-layer graphene. *Nano letters*, 7 (2): 238-242.
- Gümüş, T., 2009. Design And Manufacture Of Polimeric Nanofiber Membranes Via Electrospinning Method. Yüksek Lisans Tezi. İstanbul Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul. 157s.
- Hanifah, M. F. R., Jaafar, J., Aziz, M., Ismail, A. F., Rahman, M. A., Othman, M. H. D.
   2015. Synthesis of Graphene Oxide Nanosheets via Modified Hummers' Method and Its Physicochemical Properties. *Jurnal Teknologi*, 74(1).
- He, J. H., Wan, Y. Q., Yu, J. Y. 2004. Application of vibration technology to polymer electrospinning. *International Journal of Nonlinear Sciences and Numerical Simulation*, 5 (3) : 253-262.
- Heaney, M. B. 2000. Electrical conductivity and resistivity. *The measurement, instrumentation and sensors handbook*, 1332-1345.
- Hirase, R., Hasegawa, M., Shirai, M. 2003. Conductive fibers based on poly (ethylene terephthalate)–polyaniline composites manufactured by electrochemical polymerization. *Journal of applied polymer science*, 87 (7) : 1073-1078.
- Hofmann U, Holst R. 1939. Über die Säurenatur und die Methylierung von Graphitoxyd. Ber Dtsch Chem Ges, 72 (4) :754–771.
- Hofmann U, König E. 1937. Untersuchungen über Graphitoxyd. Z Anorg Allg Chem, 234 (4) : 311–336.
- Hong, W., Xu, Y., Lu, G., Li, C., Shi, G. 2008. Transparent graphene/PEDOT–PSS composite films as counter electrodes of dye-sensitized solar cells. *Electrochemistry Communications*, 10 (10) : 1555-1558.

- Hsiao, M. C., Liao, S. H., Lin, Y. F., Wang, C. A., Pu, N. W., Tsai, H. M., Ma, C. C. M. 2011. Preparation and Characterization of Polypropylene-Graft-Thermally Reduced Graphite Oxide With an Improved Compatibility with Polypropylene-Based Nanocomposite. *Nanoscale*, 3 (4): 1516-1522.
- Hsu, C. H., Cohen, J. D., Tietz, R. F. 1993. Polyaniline Spinning Solutions and Fibers. *Synthetic Metals*, 59 (1): 37-41.
- Huang, J. C. 2002. Carbon Black Filled Conducting Polymers and Polymer Blends. *Advances in Polymer Technology*, 21 (4) : 299-313.
- Huang, Y., Qin, Y., Zhou, Y., Niu, H., Yu, Z. Z., Dong, J. Y. 2010. Polypropylene/graphene oxide nanocomposites prepared by in situ Ziegler–Natta polymerization. *Chemistry of Materials*, 22 (13) : 4096-4102.
- Huang, Z.M., Zhang, Y.-Z., Kotaki, M., Ramakrishna, S., 2003. A Review On Polymer Nanofibers By Electrospinning And Their Applications In Nanocomposites. *Composites Science and Technology*, (63) 2223–2253
- Hummers Jr, W. S., Offeman, R. E. 1958. Preparation of graphitic oxide. *Journal of the American Chemical Society*, 80 (6), 1339-1339.
- Iijima, S. (1991). Helical microtubules of graphitic carbon. *Nature*, 354 (6348) : 56-58.
- Jang, J. Y., Kim, M. S., Jeong, H. M., Shin, C. M. 2009. Graphite oxide/poly (methyl methacrylate) nanocomposites prepared by a novel method utilizing macroazoinitiator. *Composites Science and Technology*, 69 (2) : 186-191.
- Javed, K., Galib, C. M. A., Yang, F., Chen, C. M., Wang, C. 2014. A New Approach to Fabricate Graphene Electro-Conductive Networks on Natural Fibers by Ultraviolet Curing Method. Synthetic Metals, 193 : 41-47.
- Jeon, B.S., 2001. Theoretical Orientation Density Function Of Spunbonded Nonwoven Fabric. *Textile Research Journal*, 71 (6) : 509-513.
- Jiang, L., Shen, X. P., Wu, J. L., Shen, K. C. 2010. Preparation and characterization of graphene/poly (vinyl alcohol) nanocomposites. *Journal of Applied Polymer Science*, 118 (1): 275-279.
- Jin, Z., Pramoda, K. P., Xu, G., Goh, S. H. 2001. Dynamic mechanical behavior of meltprocessed multi-walled carbon nanotube/poly (methyl methacrylate) composites. *Chemical Physics Letters*, 337 (1) : 43-47.
- Jirsak, O., Sanetrnik, F., Lukas, D., Kotek, V., Martinova, L., Chaloupek, J. 2009. U.S. *Patent No.* 7,585,437. Washington, DC: U.S. Patent and Trademark Office.
- Jung, I., Pelton, M., Piner, R., Dikin, D. A., Stankovich, S., Watcharotone, S., Hausner M., Ruoff, R. S. 2007. Simple approach for high-contrast optical imaging and characterization of graphene-based sheets. *Nano Letters*, 7 (12): 3569-3575.
- Kadoğlu, H., Çelik, P., Üreyen, E., Duran, D., Bedez Üte, T., Mermer, Ö., 2010. İletken Lif Ve İpliklerin Katma Değeri Yüksek Tekstil Ürünlerinin Üretiminde

Kullanılabilirliğinin Araştırılması Tübitak Proje Sonuç Raporu, Rapor No:107M225, 20s.

- Kalaitzidou, K., Fukushima, H., Drzal, L. T. 2007. A new compounding method for exfoliated graphite–polypropylene nanocomposites with enhanced flexural properties and lower percolation threshold. *Composites Science and Technology*, 67 (10) : 2045-2051.
- Kalebek, N., 2010. Değişik Yöntemlerle El Edilmiş Dokunmamış Kumaşların (Nonwoven) Aşınma- Sürtünme ve Yüzey Özelliklerinin İncelenmesi, Doktora Tezi, Çukurova Ünivertistesi Fen Bilimleri Enstitüsü. Adana. 256s.
- Kalkan, M., 2011. İletken Politiyofen/Poli(Etilen Teraftalat) Kompozit Liflerinin Hazırlanması, Karakterizasyonu ve Elektromanyetik Dalga Koruyucu Özelliginin İncelenmesi. Yüksek Lisans Tezi. Ankara Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü. Ankara. 86s.
- Karacan İ., 2012. Mayıs. Thermal Stabilization of Polyacrylonitrile Fibers, Society of Plastic Engineers. *Plastic Reaserch Online*, DOI: 10.1002/spepro.003968.
- Karacan İ., 2012. Thermal Stabilization of Polyacrylonitrile Fibers, Society of Plastic Engineers. *Plastic Reaserch Online*, Mayıs 2012, DOI: 10.1002/spepro.003968.
- Karteri, İ., Karataş, Ş., Al-Ghamdi, A. A., Yakuphanoğlu, F. 2015. The electrical characteristics of thin film transistors with graphene oxide and organic insulators. *Synthetic Metals*, 199 : 241-245.
- Karteri, İ., Karataş, Ş., Yakuphanoğlu, F. 2014. Electrical Characterization Of Graphene Oxide And Organic Dielectric Layers Based On Thin Film Transistor. Applied Surface Science, 318 : 74-78.
- Kaya Ö., 2006, Grafit Zenginleştirme Yöntemleri ve Zenginleştirmeye Etki Eden Parametrelerin Araştırılması. Doktora Tezi. Cumhuriyet Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü. Sivas. 244s.
- Kaynak, A., Håkansson, E. 2008. Short-term heating tests on doped polypyrrole-coated polyester fabrics. *Synthetic Metals*, 158 (8) : 350-354.
- Kaynak, A., Håkansson, E. 2009. Characterization Of Conducting Polymer Coated Fabrics At Microwave Frequencies. *International Journal Of Clothing Science* and Technology, 21 (2/3): 117-126.
- Khattari, Z., Maghrabi, M., McNally, T., Jawad, S. A. 2012. Impedance study of polymethyl methacrylate composites/multi-walled carbon nanotubes (PMMA/MWCNTs). *Physica B: Condensed Matter*, 407 (4): 759-764.
- Kırıştı, M., 2011. Plazma Muamele Edilmiş Kitosan/İletken Polimer Kompozit Nanoliflerinin Elektroeğirme Yöntemi ile Hazırlanması ve Özelliklerinin İncelenmesi. Yüksek Lisans Tezi. Süleyman Demirel Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü. Isparta. 104s.

- Kim, B., Koncar, V., Devaux, E., Dufour, C., Viallier, P. 2004. Electrical and morphological properties of PP and PET conductive polymer fibers. *Synthetic Metals*, 146 (2) : 167-174.
- Kim, H., Macosko, C. W. 2008. Morphology and properties of polyester/exfoliated graphite nanocomposites. *Macromolecules*, 41 (9) : 3317-3327.
- Kim, S. H., Jang, S. H., Byun, S. W., Lee, J. Y., Joo, J. S., Jeong, S. H., Park, M. J. 2003. Electrical Properties And EMI Shielding Characteristics Of Polypyrrole–Nylon 6 Composite Fabrics. *Journal Of Applied Polymer Science*, 87 (12) : 1969-1974.
- Konios, D., Stylianakis, M. M., Stratakis, E., Kymakis, E. 2014. Dispersion behaviour of graphene oxide and reduced graphene oxide. *Journal of Colloid and Interface Science*, 430 : 108-112.
- Kozanoğlu, G.S., 2006. Elektrospining Yöntemi İle Nanolif Üretim Teknolojisi. Yüksek Lisans Tezi. İstanbul Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü. İstanbul. 161s.
- Kroto, H. 1997. Symmetry, space, stars, and C60 (Nobel lecture). Angewandte Chemie International Edition in English, 36 (15) : 1578-1593.
- Kuhn, H. H., Child, A. D., Kimbrell, W. C. 1995. Toward real applications of conductive polymers. *Synthetic Metals*, 71 (1) : 2139-2142.
- Kuloğlu, A.F., 2012. Kenarları Paladyum İle Sonlandırılmış Grafen Nanoşeritlerin Elektronik Özelliklerinin İncelenmesi. Yüksek Lisans Tezi. Gazi Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü. Ankara. 79s.
- Kumar, R., Kaur, A. 2015. Charge transport mechanism of hydrazine hydrate reduced graphene oxide. *IET Circuits, Devices & Systems*, 9 (6) : 392-396.
- Lam Po Tang, S., Stylios, G.K., 2006. An Overview of Smart Technologies for Clothing Design and Engineering. *International Journal of Clothing Science and Technology*, 18 (2): 108-128.
- Lang, B. 1975. A LEED study of the deposition of carbon on platinum crystal surfaces. *Surface Science*, 53 (1): 317-329.
- Lee, S., Kim, Y. J., Kim, D. H., Ku, B. C., Joh, H. I. 2012. Synthesis and Properties of Thermally Reduced Graphene Oxide/Polyacrylonitrile Composites. *Journal of Physics and Chemistry of Solids*, 73 (6) : 741-743.
- Lekpittaya, P., Yanumet, N., Grady, B. P., O'Rear, E. A. 2004. Resistivity of conductive polymer–coated fabric. *Journal of Applied Polymer Science*, 92 (4) : 2629-2636.
- Li, D., Mueller, M. B., Gilje, S., Kaner, R. B., Wallace, G. G. 2008. Processable aqueous dispersions of graphene nanosheets. *Nature nanotechnology*, 3 (2) : 101-105.
- Li, D., Xia, Y. 2004. Electrospinning of nanofibers: reinventing the wheel?.*Advanced materials*, 16 (14) : 1151-1170.

- Li, X., Cai, W., An, J., Kim, S., Nah, J., Yang, D., Piner, R., Velamakanni, A., Jung, I., Tutuc, E., Banerjee, S. K., Colombo, L., Ruoff, R. S. 2009. Large-area synthesis of high-quality and uniform graphene films on copper foils. *Science*, 324 (5932) : 1312-1314.
- Li, X., Sun, P., Fan, L., Zhu, M., Wang, K., Zhong, M., Wei J., Wu, D., Cheng, Y., Zhu, H. 2012. Multifunctional Graphene Woven Fabrics. *Scientific reports*, 2 : 395 1-8.
- Liang, J., Huang, Y., Zhang, L., Wang, Y., Ma, Y., Guo, T., Chen, Y. 2009. Molecularlevel dispersion of graphene into poly (vinyl alcohol) and effective reinforcement of their nanocomposites. *Advanced Functional Materials*, 19 (14) : 2297-2302.
- Liao, K. H., Mittal, A., Bose, S., Leighton, C., Mkhoyan, K. A., Macosko, C. W. 2011. Aqueous only route toward graphene from graphite oxide. *Acs Nano*, 5 (2) : 1253-1258.
- Lin, J.H., Lou, C.W., 2003. Electrical Properties Of Laminates Made From A New Fabric With PP/Stainless Steel Commingled Yarn. *Textile Research Journal*, 73 (4): 322-326.
- Lisunova, M. O., Mamunya, Y. P., Lebovka, N. I., Melezhyk, A. V. 2007. Percolation behaviour of ultrahigh molecular weight polyethylene/multi-walled carbon nanotubes composites. *European Polymer Journal*, 43 (3) : 949-958.
- Liu, N., Luo, F., Wu, H., Liu, Y., Zhang, C., Chen, J. 2008. One-step ionic-liquid-assisted electrochemical synthesis of ionic-liquid-functionalized graphene sheets directly from graphite. *Advanced Functional Materials*, 18 (10) : 1518-1525.
- Loryuenyong, V., Totepvimarn, K., Eimburanapravat, P., Boonchompoo, W., Buasri, A. 2013. Preparation and characterization of reduced graphene oxide sheets via water-based exfoliation and reduction methods. *Advances in Materials Sci. and Engineering*, ID 923403 : 1-5
- Lu, G., Park, S., Yu, K., Ruoff, R.S., Ocola, L.E., Rosenmann, D., Chen, J., 2011. Toward practical gas sensing with highly reduced graphene oxide: a new signal processing method to circumvent run-to-run and device-to-device variations, ACS Nano, (5): 1154–1164.
- Lynonwoven, 2016. Dengzhou Longyi Machinery Co.,Ltd. Spunbond Meltblown Spunbond Material, URL (erişim tarihi: 10.01.2016) <u>http://www.lynonwoven.net/spunbond-meltblown-spunbond</u>
- Lyons, J. M., 2004. Melt Electrospinning of Thermoplastic Polymers: An Experimental and Theoretical Analysis, PhD Thesis, The Faculty Of Drexel University. p.196.
- M. Arseven, 2011. Polikristalin bakır folyo üzerinde grafen sentezi. Yüksek Lisans Tezi. Hacettepe Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü. Ankara. 61s.

- Ma, F., Yuan, N., Ding, J. 2013. The Conductive Network Made up by The Reduced Graphene Nanosheet/Polyaniline/Polyvinyl Chloride. *Journal of Applied Polymer Science*, 128 (6): 3870-3875.
- MacDiarmid, A. G. 2001. Synthetic metals: a novel role for organic polymers. *Synthetic Metals*, 125 (1) : 11-22.
- Marcano, D. C., Kosynkin, D. V., Berlin, J. M., Sinitskii, A., Sun, Z., Slesarev, A., L. B. Alemany, W. Lu, Tour, J. M. 2010. Improved Synthesis Of Graphene Oxide. ACS Nano, 4 (8): 4806-4814.
- Materials Engineering, Classes and Characteristics of Composite Materials, URL (erişim tarihi: 29.05.2016) <u>http://materials-engineeringscience.blogspot.com.tr/2011/06/classes-and-characteristics-of.html</u>
- McAllister, M. J., Li, J. L., Adamson, D. H., Schniepp, H. C., Abdala, A. A., Liu, J., Herrera-Alonso, M., Milius, D. L., Car, R., Prud'homme R. K., Aksay, I. A. 2007. Single sheet functionalized graphene by oxidation and thermal expansion of graphite. *Chemistry of materials*, 19 (18) : 4396-4404.
- Menchaca-Campos, C., García-Pérez, C., Castañeda, I., García-Sánchez, M. A., Guardián, R., Uruchurtu, J. 2013. Nylon/graphene oxide electrospun composite coating. *International Journal of Polymer Science*, ID 621618 : 1-9.
- Metin, Ö., Faeho, S., Alp, C., Can, H., Mankin, M.N., Gültekin, M.S., Chi, M., Sun, S., 2013. Ni/Pd core/Shell nanoparticles supported on graphene as a highly active and reusable catalyst for Suzuki Miyaura cross-coupling reaction, *Nano research*, 1 (6), 10-18.
- Metin, Ö., Kayhan, E., Özkar, S., Schneider, J. J., 2012. Palladium nanoparticles supported on chemically derived graphene: An efficient and reusable catalyst fort he dehydrogenation of ammonia borane, *Elsevier*, 10 (37) : 8123-8904.
- Meyer J., 2010. Manchester Üniversitesi, Yoğun Madde Fiziği Grubu, URL (erişim tarihi: 27.10.2015) (<u>http://www.condmat.physics.manchester.ac.uk/pictures/</u>)
- Michael, N.G., Cecile, M.J., Manish, J., 2012. Improving Platinum catalyst durability with a doped graphe support, *The journal of physical chemistry*, 116 (19) : 10548-10556.
- Mičušík, M., Nedelčev, T., Omastová, M., Krupa, I., Olejníková, K., Fedorko, P., Chehimi, M. M. 2007. Conductive polymer-coated textiles: The role of fabric treatment by pyrrole-functionalized triethoxysilane. *Synthetic Metals*, 157 (22) : 914-923.
- Molina, J., Del Río, A. I., Bonastre, J., Cases, F. 2008. Chemical and electrochemical polymerisation of pyrrole on polyester textiles in presence of phosphotungstic acid. *European Polymer Journal*, 44 (7) : 2087-2098.

- Nair, R. R., Blake, P., Grigorenko, A. N., Novoselov, K. S., Booth, T. J., Stauber, T., Peres N. M. R., Geim, A. K. 2008. Fine structure constant defines visual transparency of graphene. *Science*, 320 (5881) : 1308-1308.
- Neto, A. C., Guinea, F., Peres, N. M., Novoselov, K. S., Geim, A. K. 2009. The electronic properties of graphene. *Reviews of modern physics*, 81 (1) : 109.
- Novoselov, K. S., Geim, A. K., Morozov, S. V., Jiang, D., Zhang, Y., Dubonos, S. V., Grigorieva, I. V., Firsov, A. A. 2004. Electric field effect in atomically thin carbon films. *Science*, 306 (5696) : 666-669.
- Novoselov, K. S., Jiang, D., Schedin, F., Booth, T. J., Khotkevich, V. V., Morozov, S. V., Geim, A. K. 2005. Two-dimensional atomic crystals. *Proceedings of the National Academy of Sciences of the United States of America*, 102 (30) : 10451-10453.
- Obraztsov, A. N., Obraztsova, E. A., Tyurnina, A. V., Zolotukhin, A. A. 2007. Chemical vapor deposition of thin graphite films of nanometer thickness. *Carbon*, 45 (10) : 2017-2021.
- Onan, M., 2010. Tek Kullanımlık Hidrofil Antimikrobiyel Dokusuz Yüzey Lamine Çarşaf, Yüksek Lisans Tezi, İstanbul Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul. 143s.
- Özdoğan, E., Demir, A., Seventekin, N., 2006. Nanoteknoloji ve Tekstil Uygulamaları (Bölüm 2). *Tekstil ve Konfeksiyon*, 16 (4) : 225-229.
- Pandey, D., Reifenberger, R., Piner, R. 2008. Scanning probe microscopy study of exfoliated oxidized graphene sheets. *Surface Science*, 602 (9) : 1607-1613.
- Paredes, J. I., Villar-Rodil, S., Martínez-Alonso, A., Tascon, J. M. D. 2008. Graphene oxide dispersions in organic solvents. *Langmuir*, 24 (19) : 10560-10564.
- Park, S., An, J., Jung, I., Piner, R. D., An, S. J., Li, X., Velamakanni, A., Ruoff, R. S. 2009. Colloidal suspensions of highly reduced graphene oxide in a wide variety of organic solvents. *Nano letters*, 9 (4) : 1593-1597.
- Park, S., An, J., Piner, R. D., Jung, I., Yang, D., Velamakanni, A., Nguyen, S. T., Ruoff, R. S. 2008. Aqueous suspension and characterization of chemically modified graphene sheets. *Chemistry of Materials*, 20 (21): 6592-6594.
- Park, S., An, J., Potts, J. R., Velamakanni, A., Murali, S., Ruoff, R. S. 2011. Hydrazine-Reduction Of Graphite-And Graphene Oxide. *Carbon*, 49 (9) : 3019-3023.
- Park, S., Ruoff, R. S. 2009. Chemical methods for the production of graphenes. *Nature nanotechnology*, 4 (4) : 217-224.
- Pei, S., Cheng, H. M. 2012. The reduction of graphene oxide. *Carbon*, 50 (9) : 3210-3228.
- Potts, J. R., Lee, S. H., Alam, T. M., An, J., Stoller, M. D., Piner, R. D., Ruoff, R. S. 2011. Thermomechanical properties of chemically modified graphene/poly (methyl

methacrylate) composites made by in situ polymerization. *Carbon*, 49 (8) : 2615-2623.

- Rahaman, M. S. A., Ismail, A. F., Mustafa, A. 2007. A Review ff Heat Treatment On Polyacrylonitrile Fiber. *Polymer Degradation and Stability*, 92 (8) : 1421-1432.
- Ramakrishna, S., Fujihara, K., Teo, W.E., Lim, T.C., Ma, Z., 2005. An Introduction to Electrospinning and Nanofibers. World Scientific Publishing Co., Singapore, 341-382.
- Rattfalt, L., Chedid, M., Hult, P., Linden, M., Ask, P. 2007. Electrical properties of textile electrodes. In 2007 29th Annual International Conference of the IEEE Engineering in Medicine and Biology Society, 2007, August, (pp. 5735-5738).
- Rehnby, W., Gustafsson, M., Skrifvars, M. 2008. Coating of textile fabrics with conductive polymers for smart textile applications. *Welcome Ambience*, 08, 100-103.
- Reina, A., Jia, X., Ho, J., Nezich, D., Son, H., Bulovic, V., Dresselhaus, M. S., Kong, J. 2008. Large area, few-layer graphene films on arbitrary substrates by chemical vapor deposition. *Nano letters*, 9 (1) : 30-35.
- Ribeiro, R. F., Pardini, L. C., Alves, N. P., Júnior, B., Rios, C. A. 2015. Thermal Stabilization Study of Polyacrylonitrile Fiber Obtained by Extrusion. *Polímeros*, 25 (6): 523-530.
- Rokuta, E., Hasegawa, Y., Itoh, A., Yamashita, K., Tanaka, T., Otani, S., Oshima, C. 1999. Vibrational spectra of the monolayer films of hexagonal boron nitride and graphite on faceted Ni (755). *Surface science*, 427 : 97-101.
- Rozploch, F., Patyk, J., Stankowski, J. 2007. Graphenes bonding forces in graphite. *Acta Physica Polonica A*, *112* : 557.
- Ryu, S. H., Shanmugharaj, A. M. 2014. Influence of long-chain alkylamine-modified graphene oxide on the crystallization, mechanical and electrical properties of isotactic polypropylene nanocomposites. *Chemical Engineering Journal*, 244 : 552-560.
- Salavagione, H. J., Gomez, M. A., Martínez, G. 2009. Polymeric modification of graphene through esterification of graphite oxide and poly (vinyl alcohol). *Macromolecules*, 42 (17) : 6331-6334.
- Schniepp, H. C., Li, J. L., McAllister, M. J., Sai, H., Herrera-Alonso, M., Adamson, D. H., Prud'homme, R.K., Car, R., Saville, D.A., Aksay, I. A. 2006. Functionalized single graphene sheets derived from splitting graphite oxide. *The Journal of Physical Chemistry B*, 110 (17) : 8535-8539.
- Selbes, M., 2013. Elektro-Eğirme Yöntemiyle Nanofiber Tabakalı Hava Filtresi Üretimi ve Performans Testleri. Yüksek Lisans Tezi. Selçuk Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü. Konya. 117s.

- Shahriary, L., Athawale, A. A. 2014. Graphene oxide synthesized by using modified hummers approach. *Int J Renew Energy Environ Eng*, 2 : 58-63.
- Shalaby, A., Nihtianova, D., Markov, P., Staneva, A. D., Iordanova, R. S., Dimitriev, Y.
  B. 2015. Structural Analysis Of Reduced Graphene Oxide By Transmission Electron Microscopy. *Bulgarian Chemical Communications*, 47 (1): 291-295.
- Shang, S., Yang, X., Tao, X. M., Lam, S. S. 2010. Vapor-phase polymerization of pyrrole on flexible substrate at low temperature and its application in heat generation. *Polymer International*, 59 (2): 204-211.
- Shanmugharaj, A. M., Yoon, J. H., Yang, W. J., Ryu, S. H. 2013. Synthesis, Characterization, and Surface Wettability Properties of Amine Functionalized Graphene Oxide Films with Varying Amine Chain Lengths. *Journal of colloid* and interface science, 401 : 148-154.
- Shateri-Khalilabad, M. and Yazdanshenas, M.E., 2013. Fabricating Electroconductive Cotton Textiles Using Graphene. *Carbohydrate Polymers*, 96 : 190–195.
- Sherif, O.M., Leela, S.P., Minh, Q.H., Samy, E.S., 2014. Graphene-supported, iron-based nanoparticles for catalytic production of liquid hydrocarbons from syntesis gas: The role of the graphene support in comparison with carbon nanotubes, *ACS catalysis*, 4 (2) : 535-545
- Shin, M. K., Lee, B., Kim, S. H., Lee, J. A., Spinks, G. M., Gambhir, S., Wallace, G. G., Kozlov, M. E., Baughman R. H., Kim, S. J. 2012. Synergistic Toughening of Composite Fibres by Self-Alignment of Reduced Graphene Oxide and Carbon Nanotubes. *Nature communications*, 3 : 650.
- Shinwa Industrial Co., Ltd., 2015a.Non-Woven Fabric Manufacturing Machine, URL<br/>(erişim tarihi: 16.09.2015)<u>http://www.shinwa-<br/>http://www.shinwa-<br/>cc.co.jp/en/products/meltblow.html</u>
- Shinwa Industrial Co., Ltd., 2015b. Non-Woven Fabric Manufacturing Machine, URL (erişim tarihi: 15.09.2015) <u>http://www.shinwa-</u>cc.co.jp/en/products/spunbond.html
- Shioyama, H. 2001. Cleavage of graphite to graphene. *Journal of materials science letters*, 20 (6) : 499-500.
- Si, Y., Samulski, E. T. 2008. Synthesis of water soluble graphene. *Nano letters*, 8 (6) : 1679-1682.
- Slonczewski, J. C., Weiss, P. R. 1958. Band structure of graphite. *Physical Review*, 109 (2): 272.
- Smalley, R. E. 1997. Discovering the fullerenes. *Reviews of Modern Physics*, 69 (3): 723.
- Somani, P. R., Somani, S. P., Umeno, M. 2006. Planer nano-graphenes from camphor by CVD. *Chemical Physics Letters*, 430 (1) : 56-59.

- Song, J., Wang, X., Chang, C. T. 2014. Preparation and characterization of graphene oxide. *Journal of Nanomaterials*, Artical ID 276143 : 1-6.
- Stankovich, S., Dikin, D. A., Dommett, G. H., Kohlhaas, K. M., Zimney, E. J., Stach, E. A., Piner, R. D., Nguyen, S. T., Ruoff, R. S. 2006. Graphene-based composite materials. *Nature*, 442 (7100) : 282-286.
- Stankovich, S., Dikin, D. A., Piner, R. D., Kohlhaas, K. A., Kleinhammes, A., Jia, Y., Wu, Y., Nguyen, S. T., Ruoff, R. S. 2007. Synthesis of graphene-based nanosheets via chemical reduction of exfoliated graphite oxide. Carbon, 45 (7) : 1558-1565.
- STAR, J.R. 2003. Kullanılıp Atılabilen Nonwovenlara İlgi Artıyor. *Textile Technology*, (2003) 3 : 174-178.
- Staudenmaier, L. 1898. Verfahren zur darstellung der graphitsäure. Berichte der deutschen chemischen Gesellschaft, 31 (2) : 1481-1487.
- Sun T., Garces J.M., 2002, High-performance Polypropylene-Clay Nanocomposites by In-situ Polymerization with Metallocene/Clay catalysts, *Advanced Materials*, 14 : 128-130
- Taylor, G.I., 1969. Electrically Driven Jets. *Journal of Mathematical Physics*, 313 (453-75): 1934–1990.
- Tekin G., 2006. Bipolar Plaka Uygulamaları İçin Pbt/Grafit Kompozit Plakanın Perkolasyon Aralığının Bulunması. Yüksek Lisans Tezi. İstanbul Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü. İstanbul. 94s.
- Theron, S. A., Yarin, A. L., Zussman, E., Kroll, E. 2005. Multiple Jets In Electrospinning: Experiment And Modeling. *Polymer*, 46 (9) : 2889-2899.
- Thongruang, W., Balik, C. M., Spontak, R. J. 2002. Volume-Exclusion Effects in Polyethylene Blends Filled with Carbon Black, Graphite, or Carbon Fiber. *Journal of Polymer Science Part B: Polymer Physics*, 40 (10) : 1013-1025.
- Tiyek İ., Bozdoğan F., 2008. Poliakrilonitril Lif Üretiminde Koagülasyon Banyo Sıcaklığının Lif İçyapısına Etkisinin Geniş Açı X-Işınları Difraksiyonu ile İncelenmesi. *Tekstil ve Konfeksiyon*, 2 : 114-120.
- Tiyek, İ., Bozdoğan, F. 2011. Akrilik lif üretiminde koagülasyon banyosunun önemi. *Pamukkale University Journal of Engineering Sciences*, 11 (3): 319-323.
- Tiyek, İ., Dönmez, U., Yıldırım, B., Karataş, Ş., Alma, M. H., Yazıcı, M., Ersoy, M. S., 2016a. Kimyasal Yöntem ile İndirgenmiş Grafen Oksit Sentezi ve Karakterizasyonu. SAÜ Fen Bilimleri Dergisi 20. 2 : 349-357.
- Tiyek, İ., Gemci, R., Kılınçkıran, M., Dönmez, U., Yıldırım, B., 2014. Comparison Of Strength Properties Of Polypropylene-Based Spunbond Textile Surfaces With Different Values Of MFI And Weight. 6th International Istanbul Textile

Conference, Future Technical Textiles FTT 2014, Book of Abstracts p.139, October 2014, Marmara University Conference Center, İstanbul, Turkey.

- Tiyek, İ., Yazıcı, M., Alma, M. H., Dönmez, U., Yıldırım, B., Uruş, S., Salan T., Karataş, Ş., Karteri, İ. 2016b. Nanolif Yapılı Poli (Akrilonitril-Vinil Asetat)/Grafen Oksit Yapıların Karakterizasyonu. *Tekstil ve Mühendis*, 23 (102): 82-92.
- Topçu, A. A. 2012. A green pathway for the production of chemically exfoliated graphene sheets with the assistance of microwave irradiation. Master of Science. Koç University Material Science and Engineering. İstanbul. 95p.
- Toptaş, N., 2006. Anilin Ve Poliakrilonitril Kullanarak Kimyasal Polimerizasyon Yöntemi İle İletken Kompozit Lif Hazırlanması. Yüksek Lisans Tezi. Ankara Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü. Ankara. 90s.
- TS 391 EN ISO 9237, 1999. Tekstil -Kumaşlarda Hava Geçirgenliğinin Tayini, TSE, ICS 59.080.30, Ankara
- TS EN 1149-1, 2006. Koruyucu Giyecekler-Elektrostatik Özellikler- Bölüm 1: Yüzey öz direnci, TSE, ICS 13.340.01, Ankara
- TS EN 1149-2, 2000. Koruyucu Giyecekler-Elektrostatik Özellikler- Bölüm 2: Malzemenin Derinliğine Elektrik Direncinin Ölçülmesi için Deney Metodu (Dikey Direnç), TSE, ICS 13.340.10, Ankara
- TS EN 12127, 1999. Tekstil-Kumaşlar-Küçük numuneler kullanarak birim alan başına kütlenin tayini, TSE, ICS 59.080.30, Ankara
- Turbak, A. F., (1993). Nonwoven Theory, Process, Performance and Testing, Tappi Press, *Nonwovens Division*, Atlanta. ISBN: 089852265X.
- Uddin, M. E., Layek, R. K., Kim, N. H., Hui, D., Lee, J. H. 2015. Preparation and Properties of Reduced Graphene Oxide/Polyacrylonitrile Nanocomposites Using Polyvinyl Phenol. *Composites Part B: Engineering*, 80 : 238-245.
- Ummartyotin, S., Juntaro, J., Wu, C., Sain, M., Manuspiya, H. 2011. Deposition of PEDOT: PSS Nanoparticles as A Conductive Microlayer Anode in Oleds Device by Desktop İnkjet Printer. *Journal of Nanomaterials*, ID 606714 (26) : 1-7.
- Upadhyay, J., Das, R., Rao, S., Liu, D., Bhattacharyya, D. 2012. Manufacturing and Characterisation of PMMA-Graphene Oxide (GO) Nanocomposite Sandwich Films With Electrospun Nano-Fibre Core. *Journal of Achievements in Materials and Manufacturing*, 55 (2) : 835-840.
- Üstündağ, G.C., 2009. Elektrospinning Yöntemi ile Biyomedikal Kullanıma Yönelik Nanolif Yüzey Üretimi Ve Uygulaması. Yüksek Lisans Tezi. Uludağ Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü. Bursa. 181s.
- Üstündağ, G.C., Karaca, E., 2009. Poli(Vinil Alkol)/Sodyum Alginat Karışımlarından Elektro Çekim Yöntemi ile Elde Edilen Nanolif Yüzeylerin İncelenmesi. Uludağ Üniversitesi Mühendislik Mimarlık Fakültesi Dergisi, 1 (14) : 159-172.

- Vadukumpully, S., Paul, J., Mahanta, N., Valiyaveettil, S. 2011. Flexible Conductive Graphene/Poly (Vinyl Chloride) Composite Thin Films with High Mechanical Strength and Thermal Stability. *Carbon*, 49 (1) : 198-205.
- Valentini, L., Biagiotti, J., Kenny, J. M., Manchado, L. 2003. Physical and Mechanical Behavior of Single-Walled Carbon Nanotube/Polypropylene/Ethylene– Propylene–Diene Rubber Nanocomposites. *Journal of applied polymer sci.*, 89 (10): 2657-2663.
- Vassiliadis, S., Provatidis, C., Prekas, K., Rangussi, M. Novel, 2005. Fabrics With Conductive Fibres. Intelligent Textile Structures-Application, Production & Testing International Workshop-Thessaloniki-Greece, 35s. May 2005.
- Vickery, J. L., Patil, A. J., Mann, S. 2009. Fabrication of Graphene–Polymer Nanocomposites With Higher-Order Three-Dimensional Architectures. *Advanced Materials*, 21 (21): 2180-2184.
- Wallace, P. R. 1947. The Band Theory of Graphite. *Physical Review*, 71 (9): 622.
- Wang, G., Yang, J., Park, J., Gou, X., Wang, B., Liu, H., Yao, J. 2008. Facile Synthesis And Characterization of Graphene Nanosheets. *The Journal of Physical Chemistry C*, 112 (22): 8192-8195.
- Wang, H., Hsu, A., Wu, J., Kong, J., Palacios, T. 2010. Graphene-Based Ambipolar RF Mixers. *IEEE Electron Device Letters*, 31 : 906-908.
- Wang, Q., Du, Y., Feng, Q., Huang, F., Lu, K., Liu, J., Wei, Q. 2013. Nanostructures and Surface Nanomechanical Properties of Polyacrylonitrile/Graphene Oxide Composite Nanofibers by Electrospinning. *Journal of Applied Polymer Science*, 128 (2) : 1152-1157.
- Wang, S., Sun, H., Ang, H. M., Tadé, M. O. 2013. Adsorptive Remediation of Environmental Pollutants Using Novel Graphene-Based Nanomaterials. *Chemical engineering journal*, 226 : 336-347.
- Wang, X., Schreuder-Gibson, H., Downey, M., Tripathy, S., Samuelson, L. 1999. Conductive Fibers From Enzymatically Synthesized Polyaniline. *Synthetic Metals*, 107 (2): 117-121.
- Wang, X., You, H., Liu, F., Li, M., Wan, L., Li, S., Li, Q., Xu, Y., Tian, R., Yu, Z., Xiang, D., Cheng, J. 2009. Large-Scale Synthesis of Few-Layered Graphene Using CVD. Chemical Vapor Deposition, 15 (1-3): 53-56.
- Wang, Y. X., Wang, C. G., Wu, J. W., Jing, M. 2007. High-Temperature DSC Study of Polyacrylonitrile Precursors During Their Conversion to Carbon Fibers. *Journal* of applied polymer science, 106 (3): 1787-1792.
- Wojtoniszak, M., Chen, X., Kalenczuk, R. J., Wajda, A., Łapczuk, J., Kurzewski, M., Drozdzik, M., Chuc, P. K., Borowiak-Palen, E. 2012. Synthesis, Dispersion, And Cytocompatibility of Graphene Oxide and Reduced Graphene Oxide. *Colloids* and Surfaces B: Biointerfaces, 89 : 79-85.

- Wong, C. H. A., Sofer, Z., Kubešová, M., Kučera, J., Matějková, S., Pumera, M. 2014. Synthetic Routes Contaminate Graphene Materials with A Whole Spectrum of Unanticipated Metallic Elements. *Proceedings of the National Academy of Sciences*, 111 (38) : 13774-13779.
- Wu, J., Zhou, D., Looney, M. G., Waters, P. J., Wallace, G. G., Too, C. O. 2009. A Molecular Template Approach to Integration of Polyaniline Into Textiles. *Synthetic Metals*, 159 (12) : 1135-1140.
- Xu, Z., Gao, C. 2010. In Situ Polymerization Approach to Graphene-Reinforced Nylon-6 Composites. *Macromolecules*, 43 (16) : 6716-6723.
- Xu, Z., Zhang, Y., Li, P., Gao, C. 2012. Strong, Conductive, Lightweight, Neat Graphene Aerogel Fibers with Aligned Pores. *Acs Nano*, 6 (8) : 7103-7113.
- Yan, H., Xia, F., Zhu, W., Freitag, M., Dimitrakopoulos, C., Bol, A. A., Tulevski G., Avouris, P. 2011. Infrared Spectroscopy of Wafer-Scale Graphene. Acs Nano, 5 (12): 9854-9860.
- Yang, D., Velamakanni, A., Bozoklu, G., Park, S., Stoller, M., Piner, R. D., Stankovich, S., Jung, I., Field, D. A., Ventrice, C. A., Ruoff, R. S. 2009. Chemical Analysis of Graphene Oxide Films After Heat and Chemical Treatments by X-Ray Photoelectron And Micro-Raman Spectroscopy. *Carbon*, 47 (1): 145-152.
- Yang, X., Liu, G., Balandin, A. A., Mohanram, K. 2010. Triple-Mode Single-Transistor Graphene Amplifier and İts Applications. *ACS nano*, 4 (10) : 5532-5538.
- Yarin, A. L., Zussman, E. 2004. Upward Needleless Electrospinning of Multiple Nanofibers. *Polymer*, 45 (9) : 2977-2980.
- Yazıcı, M., Tiyek, İ., Alma, M. H., Dönmez, U., Yıldırım, B., Karteri, İ. Salan T., Uruş, S., Karataş, Ş., Ersoy, M. S. 2015. Characterisation of Graphene Oxide/Poly(Acrylonitrile-Vinyl Acetate) Nanocomposites Produced by Elektrospinning Method. International Turkic World Conference On Chemical Sciences And Technologies, 11th October -1th November 2015, p.56, Sakarya University, Sarajevo, Bosnia -Herzegovina
- Yazıcı, M., Tiyek, İ., Ersoy, M. S., Alma, M. H., Dönmez, U., Yıldırım, B., Salan, T., Karataş, Ş., Uruş, S., Karteri, İ., Yıldız, K. 2016. Modifiye Hummers Yöntemiyle Grafen Oksit (GO) Sentezi ve Karakterizasyonu. *Gazi Üniversitesi Fen Bilimleri Dergisi Part C: Tasarım ve Teknoloji*, 4 (2) : 41-48.
- Yılmaz, Z., 2011. Elektrospinning Yöntemiyle Elde Edilen Poliüretan Nonolifler Üzerinde Sistem Parametrelerinin Analizi. Yüksek Lisans Tezi. Kahramanmaraş. 132s.
- Yılser Devrim, 2014. Teknolojide Devrim Yaratacak Mucize Malzeme-Grafen, Cumhuriyet Gazetesi Bilim ve Teknoloji Eki, Atılım Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Ankara, 3s.

- Yuan, B., Bao, C., Song, L., Hong, N., Liew, K. M., Hu, Y. 2014. Preparation of Functionalized Graphene Oxide/Polypropylene Nanocomposite with Significantly Improved Thermal Stability and Studies on The Crystallization Behavior and Mechanical Properties. *Chemical Engineering Journal*, 237 : 411-420.
- Yun, Y. J., Hong, W. G., Kim, W. J., Jun, Y., Kim, B. H. 2013. A Novel Method for Applying Reduced Graphene Oxide Directly to Electronic Textiles From Yarns to Fabrics. *Advanced Materials*, 25 (40) : 5701-5705.
- Zeng C., 2001, Poly(methyl methacrylate) and Polystyrene/Clay Nanocomposites Prepared by in-Situ Polymerization, *Macromolecules*, 34 : 4098-4103
- Zhang, H. B., Zheng, W. G., Yan, Q., Yang, Y., Wang, J. W., Lu, Z. H., Ji, G. Y., Yu, Z.
   Z. 2010. Electrically Conductive Polyethylene Terephthalate/Graphene Nanocomposites Prepared by Melt Compounding. *Polymer*, 51 (5): 1191-1196.
- Zhang, M., 2011. "Graphene-Coated Pyrolytic Carbon From Textiles For Lithium Batteries and Other Applications", Master Of Science, The Graduate Faculty Of The University Of Georgia, Athens. p.34.
- Zhang, M., Li, D. J., Wu, D. F., Yan, C. H., Lu, P., Qiu, G. M. 2008. Poly (ethylene terephthalate)/Expanded Graphite Conductive Composites: Structure, Properties, and Transport Behavior. *Journal of applied polymer science*, 108 (3) : 1482-1489.
- Zhao Y.F., 2007. Preparation And Properties Of Electrically Conductive PPS/Expanded Graphite Nanocomposites. *Composites Science And Technology*, 67 (11) : 2528-2534.
- Zhao, X., Zhang, Q., Hao, Y., Li, Y., Fang, Y., Chen, D. 2010. Alternate Multilayer Films of Poly (Vinyl Alcohol) and Exfoliated Graphene Oxide Fabricated Via A Facial Layer-by-Layer Assembly. *Macromolecules*, 43 (22) : 9411-9416.
- Zhao, Y. F., Xiao, M., Wang, S. J., Ge, X. C., Meng, Y. Z. 2007. Preparation and Properties of Electrically Conductive PPS/Expanded Graphite Nanocomposites. *Composites science and technology*, 67 (11) : 2528-2534.
- Zheng, Y., Ando, T. 2002. Hall Conductivity of A Two-Dimensional Graphite System. *Physical Review B*, 65 (24) : 1-11.
- Zhou, T., Chen, F., Liu, K., Deng, H., Zhang, Q., Feng, J., Fu, Q. 2011. A Simple and Efficient Method to Prepare Graphene by Reduction of Graphite Oxide With Sodium Hydrosulfite. *Nanotechnology*, 22 (4): 045704.
- Zhou, Y., Bao, Q., Tang, L. A. L., Zhong, Y., Loh, K. P. 2009. Hydrothermal Dehydration for the "Green" Reduction of Exfoliated Graphene Oxide to Graphene and Demonstration of Tunable Optical Limiting Properties. *Chemistry of Materials*, 21 (13) : 2950-2956.

- Zhu, Y., Murali, S., Cai, W., Li, X., Suk, J. W., Potts, J. R., Ruoff, R. S. 2010. Graphene and Graphene Oxide: Synthesis, Properties, and Applications. *Advanced Materials*, 22 (35) : 3906-3924.
- Zois, H., Apekis, L., Omastova, M. 2001. Electrical Properties of Carbon Black-Filled Polymer Composites. In *Macromolecular Symposia*, 170 (1) : 249-256.



# ÖZGEÇMİŞ

### <u>Kişisel Bilgiler</u>

Adı, soyadı	: Behzat YILDIRIM
Uyruğu	: T.C.
Doğum tarihi ve yeri	: 18.09.1989, Şanlıurfa
Medeni hali	: Bekâr
Telefon	: 0 (344) 280 17 97
E-posta	: <u>bhzatyildirim@gmail.com</u>

### <u>Eğitim</u>

Derece	Eğitim Birimi	Mezuniyet tarihi
Yüksek lisans	KSÜ / Malzeme Bilimi ve Mühendisliği A.B.D	2016
Lisans	KSÜ / Tekstil Mühendisliği Bölümü	2013
Önlisans	Gaziantep Meslek Yüksek Okulu / Tekstil & İplik Bölümü	2010
Lise	Mehmet Rüştü Uzel Endüstri Meslek Lisesi, Tekstil & İplik Bölümü	2007

## <u>Yabancı Dil</u>

İngilizce (Okuma; İyi - Yazma; İyi - Konuşma; Orta)

## <u>Makale</u>

- Tiyek, İ., Dönmez, U., Yıldırım, B., Karataş, Ş., Alma, M. H., Yazıcı, M., Ersoy, M. S., 2016. Kimyasal Yöntem ile İndirgenmiş Grafen Oksit Sentezi ve Karakterizasyonu. *Sakarya Üniversitesi Fen Bilimleri Dergisi* 20. Cilt, 2. Sayı, s. 349-357.
- Yazıcı, M., Tiyek, İ., Ersoy, M. S., Alma, M. H., Dönmez, U., Yıldırım, B., Salan, T., Karataş, Ş., Uruş, S., Karteri, İ., Yıldız, K. 2016. Modifiye Hummers Yöntemiyle Grafen Oksit (GO) Sentezi ve Karakterizasyonu. *Gazi Üniversitesi Fen Bilimleri Dergisi Part C: Tasarım ve Teknoloji*, 4(2), 41-48.
- **3.** Tiyek, İ., Yazıcı, M., Alma, M. H., Dönmez, U., **Yıldırım, B.,** Salan T., Uruş, S., Karataş, Ş., Karteri, İ. 2016. Nanolif Yapılı Poli (Akrilonitril-Vinil Asetat)/Grafen Oksit Yapıların Karakterizasyonu. *Tekstil ve Mühendis*, 2016 (Cilt: 23), 102.

#### <u>Uluslararası Bildiriler (Abstract – Expended Abstract)</u>

- 1. Tiyek, İ., Dönmez, U., Yıldırım, B. 2016. Aşınma Direnci Yüksek Ayakabı Tabanı Tasarımı. *UTIB Turkish Textile and Clothing Sector, 8th International R&D Brokerage Event*, 12-13 May 2016, p.20, Uludağ Tekstil İhracatçılar Birliği-UTİB, Bursa, Turkey.
- Tiyek, İ., Yazıcı, M., Yıldırım, B., Dönmez, U. 2016. Kimyasal Tehlikelere Karşı Nanoteknoloji ile Koruyucu Giysi Üretimi. UTIB Turkish Textile and Clothing Sector, 8th International R&D Brokerage Event, 12-13 May 2016, p.25, Uludağ Tekstil İhracatçılar Birliği-UTİB, Bursa, Turkey.
- Tiyek, İ., Yazıcı, M., Alma, M. H., Ersoy, M. S., Karataş, Ş., Yıldırım, B., Dönmez, U., Salan, T. 2016. Fosfor/Poliakrilonitril Bikomponent Nanolif Yüzeyler. UTIB Turkish Textile and Clothing Sector, 8th International R&D Brokerage Event, 12-13 May 2016, p.41, Uludağ Tekstil İhracatçılar Birliği-UTİB, Bursa, Turkey.
- 4. Tiyek, İ., Yıldırım, B., Dönmez, U. 2016. Haslık Değerleri Yüksek Fosfor Katkılı Enerji Depolayan Lif Tasarımı. *UTIB Turkish Textile and Clothing Sector, 8th International R&D Brokerage Event,* 12-13 May 2016, p.44, Uludağ Tekstil İhracatçılar Birliği-UTİB, Bursa, Turkey.
- 5. Tiyek, İ., Dönmez, U., Yıldırım, B. 2016. Yüksek Performanslı Polipropilen/Grafen Oksit Lifler. UTIB Turkish Textile and Clothing Sector, 8th International R&D Brokerage Event, 12-13 May 2016, p.53, Uludağ Tekstil İhracatçılar Birliği-UTİB, Bursa, Turkey.
- 6. Yazıcı, M., Tiyek, İ., Alma, M. H., Dönmez, U., Yıldırım, B., Karteri, İ. Salan T., Uruş, S., Karataş, Ş., Ersoy, M. S. 2015. Characterisation of Graphene Oxide/Poly(Acrylonitrile-Vinyl Acetate) Nanocomposites Produced by Elektrospinning Method. *International Turkic World Conference On Chemical Sciences And Technologies*, 11th October -1th November 2015, p.56, Sakarya University, Sarajevo, Bosnia -Herzegovina
- Yıldırım, B., Yazıcı, M., Dönmez, U., Tiyek, İ. 2015. Ergonomik Balistik Yelekler İçin Plaka Tasarımı. UTIB Turkish Textile and Clothing Sector, 7th International R&D Brokerage Event, 27-29 May 2015, p.10, Uludağ Tekstil İhracatçılar Birliği-UTİB, Bursa, Turkey.
- Yıldırım, B., Karteri, İ., Yazıcı, M., Uruş, S., Dönmez, U., Tiyek, İ., 2015. Grafen Katkılı Fosforlu Tekstil Yüzeyi Tasarımı Ve Uygulamaları. UTIB Turkish Textile and Clothing Sector, 7th International R&D Brokerage Event, 27-29 May 2015, p.42, Uludağ Tekstil İhracatçılar Birliği-UTİB, Bursa, Turkey.
- 9. Yıldırım, B., Karteri, İ., Alma, M. H., Yazıcı, M., Salan, T., Tiyek, İ. 2015. Yeni Nesil RGO/PP İletken Nanokompozit Yapıların Üretimi. UTIB Turkish Textile and Clothing Sector, 7th International R&D Brokerage Event, 27-29 May 2015, p.77, Uludağ Tekstil İhracatçılar Birliği-UTİB, Bursa, Turkey.
- 10. Yıldırım, B., Karteri, İ., Yıldız, K., Yazıcı, M., Ersoy, M. S., Dönmez, U., İsmail TİYEK, İ. 2015. Grafen Esaslı Yüksek Performanslı Isı Yayan Kompozit Zemin Kaplama Malzemesinin Tasarımı. UTIB Turkish Textile and Clothing Sector, 7th International R&D Brokerage Event, 27-29 May 2015, p.77, Uludağ Tekstil İhracatçılar Birliği-UTİB, Bursa, Turkey.

- 11. Yıldırım, B., Karteri, İ., Yazıcı, M., Karataş, Ş., Dönmez, U., Tiyek, İ. 2015. Grafen Tabanlı Esnek Güneş Paneli İle Donatılmış Çok Amaçlı Çadır Tasarımı. UTIB Turkish Textile and Clothing Sector, 7th International R&D Brokerage Event, 27-29 May 2015, p.77, Uludağ Tekstil İhracatçılar Birliği-UTİB, Bursa, Turkey.
- 12. Tiyek, İ., Gemci, R., Kılınçkıran, M., Dönmez, U., Yıldırım, B. 2014. Comparison Of Strength Properties Of Polypropylene-Based Spunbond Textile Surfaces With Different Values Of MFI And Weight. 6th International Istanbul Textile Conference, Future Technical Textiles FTT 2014, Book of Abstracts p.139, October 2014, Marmara University Conference Center, İstanbul, Turkey.
- 13. Yıldırım, B., Alma, M. H., Yazıcı, M., Salan, T., Dönmez, U., Tiyek, İ. 2014. Sıvılaşmış Biyokütle Atıklarından Bor Takviyeli Aktif Karbon Lif Üretimi. UTIB Turkish Textile and Clothing Sector, 6th International R&D Brokerage Event, 03-04 April 2014, p.83, Uludağ Tekstil İhracatçılar Birliği-UTİB, Bursa, Turkey.
- 14. Yıldırım, B., Altun, İ., Altun, İ., Alma, M. H., Dönmez, U., Tiyek, İ. 2014. Acil Durumlarda, Açık ve kapalı Yaralar için Tasarlanmış Yara İyileştirici Biyomalzeme. UTIB Turkish Textile and Clothing Sector, 6th International R&D Brokerage Event, 03-04 April 2014, p.100, Uludağ Tekstil İhracatçılar Birliği-UTİB, Bursa, Turkey.
- **15.** Tiyek, İ., **Yıldırım, B.,** Esenceli, N., Gemci, R., Dönmez, U. 2014. Asker, Polis ve Diğer Güvenlik Güçleri İçin Tasarlanmış Yeni Nesil Kurşun Geçirmez Balistik Yelek. *UTIB Turkish Textile and Clothing Sector, 6th International R&D Brokerage Event,* 03-04 April 2014, p.125, Uludağ Tekstil İhracatçılar Birliği-UTİB, Bursa, Turkey.
- 16. Yazıcı, M., Yıldırım, B., Tiyek, İ., Esenceli, N., Ersoy, M. S., Dönmez, U. 2014. Elektromanyetik Kalkanlama Amaçlı Grafen Katkılı Spunbond Tekstil Yüzeylerinin Elde Edilmesi. UTIB Turkish Textile and Clothing Sector, 6th International R&D Brokerage Event, 03-04 April 2014, p.141, Uludağ Tekstil İhracatçılar Birliği-UTİB, Bursa, Turkey.
- 17. Tiyek, İ., Yıldırım, B., Esenceli, N. 2014. Antidepresan Özelliğe Sahip Fonksiyonel İç Giysi Tasarımı. *UTIB Turkish Textile and Clothing Sector, 6th International R&D Brokerage Event*, 03-04 April 2014, p.211, Uludağ Tekstil İhracatçılar Birliği-UTİB, Bursa, Turkey.

#### **Ulusal Bildiriler (Posterler)**

- Tiyek, İ., Dönmez, U., Yıldırım, B. 2015. Isı, Ses ve Yangın Yalıtımında Kullanılabilecek Bor Katkılı Kompozit Malzeme Tasarımı. 5. Doğu Akdeniz Üniversiteleri Ar-Ge Proje Pazarı ve Proje Yarışması, Poster Kitabı p.42, 29 Nisan 2015, Osmaniye Korkut Ata Üniversitesi, Osmaniye, Türkiye.
- Tiyek, İ., Yazıcı, M., Yıldırım, B., Dönmez, U. 2015. Polimer Esaslı Yeni Nesil İletken Malzemelerin Üretilmesi. 5. Doğu Akdeniz Üniversiteleri Ar-Ge Proje Pazarı ve Proje Yarışması, Poster Kitabı p.69, 29 Nisan 2015, Osmaniye Korkut Ata Üniversitesi, Osmaniye, Türkiye.

#### Hakem Değerlendirmesindeki Makaleler

- Alma, M. H., Yazıcı, M., Yıldırım, B., Salan T., Dönmez, U., Tiyek, İ., Ersoy, M. S. 2016. Spunbond Dokusuz Tekstil Yüzeyi Üzerine Elektro Çekim Yöntemi ile Nano Boyutta Grafen Kaplanması ve Karakterizasyonu. *Tekstil ve Mühendis*, 2016 (Cilt: --), --/--.
- Ersoy, M. S., Tiyek, İ., Yazıcı, M., Alma, M. H., Salan, T., Yıldırım, B., Dönmez, U. 2016. Poli(Akrilonitril-Ko-Vinil Asetat)/İndirgenmiş Grafen Oksit Nanolif Üretimi ve Termal Analizi. *Gazi Üniversitesi Fen Bilimleri Dergisi Part C: Tasarım ve Teknoloji*, (Cilt: --), --/--.

#### Proje ve Tezler

- 2016 Kahramanmaraş Sütçü İmam Üniversitesi (Yüksek Lisans Tezi), "Polimer Esaslı Grafen Katkılı Yeni Nesil İletken Kompozit Malzemelerin Üretimi ve İletkenlik Karakteristiğinin İncelenmesi", Danışman; Yrd. Doç. Dr. İsmail TİYEK
- 2013 Kahramanmaraş Sütçü İmam Üniversitesi (Bitirme Projesi II), "Polipropilen Halı İpliği Üreten BCF Makinası ve İşlem Parametrelerinin İplik Özelliklerine Etkisinin İncelenmesi", Danışman; Yrd. Doç. Dr. İsmail TİYEK
- 2012 Kahramanmaraş Sütçü İmam Üniversitesi (Bitirme Projesi I), "Akrilik Esaslı Fantezi İpliklerin Özellikleri, Üretimi Ve Kullanım Alanlarının Araştırılması", Danışman; Yrd. Doç. Dr. İsmail TİYEK
- 2010 Gaziantep Meslek Yüksek Okulu, Tekstil Bölümü (Sistem Analizi), "Katlı İplik Makineleri", Danışman; Öğr. Gör. Dilan Canan ÇELİKEL
- 2009 Gaziantep Meslek Yüksek Okulu, Tekstil Bölümü (Sistem Analizi), "Çekme Makineleri", Danışman; Öğr. Gör. Asuman KANBER

### <u>Akademik Başarılar ve Ödüller</u>

- 2016 Kahramanmaraş Sütçü İmam Üniversitesi, Yüksek lisans eğitimini yüksek onur derecesi ile tamamladı.
- 2014 2210-C Öncelikli Alanlara Yönelik Yüksek Lisans Bursu, TÜBİTAK Bilim İnsanı Destekleme Dairesi Başkanlığı Başkanlık.
- 2013 Kahramanmaraş Sütçü İmam Üniversitesi, Lisans eğitimini onur derecesi ile tamamladı.
- 2010 Gaziantep Meslek Yüksek Okulu, Önlisans eğitimini onur derecesi ile tamamladı.

#### <u>Proje Deneyimi</u>

- 2014-2016 Elektromanyetik Kalkanlama Amaçlı Grafen Katkılı Spunbond Ve Meltblown Tekstil Yüzeylerinin Üretilmesi ve Grafenin Kalkanlanma Verimine Etkisinin Araştırılması, TÜBİTAK, Proje No: 114M527. Proje Bütçesi: 328.884,20 TL.
- 2015-2016 Polimer Esaslı Grafen Katkılı Yeni Nesil İletken Kompozit Malzemelerin Üretimi ve İletkenlik Karakteristiğinin İncelenmesi, Kahramanmaraş Sütçü İmam Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri Birimi, Proje No: 2015/1-49YLS, Proje Bütçesi: 7.000 TL.

### <u>İş ve Staj Tecrübesi</u>

- 2014-2015 Graf Nano Teknolojik Malzemeler San. ve Tic. Lim. Şti., Kahramanmaraş Uzman Araştırmacı.
- 2012-2013 ME-AS TEKSTİL, Gaziantep (Lisans Staj), Örme, Kalite Kontrol, Örme Boya Bölümü.
- 2012-2013 TEKAS A.Ş., Kahramanmaraş (Lisans Staj), Dokuma İşletmesi, Ür-Ge, Haşıl Dairesi, Kalite Kontrol Bölümü.
- 2011-2012 ARIKAN TEKSTİL, Kahramanmaraş (Lisans Staj), Penye, Karde, Open-End ve Compact İplikçilik Bölümü.
- 2009-2010 AKTEKS A.Ş., Gaziantep (Ön Lisans Staj), İplik Son İşlemler Katlama, Büküm, Bobin, Volofil Makineleri Bölümü.
- 2008-2009 AK İPLİK A.Ş., Gaziantep (Ön Lisans Staj), Fantezi İplik, Kalite Kontrol ve Üretim Bölümü
- 2006-2007 ŞİRECİ TEKSTİL A.Ş., Gaziantep (Orta Öğretim Staj), İplik Hazırlık ve İplik Makineleri Bakım ve Onarım Bölümü

### <u>Eğitim ve Sertifikalar</u>

Liderlik Eğitimi, METBEL, 2015 Risk Analizi Eğitimi, METBEL, 2015 Zaman Yönetimi Eğitimi, METBEL, 2015 Girişimcilik Eğitimi, METBEL, 2015 Dökümantasyon Eğitimi, METBEL, 2015 Beden Dili ve İletişim Teknikleri Eğitimi, METBEL, 2015 Proje Yönetimi Eğitimi, METBEL, 2015 ISO 9001-2008 Kalite Yönetim Sistemi, METBEL, 2016 ISO 9001-2008 İç Tetkikçi (İç Denetçi), METBEL, 2016 ISO 14001-2004 Çevre Yönetim Sistemi, METBEL, 2016 OHSAS 18001:2007 İş Sağlığı ve Güvenliği, METBEL, 2016 Proje Döngüsü Yönetimi Sertifikası, KMTSO, 2013 OEKO-TEX® Standart 100 Katılım Sertifikası, KSÜ, 2012

### <u>Aktiviteler</u>

VIII. Uluslararası ARGE Proje Pazarına Katılım (Proje Ekip Üyesi), 2016, Bursa
VII. Uluslararası ARGE Proje Pazarına Katılım (Proje Ekip Üyesi), 2015, Bursa
VI. Uluslararası ARGE Proje Pazarına Katılım (Proje Ekip Üyesi), 2014, Bursa
V. Uluslararası ARGE Proje Pazarına Katılım (Öğrenci), 2013, Bursa
Silikonlar ve Haşıl Maddeleri Semineri, 2012, Kahramanmaraş
Tekstil Kimyasalları Semineri, 2012, Kahramanmaraş

 9. Ulusal Tekstil Mühendisliği Öğrenci Kongresi, 2012, Kahramanmaraş Riter İplik Teknolojileri Semineri, 2011, Kahramanmaraş
 8. Ulusal Tekstil Mühendisliği Öğrenci Kongresi, 2011, İzmir
 7. Ulusal Tekstil Mühendisliği Öğrenci Kongresi, 2010, Gaziantep

## <u>Araştırma Alanları</u>

Polimerik malzemeler, Nanokompozitler, Nano teknoloji, Grafen, İletken tekstiller

