ÇANKIRI KARATEKİN ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

DOKTORA TEZİ

KARBON KAYNAKLI MALZEME KATKILI BETON HARÇININ FİZİKSEL ve KİMYASAL ÖZELLİKLERİNİN ARAŞTIRILMASI : BİR DENEYSEL TASARIM TABANLI ÇOK YANITLI OPTİMİZASYON UYGULAMASI

Haluk KORUCU

KİMYA MÜHENDİSLİĞİ ANABİLİM DALI

ÇANKIRI
2019

Her hakkı saklıdır

TEZ ONAYI

Haluk Korucu tarafından hazırlanan **'Karbon Kaynaklı Malzeme Katkılı Beton Harçının Fiziksel ve Kimyasal Özelliklerinin Araştırılması: Bir Deneysel Tasarım Tabanlı Çok Yanıtlı Optimizasyon Uygulaması'** adlı doktora tez çalışması 11.06.2019 tarihinde aşağıdaki jüri tarafından oy birliği ile Çankırı Karatekin Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Kimya Mühendisliği Anabilim Dalı'nda Doktora Tezi olarak kabul edilmiştir.

Danışman : Prof . Dr. Ahmet YARTAŞI

Jüri Üyeleri :

Başkan : Prof. Dr. Mehmet Muhtar KOCAKERİM

Üye: Prof . Dr. Ahmet YARTAŞI

Üye : Prof. Dr. Ercan KARAKÖSE

Üye : Prof. Dr. Afife GÜVENÇ

Üye : Dr. Öğr. Üyesi Ömer Faruk DİLMAÇ

Yukarıdaki sonucu onaylarım

Prof. Dr. Tamer KEÇELİ
Enstitü Müdürü

ETİK İLKE VE KURALLARA UYGUNLUK BEYANNAMESİ

Çankırı Karatekin Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Lisansüstü Eğitim-Öğretim ve Sınav Yönetmeliğine göre hazırlamış olduğum **"Karbon Kaynaklı Malzeme Katkılı Beton Harçının Fiziksel ve Kimyasal Özelliklerinin Araştırılması: Bir Deneysel Tasarım Tabanlı Çok Yanıtlı Optimizasyon Uygulaması"** konulu tezin bana ait, özgün bir çalışma olduğunu; çalışmamın hazırlık, veri toplama, analiz ve bilgilerin sunumu olmak üzere tüm aşamalarında bilimsel etik ilke ve kurallara uygun davrandığımı, tezin içerdiği yenilik ve sonuçları başka bir yerden almadığımı, tezde kullandığım eserleri usulüne göre kaynak olarak gösterdiğimi, tezin Çankırı Karatekin Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsünden başka bir bilim kuruluna akademik amaç ve unvan almak amacıyla vermediğimi ve bu çalışmanın Çankırı Karatekin Üniversitesi tarafından kullanılan "Bilimsel intihal Tespit Programı"yla tarandığını, "intihal içermediğini" beyan ederim. Çalışmamla ilgili yaptığım bu beyana aykırı bir durumun saptanması halinde ortaya çıkacak tüm ahlaki ve hukuki sonuçlara razı olduğumu bildiririm. Çankırı Karatekin Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Lisansüstü Eğitim - Öğretim ve Sınav Yönetmeliğinin ilgili maddeleri uyarınca gereğinin yapılmasını arz ederim (05.07.2019).

Haluk KORUCU

ÖZET

Doktora Tezi

Karbon Kaynaklı Malzeme Katkılı Beton Harçının Fiziksel ve Kimyasal Özelliklerinin Araştırılması: Bir Deneysel Tasarım Tabanlı Çok Yanıtlı Optimizasyon Uygulaması

Haluk KORUCU
Çankırı Karatekin Üniversitesi
Fen Bilimleri Enstitüsü
Kimya Mühendisliği Anabilim Dalı
Danışman: Prof. Dr. Ahmet YARTAŞI

Çok yanıtlı optimizasyon yöntemi olan TOPSIS **(**İdeal Çözümlere Yakınlık Yoluyla Tercihlerin Sıralanması Tekniği) Tabanlı Taguchi Metodunun kullanılarak ürün kalitesinin iyileştirilmesinin amaçlandığı bu çalışmada, birinci bölümünde, grafitten Hummers Yöntemi ile Grafen Oksit (GO) sentezi ve GO'nun $NaBH_4$ kullanarak kimyasal indirgenmesi (rGO) sürecinin çok yanıtlı optimizasyonu gerçekleştirilmiştir. İkinci bölümüde ise, sentezlenen yüksek miktarlardaki GO ve rGO ile Grafen Oksit katkılı çimento harçı (GO-BETON) ve Karbon Kaynaklı çimento (KK-BETON) harçı üretilmiştir. GO ve rGO'in çok yanıtlı optimizasyonu için belirlenen kalite kriterleri sırası ile D piki yoğunluğunun G piki yoğunluğuna oranı (D/G), 2D pik şiddeti (I2D), D+D' pik yoğunlukları, kristal boyutu (KB), yüzey pürüzlülüğü (Sr) ve karbonun oksijene atomik oranı (C/O) seçilmiştir. Seçilen kalite kriterlerinden D/G, C/O, KB ve Sr'den sırasıyla GO sentezi için % 19,36, % 15,19, % 58,92, % 40,10 ve rGO sentezi için % 1,51, % 101,82, % 48,05, % 57,49 iyileşme oranları elde edilmiştir. Böylelikle ilk aşama tamamlanmış ve büyük ölçekte GO ve rGO üretimi için optimum karışım oranları belirlenmiştir. İkinci bölümde üretilen çimento harçları için (GO-BETON ve KK-BETON) çok yanıtlı optimizasyonu için kalite kriterleri, termal iletkenlik ve ısı kapasitesi değerleri, su emme yüzdesi (SE), ultrasonik ses hızı (USH), basınç dayanımı (BD) ve sülfürik asit direnci (AKK) olarak belirlenmiştir. Çimento harçı deneyleri için seçilen 56 günlük termal iletkenlik, 56 günlük ısı kapasitesi değerleri, 28 günlük SE, USH, BD ve AKK kalite kriterleri için iyileşme oranları sırasıyla GO-BETON için % 10,9, -% 6,5, % 10,83, %-1,99, % 67,23 ve 59,62, KK-BETON için sırasıyla % 18,95, -% 1,72, -% 9,47, -% 0,4, % 33,91 ve % 44,55 olarak elde edilmiştir. Çalışma sonuçları çimento harçı tasarımlarında kullanılan grafen oksit ve karbon fiberin, üstün kimyasal direnç ve basınç dayanım özelliği sebebi ile kanalizasyon hatları, baraj ve liman betonları gibi korozyona dayanıklı beton uygulamalarında kullanımının uygun olduğunu göstermiştir.

2019,157 Sayfa

Anahtar Kelimeler: Grafit, Grafen Oksit, İndirgenmiş Grafen Oksit, Grafen, Hummers Yöntemi, Kimyasal İndirgeme, Taguchi Yöntemi, TOPSIS Yöntemi, Beton Harçı

ABSTRACT

Ph.D. Thesis

Investigation of the Physical and Chemical Properties of Carbon-based Material Additive Cement Mortar: An Experimental Design-Based Multi-Response Optimization Application

Haluk KORUCU
Çankırı Karatekin Üniversty
Graduate School of Natural and Applied Sciences
Chemical Engineering Department
Supervisors: Prof. Dr. Ahmet YARTAŞI

In this study aims to improve the product quality with the use of TOPSIS (Technique for Order Preference by Similarity to Ideal Solution) based Taguchi-based metot, the multi-response optimization process of graphene oxide synthesis(GO) from the graphite by Hummers metot and reduction of the GO using $NaBH_4$ was performed in the first stage. In the second stage, cement mortar contains high amounts of synthesized GO (GO-BETON) and cement mortar contains carbon based materials (KK-BETON) was produced. The determined quality criteria for multi-response optimization of GO and rGO are the ratio of D density to G peak density (D/G), 2D peak intensity (I2D), D + D 'peak densities, crystal size (KB), surface roughness (Sr) and the carbon to oxygen atomic ratio (C / O), respectively. The improvement rates of 19.36 %, 15.19 %, 58.92 %, 40.10 % for GO synthesis and 1.51 % , 101.82 %, 48.05 %, 57.49 % for rGO synthesis was obtained for selected criteria such as D/G, C / O, KB and Sr, respectively. Thus, the first stage was completed and the optimum mixing ratios for GO and rGO production were determined on a large scale. Quality criteria for multi-response optimization (GO-BETON and KK-BETON) for cement mortars produced in the second stage was determined as thermal conductivity, heat capacity, water absorption percentage (SE), ultrasonic sound velocity (USH), compressive strength (BD) and sulfuric acid resistance (AKK). 56-days thermal conductivity, 56-days heat capacity, 28 days SE, USH, BD and AKK quality criteria for cement mortar was obtained as 10.9 %, -6.5 %, 10.83 %, -1.99 %, and 59.62 % for GO-BETON; 18.9 5%, -1.72 %, -9.47 %, -0.4 %, 33.91 % and 44.55 % for KK-BETON, respectively. The results showed that the graphene oxide and carbon fiber used in the cement mortar designs are suitable for corrosion resistant usage for concrete applications such as sewer lines, dam and port concretes due to their superior chemical resistance and compressive strength.

2019,157 pages

Key Words: Graphite, Graphene oxide, Reduced graphene oxide, Graphene, Hummers Metot, Chemical reduction, TOPSIS based Taguchi Metot, Cement mortar

TEŞEKKÜR

Doktora tezim süresince maddi manevi desteğini her zaman arkamda hissettiğim, benden ilgi ve desteğini esirgemeyen, danışman hocam Prof. Dr. Ahmet YARTAŞI' ya şükranlarımı sunarım.

Yüksek lisans ve doktara öğrenimim süresince, benden her türlü desteğini esirgemeyen, tecrübelerinden ve bilgisinden faydalandığım bölüm başkanımız Prof. Dr. M. Muhtar KOCAKERİM' e, bu çalışma boyunca beni çalışmaya yönelten ve bana rehber olan, her zaman ilgi ve desteğini gördüğüm, eş danışmanım Doç. Dr. Barış ŞİMŞEK' e teşekkür ederim. Çalışmamda beton harçı deneylerinde bilgi ve birikiminden istifade ettiğim, Afyon Kocatepe Üniversitesi Mühendislik Fakültesi İnşaat Mühendisliği Bölümü öğretim üyesi Prof. Dr. Tayfun UYGUNOĞLU'na, sentez kısmında fikirlerinden yararlandığım Aselsan A.Ş. görev yapan Dr. Ali Bilge GÜVENÇ'e ve yine sentez kısmının analizlerinin yapılmasında desteğini esirgemeyen, Bayburt Üniversitesi Mühendislik Fakültesi Kimya Mühendisliği Bölümü Dr. Öğretim Üyesi İbrahim Hakkı KARAKAŞ'a teşekkür ederim.

Tezimin her aşamasında her zaman desteğini yanımda hissettiğim sevgili eşim Fatma Betül KORUCU'ya ve öğrenim hayatım boyunca her zaman sonsuz hoşgörü ve özveriyle beni destekleyen değerli annem Zeynep KORUCU, babam Hulusi KORUCU, ve abim Hakan KORUCU'ya teşekkür ederim.

Çankırı Karatekin Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri Yönetim birimine MF200217D01 numaralı, Karbon Kaynaklı Malzeme Katkılı Beton Harçının Fiziksel ve Kimyasal Özelliklerinin Araştırılması: Bir Deneysel Tasarım Tabanlı Çok Yanıtlı Optimizasyon konulu araştırma projesine, verdiği maddi desteklerinden ötürü teşekkür ederim.

Haluk KORUCU
Çankırı, 2019

İÇİNDEKİLER

ÖZET……..i
ABSTRACT…… ii
TEŞEKKÜR…….iii
SİMGELER DİZİNİ…….viii
ŞEKİLLER DİZİNİ…….ix
ÇİZELGELER DİZİNİ…… xi
1.**GİRİŞ**.....1
1.1 Karbon Kaynaklı Malzemelere Giriş 1
1.1.1 Karbonun allotropları.....1
1.1.1.1 Grafit 2
1.1.1.2 Fulleren 3
1.1.1.3 Elmas.....3
1.1.1.4 Karbon nanotüp.....3
1.1.1.5 Grafen oksit.....4
1.1.1.6 Grafen.....6
1.1.3 Grafen oksitin kullanım alanları.....11
1.1.4 Grafenin özellikleri 13
1.1.5 Grafen sentez yöntemleri 14
1.1.5.1 Mikromekanik ayrıştırma.....14
1.1.5.2 Silisyum karbür 15
1.1.5.3 Kimyasal buhar biriktirme 16
1.1.5.4 Kimyasal indirgeme yöntemi 17
1.1.5.5 Termal tavlama yöntemi 17
1.1.5.6 Fotokaliz varlığında indirgeme 18
1.1.5.7 Elektrokimyasal indirgeme 19
1.1.6 Grafenin kullanıldığı yerler.....19
1.1.7 Grafen oksit ve indirgenmiş grafen oksit sentezi için analiz metotları.....21
1.1.7.1 X ışınları saçılımı (XRD).....21
1.1.7.2 Taramalı elektron mikroskobu (SEM-EDX).....23
1.1.7.3 Atomik kuvvet mikroskobu (AFM) 24
1.1.7.4 FTIR-ATR spektroskopisi.....24
1.1.7.5 Raman spektroskopisi 25
1.2 Çimento ve Beton.....27
1.2.1 Çimento çeşitleri 27
1.2.2 Çimento üretimi 29
1.2.3 Çimento hidratasyonu ve aşamaları 31
1.2.4 Çimento ile suyun kimyasal etkileşimi 34
1.2.5 Kimyasal katkıların çimento ile birlikte kullanımı 35
1.2.6 Uçucu külün çimento ile birlikte kullanımı 36
1.2.7 Karbon kaynaklı malzemelerin çimento üzerinde etki mekanizması 37
1.2.8 GO-Beton harçı deneyleri ve K.K-Beton harçı deneyleri için kalite kriterlerinin önemi.....40
1.2.8.1 Betonun termal iletkenliği.....40
1.2.8.2 Betonun ısı kapasitesi.....40
1.2.8.3 Su emme oranı.....41

1.2.8.4 Ultrasonik geçirgenlik hızı 41
1.2.8.5 Asitte kütle kaybı 42
1.2.8.6 Basınç dayanımı 42
1.2.8.7 Beton elektrik direnci 43
1.3 Deney Tasarımı 44
1.3.1 Deney tasarımı ilkeleri 45
1.3.2 Deney tasarımı aşamaları 46
1.3.3 Taguchi deney tasarımı ve aşamaları 48
1.3.3.1 Faktör ve etkileşimlerin seçilmesi 48
1.3.3.2 Faktör düzeylerinin seçilmesi 49
1.3.3.3 Uygun ortogonal dizinin seçiminin yapılması 49
1.3.3.4 Faktör ve seviyelerin kolonlara atanması 51
1.3.3.5 Testlerin yapılması 51
1.3.3.6 Sonuçların analiz edilmesi 52
1.3.4 TOPSIS Yöntemi 52
1.4 Literatür Taraması 56
1.5 Çalışmanın Motivasyonu 67
1.5.1 Tezin amacı ve içeriği 68
2. MATERYAL ve METOD…… 70
2.1 Malzemeler 70
2.2 Deneysel Metot 73
2.2.1 Grafitten Hummers Yöntemi ile GO sentezi 74
2.2.2 GO'den kimyasal indirgeme metodu ile rGO sentezi 75
2.2.3 GO-Beton deneyleri için Hummers Yöntemi ile YGO sentezi 75
2.2.4 K.K-Beton Deneyleri için, sentezlenen YGO'dan kimyasal indirgeme metodu ile YrGO sentezi 77
2.2.5 GO-Beton deney tasarımının gerçekleştirilmesi 77
2.2.6 KK-Beton harçı deneyleri 79
2.3 Deneysel Yöntem 80
2.3.1 GO ve rGO sentezinde optimum özelliklerinin belirlenmesi 81
2.3.1.1 GO ve rGO için belirlenen kalite karakteristikleri 82
2.3.2 GO-Beton ve KK-Beton harçı deneylerinin optimum özelliklerinin belirlenmesi 86
2.3.2.1 GO-Beton ve K.K-Beton harçı deneyleri için kalite karakteristikleri 87
3. DENEYSEL SONUÇLAR…….. 92
3.1 GO Sentezine Ait Grafiklerin ve Görüntülerin Yorumlanması 92
3.2 rGO Sentezine Ait Grafiklerin ve Görüntülerin Yorumlanması 97
3.3 GO -Beton ve K.K-Beton Deney Tasarımlarında Kullanılmak için Sentezlenen YGO ve YrGO ait Grafiklerin Analiz Edilmesi 102
4. ANALİZ ve OPTİMİZASYON……. 106
4.1 GO Sentezinin Optimum Özelliklerinin Belirlenmesiyle İlgili Kalite Kriterlerine Ait Sonuçların Değerlendirilmesi 106
4.1.1 GO sentezinde TOPSIS tabanlı Taguchi Methodu 107
4.1.2 GO sentezinde doğrulama deneylerinin yapılması 113
4.2 rGO Sentezinin Optimum Özelliklerinin Belirlenmesiyle İlgili Kalite Kriterlerine Ait Sonuçların Değerlendirilmesi 114
4.2.1 rGO sentezinde TOPSIS tabanlı Taguchi Yöntemi 115
4.2.2 rGO sentezinde doğrulama deneylerinin yapılması 121

4.3 GO-Beton Harçı Deneylerinin Optimum Özelliklerinin Belirlenmesine Ait Kalite Kriterlerine Ait Sonuçların Değerlendirilmesi 122
4.3.1 GO–Beton harçı deneylerinde TOPSIS tabanlı Taguchi Methodu 124
4.3.2. GO-Beton harçı deneylerine ait doğrulama deneylerinin yapılması 131
4.4. K.K-Beton Harçı Deneylerinin Optimum Özelliklerinin Belirlenmesine ait Kalite Kriterlerine ait Sonuçların Değerlendirilmesi 132
4.4.1. K.K – Beton harçı deneylerinde TOPSIS tabanlı Taguchi Methodu 134
4.5 Deney Tasarımlarına Ait İyileşme Oranları 142
4.5.1 GO sentezinde doğrulama deneylerine ait bulguların değerlendirilmesi 143
4.5.2 rGO sentezinde doğrulama deneylerine ait bulguların değerlendirilmesi 145
4.5.3 GO-Beton deney tasarımında doğrulama deneylerine ait bulguların değerlendirilmesi 146
4.5.4 K.K - Beton deney tasarımında doğrulama deneylere ait bulguların değerlendirilmesi 148
5.BULGULAR veTARTIŞMA……..... 151
5.1 $L_8(2^7)$ Grafen Oksit Sentezne Ait Deneysel Sonuçların Tartışılması 151
5.2 $L_8(2^7)$ İndirgenmiş Grafen Oksit Sentezine Ait Deneysel Sonuçlarn Tartışılması 153
5.3 $L_8(2^4*3^4)$ GO-Beton Harçı Deneylerine Ait Deneysel Sonuçların Tartışılması 154
5.4 $L_9(3^4)$ K.K-Beton Harçı Deneylerine Ait Deneysel Sonuçların Tartışılması 155
6. SONUÇ……..... 156
KAYNAKLAR…… 158
EKLER..... 166
EK-1 GO Sentezi Deney Tasarımına Ait Kalite Kriteri Sonuçlarının Taguchi Yöntemi ile Analiz Edilen Ana Etkiler Grafikleri 166
EK-2 rGO Sentezi Deney Tasarımına Ait Kalite Kriteri Sonuçlarının Taguchi Yöntemi ile Analiz Edilen Ana Etkiler Grafikleri 172
EK-3 GO-BETON Harçı Deney Tasarımına Ait Kalite Kriteri Sonuçlarının Taguchi Yöntemi ile Analiz Edilen Ana Etkiler Grafikleri 178
EK-4 KK-BETON Harçı Deney Tasarımına Ait Kalite Kriteri Sonuçlarının Taguchi Yöntemi ile Aanaliz Edilen Ana Etkiler Grafikleri..... 191

SİMGELER DİZİNİ

Simgeler ve Kısaltmalar	Açıklamalar
ºC	Santigrat derece
2Θ	Kırınım açısı
Å	Angstrom
AFM	Atomik kuvvet mikroskobu
AKK	Asitte kütle kaybı
BD	Basınç dayanımı
CF	Karbon Fiber
C	Çimento
C-H	Kalsiyum hidroksit
C_3A	Trikalsiyum Aluminat
C_4AF	Tetra Kalsiyum Aluminyumferrite
CS.2H	Alçı Taşı
C_2S	Belit
C_3S	Trikalsiyum silikat
C-S-H	Kalsiyum silikat hidrat
Cp	Isı kapasitesi
CF	Karbon fiber
CVD	Kimyasal buhar biriktirme
ED	Elektrik direnci
GO	Grafen oksit
YGO	Yüksek miktarda sentezlenen grafen oksit
rGO	İndirgenmiş grafen oksit
RGO	İndirgenmiş grafen oksit
YrGO	Yüksek miktarda sentezlenen indirgenmiş grafen oksit
K	Kelvin
K.B.	Kristal boyutu
K.F	Karbon fiber
KM	Karbon Miktarı
KK	Karbon kaynak katkılı
m^2	Metre Kare
mL	Mililitre
MJ	Mega Joule
MPa	Mega Pascal
nm	Nanometre
R	Reaksiyon
S/N	Sinyal gürültü oranı
SE	Su emme oranı
SiC	Silisyum karbür
SP	Süper plastikleştirici
Sr	Yüzey Pürüzlülüğü
T	Termal İletkenlik
TOPSIS	İdeal çözümlere yakınlık yoluyla tercihlerin sıralanması tekniği
U	Ultrasonik Etki
USH	Ultrasonik Ses Hızı
UK	Uçucu Kül
W	Watt

ŞEKİLLER DİZİNİ

Şekil 1.1 Grafit karbonlarının paralel düzlemlerdeki yapısı 2
Sekil 1.2 Fulleren atomlarının yapısı……..... 3
Şekil 1.3. Elmas atomlarının yapısı…….. 3
Şekil 1.4 Karbon nanotüp atomlarının yapısı ……. 4
Şekil 1.5 Grafen oksit için örnek detaylı yapı 5
Şekil 1.6 Grafen ve grafen içerikli fulleren, nanotüp ve grafit yapıları 7
Şekil 1.7 Grafitten, grafen oksit sentezine ait yöntemler 10
Şekil 1.8 Mikromekanik ayrıştırma yöntemi ile grafen sentezi …… …… 15
Şekil 1.9 SiC tabakalarına ısıl işlem uygulanarak gerçekleştirilen grafen sentez mekanizması……..... 16
Şekil 1.10 CVD yöntemi ile grafen sentezi……. 16
Şekil 1.11 0,5 mg/mL GO içeren ve içermeyen 10 mM TiO_2etanol içinde 2 saat UV ışını ile indirgenmesinden öncesi ve sonrasına ait renk değişimleri……..... 18
Şekil 1.12 ErGO'in elektrokimyasal indirgenme ile sentezinin şematik gösterimi 19
Şekil 1.13 Grafit, grafen oksit ve grafene ait XRD desenleri 22
Şekil 1.14. Grafit, grafen oksit ve indirgenmiş grafen oksite ait sem görüntüleri… 23
Şekil 1.15 Grafit , grafen oksit ve indirgenmiş grafen oksite ait Raman desenleri 26
Şekil 1.16 Çimento bileşenleri……..... 32
Şekil 1.17 Çimento bileşenleri ve özellikleri ……..... 33
Şekil 1.18 Sertleşme sürecinde olan betonun C-S-H ve CH oluşumu 33
Şekil 1.19 Çimento esaslı kompozitlerde farklı malzeme ölçekleri arasındaki ilişki 38
Şekil 1.20 GO ve rGO'nun nano tabakalarının çimento tarafından emilimi 39
Şekil 1.21 Şematik olarak bir prosesin değerlendirilmesi 44
Şekil 1.21. Taguchi ortogonal dizi seçim tablosu 50
Şekil 2.1 Beton harçı deneylerine ait görüntüler 71
Şekil 2.2 GO sentezinin şematik gösterimi……..... 74
Şekil 2.3 Grafitten Hummers Yöntemi ile GO sentezine ait deney sistemi..... 75
Şekil 2.4 Grafitten Hummers Yöntemi ile sentezlenen YGO ait deney sistemi..... 76
Şekil 2.5 Grafitten Hummers Yöntemi ile sentezlenen YGO'ya ait görüntüler..... 76
Şekil 2.6. İndirgenmiş grafen oksit sentezi için yüksek sıcaklık ve basınçlı ortamda gerçekleştirilen deney Sistemi…… 77
Şekil 2.7. GO-Beton harçı deneylerine ait görüntüler…… 78
Şekil 2.8 Kalıptan çıkarılmış GO-Beton harçı örnekleri 78
Şekil 2.9 KK-Beton harçı deneylerine ait görüntüler 79
Şekil 2.10 Kalıptan çıkarılmış KK- Beton harçı örnekleri 79
Şekil 2.11 GO ve rGO sentezine ait önerilen perfomans değerlendirme şeması..... 85
Şekil 2.12 GO-Beton ve KK-Beton harçı deneylerine ait önerilen perfomans şeması... 91
Şekil 3.1. GO sentezi deneylerine ait FTIR grafikleri 92
Şekil 3.2 GO sentezi deneylerine ait Raman grafikleri..... 93
Şekil 3.3 GO sentezi deneylerine ait XRD grafikleri 94
Şekil 3.5 GO sentezi deneylerine ait SEM-EDX görüntüleri 96
Şekil 3.6 rGO sentezi deneylerine ait FTIR grafikleri..... 97
Şekil 3.7 rGO sentezi deneylerine ait Raman grafikleri 98
Şekil 3.8 rGO sentezi deneylerine ait XRD grafikleri 99
Şekil 3.9 rGO sentezi deneylerine ait AFM görüntüleri..... 100
Şekil 3.10 rGO sentezi deneylerine ait SEM+EDX görüntüleri..... 101

Şekil 3.11 GO-BETON – KK-BETON harçı deneyleri için sentezlenen YGO ve YrGO ait XRD grafikleri…….. 102
Şekil 3.12 GO-BETON harçı deneyleri için YGO ait SEM+EDX görüntüleri…….. 103
Şekil 3.13 KK-BETON harçı deneyleri için YrGO ait SEM+EDX görüntüleri 104
Şekil 3.14 GO-Beton ve KK-Beton deneyleri YGO ve YrGO ait Raman grafikleri. 104
Şekil 3.15. GO-BETON ve KK-BETON deneyleri için sentezlenen YGO ve YrGO ait FTIR grafikleri…… 105
Şekil 4.1. GO sentezi deneyleri için 1.ağırlık normalize edilmiş değerleri TOPSIS Yöntemi ile kul1anarak elde edilen ortalama değerlerine ait ana etki grafikleri 108
Şekil 4.2. GO sentezi deneyleri için 1.ağırlık normalize edilmiş değerleri TOPSIS Yöntemi ile kul1anarak elde edilen S/N değerlerine ait ana etki grafikleri.....108
Şekil 4.3. GO sentezi deneyleri için 2.ağırlık normalize edilmiş değerleri TOPSIS Yöntemi kul1anarak elde edilen ortalama değerlerine ait ana etki grafikleri 110
Şekil 4.4 GO sentezi deneyleri için 2.ağırlıklı normalize edilmiş değerleri TOPSIS Yöntemi kul1anarak elde edilen S/N değerlerine ait ana etki grafikleri.....110
Şekil 4.5 GO sentezi deneyleri için 3.ağırlık normalize edilmiş değerleri TOPSIS Yöntemi kul1anarak elde edilen ortalama değerlerine ait ana etki grafikleri 112
Şekil 4.6 GO sentezi deneyleri için 3.ağırlık normalize edilmiş değerleri TOPSIS Yöntemi kul1anarak elde edilen S/N değerlerine ait ana etki grafikleri.....112
Şekil 4.8 rGO sentezi deneyleri için 1.ağırlık normalize edilmiş değerleri TOPSIS Yöntemi kul1anarak elde edilen ortalama değerlerine ait ana etki grafikleri 116
Şekil 4.9 rGO sentezi deneyleri için 1.ağırlık normalize edilmiş değerleri TOPSIS Yöntemi kul1anarak elde edilen S/N değerlerine ait ana etki grafikleri.....116
Şekil 4.10 rGO sentezi deneyleri için 2.ağırlık normalize edilmiş değerleri TOPSIS Yöntemi kul1anarak elde edilen ortalama değerlerine ait ana etki grafikleri 118
Şekil 4.11 rGO sentezi deneyleri için 2.ağırlık normalize edilmiş değerleri TOPSIS Yöntemi kullanarak elde edilen S/N değerlerine ait ana etki grafikleri.....118
Şekil 4.12 rGO sentezi deneyleri için 3.ağırlık normalize edilmiş değerleri TOPSIS Yöntemi kul1anarak elde edilen ortalama değerlerine ait ana etki grafikleri 120
Şekil 4.13 rGO sentezi deneyleri için 3.ağırlık normalize edilmiş değerleri TOPSIS Yöntemi kul1anarak elde edilen S/N değerlerine ait ana etki grafikleri.....120
Şekil 4.15 GO-Beton deneyleri için 1. ağırlıklı uygulama için hesaplanan S / N oranları ile TOPSIS Yöntemi uygulaması…….....125
Şekil 4.16 GO-Beton deneyleri için 1.ağırlıklı normalize edilmiş değerleri TOPSIS Yöntemi kul1anarak elde edilen ortalama değerlerine ait ana etki grafikleri 126
Şekil 4.17 GO-Beton deneyleri için 1.ağırlıklı normalize edilmiş değerleri TOPSIS Yöntemi kul1anarak elde edilen S/N değerlerine ait ana etki grafikleri.....126
Şekil 4.18. GO-Beton deneyleri 2. ağırlıklı uygulama için hesaplanan S / N oranları ile TOPSIS Yöntemi uygulaması…….....127
Şekil 4.19 GO-Beton deneyleri için 2.ağırlıklı normalize edilmiş değerleri TOPSIS Yöntemi kul1anarak elde edilen ortalama değerlerine ait ana etki grafikleri 128
Şekil 4.20 GO-Beton deneyleri için 2.ağırlık normalize edilmiş değerleri TOPSIS Yöntemi kul1anarak elde edilen S/N değerlerine ait ana etki grafikleri.....128
Şekil 4.21 GO-Beton deneyleri 3. ağırlıklı uygulama için hesaplanan S / N oranları ile TOPSIS Yöntemi uygulaması…….....129
Şekil 4.22 GO-Beton deneyleri için 3.ağırlıklı normalize edilmiş değerleri TOPSIS Yöntemi kul1anarak elde edilen ortalama değerlerine ait ana etki grafikleri 130
Şekil 4.23 GO-Beton deneyleri için 3.ağırlıklı normalize edilmiş değerleri TOPSIS Yöntemi kul1anarak elde edilen S/N değerlerine ait ana etki grafikle 130

Şekil 4.24. GO-Beton deney tasarımında 3 numaralı deneye ait SEM görüntüleri 131
Şekil 4.25 K.K-Beton deneylerine 1. ağırlıklı uygulama için hesaplanan S / N oranları ile TOPSIS Yöntemi uygulaması……..... 135
Şekil.4.26 K.K-Beton deneyleri için 1.ağırlık normalize edilmiş değerleri TOPSIS Yöntemi ile kul1anarak elde edilen ortalama değerlere ait ana etki grafikleri 136
Şekil 4.28 K.K-Beton Deneylerine 2. ağırlıklı uygulama için hesaplanan S / N oranları ile TOPSIS Yöntemi uygulaması……..... 137
Şekil 4.29 K.K-Beton deneyleri için 2.ağırlık normalize edilmiş değerleri TOPSIS Yöntemi kul1anarak elde edilen ortalama değerlere ait ana etki grafikleri 138
Şekil 4.30 K.K-Beton deneyleri için 2.ağırlıklı normalize edilmiş değerleri TOPSIS Yöntemi kul1anarak elde edilen S/N değerlerine ait ana etki grafikleri..... 138
Şekil 4.31 K.K-Beton Deneylerine 3. ağırlıklı uygulama için hesaplanan S / N oranları ile TOPSIS Yöntemi uygulaması……..... 139
Şekil 4.33 K.K-Beton Deneyleri için 3.ağırlıklı normalize edilmiş değerleri TOPSIS Yöntemi kul1anarak elde edilen S/N değerlerine ait ana etki grafikleri..... 140
Şekil 4.34 K.K-Beton deneylerinin K.Fiber katkılı olan deneye ait SEM görüntüleri. 141
Şekil 4.35 K.K. -Beton deneylerinin grafit katkılı olan deneye ait SEM görüntüleri.. 142
Şekil 4.36 K.K-Beton deneylerinin rGO katkılı olan deneye ait SEM görüntüleri 142

ÇİZELGELER DİZİNİ

Çizelge 1.1 Grafitin oksidasyonu ile grafen oksit elde etme metotları 11
Çizelge 1.2. Karbon atomlarının yaptığı bazı gerilme titreşimleri ve dalga sayıları 25
Çizelge 1.3 Portland çimentosunu oluşturan oksitler ve yaklaşık miktarları 30
Çizelge 1.4 Klinkerin oluşum tepkimeleri ve sıcaklık dereceleri 30
Çizelge 1.5. Portland çimentosu ana bileşenleri 31
Çizelge 1.6. Uçucu küllerin tipik kimyasal kompozisyonları 37
Çizelge 1.7 Toplam serbestlik derecesinin hesaplanması 50
Çizelge 2.1 Deneylerde kullanılan çimentonun kimyasal bileşimi 72
Çizelge 2.2 GO-Beton ve K.K-Beton deneylerinde kullanılan 20°C'deki süperplastikleştiricilerin özellikleri 72
Çizelge 2.3 GO-Beton deneylerinde kullanılan uçucu külün kimyasal bileşimi 72
Çizelge 2.4 K.K -Beton deneylerinde kullanılan karbon fiberin fizikesel Özellikleri 73
Çizelge 2.6 GO'dan kimyasal indirgeme metodu ile sentezlenen rGO ait parametreler ve seviyeleri 82
Çizelge 2.7 rGO sentezine ait deney tasarım modeli ve kodlanmamış seviyeleri 82
Çizelge 2.8 GO ve rGO ait kalite kriterleri ve ağırlıkları 84
Çizelge 2.9 Üçüncü aşama GO-Beton harçı deneylerine ait parametreler ve seviyeleri 86
Çizelge 2.10 Üçüncü aşama GO-Beton harçı deneylerine ait deney tasarım modeli ve kodlanmamış seviyeleri 86
Çizelge 2.11 Dördüncü aşama K.K-Beton harçı deneylerine ait parametreler ve seviyeleri 87
Çizelge 2.12 Dördüncü aşama K.K-Beton harçı deneylerine ait deney tasarım modeli ve kodlanmamış seviyeleri 87
Çizelge 2.13 GO-Beton ve KK-Beton harçı deneylerine ait kalite kriterleri ve ağırlıkları 90
Çizelge 4.1 GO sentezi deneylerine ait tekrarlı kalite kriteri deneysel sonuçları 106
Çizelge 4.2 GO sentezi deneylerine ait deneysel sonuçlarına ait ortalama değerler ... 107
Çizelge 4.3 GO sentezi deneyleri için 1. ağırlıklı uygulama için S / N oranları kullanılarak TOPSIS yöntemi uygulaması 107
Çizelge 4.6 rGO sentezi deneylerine ait kalite kriteri sonuçları 114
Çizelge 4.7 rGO sentezi deneylerine ait deneysel sonuçlarına ait ortalama değerler ... 115
Çizelge 4.8 rGO sentezi deneyleri için 1. ağırlıklı uygulama için S / N oranlarını kullanılarak TOPSIS yöntemi uygulaması 115
Çizelge 4.9 rGO sentezi tasarımı için 2. ağırlıklı uygulama için S / N oranları Kullanılarak TOPSIS Yöntemi Uygulaması 117
Çizelge 4.10 rGO sentezi deneyleri için 3. ağırlıklı uygulama için S / N oranları kullanılarak TOPSIS yöntemi uygulaması 119
Çizelge 4.11 GO-Beton deneylerine ait çift tekrar ortalama ısı kapasitesi deneysel sonuçları 122
Çizelge 4.12 GO-Beton deneylerine ait çift tekrar termal iletkenlik deneysel sonuçları 123
Çizelge 4.13 GO-Beton deneylerine ait çift tekrar diğer deneysel sonuçları 123
Çizelge 4.14 GO-Beton deneylerine ait ortalama ısı kapasitesi ve termal iletkenlik deneysel sonuçları 123

Çizelge 4.15 GO-Beton deneylerine ait diğer ortalama deneysel sonuçları 124
Çizelge 4.16 GO-Beton deneyleri kalite kriterleri için S / N oranları 124
Çizelge 4.17 K.K-Beton harçı deneylerine ait çift tekrar ortalama ısı kapasitesi deneysel sonuçları…..…….. 132
Çizelge 4.18 K.K-Beton harçı deneylerine ait çift tekrar ortalama termal iletkenlik deneysel sonuçları……..... 132
Çizelge 4.19 K.K –Beton harçı deneylerine ait çift tekrar diğer deneysel sonuçları 133
Çizelge 4.20 K.K-Beton harçı deneylerine ait ortalama ısı kapasitesi ve termal iletkenlik deneysel sonuçları…….....…… 133
Çizelge 4.21 K.K-Beton deneylerine ait ortalama diğer deneysel sonuçları 133
Çizelge 4.22 K.K -Beton Deneyleri için hesaplanan S / N oranları ve Tasarımlara ait Ağırlıklar…… 134
Çizelge 4.23 GO sentezinin ağırlıklı normalize edilmiş değerlere göre optimum noktalar ve seviyeleri……..... 143
Çizelge 4.24 GO tasarımı için optimum ve referans malzeme özellikleri arasındaki iyileştirme oranları…… 144
Çizelge 4.25 rGO sentezinin ağırlıklı normalize edilmiş değerlere göre optimum noktalar ve seviyeleri…….. 145
Çizelge 4.26 rGO sentezinde optimum ve referans malzeme özellikleri arasındaki iyileştirme oranları…….. 146
Çizelge 4.27 GO-Beton deney tasarımının ağırlıklı normalize edilmiş değerlere göre optimum noktalar ve seviyeleri……..... 147
Çizelge 4.28 GO-Beton deney tasarımının ağırlıklı normalize edilmiş değerlere göre optimum ve referans malzeme özellikleri arasındaki iyileştirme oranları 148
Çizelge 4.29 K.K.-Beton deney tasarımının ağırlıklı normalize edilmiş değerlere göre optimum noktalar ve seviyeleri……..... 149
Çizelge 4.29 K.K.-Beton deney tasarımının ağırlıklı normalize edilmiş değerlere göre optimum ve referans malzeme özellikleri arasındaki iyileştirme oranları 150

1.GİRİŞ

Karbon yaşamımızın yapı taşını oluşturmakla birlikte hemen hemen her yapıda karbonun varlığına rastlamak mümkündür. Beton, insanlığın yaşamı süresince eski medeniyetlerden günümüze kadar gelebilen, şu anda dünyada en çok kullanılan malzemeler arasında yer almaktadır. Son yıllarda betonun içerisinde karbon kaynaklarının kullanılmasına yönelik çalışmalar giderek artmakla birlikte, bu çalışmalar incelendiğinde karbon kaynaklarının betonun özelliklerinde olumlu yönde etkilerde bulunduğu tespit edilmiştir (Er 2013).

1.1 Karbon Kaynaklı Malzemelere Giriş

Karbon, farklı yapısal formları ile dünyada en çok rastlanabilen elementlerden biridir. Sıfırıncı boyuttan üçüncü boyuta kadar allotropları sahip olan karbon molekülü periyodik tabloda 4A grubu elementi olup, atom numarası 6'dır. Karbon atomlarının altıgen yapıya sahip olması, grafene sıra dışı özellikler kazandırmaktadır. Bu özellikler, mukavemet, esneklik, elektriksel ve ısıl iletkenlik ve sentez biçimine göre süperiletken ya da yarı iletken özellik gösterebilir (Dörtoğul 2018).

1.1.1 Karbonun allotropları

Dünyanın her bölgesinde, karbon ve karbon içerikli maddelere rastlanabilir. Karbon elementi organik kimyanın da yapı taşını oluşturmaktadır (Er 2013). Karbon atomunun sahip olduğu elektonların dağılımının gösterimi aşağıdaki gibidir;

$$6C=1s^2 2s^2 2p^2 \qquad (1.1)$$

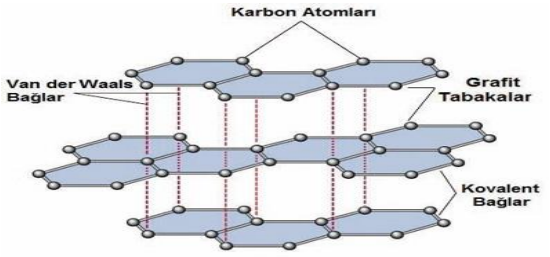
Karbon elementi $1s^2$ orbitalinde kuvvetli bağlanmış iki elektron içermesine rağmen $2s^2 2p^2$ orbitallerinde dört adet zayıf bağlı elektron içerir. Farklı elementlerle bağ yaparken 2s orbitalinde bulunan zayıf elektron boş olan 2p orbitaline geçmeye çalışır.

Böylece aynı nitelikte dört adet elektron meydana gelir. Bu elektronların enerji seviyeleri aynıdır. Bu davranış sp^3 hibridizasyonu olarak adlandırılır (Saito *et al* 1998). Karbon atomlarının çeşitli valens bağı oluşturabilmesi sayesinde, karbon içerikli sistemlerin farklı fiziksel ve kimyasal özellikler gösterebilir (Arseven 2011).

Karbon elementinin en yaygın olarak adlandırılan 4 tane allotropu vardır. Bunlar grafit, fulleren, karbonnanotüp ve elmasdır. Grafen oksit ve grafende bu allotropların içine dâhil edilebilir (Er 2013).

1.1.1.1 Grafit

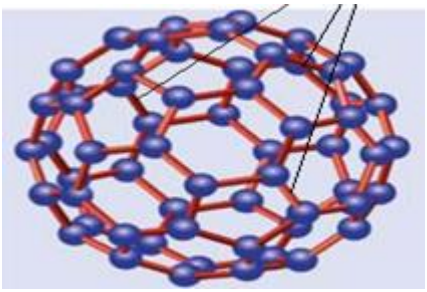
Karbonun en kararlı yapısına sahip olan grafit katmanlı bir yapıya sahiptir. Günlük yaşamda sık sık kullanılan kurşun kalemin içinde de grafit bulunmaktadır. Yapısı itibariyle iki boyutlu karbon atomlarının bal peteği şeklinde altıgen dizilmesiyle oluşan grafen yapılarının, katmanlı bir yapı haline gelmesi ile oluşmuştur (Topaç 2014). Şekil 1.1'de grafitin katmanlı yapısı gösterilmiştir. Her bir katmanda, hekzoganal kafes formundan olup, karbon atomları arası mesafe 0,142 ve katmanlar arası mesafe 0,335 nm'dir. Karbon atomları birbirine kovalent bağlar ile bağlandığı için atomlar arası bağlar oldukça kuvvetlidir. Fakat grafitin yapısındaki düzlemler arası bağlar birbirine VanderWaals bağları ile bağlı olduğu için bu bağları birbirinde ayırmak mümkündür (Dörtoğul 2018).



Şekil 1.1 Grafit karbonlarının paralel düzlemlerdeki yapısı (Çuhadaroğlu A. ve Kara E. 2018)

1.1.1.2 Fulleren

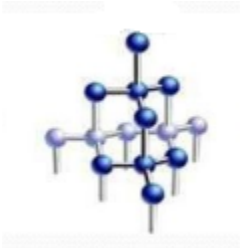
Küresel şekilde grafen tabakasını yuvarlandığımızda oluşmakta olan sarılı grafen yapısına fulleren adı verilir. Fullerenler, grafitin lazerle buharlaştırılması ve yoğunlaştırılması ile ile üretilebilmektedir (Döğan Öztürk 2014).



Sekil 1.2 Fulleren atomlarının yapısı (Kozal 2012)

1.1.1.3 Elmas

Karbon atomlarının sp^3 düzeninde olan elmas, karbonun allotroplarından birisidir. Tetrahedral bir kafeste kararlı sigma kovalent bağları oluşturmaktadır. Kovalent bağ uzunlukları 1,54 Å' ya eşittir. Bu kararlı yapı elmasın tüm doğal malzemeler içinde en sert özellikli malzeme olmasını sağlamıştır.

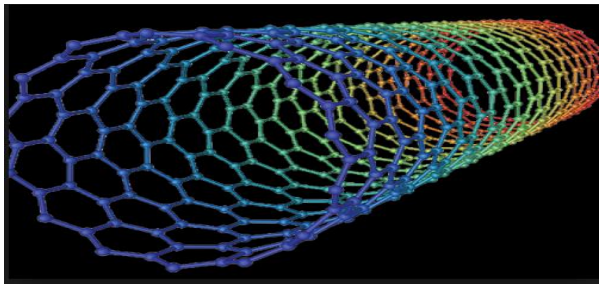


Şekil 1.3. Elmas atomlarının yapısı (Neto *et al* 2006)

1.1.1.4 Karbon nanotüp

Karbon nanotüpler, grafitin tek katmanlı tüp oluşturacak şekilde katlanmasıyla elde edilir. Uçları tamamen açık olan veya fullerenler gibi yarı küresel bir yapıyla kapanan nanokarbon formudur. Grafit tabakasının özelliklerine ve nasıl katlandığına bağlı olarak

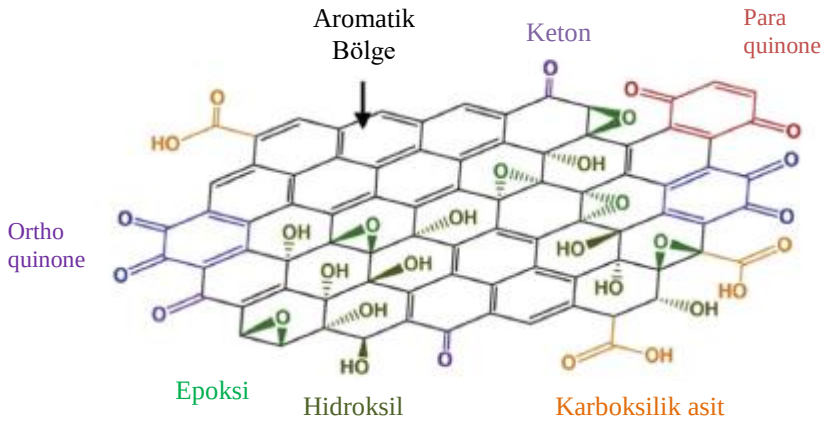
nanotüplerin farklılık gösterebilmektedir. Bu farklılaşma nanotüplerin fiziksel, kimyasal ve elektroniksel özelliklerinde de değişikliklere neden olabilir (Er 2013).



Şekil 1.4 Karbon nanotüp atomlarının yapısı (Neto *et al* 2006)

1.1.1.5 Grafen oksit

Grafen oksitin yapısı, oksidasyon şekline göre farklılık gösterebilir. Oksidasyon şekli, kullanılan reaktantın türüne bağlı olarak diğer fonksiyonel grupları içerebilir. Grafen oksitin atom sayısı bilinemediği için stokiyometrik olmayan bir bileşiktir (Gupta *et al* 2017). Bunun sebebi amorf ve stokiyometrik olmayan malzemelerin karakterizasyonu için kesin sonuçlar verebilecek analitik tekniklerin eksikliğidir. Bu engellere karşın GO'in yapısını anlamak için araştırmalar yapılmıştır (Topaç 2014). GO yapısı hemen hemen amorftur ve kullanılan grafitin çeşidine ve sentezlemede kullanılan yönteme tekniğine bağlı olarak stokiyometrisi değişmektedir. Ancak GO yapısında temel fonksiyonel gruplar olarak; epoksit, hidroksit (-OH) ve karboksilik asit (–COOH) grupları gibi oksijenli fonksiyonel grupları içermektedir. GO'in epoksitlerindeki oksijen ile hidrojen arasındaki bağ sayesinde GO'in bazal düzlemi su ile güçlü bir bağlanma oluşturması, hidrofilik bir özellik göstermesine neden olur (Dreyer *et al*. 2009). GO'in önerilen yapının detaylı gösterimi Şekil 1.5' te gösterilmiştir.



Şekil 1.5 Grafen oksit için örnek detaylı yapı (Ahmad *et al* 2018)

Grafen oksitin iletkenliği, elektronik ve mekanik özelliklerinin ayarlanması oksidasyon derecesine bağlı olduğundan iletken, yarı iletken veya yalıtıcı olarak görev görebilir. Grafen oksitin bant aralığı, oksijen atomlarının miktarı ile doğru orantılıdır. Oksidasyonun derecesi arttıkça, bant boşluğu birkaç elektron voltuna açılmakta ve bir izolatör gibi davranmaktadır. Tipik olarak, grafen oksit, serbest karbon elektronları oksijen içeren gruplar ile bağlandıkça yalıtıcıdır. Bu durum, birçok alandaki kullanımı için problem oluşturur (Urhan 2015). Grafen oksitte tabaklaşmanın artması, grafen oksitin yüzey alanını artırır, gözenek hacmi artar ve elektriksel iletkenliğinde de kısmen artış gözlenir (Gupta *et al* 2017). GO'in indirgenmesi ile iletken özellik yeniden kazanılabilir. Oksijen içeren grupların kaldırılabilmesi ile sıfır bant boşluk grafeninin elde edilebilmesi mümkün olacaktır (Zaaba *et al* 2017).

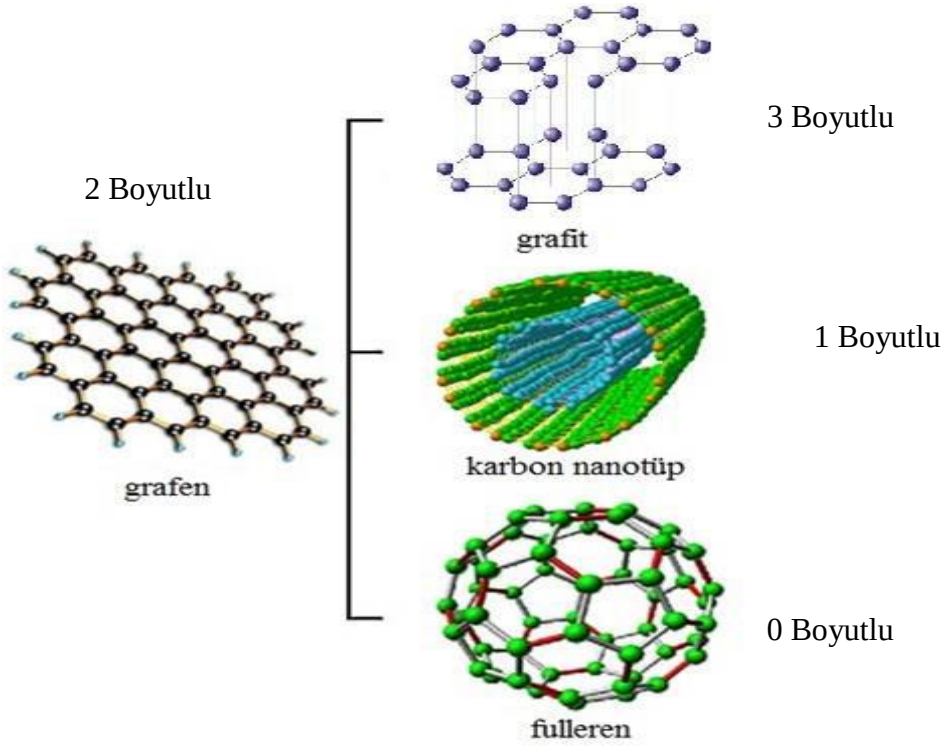
GO, fonksiyonel grupları nedeniyle suda iyi dağılmış kolloidler oluşturur. Bu grupların genel etkisi, GO katmanları arasında Van der Waals kuvvetlerin önüne geçerek onları aglomera haline getirmektir (Wang *et al.* 2008). GO katmanları su içinde negatif yüklüdür. Bu, esas olarak, suda çözünebilen karbonil gruplarının varlığından ötürü, reaksiyon denklemi ile tarif edildiği gibi protonları (H^+) açığa çıkar.

$$C\text{-}OOH + H_2O \rightarrow C\text{-}OO^- + H_3O^+ \qquad (1.2)$$

Bu reaksiyon sulu çözeltiyi asidik yapar, pH değeri yaklaşık 3 civarında olur. Ayrıca zeta-potansiyeli değerlerini kuvvetli negatif yapar. Çoğu, karboksil grubunun negatif zeta potansiyeline katkıda bulunduğu kabul edilmektedir. GO 'nun fonksiyonel grupları, su moleküllerinin bu gruplara güçlü bir şekilde bağlanmasına neden olur ve grafen oksite hidrofilik bir özellik kazandırır (Ghazizadeh *et al* 2017).

1.1.1.6 Grafen

Karbon atomlarının allotroplarının bal peteği şeklinde bir araya gelmesi ile oluşan grafen, iki boyutlu düzlemsel yapıların az sayıda rastlanan örneklerindendir. Karbon atomları 2s ve 2p orbitallerinin birleşimi, 120 derece açılı sp^2 melezleşmesi ile grafenin elektronik özelliklerinde ona sıra dışı özellikler kazandırır. Grafen tabakasında iki karbon atomu arasındaki mesafe 0,142 nm ve kalınlığı ise sadece 0,42 nm'dir (Kozal 2012). Bu özellkler ona elektiriği ve ısıyı iletebilme yeteneği sağlar. Ayrıca grafen yapısı itibariyle yoğunluğu düşük ve hafif bir malzemedir. Çelik ile kıyaslandığında çok daha sert ve esnek bir yapıya sahiptir. Grafen, birçok üstün mekaniksel, termal elektriksel ve optik özelliklerinden dolayı birçok araştırmacının ilgisini çekmiş ve son zamanlarının parlayan yıldızı olmuştur (Novoselov *et al*. 2004).



Şekil 1.6 Grafen ve grafen içerikli fulleren, nanotüp ve grafit yapıları (Kılıç 2012)

İki boyutlu yapısı itibariyle grafen, diğer tüm boyutlardaki karbon içerikli malzemelerin yapıtaşı olarak düşünülebilir. Şekil 1.6' da gösterildiği gibi, grafen temel yapısı kullanılarak farklı malzemeler geliştirilebilmektedir. Yapısında grafen içeren malzemeler arasında en çok bilinenleri fulleren, karbon nanotüp ve grafittir. Grafen yapıları kendi içerisinde küp oluşturacak şekilde katlanırsa fulleren yapısı elde edilir. Grafen yapısı kendi ekseni etrafında silindir şeklinde sarılır ise nanotüpler oluşur. Nanotüpler ise bir boyutlu yapılardır. Birden fazla grafen tabakası üst üste bir araya gelirse grafit yapısı elde edilir. Grafit üç boyutlu bir malzemedir (Kılıç 2012).

Grafendeki hibridizasyon sp^2'dir, ancak grafit tozunu oksitlediğimiz zaman, 2s elektronu $2p_z$'ye atlar. Bu durumda (grafen oksit durumunda) serbest elektron oluşmasına neden olur ve grafit tozunun oksidasyonu sırasında oksijen atomları serbest elektrona bağlanır ve grafit tabakalarındaki C-O bağları, sp^2' nin sp^3'e dönüşümü elektriksel azalmaya neden olur (Kozal 2012). Grafen oksit, grafitin kristal oksidayonu ile tek bir atom kalınlığına sahip tabakasıdır. Grafen üretimi pahalı ve zor iken, grafen oksit nispeten grafen sentezleyebilmek için ucuz bir kaynaktır. Ancak bazı oksijen

işlevleri ve yapısal kusurları içeridiği için grafen oksit ile sentezlenen grafen, indirgenmiş grafen oksit (rGO) olarak kabul edilir (Gupta *et al* 2017).

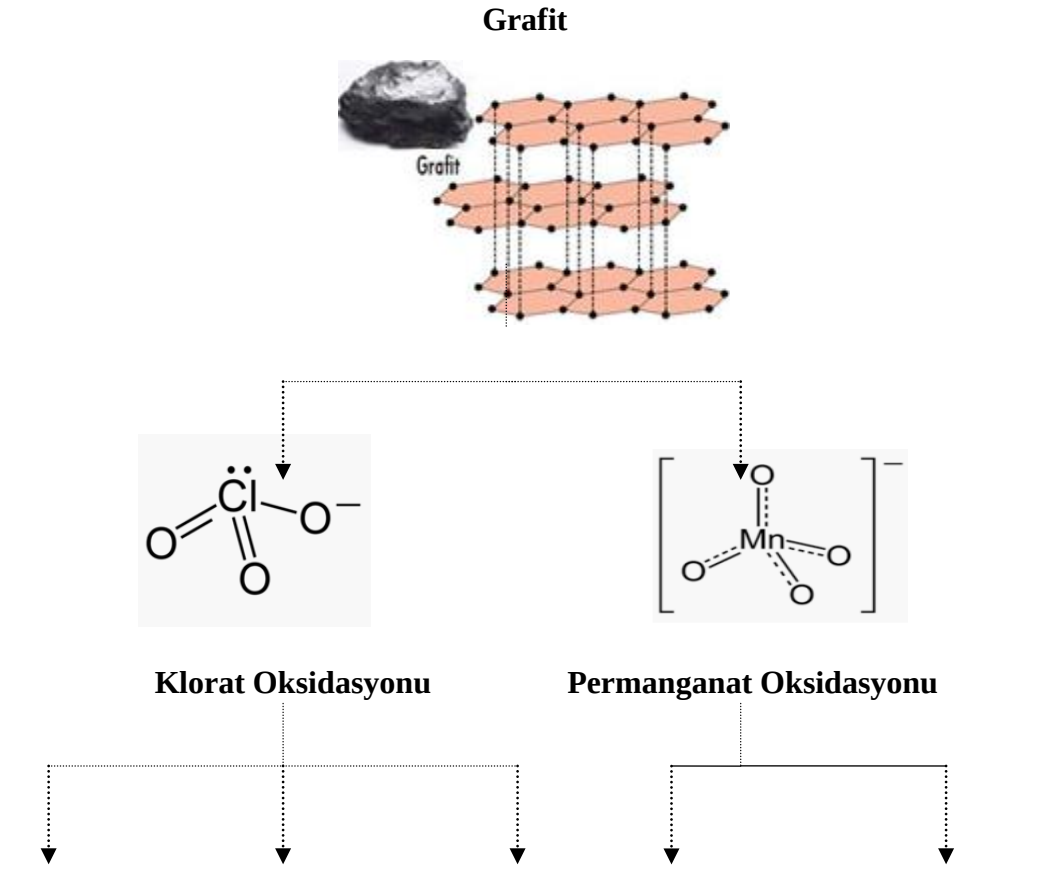
1.1.2 Grafen oksit sentezi için yaklaşımlar

Bilim insanları tarafından çok büyük ilgi gören ve geleceğin malzemesi olarak görülen grafenin, grafen oksidin ve grafitin kimyasını kapsayan çalışmalar bir asır öncesinden başlamıştır.

1859 yılında B.C. Brodie'nin yaptığı çalışma bilinen ilk örnekler arasındadır. Grafit tabakalarına ait reaksiyonları incelerken grafitin yapısını bulmasıdır. İncelediği reaksiyonlardan birtanesinde grafit üzerine derişik nitrik asit (HNO_3) eklemiş ve ardından potasyum klorat ($KClO_3$) ekleyerek reaksiyonu sonlandırmıştır (Brodie 1859). Brodie yapmış olduğu araştırma sonucunda elde ettiği grafite ait pulların kütlesinde artış olduğunu buldu. Kütlede gerçekleşen bu artışın karbon, hidrojen ve oksijenden gerçekleştiğini belirtti. Kuvvetli oksidasyon neticesinde grafit yapısındaki oksijen içeriğinde bir artış gözlemledi. Brodie göre bu malzemenin, C:H:O bileşimini 61,04:1.85:37,11 olarak buldu ve net moleküler formülü ile $C_{2,19}$ H $_{0,80}$ $O_{1,00}$ olarak belirledi. Brodie bu malzemenin su ortamında rahatlıkla dağıtılabildiğini ancak asitli ortamda dağılmadığını buldu. 220°C ye kadar ısıtma işlemi sonucunda malzemenin yapısından karbonik asit ve karbonik oksit uzaklaşmasıyla net moleküler formülü ile $C_{5.51}$ $H_{0.48}$ $O_{1.00}$, C:H:O oranı ise 80,13: 0,58: 19,29 olarak değişti. Brodie yapmış olduğu çalışmaların neticesinde grafitin moleküler ağırlığını 33 olarak tespit etmiştir (Topaç 2014).

1900'lü yılların başında L. Staudenmaier, Brodie'nin yönteminden farklı olarak, potasyum klorat ($KClO_3$) ve derişik nitrik asiti (HNO_3) tek seferde eklemektense, reaksiyon süresince kademeli olarak eklemeyi tercih etmişlerdir. Aynı zamanda ortamın asitliğini daha fazla artırmak amacıyla derişik H_2SO_4 ilave etmiştir. İşlemdeki bu küçük değişiklik Brodie'nin oksitleme derecesini ve reaksiyon verimini artırmıştır (Staudenmaier 1898).

1958'li yılında Hummers ve Offeman, grafitin potasyum permanganat ($KMnO_4$) ve derişik sülfürik asit (H_2SO_4) ile reaksiyonuna dayanan sentez yöntemi geliştirdiler (Hummers and Offeman 1958). Bu yöntemde Hummers ve Offeman, 100 g grafit, 50 g sodyum nitrat ve yaklaşık 2-3 L kadar sülfürik asiti ve 300 g potasyum permanganatı oksidasyon işlemi için reaksiyonda kullandılar. Hummers Yönteminde farklı olarak, patlamalara önlem için, $KCIO_3$ yerine $KMnO_4$ tercih edilmiştir. Asit buharınıda önlemek için HNO_3 yerine $NaNO_3$ tercih edilmiştir. Bu üç yöntem içinde en verimli ve hızlı yöntem Hummers Yöntemi olduğu söylenebilir. Ancak Hummers Yönteminde iyileştirilmeye ihtiyacı vardır, çünkü bu yöntemde toksik olan NO_2 ve N_2O_4 gazları açığa çıkmaktadır. Marcano ve arkadaşları çalışmasını bu gazların açığa çıkmasını engellemeye yönelik olarak modifiye edilmiş Hummers Yöntemi üzerine yoğunlaşmışlardır. Çalışmada Hummers Yönteminde toksik gazlara neden olan $NaNO_3$ yerine H_3PO_4 kullanmış olup $KMnO_4$ miktarı iki katına çıkarılmıştır. Sentezlenen, grafen oksit daha hidrofilik yapıda olup, elektriksel iletkenlik değerlerinde değişme olmamıştır (Marcano *et al* 2010). Ayrıca yapmış olduğu çalışmada Hummers Yöntemine göre grafen oksit sentezlerken, $NaNO_3$ kullanmadan yaptığı çalışmada, $NaNO_3$'ın, grafen oksitin karateristik özellikleri üzerine bir etkisinin olmadığını bulmuştur. Bu da $NaNO_3$'ın Hummers Yönteminde etkin bir yere sahip olmadığı, yerine başka bir kimyasal kullanmadan da, grafen oksit sentezinin mümkün olabildiğini göstermektedir (Zaaba *et al* 2017). Şeki 1.7' de daha net anlaşılabilmesi için grafen oksitin sentezine yönelik yaklaşımlar verilmiştir.



Şekil 1.7 Grafitten, grafen oksit sentezine ait yöntemler (Ahmad *et al* 2018)

Grafen oksitin sentezinde farklı yöntemler üzerinde bilim insanları araştırmalar yapsalarda; yöntemler üzerindeki mekanizmaların yeterince iyi anlaşılması, kimyasalların daha verimli kullanılmasına yönelik Çizelge 1.1'de ki tablo hazırlanmıştır (Topaç 2014).

Çizelge 1.1 Grafitin oksidasyonu ile grafen oksit elde etme metotları (Topaç 2014)

Metod	**Brodie**	**Staudenmaeir**	**Hummers**	**Modifiye Hummers**
Oksidantlar	HNO_3	HNO_3	$NaNO_3$	**Ön Oksidayon**
	$KCIO_3$	$KCIO_3$	H_2SO_4	$K_2S_2O_8P_2O_5$ - H_2SO_4
		H_2SO_4	$KMnO_4$	**Oksidasyon** $KMnO_4$ - H_2SO_4
Reaksiyon Süresi	3-4 gün	1-2 gün	2 saat	**Ön Oksidayon :** 6 saat **Oksidasyon :** 2saat
C-O Oranı	2,16	1,85	2,25	1,3

Hummers Yöntemi, Staudenmaier, Brodie veya diğer yöntemlere kıyasla, grafen oksit sentezi için daha çok tercih edilir. Hummers Yöntemi diğer yöntemlere nazaran çevreci, ekonomik ve verimlidir. Diger yöntemlerde kuvvetli asitler ile klorat kullanımı, yaklaşık 4 gün uzun reaksiyon süresi ve çok sayıda oksidasyon döngüsü, yıkama ve kurutma işlemleri sonucunda ortaya yüksek derecede patlayıcı ClO_2 gazı ortaya çıkar (Dreyer *et al.* 2009).

1.1.3 Grafen oksitin kullanım alanları

Etkileyici fiziksel ve kimyasal özelliklere sahip olan grafen oksit (GO), mükemmel dispersiyon stabilitesi, maliyet etkin potansiyeli, grafen bazlı materyallerin büyük ölçekli üretimi açısından ümit verici katkı maddelerinden birisi olmuştur. Bu özellikler sayesinde; GO, fonksiyonel sıvılar, güneş hücreleri, çimento kompozitleri, ilaç taşıyıcı sistemler, iletken filimler, biyosensörler gibi geniş bir uygulama alanına sahiptir. Transistörler, süper kapasitörler, nano kompozitler, biyo materyaller, iletken polimerler ve iletken mürekkepler, pil teknolojileri, son derece saydam hidrofilik yüzeyler, süperkapasitörler, güneş pilleri için elektrotlar, su arıtma işlemleri, lityum iyon piller, biyosensörler gibi geniş bir uygulama alanına sahiptir (Şimşek *et al* 2018).

Oksitlenmiş türlerini de içine alan, kimyasal reaksiyonlarda kullanılan grafen oksitin yaygın kaynağı doğal grafittir. Doğal grafitten sentezlenen GO, hidrofilik özelliği sayesinsde suda kolaylıkla dağıtılabilir. Bu özelliği ona büyük ölçekli grafitik filmlerin hazırlanmasında, lityum bataryalarda katot bileşeni olarak olarak ve elektronik uygulamalarda gerekli ince filmlerin oluşturulması için kullanımını sağlar (Saner *et al* 2010).

Termoplastikler için eriyik harmanlama dahil olmak üzere farklı imalat teknikleriyle GO kompozit bir dolgu maddesi olarak sentezlenebilir. Grafen oksiti polietilen tereftalat ile hacimce % 3 oranında birleştirmek elektriksel iletkenliğin 1 x 10^{-14} değerinden 2,11 S/m değerine ulaşmasına sebep olmuştur. Grafen oksit metal içermeyen bir katalizör olarak hareket edebilir. Öyle ki hafif koşullar altında alkinlerin hidrasyonu, alkenlerin ve alkollerin oksidasyonu gibi basit katalizör geri kazanımı yüksek verimde ürünler sağlanabilir (Ahmad *et al* 2018).

Son yıllarda GO, grafite indirgenmede, yeni kompozitlerin üretiminde, membranların hazırlanmasında ve lityum hücrelerinde pozitif elektrot olarak kullanılmaktadır (Marcano *et al.* 2010). Grafen oksit sahip olduğu fonksiyonel grupların varlığından dolayı, yapısı kolaylıkla değiştirilebilir. Bu sebepten dolayı grafen oksit içerikli kompozit malzemeler rahatlıkla sentezlenebilmektedir. Örneğin su içinde grafen oksit çekici bir yüzey oluşturduğundan organik, inorganik ve biyomeküller grafen oksit yüzeyine adsorbe olabilmektedir (Xu *et al*. 2009). Atık sulardan boyar maddelerin uzaklaştırılması ve biyo materyallerin grafen oksit yüzeyine herhangi bir yüzey modifikasyonu yapmadan tutunabilir. Özetle Epoksi, hidroksil, karboksil ve karbonil gibi fonksiyonel gruplar, grafen oksit tabakaları üzerinde tutunabilmektedir. Bu özelliği, gaz sensörleri, biyosensörler, süper kapasitörler, DNA ve enzimlerde kullanımı mümkün olmaktadır (Şinoforoğlu 2014).

1.1.4 Grafenin özellikleri

Grafen, keşfinden bu yana göstermiş olduğu sıradışı özellikleri sebebiyle oldukça ilgi çekmiştir. Bu özelliklerin başlıcaları arasında grafenin yüksek termal ve elektriksel iletkenliği ve iki boyutlu yapısı nedeniyle çok büyük yüzey alanına sahip olması sayılabilir. Doğada iki boyutlu tek malzeme olma yeteneğine sahip olan grafenin sahip olduğu elektronlar çok hızlı hareket ederler. Elektronların bu hızlı hareket yeteneği grafeni, entegre devreler için kullanılabilir hale getirmiştir. İki boyutlu sık kafes yapısı sayesinde en küçük atomları bile geçirmemesi grafenin sensör çalışmalarında da kullanılabileceğini göstermiştir. Bu sık kafes yapısına rağmen oldukça esnek olan yapısı farklı yapıdaki malzemeleri bile kaplayabilme yeteneğini sağlamıştır (Avan 2014). Grafen tek atom kalınlığına sahip olmasına karşın mekanik sağlamlılığı çok iyi olan bir malzemedir. Tek-tabakalı yapısı ve mükemmel transfer hızıyla grafen, elektronik aygıtlarda yaygın olarak kullanılmaktadır (Umaç 2014). Tek atom kalınlığındaki grafen tabakası beyaz ışığın (%2-%3) 'ünü tutabilmektedir. Eklenen her bir grafen tabakası yapının opaklığı arttırır (Tekay 2014). Ayrıca ışık geçirgenliği ölçümleri görünür bölgedeki opaklığın dalga boyundan bağımsız olduğunu göstermiştir. Grafenin elektronik özellikleri fotokimya, fotokataliz, enerji dönüşümü ve enerji depolama gibi yeni uygulamalarda kullanımını imkan sağlamaktadır (Chen *et al* 2013).

Grafenin olağanüstü elektron taşıma özellikleri vardır. Bu özelliklerinden bir tanesi, elektrik akımının ışık hızına yaklaşan süratle akmasına sağlayan taşıyıcı özelliğine sahip olmasıdır. Elektrik akımını elektriksel yük taşıyan parçacıkların hareketiyle oluşur. Fizikte sürüklenme hızı olarak adlandırılan bu hız yüklü parçacıklar bir elektrik alana maruz kalınca ortaya çıkan ortalama hızdır (Fronties of Physics 2018). Bunun neticesinde da daha hızlı bilgisayarlar ve elektronik cihazlar üretilebilmektedir. Grafen oksitin indirgenmesi sonucunda indirgenmiş grafen oksit (rGO) yapıları elde edilir. Sentez yöntemine göre rGO, farklı elektronik ve ara yüzey özellikleri taşır. Grafen oksitin indirgenmesi ile C/O oranı artar. Bu artış grafen oksitin bandgap aralığının küçülmesine neden olarak numunenin iletkenliğinin artmasına sebep olur ve böylece numunenin iletkenliği artar (Özcan 2015). Grafen kendi içinde dalgalı bir yapıya olması

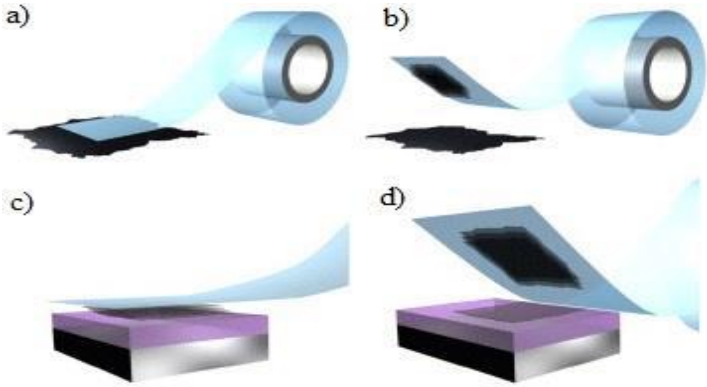
grafene esneklik sağlamakta ve mekanik özelliklerini iyileştirmektedir. Grafenin dalgalı ve iki boyutlu olmasının neticesi olarak yüzey alanı oldukça fazladır (Öztürk Doğan 2014). Grafenin yüksek termal iletkenlik değerleri onu entegre devrede, depolama enerjisinde ve elektronik sensör alanlarında potansiyel bir malzeme olmasını sağlamaktadır (Zaaba *et al* 2015)**.**

1.1.5 Grafen sentez yöntemleri

Grafen sentezi başlıca iki şekilde yapılabilir. Kaynak olarak grafit kullanılan ve grafit yerine başka karbon kaynaklarının kullanılması ile elde edilebilir. Grafit harici kaynak ile grafenin başlıca sentezi için, silikon karbürün katı-hal ayrışması ile atmosfer şartlarında epitaksiyel büyüme, kimyasal buhar çöktürme yöntemi, örnek olarak verilebilir (Kozal 2012). Son yıllarda platinyum, nikel ve bakır gibi metal levhalardan, kimyasal buhar çöktürme methoduyla, yüksek kalitede grafen sentezlenebilmektedir (Eizenberg and Blakely 1979). Araştırmacılar, kimyasal buhar çöktürme metodu ile grafen kalitesini iyileştirebilmek için grafenin sentez aşamasındaki parametrelerin etkilerini araştırmışlardır. Bunlar, reaksiyon basıncı ve proses sıcaklığı, asetilen, amonyak, metan ve hidrojenin akış hızının, grafen katman kalınlığı üzerine etkileri analiz edilmiştir. Bu zamana kadar ki çalışmalarda, genellikle bir veya iki parametre dikkate alınmış veya herhangi bir sistematik yöntem ve tasarım izlenmeden deneyler gerçekleştirilmiştir (Şimşek *et al* 2018).

1.1.5.1 Mikromekanik ayrıştırma

Grafitin iç tabakalardaki Van der Waals etkileşim bağların olmasından dolayı oldukça zayıf bir kuvvet uygulanarak bu tabakalar koparılabilir. Yapılan araştırmalar yapışkan bir bant ile tabakaların kolaylıkla ayrılabildiğini göstermiştir. Bu yöntemle yapışkan bir bandı 12 kez kadar tekrarlanması ile 1 μm kadar kalınlıkta grafit tabakasından tek tabakalı grafen örneğinin sentezlenebilmesi mümkün olduğunu göstermiştir (Novoselov and Geim 2004).



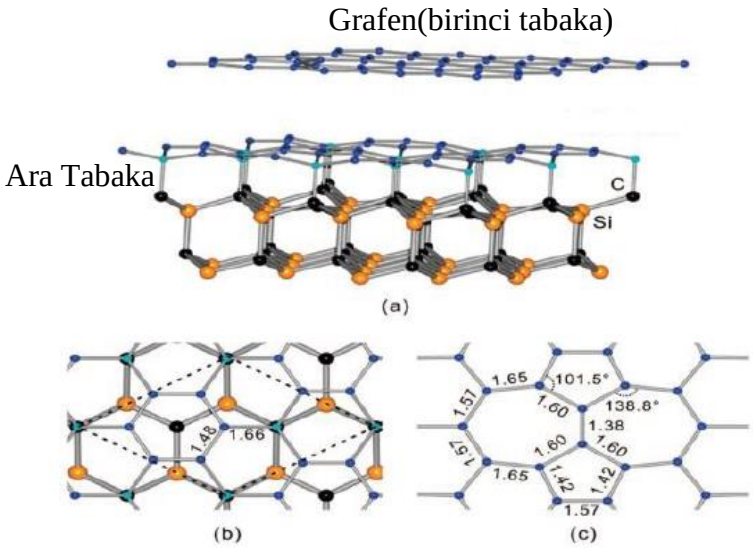
Şekil 1.8 Mikromekanik ayrıştırma yöntemi ile grafen sentezi (Öztürk Doğan 2014)

Bu yöntemde yapıştırıcının vermiş olduğu kirlilikten dolayı grafenin yapısı kısmen kirlenebilmektedir. Kullanılan grafit kaynağı kalitesi ne kadar yüksek ve tek kristal yapıda olursa, sentezlenen grafenin elektriksel ve yapısal kalitesi o kadar iyi olmaktadır. Büyük ölçekli sentez işlemleri için bu yöntem pek tercih edilmemektedir (Öztürk Doğan 2014).

1.1.5.2 Silisyum karbür

Grafen senteziyle ilgili bir başka yöntem ise tek kristal SiC'ün metal üzerinde büyütülerek grafitlenmesi olarak bildirilmiştir. Bu yöntemle sentezlenen sentetik grafenin, elektron hareketliliği doğal grafitten sentezlenen grafen kadar yüksek olmasada, elektronik uygulamalar için kullanılabilmektedir (Penuelas *et al.* 2009).

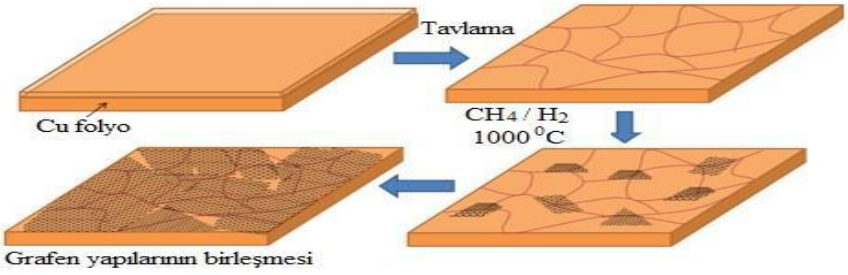
Bu yöntem vakum altında yaklaşık 1300°C' de silisyum atomlarının süblimleşmesi neticesinde yüzeyde karbon ile zengin bölgeler yoğunlaşır ve süblimleşmenin dikkatli bir şekilde kontrol edilmesi sonucunda SiC tabakası yüzeyinde çok ince grafenin oluşması sağlanır. Yüksek vakumda 1500°C' de silikonun süblimleştiği için çok daha yüksek sıcaklıklarda (1650°C) grafenin kalitesi artmaktadır. Şekil 1.9' da silisyum karbür tabakalarına ısıl işlem uygulanarak gerçekleştirilen grafen sentezinin mekanizması gösterilmiştir (Er 2013).



Şekil 1.9 SiC tabakalarına ısıl işlem uygulanarak gerçekleştirilen grafen sentez mekanizması (a) Siyah renkte gösterilen atomlar karbonu, turuncu renkte gösterilen atomlar silikonu temsil etmektedir (b) Isıl işlem sırasında üst tabakanın grafen tabakasına dönüşümü (c) grafen sentezi sırasında meydana gelen yapı kusurları (Er 2013)

1.1.5.3 Kimyasal buhar biriktirme

Grafen genellikle Cu, Ru, Ir ve Ni' in de içlerinde bulunduğu metaller üzerinde kimyasal buhar biriktirme (CVD) tekniği kullanılarak tek tabakalı grafit veya grafen metal yüzeyler üzerinde sentezlenebilmektedir. CVD metodunda kullanılacak metaller sınırlı olup en çok tercih edilen Cu'dır. Cu maliyeti düşük, grafen ile etkileşiminin ise fiziksel düzeyde olduğu bir metaldir. Şekil 1.10'de Cu alttaş yüzeyinde CVD tekniği kullanılarak grafenin yüzeyde oluşturulması şematik olarak gösterilmiştir (Öztürk Doğan 2015).



Şekil 1.10 CVD yöntemi ile grafen sentezi (Öztürk Doğan 2015)

1.1.5.4 Kimyasal indirgeme yöntemi

GO'in kimyasal olarak indirgenmesi işleminde genellikle hidrokinon, $NaBH_4$, hidrazin ve NH_3'lı hidrazin gibi indirgeyici ajanlar kullanılmaktadır. Hidrazinin toksik özelliklerinden dolayı çalışırken mümkün olduğunca dikkatli olunması gerekmektedir. GO'in, kimyasal indirgeme yönteminin seçiminin dezavantajı olarak güçlü toksik indirgeyiciler kullanılması olarak verilebilir (Wang *et al*. 2009). $NaBH_4$, GO'in indirgeyicisi olan hidrazinden **ç**ok daha etkilidir ve suyla yavaş bir şekilde hidroliz olduğundan GO'in indirgenmesinde etkiyi artırırır. GO yapısının başlangıç rengi sarı-kahverengi görünümdedir, ancak indirgenme sonrası elde edilen rGO yapısının rengi ise siyahtır (Topaç 2014).

Yeni çevreci indirgeyici bir ajan olarak askorbik asit GO'in kimyasal indirgenmesinde yeni çevreci bir indirgeyici ajan olarak kullanılmaktadır. İndirgeyici ajanlar arasında hidrazin, sodyumborhidrür, alkol, hidriodik asit ile asetikasit, demir/alüminyum tozları, sodyum/potasyum hidroksit, sülfür içeren bileşikler toksik etkilere sahip olmasına karşın, özellikle askorbik asidin zararlı etkileri yoktur. Buda askorbik asidin kullanımının tercih edilmesine sebep olmaktadır (Erikli 2014).

1.1.5.5 Termal tavlama yöntemi

GO'in bir diğer indirgenme yöntemi termal tavlama yöntemidir. Bu yöntemde GO yüksek ısıya maruz bırakılır ve oksijen içeren grupların yüksek ısının etkisi ile yapıdan koparılıp uzaklaşması sağlanır. Oksijen içeren gruplar ise karbon atomlarının kopması sonucu CO_2 olarak yapıdan ayrılır, ancak bu sırada grafenin yapısına zarar verip kusurlara yol açabilir (Poh *et al* 2012). Grafen tabakalarından oksijen grupları uzaklaşırken GO'in kütlesinde yaklaşık olarak % 30 oranında bir azalma meydana gelir. Bu esnada da karbon düzleminin zarar görmesi sonucu yapıda oluşan kusurlardan ötürü elektronik uygulamalarda olması gerekenden çok daha düşük elektriksel iletkenlik ölçülür. Termal tavlama ile GO'in indirgenmesinde ortam koşulları oldukça önemli parametrelerdir. Yüksek tavlama sıcaklıklarında oksijenin yüzeye vermiş olduğu zarar

artacağından O_2 gazı tavlama süresince uzaklaştırılması gerekir. Bu durumda tavlama süresince vakum, inert gaz ya da indirgeyici atmosfer uygulaması yapılmalıdır (Kurt Urhan 2015).

1.1.5.6 Fotokaliz varlığında indirgeme

Grafen Oksit ultraviyole (UV) ışına maruz kaldığı zamanda indirgeme işlemi gerçekleşebilir. Grafen oksit ve TiO_2 çözelti ortamında UV ışına maruz bırakıldığında açık kahverengi olan çözelti rengi, zamanla koyu kahverengi ve ardından siyah renge dönerek renk değişimi gerçekleşir. Rengin siyaha dönmesi grafen oksitin indirgenmesinin başırılı olduğunun bir göstergesidir. İndirgenmeden önce GO tabakasındaki karboksil grupları ile yük transferi sayesinde TiO_2 yüzeyindeki hidroksil gruplarının etkileşimi ile GO tabakaları ile TiO_2 nanopartikülleri arasında hibrit yapısının oluştuğu ve yapının indirgenmeden sonra da korunduğu ileri sürülür (Topaç 2014).



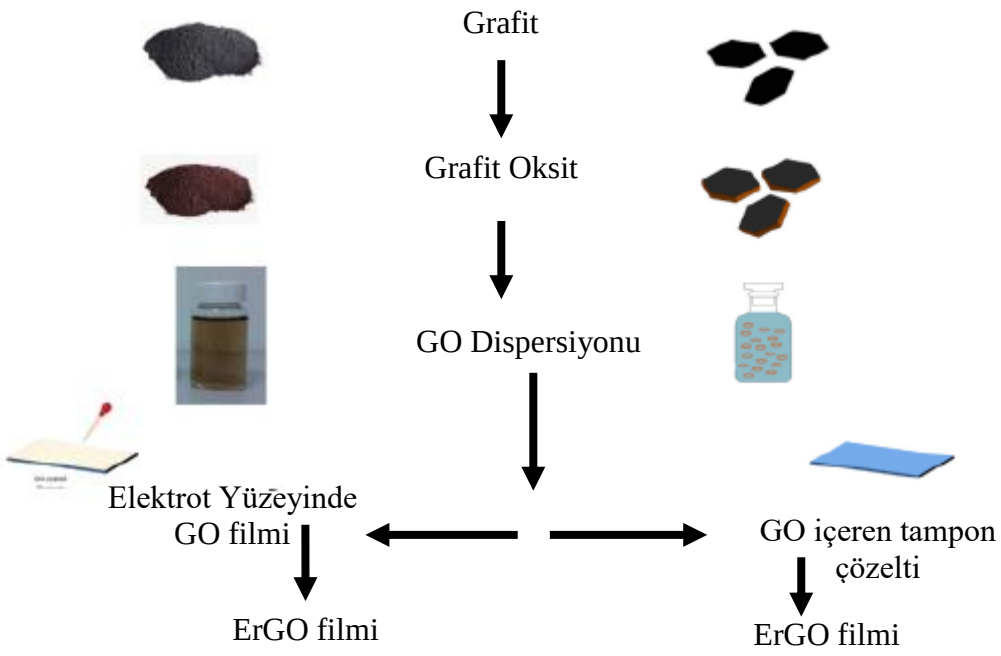
$$TiO_2 + hv \longrightarrow TiO_2(h+e) \quad (1.3)$$

$$T\dot{I}O_2(e) + GO \longrightarrow TiO_2 + rGO \quad (1.4)$$

Şekil 1.11 0,5 mg/mL GO içeren ve içermeyen 10 mM TiO_2 nanopartiküllerinin etanol içinde 2 saat UV ışını ile indirgenmesinden öncesi ve sonrasına ait renk değişimleri (Topaç 2014)

1.1.5.7 Elektrokimyasal indirgeme

GO'in elektrokimyasal olarak indirgenmesi farklı yöntem kullanılabilir. Birinci yöntemde, elektrot yüzeyinde ince film şeklinde elektrokimyasal indirgenmiş grafen oksit (ErGO) ince filminin sentezi için, GO tabakaları sulu kolloidal süspansiyon içinde doğrudan elektrokimyasal olarak indirgenir. İkinci yöntemde oda koşullarında, GO tabakaları elektrot yüzeyinde damlatma, daldırma, tabaka-tabaka ve sprey kaplama ve kendi kendine biriktirme gibi çeşitli teknikleri ile indirgenebilir. GO'in elektrokimyasal olarak indirgenmesi; 1,5-12,5 gibi geniş bir pH aralığında, belirli bir zaman periyodunda ve sabit negatif potansiyel altında gerçekleştirilebilir (Guo *et al*. 2009).



Şekil 1.12 ErGO'in elektrokimyasal indirgenme yöntemi ile sentezinin şematik gösterimi (Doğan Öztürk 2014).

1.1.6 Grafenin kullanıldığı yerler

Grafenin özelliklerinin keşfi birçok araştırmacının dikkatini bu alana çekmesine neden olmuştur. Mikro mekanik yöntem ile grafen sentezi en çok ilgi çeken konular arasında olmuştur. Malzemenin benzersiz özellikleri bir çok alanda kullanılabilmesine imkan

vermektedir. Üstün elektriksel iletkenlik, yüksek optik geçirgenlik ve yüksek mekanik dayanım gibi üstün özellikleri vardır. Üstün özellikleri sebebiyle, grafenin şeffaf yapısı sıvı kristal iletken oksit ekranlarda (LCD), organik ışık yayan dyot ekranlarda (OLED), ekranlarda iletken oksitler (TCO), süper kapasitörler için elektrotlar ve pil gibi birçok alanda grafen uygulamaları görebilmek mümkündür. Grafenin iki boyutlu hekzagonal karbon yapısı sayesinde elektrik-elektronik, uygulamaları için en uygun malzemelerden birisidir (Castro *et al* 2016). Elektronik cihazlarının bileşenlerin küçültülmesi konusunda alt sınıra ulaşılması grafen sayesinde aşılabilecek gibi durmaktadır. Grafen son yıllarda bilgisayar teknolojisinde dokunmatik ekranlarda da kullanılmaya başlanmıştır. Dokunmatik ekranların üretiminde indiyum kalay oksit tercih edilmektedir. İndiyum, doğada az rastlanan bir madde olduğu için, dokunmatik ekranlarda, bu maddenin yerine alternatif, başka maddelerin bulunması gereklidir. Yakın zamanda indiyum elementinin yerini grafen alabilceği düşünülmektedir. Grafenin sergilemiş olduğu elastiklik özelliği onun esnek teknolojik malzemelerde kullanımına imkân sağlamıştır. Günümüzde grafen temelli esnek ekranlı cep telefonları üretilmiştir (Geim and Novoselov 2017).

Mevcut pillerden daha yüksek şarj kapasiteli grafen katkılı piller, sıradan bir pilin iki katı enerji depolama yeteneği göstermişlerdir. Yüksek enerji depolama kabiliyeti, rüzgâr ve güneş enerjisi gibi yenilenebilir enerji endüstrisi için de çok faydalı olacaktır. Grafen malzemesi Pil teknolojisinde olduğu gibi hidrojen depolamada da kullanılabilcektir. Hidrojenin verimli bir şekilde depolanıp, elektrik enerjisine dönüştürümesi konusundaki araştırmalar sürdürülmektedir (Özcan 2015).

Grafenin sentez yöntemine göre özelliklerini anlayabilmek ve bu özellikleri kontrol edebilmek elektronik alanında yeni kapılar açacaktır. Özellikle iletkenlik özelligi dikkat çekmektedir. Grafen transistörlerin, yaygın şeklide üretilen silikondan yapılan transistörlere göre daha hızlı olacağı düşünülmektedir. Buda elektronik cihazlarda dahada küçülmeye gidilebileceği anlamına gelir. Plastikler yapılarına sadece %1 oranında grafen ilave edildiğinde, elektriği iletir hale getirilebilir. Benzer şekilde yapılarına binde bir oranında grafen ilave edilerek plastiklerin ısıya karşı dayanıkları artırılabilir(Kozal 2012). Geleceğin teknolojileri bu kompozit malzemelerden

üretilebilir. Son zamanlarda grafenin kompozit malzeme olarak kullanımıda hızla artmaktadır. Grafenin mekanik ve optik özelliklerinin iyi olması oluşturduğu kompozit mazlemelerede geçmektedir. Çok özelikli kumaşlar, medikal tekstiller ve giyilebilir elektronik elbiselerin üretilmesinde grafen kompozitler tercih edilir bir malzeme haline gelmiştir. Grafen ve türevlerinin, polimer ile birlikte kullanımıyla üretilen liflerin, ipliklerin veya kumaşların mukavemetleri arttırıldığı gibi iletkenlik özellikleri de iyileştiriebilmektedir. Grafenin sahip olduğu üstün özellikleri sayesinde iletken nano tekstil uygulamalarında kulanım alanı bulmaktadır (Tiyek vd. 2016).

Grafenin kullanım alanlarını özetleyecek olursak;

1. Saydam yapısı ile daha iyi aydınlatma ve enerji sistemlerinin yapılması,
2. Güneş hücreleri için elektrodlar olusturması,
3. Lityum pillerde anod ve elektrod malzemesi olarak kullanılması,
4. Alan etkili transistör yapımında kullanılması,
5. Yarı iletken olarak kullanılması

1.1.7 Grafen oksit ve indirgenmiş grafen oksit sentezi için analiz metotları

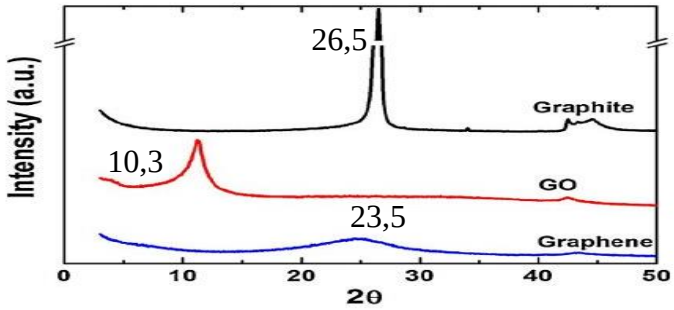
Sentezlenen grafen oksit (GO) ve indirgenmiş grafen oksitin (rGO) kalitesinin, karakterize edilip analiz edilebilmesi için çeşitli yöntemler ile analiz edilmesi gerekmektedir. Bu tez çalışmasında kalite kriterlerinin karakterizasyonu için X Işınları Saçılımı (XRD), Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM-EDX), Atomik Kuvvet Mikroskobu (AFM), Fourier Dönüşümü Kızılötesi (FTIR), Raman Spektroskopisi, cihazları kullanılarak, sentezlenen GO ve rGO' in kalite kriterlerine göre karakterizasyonu yapılmıştır.

1.1.7.1 X ışınları saçılımı (XRD)

X ışınları saçılımı (XRD) ile elde edilen malzemenin kristal yapısı ve malzemenin yapısındaki safsızlıklar hakkında bilgi vermektedir (Dörtoğul 2018). XRD yöntemi,

kristal yapı ve yapı içerisindeki atomların dizilişleri hakkında bilgi verir. Katıların kristal yapısında bulunan atom gruplarının, geometrik olarak düzenli bir şeklide bir araya gelmesiyle oluşur. Kırınım desenleri her kristal için farklıdır ve kristale özgüdür (Er 2013).

Şekil 2.17 grafit, grafen oksit ve grafen XRD desenlerini gösterir. XRD paterninde (001) kristal düzleminde, grafit için düzlem arası mesafe yaklaşık 0,336 nm iken Hummers Yöntemi ile elde edilen grafen oksitin için düzlem arası mesafe yaklaşık 8,33 nm'dir. Artan mesafe, tabakaların arasındaki mesafeyi arttıran her tabakanın kenarında bir dizi oksijen içeren grubun kullanılmasından kaynaklanır. Grafen oksitin indirgeme işleminden sonra, aralık yine grafitinkinden biraz daha yüksek olan 0,37 nm'ye düşer (Johra *et al* 2013).

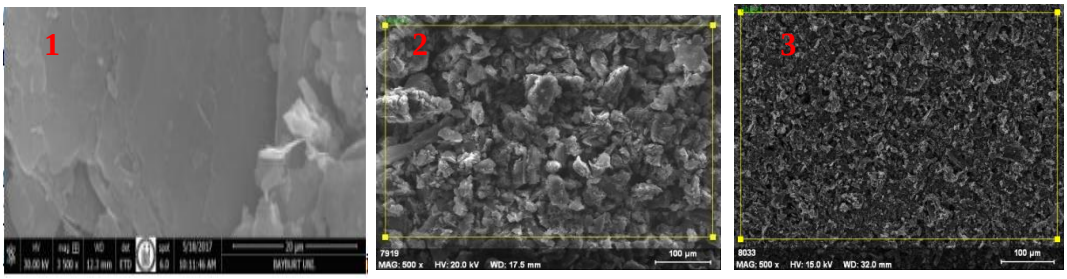


Şekil 1.13 Grafit, grafen oksit ve grafene ait XRD desenleri (Johra *et al* 2013)

X-ışını Kırınım Paterninde (XRD) grafit, 2θ = 26,5°'de karakteristik bir pik gösterir. Oksidasyon işlevsellikleri başladıktan sonra grafitik tepe 2θ = 9-13° aralığında bir değere kayar ve grafen oksite ait nitelik sergilemiş olur. Grafen oksite ait indirgeme işleminin yapılmasının ardından oksijen gruplarının azalması sebebiyle grafen oksite ait pik kaybolur, 2θ = 22-28°'de yeni geniş bir pik görünür. GO'nun indirgenme işlemine bağlı olarak yapıda bulunan fonksiyonel fonksiyonel grupların (C-O-C, C=O, C-H, C-OH) uzaklaşması ile de ara tabaka boşluğunda azalma gerçekleşir. Tepe noktasına ait pikteki meydan gelen genişleme, grafenin yapısında düzensizliğe işaret etmektedir. Düzensizlik artıkça düzlemler arası mesafesi artmakta ve pik genişlemektedir. Genişleyen pikin şiddeti düşmekte ve kristal boyutunda da azalma gerçekleşir (Tiyek vd. 2016).

1.1.7.2 Taramalı elektron mikroskobu (SEM-EDX)

Sentezlenen malzemelerin GO ve rGO' nun mikro yapısal özelliklerini 3 boyutlu olarak görüntülenerek, yüzey yapısını elementer olarak analiz edebilmektedir. SEM-EDX çok yüksek vakum altında gerçekleştirilmektedir. Elektronlar, örnekteki atomlarla etkileşim halinde girerek, yüzeyinde dağılır ve farklı frekansta sinyaller üretmektedir. Bu sinyaller vasıtasıyla numunedeki elementlerin kimyasal analizi yapılabilmektedir. Bu metotta Enerji Yayılımı X-ışını (EDX) denilmekte ve elementlerin kantitatif olarak analizine imkan sağlamaktadır (Er 2013).



Şekil 1.14. Grafit(1), grafen oksit(2) ve indirgenmiş grafen oksite(3) ait sem görüntüleri

Şekil 1.14'de öndenemelerde sentezlenen, grafen oksit, indirgenmiş grafen oksit ve sentezde kullanılan grafite ait, SEM görüntüleri verilmiştir. Bu görüntüler dikkatli bir şekilde incelendiğinde, doğal grafitin düzgün ve düzenli olan yüzeyi, oksidasyon için kimyasal işlem görmesinin ardından morfolojik yapısının bozulduğu için 2-boyutlu GO tabakaları tabakalar halinde kıvrılmış, katlanmış şekilde gözükmektedir. Bu kıvrımların oluşmasının sebebi GO oluşumu sırasında ortaya çıkan oksijen içeren fonksiyonel gruplardan ve bunun sonucu oluşan yapısal kusurlardan kaynaklanmaktadır. Şekilde rGO ait SEM görüntüsü incelendiğinde fonksiyonel grupların yapıdan uzaklaşması sebebiyle tabakalı yapının topaklaştığı da görülmektedir (Dörtoğul 2018).

Literatür incelendiğinde grafit, grafen oksit ve indirgenmiş grafen oksit yapılarına ait EDX analizleri incelediğinde, grafitin saf karbon yapısından dolayı C/O oranları -100 olarak çıkmaktadır. Oksidasyon işlemi sonrası grafen oksitte C/O oranı ise 2-3 arasında olmaktadır. İndirgeme işleminin yöntemine ve şiddetine göre sentezlenen indirgenmiş grafen oksit yapılarının C/O oranı 3-256 arasında değiştiği literatür araştırmaları sonucu

bilinmektedir SEM+EDX sonuçları bizlere oksidasyon ve indirgeme işlemlerinin şiddetlerini net bir şeklide anlamamız için çok önemlidir (Pei and Cheng 2012).

1.1.7.3 Atomik kuvvet mikroskobu (AFM)

Atomik kuvvet mikroskopisi (AFM) grafen kalınlığı ölçümü için yaygın olarak kullanılan bir tekniktir. Bununla birlikte, grafenin kendisinden kaynaklanan yüzey pürüzlülüğüne ve AFM ölçümünde ortaya çıkan varyasyona bağlı olarak, grafen kalınlığının AFM tarafından doğru bir şekilde belirlenmesi zor olmaktadır. Atomik kuvvet mikroskobu (AFM) görüntülemeye ilaveten, numunenin topoğrafyası hakkında bilgi vermektedir (Butt *et al* 2005). Grafen levhaların kalınlığını ve yüzey pürüzlülüğünü analiz edebilmek için tercih edilen bir yöntemdir. AFM analizinde, cihazın probu numune üzerine getirilerek, girinti ve çıkıntılar üzerindeki elde ettiği itme kuvveti ile analiz gerçekleşmektedir. Grafenin yapısı, kalınlığı, yüzey özellikleri bu analiz metodu ile incelenebilmektedir (Kanishka *et al* 2019).

1.1.7.4 FTIR-ATR spektroskopisi

Fourier dönüşümü kızılötesi (FTIR) spektroskopisi, karbon içeren malzemelerin karakterizasyonu için uygun bir tekniktir. Bu yöntemin en önemli avantajı,analiz süresinin ve kullanım maliyetlerinin düşük olmasıdır. GO ve rGO yapısında bulunan hidroksil, karboksil ve epoksi gibi fonksiyonel grupların tespit edilmesi için FTIR-ATR kullanılabilmektedir (Dörtoğul 2018). FTIR spektroskopisi uygulama olarak genellikle, kimyasal yapıyı tamamen aydınlatmaz ancak yapıda hangi fonksiyonel grupların olduğu konusunda bilgi verir. Bu bağlamda, bilinmeyen bir organik maddenin sadece kızılötesi spektrumu ile molekül yapısı belirlenememektedir (Rattana *et al* 2012). Çizelge 1.2'de karbon atomlarının yaptığı bazı gerilme titreşimleri ve buna karşılık gelen dalga sayıları gösterilmiştir

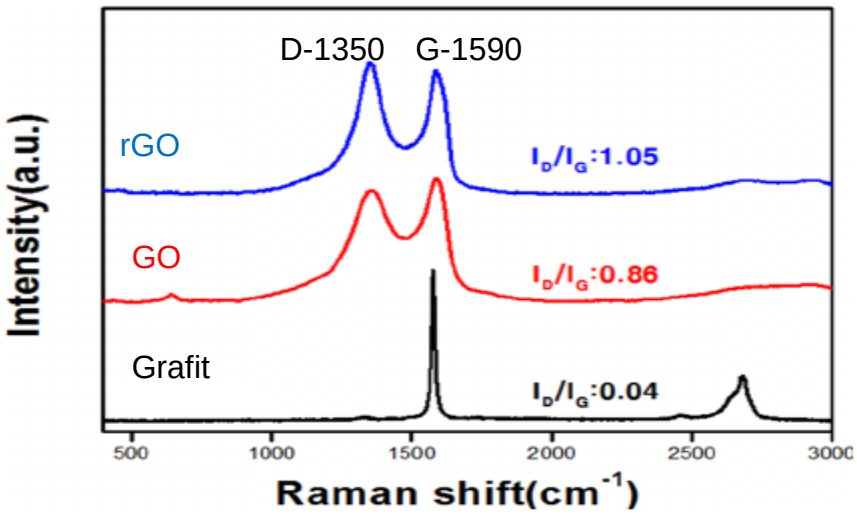
Çizelge 1.2 Karbon atomlarının yaptığı bazı gerilme titreşimleri ve dalga sayıları (Dörtoğul 2018)

Gerileme Titreşimleri	Dalga Sayısı (cm^{-1})
C - H (Alifatik)	2850 - 2990
C - H (Aromatik)	3000 - 3100
C = C	1640 - 1670
C - OH (Yayvan bant)	3100 - 3300
C = O (Keskin bant)	1700 - 1740
C - O - C (Epoksi)	1250
C - O (Karboksil)	1100
C - N	3300 - 3500

1.1.7.5 Raman spektroskopisi

Raman spektroskopisi, verilen numunenin örgü yapısındaki titreşimlerini gösterir. Raman spektroskopisini kullanarak GO'nun oksidasyon derecesini fikir sahibi olmak mümkündür. Malzemenin titreşim sıklığı, atomların kendilerine ve bağlanma gücüne bağlıdır. Raman spektroskopisi iki zirve piki ortaya çıkarır. G piki ($1593cm^{-1}$), tüm sp^2 hibridize karbonat ağlarının karakteristiği ve zincirdeki sp^2 karbon çiftlerinin bağ gerilmesinden kaynaklanan birinci dereceden saçılmasıdır. D piki ise ($1357cm^{-1}$), oksijen fonksiyonelliklerinin karbonun bazal düzlemine eklenmesiyle oluşan yapısal kusurun bir sonucudur (Shahriary and Athawale 2014). D-tepe piki, derecenin derecesini ölçmek için kullanılır. Yapısal kusur hakkında bize bilgiyi, D ve G-bandının (ID/IG) yoğunluk oranı verebilir. Grafitin oksidasyonu sırasında, G bandı düşükten daha yüksek bir dalga boyuna kayar ve D grubu, kusur oluşumlarına işaret gösterir. 2D piki, D'nin tepe noktası olan 2680 $cm^{-1'}$de bulunur. D tepe noktası, sadece Raman için kusurun varlığından dolayı aktiftir, ancak 2D pik ise sürekli etkindir, sadece şiddeti kusurlarla azalır. 2D piki yoğunluğunun G piki yoğunluğundan fazla olması elde edilen grafenin tek tabakalı olduğunu göstermektedir (Gupta *et al* 2017).

Grafen oksit için D grubu piki grafite nazaran daha geniş ve belirgin hale gelir ve daha düşük dalga boyuna geçer. Bu grafen oksit yapısındaki oksijen grupların ve diğer yapısal kusurların oluşmasından kaynaklanabilir. D bandının yoğunluğu, düzlem içi sp^2 alanlarının büyüklüğü ile ilgilidir. D pik yoğunluğunda artış, daha fazla sp^2 alanının oluşumuna işarettir. Öte yandan grafitin daha yüksek oksidasyon seviyesine bağlı olarak G grubu bandı genişlemiştir. G bandındaki bu kayma, grafitteki G bandından daha yüksek rezonans frekanslarını gösteren, izole edilmiş çift bağların varlığı ile ilişkilidir (Cobos *et al* 2018).



Şekil 1.15 Grafit, grafen oksit (GO) ve indirgenmiş grafen oksite (rGO) ait Raman desenleri (Kim *et al* 2013)

Şekilde 1.15 incelediğinde grafite ait D pik yoğunluğu çok düşük olup, G bandında ise ince bir pik gözlenmiştir. Oksidasyon işlemi sonrası GO örneğinde ise yapıdaki kusuru belirten D pikinin yoğunluğu artmış olup, G bandında pik ise yayvanlaşmış ve geniş bir alana yayılmıştır. G bandındaki pikteki değişme grafen oksite ait sp^2 karbon çiftlerinin bağlarının oluştuğunu gösterir. GO'ya ait indirgeme işlemi sonrasında epoksi, karboksil ve hidroksil gibi fonksiyonel grupların uzaklaştırılması ile rGO'nun yapısındaki kusur artmış, D pikinin şiddeti ve genişliği artmıştır. D/G oranı şiddetinin artması indirgenmeye bağlı olarak yapıdaki kusurun bir göstergesidir (Topaç 2014).

1.2 Çimento ve Beton

Beton; çimento, ince agrega, iri agrega ve suyun ilave edilmesiyle, kimyasal ve mineral katkılarda iseteğe bağlı olarak ilâve edilerek, çimentonun hidratasyonu ile gerekli özelliklerini kazanan malzemedir. Betonu hazırlanırken yapılan karışım hesapları sonucu elde edilen oranlar da; çimento, kum, çakıl veya kırılmış taş kullanılır. Beton harçına su ilave edilip karıştırıldıktan iki-üç saat içinde sertleşmeye başlar. Uygun kalıplara dökülen beton harçı, uygun şartlarda 28 gün sonra yaklaşık en yüksek dayanıklılığını kazanır. Sertleşme sürecinde, sıfırın altındaki sıcaklıklardan çok fazla zarar görebilir. Bu zararın beton üzerindeki etkilerini minimize etmek amacıyla priz hızlandırıcı katkı malzemelerin kullanılması tercih edilir (Şimşek 2014).

Günümüzde çimento ve hazır beton, en çok kullanılan yapı malzemeleri arasındadır. Çimento üretiminde kullanılan malzemeler kireçtaşı, kil ve klinkerdir. Klinker üretiminin ana komponentleri olan CaO için kalker (kireçtaşı); SiO_2, Al_2O_3, ve Fe_2O_3 için de kil mineralleri, çimentoyu oluşturan malzemeler arasındadır. Çimentolarda dört ana bileşen vardır. Bunlar karma oksitlerdir.

1- C_2S olarak kısaltılan $(CaO)_2SiO_2$ (dikalsiyum silikat)
2- C_3S olarak kısaltılan $(CaO)_3SiO_2$ (trikalsiyum silikat)
3- C_3A olarak kısaltılan $(CaO)_3Al_2O_3$ (trikalsiyum alüminat)
4- C_4AF olarak kısaltılan $(CaO)_4Al_2O_3Fe_2O_3$ (tetrakalsiyum alümino ferrit)

Ana bileşenlerin dışında, azmiktarda da olsa, $CaSO_4.2H_2O$ ve CaO, MgO, Na_2O, K_2O ve çözünmeyen maddeler (Çoğunlukla SiO_2) de bulunur (Şimşek 2014).

1.2.1 Çimento çeşitleri

Çimento çeşitleri, içermiş olduğu bileşenlerine göre sınıflandırılmaktadır. Uygulama alanına göre çimento seçmek, uygulamadaki çimento verimini artıracaktır. Örnek verilecek olursa sülfatlı su ile temas eden beton yüzeyi için, sülfata dayanıklı çimento

kullanılması, kütle betonlarda ise hidratasyon ısısı düşük çimento tercih edilmesi, kullanım alanına göre çimento çeşidinin değişebildiğini göstermektedir. Türkiye'de üretilebilen çimentolara CEM çimentosu adı verilmektedir. CEM çimentosuda kendi içinde CEM 1, CEM 2, CEM 3, CEM 4 ve CEM 5 olarak ana sınıflara ayrılmıştır (Karahan 2006).

- **CEM Çimentosu**; Kalsiyum silikatların hidratasyon mekanizması ile gerçekleşen ve içindeki CaO ve SiO_2 bileşiminin kütlece en az %50 olması istenen çimento çeşididir. Portland çimentosunun bileşimi klinker, kalsiyum sülfat ve mineral katkılardan meydana gelir. Standarda göre CEM çimentoları, 5 farklı çeşitten meyda gelmektedir.

- **CEM I:** Bu grupta ağırlıkça, kalsiyum sülfat bakımından, en fazla % 0-5 arası değişen, mineral katkı ile birlikte öğütülmesi sonucunda oluşturulan Portland Çimentosu çeşididir.

- **CEM II:** Bu grupta ağırlıkça mineral katkı oranı % 6-35 arasındadır. Katkı çeşidine bağlı olarak bu gruptaki çimentolar Portland Puzolanlı, Portland Cüruflu, gibi isimler de almaktadır.

- **CEM III:** Bu grupta ağırlıkça mineral katkı miktarı % 36-95 arasındadır. Yüksek fırın cüruflu çimentolar olarakta adlandırılır.

- **CEM IV:** Bu grupta katkı maddesi olarak puzolan ve uçucu kül katkıları ağırlıkça %11-55 arasında değişmektedir. Puzolanik Çimentolar olarakta adlandırılır.

- **CEM V:** Bu grupta cüruf, puzolan ve uçucu kül miktarı %18-50 arasında belirlenen sınırlar içerisinde değiştirilerek birlikte katılır. Kompoze Çimentolar olarak ta adlandırılır.

Çimentonun türlerine bağlı olarak, az miktarda da olsa, sodyum, potasyum, manganez ve fosfor, gibi maddeler bulunmaktadır. Çimentoda mevcut olan sodyum oksit ve potasyum oksit oranlarının düşük olması istenir. Bu maddeler alkali-agrega reaksiyonlarını başlatan, başlıca maddelerdendir (Karahan 2006).

1.2.2 Çimento üretimi

Portland çimentosu, kalker ve kil ile karıştırılan hammaddelerin pişirilmesi ile oluşan, aynı zamanda "klinker" olarak da isimlendirilen malzemenin içerisine çok az miktarda alçı ilave edilerek elde edilen bir malzemedir. Yaklaşık % 70 kalker ($CaCO_3$), % 30 kil, (Al_2O_3, SiO_2, Fe_2O_3) karışımı 1400^oC fırında ısıtılır. % 2-6 oranında jips ($CaSO_4.2H_2O$) erkenden priz almasını önlemek için ilave edilir. Yüksek sıcaklıklarda uçucu bileşenlerin yapıdan ayrışması sonucu oluşan; kireç, silis, aluminyum, demiroksit aralarında birleşerek, silikatları ve aluminatları oluştururlar. 1000 kg hammadde kullanılarak sadece 600 kg Portland çimentosu üretebilmektedir. Çimentonun yaklaşık % 80'i kalker içerir. Kalker içeren maddeler fırında ağırlıklarının % 44'ünü oluşturan CO_2'i kaybeder.

$$CaCO_3 + ISI \xrightarrow{(850\text{-}1400\ ^oC)} CaO + CO_2 \qquad (1.5)$$

Kireç (CaO) çoğunlukla kalkerli maddelerden, Silis (SiO_2) ve alumin (Al_2O_3) ise kil içeren maddelerden sağlanır. Demir oksit ise (Fe_2O_3) killi veya kalkerli maddelerin bünyesinde sağlanmakta olup Al_2O_3 ve Fe_2O_3 miktarları yeterli seviyede değil ise boksit ve demir cevheride ilave edilebilir (Erdoğan 2003). Çizelge 1.3'te portland çimentosunun ağırlıkça yüzde bileşimi ve Çizelge 1.4'te ise klinkere ait oluşum tepkimelerine ait sıcaklık değerleri ve termik değişimleri verilmiştir.

Çizelge 1.3 Portland çimentosunu oluşturan oksitler ve yaklaşık miktarları (Erdoğan 1995)

Oksitler	Yaygın adı	Miktarı (% ağırlıkça)
CaO	Kireç	60-67
SiO_2	Silis	17-25
Al_2O_3	Alümin	3-8
Fe_2O_3	Demir oksit	0,5-6
SO_3	Kükürt trioksit	1-3
MgO	Magnezyum oksit	0,1-4
$K_2O + Na_2O$	Alkaliler	0,2-1,3

Çizelge 1.4 Klinkerin oluşum tepkimeleri ve sıcaklık dereceleri (Atar 2006)

Sıcaklık	**Proses**	**Termik değişim**
100°C'de	Hammaddenin serbest suyunun buharlaşması	Endotermik
500°C ve üstü	Kil minerallerinin bağlı suyunun buharlaşması	Endotermik
800 °C-900°C	Kalsinasyon yani $CaCO_3$ 'ın bozunması başlaması ($CaCO_3 \longrightarrow CaO + CO_2$)	Endotermik
900°C ve üstü	Kil minerallerine ait ürünlerin kristalleşmesi	Endotermik
900-1200°C	Kalsiyum oksitle alümina silikatlar arasında oluşan tepkimeler	Ekzotermik

Fırından çıkıp, hava ile hızlı bir şekilde soğutulan çimento klinkeri bu haliyle suya karşı hassas değildir, yani hidrofilik özellik göstermez ve su ile reaksiyon verip priz alma sürecini başlatmaz. Klinker ince öğütülmek suretiyle hidrofilik özelliğini kazanır. Yalnız bu seferde çok hızlı priz alma eğilimindedir. Klinkere çimentonun priz süresini iyileştirebilmek için az miktarda olsa (% 3-6) alçıtaşı eklenir. Çimentoya alçı taşı ilave edilmediği zaman C_3A hızlı bir şekilde hidratasyon yaparak, daha ilk dakikalarda küçük plakalar halinde kristaller oluşturarak priz süresini hızlandırır. Bunun neticesinde ortamdaki ısı açığa çıkar ve oluşan bu olaya "ani (Flash) priz" denilir (Atar 2006). Sıcaklığın etkisiyle hammadde karışımından açığa çıkan CaO, SiO_2, Al_2O_3 ve Fe_2O_3

gibi oksitler, sıcaklık yükseldikçe (yaklaşık 1200°C) kendi içlerinde kimyasal reaksiyona sebep olurlar. 1250–1300°C sıcaklıkta, klinker denilen irili ufaklı katı tanecikler oluşturmaktadırlar. Oksitlerin 1200–1450°C sıcaklık aralığındaki kimyasal reaksiyonlarının ardından, çimentoyu oluşturan ve birbirinden farklı karakterlere sahip dört ana bileşenin oluşumu gerçekleşmiş olur. Bu bileşenler Çizelge 1.5' te verilmiştir (Duda 1985).

Çizelge 1.5 Portland çimentosu ana bileşenleri (Duda 1985)

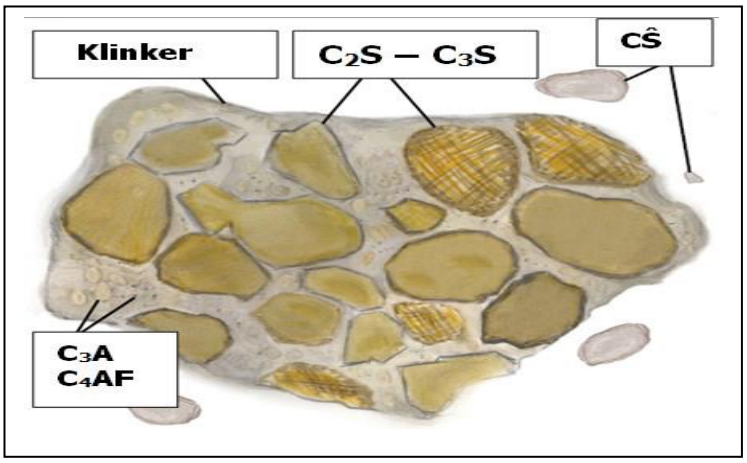
Mineral faz	Kimyasal formül	Sembol
Trikalsiyum silikat (alit)	$3CaO.SiO_2$	C_3S
Dikalsiyum silikat (belit)	$2CaO.SiO_2$	C_2S
Trikalsiyum alüminat (celit)	$3CaO.Al_2O_3$	C_3A
Tetra kalsiyum alüminoferrit (felit)	$4CaO.Al_2O_3.Fe_2O_3$	C_4AF

1.2.3 Çimento hidratasyonu ve aşamaları

Çimentonun yaklaşık olarak % 20'si silisyum dioksit (SiO_2) ve % 60-65'i kalsiyum oksit'ten(CaO) meydana gelmektedir. Bu iki oksitin bir araya gelmesi sonucu silikatlar meydana gelir. Silikatlar klinkerin yaklaşık olarak % 75'ini meydana getirir. Trikalsiyum silikat – Alit (C_3S) ise çimento hacminin yaklaşık olarak % 55'ini oluşturur. C_3S, hızlı bir şekilde hidrate olur ve daha çok erken dayanım mekanizmasında görev alır. Dikalsiyum silikat - Belit(C_2S), çimentonun hacminin yaklaşık olarak % 20'sini meydana getirir. C_2S, hidrate olması yavaş bir şekilde gerçekleşir, geç dayanıma katkı sağlar. Alümina, kalsiyum oksitle birleşerek trikalsiyum alüminat (C_3A) ve demir oksitle birleşerek tetrakalsiyum aluminoferrite (C_4AF) meydana getirir. Alüminatlar yaklaşık olarak çimentonun % 20'sini oluşturur. Hidratasyon esnasında C_3A çok hızlı bir şekilde ekzotermik bir reaksiyon verir. C_3A, çimento harçında ani ve yalancı prize gerçekleşebilir. Bu durum alçıtaşı (CS) ile engel olmak mümkündür. C_4AF'nin ise dayanım için çok bir katkısı olmayıp çimentonun gri rengini veren malzemedir. Klinkere değirmende öğütülme işlemi sırasında çimentonun yaklaşık olarak % 3-5 hacmini içerecek şekilde alçıtaşı ($CaSO_4.2H_2O$) ilave edilir. Alçı taşının ilave edilmesi ile C_3A tepkimesinin gerekli olan kontrolü sülfat ile sağlanmış

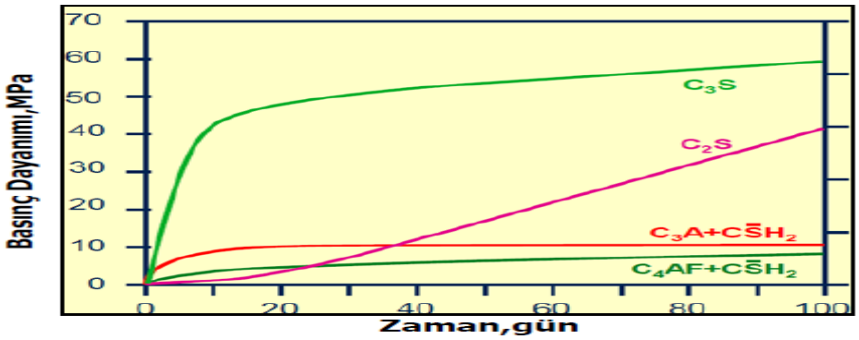
olur. Ancak sülfat miktarı çok hassas bir şekilde ayarlanması gerekmektedir. Çünkü miktar az olursa erken priz alma neden olur, fazla olursa genleşme bağlı olarak çatlamalar gerçekleşebilir. Çimento içeriğinde silikatlar ve aluminatlar haricinde birçok bileşen vardır. Ancak, bu bileşenlerin hidratasyon sürecine etkileri önemsenecek düzeyde değildir. Bunların içlerinden en önemlilileri; MnO, Na_2O, K_2O, Cl, SO_3 ve TiO_2 olarak verilebilir (Anonim 2014).

Çimentonun su ile hidratasyon mekanizması süresince farklı hidratasyon ürünleri oluşmaktadır. Hidratasyon mekanizmaları neticesindea çimento hamuru katılaşmakta (priz almakta) ve sertleşmektedir. Şekil 1.16 incelenerek çimento hamurunun sertleşme süreci daha net anlaşılabilir.



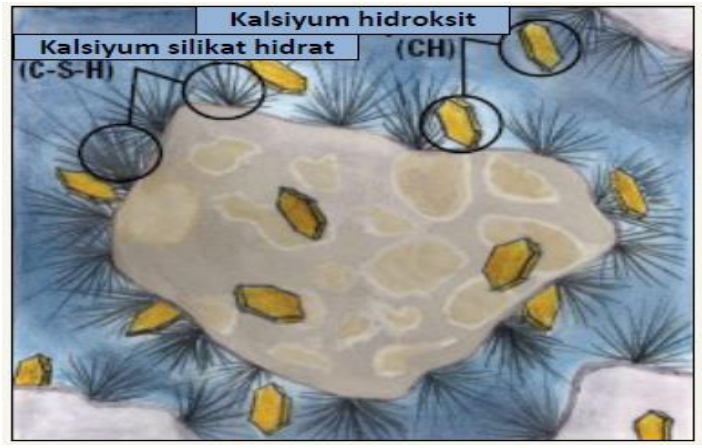
Şekil 1.16 Çimento bileşenleri(C_2S=Belit, C_3S=Alit, CS=Alçı taşı, C_3A=Trikalsiyum aluminat, C_4AF=Tetra kalsiyum alümina ferrit) (Kosmatha *et al* 2006)

Bu süreçte dominant olan bileşen C_3S(Alit)'tir. C_3S 'in çözünmesi neticesinde meydana gelen kalsiyum iyonları, C-S-H ve kristal yapıda C-H oluşturur. Bunun sonucun da C-S-H diğer bileşiklerle beraber bir yapı oluşturur. Bu oluşan yapı betonun priz almasını ve dayanım kazanmasını sağlar. Priz süreci sonunda hidratasyon ısısı en üst noktaya ulaştığı bir süreçtir. C_3S reaksiyonun yavaşlaması ile ortama ısı çıkışıda azalmaya başlar. Bu süreçte betonun sertleşmesi ve katılaşması hızla artar. Priz süreci sonunda betonun üzerinde yürünebilecek kadar dayanım kazanmış olacaktır (Anonim 2014). Çimento bileşenlerine ait basınç dayanımının zaman ile ilşkisini, grafik Şekil 1.17 incelenerek daha iyi anlaşılabilir.



Şekil 1.17 Çimento bileşenleri ve özellikleri (Metha 2006)

Çimentonun priz ve dayanım sürecinde, hidratasyon ve hidroliz mekanizmaları gerçekleşmektedir. Çimento yapısındaki kalsiyum iyonları su ile reaksiyona girince çözünen kalsiyum iyonları, ekzotermik reaksiyon neticesinde ısı açığa çıkar ve hidratasyon ürünleri oluşmaya başlar. Bu sürece sertleşmenin (priz) başlangıcı denir. Prizin gerçekleşmeye başlaması ile betonda vibratör veya yüzey bitirme gibi uygulamaların yapılmaması gerekir. Betona yapılacak olan bu şekildeki müdahaleler betona kalıcı zararlara sebep olacaktır. Bu süreçte kür (bakım) uygulamaları yapılmaya başlanması gerekir. Şekil 1.18'de sertleşme sürecinde olan bir betonun bileşenlerini içeren bir görüntü verilmiştir (Anonim 2019).



Şekil 1.18 Sertleşme sürecinde olan betonun C-S-H ve CH oluşumu (Kosmatha *et al* 2006)

1.2.4 Çimento ile suyun kimyasal etkileşimi

Çimentonun su ile kimyasal reaksiyonu birbirini izleyen sıralı çeşitli kimyasal reaksiyonlardan meydana gelmektedir. Reaksiyonları aşağıdaki denklemlerdeki gibi açıklamak mümkündür.

$2CaO.SiO_2 + 7/2\ H_2O \rightarrow CaO.SiO_2.5/2H_2O + Ca(OH)_2$ (1.5)

$3\ CaO.SiO_2 + 9/2H_2O \rightarrow CaO.SiO_2.5/2H_2O + 2Ca(OH)_2$ (1.6)

$2(3CaO.SiO_2)+6H_2O \rightarrow 3CaO.2SiO_2.3H_2O+3Ca(OH)_2$ (1.7)

$2(2CaO.SiO_2)+4H_2O \rightarrow 3CaO.2SiO_2.3H_2O+Ca(OH)_2$ (1.8)

$4CaO.Al_2O_3.12H_2O \rightarrow 2CaO.Al_2O_3.7H_2O + Ca(OH)_2 + H_2O$ (1.9)

$2CaO.Al_2O_3.7H_2O \rightarrow Al_2O_3.nH_2O + 2Ca(OH)_2 + mH_2O$ (1.10)

$4CaO.Al_2O_3.Fe_2O_3 + 7H_2O \rightarrow 3CaO.Al_2O_3.6H_2O + CaO.Fe_2O_3.H_2O$ (1.11)

$3CaO.Al_2O_3 + 6H_2O \rightarrow 3CaO.Al_2O_3.6H_2O$ (1.12)

$3CaO.Al_2O_3 + 21H_2O \rightarrow 4CaO.Al_2O_3.13H_2O+2CaO.Al_2O_3.8H_2O$ (1.13)

$3CaO.Al_2O_3 + CaO.SiO_2.2H_2O+nH \rightarrow 6CaO.Al_2O_3.3SiO_2.32H_2O$ (1.14)

$3CaO.Al_2O_3 + CaO.SiO_2.2H_2O+nH \rightarrow 4CaO.Al_2O_3.SiO_2.12H_2O$ (1.15)

Çimento priz süresi boyumca bağlayıcılık ve dayanım özelliği kazanır. Dayanım özelliğini $CaO.SiO_2.H_2O$ = C-S-H moleküleri sağlamakta olup, çimento taneciklerinden yaklaşık 1000 defa daha küçüktür. Priz alma sürecinde ise, çimentonun diğer önemli bir bileşeni olan trikalsiyum alüminat, su ile $2CaO.Al_2O_3.7H_2O$, $CaO.Al_2O_3.6H_2O$, $3CaO.Al_2O_3.2H_2O$ ve $4CaO.Al_2O_3.12H_2O$ gibi çeşitli farklı hidratlar meydana gelmektedir. Fakat kireç miktarı artıkça çimentolarda, $4CaO.Al_2O_3.12H_2O$ meydana gelmekte ve suyun etkisiyle yavaş bir şekilde $2CaO.Al_2O_3.7H_2O$ oluşmaktadır (Olcay 1998, Atar 2006). Böylece trikalsiyum alüminat ve dikalsiyum alüminat hidratlar hidrolize olur ve çimento harçının sertleşmesine sebep olmaktadır. Sonuç olarak, priz alma trikalsiyum silikat, dayanım ise trikalsiyum alüminat vasıtasıyla olmaktadır. Alçı ($CaSO_4.1/2H_2O$), su ile karıştırılınca, kristalleşen dihidrat ($CaSO_4.2H_2O$) meydana gelir ve oluşan kristallerin birbirine bağlanmasına ve sertleşmesini hızlandırır. Sertlesme hızı sırasına göre, $C_3A>C_3S>C_4AF>C_2S$ şeklinde

yazılabilir. C_3A'nın neden olduğu ani sertleşme hızını yavaşlatabilmek için ortama yavaşlatıcı olarak alçı taşı katılmakta, bu da $C_3A.3CaSO_4.31H_2O$'ın oluşumuna sebep olmaktadır. Kalsiyum – Alümino – Hidratlar kararlı bir yapıya sahip değildir. Ancak kısa sürede kararlı formdaki kübik Hidrogarnet (C_3AH_6) durumuna dönüşmektedir (Eşitlik 1.11, 1.12, 1.13). C_3A ve su arasındaki reaksiyonları hızlı gerçekleşen ekzotermik reaksiyonlar olduğu için, çimento hamurunun ani prizine sebep olmaktadır. Ani priz neticesinde çimento harçı aniden katılaşıp, hızlı bir şekilde dayanım kazanabilir Çimento hamurunun ani priz almasını engel olabilmek amacıyla, çimento üretimi esnasında, klinkere belirli oranda (% 3–6) alçıtaşı ilave edilip bu iki malzeme birlikte öğütülmektedir. (Erdoğan, 2003). Eşitlik 1.14 ve 1.15'de gösterildiği gibi alçılı ortamda C_3A'nın hidratasyonu ile etringit ve monosülfat adı verilen hidratasyon ürünleri elde edilir (Şimşek 2014).

1.2.5 Kimyasal katkıların çimento ile birlikte kullanımı

Kimyasal katkılar, su, çimento, agrega ve liflerin dışında betona veya harça, karıştırma esnasında veya karıştırmanın hemen öncesinde ilave edilen malzemelerdir. Günümüzde betonun özelliklerini iyileştirebilmek için, kimyasal ve mineral katkıların kullanımı ile mümkündür. Beton özelliklerinde meydana getirdiği iyileşmelerden dolayı betonun vazgeçilmez bileşenlerinden biri haline gelen kimyasal katkılar, betonun yerleştirme ve karıştırma süreçlerindeki sınırlandırmaları iyileştirmektedir. Kalitesi yüksek beton üretimi için su/bağlayıcı oranını olabildiğince azaltarak betonun ayrışma ve boşluk olmadan kolayca yerine yerleştirilmesi istenmektedir. Ancak bu istek birbirine zıt kavramlar olduğu için beton teknolojisinde en önemli çelişkilerden biridir. Fakat süper akışkanlaştırıcıların beton üzerindeki etkilerinin keşfi ile bu çelişki ortadan kalkmıştır. Süper akışkanlaştırıcıların en önemli etkisi su azaltıcı olarak kullanılması ile su/çimento oranının azalmasıyla geçirimlilik ve boşluk azalır. Böylece dayanıklılıkta ve dayanımda artış sağlanır (Demiryürek 2007).

Son zamanlarda, yapı malzemelerindeki nanomalzemelerin ortaya çıkmasıyla odak noktası, nanomateryallerin, grafen oksit (GO), nano-SiO_2, nano-TiO_2, nano-ZnO, nano

CaO ve karbon nanotüpler gibi çimento hamurunun dayanıklılığı ve reolojik özellikleri üzerindeki etkisine kaymıştır (Wang *et al* 2017).

1.2.6 Uçucu külün çimento ile birlikte kullanımı

Uçucu külün, depolanması, nakliyesi beton içinde kullanımı bakımından çimento ile benzer özellikler göstermektedir. Belli oranda beton harçına ilave edilerek, çimento ve ince agreganın bir kısmının yerine de kullanılabilir. Betonun özelliklerini olumlu yönde geliştirebilmek amacıyla genellikle uçucu kül silis dumanı ve yüksek fırın cürufu ince taneli duruma getirilmiş mineral katkı maddeleri kullanılmaktadır. Mineral bağlayıcı katkıların beton üretiminde kullanılması, mekanik dayanım, işlenebilme, dayanıklılık gibi betondan beklenen temel özellikleri geliştirebilmektedirler (Türker vd. 2003).

Hazır betonda, uçucu kül kullanımı, hazır betonda aşağıdaki belirtilen iyileşmeleri sağlayabilir;

- Mukavemet artar ve bu artış 400 güne kadar sürer,
- Hidratasyon ısısını düşürdüğü, için beton çatlaklarını önler,
- Ciddi oranda geçirimsizlik sağlar,
- Belli oranlarda betonun su ihtiyacını azaltır,
- Az oranda da olsa izolasyon sağlar,
- Betonun işlenme oranı çok artar,
- Betondaki büzüşmeyi engeller,
- Betondaki kusma ve ayrışmayı önler.

Uçucu külün kimyasal bileşimi, kullanılan kömürün yapısına, kömür hazırlama, yanma, toz toplama gibi koşullara bağlıdır. Çizelge 1.6'da F sınıfı ve C sınıfı uçucu küllerin yüzdece kimyasal bileşenlere ait veriler verilmiştir.

Çizelge 1.6 Uçucu küllerin tipik kimyasal kompozisyonları (Türker vd. 2003).

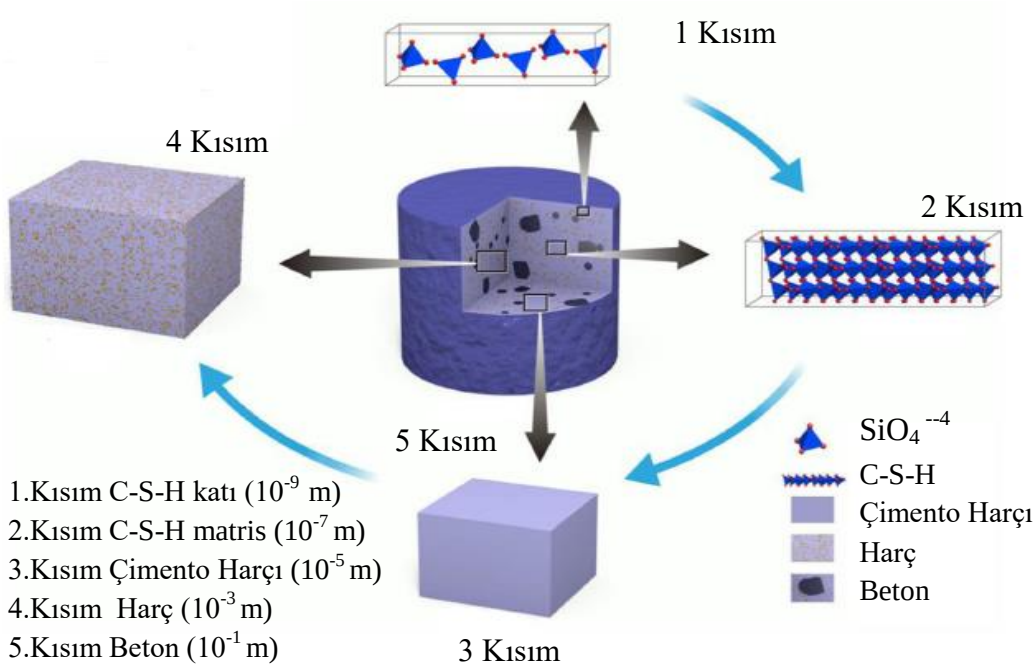
Oksit	F Sınıfı	C Sınıfı
SiO_2	43,6- 64,4	23,1 – 50,5
Al_2O_3	19,6- 30,1	13,3 – 21,8
Fe_2O_3	3,8 -23,9	3,7 – 22,5
CaO	0,7 -11,5	11,5 – 29,0
MgO	0,9 -1,5	1,5 – 7,5
Na_2O	0,0 -0,4	0,4 – 1,9
KK	0,4 -0,3	0,3 – 1,9

1.2.7 Karbon kaynaklı malzemelerin çimento üzerinde etki mekanizması

Nano malzemeler genellikle ölçek veya morfolojisine göre üç farklı türde sınıflandırılabilir. Bunlar sıfır boyut (0D), bir boyut (1D) ve iki boyutlu (2D) olarak sınıflandırılır. Düşük boyutu nedeniyle, farklı nanopartiküller gibi sıfır boyutlu nano malzemeleri nano boyutlu mikro-çatlakları önleme kabiliyeti olarak kabul edilir, sonuç olarak güçlendirme verimliliğini arttırmazlar. Bununla birlikte, karbon nanotüpler gibi bir boyutlu nano malzemeleri, hidrasyon ürünleri ile güçlü Van der Waal etkileşimlerine sahiptir, ancak çimento matrisinde aglomera oluşturma eğilimindedirler. Grafen veya grafen oksit (GO) gibi iki boyutlu nano malzemeler mükemmel mekanik özelliklere sahip grafen veren sp^2 bağlı karbon atomlarından oluşur. Grafen oksitin çözelti içinde iyi bir şekilde dağıldığı ve yüzeyindeki oksijen içeren grupların çimento ile etkileşime girebileceği bildirilmiştir. Grafen oksit, su içinde çimento etkileşime girdiğinde, negatif olarak yüklenen GO elektrostatik etkileşimlerle çimento partikülleri etkileşir, agrega ve flokülasyon oluşmuna yol açar. Çimento harçındaki serbest suyun azalması sonucu, çimento partikülleri ve tabakalar arasındaki direnci artırır, daha düşük akışkanlığa ve daha yüksek reolojik parametrelere yol açarak artmaktadır (Wang *et al* 2017).

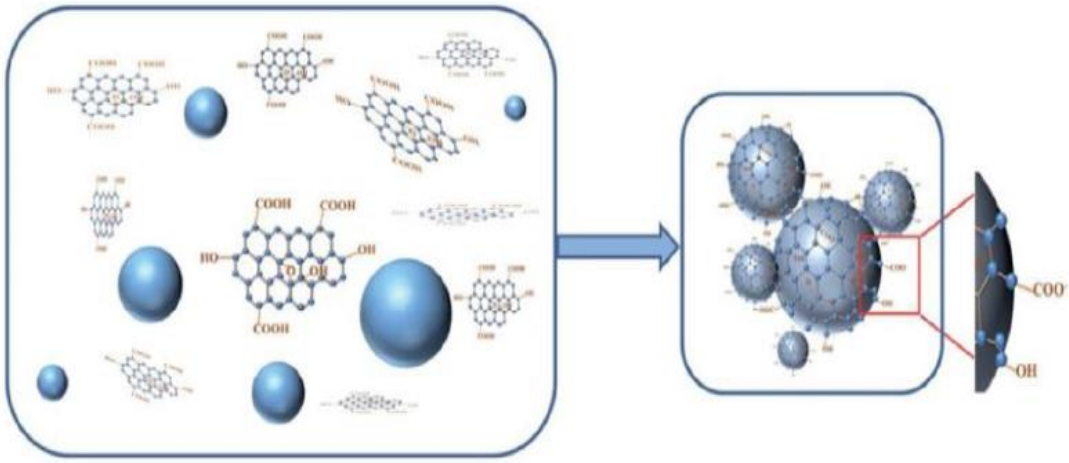
Grafenin iki boyutlu p-konjugasyonu sayesinde, mükemmel elastik modül ve çekme mukavemetine sahiptir, yüksek elektrik iletkenlik, yüksek termal iletkenlik ve ultra yüksek yüzey alanına sahiptir. Bu nedenle, grafen inşaat mühendisliği de dahil olmak üzere çeşitli uygulama alanlarında büyük ilgi görmüştür.

Grafen katkılı çimento bazlı kompozit malzemelerin kullanımı ile daha az çimento tüketmekle birlikte mekanik özelliklerinin de büyük ölçüde arttığı görülmüştür. Grafen katkısı, sunduğu hafif yapısı ile yapısal tasarımlarda yenilikçi mimariyi teşvik eder. Düşük gözenekliliğe bağlı olarak mükemmel geçirgenlik direncini göstermekte ve erken dayanımı değerlerini artırmaktadır. Yüksek ısı iletkenliğinden dolayı yangına dayanıklılığı arttırır (Yang *et al* 2017). Şekil 1.19'da görüldüğü üzere çimento ile kompozit oluşturan nano malzemenin çimento yapısı içersine yerleşimi gösterilmiştir.



Şekil 1.19 Çimento esaslı kompozitlerde farklı malzeme ölçekleri arasındaki ilişki (Yang *et al* 2017)

Çimento harçındaki serbest suyun azalması sonucu, çimento partikülleri ve tabakalar arasındaki direnci artırır, daha düşük akışkanlığa ve daha yüksek reolojik parametrelere yol açarak artmaktadır. Şekil 1.20'de çimento ile grafen oksit kompozit oluşturması şematik olarak gösterilmeye çalışılmıştır.



Şekil 1.20 GO ve rGO'nun nano tabakalarının çimento tarafından emilimi (Yang *et al* 2017)

GO yüzeyinde yeterli sayıda oksijen içeren fonksiyonel gruplar bulunduğu takdirde GO ve C-S-H arasında arayüzey bağlanması gerçekleşir. GO ve C-S-H arasındaki etkileşimin doğasının elektrostatik olduğunu ve çimento harçındaki Ca^{2+} iyonlarının oksijen atomları arasında bir köprü görevi görebileceğini ileri sürülür. Grafen oksitin (GO) ve indirgenmiş grafen oksitin (rGO), sertleştirilmiş Portland çimentosu (PC) harçının mekanik özelliklerini geliştirebildiği literatür araştırmalarında bildirilmiştir. Bu güçlendirmeyi genel olarak açıklamak için şimdiye kadar önerilen mekanizmalar grafen oksitin portland çimentosu harçında gözeneklerinde iyice dağılarak, hidrasyon sırasında takviye maddesi veya çekirdeklenme bölgesini büyüterek hizmet eder (Wang *et al* 2017). Şimdiye kadar GO'nun PC harçındaki mekanik özelliklerini geliştirmedeki rolünü tanımlamak için iki mekanizma öne sürülmüştür. Birincisi grafen türevi olarak, GO tabakaları yüksek bir düzlem gerilme mukavemetine sahiptir ve bu nedenle bir nano katkı malzemesi gibi davranır böylece PC harçtaki çatlak oluşumunu geciktirir. İkincisi GO katmanları, daha yüksek hidrasyon derecesini uyararak, PC'nin hidratasyonu sırasında çekirdeklenme-büyüme kümeleri olarak hizmet edebilir. Son yıllarda, portland çimento harçında potansiyel bir güç arttırıcı katkı maddesi olarak GO'nın kullanımı, çok fazla araştırmanın odağı olmuştur (Ghazizadeh *et al* 2017).

1.2.8 GO-Beton harçı deneyleri ve K.K-Beton harçı deneyleri için kalite kriterlerinin önemi

Çalışmanın üçüncü ve dördüncü aşamasını oluşturan grafen oksit katkılı (GO-BETON) ve karbon kaynak katkılı (KK-BETON) beton harçı deneyleri için belirlenen kalite kriterlerinin değerlendirilmesi amaçlanmıştır. Belirlenen kalite kriterleri; termal iletkenlik (W/(m^2.K)), ısı kapasitesi (MJ/(m^3.K)), su emme oranı(%), ultrasonik geçirgenlik hızı(km.s^{-1}), asitte kütle kaybı(%), basınç dayanımı(Mpa) ve elektrik direnci (kΩ.m) olarak belirlenmiştir.

1.2.8.1 Betonun termal iletkenliği

Beton iyi bir taşıyıcı olmasına karşılık ısı yalıtımı düşük bir yapı malzemesidir. Betonun birim ağırlığı azaltılarak ısı yalıtımı artırılabilir. Hafif betonların ısıl yayılım katsayısı normal betonlarınkine kıyasla, bünyesinde içermiş olduğu yüksek miktardaki hava boşluğundan ötürü ısı iletkenliği oldukça düşüktür (Orcay 2010). Normal betonun ısı iletkenliği birim ağırlığına göre 1,4 ile 3,6 (W/(m^2.K)) arasında değişirken; hafif beton için bu değer 0,2 ile 1,0 (W/(m^2.K)) arasında değişmektedir. Hafif betonun birim ağırlığının düşük olması ile birlikte beton harçında kullanılan hafif agrega çeşidine bağlı olarak da değişir (Yalçınalp 2000). Yapı malzemelerinin ısı iletkenliği su ilave edilmesi ile yükselir. Havanın ısı iletkenliğinin nem içeriği yüksek olan betona göre daha düşük olmasından ötürü, bu betonlar kuru betonlara göre ısıyı daha fazla iletir. Isı, havadan suya göre çok daha yavaş geçer. Bu sebeple; nem oranı ısı yalıtım betonlarında ısı iletkenlik değeri ile doğru orantılı olarak artar. Isı yayılım katsayısı, bir malzeme içinde ısının ne kadar hızlı yayıldığının bir ölçüsüdür (Chandra and Berntsson 2003).

1.2.8.2 Betonun ısı kapasitesi

Bir yapının sıcaklık değişimlerinden az etkilenmesi, yapıyı çevreleyen bileşenlerin ısı depolama kabiliyetine bağlıdır. Yapıya ait bileşenlerinin ısı depolama kabiliyeti ısı geçirgenlik direncine bağlıdır. Bu direnç, malzemenin yapısal özelliklerine ve ısı

iletkenlik katsayısına bağlı olarakda farklılık gösterebilmektedir. Malzemenin özgül ısısı, bir malzemenin ısı depolama kabiliyetinin bir ölçüsüdür. Birim kütle için (J/(kg.K)), birim hacim için (J/(m³.K)) şeklinde ifade edilir. Yüksek ısı yayılım katsayısı; iç ortama ısı transferinin fazla olduğunu, düşük ısı yayılım katsayısı ise; ısının büyük çoğunlukla malzeme tarafından emildiğini gösterir. Bu gruba giren malzemeler de ısı iletim miktarı da düşüktür (Gündüz 2001).

1.2.8.3 Su emme oranı

Yapı içine giren su, malzemesinin, nem içeriği ile ısısının değişmesine neden olmakta, buda malzemenin, büzülme ve genleşme gibi deformasyonlara sebep olmaktadır. Oluşan bu şekildeki deformasyonlarda malzemede zamanla mikro çatlaklar görülebilmektedir. Mikro çatlaklar, malzeme içerisine suyun girişi ve içerisindeki hareketi kolaylaştırır. Su molekülleri küflenmeyle de satıh bozulmalarına ve yapıda kusurlara sebep olmaktadır (Özdemir 2002). Betondaki toplam boşluk hacmi ise, betonda kullanılan su / çimento oranı, agrega cinsi, kür koşulları, kür süresi, gibi birçok parametreden etkilenmektedir. Bir betonun su emme kapasitesi, betonun basınç dayanımı ile bağlantılıdır. Su emme oranı yüksek olan betonların, basınç dayanımlarında bir düşüş gözlenmektedir. Betonun boşluklarından sızan suyun, betonun mekanik ve ısıl özelliklerini olumsuz yönde etkilediği düşünülürse; betonun su emme oranının düşük olması istenir (Düzgün 2001).

1.2.8.4 Ultrasonik geçirgenlik hızı

Ultrasonik geçiş hızı, beton örneklerinde tahribatsız olarak dayanımları hakkında bilgi veren bir yöntemdir. Bu metot kolay, ekonomik ve hızlı bir yöntemdir. Ultrasonik geçiş hızı malzemenin birim hacim ağırlığı ile doğru orantılı olarak ilişkilendirilir. Çünkü malzemenin yapısında ne kadar az boşluk varsa ultra ses geçiş hızı da o derecede yüksek ve mazlemenin birim hacim ağırlığı yüksek olur. Dolayısıyla birim hacim ağırlığı, basınç dayanımı ve ultrasonik geçiş hızı birbiriyle ilişkilendirilebilir. Bu ilişki birim hacim ağırlığı yüksek olan malzemenin de basınç dayanımı yüksek olması

gerekir. Ses dalgalarının bir malzemedeki hızı, malzeme yoğunluğu ile ilişkilidir. Yoğunluğu az olan malzeme sesi yavaş iletirken yoğunluğu fazla olan malzeme sesi hızlı bir şeklide iletir. Ultrasonik ölçümleri ile de, beton dayanımlarını doğru bir şekilde tayin edilmesi mümkün olmaktadır. İnşaatı bitmiş beton yapılarının dayanımlarını yerinde yapılan ultrasonik ölçümler ile tayin edilmesi, ekonomik ve hızlı bir şeklide sağlamaktadır (Orcay 2010).

1.2.8.5 Asitte kütle kaybı

Atmosferde bulunan, kükürt dioksit (SO_2) ve karbondioksit (CO_2),ve diğer bazı gazlar; nemli ortamda çözünmek suretiyle asitleri oluşturarak ve çimento klinker bileşiklerinin yapısında reaksiyona girerek yumuşak çok zayıf bir beton kitlesi oluşmasına sebep olarak beton yapısında kalıcı zarar verebilirler. Pratikte tesir derecesi, asidite yükselmesi (pH düşüşü) ile artmaktadır. Normal olarak asit tesiri, yaklaşık pH = 6,5 değerinde olmaktadır. pH = 4,5'luk değerin altında ise beton yapısında kuvvetli bir zarar gerçekleşir. Asitler pH'ları 7'den küçük olmaları halinde tanımlandırılan sıvılardır. pH = 6-6,5 değerinden itibaren asitler beton üzerinde zararlı etkilerini göstermeye başlar. pH değeri düştükçe, asitlik artmaya başlar ve betona verdiği zararlı etki bu dahada artar. Asitlerin beton üzerindeki vermiş olduğu hasarlar kolaylıkla tespit edilebilir. Asit çimento harçı ile reaksiyona girer ve çimentoyu kalsiyum tuzlarına dönüştürür. Kalsiyum tuzlarının su ile çözünebilen yapısı betonun kütlesinde kayıplara neden olur. Asit hasarları betonun asite maruz kalan dış yüzeyinde başlar, belirginleşir ve yapının iç kısımlarına doğru hızla ilerleyerek devam eder. Asit genellikle yüzeyde yoğunlaşır ancak iç kısımlarada nüfuz eder. Betonun iç kısmında çimento ile tepkimeye girerek nötralleşir. Yapının derinliklerine doğrun ilerledikçe deformasyon artar, buda kütle ve dayanım kaybına neden olur (Matalkah *et al* 2018).

1.2.8.6 Basınç dayanımı

Basınç Dayanımı, bir malzemenin çevre koşullarına karşı sergilemiş olduğu direnç olarak tanımlanabilir. Dayanımı yüksek bir beton, fiziksel ve kimyasal çevresel etkilere

karşı mukavemet gösterebilen bir betondur. Beton yapım sürecinde ilgili standartlara uyarak gerekli kontolleri yapmak suretiyle çevresel etkilere karşı dayanıklı beton üretebilmek mümkündür. Betonun hava içeriğini artıran katkı maddeleri betonun dayanıklılığını arttırır (Şensöz ve Yalçın 2000). Beton yüzeyinde ortaya çıkan kimyasal deformasyonlar çesitli kimyasal maddelerin teması sonucu gelişen kimyasal reaksiyonlar sonucu oluşur. Kimyasal maddeler beton bünyesine su içinde çözünerekte girebilir. Hatta betonun yapsına saf suyun girmesinin dahi zararlı etkileri vardır. Su beton içindeki kalsiyum hidroksiti çözerek dışarı taşınmasına yardım eder. Saf su beton boşlukları içinde bulunan kalsiyum hidroksiti ve diğer klinker bileşiklerini çözerek dışarı taşınmasına yardım eder. Su içinde çözünen betonun yapısına ait bileşikler suyla birlikte yüzeye taşınır ve buharlasma neticesinde betonun yüzeyinde beyaz bir katman şeklinde kalıntı bırakır. Effloresans (Çiçeklenme) olarak da adlandırılan bu olay, betonun özellikleri üzerinde negatif bir etki yapmaktadır. Betonun özelliklerinin tanımlayan en önemli davranışı basınç dayanımıdır. Basınç dayanımı betonun kalitesini belirleyen mekanik bir davranış olmakla birlikte, bu özellik sayesinde kullanım alanlarına göre sınıflandırılmaktadır (Orcay 2010).

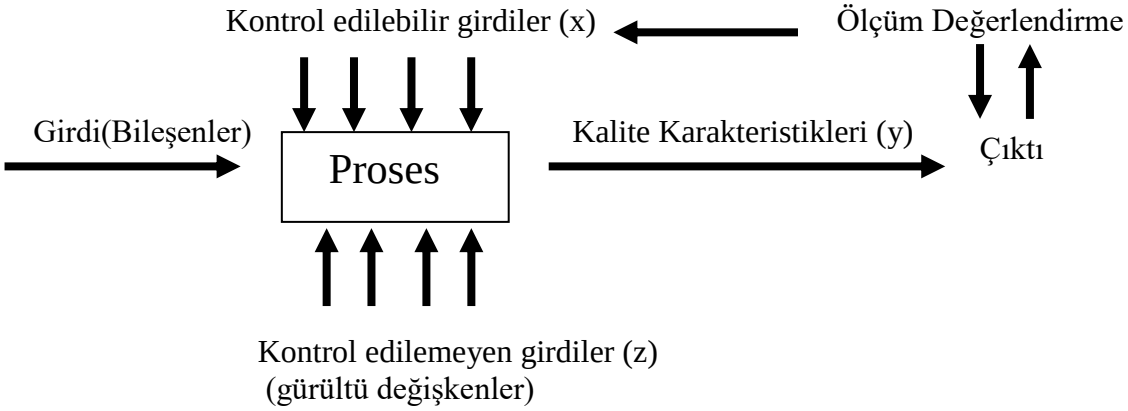
1.2.8.7 Beton elektrik direnci

Betonun yapı malzemesi olarak elektrik özdirenci, elektriği geçirme kabiliyeti olan iletkenlik kavramı ile ters orantılıdır. Betonda akımın geçişi, gözeneklerde sıvıda çözünmüş iyonlar tarafından iletilir. Doygunluk oranı yüksek, geniş çaplı gözeneklerden oluşan betonlar (su/çimento oranı fazla) daha zayıf bir özdirence sahip olur. Su/çimento oranının düşürülmesi ile elektriksel özdirenç değeri artar. Maddenin fiziksel bir özelliği olan elektriksel özdirenç, çeşitli elektriksel ve elektromanyetik yöntemlerle analiz edilebilir. Örnek vermek gerekirse, malzemenin özdirenç değerinin hesaplanabilmesi için, belirlenen farklı iki noktadan akım geçirilerek, gerilim farkı ölçülür, özdirenç değerleri hesaplanır. Özdirenç bir fiziksel kavram olup, veriyi daha anlaşılabilir hale dönüştüren bir işlemidir. Elektrik iletkenliği çimento bazlı sistemlerde iyonların boşluklu yapıda hareket etmeleriyle gerçekleşir (Uygunoğlu vd. 2018).

1.3 Deney Tasarımı

Deneyler, araştırmacılar tarafından bir sistemi yada prosesi daha iyi anlayabilmek ve tanımlayabilmek için gerçekleştirilir. Bir süreç yada sistemide girdilere ait parametrelerde değişiklik yapılarak çıktıların test edilmesi ve analiz edilmesidir. (Mongomery 2005). Deneylerde en iyi sonuçların elde edilebileceği şartlar göz önüne alınarak performans kriterleri belirlenir ve bu kriterlerin seviyeleri seçilir. Belirlenen kriterler için kontrol edilemeyen faktörlerin etkisi göz önünde bulundurularak deneyler yapılır. Yapılan deneylerin neticesinde elde edilen sonuçlara göre en uygun kriter seviyeleri belirlenir (Scheffler 1997).

Deneyler genel itibariyle bir sürecin ya da prosesin performansını analiz etmek için kullanılılır. Bir prosese ait örnek deney modeli ve modele etkiyen girdiler şematik olarak gösterilmiştir. Burada, deneye başlanmadan önce, deneyde kullanılacak olan girdiler (parametreler) belirlenir. Parametreler iki farklı şekilde deney üzerinde etkisi vardır. Bunlar kullanıcı tarafından kontrol edilebilen parametreler (reaksiyon sıcaklığı, karıştırma hızı, karışım oranları vb.), ve kontrol edilemeyen parametreler (ortam sıcklığı, nem oranı, deneysel hata gibi kullanıcının kontrolü dışındaki faktörler) olmak üzere iki farklı şekilde tanımlanabilir. Bir proses veya sistem, Şekil 1.21'deki modelle açıklanabilir (Montgomery, 2009). Proses değişkenleri x_1, x_2, x_3, .., x_k gibi kontrol edilebilir değişkenler ve z_1, z_2, z_3, ..., z_q gibi kontrol edilemeyen değişkenler olmak üzere iki sınıfa ayırılabilir.



Şekil 1.21 Şematik olarak bir prosesin değerlendirilmesi (Montgomery 2009)

Şekil 1.21 üzerinden Deney Tasarımı amaçları açıklanabilir (Can 2007):

1. y çıktısında en çok hangi değişkenin etkilediğini analiz etme
2. y çıktısını istenilen en büyük hedefe ulaşmak için x değişkenlerinin seviyelerini belirleme
3. y çıktısının istenilen en düşük değerde tutmak amacıyla etkili x değişkenlerini seviyelerde belirleme
4. z_1, z_2, z_3, ..., z_q gibi kontrol edilemeyen değişkenlerini etkilerini en düşük seviyede tutabilmek amacıyla, x değişkenlerini seviyelerini belirleme

1.3.1 Deney tasarımı ilkeleri

Deney tasarımında; tekrarlama, rasallaştırma ve bloklama gibi 3 ana temel ilkeden oluşmaktadır (Çömlekçi 2003).

Tekrarlama: Tekrarlama, deneyin doğrulanmasını ifade eder. Birinci tekrarda deneyi yapan araştırmacı, deneysel hatalarını tahmin etme imkânı olur. Hatanın tahmin edilmesi, toplanan verilerin istatiksel olarak analiz edilmesi ve arada önemli bir fark olup olmadığının belirlenmesi çok önemli bir noktadır. İkinci tekrarda veriler hakkında daha net bilgiler elde edilir.Tekrar sayısı artıkça deney ortalamalarının varyansı azalır buda daha kesin sonuçların elde edilmesine sebep olur (Çömlekçi 2003).

Rassallık: Rassalıktan anlatılmak istenen, deneysel şartlarının ve bireysel koşullarının sıralamasının dağınık olarak dağıtılmasıdır. İstatiksel metotlarda, elde edilen sonuçların ve buna bağlı olarak gelen hataların, birbirinden bağımsız dağınık değişken olması istenir. Deneyleri dağınık olarak doğru bir şeklide sıralayabilmek ve olabilecek çevresel kontrol edilemeyen faktörlerinde etkisini minimize etmiş olur (Çömlekçi 2003).

Bloklama: Bloklama, deneyden elde edilen sonucun tekrar edilebilirliğini artırmak amacıyla uygulanan bir tekniktir. Bir deneysel çalışmada deneysel tasarım yönünden

farklılık gösteren ancak birbiri içinde eşit bir şeklide dağılmış verilere sahip olan deneyse ltasarıma ait seviyeler bir blok oluşturulur (Çömlekçi 2003).

1.3.2 Deney tasarımı aşamaları

Deneysel tasarım ve tasarıma ait sonuçların analiz aşamasında, istatiksel bir yaklaşım yapabilmek için çalışılacak olan konunun verilerinin doğru bir şeklide toplanmış olması ve bu verilerin doğru bir şekilde analiz edilebilmesi gerekmektedir. Deney tasarımında uygulanacak temel adımlar aşağıdaki şekilde verilmiştir (Şanyılmaz 2006).

Problem seçme ve tanımlama: Deney gerçekleştirmeden bir problemi veya sorunu analiz edebilmek kolay bir işlem değildir. Deney gerçekleştirilmeden önce deney ile ilgili tüm ayrıntılar belirlenmelidir. Problemlere ait kesin çözüm bulmak, problemin çok iyi bir şekilde tanımlanması ve anlaşılabilmesi ile mümkündür (Özkurt 1999).

Faktörleri, seviyelerini ve aralıklarını belirleme: Deneye tasarımına başlanmadan önce faktörler ve seviyeleri seçilmeli, bu faktörlerin seviyelerinin değişim aralıkları belirlenmelidir. Deneyin amacı faktörlerin analiz edilmesi olduğu zaman, faktör seviyelerini mümkün olduğunca az tutmakta fayda vardır. Koşullara ve tasarıma göre seviye iki seçilebilebilir. Faktör incelemede analiz edilen aralığın geniş tutulması, sonuçların net ve belirgin bir şekilde çıkmasını katkı sağlayacaktır. Faktörlere göre hangi seviyelerin önemli olduğunu ve hangi seviyelerde en iyi sonuçlar verdiğini belirledikçe, seviyelerdeki aralık daha çok daraltılabilir (Şanyılmaz 2006).

Deney tasarımını belirlenmesi: Yukarıda bahsedilen deney tasarımı öncesi planlama hazırlık doğru bir şekilde yapıldığı zaman, bu aşama daha kolay gerçekleştirilebilir. Deney tasarımın seçilmesi, deney gerçekleştirme sırasının belirlenmesi, tekrarlanma sayısının belirlenmesi ve daha başka kısıtlayıcı şartların bulunup bulunmadığının saptanması gerekir (Özkurt 1999). Deney tasarımın gerçekleştirecek istatistiksel paket programları da mevcuttur. Bu programlardaa; faktörler ve seviyelerine ait veriler girilir ve seçilen tasarımlara göre deneyler gerçekleştirilir. Tasarımı seçerken, deney

amaçlarını da dikkate almak gerekir. Deney sonuçları üzerinde hangi faktörün ne derecede etkili olabileceği tahmin edebilmek daha verimli sonuçlar elde etmemizi mümkün kılacaktır (Şanyılmaz 2006).

Deneyi tasarımının gerçekleştirmesi: Deneyi gerçekleştirebilmek için tüm şartların hazır ve planlanmış olması süreci takip etme açısından çok önemlidir. Deney gerçekleştirmeden önce tasarıma ait hatalar, tasarımın geçerliliğini yok edecektir (Özkurt 1999).

Verilerin istatistiksel olarak analizlerinin yapılması: Deney tasarımına ait sonuçları analiz edebilcek pek çok yazılım paketleri bulunmakta olup deney tasarımı seçiminde bu paket programlardan faydalanılmaktadır (Özkurt 1999). Aslında İstatistiksel yöntem, faktörlerin seviyelerine ait sonuçların güvenilirliği veya geçerliliği üzerine yol göstericidir. İstatistiksel yöntem bir şeyi kanıtlamaya çalışmaz, oluşan farklılıkları analiz edebilmemizi ve istatiksel olarak bir güven aralığı atamamıza sağlar (Şanyılmaz 2006).

Sonuçların değerlendirilmesi ve yorumlanması: Deney tasarımına ait istatiksel sonuçlarda, çoğunlukla grafiksel gösterimler kullanılmaktadır. Gerçekleştirlen çalışma süresince, unutulmamalıdır ki deney öğrenme sürecinin bir parçasıdır. Çalışmanın başlangıç kısmında büyük kapsamlı tek bir deney yapmak hatalı bir davranıştır. Başarılı olabilmek için, ilgili önemli faktörleri, bu faktörlerin seviyelerini ve aralıklarını doğru bir şeklide belirleyebilmek gerekmektedir. Deney gerçekleştikçe bazı değişkenler eklenir, bazılarıda çıkarılır, bazı faktörler için seviye aralıkları değiştirilir veya farklı değişkenler üzerinde durulmaya başlanılır. Genel bir kural olarak, mevcut kaynakların % 25'inden fazlası öndenemeler için kullanılmaz. Busayede deney süresince, yeterli kaynak ile deneyler gerçekleştirilir (Şanyılmaz 2006).

1.3.3 Taguchi deney tasarımı ve aşamaları

1950 yılının başlarında Dr. Genichi Taguchi kaliteyi geliştirmek için, Taguchi yöntemi olarak adlandırılan deney tasarım metodunu geliştirmiştir. Taguchi yönteminde amaç kalite tekniklerini kullanarak, üretim öncesi tasarım faaliyetlerini tasarlayarak, hedef değer üzerindeki değişkenleri minimize etmektir. Bunu sağlayabilmek için, değişkenliğe neden olan kontrol edilebilir etkiler belirlenmeli ve kontrol edilemeyen etkilerin etkisinin minimize edileceği proses süreci tasarlanmalıdır (Yıldırım 2011). Taguchi yönteminin amacı deney tasarımında, ürünün performansında değişime neden olan parametrelerin etkilerini azaltmaktır (Şimşek 2014).

Taguchi'nin deneysel tasarım adımları aşağıdaki şekilde maddeler halinde verilebilir(Taguchi 1995);

1. Parametreler ve seviylerin seçilmesi
2. Parametre ait seviyelerin belirlenmesi
3. Uygun ortogonal dizinin seçilmesi
4. Faktör ve seviylerin kolonlara atanması
5. Deneylerin yapılarak sonuçların el edilmesi
6. Sonuçların analiz edilmesi
7. Doğrulama deneylerinin gerçekleştirilmesi

1.3.3.1 Faktör ve etkileşimlerin seçilmesi

Sürecin gerçekleştirilmesine yönelik amaç belirlendikten sonra, değerlendirmeye alınacak faktörler belirlenir. Taguchi; faktörleri, kontrol edilebilen etkileri sinyal olarak ifade ederken, kontrol edilemeyen etkileri ise gürültü faktörü olarak da ifade etmektedir. Kontrol edilebilen etkilerin sayısı ve seviyelerine göre deney tasarım belirlenmektedir (Özkurt 1999).

1.3.3.2 Faktör düzeylerinin seçilmesi

Sürecin, performans karakteristiğini etkileyen faktörler seçildikten sonra bu faktörlerin seviyeleri belirlenmektedir. Faktörlerin seviyeleri, seçilen deney tasarımındaki modele göre, iki, üç veya daha çok olabilmektedir. Taguchi yöntemi parametrelerin, seviyelerine ait en iyi kombinasyonu saptamak için oldukça başarılı bir yöntemdir. Her bir parametrenin her bir seviyesinin etkisini belirleyebilmek için çok fazla sayıda deney yapılmasına ihtiyaç vardır. Taguchi yönteminde, Şekil 1.21'deki ortogonal tasarım uygulanarak, çok daha az sayıda deney ile sonuca ulaşmak mümkündür (Güral 2003).

1.3.3.3 Uygun ortogonal dizinin seçiminin yapılması

Taguchi, deneysel tasarımlarını açıklamak için ortogonal dizinleri kullanmıştır. Ortogonal dizinler, birçok faktörün en az sayıda test edilmesi ve faktör seviyelerini eş zamanlı olarak değiştirmeye imkan sağlamasıdır. Ortogonal dizilere tasarım matrisi de denilmektedir. Genel gösterim $L_d(a)^k$ şeklindedir ve ortogonal deney tasarım modeli adı verilir (Madhav1989).

d: Toplam deney sayısı,
a: Parametrelerin seviyelerini
k: Parametrelerin sayısını
L: Ortogonal diziyi

Belirlenen prosese uygun ortogonal dizi seçiminde, öncelikli olarak dikkat edilmesi gereken, parametrelerin toplam serbeslik derecesinin hesaplanması gerekmektedir. Toplam serbestlik derecesi dizilerden hangileri ile uyumlu ise o diziler ancak seçilebilmektedir. Parametrelere ait toplam serbestlik derecesi; tüm parametrelere ait seviyelerin ayrı ayrı serbestlik dereceleri toplamıdır (Yıldırım 2011). Çizelge 1.7' de 7 parametre ve 2 seviyeden oluşan bir sistem için nasıl bir ortogonal dizin seçileceği gösterilmiştir. Parametrelere ait serbestlik derecesi, seviyelerin sayısından bir eksiktir.

Çizelge 1.7 Toplam serbestlik derecesinin hesaplanması (Madhav1989)

Faktör/Etkileşim	Serbestlik Derecesi
A	$V_A=K_A-1=2-1=1$
B	$V_B=K_B-1=2-1=1$
C	$V_C=K_C-1=2-1=1$
D	$V_D=K_D-1=2-1=1$
E	$V_E=K_E-1=2-1=1$
F	$V_F=K_F-1=2-1=1$
Toplam Serbestlik Derecesi= $V_A + V_B + V_C + V_D + V_E + V_F = 6$ olarak bulunmuştur.	

Faktörlere ait serbestlik derecelerinin toplamı hangi dizinin deney sayısı için uygun oluyorsa, o dizinler tercih edilmelidir. Toplam serbestlik derecesi, seçilecek olan dizinin deney sayısından ancak bir eksik olabilir. Bu sebeple Çizelge 1.7'de verilen tasarıma ait en uygun ortogonal dizin Şekil 1.21'de verilen Taguchi ortogonal dizi seçim tablosundan seçilebilir. Çeşitli parametreler ve seviyelere ait en uygun ortogonal deney tasarım modelleri bu tabloya göre seçilebilir.

SEVİYE SAYISI

PARAMETRE SAYISI

2			3			4			5		
P=2	S=2		P=2	S=3		P=2	S=4		P=2	S=5	
P=3	S=2	L4	P=3	S=3	L9	P=3	S=4		P=3	S=5	
P=4	S=2		P=4	S=3		P=4	S=4	L' 16	P=4	S=5	L25
P=5	S=2		P=5	S=3		P=5	S=4		P=5	S=5	
P=6	S=2	L8	P=6	S=3		P=6	S=4		P=6	S=5	
P=7	S=2		P=7	S=3	L18	P=7	S=4		P=7	S=5	
P=8	S=2		P=8	S=3		P=8	S=4		P=8	S=5	
P=9	S=2		P=9	S=3		P=9	S=4	L' 32	P=9	S=5	L50
P=10	S=2	L11	P=10	S=3		P=10	S=4		P=10	S=5	
P=11	S=2		P=11	S=3	L27				P=11	S=5	
P=12	S=2		P=12	S=3					P=12	S=5	
P=13	S=2		P=13	S=3							
P=14	S=2	L16	P=14	S=3							
P=15	S=2		P=15	S=3							
P=16	S=2		P=16	S=3							
P=17	S=2		P=17	S=3							
P=18	S=2		P=18	S=3							
P=19	S=2		P=19	S=3	L36						
P=20	S=2		P=20	S=3							
P=21	S=2		P=21	S=3							
P=22	S=2		P=22	S=3							
P=23	S=2		P=23	S=3							
P=24	S=2										
P=25	S=2										
P=26	S=2	L32									
P=27	S=2										
P=28	S=2										
P=29	S=2										
P=30	S=2										
P=31	S=2										

Şekil 1.21. Taguchi ortogonal dizi seçim tablosu (Madhav1989)

1.3.3.4 Faktör ve seviyelerin kolonlara atanması

Faktörlerin ortogonal düzene göre tasarıma işlenmesinde, Taguchi tarafından geliştirilen doğrusal grafikler ve üçgensel tablolar kullanılmaktadır. Doğrusal grafikler, faktörlerin işleneceği sütünlar ve üçgensel tablolar arasındaki faktörlerin etkileşimini göstermektedir (Özkurt 1999).

1.3.3.5 Testlerin yapılması

Oluşturulan tasarım modeli için birden fazla performans karakteristiğinin özelliklerine uygun olarak performans istatistiği seçilmektedir. Verilerin analizi edilebilmesi için performans istatistiğinin hedef değerinin belirlenmesi çok önemli bir husustur. Taguchi tasarımlarında seçilen performans istatistiği değeri S/N oranıdır ve tasarıma ait sonuçların performansını analiz etmek için kullanılır.

Taguchi kayıp fonksiyonu olarak bilinen ve sinyal/ gürültü oranı (S/N) olarak da bilinen, 3 farklı hedefe uygun fonksiyon bulunmaktadır. Buna göre, amacın "en küçük en iyi", "en büyük en iyi" ve "nominal en iyi" olmasına göre aşağıdaki eşitlikler kullanılarak S/N oranları hesaplanır (Şimşek 2014).

En düşük (küçük) en iyi olduğu durumda;

$$SN_S = -10Log\left(\frac{1}{n}\sum_{n=1}^{n} {y_i}^2\right) \tag{1.17}$$

En yüksek (büyük) en iyi olduğu durumda;

$$SN_L = -10Log\left(\frac{1}{n}\sum_{n=1}^{n} \frac{1}{{y_i}^2}\right) \tag{1.18}$$

Nominal en iyi olduğu durumda;

$$SN = -10Log(\frac{\tilde{y}^2}{S^2})$$

$$\tilde{y} = \left(\frac{1}{n}\sum_{i=1}^{n} y_i\right)$$

$$S^2 = \left(\frac{1}{n-1}\sum_{n=1}^{n}(y_i - \tilde{y})^2\right) \quad (1.19)$$

Eşitliklerde y_i : Deneylere ait i. deneye ait sıonuç değeri, n: Denemelerdeki tekrar sayısı, ỹ : Deney sonucunun ortalaması ve S^2 : Deney sonuçlarında varyansını ifade etmektedir (Taguchi 1995).

1.3.3.6 Sonuçların analiz edilmesi

Sürece etki eden faktörler ve seviyeleri analiz edildikten sonra, sadece etkin olan faktörler ve seviyeleri göz önünde bulundurularak bir model oluşturulur. Bu modele göre, doğrulama deneyleri gerçekleştirilerek, varyans analizi, faktör etkilerinin grafiksel gösterimi, gibi çeşitli analizler uygulanabilmektedir. (Şanyılmaz 2006).

1.3.4 TOPSIS Yöntemi

TOPSIS Yöntemi, hedef değerin minimize edilmek istenen kriterleri minimum ve hedef değerin maksimize edilmesi istenen değerlerin maksimum olduğu ideal çözüme yakınlık açısından seçimleri kolaylaştırır. Karar matrisi oluşturulduktan sonra standart bir ölçüm birimi elde edebilmek için kriter değerlerinin normalize edilerek ağırlık verilmesi gerekir. Aşağıda TOPSIS Yönteminin daha iyi anlaşılabilmesi için bir uygulamaya ait aşamalar ve adımları verilmiştrir (Hwang ve Yoon, 1981).

Adım 1: Karar Matrisinin Oluşturulması (Şimşek 2014)

Karar matrisinin satırlarında deney tasarıındaki sıralanmak istenen (en büyük en iyi ya da en küçük en iyi) karar noktaları, sütunlarında ise karar vermede kullanılacak olan değerlendirme kriterlerinden oluşur. Karar matrisi kullamıcı tarafından oluşturulan başlangıç matrisidir.

$$A_{ij} = \begin{bmatrix} a_{11} & a_{12} & \dots & a_{1n} \\ a_{21} & a_{22} & \dots & a_{2n} \\ . & & & . \\ . & & & . \\ . & & & . \\ a_{m1} & a_{m2} & \dots & a_{mn} \end{bmatrix} \tag{1.20}$$

A_{ij} matrisinde m deney tasarımındaki deney sayısını (alternatif sayısı), n ise değerlendirme faktörü (kriter) sayısını verir.

Adım 2: Standart Karar Matrisinin Oluşturulması (Şimşek 2014).

Standart Karar Matrisi, adım 1 de oluşturulan karar matrisinden faydalanarak aşağıdaki formül kullanılarak hesaplanır ve r_{ij} standart karar matrisi elde edilir:

$$r_{ij} = \frac{a_{ij}}{\sqrt{\sum_{k=1}^{m} a_{kj}^2}} \tag{1.21}$$

$$R_{ij} = \begin{bmatrix} r_{11} & r_{12} & \dots & r_{1n} \\ r_{21} & r_{22} & \dots & r_{2n} \\ . & & & . \\ . & & & . \\ . & & & . \\ r_{m1} & r_{m2} & \dots & r_{mn} \end{bmatrix} \tag{1.22}$$

Adım 3: Ağırlıklı Standart Karar Matrisinin Oluşturulması (Şimşek 2014).

İlk olarak değerlendirme kriterlerine ait ağırlıklı değerlerin toplamı belirlenir. ($\sum_{i=1}^{n} w_i = 1$).

Daha sonra standart karar matrisinin her bir sütunundaki değerler kriterlere ait ağırlık değeri (w_i) ile çarpılarak ağırlıklı standart karar matrisi oluşturulur:

$$V_{ij} = \begin{bmatrix} w_1 r_{11} & w_2 r_{12} & \dots & w_n r_{1n} \\ w_1 r_{21} & w_2 r_{22} & \dots & w_n r_{2n} \\ . & & & . \\ . & & & . \\ . & & & . \\ w_1 r_{m1} & w_2 r_{m2} & \dots & w_n r_{mn} \end{bmatrix} \qquad (1.23)$$

Adım 4: İdeal (A^*) ve Negatif İdeal (A^-) Çözümlerin Oluşturulması (Şimşek 2014).

İdeal çözüm setinin meydana getirebilmesi için ağırlıklı standart karar matrisindeki normalize edilmiş krtierleri ait değerlerin en büyükleri (ilgili değerlendirme faktörü minimizasyon yönlü ise en küçüğü) seçilir. Pozitif ideal çözüm setinin oluşturulması aşağıdaki formülde belirtilmiştir.

$$A^* = \left\{ (\max_i v_{ij} \,\middle|\, j \in J), (\min_i v_{ij} \,\middle|\, j \in J^{'} \right\} \qquad (1.24)$$

formülünden hesaplanacak set $A^* = \{v_1^*, v_2^*, ..., v_n^*\}$ şeklinde ifade edilebilir.

Negatif ideal çözüm seti ise, ağırlıklı standart karar matrisindeki normalize edilmiş kriterlere ait değerlerin en küçükleri (ilgili değerlendirme faktörü minimizasyon yönlü ise en büyüğü) seçilir. Negatif ideal çözüm setinin bulunması aşağıdaki formülde gösterilmiştir.

$$A^{-} = \left\{ (\min_{i} v_{ij} \,\middle|\, j \in J), (\max_{i} v_{ij} \,\middle|\, j \in J^{'} \right\} \quad (1.25)$$

(1.25) formülünden hesaplanacak set $A^{-} = \left\{ v_1^{-}, v_2^{-}, ..., v_n^{-} \right\}$ şeklinde ifade edilebilir.

Her iki formülde de J fayda (maksimizasyon), $J^{'}$ ise kayıp (minimizasyon) değerini göstermektedir. Gerekse pozitif ideal, gerekse negatif ideal çözüm seti, değerlendirme faktörü sayısı yani n elemandan oluşmaktadır.

Adım 5: Ayırım Ölçülerinin Hesaplanması (Şimşek 2014).

TOPSIS Yönteminde, ideal ve negatif ideal çözüm setinden sapmalarının belirlenebilmesi için karar noktalarına ait sapma değerleri belirlenebilmesi gerekir. Bu değerler, pozitif ideal Ayırım (S_i^{*}) ve negatif ideal ayırım (S_i^{-}) değeri olarak ifade edilmektedir.

$$S_i^{*} = \sqrt{\sum_{j=1}^{n} (v_{ij} - v_j^{*})^2} \quad (1.26)$$

$$S_i^{-} = \sqrt{\sum_{j=1}^{n} (v_{ij} - v_j^{-})^2} \quad (1.27)$$

Burada hesaplanacak S_i^{*} ve S_i^{-} sayısı doğal olarak deney tasarımındaki çıktıkların sayısı kadar olacaktır (Şimşek 2014).

Adım 6: İdeal Çözüme Göreli Uzaklığının Hesaplanması (Şimşek 2014).

Karar noktalarının ideal çözüme göreli uzaklığının (C_i^{*}) hesaplanmasında ideal ve negatif ideal ayırım ölçülerinden faydalanılır. Burada istenen, negatif ideal ayırım ölçüsünün toplam ayırım ölçüsü içindeki oranıdır. İdeal çözüme göreli uzaklık değerinin hesaplanması aşağıdaki formülde ifade edilmiştir.

$$C_i^* = \frac{S_i^-}{S_i^- + S_i^*} \tag{1.28}$$

Burada C_i^* değeri $0 \le C_i^* \le 1$ aralığında değer alır.

TOPSIS Yöntemiyle analiz edilen her tasarım için ideal çözüme uzaklığı (C_i^*) taguchi yöntemine göre en büyük, en iyi olcak şekilde analiz ettirilir. Analiz neticesinde çok kriterleri sonuçlara göre parametrelerin seviyelerine ait optimum şartlar belirlenmiş olur. Optimum şartlarda gerçekleştirlen deney doğrulama deneyi olarak adlandırılır. Deney sonucunda bulunan değer en iyi performans karakteristiği değerine ulaştırırsa istenen hedef gerçekleşmiş olur. (Hwang ve Yoon, 1981).

1.4 Literatür Taraması

Çalışmanın bu kısmında tez konusu ile ilgili literatür araştırması yapılmış olup, aynı alanda ve benzer konuların incelenmesine özen gösterilmiştir. Literatür araştırması sonucunda son yıllarda konu ile ilgili yapılan çalışmaların giderek hızla artığı görülmüştür. Konuyla ilgili güncel araştırmalar incelenecek olursa;

Hummers Yöntemi kullanılarak yapılan bir çalışmada; potasyum permanganat, sodyum nitrat ve reaksiyon sürelerinde değişiklik yapılarak farklı oksidasyon derecesine sahip grafen oksit örnekleri elde edilmiştir. Grafen oksit sentezinde oksidasyonun kontrollü bir şekilde sağlamanın organik ve hibrit güneş hücrelerinde verimliliği artırıcı bir etki olarak uygulanabileceğini bulmuşlardır (Guerrero-Contreras *et al* 2015).

Grafen oksitin oksidasyon derecelerinin modifiye edilmiş Hummers Yöntemi incelendiği başka bir çalışmada oksidasyon; sülfürik asit, nitrik asit, sodyum nitrat, sodyum dikromat ve potasyum permanganat ile sağlanmıştır. Sodyum dikromat ile yapılan oksidasyonun derecesinin diğerlerine göre düşük olduğu tespit edilmiştir. En iyi

oksidasyonun mevcut Hummers Yöntemindeki kimyasalların fazla oranlarla kullanıldığı zaman sağlandığını bulmuşlardır (Muzkya *et al* 2017).

Grafen oksit sentezinin Hummers Yönteminin incelendiği bir çalışmada ise, grafitin parçacık büyüklüğünün ve reaksiyon süresinin etkisi incelenmiştir. Parçacık büyüklüğü olarak, 6, 18 ve 25nm'lik grafit partikülleri için incelenmiştir. Oksidasyon süresinin, grafitin partikül boyutu ve şekli üzerine bağlı olduğu gözlemlendi. 6 ve 18 nm lik topak grafitler için reaksiyon 1-2 günde gerçekleşirken, 25 nm'lik pul grafit için reaksiyon süresi sadece 2 saatte gerçekleştiğini bulmuşlardır (Shojaeenezhad *et al* 2017).

Yine Hummers Yönteminde modifiye edilerek incelenen bir çalışmada, grafit ile birlikte $KMnO_4$ ile MnO_2 miktarının ayarlandığı çalışmada, daha ucuz, çevre dostu MnO_2/GO kompozitleri üretilmiştir. Üretilen MnO_2/GO kompozitleri metilen mavisinin giderimi için başarılı olduğu gözlenmiştir. Buda sentezlenen malzemenin süperkapasitörlerde, lityum pillerde, sensörlerde, katalizör olarak kullanılabileceğini göstermektedir (Liu *et al* 2018).

Grafen oksit sentezinin oluşum mekanizmalarının incelendiği bir başka çalışmada ise, grafen tabakaları ile sülfat türlerinin aralarındaki etkileşimi anlamak için bir çalışma gerçekleştirilmiştir. Grafen oksit sentezindeki uzun reaksiyon sürelerinde sülfat iyonlarını, mangan ve nitrat iyonları koruyuculuğunu üstlenir. Kuantum yöntemleriyle uyumlu epoksi grupları ve sülfat köprülerini içeren grafen oksit yapısı rapor edilmemiştir. Bu çalışmada sülfat iyonlarının varlığı, grafen oksitin yapısın oksijenli fonksiyon grupların oluşumunda önemli bir rol oynayacağını göstermiştir (Mendonca *et al* 2018).

İncelenen bir başka çalışmada, grafen oksit polisitrik asit sentezi üzerinde durulmuştur. İki tip grafen oksit sentezlenmiş, Hummers Yöntemi ve modifiye edilmiş Hummers Yöntemine göre sentez yapılmıştır. Modifiye edilmiş Hummers Yönteminde hafif oksidasyon tekniği ve daha düşük bir konsantrasyonda oksitleyici ajan kullanılmıştır. Sentezlenen grafen oksitler radikal polimerizasyon kullanılırak, poli sitrik asit (PCA) ile

aşılama yapılarak modifiye edildi. Modifiye edilmiş Hummers Yöntemiyle sentezlenen grafen oksite ait polimerizasyonun daha başarılı olduğu deney sonuçlarından elde edilmiştir. Sentezlenen grafen oksit polisitrik asit elektrot yüzeylerine başarıyla kaplanmış ve nano elektro katalizör olarak kullanılmıştır. Metilen mavisinin kirlenmiş sudan uzaklaştırılmasına yönelik kullanmak için Fe_3O_4 manyetik nano kompozitleri, sitrik asit ile fonksiyonelleştirip grafen oksit sentezlendi. Manyetik parçacıkların yüzey kararlılığı, sitrik asit ilavesiyle grafen oksit üzerinde geliştirilmiştir (Sarlak *et al* 2017).

Hummers Yöntemiyle sentezlenen grafen oksit termal indirgendiği bir çalışmada, 4 farklı sıcaklık denemesi ile fonksiyonel grupların ayrıştırma süreci denenmiştir. Belirlenen sıcaklıklar Adım 1: 160°C' nin altında, Adım 2: 160 ile 210°C arasında, Adım 3: 210 ve 300°C arasında, Adım 4: 300°C'nin üstünde olarak TGA cihazında belirlenmiştir. Adım 1 deki endotermik kütle kaybının fizyolojik ve nano-konik suyun buharlaşmasından kaynaklıdır. Çoğunlukla kütlenin kaybı (2 ve 3 Adım) sıklıkla 160 ve 300°C arasındaki grafen oksit üzerindeki fonksiyonel grupların ekzotermik degradasyonuna atfedilmiştir. 300°C' nin üzerindeki küçük kütle kaybı ise (4. Adım) bazal karbon ağı bozunmasına ve en kararlı oksijen işlevlerinin kaldırılmasına atanır. Hummers Yöntemiyle sentezlenen grafen oksitin termal indirgemesinin ekzotermik bir olay olduğu görüşü vardır ancak adım 3 göstermiştir ki süreç endotermik olarak gelişmiştir. Karbon yapısına bağlı gaz aromatik yapıları 300°C 'nin altında ayrışmaya başlar. Isıl işlem sırasında fonksiyonel grupların gelişimini gözlemlemek ve grafen oksitin düşük sıcaklıkta indirgenme mekanizmasına ortaya koymaya çalışılmıştır (Shen *et al* 2018). Hidrotermal metodla teflon kaplı otoklavda 170ºC' de indirgenmiş grafen oksit sentezinin yapıldığı çalışmada, grafitten Hummers Yöntemiyle grafen oksit sentezlenmiştir. Hidrotermal metodun maliyet açısından avantajlı ve çevre dostu bir proses olmasına karşın, kimyasal yönteme göre indirgeme işleminin verimi düşük olmuştur (Jose *et al* 2018).

Mishra and Ramaprabhu (2012) yapmış oldukları çalışmada CO_2' in hidrojen gazı ile polyanilin içinde dağıtılımış grafen ile adsorbsiyonunu incelemişlerdir. Grafen, grafen oksit ile termal ayrışma yöntemiyle anilin ile yüksek basınç altında elde edilmiştir. Yüksek basınç altında ve sıcaklıkta CO_2 adsorbsiyonunda iyileşme olduğunu

saptamışlardır. Grafen oksitin adsorpsiyon kabiliyetlerinin arttırılması üzerine bir araştırmada, sıcaklık ve basıncın artmasına bağlı olarak, katmanlar arası boşluklara azot bileşiğinin eklenmesi gerçekleştirilmiştir. Çalışmada, adsorbsiyon davranışlarını ve CO_2 gazının adsorbsiyonu için aktif karbon karışımları ve farklı şekilde sentezlenmiş grafen oksit örnekleri kullanmıştır. Saf aktif kabon ile karşılaştırıldığında belirli adsorbans ve absorbans değerleri elde edildi. Grafen oksitlerin eklenmesiyle saf aktive edilmiş karbonların değerinin altı ile yedi katına kadar spesifik adsorbansın büyük ölçüde arttığı görülmüştür. Azot katkılı indirgenmiş grafen oksidin (NrGO) diğer GO formlarına kıyasla maksimum spesifik adsorbansa sahip olduğu bulunmuştur (Shrivastava *et al* 2018).

Bor ve karbon atomlarının boyutsal uyumu nedeniyle, bor, grafen oksitin kafes yapısında karbon atomunun yerini alarak, grafen yapılarının içinde rastgele dağılır. Bor yapısında sahip olduğu eksik elektron nedeniyle, grafen oksit içersine dop edildiğinde, bor dop edilmiş grafen sentezlenirse, bu uygulamanın elektronik cihazlar, sensörler, enerji depolanması, biomedikal ve fotokataliz alanlarında kullanımı için iletken davranışını geliştirmesi beklenmektedir. Yapılan bir çalışmada bor dop edilmiş grafen oksit katalizörünün valans bandındaki elektron boşluğundan dolayı fotokatalitik aktivitenin daha iyi olduğunu bulmuşlardır (Singh *et al* 2018).

CVD yöntemiyle TOPSIS tabanlı Taguchi Metoduna göre grafenin kusur yoğunluğunu iyileştirmeye çalışılan çalışmada ortalama 2D/G oranında % 1,56 kötüleşme, ortalama D/G oranında % 87,96 ve yüzey pürüzlülüğünde değerinde % 69,32 iyileşme elde edilmiştir (Şimşek *et al* 2018).

Kimyasal indirgeme büyük ölçekli grafen sentezi için elverişli bir yöntemdir. Bu çalışmada modifiye edilmiş Hummers Yöntemiyle sentezlenen grafen oksitten tek adımda çevre dostu biyomolekül anilin kullanılarak kimyasal indirgeme metoduyla indirgenmiş grafen oksit sentezlenmiştir. 4 - 24 saat arası kadar reaksiyon sürelerinin belirlendiği çalışmada, reaksiyon süresi artıkça indirgeme veriminin artığı tespit edilmiştir (Wang *et al* 2017).

Diğer bir çalışmada, plastik olmayan ve gliserol ile plastikleştirilmiş kitosan-indirgenmiş grafen oksit nano kompozitleri, çevre dostu L-askorbik asit ile grafen oksit tabakalarının kimyasal indirgemesi yoluyla sentezlenmiştir. Çalışmada L-Askorbik asiti ile indirgenmiş grafen oksit sentezinin en iyi şartları bulunmaya çalışılmıştır. Gliserolün yapı üzerindeki etkisi ve kitosan-grafen nano kompozitlerin termal-mekanik ve elektriksel özellkileri değerlendirildi. Sonuçlar incelendiğinde indirgenmiş grafen oksit yapraklarının kitosan yüzeyi boyunca homojen olarak dağılmış aralarındaki etkileşim gözlemlenmiştir. Plastik olmayan kitosan nano kompozitlerinde oksidatif atmosferik koşullarında kristallik değerlerinde bir düşüş gözlenirken daha iyi bir termal stabilite gösterirken mekanik özelliklerinde iyileşme gözlemlenmiştir. Gliserol ve indirgenmiş grafen oksitin birlikte kullanımı mekanik özellikleri büyük ölçüde geliştirmiştir. İndirgenmiş grafen oksit miktarı artırıldıkça nano kompozitte elektriksel iletkenlik değeri artmıştır. Bu çalışma kitosan-indirgenmiş grafen oksitin nano kompozitinin performans özelliklerinin iyileştirilmesine yönelik yapılmıştır (Cobos *et al* 2018).

L-Askorbik asit ile yapılan başka bir çalışmada reaksiyon süresinin indirgeme işlemi üzerine etkisi belirlenmeye çalışılmış olup bir saatlik yapılan deneyde ilk 30 dakika içinde hızlı bir indirgeme gerçekleştiği bulunmuş olup reaksiyon süresi artıkça indirgeme hızının azalarak devam ettiği bulunmuştur (De Silva *et al* 2018).

Grafen katmanlarını tabaka tabaka ayırmak için çevre dostu kimyasal kullanılarak grafen oksit örnekleri oksalik asit ile reaksiyona sokulmuştur. Ardından 900 ºC'de N_2 ortamında iki saat bekletilmiştir. Reaksiyon sonunda, elde edilen üründe yapılan analizlerde, katman kalınlığı 10 bulunmuş olup, düşük oksijen seviyesinde örnekler elde edilmiştir (Kong *et al* 2018).

Grafenin gözenekli yapısı, sera gazı etkisine neden olan CO_2 ve SO_2 tutulması için umut verici olmuştur. Grafen oksit çözeltisi H_3PO_2 ve I_2 ile 120 ºC'de 8 saat reaksiyona sokulmuş, ardından dondurularak kurutulmuştur. Kurutulan örnekler 500 ve 900 ºC 'de 4 saat süre ile N_2 gazı akış ortamında bekletilmiştir. Son ürün, asidik gazların adsorpsiyonu için karakterize edilen ve sentezlenen indirgenmiş grafen oksit

aerojelleridir. Çalışmanın sonunda elde edilen ürünün adsorpsiyon kinetiği, makro gözenekli ticari indirgenmiş grafen oksit tozundan daha hızlı olduğunu bulmuşlardır (Yun *et al* 2016).

Grafen oksit ve indirgenmiş grafen oksit dispersiyonlarının, seçilen kalite kriterlerinin etkilerinin iyileştirmesi üzerinde durulmuştur. İncelenen kalite kriterleri, ortalama partikül boyutu ve standart sapması, polidispersite indeksi, zeta potansiyeli ve grafen oksit dispersiyonu iletkenliği seçilmiştir. Yöntem olarak TOPSIS tabanlı Taguchi uygulaması seçilmiş olup, grafen oksitin dispersiyon özelliklerinin iyileştirilmeye çalışılmıştır. GO kalite özellikleri açısından parçacık büyüklüğü, standart sapması, polidispersite indeksi, zeta potansiyeli ve iletkenlik sonuçlarındaki iyileşme oranları sırasıyla %264, %187,50, %583,30, %5,0 ve %50 olarak bulunmuştur. Grafen oksitteki gibi rGO dispersiyonları için hesaplanmıştır; ortalama parçacık büyüklüğü ve zeta potansiyelindeki iyileşme % 42,7 ve % 9,9 iken polidispersite indeksi zeta potansiyeli ve kötüleşme oranı iletkenlik, % -5,0 ve % -86,7 olarak bulunmuştur (Şimşek *et al* 2018).

Kararlı indirgenmiş grafen oksit-bakır oksit (rGO-Cu_2O) nanokompozitleri askorbik asit kullanılarak indirgenmiş grafen oksit üzerinde desteklenen bakır sülfatın indirgenmesiyle hazırlanmıştır. Polietilen glikol ve sodyum hidroksit indirgeme ajanı olarak oda sıcaklığında kullanılmıştır. Grafen oksit bakır oksit nano kompozitleri uzun süreli antibakteriyel uygulamalarda kullanılabilmektedir. rGO, Cu_2O için koruyucu bir bariyer oluşturmuştur. rGO'büyük yüzey alanı Cu_2O nun dağılabilirliğini artırdı buda aralarında elektrostatik etkileşim sağladı. Bu düzgün dağılım rGO-Cu_2O arasında mükemmel antibakteriyel özellikle sonuçlandı. Escherichia coli ve Staphylococcus aureus'a karşı rGO-Cu2O nanokompozitlerinin aktiviteleri % 70 ve % 65 civarında durdurmuştur (Yang *et al* 2019).

İncelenen başka bir çalışmada atık polietilen tereftalattan, alkoliz tarafından elde edilen dioktil tereftalatın elde edilmiştir. Bu çalışmada, doğrudan inşaat malzemelerinde kullanılmak yerine, alkoliz ürün, beton harçta kullanılan polietilen tereftalattan, dioktil

tereftalat elde edilmiştir. Beton yüzeyinin elektriksel, mekanik ve benzer özellikteki bazı özelliklerinden dioktil tereftalatın etkisi analiz edilmiş ve bu özellikler için polietilen tereftalat ile karşılaştırılmıştır. Dioktil terefitalat ve polietilen tereftalatın optimum koşullarda yapılan deneylere ait analiz sonuçlarındaki iyileşme oranları referans betona göre kıyaslanmıştır. Dioktil terefitalat için 29,90 kat daha fazla elektrik direncine sahip iken, 30,3 kat daha düşük ısı iletkenliğine sahip olduğu bulunmuştur. Polietilen terafitalat için ise 657,7 kat daha fazla elektrik direncine sahip olduğu bulunmuştur. Bu sonuçlar, paslanmaya karşı dirençli beton üretmek için, polietilen tereftalatın dioktil tereftalatın tercih edilmesi gerektiğini göstermektedir (Şimşek *et al* 2018).

Mineral katkıların elektriksel özdirence etkisinin incelendiği çalışmada, silis içeriği fazla olan mineral katkıların kullanımının elektriksel özdirenç değerini düşürücü etki yapar iken, kalsiyum oksit içeriği yüksek olan mineral katkıların kullanımı ile harçların özdirenç değerinin önemli derecede arttırıcı etki yaptığını bulmuşlardır (Uygunoğlu vd. 2018).

Polimerik atıklar içeren betonun ultrasonik hızı ve elastisite modülü özelliklerinin çok değişkenli regresyon çözümlemesi ile çözümlendiği çalışmada, her biri üç seviyeye sahip yedi polimer seçilerek (L_{27}) ortogonal dizini oluşturuldu. Polimerik atıklar içeren betonun en uygun karışım oranları doğrusal regresyon modelleri tabanlı çok yanıtlı doğrusal proglama metoduyla belirlendi. Optimum karışım oranları ile gerçekleştirilen doğrulama deneyi, çok yanıtlı doğrusal proglama yönteminin betonun içeriklerini etkili biçimde belirlenmesinde kullanılabileceğini göstermektedir (Şimşek ve Uygunoğlu 2017).

Beton karışımında polimerik malzemelerin kullanıldığı çalışmalarda, betonun ısı yalıtımını arttığı, fakat aynı zamanda betonun basınç dayanımında bir azalmaya neden olmaktadır. İstenilen ısı yalıtımı ve basınç dayanımına, çok yanıtlı optimizasyon yöntemleri ile sağlanabilir. Bu amaçla, TOPSIS tabanlı Taguchi Methodu, yüksek yoğunluklu polietilen, düşük orandaki, polietilen, polipropilen, termoplastik elastomer,

dimetil tereftalat, polietilen tereftalat, polietilen naftalat gibi polimerler içeren betonun optimal karışım oranlarını belirlemek için kullanılmıştır. Elde edilen sonuçlar, referans betona göre % 57,8 daha düşük bir termal iletkenliğe sahip olan polimer harmanlı beton, 28 günlük % 40,2 basınç mukavemeti kaybıyla elde edilmiştir. Bu çalışma, çevresel bir problem yaratan polimerik malzemelerin ortadan kaldırılmasını ve proses içinde kullanılarak, üreticiye maddi tasarruf sağlar (Şimşek and Uygunoğlu 2016).

Depreme dayanıklı, enerji sınıfı, hafif beton üretimi için yapılan bir çalışmada agrega malzemesi olarak kullanılan kil malzemesinin, tane çapı ve boyutunun artmasına karşın, numunelerin ısıl iletkenlik ve yoğunluk değerlerinde bir düşüş, özgül ısı değerlerinin ise arttış olduğu tespit edilmiştir (Devecioğlu 2012).

Kimyasal olarak işlenmiş grafen oksit (GOM); polieter aminin, grafen oksit (GO) ile kimyasal reaksiyonu ile sentezlendi. Polieter amin ile artan molekül ağırlığı GOM'nin çimentodan daha etkili olduğunu göstermektedir. Artan GOM miktarı, çimentonun çökme akışını artırmıştır. GOM adsorpsiyon tabakalarındaki elektrostatik iticigücü ve polieteraminin sterik engellenmesi, çimentonun reolojik özelliklerini iyileştirmiştir. Ayrıca, GOM, çimento matrisinin sertleştirme etkisini arttırmıştır (Wang *et al* 2017).

Grafen oksittin nano tabakalarının çimento ile sistematik etkileşiminin incelendiği çalışmada, grafen oksitin, su ile dispersiyon edilerek hazırlanmıştır. Çimentonun ağırlıkça % 0,03 oranında grafen oksit kullanıldığında, eğilme dayanımı için en iyi sonuç % 56,62 iyileşme bulunurken, basınç dayanımı için en iyi sonuç % 25,18 iyileşme ile % 0,04 oranında grafen oksit ilavesi olarak bulunmuştur (Wang *et al* 2016).

Grafen oksit (GO), silika dumanı (SF) ve grafen oksit kapsüllü silis dumanının (GOSF) çimento harçının reolojik özellikleri incelenmiştir. Çimento içine GO eklenmesi akışkanlıkta gözle görülür bir şekilde azaldığını, reolojik özelliklerde ise iyileşmeye neden olduğunu gözlemlediler. Bununla birlikte, GOSF katkılı çimento harçının aynı dozajda daha iyi akışkanlık ve daha düşük reolojik parametreler verdiğini buldular, elde ettikleri sonuç GO ilavesinin reolojik parametreleri düşürdüğünü gösterdi. GO'nun

yüzey aktivitesi ve SF'nin şekil etkisi, bu iki malzemenin çimento harçı üzerinde farklı özellikler sergilemelerine sebep olmuştur (Shang *et al* 2015).

Grafen oksit katkılı çimento harçları üzerinde basınç, eğilme ve gerilme mukavemetlerinin incelendiği çalışmada % 0,05 ile % 0,01 GO ilavesiyle mekanik dayanımlarda % 20 ile % 32 arasında bir iyileşme gözlemlemişlerdir. Ayrıca eğilme ve gerilme dayanımı ile de basınç dayanımında bulunan % 20 varan iyileşmeyi doğrulamışlardır (Kang *et al* 2017).

Uçucu külün, grafen oksit katkılı çimento üzerinde reolojik özellikleri üzerine yapılan çalışmada, uçucu külün, GO neden olduğu akışkanlığın azalmasını dengeleyebileceği gösterilmiştir. % 0,01 oranında GO karşılık % 20 oranında uçucu kül kullanıldığında akma gerilmesinin % 85,81 azaldığını ve plastik viskozite değerinin % 29,53 oranında azaldığını bulmuşlardır. Uçucu külün daha az su ihtiyacı GO-çimento sistemlerinin akışkanlığını iyileştirmede önemli bir rol oynayabilir. Ayrıca, Uçucu kül-Çimento sistemlerindeki erken dayanım, grafen oksitten kullanımından kaynaklanan olumsuz etkiyi dengeleyebilir. Araştırmacılar yüksek mukavemet, yüzey alanı ve oksijen içeren fonksiyonel gruplara sahip olan GO'nun, çimento esaslı kompozit materyalleri önemli ölçüde güçlendirdiğini ve sertleştirdiğini buldu. Bununla birlikte, GO'nun geniş yüzey alanı nedeniyle, çimento macununun ve betonun viskozitesini önemli ölçüde artırabildiğini ve uygulamasını sınırlandırarak işlenebilirlik performansını büyük ölçüde azaltabilceğini gözlemlediler (Wang *et al* 2017).

İncelenen çalışmada, Karbon fiberin (CF) yüzey özelliklerini modifiye etmek için grafen oksit (GO) ve elektroforetik depolama yöntemi ile üretilmiş grafen oksit / karbon fiber (GO / CF) hibrit lifler kullanılmıştır. CF takviyeli çimento macunu, GO / CF takviyeli çimento macunun eğilme dayanımını % 14,58 oranında artmıştır. Eğer GO solüsyonda önceden dağıtılabilirse, GO / CF hibrid fiberleri çimento tozları ile karıştırıldığında bu oran % 10,53 daha da geliştirilebilir. GO'nun her ikisini de dağıtıcı ve yüzey değiştirici olarak kullanmak CF'nin çimento içinde dağılmasını ve çimento hidratlarla bağlanmasını kuvvetlendirmiştir. Bu da çimento hamurunun mekanik

özelliklerinde önemli derecede iyileştirdi. Araştırma sonuçları, GO'nun, CF ve çimento matrisi arasındaki dağılımını ve arayüzey etkileşimini geliştirmek için CF'ye dağıtıcı ve yüzey değiştirici olarak kullanması için önemli bir gelişme sağlamıştır (Lu *et al* 2018).

Grafen oksit (GO) sudaki dağılabilirliliğinden ve mükemmel mekanik özelliklerinden dolayı çok dikkat çekmiştir. İncelenen çalışmada, çok katmanlı GO'nun ve karbon fiberin (CF) mekanik davranışları, mukayese amacıyla çimento kompozitleri ile deneysel olarak incelenmiştir. Kompozitlerde basınç dayanımı ve eğilme çekme mukavemeti deneyleri gerçekleştirilmiştir. Sonuçlar, % 0,06 GO ve % 1 CF ile oluşturulan çimento kompozitinin basınç dayanımı % 23,89 artarken, eğilme dayanımı % 138,44 oranında artmıştır. Deneysel seçilen şartlara göre artan GO ve CF ile miktarlarının, çimento kompozitleri üzerindeki basınç ve eğilme dayanımlarını artırdığı bulunmuştur (Chen *et al* 2018).

Alkali alüminosilikat hidrolik çimentosu ve Portland çimentosu ile hazırlanan beton malzemeler, dayanıklılık özelliklerinin iki önemli yönü üzerinde deneysel bir araştırma yürütülmüştür. Değerlendirilen dayanıklılık özellikleri, betonun asit direnciyle ve gömülü inşaat çeliğinin ıslak-kuru çevrimler altında korozyona karşı korunma yeteneği ile ilgilidir. Asit direnci, asit atağı, görsel gözlemler ve taramalı elektron mikroskobu (SEM) altında zaman içinde kütle ve kuvvet değişiminin izlenmesi ile değerlendirildi. Korozyon direnci, korozyon potansiyelinin, görsel gözlemlerin ve taramalı elektron mikroskobunun ölçümü ile değerlendirildi. Alkali alüminosilikat çimentosu ile hazırlanan betonun asit direnci ve korozyon koruma potansiyeli, portland çimentosu betonuna göre daha üstün bulunmuştur (Matalkah *et al* 2018).

Biyojenik sülfürik asit saldırısının etkilerinin incelediği çalışamada, deniz kumu ve deniz suyu kullanılarak Portland çimentosu ve sulfoaluminat çimentosu kullanılarak beton örnekleri hazırlanmıştır. Biyojenik sülfürik asit korozyon direnci her iki beton örneğinin yüzey ve lokalize morfolojisi, kütle kaybı ve basınç dayanımı analiz edilerek incelenmiştir. Elde edilen sonuçlar, biyojenik sülfürik aside maruz kalmanın ardından sulfoaluminat çimentonun, Portland çimentosuna göre, korozyon karşı daha dirençli,

kütle ve basınç dayanımlarında daha üstün özellik sergilediğini bulmuşlardır (Yang *et al* 2018).

Oda sıcaklığının kürlenmiş jeo-polimer harçların(GMP), aynı oranlardaki Portland çimento harçlarına (PCM) göre, sodyum ve magnezyum sülfat çözeltileri ile sülfürik ve hidroklorik asit çözeltileri arasında kimyasal saldırılara karşı direnci değerlendirildi. Her iki mukavemet derecesine sahip GPM'ler, PCM'lere kıyasla sülfat atağına karşı üstün performans gösterdi. PCM'lerin ciddi şekilde deformasyona uğramasına karşın, GPM'lerde görsel bozulma gözlenmedi. Her iki asitte de GPM'lerin matriks bozulmasının ele alınarak değerlendirildiğinde, sülfürik asit için, hidroklorik asite göre daha yüksek bir etki derecesine sahip olduğu tespit etmişlerdir (Kwasny *et al* 2018).

İncelenen bu çalışmada indirgenmiş grafen oksitin (rGO) ve karbon nano tüpün(CNT) mükemmel mekanik özelliklere sahip olması sebebiyle kalsiyum fosfat çimentosunun (CPC) mekanik özelliklerinin iyileştirilmesi, uygulama alanlarının geliştirilmesi amaçlanmıştır. Yapılan deneylerde optimum koşullar ağırlıkça % 0,2 rGO ve % 0,6 CNT kullanılarak yapılan deneyde CPC kompozitlerinin eğilme ve basınç dayanımları sırasyla % 67,1 ve % 76,4 iyileşme kaydedilmiştir. Elde edilen sonuçlar CPC kompozitinin yük taşıyıcı olarak kullanılma potansiyeli olduğunu ortaya koymuştur (Wang *et al* 2018).

Grafit parçacıkları içeren çimento örneğinde elektromanyetik özellikler sergilemesi grafitin elektrik geçirgenliğinden ötürüdür. İncelenen çalışmada grafitin silika dumanı içeren çimentoya eklenmesi, geçirgenliği % 49 azaltmış ve özdirence etkisi ihmal edilebilir düzeyde olmuştur (Haddad *et al* 2018). Grafit nano parçacık süspansiyonu ile çevreci çimento kompozit kavramı üzerinde durulan çalışmada, grafit katkılı çimentonun fiziksel özelliklerinin tanıtılması amaçlanmıştır. Elde edilen sonuçlara göre grafit nano parçacık katkılı çimento harçının hızlı bir şekilde sertleştiği ve erken dayanımlarında iyileşme kaydetmiştir (Kırgız 2018).

1.5 Çalışmanın Motivasyonu

2010 Nobel fizik ödülü, grafen üzerine yapmış olduğu çalışmaları dolayısıyla Andre Geim ve Konstantin Novoselov'a verilmiştir. Eşi benzeri olmayan iki boyutlu malzeme olan grafen, farklı boyutlara sahip elementel karbon atomlarının allotroplarının (grafit, karbon nano tüp, fulleren ve elmas), tek tabaka halinde iki boyutlu olarak düzenlenmiş halidir. Grafenin sahip olduğu sıra dışı özellikleri bilim insanlarının ilgisini çekmiştir. (Lee *et al* 2013). Son zamanlarda, güneş hücreleri, enerji depolama aygıtları, sensörler, foto detektörler, polimer kompozitler ve nano kompozitler gibi birçok alanda grafen uygulamaları üzerine çok sayıda çalışmaya rastlamak mümkündür. Grafen ve grafen tabanlı malzemelerin endüstriyel anlamda şu aşamada üretimi yoktur ancak Lee ve arkadaşlarının (2 kg/gün kapasiteli) prosesi olduğu bilinmektedir (Topaç 2014).

Son yıllarda nanoteknolojide meydana gelen ilerlemeler sayesinde nano malzemeler yapı malzemeleri için cazip hale gelmişitir. Nano boyutlu malzemelerin betonda kullanımı ile betonun özelliklerinde meydana gelen iyileşmelerle, bu malzemelerin beton ile kullanımın cazip hale getirmektedir. Ancak kullanılacak olan nano malzemenin maliyetinin düşük olması, toksik olmaması, endüstriyel olarak üretilebilir olması gerekmektedir. Bu tez çalışmasında sentezlenen grafen oksit ve indirgenmiş grafen oksitin beton içerisinde kullanımının uygun olduğunu düşünmekteyiz. Ancak Hummers Yönteminde sentezlenen grafen oksitte çıkan NO_X gibi toksik gazların yöntemde iyileşmeler yapılarak minimize edilebilceği kanatindeyiz. Sentezlenen indirgenmiş grafen oksit kimyasal indirgeme yöntemi ile $NaBH_4$ ile indirgendiği için beton içerisinde kullanımını engel olabilecek bir unsur yoktur. Kimyasal indirgeme işleminde farklı daha ucuz çevreci kimyasallar bulunup maliyetlerde düşürmek mümkün olabilir. Grafen oksit ve indirgenmiş grafen oksitin beton içerisinde kullanımı çok güncel bir konu olup, son yıllarda bu alanda birçok çalışmaya rastlamak mümkündür.

1.5.1 Tezin amacı ve içeriği

Tez konusu ile ilgili yapılan çalışmalar incelendiğinde, istatistiksel deneysel tasarım yöntemine göre bir metot kullanılmamıştır. Nano üretim süreçlerinde daha iyi bir anlayışa sahip olmak için istatistiksel deney tasarımı yöntemi (DoE) kullanılabilir. DoE yöntemleri, cevaplar üzerinde etkili olan faktörlerin analizinde, etki değerlerini optimize eden faktör seviyelerinin tanımlanmasında ve optimizasyonda çok etkilidir. DoE yöntemlerini kullanarak, kontrol edilemeyen girdilerin etkilerini en aza indiren yöntemde grafen oksit özellikleri üzerinde etkili olan faktörlerin analizi yapılabilir. Taguchi deneysel tasarımı, tam faktörler gibi diğer DoE yöntemlerinden daha kolay uygulanabilen ve daha uygun maliyetli bir tür fraksiyonel faktöriyel tasarımdır. Optimal karışım oranlarının belirlenmesi istenilen özelliklere sahip ürünü elde etmek için çok önemlidir.

Bu tez çalışması dört aşamadan oluşmaktadır. Birinci aşamasında pul grafitten Hummers Yöntemi ile grafen oksit sentezine, ikinci aşamasında ise sentezlenen grafen oksit örneğinde kimyasal indirgeme metodu ile indirgenmiş grafen oksit sentezine, üçüncü aşamasında sentezlenen optimum grafen oksit örneğinin beton harçı üzerindeki etkilerinin incelenmesi ve son aşamada ise optimum indirgenmiş grafen oksit ile grafit ve karbon fiber kullanarak beton harçı üzerindeki etkileri incelenmiştir. Çalışmalara ait her aşamada ortogonal deney tasarım modelleri oluşturulmuş ve deney sonuçları Taguchi Metoduna göre hesaplanmıştır. Yanıtlar TOPSIS Yöntemi ile tek yanıt haline getirilmiş olup minitab paket progında Taguchi metoduna göre en büyük en iyi olacak şekilde, optimum parametreler ve seviyeleri bulunmuştur. Gerçekleştirilen optimum parametrelere ait seviyelerde yapılan denemelerde, referans deneylere göre, yanıtlar üzerinde iyileşmeler analiz edilmiştir.

Çalışmalara ait her aşamada; TOPSIS tabanlı Taguchi yaklaşımı ile kullanarak, parametrelere ait en uygun seviyelerin belirlenmesi amaçlanmıştır. Bu amaçla birinci ve ikinci aşama deneyleri içeren grafen oksit sentezi ve indirgenmiş grafen oksit sentezi deneyleri için ilk olarak RAMAN analizleri pik sonuçlarını içeren D/G, I2D, D+D’ ,

XRD analiz sonuçlarından elde edilen kristal boyutu, AFM analiz sonuçlarından ise yüzey pürüzlülüğü, SEM+EDX sonuçlarından elde edilen karbonun oksijene oranı değerleri, karakteristiklerini etkileyen parametrelere ait en uygun seviyeler belirlenmiştir. Parametrelere ait en uygun seviyelerde yapılan deneylerde, deney tasarım modelindeki en düşük seviyeli deney referans alınarak, kalite kriterlerine ait iyileşme oranları bulunmuştur. Ayrıca edilen sonuçlardan faydalanılarak büyük ölçekte grafen oksit ve indirgenmiş grafen oksit sentezlenmiş, sentezlenen ürünler çalışmanın üçüncü ve dördüncü aşamasına ait deney tasarımında uygun parametre ve seviyelerde kullanılmıştır. Çalışmanın üçüncü ve dördüncü aşamasını içeren, grafen oksit katkılı beton harçı deneyleri ve karbon kaynak katkılı beton harçı deneyleri için, termal ısı aktarım katsayısı ($W/(m^2.K)$) 3, 7, 28, 56 günlük değerler, ısı kapasitesi ($MJ/(m^3.K)$) 3, 7, 28 ve 56 günlük değerler, su emme değeri (%) 28 günlük, ultrasonik ses hızı(km/s) değeri 28 günlük, basınç dayanımı (N/mm^2) 28 günlük değeri, elektrik direnci (kΩ.m) 28 günlük değerleri, sülfürik asitte (pH = 1,5) kütle kaybı değerleri (%), beton kalite karakteristiklerini etkileyen parametrelere ait en uygun seviyeler belirlenmiştir. Parametrelere ait en uygun seviyelerde yapılan deneylerdeki, grafen oksit katkısı ve karbon katkısı ilave edilmeden yapılan referans deneylerine ait, kalite kriterleri açısından iyileşme oranları bulunmuştur.

Bu tez konusundaki çalışmaların, literatürdeki çalışmalardan farkı, grafen oksit ve indirgenmiş grafen oksitin belirlenen kalite kriterleri değerleri en iyi olacak şekilde sentezlenmeye çalışılmıştır. Sentezlenen malzemeler beton harçı tasarımlarında kalite kriterleri değerleri TOPSIS tabanlı Taguchi Yöntemi ile Minitab programı kullanılarak analiz edilmiş ve beton üzerindeki iyileşmeler belirlenmiştir.

2. MATERYAL ve METOD

2.1 Malzemeler

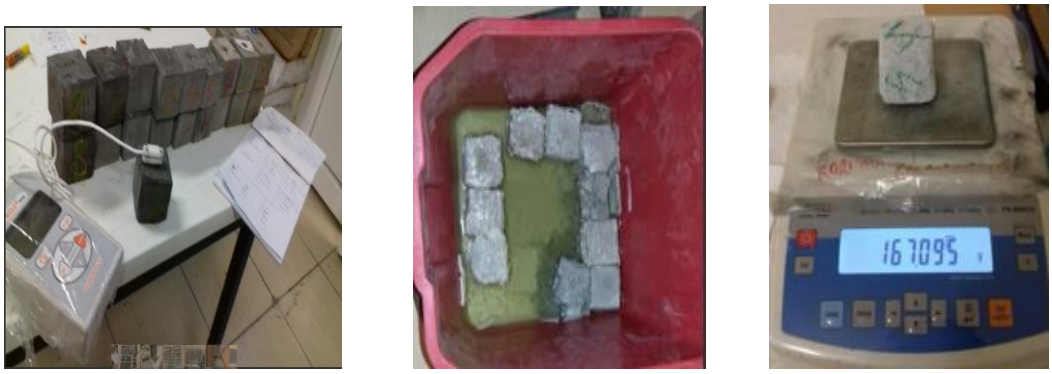
Bu tez çalışmasında deney sisteminlerinde, karıştırma işlemleri için MTOPS (MS3040D) mekanik karıştırıcı, IKA (C-MAG HS10) manyetik karıştırıcı, dağıtma işlemleri için DAİHAN (WUC-D10H) ultrasonik banyo, reaksiyon sıcaklığını kontrol etmek için POLYSCİENCE 15-R sirkülatörlü su banyosu, ayırma ve yıkama işlemleri için SİGMA (3-30ks) santrifüj, kurutma işlemi için, vakumlu etüv DAİHAN (WOV-70) ve atmosferik etüv JSR (Jsof-250)kullanılmıştır.

Çalışmanın birinci ve ikinci aşamasını oluşturan deneylerde, sentezlenen malzemelerin analizleri, fonksiyonel grupların tayini için FTIR analizi Çankırı Karatekin Üniversitesi Mühendislik Fakültesi Kimya Mühendisliği Laboratuvarında gerçekleştirilmiştir. Raman Spektroskopisi ve AFM analizleri Nanografi Nanoteknoloji firmasında yapılmıştır. SEM-EDX ve XRD analizleri Bayburt Üniversitesi Merkezi Araştırma ve Uygulama Merkezi bünyesindeki cihazlar ile yapılmıştır.

Çalışmanın üçüncü ve dördüncü kısmını oluşturan beton harçı deneylerinde tartım işlemleri için, Dikomsan JS-30BH 30KG kapasiteli ve hassas tartımlar için 600 g kapasiteli Radwag ps-600/c/2 terazisi kullanılmıştır. Çimento harçını karıştırmak için UTEST 5 kg kapasiteli çimento mikseri kullanılmıştır. Çalışmanın üçüncü ve dördüncü aşamasını oluşturan tüm örnekler (50x50x50) mm kalıplara dökülmüş olup, analizler bu örnekler üzerinden yapılmıştır. Deneylerde, Termal İletkenlik ($W/(m^2.K)$) ve ısı kapasitesi ($Mj/(m^3.K)$) değerlerini ölçmek için, KD2 PRO markalı termal özellik analiz cihazı kullanılmış olup, ölçümler SH-1 sensörü yardımıyla, ASTM D5334-14 standardına göre gerçekleştirilmiştir. Basınç dayanımını ölçmek için UTEST marka dijital nokta yükleme test cihazı kullanılmıştır. Asitte kütle kaybı deneyi örnekleri TS EN12390-3 standardına göre, pH=1,5 civarında kontol altında tutulan, sülfürik asit ile ayarlanmış çözeltisine örnekler bırakılmıştır. 28 gün sonunda örneklerdeki kütle kaybı hesaplanmıştır. Su emme, ultrasonik ses hızı ve elektrik direnci ölçümleri Afyon

Kocatepe Üniversitesi Mühendislik Fakültesi İnşaat Mühendisliği Bölümünde yapılmıştır. Su emme, ultrasonik ses hızı ve elektrik direnci ölçümleri Afyon Kocatepe Üniversitesi Mühendislik Fakültesi İnşaat Mühendisliği Bölümünde yapılmıştır. Su emme ölçümleri TS EN 12390-7, elektrik direnci ölçümleri ASTM C 1760 standardına göre U TEST R CON2 marka cihaz ile ve ultrasonik ses hızı ölçümleri TS EN 14579 standardına göre Ele marka ultrasonik test cihazı ile yapılmıştır

Bu tez çalışmasında yapılan tüm işlemlerde su ihtiyacı Merck Milipore Essential 10 marka cihazdan sağlanmış olup tip 2 standartlarına uygun olarak üretilmiştir.



1 **2** **3**

Şekil 2.1 Beton harçı deneylerine ait görüntüler (1-KD2 Pro Cihazı ile ölçümler,2-3-asitte kütle kaybı deneyleri görüntüleri)

Grafitten, iyileştirilmiş Hummers Yöntemi ile grafen oksit sentezi ve grafen oksitten kimyasal indirgeme metodu ile indirgenmiş grafen sentezi için, doğal grafit (50 μm), $NaNO_3$, H_2SO_4, $KMnO_4$, hidrojen peroksit, HCl, $NaBH_4$ gibi ekstra saflıkta, ithal kimyasal maddelerin kullanımı tercih edilmiştir.

Grafen oksit katkılı beton (GO-Beton) harçı deneylerinde ve karbon kaynak katkılı beton harçı (KK-Beton) deneylerinde kullanılan çimento, Bolu Çimento San. T.A.Ş. tarafından üretilen CEM I 32,5 R çimentosu kullanılmıştır. Çizelge 2.1'de çimentonun kimyasal bileşimine yönelik analiz verilmiştir.

Çizelge 2.1 Deneylerde kullanılan çimentonun kimyasal bileşimi

Materyal	Kimyasal Analiz	% CEM I 32.5 R
Çimento (CEM1 32,5 R)	CaO	66,25
	SiO_2	21,79
	AI_2O_3	5,98
	Fe_2O_3	2,51
	SO_3	1,54
	MgO	1,15
	K_2O	0,61
	Na_2O	0,15
	CI	0,0071
	Kızdırma Kaybı	3,71

Kimyasal katkı olarak polikarboksilik eter bazlı süper akışkanlaştırıcı kullanılmıştır. Çizelge 2.2'de kullanılan akışkanlaştırıcının kimyasal bileşimine yönelik analiz verilmiştir.

Çizelge 2.2 GO-Beton ve K.K-Beton deneylerinde kullanılan 20°C'deki süperplastikleştiricilerin özellikleri

Materyal	Fiziksel Özellikler	Değer
Polikarboksilik Eter Esaslı Polimer	Renk	Açık Kahverengi
	Özgül Ağırlık (kg/L)	1,045-1,085
	Klorür İçeriği (%)	<0,1
	Alkalin İçeriği(%)	<3
	Hal	Sıvı
	Simge	PCE1

Çizelge 2.3. GO-Beton deneylerinde kullanılan uçucu külün kimyasal bileşimi

Materyal	Kimyasal Analiz	Uçucu Kül %
Uçucu Kül	CaO	4,76
	SiO_2	56,21
	AI_2O_3	23,1
	Fe_2O_3	6,51
	SO_3	0,73
	MgO	2,11
	K_2O	2,53
	Na_2O	0,27
	CI	0,0018
	Kızdırma Kaybı	2,24

Denemelerde, Zonguldak'ın Çatalağzı (Işıkveren) ilçesinde kurulan termik santralinden temin edilen, F sınıfı uçucu külü kullanılmıştır. Çizelge 2.3'de uçucu külün kimyasal bileşimine yönelik analiz verilmiştir.

Karbon kaynak katkılı beton harçı deney tasarımında kullanılan karbon fiber Dost Kimya'dan temin edilmiş olup, karbon fibere ait fiziksel özellikleri Çizelge 2.4.'de verilmiştir.

Çizelge 2.4 K.K -Beton deneylerinde kullanılan karbon fiberin fiziksel özellikleri

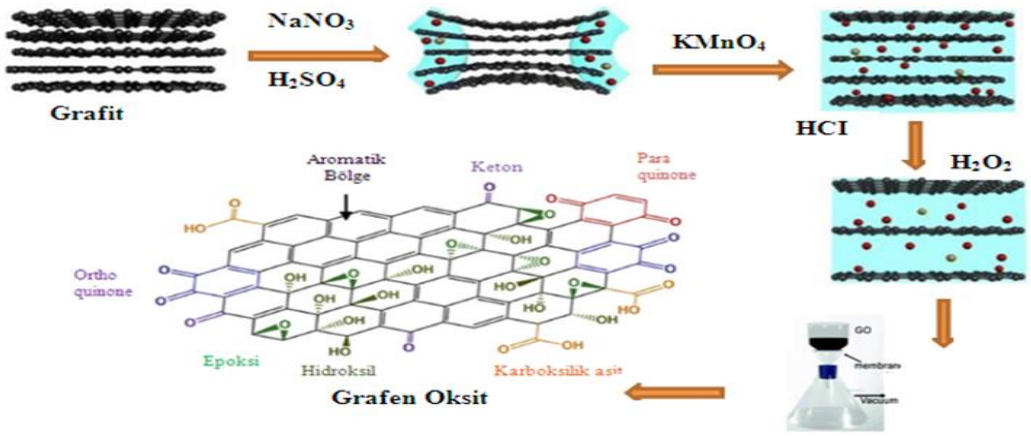
Materyal	Fiziksel Özellikler	Değer	Birim
Karbon Fiber	Çekme Dayanımı	3700	MPa
	Elastisite modülü	220	GPa
	Yoğunluk	1,80	(g/cm^3)
	Karbon İçeriği	95	%
	Fiber çapı	7,2	µm
	Fiber uzunluğu	6	mm

2.2 Deneysel Metot

Bu tez çalışması 4 farklı deneysel tasarım üzerinde yoğunlaşmaktadır. Birinci tasarım olarak grafitten Hummers Yöntemi ile grafen oksit sentezine yoğunlaşılmış olup, ikinci tasarımda ise optimum koşullarda sentezlenen grafen oksitten, kimyasal indirgeme metodu ile indirgenmiş grafen oksit sentezi üzerinde çalışılmıştır. Üçüncü tasarımda ise yöntemde ufak değişiklikler yapılarak grafen oksit-beton harçı deneylerinde kullanılmak üzere Hummers Yöntemi ile yüksek miktarda grafen oksit sentezi üzerinde durulmuş ve grafen oksit-beton harçı tasarımına ait deneyler gerçekleştirilmiştir. Son olarak dördüncü tasarımda ise grafen oksit-beton harçı deneyleri için sentezlenen büyük ölçekli grafen oksit kullanılarak, kimyasal indirgeme metodu ile büyük ölçekli indirgenmiş grafen oksit sentezi üzerinde çalışılmış ve burada üretilen indirgenmiş grafen oksit, karbon kaynaklı beton harçı deney tasarımında kullanılmıştır. Bu kısımda deneylerin yapılışının anlatımına ağırlıklı olarak değinilmiştir. Deney tasarımlarına ait parametreler, seviyeleri ve ayrıca istatiksel metodoloji hakkında detaylı bilgi Bölüm 2.3'de deneysel yöntem kısmında verilecektir.

2.2.1 Grafitten Hummers Yöntemi ile GO sentezi

Grafitten Hummers Yöntemi ile Grafen Oksit (GO) sentezi için $L_8(2^7)$ deney tasrım modeli seçilmiştir. Grafen oksit sentezi için grafit, sodyum nitrat ve sülfürik asit 1000ml'lik reaktöre eklenerek soğutma suyu yardımıyla 5^oC'de tutularak sürekli karıştırma altında 2 saat süre ile bekletilmiştir. Daha sonra, potasyum permanganat, kuvvetli oksidasyonu sürdürmek için reaktöre yavaşça eklenmiştir. Karışım 5^oC'de 2 saat manyetik karıştırıcıyla karıştırıldıktan sonra reaksiyon sıcaklığı giderek arttırılarak 35^oC'ye (ilk sıcaklık seviyesi) getirilmiştir. Karışım bu sıcaklıkta 30 dakika (ikinci karıştırma süresi) karıştırılmıştır. 150 mL'de saf su süspansiyona eklenmiş ve reaksiyon sıcaklığı 98^oC'ye hidratasyon ısısı nedeniyle yükselmiştir. Reaksiyon sıcaklığı 98^oC'de (ikinci sıcaklık seviyesi) 30 dk manyetik karıştırıcı ile karıştırılmıştır. Oksidasyon prosesi 200 mL saf su ve 10 mL hidrojen peroksit eklenerek sonlandırılmıştır.



Şekil 2.2 GO sentezinin şematik gösterimi (Lin *et al* 2015)

Sarımsı kahverengi renkli ürün, metal iyonlarını uzaklaştırmak için hacimce % 5-10'luk 100 mL hidroklorik asit çözeltisi ilave edilmiş. Ardından 100 mL saf su ile yıkama yapılarak deney tasarımdaki plana göre vakum filtrasyon ve santrifüj yardımıyla ayrılmıştır. Yıkama işlemi yapılmış GO karışımı, son olarak, 50^oC'deki etüvde kurutulmuştur.



Şekil 2.3 Grafitten Hummers Yöntemi ile sentezlenen GO sentezine ait deney sistemi

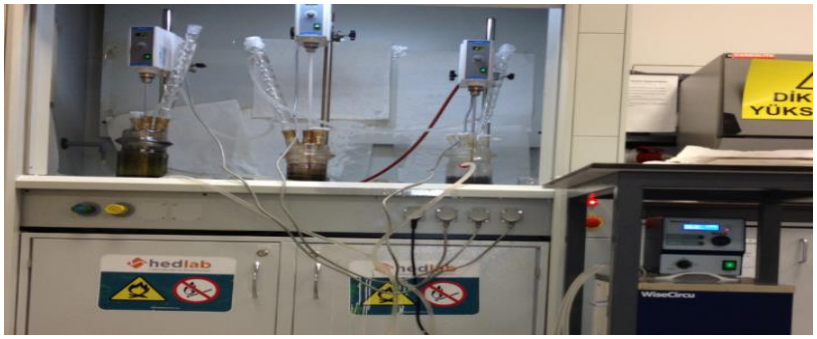
2.2.2 GO'den kimyasal indirgeme metodu ile rGO sentezi

Bir önceki bölümde optimum koşullarda sentezlenen GO kullanılarak, kimyasal indirgeme metodu ile $NaBH_4$ kullanılarak $L_8(2^7)$ tasarımına göre indirgenmiş grafen oksit (rGO) sentezlenmeye çalışılmıştır. GO örneğinden belirlenen miktarlarda alınıp, 60^oC' de 600 mL su içersinde belirlenen sürelerde ultrasonik etkiye tabi tutulmuştur. Daha sonra karışım reaktöre alınmış üzerine $NaBH_4$ ilave edilerek deney tasarımındaki plana göre 80^oC' de atmosferik reaktörde ve 120^oC' de basınçlı reaktörde tasarımdaki sürelere göre deneyler gerçekleştirilmiştir. Reaksiyon sonunda elde edilen ürün santrifüj kullanılarak sırasıyla saf su, aseton, etilalkol ile yıkanarak safsızlıklar giderilmiştir. Bu işlemden sonra ürün 50^oC' de tasarımdaki koşullara göre uygun şekilde kurutulmuştur.

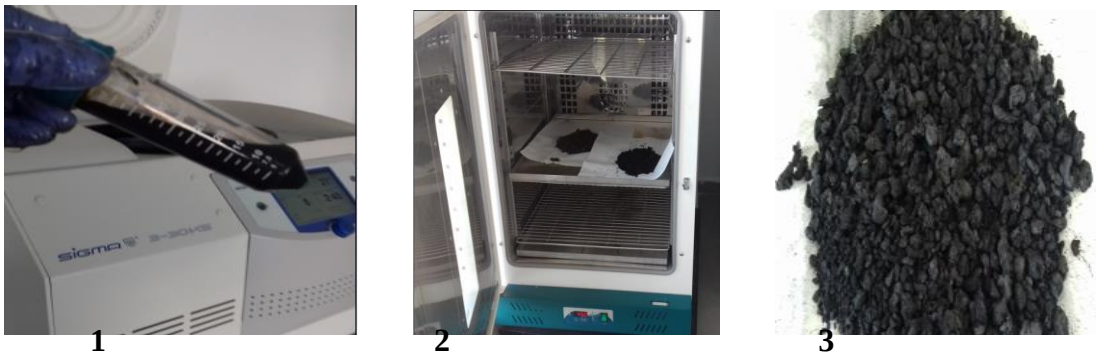
2.2.3 GO-Beton deneyleri için Hummers Yöntemi ile YGO sentezi

Grafen oksit-Beton harçı deneylerinde kullanılmak üzere sentezlenen yüksek miktarda grafen oksit (YGO), sentetik toz halindeki grafit kullanılarak Hummers Yöntemiyle sentezlenmiştir. YGO sentezi için 3 adet seri reaktöre 25'er g grafit, 12,5'er g sodyum nitrat ve 250'şer mL sülfürik asit 1000'er mL'lik çift cidarlı cam reaktöre eklenerek soğutmalı su sirkülatörü yardımıyla 5^oC'de tutulmuştur. Mekanik karıştırıcılar ile 6 saat boyunca 200 (dev/dk.) karıştırılmıştır. Daha sonra, 50'şer g potasyum permanganat, kuvvetli oksidasyonu sürdürmek için reaktöre yavaşça eklenmiştir. Karışım 5^oC'de 6 saat karıştırıldıktan sonra karışımın viskozitesinin arttığı gözlenmiş olup karışımın daha iyi karışabilmesi için üzerine 100 mL saf su yavaş yavaş eklenmiştir. Karışım 12 saat daha karıştıktan sonra reaksiyon sıcaklığı yavaş yavaş arttırılarak 35^oC'ye (ilk sıcaklık

seviyesi) 1 saatte getirilmiştir. Karışıma bu sıcaklıkta 200 mL saf su eklenip, reaksiyon sıcaklığı 95^{o}C'ye hidratasyon ısısı nedeniyle yükselmiştir. Reaksiyon sıcaklığı 95^{o}C'de (ikinci sıcaklık seviyesi) 3 saat karıştırmaya devam edilmiştir. Daha sonra çözelti kendi halinde oda sıcaklığında soğutmaya bırakılmış, karıştırmaya devam edilmiştir. Oda sıcaklığına ulaşan çözeltilere 80 mL de saf su ve 20 mL hidrojen peroksit karışımı eklenerek 1 saat daha karıştırılmıştır. Metal iyonlarını uzaklaştırmak için 80 mL saf su ve 20 mL hidroklorik asit ilave edilip 1 saat daha karıştırılmıştır. Karışım pH = 2-3 aralığında oluncaya kadar santrifüj ile saf su ile yıkama yapılmıştır. Son olarak, üretilen YGO 50^{o}C'de etüvde kurutulmuştur. Çalışmanın üçüncü aşamasında $L_8(1^4*2^4)$ GO-Beton harçı deney tasarımında kullanılmak üzere 629 g YGO bu şekilde sentezlenmiştir. Şekil 2.4 ve 2.5' de Hummers Metodu ile sentezlenen YGO'ya ait görüntüler verilmiştir.



Şekil 2.4 Grafitten Hummers Yöntemi ile sentezlenen YGO ait deney sistemi



1 2 3

Şekil 2.5 Grafitten Hummers Yöntemi ile sentezlenen YGO'ya ait görüntüler (1-Santrifuj işlemi, 2- Etüv ile kurutma, 3- YGO örneği)

2.2.4 K.K-Beton Deneyleri için, sentezlenen YGO'dan Kimyasal İndirgeme Metodu ile YrGO sentezi

$L_9(3^4)$ Karbon Kaynaklı (KK)-Beton deneylerinde kullanılmak için, yüksek miktarda indirgenmiş grafen oksit (YrGO) sentezi gerçekleştirilmiştir. Daha önceden sentezlenen yüksek miktardaki grafen oksit (YGO) kullanılarak, kimyasal indirgeme metoduyla yüksek miktarda indirgenmiş grafen oksit (YrGO) sentezlenmiştir. YrGO sentezi için 3 adet seri reaktöre 10' ar g YGO alınarak, 60^oC'de 300'er mL su içersinde 3 saat süre ile ultrasonik etkiye tabi tutulmuştur. Daha sonra karışım reaktöre alınmış üzerine 7,5'er g $NaBH_4$ ilave edilerek burada 5^oC' de 8 saat karıştırılmıştır. Daha sonra karışım 80^oC' çıkartılarak 7,5'er g $NaBH_4$ ilave edilerek 8 saat daha karıştırılmıştır. Reaksiyon sonunda karışım basınçlı reaktöre alınmış üzerine 5'er g $NaBH_4$ ilave edilerek basınç altında 120^oC'de 8 saat karıştırılmıştır. Reaksiyon sonunda elde edilen ürün santrifüj kullanılarak sırasıyla saf su, aseton, etilalkol ile yıkanarak safsızlıklar giderilmiştir. Bu işlemden sonra ürün 50^oC' de vakumlu etüvde 0,1 atm ortam şartlarında 48 saat boyunca kurutulmuştur. Çalışmanın dördüncü aşamasında $L_9(3^4)$ KK-Beton harçı deney tasarımında kullanılmak üzere 76 g YrGO bu şekilde sentezlenmiştir.

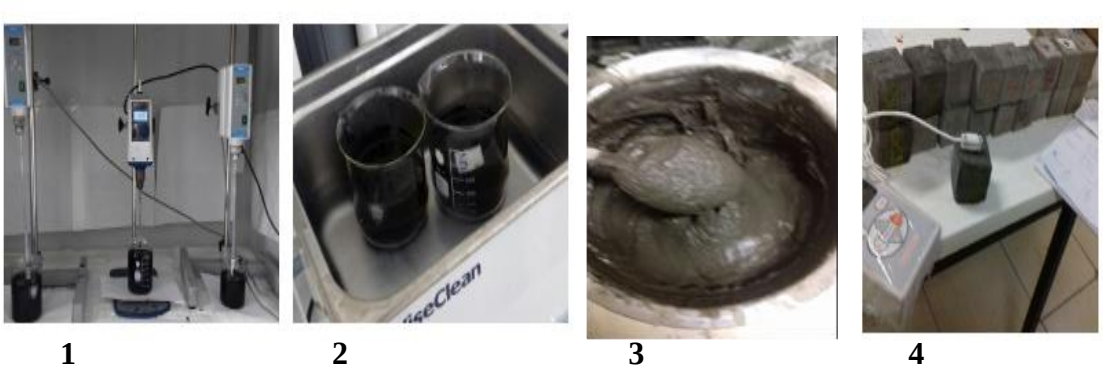


Şekil 2.6. İndirgenmiş grafen oksit sentezi için yüksek sıcaklık ve basınçlı ortamda gerçekleştirilen deney Sistemi(a-Basınçlı reaktör, b-Santrifüj Sistemi, c-Vakumlu Etüv)

2.2.5 GO-Beton deney tasarımının gerçekleştirilmesi

L_8 $(1^4{*}2^4)$ Grafen Oksit Katkılı Beton (GO-Beton) harçı deneylerinde, sentezlenen YGO önce tasarımındaki su miktarının yarısı kadar su ile 3 saat süre karıştırma işlemi

yapılmış, ardından ultrasonik banyoda da 1 saat bırakılmıştır. Karışıma uygun oranda su-çimento-akışkanlaştırıcı ilave edilerek 5 L'lik çimento mikserinde karıştırma sağlanmıştır. Elde edilen grafen oksit katkılı çimento harçı 5 cm^3'lik çimento kalıplarına dökülmüştür.



1 **2** **3** **4**

Şekil 2.7 GO-Beton harçı deneylerine ait görüntüler (1- Grafen oksit-Su karışımı, 2- Grafen oksit ultrasonik etki, 3- Grafen oksit çimento harçı, 4- 5'cm lik beton harçı KD2PRO ölçümleri)

GO-Beton harçının optimum özelliklerinin belirlenmesi için, gerçekleştirilen deneylerde, tasarımdaki model şartları uygulanarak 5 cm^3'lik kalıplara en az 9 adet olacak şekilde kalıplar doldurulmuştur. Şekil 2.7 ve 2.8 'de görüldüğü üzere GO-Beton harçı deneylerine ait örneklerin resimleri vardır.



Şekil 2.8 Kalıptan çıkarılmış GO-Beton harçı örnekleri

2.2.6 KK-Beton harçı deneyleri

L_9 (3^4) Karbon Kaynaklı Beton(KK-Beton) Harçı deneylerinde, önce çimento su ile karıştırılıp harç oluşturulduktan sonra karışıma karbon fiber, grafit, indirgenmiş grafen oksitten uygun olanı akışkanlaştırcı ilave edilerek, 5 L'lik çimento mikserinde karıştırma sağlanmıştır. Elde edilen KK-Beton çimento harçı 5 cm^3'lik lik çimento kalıplarına dökülmüştür. KK-Beton (C.Fiber-Grafit-YrGO) harçının optimum özelliklerinin belirlenmesi için tasarımdaki modele göre gerçekleştirilen deneylerde, 5 cm^3'lik lik kalıplara en az 9 adet olacak şekilde kalıplar doldurulmuştur. Şekil 2.9 ve 2.10'da KK-Beton harçı deneylerine ait örneklerin resimleri vardır.



a **b** **c** **d**

Şekil 2.9 KK-Beton harçı deneylerine ait görüntüler (a-Karbon Fiber, b- Grafit, c- Yüksek miktarda indirgenmiş grafen oksit, d- 5'cm^3 lik beton harçı)



Şekil 2.10 Kalıptan çıkarılmış KK- Beton harçı örnekleri

2.3 Deneysel Yöntem

Çalışmalarda ilk etapta amaçlar ve hedefler belirlenmiştir. Daha sonraki adımda bu amaç ve hedeflere yönelik kalite karakteristikleri belirlenmiş, ardından deney tasarımlarında seçilecek olan parametreler ve seviyeleri belirlenmiştir. Tasarımlara ait kalite karateristikleri sonuçları Taguchi en iyileme metodu ile Minitab programı tarafından analiz edilmiştir. Elde edilen kalite kriteri sonuçlarına ait matrisler oluşturulmuş, normalize edilmiş ağırlıklı değerlerle değerlendirilerek TOPSIS Yöntemi ile tek yanıta indirgenip, Taguchi Metodu ile parametrelere ait optimum seviyeler belirlenmiştir. Bu seviyelerde doğrulama deneyi yapılıp, elde edilen sonuçlar, referans beton örneklerindeki kalite kriteri sonuçları ile kıyas yapılarak iyileşme oranları belirlenmiştir.

Bu çalışma için dört farklı Taguchi Faktoriyel Fraksiyonel Deney Tasarım planı yapılmış olup, birinci tasarım için grafen oksit (GO) sentezi optimizasyonu ve ikinci tasarım indirgenmiş grafen oksit (rGO) sentezinin optimizasyonu için belirlenen parametre sayısı 7 ve her bir parametre için de 2 farklı seviyenin incelenmesi düşünülerek $L_8(2^7)$ Taguchi faktöriyel fraksiyonel deney tasarım planları yapılmıştır. Birinci tasarım ve ikinci tasarımdaki optimum deneylerin sonuçları göz önüne alınarak üçüncü tasarımda grafen oksit katkılı beton (GO-Beton) harçı deneyleri ve dördüncü tasarımda karbon katkılı beton (KK-Beton) harçı deney tasarım planları yapılmıştır. Üçüncü tasarımda belirlenen parametre sayısı 1 tanesi için 4 seviye ve diğer 4 parametre içinde 2 farklı seviyenin incelenmesi düsünülerek $L_8(1^4{*}4^2)$ Taguchi faktoriyel fraksiyonel deney tasarımı planı ve dördüncü tasarımda belirlenen parametre sayısı 4, her bir parametre içinde 3 seviye oluşturularak $L_9\ (3^4)$ Taguchi Deney Tasarımı planı yapılmıştır.

Aşağıdada verildiği üzere bu tez çalışması, 4 deney tasarım aşamasından oluşmaktadır.

1- $L_8\ (2^7)$ grafen oksit(GO) sentezinin optimum özelliklerinin belirlenmesi
2- $L_8(2^7)$ indirgenmiş grafen oksit(rGO) sentezinin optimum özelliklerinin belirlenmesi

3-$L_8(1^4*4^2)$ grafen oksit katkılı beton(GO-Beton) harçının optimum karışım özelliklerinin belirlenmesi

4- L_9 (3^4) karbon kaynağı katkılı(C.Fiber-Grafit-İndirgenmiş grafen oksit) beton(KK-Beton) harçının optimum karışım özelliklerinin belirlenmesi

2.3.1 GO ve rGO sentezinde optimum özelliklerinin belirlenmesi

Birinci tasarımda, grafitten Hummers Yöntemi ile grafen oksit (GO) sentezi deneyleri için, 7 parametre 2 seviyeden oluşan $L_8(2^7)$ ortogonal deney tasarım planı seçilmiştir. Parametreler ve seviyeleri Çizelge 2.4'de, $L_8(2^7)$ ortogonal deney tasarım planının kalite kriterleri ait kodlanmış ve kodlanmamış seviyeleri ise Çizelge 2.5'de verilmiştir.

Çizelge 2.4 Grafitten Hummers Yöntemi ile sentezlenen GO ait parametreler ve seviyeleri

	Sembol	Parametre	Seviyeler	
			1	2
Grafen Oksit Sentezi	A	Santrifüj	uygulandı	uygulanmadı
	B	Filtrasyon	uygulandı	uygulanmadı
	C	100 mL HCI yıkama çöz. (%)	5	10
	D	Graphite miktarı (g)	3	4.5
	E	$NaNO_3$ miktarı(g)	1.5	3
	F	$KMnO_4$ miktarı(g)	9	15
	G	H_2SO_4 miktarı (ml)	69	103

Çizelge 2.5 GO sentezine ait deney tasarım modeli ve kodlanmamış seviyeleri

DENEY	KODLANMIŞ SEVİYELER							KODLANMAMIŞ SEVİYELER						
No.	A	B	C	D	E	F	G	A	B	C	D	E	F	G
GO1	1	1	1	1	1	1	1	Uygulandı	Uygulandı	5	3.0	1.5	9	69
GO2	1	1	1	2	2	2	2	Uygulandı	Uygulandı	5	4.5	3.0	15	103
GO3	1	2	2	1	1	2	2	Uygulandı	Uygulanmadı	10	3.0	1.5	15	103
GO4	1	2	2	2	2	1	1	Uygulandı	Uygulanmadı	10	4.5	3.0	9	69
GO5	2	1	2	1	2	1	2	Uygulanmadı	Uygulandı	10	3.0	3.0	9	103
GO6	2	1	2	2	1	2	1	Uygulanmadı	Uygulandı	10	4.5	1.5	15	69
GO7	2	2	1	1	2	2	1	Uygulanmadı	Uygulanmadı	5	3.0	3.0	15	69
GO8	2	2	1	2	1	1	2	Uygulanmadı	Uygulanmadı	5	4.5	1.5	9	103

İkinci tasarımda, grafen oksitten(GO) kimyasal indirgeme metodu ile $NaBH_4$ kullanarak indirgenmiş grafen oksit sentezi (rGO) deneyleri için 7 parametre 2 seviyeden oluşan

$L_8(2^7)$ ortogonal deney tasarım planı seçilmiştir. Parametreler ve seviyeleri Çizelge 2.6'da, $L_8(2^7)$ ortogonal deney tasarım planının kalite kriterleri ait kodlanmış ve kodlanmamış seviyeleri ise Çizelge 2.7'de verilmiştir.

Çizelge 2.6 GO'dan kimyasal indirgeme metodu ile sentezlenen rGO ait parametreler ve seviyeleri

	Sembol	Parametre	Seviyeler	
			1	**2**
İndirgenmiş Grafen Oksit Sentezi	X_1	Reaksiyon Süresi (saat)	8	24
	X_2	Ultrasonik Banyoda Kalma Süresi (saat)	3	6
	X_3	Grafen Oksit Miktarı (g)	1	2
	X_4	Sodyum Bor Hidrür Miktarı (g)	3	6
	X_5	Kullanılan Saf Su Miktarı (mL)	300	600
	X_6	Isıtma Prosesi Çeşidi	Atmosferik Ortamda 80^0C(A)	Basınçlı Ortamda 120^0C (P)
	X_7	Kurutma Prosesi Çeşidi	Atmosferik (1atm-50^0C)	Vakumlu (0.1atm-50^0C)

Çizelge 2.7 rGO sentezine ait deney tasarım modeli ve kodlanmamış seviyeleri

Deney No	**Kodlanmış Seviyeler**							**Kodlanmamış Seviyeler**						
	A	**B**	**C**	**D**	**E**	**F**	**G**	**A**	**B**	**C**	**D**	**E**	**F**	**G**
	X_1	X_2	X_3	X_4	X_5	X_6	X_7	X_1	X_2	X_3	X_4	X_5	X_6	X_7
rGO1	1	1	1	1	1	1	1	8	3	1	3	300	A	Atmosferik
rGO2	1	1	1	2	2	2	2	8	3	1	6	600	P	Vakumlu
rGO3	1	2	2	1	1	2	2	8	6	2	3	300	P	Vakumlu
rGO4	1	2	2	2	2	1	1	8	6	2	6	600	A	Atmosferik
rGO5	2	1	2	1	2	1	2	24	3	2	3	600	W	Vakumlu
rGO6	2	1	2	2	1	2	1	24	3	2	6	300	P	Atmosferik
rGO7	2	2	1	1	2	2	1	24	6	1	3	600	P	Atmosferik
rGO8	2	2	1	2	1	1	2	24	6	1	6	300	W	Vakumlu

2.3.1.1 GO ve rGO için belirlenen kalite karakteristikleri

Grafen oksit (GO) ve indirgenmiş Grafen Oksit (rGO) sentezi için belirli kalite karakteristikleri seçilmiş, seçilen bu kriterlerin sonuçları üzerinden optimizasyon çalışmaları yapılmıştır.

İlk kalite kriteri, Raman analizindeki 1350 cm^{-1} de D piki, 1585 cm^{-1} de G piki üzerinedir. D/G pikinin oranındaki artış düzensizlikteki artışa, dolayısı ile tabaka sayısında azalmaya gösterge kabul edilmektedir. Dolayısı ile GO sentezi için D/G pikinin şiddeti, yapıdaki kusurun az olması istendiğinden dolayı, düşük olması istenir. rGO sentezi için D/G oranı, tabaka sayısının az olması ve indirgenme şiddetinin fazla olması istendiği için yüksek olması istenir.

İkinci kalite kriteri Raman analizindeki 2700 cm^{-1} de 2D piki seçilmiştir. Zayıf ve geniş 2D pikleri yapıdaki düzensizliği ifade etmektedir. Bu nedenle, kuvvetli ve dar olan 2D pikleri daha az kusurlu yapıyı işaret ettiğinden, bu çalışmada tercih edilmişlerdir. GO ve rGO için 2D piki yüksek olması istenir.

Üçüncü kalite kriteri Raman analizindeki 2930 cm^{-1} de D+D' piki seçilmiştir. D+D' pikinin şiddeti yapıdaki kusurlara ve düzensizliğe işaret eder. Bu değerde GO ve rGO sentezi için düşük olması istenir.

Dördüncü kalite kriteri Atomik Kuvvet Mikroskobundaki (AFM), yüzey pürüzlülüğü değeridir. Yüzeyin morfolojisi hakkında bilgi veren bir diğer kalite kriteri olan yüzey pürüzlülüğünün özellikle elektronik uygulama alanları düşünülerek, grafen oksit ve indirgenmiş grafen oksit için minimize edilmesi istenmiştir.

Beşinci kalite kriteri X-Işını Kırınım Deseni (XRD) ,sayesinde hesaplanan kristal boyutu değerinin küçük olması istenir. Kristal boyutu küçüldükçe az tabakalı düzenli plakalar olduğuna işaret etmektedir.

Altıncı kalite kriteri Taramalı Elektron Mikroskopisi – Enerji Dispersif X-Işını Analizi Yöntemi (SEM-EDX) ile belirlenebilen karbonun oksijene atomik oranı (C/O) oksidasyon derecesi açısından seçilmiştir. GO için oksidasyon kuvvetli olması istendiği için bu oran düşük olması istenirken, rGO için indirgenmenin yüksek olması istendiği için bu değer yüksek olması istenir.

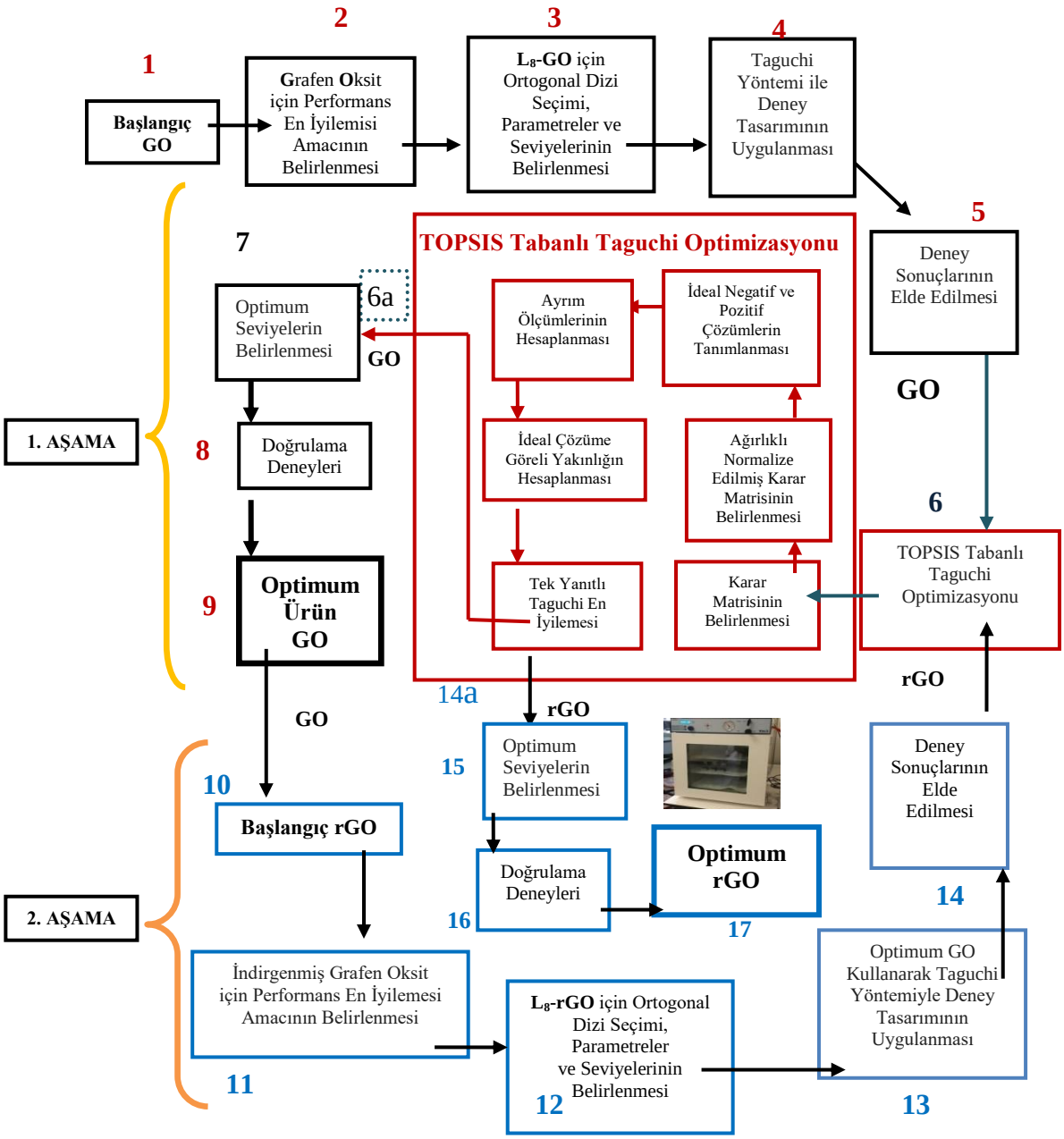
Çizelge 2.8'te grafen oksit ve indirgenmiş grafen oksite ait kalite kriterlerine ait açıklamalı tablo verilmiştir. Bu tabloda kalite kriterleri hakkında hedef bilgi, hedef en iyi değer, TOPSIS Yönteminde kullanılmak üzere kalite kriterlerinin prosesteki tasarlanan önem sırasına göre ağırlıkları ve normalize edilmiş değerleri verilmiştir.

Çizelge 2.8 GO ve rGO ait kalite kriterleri ve ağırlıkları

Kalite Kriterleri	Sembol	Açıklama	Bilgi	GO için Hedef	rGO için Hedef	Ağırlıklar			Normalize Edilmiş Ağırlıklar		
1	ID/IG	D Pikinin-G Pikinin Şiddetine Oranı	Yapıdaki Kusur	En Küçük En İyi	En Büyük En İyi	1[1]	7[2]	9[3]	0.167	0.212	0.257
2	I2D	2D pikinin şiddeti	Yapı Bozuklukları	En Büyük En İyi	En Büyük En İyi	1[1]	4[2]	6[3]	0.167	0.121	0.171
3	D+D'	D+D' pikinin şiddeti	Yapıdaki Kusur	En Küçük En İyi	En Küçük En İyi	1[1]	3[2]	5[3]	0.167	0.091	0.143
4	Ra	Ortalama Yüzey Pürüzlülüğü (nm)	Yüzey Pürüzlülüğü	En Küçük En İyi	En Küçük En İyi	1[1]	8[2]	8[3]	0.167	0.242	0.229
5	Cs	Kristal Boyutu (nm)	Düzensiz Karbon Materyali	En Küçük En İyi	En Küçük En İyi	1[1]	2[2]	4[3]	0.167	0.061	0.114
6	C/O	Karbon-Oksijen Oranı	Oksidasyon Derecesi	En Küçük En İyi	En Büyük En İyi	1[1]	9[2]	3[3]	0.167	0.273	0.086
Total						6	33	35	1.0	1.0	1.0

(Grafen oksit senteziçin TOPSIS-GO; İndirgenmiş grafen oksit sentezi için TOPSIS-rGO)
[1]Aynı Ağırlıklar Tüm Cevaplara Atanır. (TOPSIS-GO1, TOPSIS-rGO1)
[2] Ağırlıklar, literatürde en çok kullanılan ölçütler dikkate alınarak belirlenir(TOPSIS-GO2,TOPSIS-rGO2)
[3]Ağırlıklar, yapısal kusurları temsil eden kriterleri dikkate alarak belirlenir.(TOPSIS-GO3,TOPSIS-rGO3)

Grafitten Hummers Yöntemi ile grafen oksit sentezi ve sentezlenen grafen oksitten kimyasal indirgeme metodu ile indirgenmiş grafen oksit sentezine ait akış şeması aşağıda Şekil 2.11'de verilmiştir.



Şekil 2.11 GO ve rGO sentezine ait önerilen perfomans değerlendirme şeması (Şimşek 2014)

2.3.2 GO-Beton ve KK-Beton harçı deneylerinin optimum özelliklerinin belirlenmesi

Üçüncü tasarımda gerçekleştirilen, grafen oksit katkılı beton harçı deneyleri için, 1 parametre 4 seviye, diğer 4 parametre iki seviyeden oluşan $L_8(1^4*4^2)$ ortogonal deney tasarım planı seçilmiştir. Parametreler ve seviyeleri Çizelge 2.9.'de, $L_8(1^4*4^2)$ ortogonal deney tasarım planının kalite kriterleri ait kodlanmış ve kodlanmamış seviyeleri ise Çizelge 2.10'de verilmiştir.

Çizelge 2.9 GO-Beton harçı deneylerine ait parametreler ve seviyeleri

	Sembol	Parametre	Seviyeler			
			1	2	3	4
Grafen Oksit Beton Deneyleri	A	Grafen Oksit (%Çimento)	1	2,5	5	10
	B	Çimento Miktarı (g)	1600	1800		
	C	Uçucu Kül (g)	200	400		
	D	Akışkanlaştırıcı (%Çimento)	0,5	0,75		
	E	Kullanılan Saf Su (%Çimento)	40	50		

Çizelge 2.10 GO-Beton harçı deneylerine ait deney tasarım modeli ve kodlanmamış seviyeleri

DENEY No.	KODLANMIŞ SEVİYELER					KODLANMAMIŞ SEVİYELER				
	A	B	C	D	E	A	B	C	D	E
GOBeton 1	1	1	1	1	1	%1	1600	200	%0,5	%40
GOBeton 2	1	2	2	2	2	%1	1800	400	%0,75	%50
GOBeton 3	2	1	1	2	2	%2,5	1600	200	%0,75	%50
GOBeton 4	2	2	2	1	1	%2,5	1800	400	%0,5	%40
GOBeton 5	3	1	2	1	2	%5	1600	400	%0,5	%50
GOBeton 6	3	2	1	2	1	%5	1800	200	%0,75	%40
GOBeton 7	4	1	2	2	1	%10	1600	400	%0,75	%40
GOBeton 8	4	2	1	1	2	%10	1800	200	%0,5	%50

Dördüncü tasarımada, karbon kaynaklı beton harçı deneylerine için, 4 parametre 3 seviyeden oluşan $L_9(3^4)$ ortogonal deney tasarım planı seçilmiştir. Parametreler ve seviyeleri Çizelge 2.11'de, $L_8(1^4*4^2)$ ortogonal deney tasarım planının kalite kriterleri ait kodlanmış ve kodlanmamış seviyeleri ise Çizelge 2.12'de verilmiştir

Çizelge 2.11 K.K-Beton harçı deneylerine ait parametreler ve seviyeleri

	Sembol	Parametre	Seviyeler		
			1	2	3
Karbaon Kaynaklı Beton Deneyleri	A	Karbon Kaynagı	Karbon Fiber	Grafit	rGO
	B	Karbon Miktarı(%Çimento)	1	1,5	2
	C	Çimento Miktarı(g)	1600	1700	1800
	D	Su Miktarı(%Çimento)	40	45	50

Çizelge 2.12 K.K-Beton harçı deneylerine ait deney tasarım modeli ve kodlanmamış seviyeleri

DENEY No.	KODLANMIŞ SEVİYELER				KODLANMAMIŞ SEVİYELER			
	A	B	C	D	A	B	C	D
KK-Beton 1	1	1	1	1	K.FİBER	% 1	1600	% 40
KK-Beton 2	1	2	2	2	K.FİBER	%1,5	1700	% 45
KK-Beton 3	1	3	3	3	K.FİBER	% 2	1800	% 50
KK-Beton 4	2	1	2	3	Grafit	% 1	1700	% 50
KK-Beton 5	2	2	3	1	Grafit	%1,5	1800	% 40
KK-Beton 6	2	3	1	2	Grafit	% 2	1600	% 45
KK-Beton 7	3	1	3	2	rGO	% 1	1800	% 45
KK-Beton 8	3	2	1	3	rGO	%1,5	1600	% 50
KK-Beton 9	3	3	2	1	rGO	% 2	1700	% 40

2.3.2.1 GO-Beton ve K.K-Beton harçı deneyleri için kalite karakteristikleri

Grafen oksit beton ve karbon kaynaklı beton harçı deneylerinin başarılı sayılabilmesi için belirli kalite karakteristikleri seçilmiş, seçilen bu kriterlerin sonuçları üzerinden optimizasyon çalışmaları yapılmıştır.

İlk 4 kalite kriteri, termal iletkenlik katsayısıdır ($W/(m^2.K)$). Bu ölçümler 3, 7, 28 ve 56 gün olarak ölçülmüştür. Bir malzemenin termal iletkenlik katsayısı ne kadar küçükse, yalıtımı o kadar iyi olur ve ısı kaybının etkisi daha az gerçekleşir. GO-Beton ve KK-Beton harçı deneyleri için düşük termal ısı aktarım katsayısı değerleri hedeflenmektedir.

İkinci dört kalite kriteri, ısı kapasitesidir ($MJ/(m^3.K)$). Bu ölçümler 3, 7, 28 ve 56 gün olarak ölçülmüştür. Bir malzemenin ısı kapasitesi (C_p) ne kadar büyükse enerji depolama yeteneği o kadar büyüktür. GO-Beton ve KK-Beton harçı deneyleri için

yüksek ısı kapasitesine sahip beton tipi için ısı depolama kabiliyeti daha fazla olacağı için, yüksek değerler hedeflenmektedir.

Dokuzucu kalite kriteri 28. gün elektrik direncidir (kΩ.m). GO yalıtkan özellik göstermesi dolayı GO-Beton deneyleri için dokuzuncu kalite kriteri en büyük en iyi değeri hedeflenmiştir. Karbon fiber, grafit ve rGO iletken özellik göstermesinden dolayı K.K-Beton deneyleri için dokuzuncu kalite kriteri en küçük en iyi değeri hedeflenmiştir.

Onuncu kalite kriteri 28. gün basınç dayanımıdır (MPa). Betonun dayanıklılığını gösterir. GO-Beton ve KK-Beton harçı deneyleri için yüksek mekanik dayanıma sahip beton tipi için, betonun basınç dayanımı yüksek olması hedeflenir.

Onbirinci kalite kriteri 28. gün ultrasonik ses hızıdır (km/s). Ultrasonik ses ölçümleri gibi tahripkâr olmayan yöntemler ile beton dayanımının bir hamlede ve güvenilir bir şekilde tayin edilmesi mümkündür. Özellikle, inşaatı bitmiş beton elemanların dayanımlarının yerinde yapılan ultrasonik ölçümleri ile tayin edilmesi tahripkâr olmayan bir yöntem olup, çok büyük bir ekonomi ve sürat sağlamaktadır. GO-Beton ve KK-Beton beton harçı deneyleri için yüksek mekanik dayanıma sahip değer istendiğinden dolayı, betonun ultrasonik ses hızı değerinin yüksek olması hedeflenir.

On ikinci kalite kriteri 28 günlük su emme yüzdesidir ve minimum olması istenir. Çünkü betonun su emmesinin yüksek olması malzemede büzülme ve şişme gibi hacimsel deformasyonlara yol açmaktadır. Nitekim donma ve çözülme olayı malzemelerde önemli zararlara yol açar. GO-Beton ve KK-Beton harçı deneyleri için, % su emme değerleri minimize edilmesi hedeflenmiştir.

On üçüncü kalite kriteri asitte kütle kaybı (%) değeridir ve minimum olması istenir. Çimento içerisinde asidik yapı, çimento hamuru içerisinde iyon değişimi ile birlikte çözünebilen veya çözünmeyen kalsiyum tuzları meydana getirirler. Asitlerin betonun yapısında gerçekleştirdiği çözücü etkisi, kalsiyum bileşenlerinin ($Ca(OH)_2$, C-S-H ve C-A-H), yapısını bozarak, kalsiyum tuzlarına dönüşmesi şeklinde

gerçekleşir. Kalsiyum tuzları suda çözünebildiğinden, çimento harçı belirli zaman sürecinde özelliğini yitirerek, betonun dayanım kaybetmesine neden olur. GO-Beton ve KK-Beton harçı deneyleri için, % AKK değerleri minimize edilmesi hedeflenmiştir.

Çizelge 2.13’ te GO-Beton ve KK-Beton harçı deneylerinin kalite kriterleri ve ağırlıkları içeren açıklamalı tablo verilmiştir. Bu tabloda kalite kriterleri hakkında hedef bilgi, hedef en iyi değer, TOPSIS Yönteminde kullanılmak üzere kalite kriterlerinin prosesteki tasarlanan önem sırasına göre ağırlıkları ve normalize edilmiş değerleri verilmiştir.

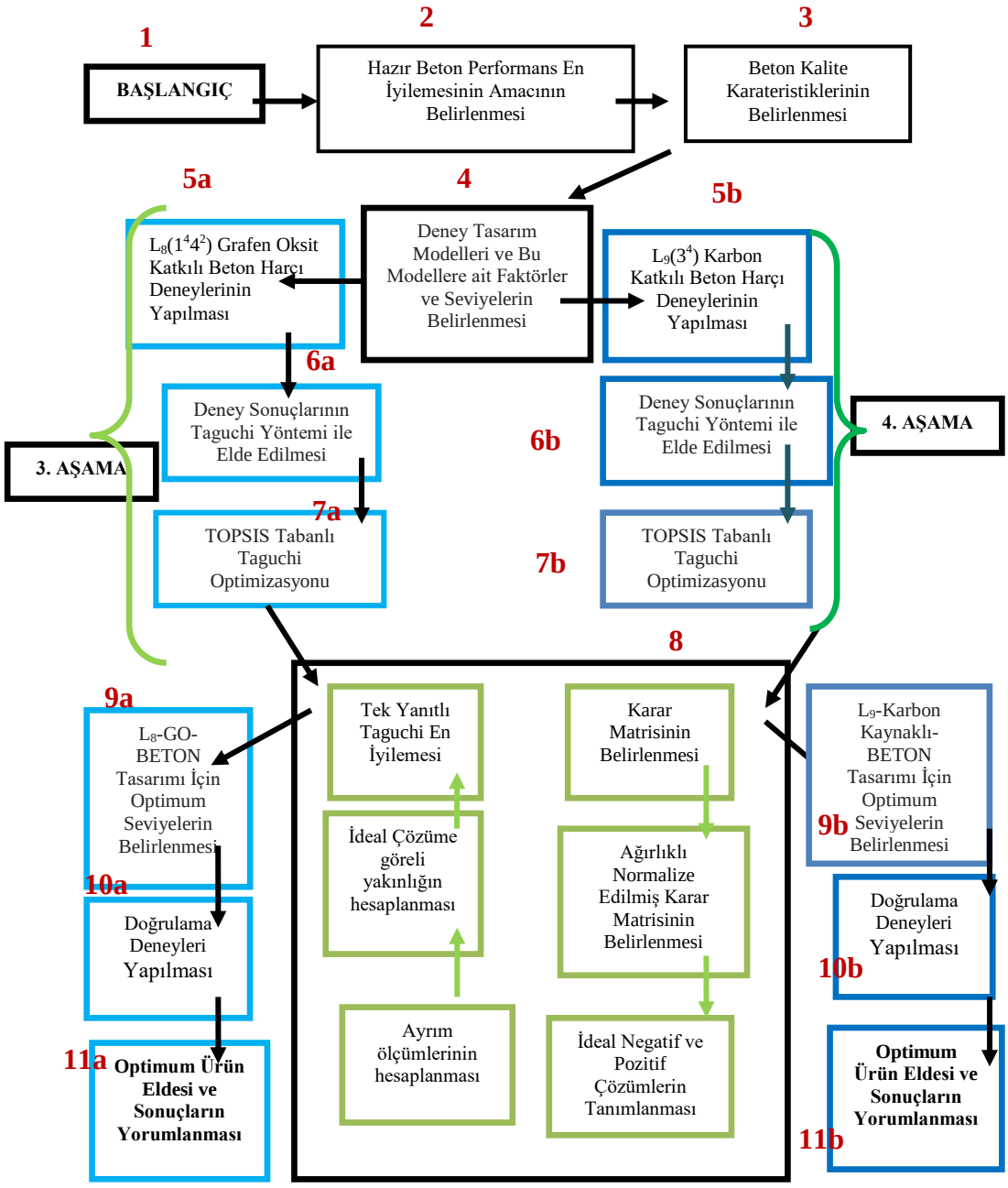
Çizelge 2.13 GO-Beton ve KK-Beton harçı deneylerine ait kalite kriterleri ve ağırlıkları

Kalite Kriterleri	Sembol	Açıklama	Beton Deney Tipi	GO-Beton için Hedef	K.K- Beton için Hedef	Ağırlıklar	Normalize Edilmiş Ağırlıklar
1	T3	Termal Isı Aktarım Katsayısı (W/(m*K))	3 günlük	EnKüçük En İyi	En Küçük En İyi	1^1 10^2 2^3	$0,08^1$ $0,14^2$ $0,04^3$
2	T7	Termal Isı Aktarım Katsayısı (W/(m.K))	7 günlük	EnKüçük En İyi	En Küçük En İyi	1^1 10^2 2^3	$0,08^1$ $0,14^2$ $0,04^3$
3	T28	Termal Isı Aktarım Katsayısı (W/(m.K))	28 günlük	EnKüçük En İyi	En Küçük En İyi	1^1 10^2 2^3	$0,08^1$ $0,14^2$ $0,04^3$
4	T56	Termal Isı Aktarım Katsayısı (W/(m.K))	56 günlük	EnKüçük En İyi	En Küçük En İyi	1^1 10^2 2^3	$0,08^1$ $0,14^2$ $0,04^3$
5	CP3	Isı Kapasitesi ($Mj/m^3.K$)	3 günlük	En Büyük En iyi	En Büyük En İyi	1^1 4^2 3^3	$0,08^1$ $0,05^2$ $0,05^3$
6	CP7	Isı Kapasitesi ($Mj/m^3.K$)	7 günlük	En Büyük En İyi	En Büyük En İyi	1^1 4^2 3^3	$0,08^1$ $0,05^2$ $0,05^3$
7	CP28	Isı Kapasitesi ($Mj/m^3.K$)	28 günlük	En Büyük En İyi	En Büyük En İyi	1^1 4^2 3^3	$0,08^1$ $0,05^2$ $0,05^3$
8	CP56	Isı Kapasitesi ($Mj/m^3.K$)	56 günlük	En Büyük En İyi	En Büyük En İyi	1^1 4^2 3^3	$0,08^1$ $0,05^2$ $0,05^3$
9	E.D	Elektrik Direnci (kΩ.m)	28 günlük	En Büyük En İyi	En Küçük En İyi	1^1 6^2 10^3	$0,08^1$ $0,08^2$ $0,18^3$
10	B.D	Basınç Dayanımı (N/mm^2)	28günlük	En Büyük En İyi	En Büyük En İyi	1^1 4^2 8^3	$0,08^1$ $0,05^2$ $0,14^3$
11	USH	Ultrasonik Ses Hızı (km/s)	28 günlük	En Büyük En İyi	En Büyük En İyi	1^1 3^2 4^3	$0,08^1$ $0,04^2$ $0,07^3$
12	S.E	Su Emme(%)	28 günlük	EnKüçük En İyi	En Küçük En İyi	1^1 2^2 5^3	$0,08^1$ $0,03^2$ $0,09^3$
13	A.K.K	Asitte Kütle Kaybı (%)	28 günlük	EnKüçük En İyi	En Küçük En İyi	1^1 4^2 9^3	$0,08^1$ $0,03^2$ $0,16^3$
Total						13 75 56	

(Grafen oksit katkılı numuneler için TOPSIS-GO-BETON; Karbon kaynaklı malzeme katkılı numuneler için TOPSIS-KK-BETON)

[1]Aynı Ağırlıklar Tüm Cevaplara Atanır. (TOPSIS-GO-BETON1, TOPSIS-KK-BETON1)
[2] Ağırlıklar, literatürde en çok kullanılan ölçütler dikkate alınarak belirlenir(TOPSIS-GO-BETON2, TOPSIS-KK-BETON2)
[3] Ağırlıklar, yapısal kusurları temsil eden kriterleri dikkate alarak belirlenir. (TOPSIS-GO-BETON3, TOPSIS-KK-BETON3)

GO-Beton ve KK-Beton harçı deneylerinde istatistiksel metot olarak sadece deney tasarımları farklı seçilmiş olup, izlenen yöntem ve metotlar genel itibariyle aynıdır. GO-Beton ve KK-Beton harçı deneylerine ait akış şeması Şekil 2.12'de verilmiştir.



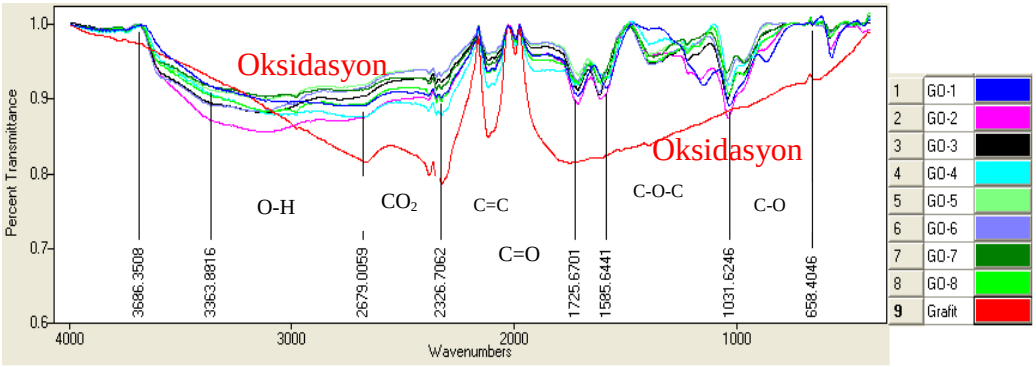
Şekil 2.12 GO-Beton ve KK-Beton harçı deneylerine ait önerilen perfomans değerlendirme şeması (Şimşek 2014)

3. DENEYSEL SONUÇLAR

Çalışmanın bu kısmında ilk olarak L_8 (2^7) grafen oksit ve L_8 (2^7) indirgenmiş grafen oksit sentezi için deney tasarım modellerindeki kalite kritelerine ait grafikler ve görüntüler yorumlanmıştır. Sonraki aşamada ise $L_8(1^4{*}4^2)$ Grafen oksit-beton ve L_9 (3^4) karbon kaynak-beton harçı deneyleri için büyük ölçekli sentezlenen grafen oksit ve indirgenmiş grafen oksit örneklerine ait kalite kritelerine ait grafikler ve görüntüler yorumlanmıştır.

3.1 GO Sentezine Ait Grafiklerin ve Görüntülerin Yorumlanması

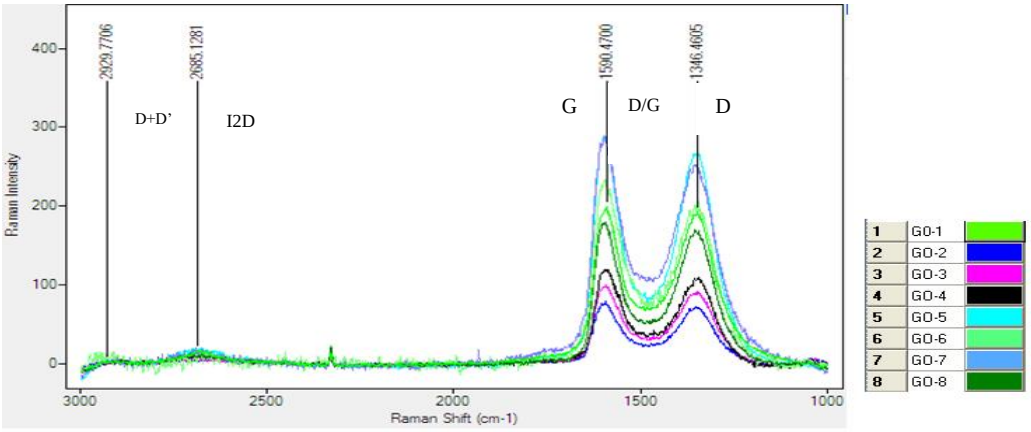
Çalışmanın bu bölümünde, grafen oksit (GO) sentezi amacına yönelik, safsızlıklardan arındırma biçimlerinin etkileri, başlangıç malzeme miktarı ve oksidasyonu sağlayan kimyasalların GO özellikleri üzerindeki etkileri incelenmiş ve yorumlanmıştır.



Şekil 3.1. GO sentezi deneylerine ait FTIR grafikleri

Şekil 3.1 incelendiğinde, FT-IR analizi deseninde görüldüğü üzere, sentezlenen grafen oksit örneklerinde, grafitin yapısına ait olmayan C=O titreşim piki 1721cm^{-1} de, O-H gruplarının titreşim ve deformasyon pikleri 3391 cm^{-1} ve 1410 cm^{-1} de, C-O gerilme titreşim piki 1221 cm^{-1}, C-O gerilim piki 1046 cm^{-1} de, C=C gerilim piki 1680 - 1620 cm^{-1} de gözlemlenmiştir. FTIR analiz sonuçları göstermiştir ki, oksijen içeren fonksiyonel gruplarının varlığı, grafitten, grafen oksit sentezinin başarlı olduğuna işaret etmektedir (Topaç 2014).

GO'nun FTIR spektrumunda, 3120 cm^{-1} civarındaki geniş (yayvan) bant yüzeydeki -OH gerilmesine ait iken 1716 cm^{-1} 'deki keskin bant karboksilik grubundaki C=O gerilmesine ait olduğu görülmektedir. 1601 cm^{-1}'de görülen bant C=C yükseltgenmemiş grafitin grafitik basal düzlemine aittir. 1160 cm^{-1}'deki bant C-O-C epoksi grubuna ait gerilme titreşimdir. Son olarak 1037 cm^{-1}'deki bant ise karboksilik asit grubundaki C-O gerilme titreşimine aittir (Er 2013).

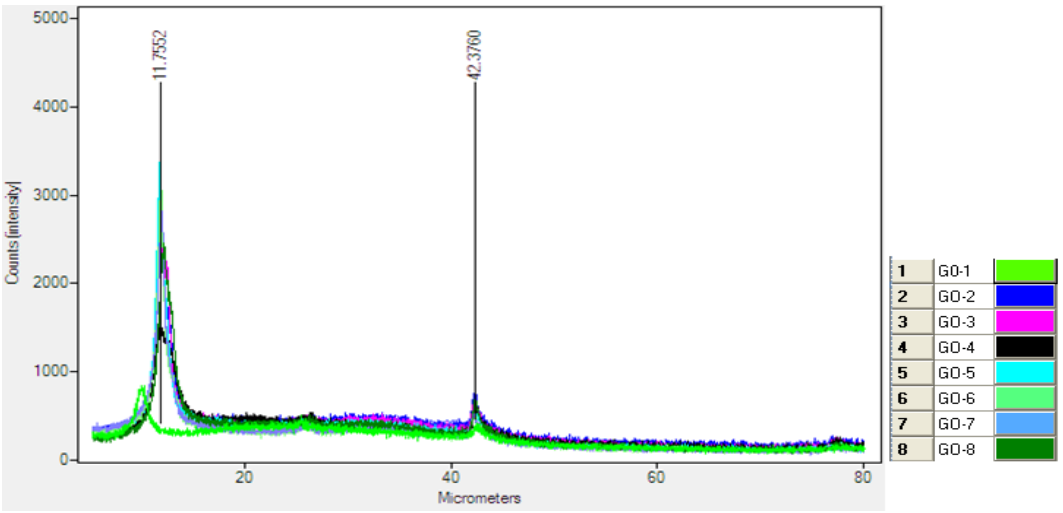


Şekil 3.2 GO sentezi deneylerine ait Raman grafikleri

GO, Raman deseninde 1350 cm^{-1} de D piki, 1585 cm^{-1} de G piki, 2700 cm^{-1}'de 2D piki, ve 2930 cm^{-1} de D+D` piki gösterir. G pikinin daha küçük dalga boylarına kayması yığışma ve tabaka sayısında artmaya ve indirgeme sonrasında D ve G piklerinin şiddetlerinin (I_D/I_G) oranındaki artış düzensizlikteki artışa dolayısıyla tabaka sayısında azalmaya, gösterge kabul edilmektedir (Topaç 2014). Bu tez çalışma kapsamında sentezlenen GO'lerin raman analizi desenlerindeki Şekil 3.2' deki G pikleri 1585 den daha büyük dalga boylarına kaymış gözükmektedir. Bu durum sentezlenen GO'lerin çok tabakalı yapıda olduklarına göstermektedir.

Raman Spektroskopisi, karbon formlarının yapısal ve elektronik karakterizasyonunda sıkça başvurulan yöntemlerden biridir. Tek tabaka grafen için inaktif olan D bandı, kimyasal yoldan hazırlanan grafenin kurutma basamaklarında yeniden üst üste örtülmüş ürünlerde aktif hale gelir. D ve G bantlarının oranı (ID/IG), yapıdaki düzensizliğin

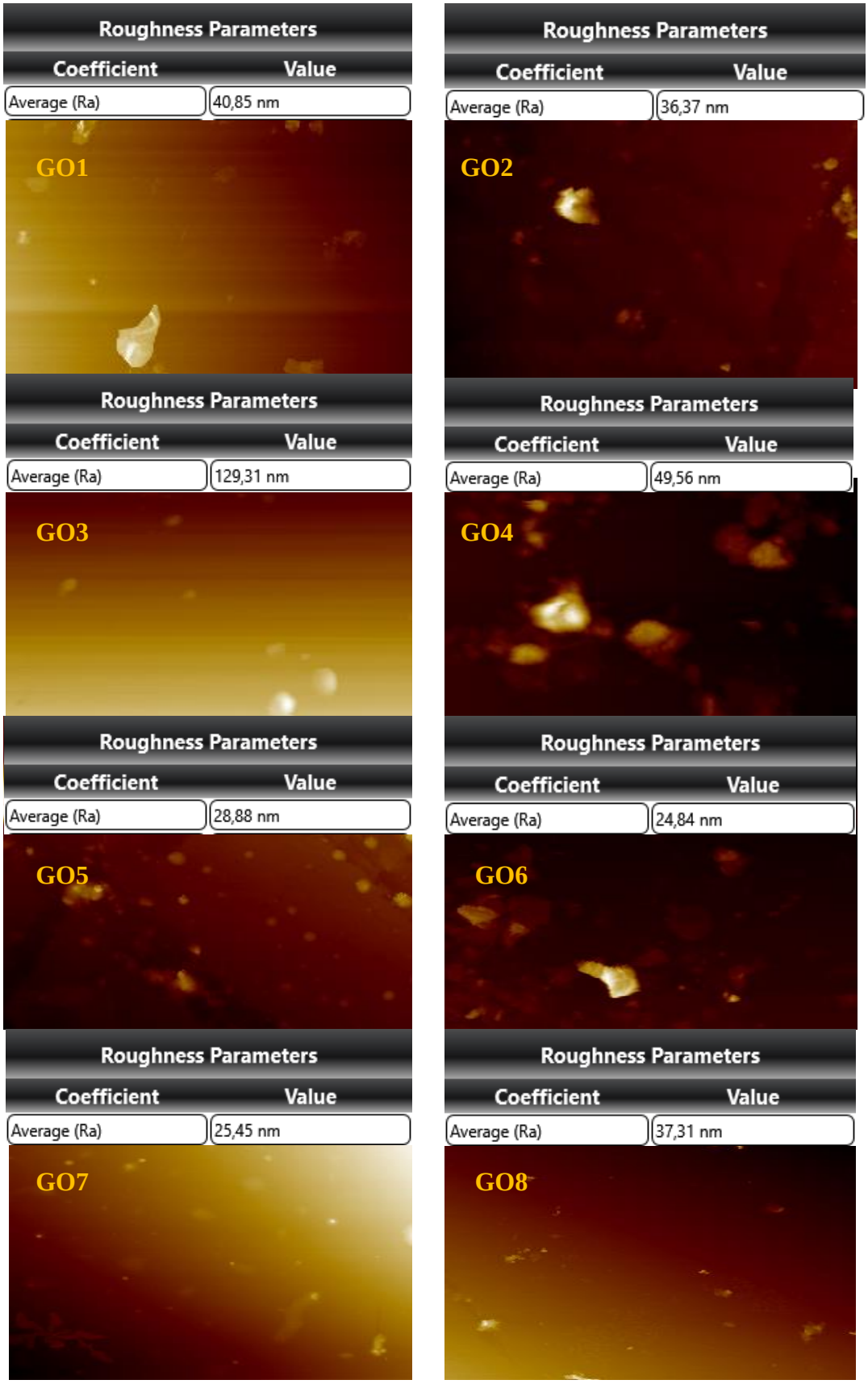
ölçüsüdür. D bandının şiddeti, düzlemdeki sp^2 hibritleşmesi yapan karbon atomların miktarıyla orantılıdır. Doğal olarak D bandının şiddetinin artması yapıda daha fazla sp^2 hibritleşmesi yapan karbonun olduğunu gösterir. Bunun yanı sıra D bandı, grafit, grafen oksit ve grafen yapıları için tabakadaki kusurlar ve bozukluklar hakkında da bilgi verir. G bandı ise, yapıdaki sp^2 hibritleşmesi yapan karbon atomlarının yığın halindeki düzenlenmesini karakterize eder (Er 2013).



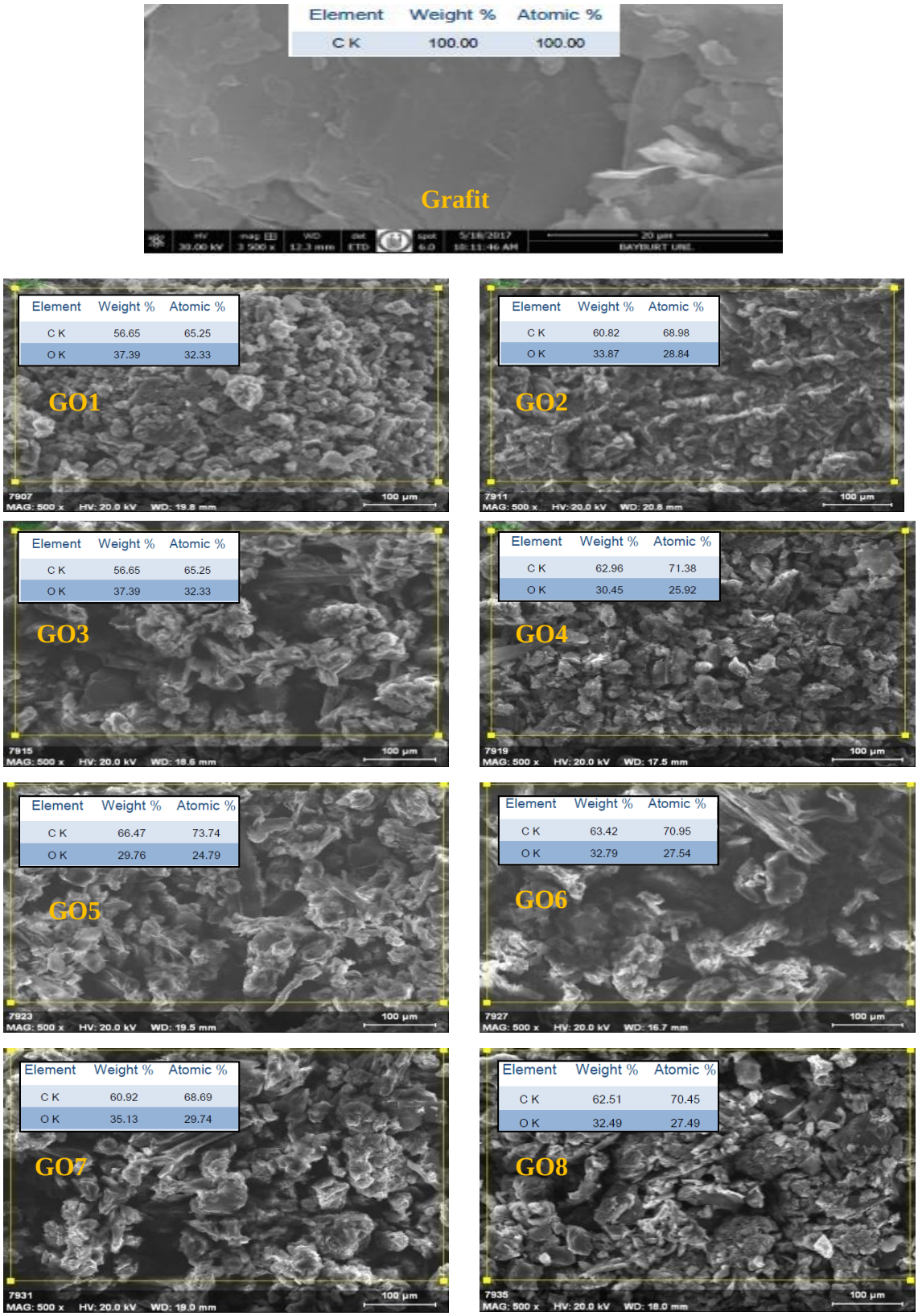
Şekil 3.3 GO sentezi deneylerine ait XRD grafikleri

Saf grafit, XRD deseninde (002) düzleminden 2θ =26° de bir pik gösterir. Oksidasyon sonrası (002) düzlem piki oksijen fonksiyonel gruplarının varlığı nedeniyle daha düşük açılara (9-13°civarına) kayar. Grafitin yapısının tamamen grafen oksite dönüştüğünün bir göstergesi olarak bu pik kaybolur. Şekil 3.3'de sentezlenen grafen oksitlere ait olan piklerim 9-13° aralığında ortaya çıktığı gözlenmektedir. Bu çalışmada X-ışını Kırınım Desenlerinden anlaşıldığı üzere genel itibariyle grafitten, grafen okside dönüşümün başarılı olduğu gözlemlenmiştir (Topaç 2014).

AFM cihazı ile ortalama yüzey pürüzlülüğü elde etmek için GO örnekleri aseton ile oluşturuldu. Daha sonra tüm örnekler cam üzerine kaplandı ve AFM analizi yapıldı. AFM görüntüleri ile tüm deneysel çalışmalar için ortalama yüzey pürüzlülüğü 5 µm × 5µm'lik numune alanı için hesaplandı. Şekil 3.4' te grafen oksit sentezine ait AFM görüntüleri ve yüzey pürüzlülüğü sonuçları verilmiştir.



Şekil 3.4 GO sentezi deneylerine ait AFM görüntüleri



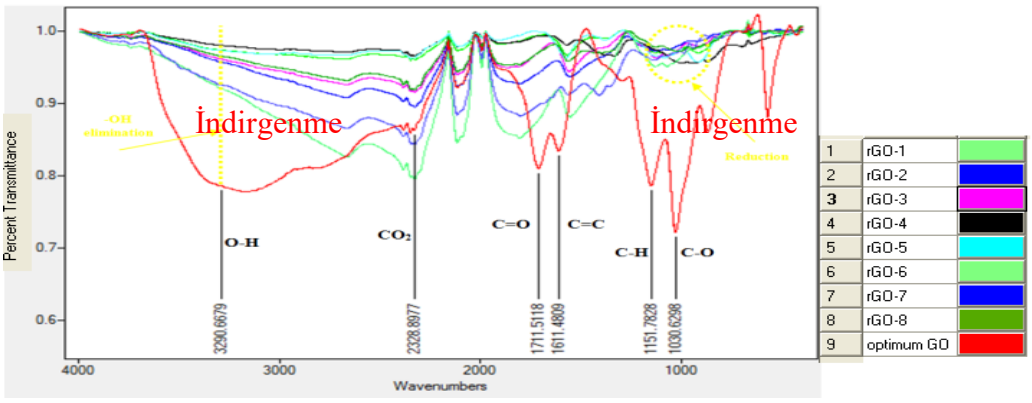
Şekil 3.5 GO sentezi deneylerine ait SEM-EDX görüntüleri

Şekil 3.5'deki grafen oksit sentezine ait SEM görüntüleri incelendiğinde, diğer araştırmacılarında yayınladığı, SEM görüntüleriyle uyumlu olduğu görülmektedir (Dörtoğul 2018 ve Zaaba 2017). Çizelge 4.1'deki EDX analizi verileri incelendiğinde C:O oranları oksidasyon sonrasında 100 den, 3-2,02 aralığına düşmüştür. C:O oranının daha az çıkması karbonla tek bağ yapan fonksiyonel grupların miktarının nispeten daha fazla oluşuna bağlanabilir. Bu sonuçlar literatürle uyumlu olup grafitten Hummers Yöntemi ile grafen oksit sentezinin başarılı olduğunu göstermektedir. SEM görüntüleri düzgün grafit yapısının bozulduğunu yani oksitlendiğini açıkça göstermektedir. SEM görüntülerine ilave olarak doğal grafitin ve sentezlenen grafen oksitin EDX spektrumları incelendiğinde yapıdaki kimyasal değişim takip edilebilir.

Grafitten Hummers Yöntemi ile GO sentezi için L_8 (2^7) ortogonal dizisi seçilerek yapılan deneylere ait, Raman (ID/IG, I2D, D+D'), AFM (Ra,nm), XRD (Cs,nm), EDX (C/O) analizlerinin sonuçları Çizelge 4.1'de tekrarlı olarak verilmiştir.

3.2 rGO Sentezine Ait Grafiklerin ve Görüntülerin Yorumlanması

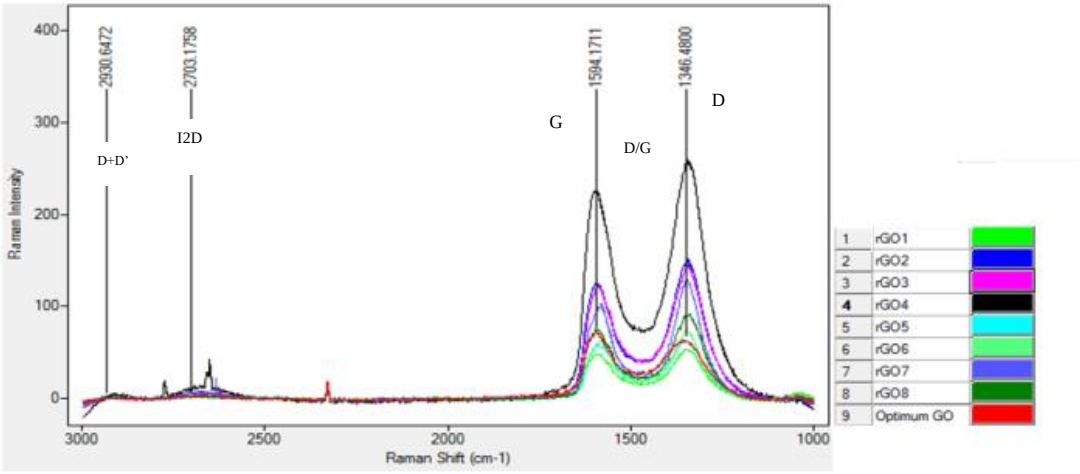
Çalışmanın bu kısmında sentezlenen optimum koşullardaki GO'dan, kimyasal indirgeme metodu ile $NaBH_4$ kullanarak rGO sentezi amacına yönelik olarak, reaksiyon ve ultrasonik etki süresi, çözelti miktarı, reaksiyon sıcaklığı, kurutma prosesi ve başlangıç madde ve $NaBH_4$ miktarının, rGO üzerindeki etkileri incelenmiş ve yorumlanmıştır



Şekil 3.6 rGO sentezi deneylerine ait FTIR grafikleri

FT-IR analizi deseninde görüldüğü üzere, grafen oksitte olan, O-H gruplarının pikleri 3391 cm^{-1} ve 1410 cm^{-1} de, indirgenmiş grafen oksit sentezinde kaybolmuştur. Ayrıca, C-O piki 1221 cm^{-1} C-O gerilim piki 1046 cm^{-1} de, C=C gerilim piki 1680 – 1620 cm^{-1}'de grafen oksite ait olan pikler, indirgenmiş grafen oksit sentezinde şiddetleri azalmıştır (Topaç 2014). FTIR analiz sonuçları göstermiştirki, oksijen içeren fonksiyonel gruplarının varlığı, grafen oksitten indirgenmiş grafen oksit sentezi sırasında azalmıştır. Buda göstermektedir ki, grafen oksitten, indirgenmiş grafen oksit sentezinin başarlı olduğuna işaret etmektedir.

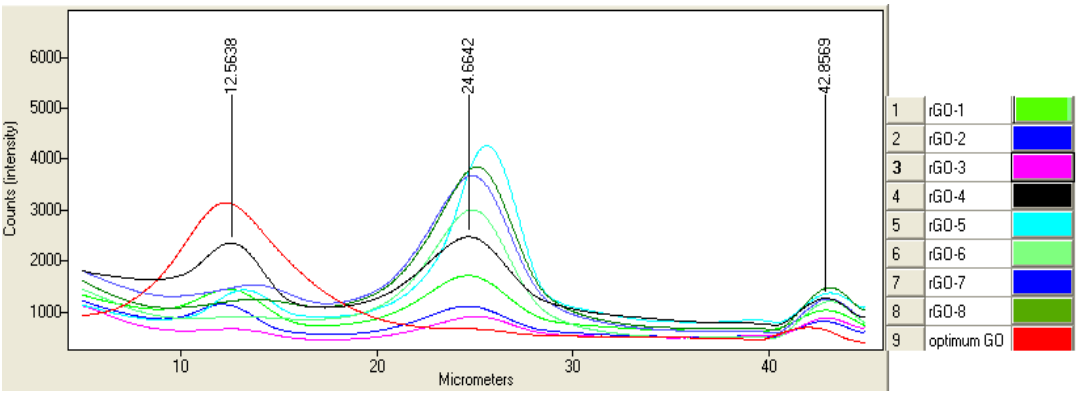
Kimyasal yöntem ile sentezlenen, GO'nun indirgenmesiyle elde edilen rGO' in yapısındaki değişim Raman spektroskopisi ile analiz edilmiştir. Raman spektrumunda G bandı (sp^2) düzenli / aromatik yapıları ifade ederken D bandı (sp^3) ise karbon yapısındaki amorf yapıları, düzensizlikleri, ve oksidasyon sonucunda zarar gören kusurlu yapıları göstermektedir (Tiyek vd. 2016)



Şekil 3.7 rGO sentezi deneylerine ait Raman grafikleri

Şekil 3.7. incelendiğinde rGO'nun Raman deseninde 1350 cm^{-1}'de D pikinin şiddetinde bir artma gözlenmiştir. G pikinin şiddetinin daha yüksek dalga boylarına kayması, düzensizlikte artışa ve dolayısı ile oksijen ve OH gruplarında azalmaya, dolayısıyla katman sayısının azaldığına işaret kabul edilebilse de bu azalmanın derecesi hakkında

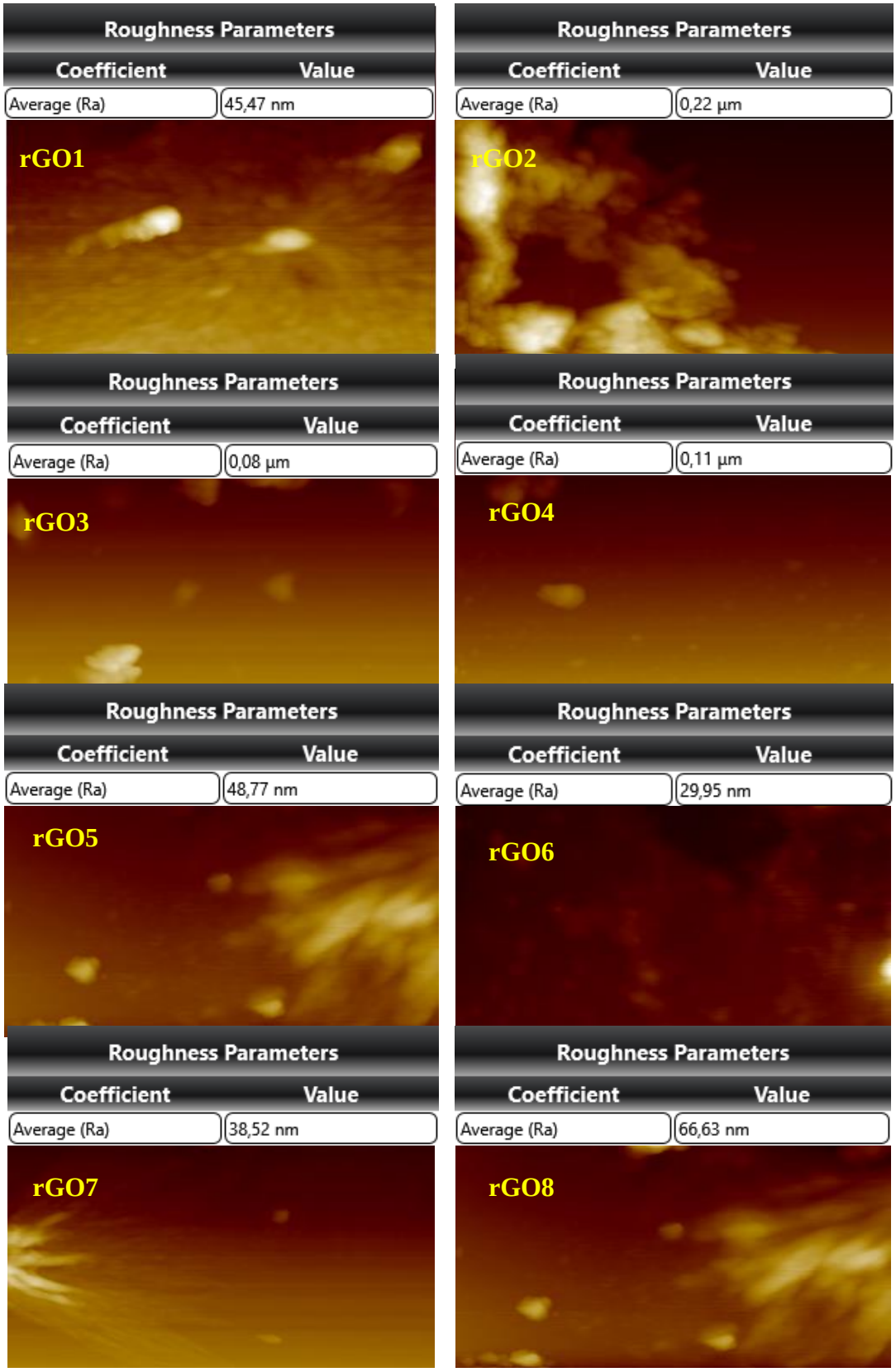
yeterince açık bir görüş sağlamaz. D pikinin daha şiddetli ve geniş olması ise indirgeme işlemi esnasında yapıda kusurların oluşturulduğunu göstermektedir



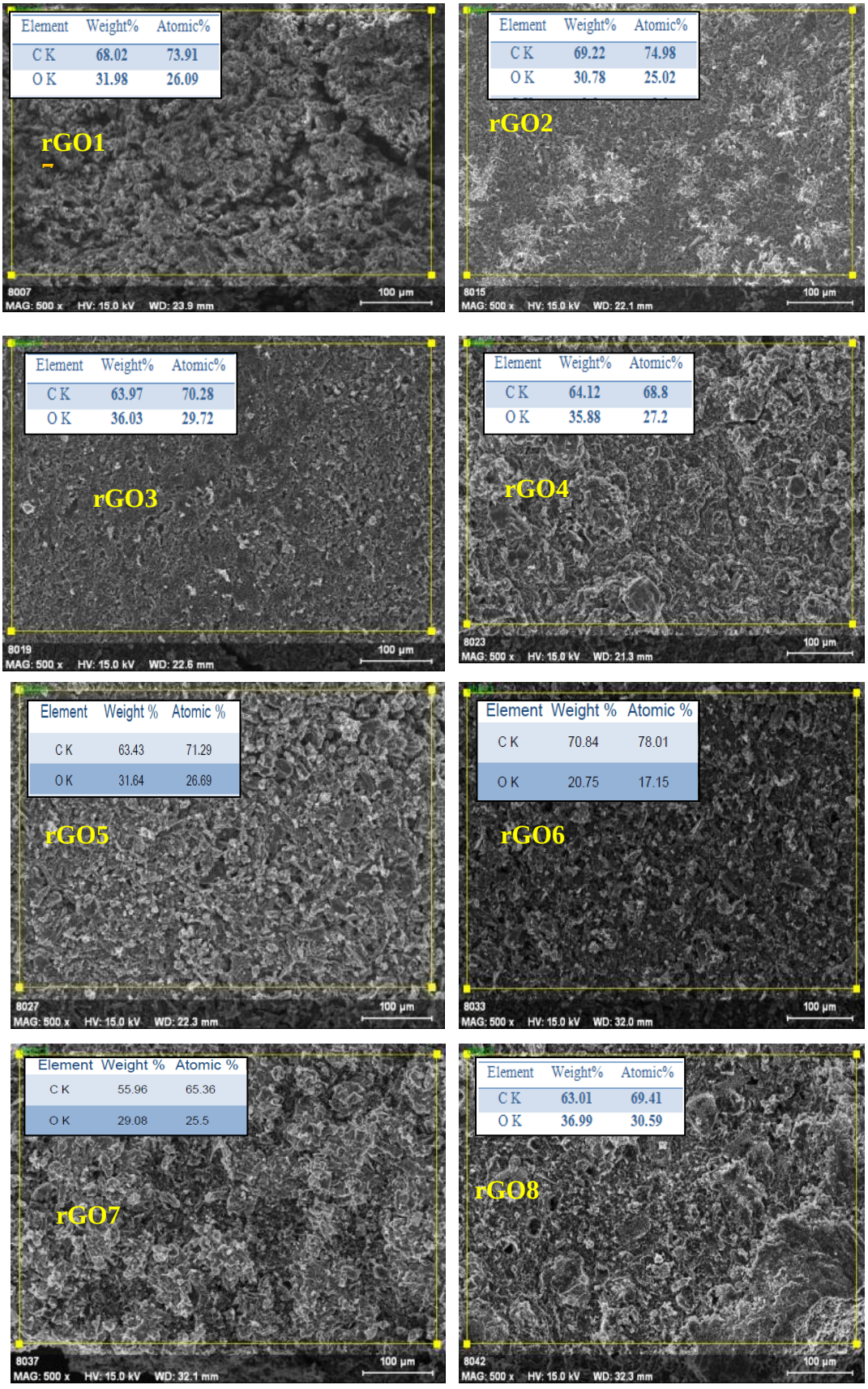
Şekil 3.8 rGO sentezi deneylerine ait XRD grafikleri

Saf GO, XRD deseninde (002) düzleminden 2θ = (9-13)º aralığında bir pik gösterir. Şekil 3.8 incelendiğinde indirgeme işlemi sonrasında (002) düzlem piki oksijen fonksiyonel gruplarının azalması nedeniyle daha yüksek açılara (22-26)º kayar (Topaç 2014). Çalışmalarda XRD deseninde (002) düzleminden 2θ = (22-26)° aralığında pikin grafen oksitten, indirgenmiş grafen oksite dönüşümün başarılı görülmesine karşın, 2θ = (9-13)° aralığındaki pikin varlığı GO tamamen yapısının ortadan kalkmadığına işaret göstermektedir.

AFM görüntüleri yüzey morfolojisini analiz etmek ve indirgenmiş grafen oksitin yüzey morfolojisi özelliklerini, ortalama yüzey pürüzlülüğü gibi, kalınlık sapmasının tahmin edilmesini karakterize etmek için kullanılmıştır. AFM tipik olarak, GO ve rGO' nun tabaka kalınlığını ve yüzey topografisini karakterize etmek için kullanılır. Şekil 3.9 incelendiğinde GO, rGO yapılarına göre daha pürüzsüz olduğu gözlemlenmiştir. rGO yapılarında oluşan pürüzlülüğün GO'nun yapısında bulunan fonksiyonel grupların uzaklaştırılmasından dolayı olduğu düşünülmektedir (De Silva *et al* 2018).



Şekil 3.9 rGO sentezi deneylerine ait AFM görüntüleri



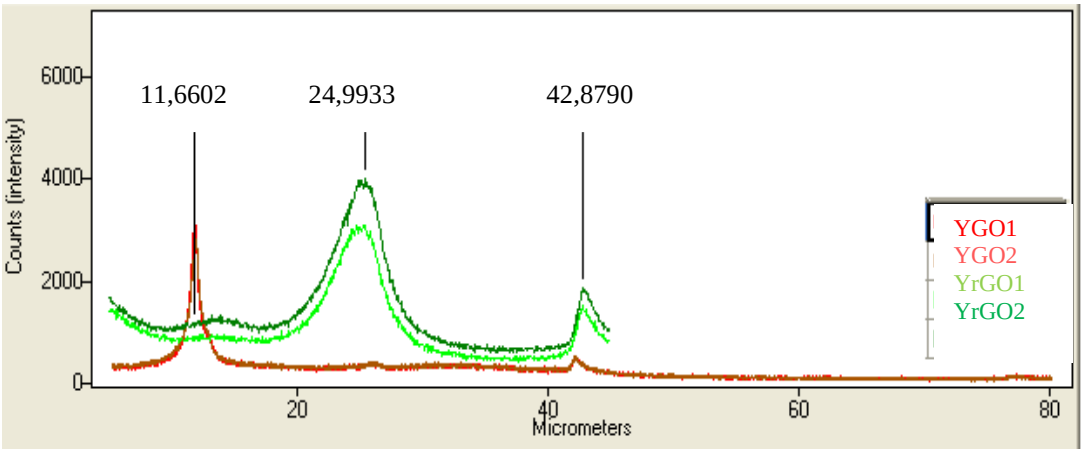
Şekil 3.10 rGO sentezi deneylerine ait SEM+EDX görüntüleri

Şekil 3.10 incelendiğinde, GO'dan, rGO sentezinde, EDX analizi verilerine göre C:O oranları 2,02'den sonrasında, 2,22 - 4,91 aralığında yükselmiştir. C:O oranının artma karbonla tek bağ yapan fonksiyonel grupların miktarının azalmasına bağlanabilir. Bu sonuçlar göstermektedir ki C:O oranının artma kimyasal indirgeme metodu ile rGO sentezinin başarılı olduğunu göstermektedir.

GO'dan kimyasal indirgeme metodu ile rGO sentezi için L_8 (2^7) ortogonal dizisi seçilerek yapılan deneylere ait, Raman (ID/IG,-I2D,D+D'), AFM (Ra), XRD (Cs), EDX (C/O) analizlerinin sonuçları Çizelge 4.6'da tekrarlı olarak verilmiştir.

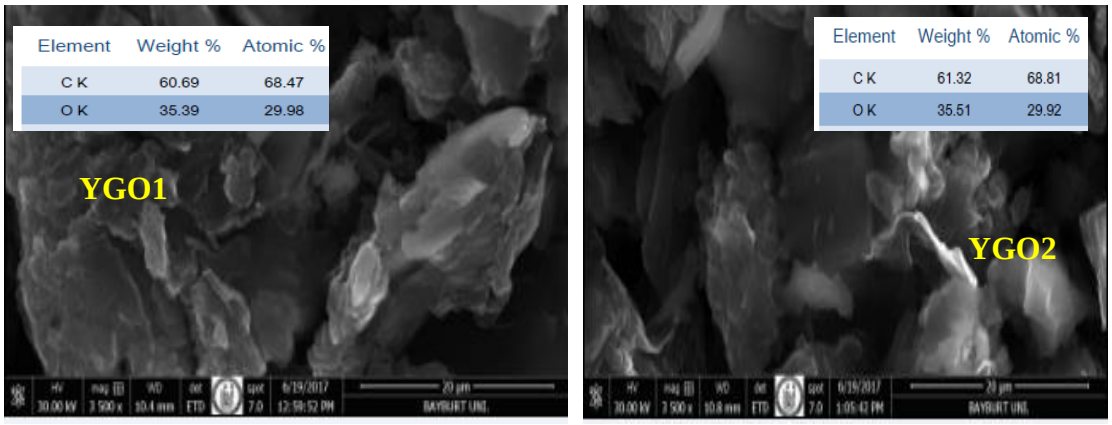
3.3 GO -Beton ve K.K-Beton Deney Tasarımlarında Kullanılmak için Sentezlenen YGO ve YrGO ait Grafiklerin Analiz Edilmesi

$L_8(1^4*2^4)$ Grafen oksit-beton ve $L_9(3^4)$ Karbon kaynaklı-beton deneylerinin yapılabilmesi için deney tasarımlarındaki modele göre en az 629 g yüksek miktarda sentezlenen grafen oksite (YGO) ve 74 g yüksek miktarda sentezlenen indirgenmiş grafen oksite (YrGO) ihtiyaç duyulmuştur. Beton harçı deneylerinde kullanılmak üzere sentezlenen yüksek miktarda grafen oksit (YGO) ve yüksek miktarda indirgenmiş grafen oksitin (YrGO) XRD, SEM+EDX, Raman, FTIR sonuçları verilmiştir.



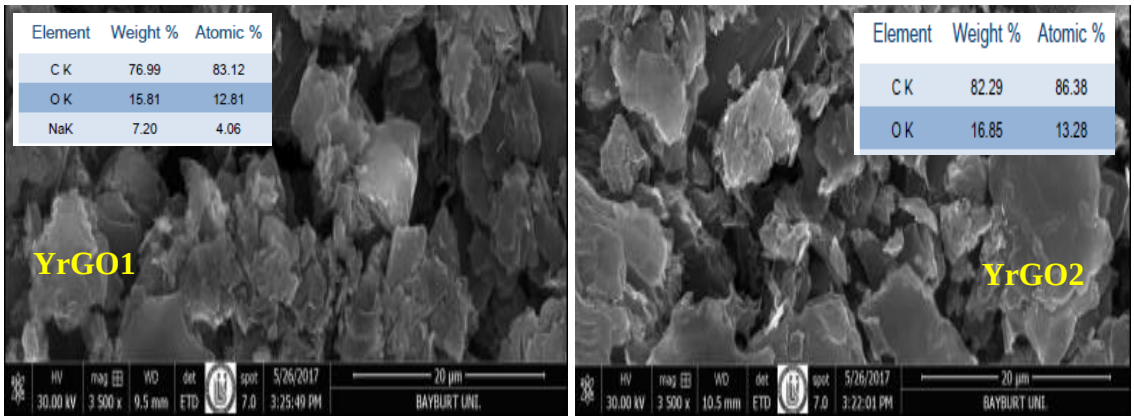
Şekil 3.11 GO-BETON – KK-BETON harçı deneyleri için sentezlenen YGO ve YrGO ait XRD grafikleri

Çalışmalarda GO-BETON deneyleri için sentezlenen grafen oksite ait 2 farklı XRD ölçümde 2θ = (12-13)° aralığında bir pik göstermiştir. KK-BETON deneyleri için Sentezlenen indirgenmiş grafen oksite ait 2 farklı XRD ölçümüde 2θ = (24-26)° aralığında pik göstermiştir. Beton deneyleri için sentezlenen YGO ve YrGO XRD grafiklerinin literatür ile uyumlu sonuçlar verdiği gözlemlenmiştir (Er 2013). Ayrıca $L_8(2^7)$-rGO sentezindeki kısmen görülen 2θ = (9-13)° aralığındaki grafen oksitin varlığına dair pikin, $L_9(3^4)$ KK-BETON deney tasarımı için sentezlenen YrGO'da gözlenmemesi, beton deneyleri için iyileştirlen mevcut sentez yönteminin daha başarılı olduğunu göstermiştir.



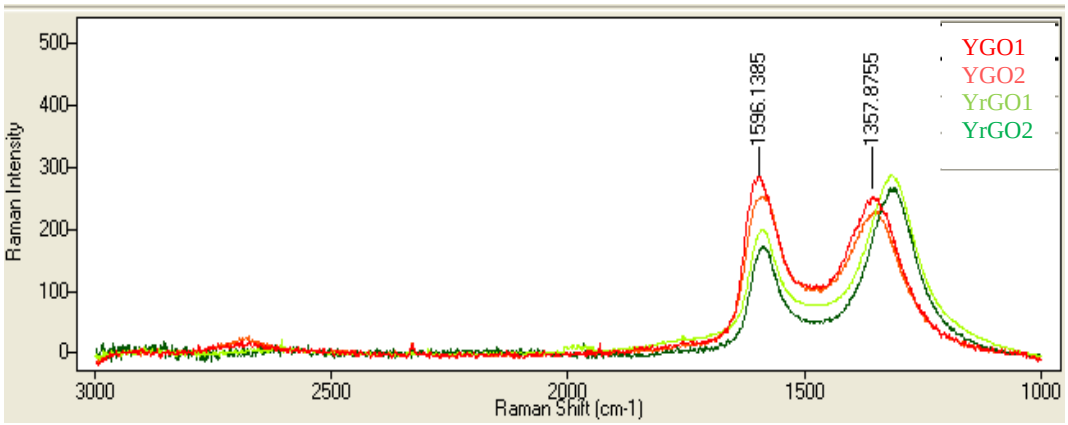
Şekil 3.12 GO-BETON harçı deneyleri için sentezlenen YGO ait SEM+EDX görüntüleri

GO-BETON için sentezlenen grafen oksite ait SEM görüntülerindende anlaşıldığı gibi iki boyutlu GO tabakaları düzlemler halinde kıvrılmış, katlanmış şekilde görülmektedir. Bu kıvrımların oluşmasının sebebi GO oluşumu sırasında ortaya çıkan oksijen içeren fonksiyonel gruplardan ve bunun sonucu oluşan yapısal kusurlardan kaynaklanmaktadır Görüntüler literatürle benzeşmekle beraber, EDX analizi verilerine göre ise C:O oranları oksidasyon sonrasında 2 farklı ölçümde 2,53-2,75 aralığında olduğu tespit edilmiştir. Bu sonuçlar literatürle uyumlu olup grafitten Hummers Yöntemi ile GO-BETON için sentezlenen YGO'nun başarılı olduğunu göstermektedir (Dörtoğul 2018).



Şekil 3.13 KK-BETON harçı deneyleri için sentezlenen YrGO ait SEM+EDX görüntüleri

KK-BETON için sentezlenen yüksek miktardaki indirgenmiş grafen oksite ait SEM görüntülerinde tabakalı yapı görülmekle birlikte grafen tabakalarının topaklaştığı da görülmektedir. Sonuçlar literatür ile benzeşmekle beraber EDX analizi verilerine göre C:O oranları indirgeme işlemi sonrasında iki farklı ölçümde, 2,64'den, 6,49-6,50 aralığına yükselmiştir. Şekilden YrGO ait tabakalı yapı görülmekle birlikte grafen tabakalarının topaklaştığı da görülmektedir.

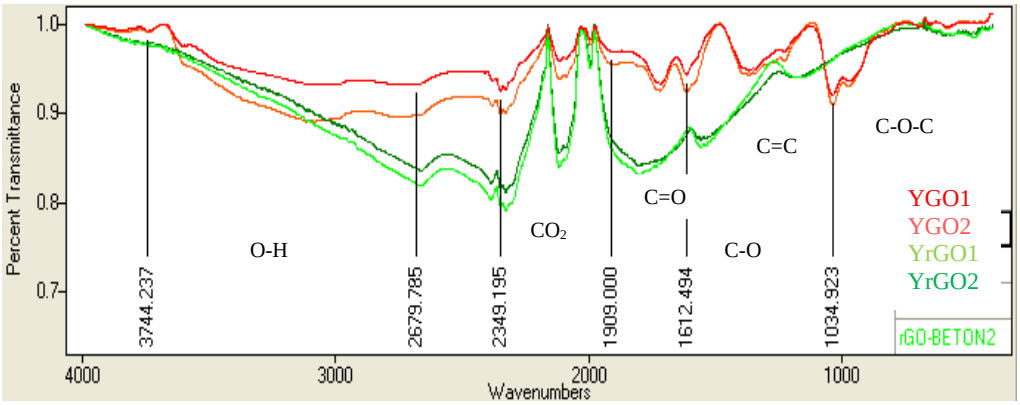


Şekil 3.14 GO-Beton ve KK-Beton deneyleri için sentezlenen YGO ve YrGO ait raman grafikleri

Grafen, Raman deseninde 1350 cm^{-1}'de D piki, 1585 cm^{-1}'de G piki, 2700 cm^{-1}'de 2D piki ve 2930 cm^{-1} D+D' gösterir. GO-Beton için sentezlenen grafen oksite ait D/G pik 0,87~ 0,91 olarak bulunmuştur. G pikinin daha büyük dalga boyuna kayması yığışma ve

tabaka sayısında azalmaya işaret etmektedir. Bulunan sonuçlar GO-Beton için sentezlenen YGO literatür ile uyumlu olduğunu göstermektedir (Şimşek *et al* 2018).

KK-Beton deneyleri için sentezlenen YrGO ait D ve G piklerinin şiddetlerinin (ID/IG) oranın 1,44-1,51 yükseldiği gözlenmiştir. D/G oranındaki bu değişim, düzensizlikteki artışa dolayısıyla tabaka sayısında azalmaya gösterge kabul edilmektedir.



Şekil 3.15. GO-BETON ve KK-BETON deneyleri için sentezlenen YGO ve YrGO ait FTIR grafikleri

FT-IR analiz sonuçları göstermiştirki, oksijen içeren fonksiyonel gruplarının varlığı, grafitten, YGO sentezinin başarlı olduğuna işaret etmektedir. YGO'da var olan O-H gruplarının pikleri ve oksijen içeren fonksiyonel grupların (-OH, C-O ve C-O-C) yapıdan kaybolması, YGO'dan, YrGO sentezinin başarılı olunduğuna işarettir (Erikli 2014).

4. ANALİZ ve OPTİMİZASYON

Çalışmanın bu aşamasında deney tasarımlarına ait sonuçlar tablo haline getirilmiş ve faktör seviyelerindeki ortalama yanıtlar Minitab paket programı ile çözülmüştür. İlişkili faktör etkileri grafiği ortalama ve sinyal/gürültü olarak verilmiştir. En küçük en iyidir ve en büyük en iyidir etki değerleri eşitlik 1.17, 1.8 ($SN_{L,S}$) ile hesaplanmış ağırlıklıça normalize edilmiş karar matrisi sırası ile eşitlik 1.20, 1.21, 1.22 ve 1.23 ile hesaplanmıştır. İdeal çözüm (A^*) ve negatif ideal çözüm (A^-) eşitlik 1.24 ve 1.25 yardımı ile hesaplanmıştır. Eşitlik 1.26 ve 1.27 ayırım ölçütlerinin hesaplanması için kullanılmıştır. Son olarak eşitlik 1.28 kullanılarak her deney için karar noktalarının ideal çözüme göre uzaklıkları (C_i^*) hesaplanmıştır.

4.1 GO Sentezinin Optimum Özelliklerinin Belirlenmesiyle İlgili Kalite Kriterlerine Ait Sonuçların Değerlendirilmesi

Bu çalışmadaki $L_8(2^7)$ Grafen Oksit Sentezindeki kalite kriterlerine ait tekrarlı deneyli sonuçları Çizelge 4.1'de de verildiği üzere, Raman analizindeki D/G, I2D, D+D' değerleri, AFM analizindeki yüzey pürürüzlülüğü değerlerini Ra-nm, XRD analizindeki kristal boyutu değeri Cs-nm değerlerini, SEM+EDX analizindeki C/O oranı değerlerini tekrarlı bir şekilde içermektedir. Çizelge 4.2'de ise kalite kriterlerine ait deney sonuçlarının ortalaması verilmiştir.

Çizelge 4.1 GO sentezi deneylerine ait tekrarlı kalite kriteri deneysel sonuçlar

Deney No	ID/IG (Raman)		I2D (2700 cm^-) (Raman)		D+D' (2930 cm^-) (Raman)		Yüzey Pürüzlülüğü (Ra, nm) (AFM)		Kristal Boyutu (Cs-nm) (XRD)		C/O (Sem+Edax)	
	Seri 1	Seri 2	Seri 1	Seri 2	Seri 1	Seri 2	Seri 1	Seri 2	Seri 1	Seri 2	Seri1	Seri2
GO1	0,968	0,938	15,27	7,005	2,556	0,725	40,85	44,59	7,19	6,93	2,26	2,47
GO2	0,967	0,911	5,346	7,203	1,145	1,271	36,37	39,73	6,59	6,22	2,39	2,51
GO3	0,910	0,875	7,127	3,946	0,547	0,996	129,31	121,54	6,88	7,84	2,02	2,27
GO4	0,893	0,954	9,330	8,274	1,450	0,756	49,56	53,28	3,99	4,25	2,77	3,00
GO5	0,928	0,939	19,13	15,58	4,902	4,102	28,88	25,31	9,64	8,46	2,97	3,14
GO6	0,858	0,877	6,220	12,66	6,492	2,833	24,84	27,20	12,59	10,89	2,58	2,79
GO7	0,870	0,899	19,86	23,27	2,864	5,306	25,45	29,34	10,48	8,86	2,31	2,42
GO8	0,945	0,928	9,980	5,493	3,188	1,388	37,31	34,25	5,72	5,04	2,56	2,65

Çizelge 4.2 GO sentezi deneylerine ait deneysel sonuçlarına ait ortalama değerler

Deney No	ID/IG (Raman)	I2D (2700 cm^{-}) (Raman)	D+D' (2930 cm^{-}) (Raman)	Yüzey Pürüzlülüğü (Ra, nm) (AFM)	Kristal Boyutu (Cs-nm) (XRD)	C/O (Sem+Edax)
	Serilerin Ortalaması	Serilerin Ortalaması	Serilerin Ortalaması	Serilerin Ortalaması	Serilerin Ortalaması	Serilerin Ortalaması
GO1	0,95	11,13	1,64	42,72	7,06	2,37
GO2	0,94	6,27	1,21	38,05	6,41	2,45
GO3	0,89	5,54	0,77	125,43	7,36	2,15
GO4	0,92	8,80	1,10	51,42	4,12	2,89
GO5	0,93	17,36	4,50	27,10	9,05	3,06
GO6	0,87	9,44	4,66	26,02	11,74	2,69
GO7	0,88	21,56	4,08	27,40	9,67	2,37
GO8	0,94	7,74	2,29	35,78	5,38	2,61

4.1.1 GO sentezinde TOPSIS tabanlı Taguchi Methodu

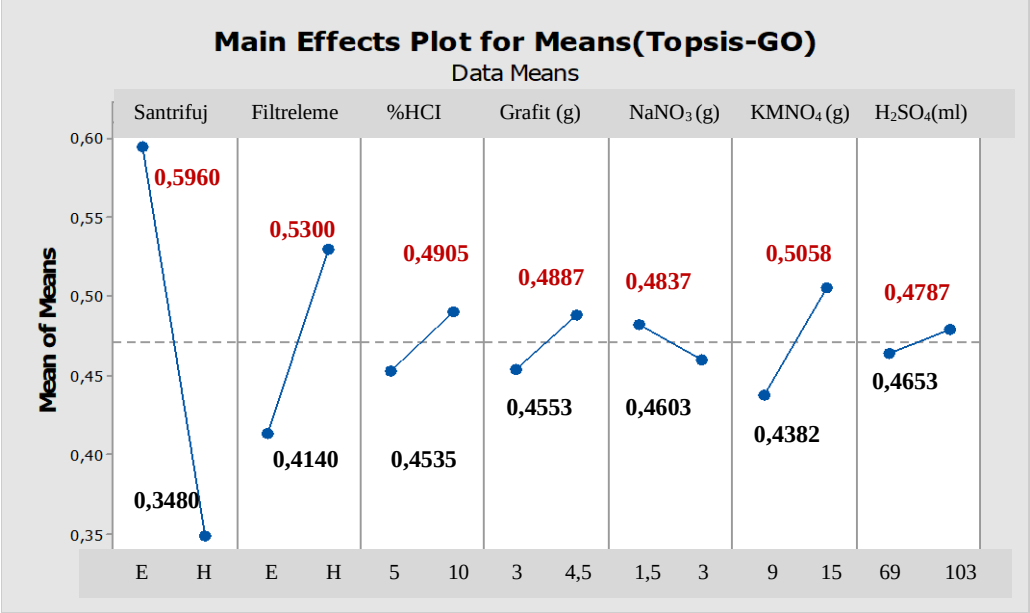
Yapılan deneyler sonucunda, grafen oksit sentezinde, kalite kriterlerine ait ortalama sonuçları Taguchi Metodunu kullanılarak S / N oranları hesaplanmış ve çok yanıtlı kalite kriterlerini tek yanıta TOPSIS Yöntemi ile dönüştürülmştür. Eşitlik 1.17-1.27 arası kullanılarak Çizelge 4.3'de ki karar matrisleri oluşturulmuştur.

Çizelge 4.3 GO sentezi deneyleri için 1. ağırlıklı uygulama için S / N oranları kullanılarak TOPSIS Yöntemi uygulaması

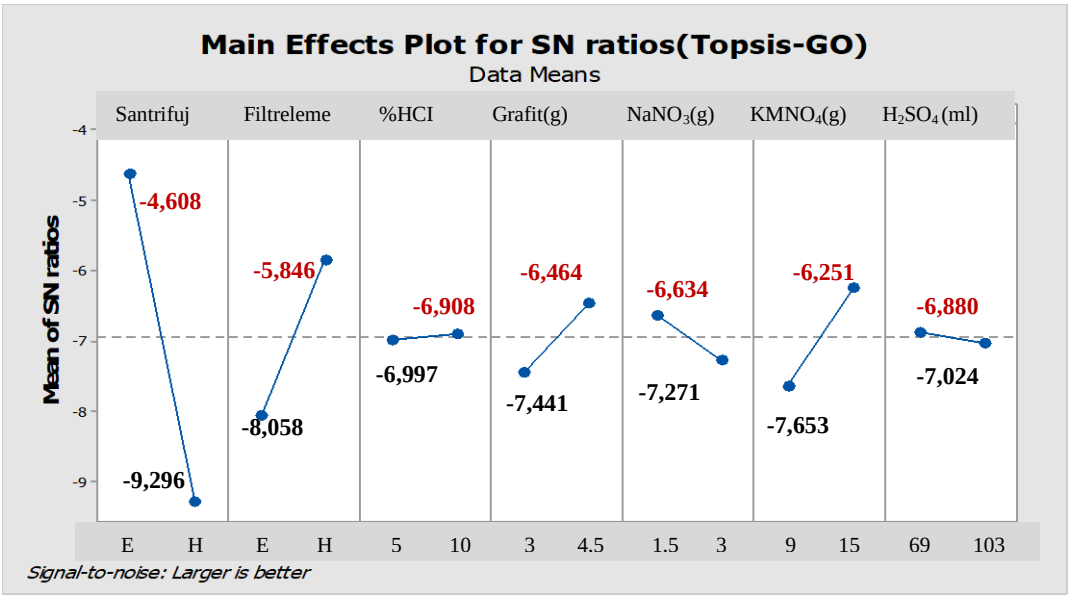
	Karar Matrisi (S/N Oranları)							Ağırlıkça Normalize Edilmiş Karar Matrısi						S_i^*	S_i^-	C_i^*
Yanıtlar	*R1*	*R2*	*R3*	*R4*	*R5*	*R6*		v_{i1}	v_{i2}	v_{i3}	v_{i4}	v_{i5}	v_{i6}			
Ağırlıklar	***0,167***[b]	***0,167***	***0,167***	***0,167***	***0,167***	***0,167***										
GO1	**0,421**[b]	20,934	-4,298	-32,61	-16,98	-7,49		**0,031**[b]	0,06	-0,03	-0,06	-0,06	-0,05	**0,079**[c]	**0,071**[d]	**0,47**[e]
GO2	0,546	15,952	-1,639	-31,61	-16,14	-7,78		0,040	0,05	-0,01	-0,06	-0,06	-0,06	0,067	0,087	0,565
GO3	0,991	14,865	2,252	-41,97	-17,39	-6,65		0,072	0,04	0,02	-0,08	-0,06	-0,05	0,049	0,119	0,708
GO4	0,690	18,892	-0,854	-34,23	-12,30	-9,22		0,050	0,05	-0,01	-0,06	-0,04	-0,07	0,055	0,096	0,637
GO5	0,601	24,790	-13,07	-28,66	-19,13	-9,71		0,044	0,07	-0,09	-0,05	-0,07	-0,07	0,120	0,041	0,253
GO6	1,237	19,497	-13,37	-28,31	-21,39	-8,59		0,090	0,06	-0,09	-0,05	-0,07	-0,06	0,115	0,066	0,364
GO7	1,066	26,675	-12,22	-28,75	-19,71	-7,49		0,077	0,08	-0,09	-0,05	-0,07	-0,05	0,104	0,066	0,386
GO8	0,569	17,771	-7,189	-31,07	-14,62	-8,33		0,041	0,05	-0,05	-0,06	-0,05	-0,05	0,087	0,055	0,389
	2,299[a]	***57,381***	***24,034***	***91,706***	***49,257***	***23,23***	*A*=*	0,090	0,08	0,02	-0,05	-0,04	-0,05			
							A- =	0,031	0,04	-0,09	-0,08	-0,07	-0,07			

[a] *Sütunlardaki her elemanın karelerinin toplamının karekökü*
[b] *[Eşitlik 1.23] : 0,167*[(0,042)/(2,299)]=0,031;*
[c] *[Eşitlik 1.26]: $\{[(0,031)-(0,090)]^2+ \ldots\ldots + [-(0,05)-(-0,05)]^2\}^{1/2}=0,079$*
[d] *[Eşitlik 1.27]: $\{[(0,031)-(0,031)]^2\ldots\ldots\ldots + [-(0,05)-(-0,07)]^2\}^{1/2}=0,071$*
[e] *[Eşitlik 1.28] : 0,079/(0,079+0,071)=0,47*

Birinci ağırlıklı normalize edilmiş değerlere göre hesaplanan C_i* değerlerine ait yanıtlar en büyük en iyi olacak şekilde Taguchi Metoduna göre çözülmüş ve parametrelere ait ortalama grafikleri Şekil 4.1'de, sinyal /gürültü oranları grafikleri ise Şekil 4.2'de verilmiştir.



Şekil 4.1. GO sentezi deneyleri için 1.ağırlık normalize edilmiş değerleri TOPSIS Yöntemi ile kul1anarak elde edilen ortalama değerlerine ait ana etki grafikleri



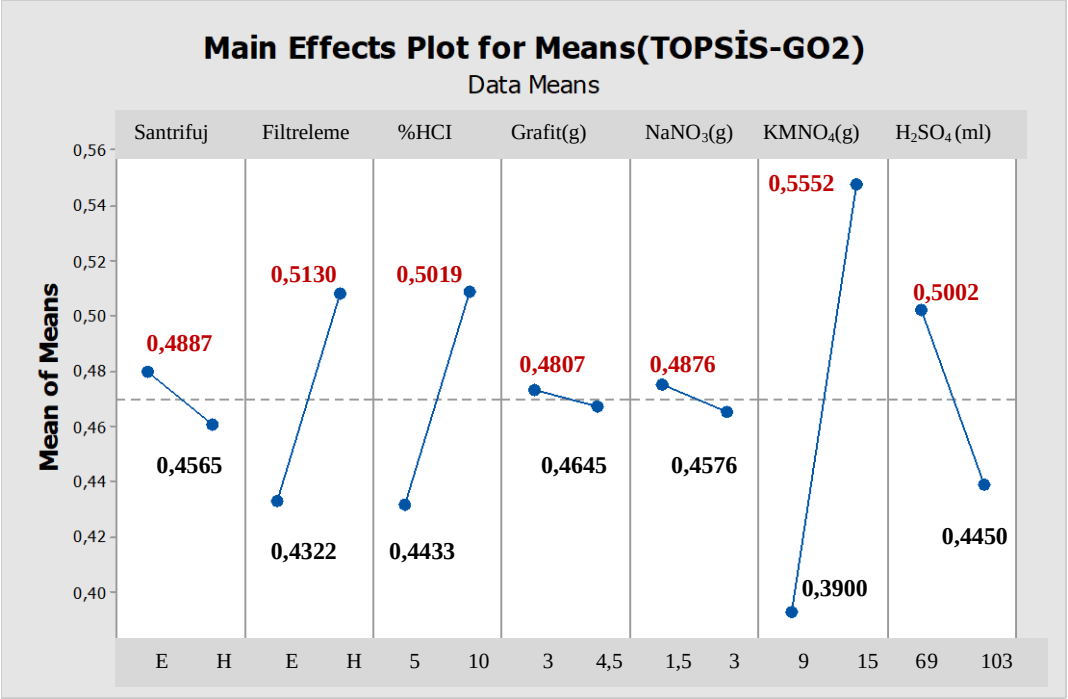
Şekil 4.2. GO sentezi deneyleri için 1.ağırlık normalize edilmiş değerleri TOPSIS Yöntemi ile kul1anarak elde edilen S/N değerlerine ait ana etki grafikleri

İkinci ağırlıklı normalize edilmiş değerlere göre çok yanıtlı optimizasyon problemi tek yanıtlı optimizasyon problemine dönüştürülmesi için karar matrisi ve ağırlıkça normalize edilmiş matris sırası ile hesaplanmıştır. Her deney için karar noktalarının ideal çözüme göreli uzaklıkları (C_i^*) hesaplanmış ve tüm bulgular Çizelge 4.4'e aktarılmıştır.

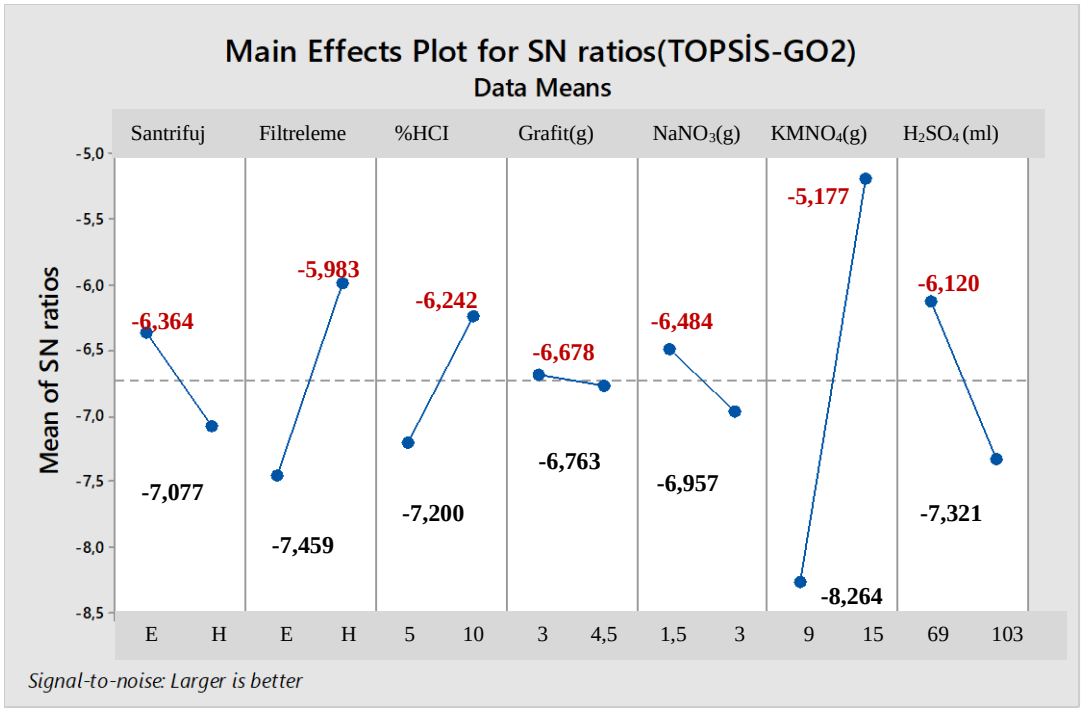
Çizelge 4.4 GO sentezi deneyleri için 2. ağırlıklı uygulama için S / N oranları kullanılarak TOPSIS Yöntemi uygulaması

	Karar Matrisi (S/N Oranları)							**Ağırlıkça Normalize Edilmiş Karar Matrisi**						**S_i^***	**S_i^-**	**C_i^***
Yanıtlar	*R1*	*R2*	*R3*	*R4*	*R5*	*R6*		v_{i1}	v_{i2}	v_{i3}	v_{i4}	v_{i5}	v_{i6}			
Ağırlıklar	***0,212[b]***	***0,121***	***0,091***	***0,242***	***0,061***	***0,273***										
GO1	**0,421[b]**	20,934	-4,298	-32,61	-16,98	-7,49		**0,04[b]**	0,04	-0,02	-0,08	-0,02	-0,09	**0,082[c]**	**0,052[d]**	**0,387[e]**
GO2	0,546	15,952	-1,639	-31,61	-16,14	-7,78		0,05	0,03	-0,01	-0,08	-0,02	-0,09	0,071	0,058	0,451
GO3	0,991	14,865	2,252	-41,97	-17,39	-6,65		0,09	0,03	0,01	-0,11	-0,02	-0,08	0,050	0,087	0,636
GO4	0,690	18,892	-0,854	-34,23	-12,30	-9,22		0,06	0,04	-0,01	-0,09	-0,01	-0,11	0,064	0,059	0,480
GO5	0,601	24,790	-13,07	-28,66	-19,13	-9,71		0,06	0,05	-0,05	-0,07	-0,02	-0,11	0,090	0,044	0,328
GO6	1,237	19,497	-13,37	-28,31	-21,39	-8,59		0,11	0,04	-0,05	-0,07	-0,02	-0,10	0,066	0,085	0,573
GO7	1,066	26,675	-12,22	-28,75	-19,71	-7,49		0,10	0,06	-0,05	-0,07	-0,03	-0,09	0,059	0,078	0,562
GO8	0,569	17,771	-7,189	-31,07	-14,62	-8,33		0,05	0,03	-0,03	-0,08	-0,02	-0,10	0,077	0,044	0,364
	2,299[a]	***57,381***	***24,034***	***91,706***	***49,257***	***23,23***	*A*=*	0,11	0,06	0,01	-0,07	-0,01	-0,08			
							A- =	0,04	0,03	-0,05	-0,11	-0,03	-0,11			

İkinci ağırlıklı normalize edilmiş değerlere göre hesaplanan C_i* değerlerine ait yanıtlar en büyük en iyi olacak şekilde Taguchi Metoduna göre çözülmüş ve parametrelere ait ortalama grafikleri Şekil 4.3' de, sinyal/gürültü oranı grafikleri ise Şekil 4.4' de verilmiştir.



Şekil 4.3. GO sentezi deneyleri için 2.ağırlık normalize edilmiş değerleri TOPSIS Yöntemi kul1anarak elde edilen ortalama değerlerine ait ana etki grafikleri



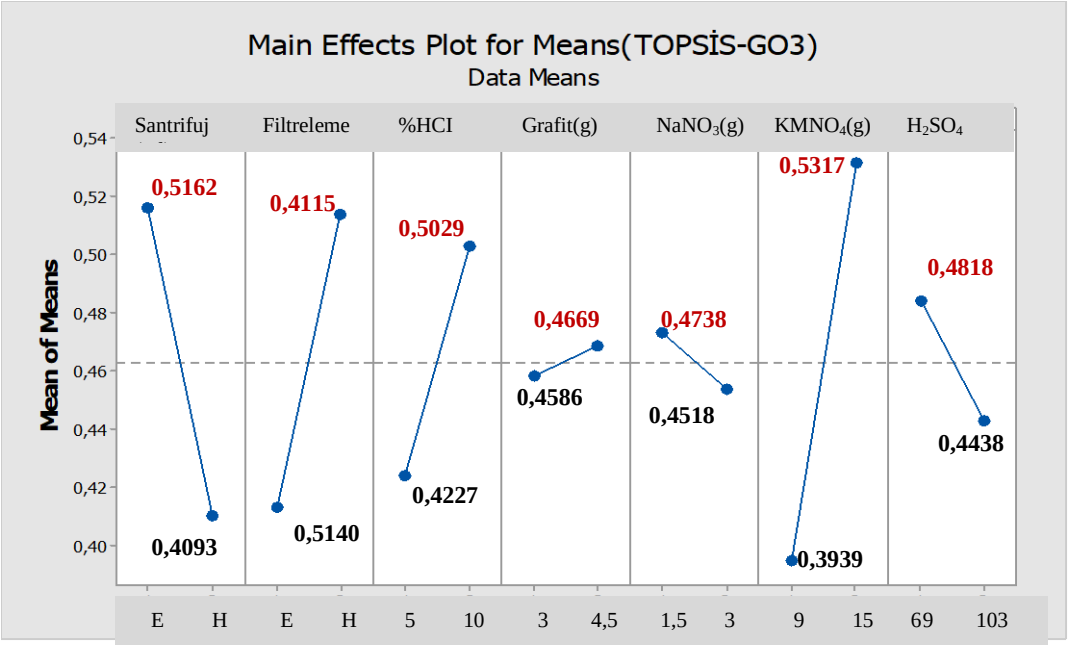
Şekil 4.4 GO sentezi deneyleri için 2.ağırlıklı normalize edilmiş değerleri TOPSIS Yöntemi kul1anarak elde edilen S/N değerlerine ait ana etki grafikleri

Üçüncü ağırlıklı normalize edilmiş değerlere göre çok yanıtlı optimizasyon problemi tek yanıtlı optimizasyon problemine dönüştürülmesi için normalize edilen karar matrisi ve ağırlıklı normalize edilmiş matris sırası ile hesaplanmıştır. Her deney için karar noktalarının ideal çözüme göreli uzaklıkları hesaplanmış ve tüm bulgular Çizelge 4.5'e aktarılmıştır.

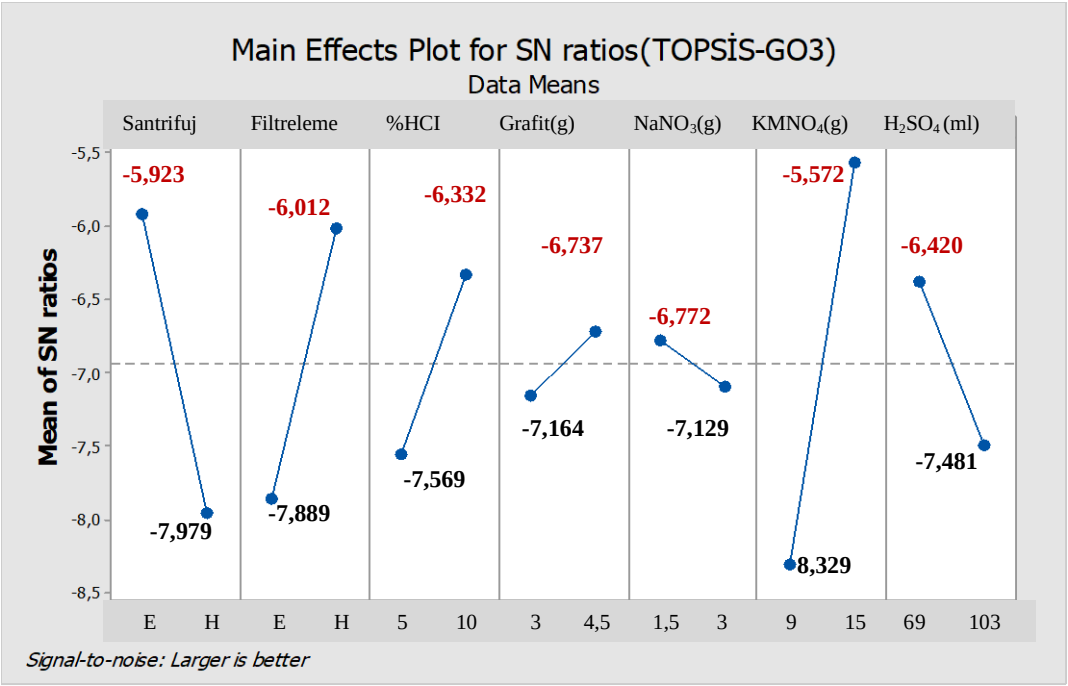
Çizelge 4.5 GO sentezi deneyleri için 3. ağırlıklı uygulama için S / N oranları kullanılarak TOPSIS Yöntemi uygulaması

	Karar Matrisi (S/N Oranları)							**Ağırlıkça Normalize Edilmiş Karar Matrisi**						S_i^*	S_i^-	C_i^*
Yanıtlar	*R1*	*R2*	*R3*	*R4*	*R5*	*R6*		v_{i1}	v_{i2}	v_{i3}	v_{i4}	v_{i5}	v_{i6}			
Ağırlıklar	***0,257[b]***	***0.171***	***0.143***	***0.229***	***0.114***	***0.086***										
GO1	**0,042[b]**	20,934	-4,298	-32,61	-16,98	-7,49		**0,05[b]**	0,06	-0,03	-0,08	-0,04	-0,03	**0,102[c]**	**0,063[d]**	**0,382[e]**
GO2	0,546	15,952	-1,639	-31,61	-16,14	-7,78		0,06	0,05	-0,01	-0,08	-0,04	-0,03	0,088	0,077	0,468
GO3	0,991	14,865	2,252	-41,97	-17,39	-6,65		0,11	0,04	0,01	-0,11	-0,04	-0,02	0,057	0,114	0,664
GO4	0,690	18,892	-0,854	-34,23	-12,30	-9,22		0,08	0,06	-0,01	-0,09	-0,03	-0,03	0,070	0,086	0,551
GO5	0,601	24,790	-13,07	-28,66	-19,13	-9,71		0,07	0,07	-0,08	-0,07	-0,04	-0,04	0,117	0,049	0,295
GO6	1,237	19,497	-13,37	-28,31	-21,39	-8,59		0,14	0,06	-0,08	-0,07	-0,05	-0,10	0,098	0,098	0,501
GO7	1,066	26,675	-12,22	-28,75	-19,71	-7,49		0,12	0,08	-0,07	-0,07	-0,05	-0,03	0,090	0,088	0,493
GO8	0,569	17,771	-7,189	-31,07	-14,62	-8,33		0,06	0,05	-0,04	-0,08	-0,03	-0,03	0,098	0,052	0,348
	2.299[a]	***57,381***	***24,034***	***91,706***	***49,257***	***23,23***	*A*=*	0,14	0,08	0,01	-0,07	-0,03	-0,02			
							A- =	0,05	0,04	-0,08	-0,10	-0,05	-0,04			

Üçüncü ağırlıklı normalize edilmiş değerlere göre hesaplanan C_i* değerlerine ait yanıtlar Taguchi Metoduna göre çözülmüş ve parametrelere ait ortalama grafikleri Şekil 4.5'de, sinyal/gürültü oranı grafikleri ise Şekil 4.6'da verilmiştir.



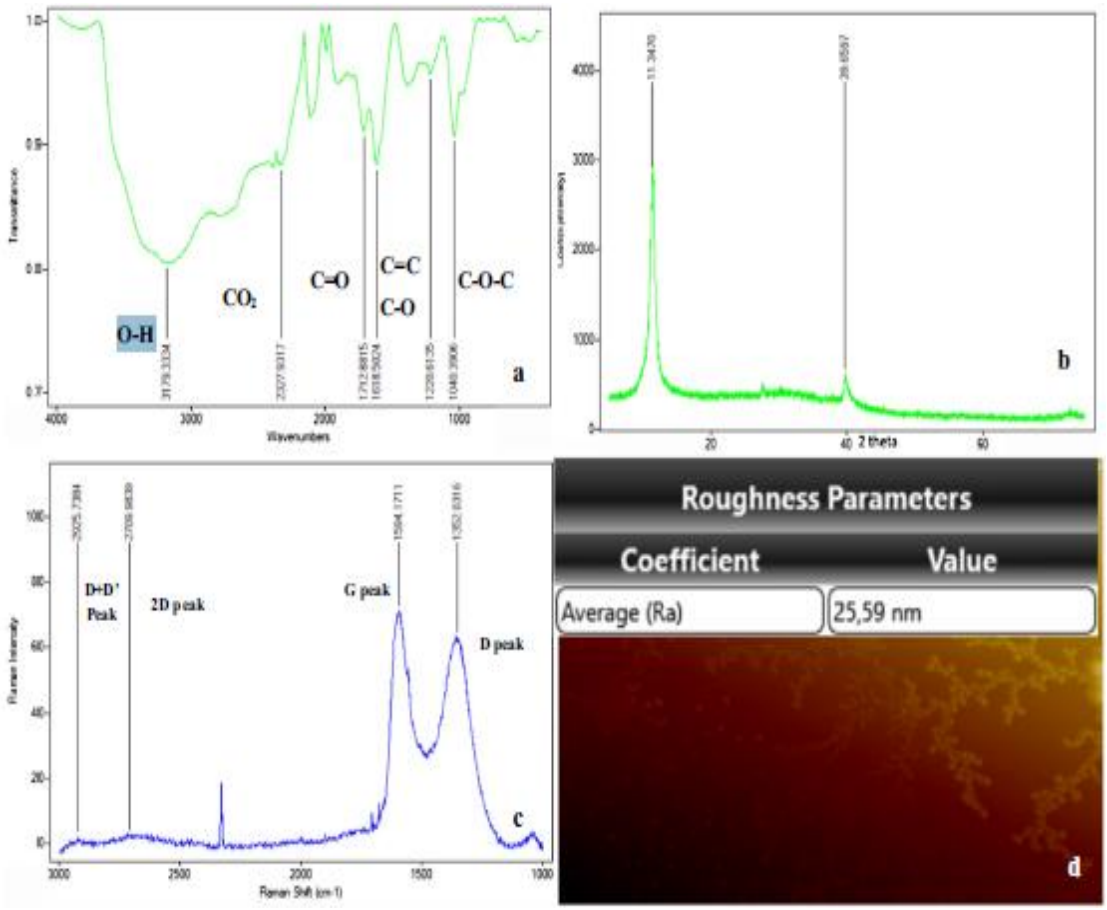
Şekil 4.5 GO sentezi deneyleri için 3.ağırlık normalize edilmiş değerleri TOPSIS Yöntemi kul1anarak elde edilen ortalama değerlerine ait ana etki grafikleri



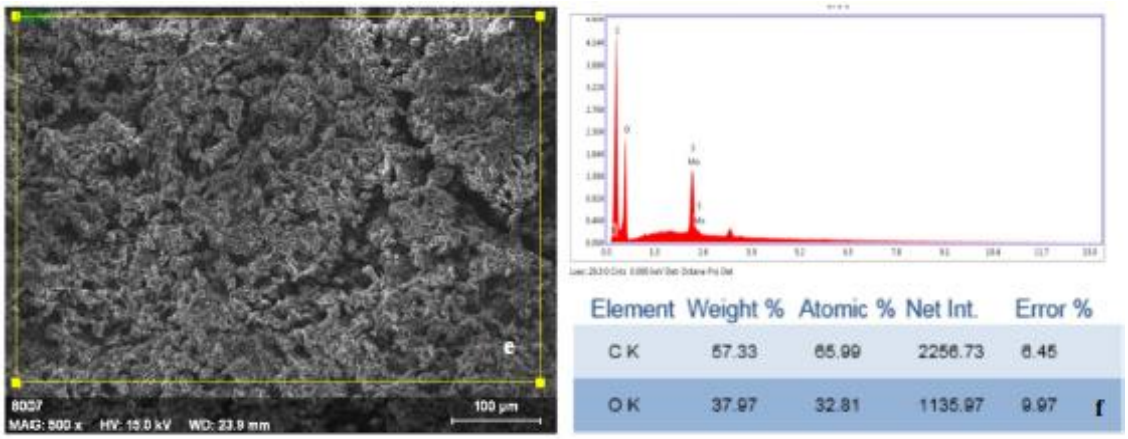
Şekil 4.6 GO sentezi deneyleri için 3.ağırlık normalize edilmiş değerleri TOPSIS Yöntemi kul1anarak elde edilen S/N değerlerine ait ana etki grafikleri

4.1.2 GO sentezinde doğrulama deneylerinin yapılması

Doğrulama deneyleri için optimum şartlarda sentezlenen grafen oksit örneklerinde kalite kriterlerine ait analiz sonuçları Şekil 4.7'de verilmiştir. Şekil 4.7 incelendiğinde, grafite ait XRD deseninde 26,7º görülen pikin sentezlenen GO örneğinde 11,34º dönüştüğü, FTIR analizleri incelendiğinde GO'e ait olan karboksil, hidroksil ve epoksil bağların varlığına dair piklere rastlanmıştır. Raman analizleri incelendiğinde grafite göre, grafen oksite ait olan G pikinin daha geniş ve D pikinin şiddetinin G pikine göre daha zayıf ama daha yayvan olduğu görülmektedir. Bu ise grafen oksite ait karakteristik bir Raman grafiğidir. AFM analizi incelendiğinde grafen oksite ait karboksil ve hidroksil grupların varlığından dolayı yapı pürüzsüzlü bir haldedir. SEM görüntüleri incelendiğinde GO'e ait düzlemler kıvrılmış ve katlanmış şekilde görülmektedir. EDX sonuçları GO sentezinin gayet başarılı olduğunu göstermektedir.



Şekil 4.7. GO sentezine ait doğrulama deneyleri için a) FTIR, b) XRD, c) RAMAN, d) AFM analizlerinin karaterizasyonu



Şekil 4.7. GO sentezine ait doğrulama deneyleri için e) SEM ve f) EDX analizlerinin karakterizasyonu

4.2 rGO Sentezinin Optimum Özelliklerinin Belirlenmesiyle İlgili Kalite Kriterlerine Ait Sonuçların Değerlendirilmesi

GO'ten kimyasal indirgeme metodu ile rGO sentezi için L_8 (2^7) ortogonal dizisi seçilerek yapılan deneylere ait, kalite kriterlerine ait analizlerin tekrarlı deney sonuçları Çizelge 4.6' de verilmiş olup ortalamaları ise Çizelge 4.7'de verilmiştir.

Çizelge 4.6 rGO sentezi deneylerine ait kalite kriteri sonuçları

Deney No	ID/IG (Raman)		I2D (~2700 cm^{-}) (Raman)		D+D' (~2930 cm^{-}) (Raman)		Yüzey Pürüzlülüğü (AFM-nm)		Kristal Boyutu (XRD-nm)		C/O (SEM+EDX)	
	Seri 1	Seri 2	Seri 1	Seri 2	Seri 1	Seri2	Seri 1	Seri 2	Seri1	Seri2	Seri1	Seri2
rGO1	1,104	1,142	1,686	2,566	1,387	1,076	45,47	52,77	5,76	5,52	2,83	2,66
rGO2	1,208	1,232	3,262	5,166	0,957	0,704	220,0	194,67	1,93	2,14	3,00	3,24
rGO3	1,218	1,240	5,678	7,684	1,873	2,105	80,0	94,44	5,26	5,87	2,36	2,48
rGO4	1,149	1,135	7,087	6,056	2,720	3,087	110,0	117,76	4,69	4,76	2,53	2,71
rGO5	1,034	1,019	2,245	3,198	0,560	0,631	48,77	55,87	8,32	8,65	3,71	3,63
rGO6	1,243	1,278	2,488	3,854	1,633	1,894	29,95	35,55	2,05	2,26	4,55	4,91
rGO7	1,303	1,331	3,382	4,473	2,292	2,067	38,52	43,39	9,11	10,12	2,56	3,02
rGO8	1,196	1,165	2,340	3,188	1,244	1,209	66,63	73,17	4,86	5,03	2,34	2,22

Çizelge 4.7. rGO sentezi deneylerine ait deneysel sonuçlarına ait ortalama değerler

Deney No	ID/IG (Raman) Serilerin Ortalaması	I2D (2700 cm^{-1}) (Raman) Serilerin Ortalaması	D+D' (2930 cm^{-1}) (Raman) Serilerin Ortalaması	Yüzey Pürüzlülüğü (AFM-nm) Serilerin Ortalaması	Kristal Boyutu, (XRD-nm) Serilerin Ortalaması	C/O (SEM+EDX) Serilerin Ortalaması
rGO1	1,12	2,13	1,23	49,12	5,64	2,75
rGO2	1,22	4,21	0,83	207,34	2,04	3,12
rGO3	1,23	6,68	1,99	87,22	5,57	2,42
rGO4	1,14	6,57	2,90	113,88	4,73	2,62
rGO5	1,03	2,72	0,60	52,32	8,49	3,67
rGO6	1,26	3,17	1,76	32,75	2,16	4,73
rGO7	1,32	3,93	2,18	40,96	9,62	2,79
rGO8	1,18	2,76	1,23	69,90	4,95	2,28

4.2.1 rGO sentezinde TOPSIS tabanlı Taguchi Yöntemi

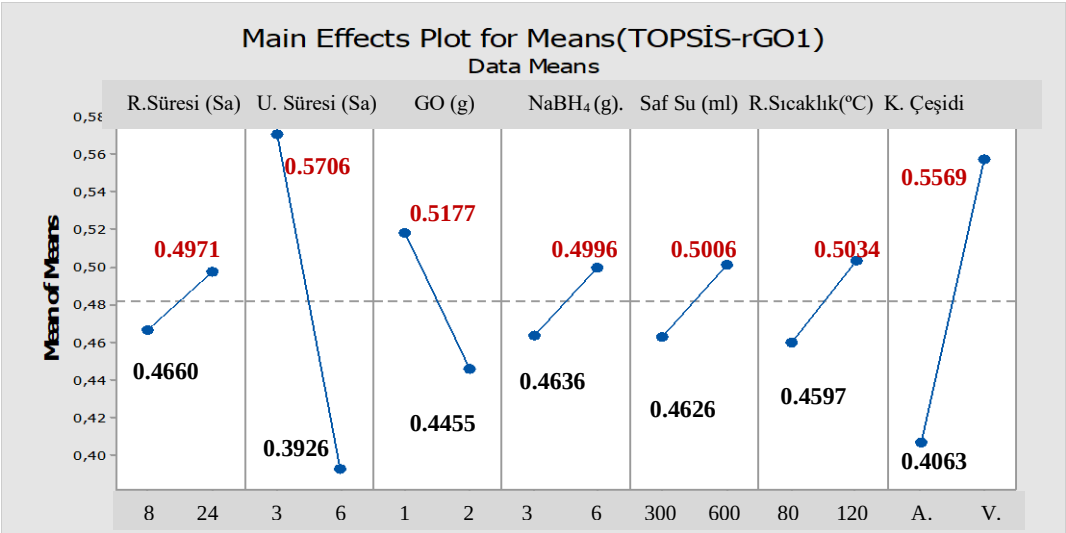
Yapılan ikinci aşama deneyler sonucunda, indirgenmiş grafen oksit sentezinde, ağırlıklı normalize edilmiş değerlere göre çok yanıtlı optimizasyon problemi tek yanıtlı optimizasyon problemine dönüştürülmesi için normalize edilen karar matrisi ve ağırlıklı normalize edilmiş matris sırası ile hesaplanıştır. Her deney için karar noktalarının ideal çözüme göreli uzaklıkları (C_i^*) hesaplanmış ve tüm bulgular Çizelge 4.8'e aktarılmıştır.

Çizelge 4.8. rGO sentezi deneyleri için 1. ağırlıklı uygulama için S / N oranlarını kullanılarak TOPSIS Yöntemi uygulaması

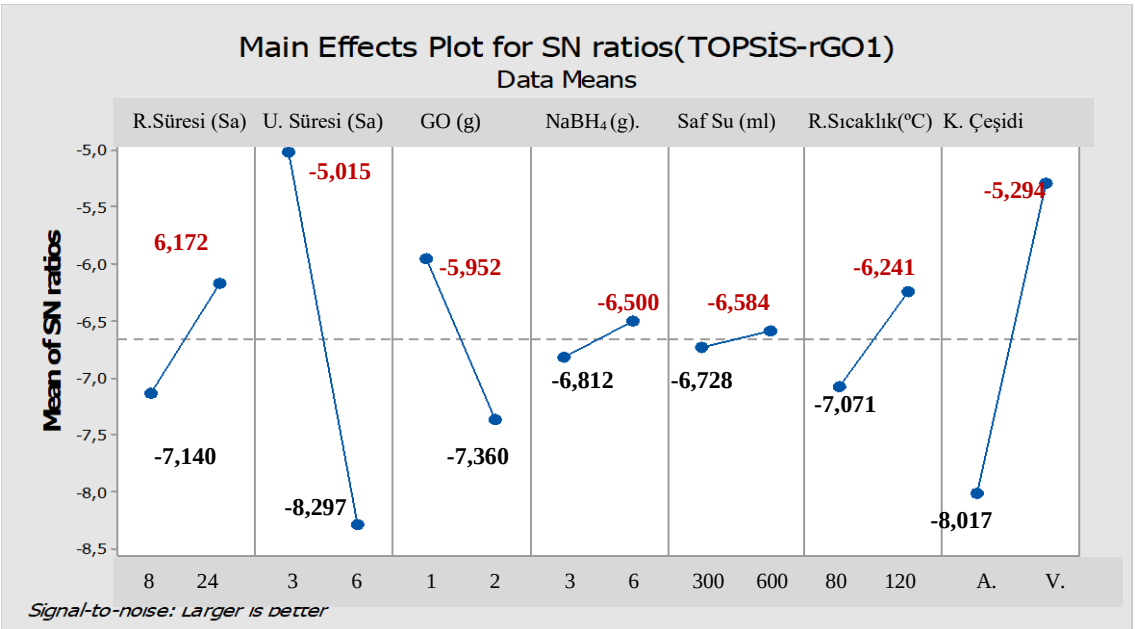
	Karar Matrisi (S/N Oranları)							Ağırlıkça Normalize Edilmiş Karar Matrısi						S_i^*	S_i^-	C_i^*
Yanıtlar	*R1*	*R2*	*R3*	*R4*	*R5*	*R6*		v_{i1}	v_{i2}	v_{i3}	v_{i4}	v_{i5}	v_{i6}			
Ağırlıklar	***0,167***[b]	***0,167***	***0,167***	***0,167***	***0,167***	***0,167***										
rGO1	1,008	6,551	-1,81	-33,83	-15,03	8,79		**0,04**	0,03	-0,02	-0,05	-0,06	0,05	**0,11**[c]	**0,09**[d]	**0,45**[e]
rGO2	1,728	12,49	1,613	-46,33	-6,171	9,88		0,06	0,06	0,018	-0,07	-0,03	0,06	0,06	0,15	0,73
rGO3	1,791	16,50	-5,97	-38,81	-14,91	7,68		0,07	0,08	-0,07	-0,06	-0,06	0,05	0,13	0,09	0,40
rGO4	1,152	16,35	-9,26	-41,13	-13,49	8,37		0,04	0,08	-0,10	-0,07	-0,06	0,05	0,17	0,07	0,28
rGO5	0,228	8,70	4,502	-34,37	-18,57	11,29		0,09	0,04	0,051	-0,05	-0,08	0,07	0,10	0,16	0,60
rGO6	2,010	10,02	-4,93	-30,30	-6,669	13,50		0,07	0,05	-0,05	-0,05	-0,03	0,08	0,11	0,11	0,50
rGO7	2,392	11,88	-6,77	-32,25	-19,66	8,91		0,09	0,06	-0,07	-0,05	-0,08	0,05	0,14	0,09	0,39
rGO8	1,442	8,83	-1,77	-36,89	-13,88	7,16		0,05	0,04	-0,02	-0,06	-0.06	0.04	0,10	0,10	0,50
	4,5[a]	***33,7***	***14,9***	***104,8***	***40,46***	***27,3***	*A*=*	0,09	0,08	0,051	-0,05	-0,03	0,08			
							A- =	0,09	0,03	-0,10	-0,07	-0,08	0,04			

[a] *Sütunlardaki her elemanın karelerinin toplamının karekökü*
[b] *[Eşitlik 1.21] : 0,167*[(1,008)/(4,5)]=**0,04**;*
[c] *[Eşitlik 1.26]: $\{[(0,04)-(0,09)]^2+ \ldots\ldots+ [(0,05)-(0.,8)]^2\}^{1/2}$=**0,11***
[d] *[Eşitlik 1.27]: $\{[(0,04)-(0,09)]^2 \ldots\ldots\ldots+ [(0,05)-(0,04)]^2\}^{1/2}$=**0,09***
[e] *[Eşitlik 1.28]: 0,165/(0,165+0,096)=**0,45***

Çizelge 4.8'de hesaplanan C_i* değerlerine ait yanıtlar Minitab programı ile en büyük en iyi olacak şekilde Taguchi Metoduna göre çözülmüş ve parametrelere ait ortalama grafikleri Şekil 4.8'de, sinyal/gürültü oranları grafikleri ise Şekil 4.9 'da verilmiştir.



Şekil 4.8 rGO sentezi deneyleri için 1.ağırlık normalize edilmiş değerleri TOPSIS Yöntemi kul1anarak elde edilen ortalama değerlerine ait ana etki grafikleri



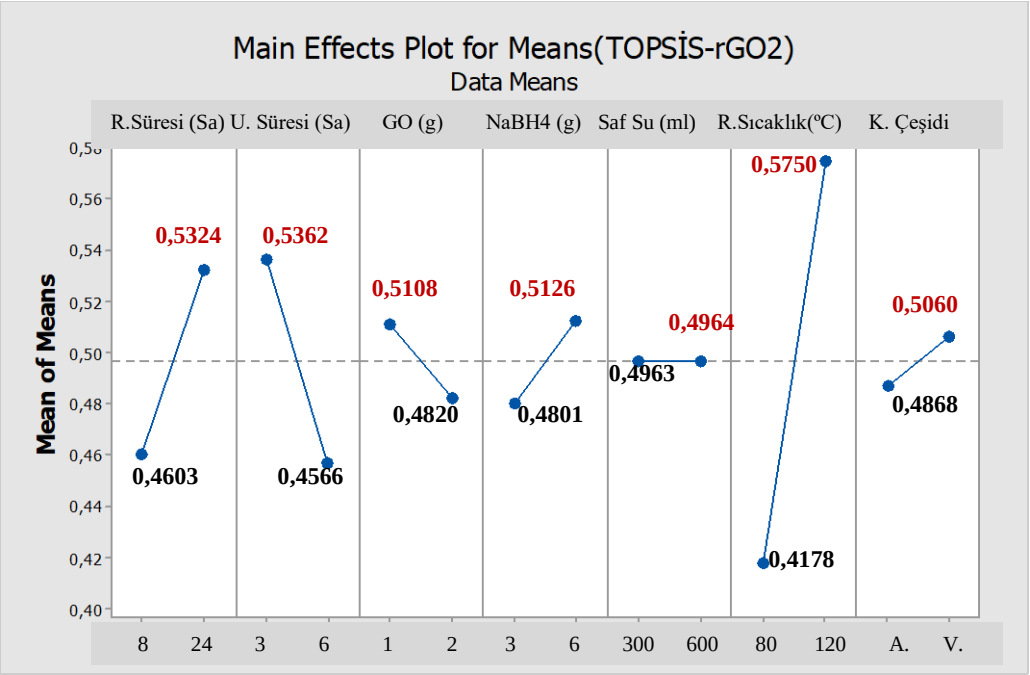
Şekil 4.9 rGO sentezi deneyleri için 1.ağırlık normalize edilmiş değerleri TOPSIS Yöntemi kul1anarak elde edilen S/N değerlerine ait ana etki grafikleri

İkinci ağırlıklı normalize edilmiş değerlere göre çok yanıtlı optimizasyon problemi tek yanıtlı optimizasyon problemine dönüştürülmüş ve her deney için karar noktalarının ideal çözüme göreli uzaklıkları hesaplanmış ve tüm bulgular Çizelge 4.9'a aktarılmıştır.

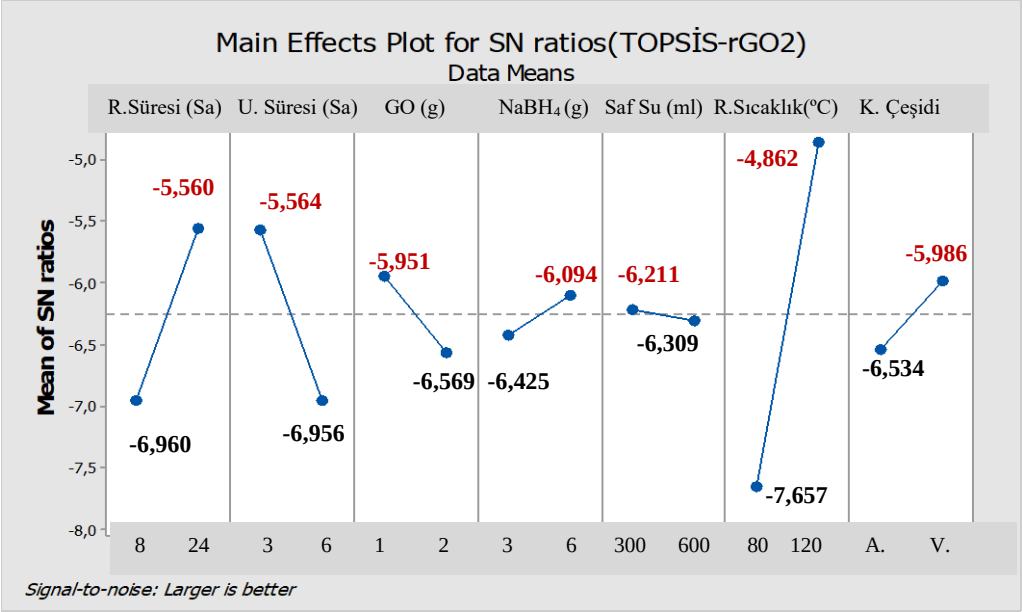
Çizelge 4.9 rGO sentezi tasarımı için 2. ağırlıklı uygulama için S / N oranları kullanılarak TOPSIS Yöntemi uygulaması

	Karar Matrisi (S/N Oranları)							**Ağırlıkça Normalize Edilmiş Karar Matrisi**						S_i^*	S_i^-	C_i^*
Yanıtlar	*R1*	*R2*	*R3*	*R4*	*R5*	*R6*		v_{i1}	v_{i2}	v_{i3}	v_{i4}	v_{i5}	v_{i6}			
Ağırlıklar	***0,212[b]***	***0,121***	***0,091***	***0,242***	***0,061***	***0,273***										
rGO1	1,008	6,551	-1,81	-33,83	-15,03	8,79		**0,04**	0,02	-0,01	-0,08	-0,02	0,09	**0,10 [c]**	**0,07 [d]**	**0,41[e]**
rGO2	1,728	12,49	1,613	-46,33	-6,171	9,88		0,08	0,04	0,01	-0,11	-0,01	0,1	0,06	0,10	0,62
rGO3	1,791	16,50	-5,97	-38,81	-14,91	7,68		0,08	0,06	-0,04	-0,09	-0,02	0,08	0,09	0,09	0,48
rGO4	1,152	16,35	-9,26	-41,13	-13,49	8,37		0,05	0,06	-0,06	-0,09	-0,02	0,08	0,12	0,06	0,33
rGO5	0,228	8,70	4,502	-34,37	-18,57	11,29		0,01	0,03	0,03	-0,08	-0,03	0,11	0,11	0,10	0,47
rGO6	2,010	10,02	-4,93	-30,30	-6,669	13,50		0,09	0,04	-0,03	-0,07	-0,01	0,13	0,06	0,12	0,64
rGO7	2,392	11,88	-6,77	-32,25	-19,66	8,91		0,11	0,04	-0,04	-0,07	-0,03	0,09	0,09	0,11	0,56
rGO8	1,442	8,83	-1,77	-36,89	-13,88	7,16		0,07	0,03	-0,01	-0,08	-0,02	0,07	0,09	0,08	0,45
	4,5[a]	***33,7***	***14,9***	***104,8***	***40,46***	***27,3***	*A*=*	0,11	0,06	0,03	-0,07	-0,01	0,13			
							A- =	0,01	0,02	-0,06	-0,10	-0,03	0,07			

İkinci ağırlıklı normalize edilmiş değerlere göre hesaplanan C_i* değerlerine ait yanıtlar çözülmüş ve parametrelere ait ortalama değer grafikleri Şekil 4.10'da, sinyal/gürültü oranları grafikleri ise Şekil 4.11'de verilmiştir.



Şekil 4.10 rGO sentezi deneyleri için 2.ağırlık normalize edilmiş değerleri TOPSIS Yöntemi kul1anarak elde edilen ortalama değerlerine ait ana etki grafikleri



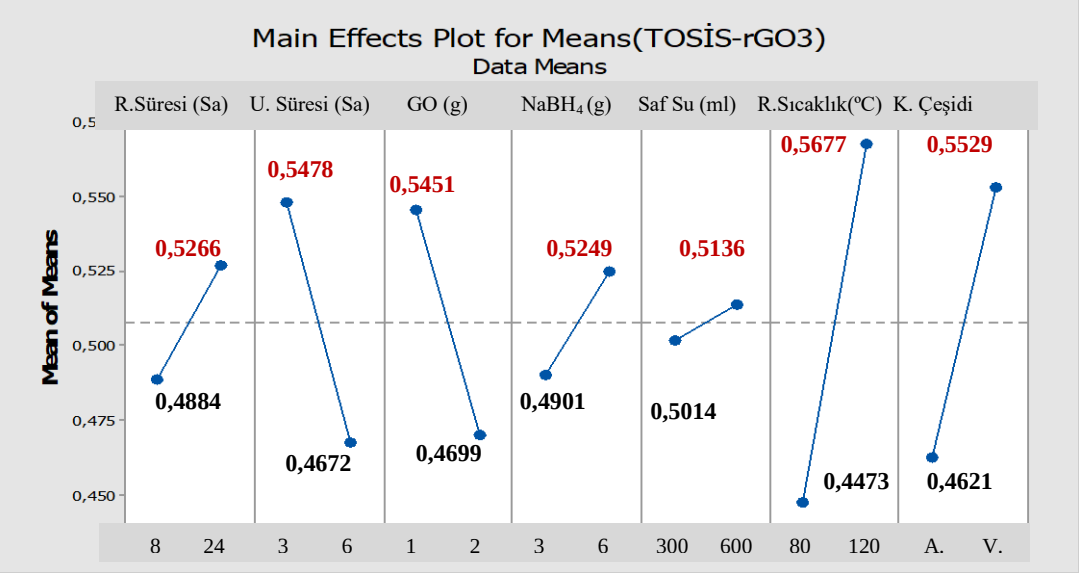
Şekil 4.11 rGO sentezi deneyleri için 2.ağırlık normalize edilmiş değerleri TOPSIS Yöntemi kullanarak elde edilen S/N değerlerine ait ana etki grafikleri

Üçüncü ağırlıklı normalize edilmiş değerlere göre çok yanıtlı optimizasyon problemi tek yanıtlı optimizasyon problemine dönüştürülmüş, ve her deney için C_i^* hesaplanmış ve tüm bulgular Çizelge 4.10'a aktarılmıştır.

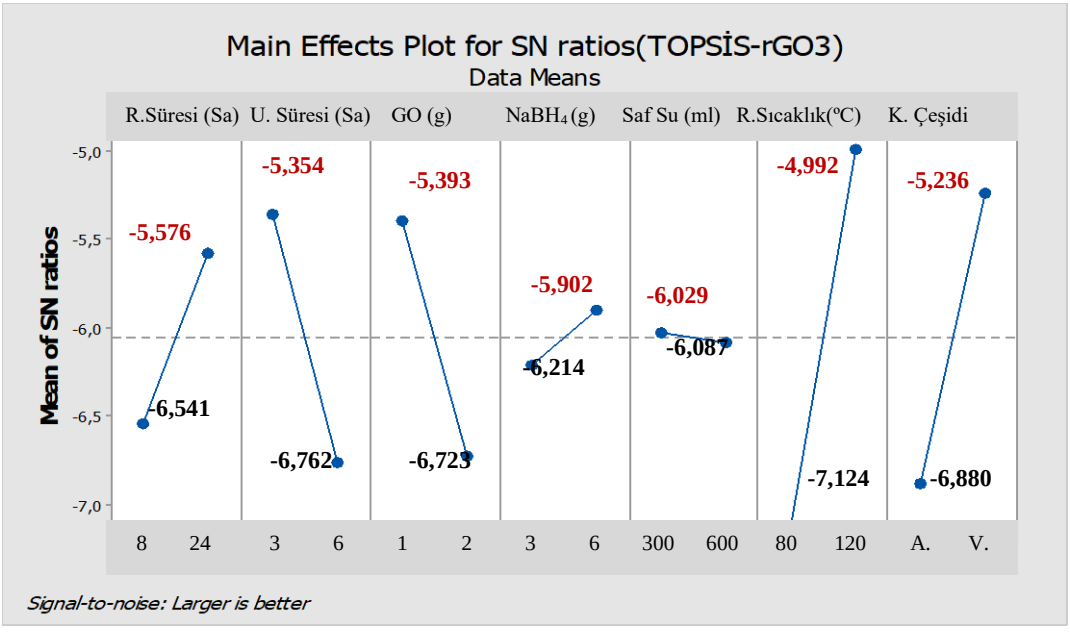
Çizelge 4.10 rGO sentezi deneyleri için 3. ağırlıklı uygulama için S / N oranları kullanılarak TOPSIS Yöntemi uygulaması

	Karar Matrisi (S/N Oranları)							**Ağırlıkça Normalize Edilmiş Karar Matrisi**						**S_i^***	**S_i^-**	**C_i^***
Yanıtlar	*R1*	*R2*	*R3*	*R4*	*R5*	*R6*		v_{i1}	v_{i2}	v_{i3}	v_{i4}	v_{i5}	v_{i6}			
Ağırlıklar	***0,257[b]***	***0,171***	***0,143***	***0,229***	***0,114***	***0,086***										
rGO1	1,008	6,551	-1,81	-33,83	-15,03	8,79		**0,06**	0,03	-0,02	-0,08	-0,04	0,03	**0,11[c]**	**0,09[d]**	**0,44[e]**
rGO2	1,728	12,49	1,613	-46,33	-6,171	9,88		0,10	0,06	0,01	-0,11	-0,02	0,03	0,06	0,14	0,70
rGO3	1,791	16,50	-5,97	-38,81	-14,91	7,68		0,10	0,08	-0,06	-0,09	-0,04	0,02	0,11	0,11	0,49
rGO4	1,152	16,35	-9,26	-41,13	-13,49	8,37		0,06	0,08	-0,09	-0,09	-0,04	0,03	0,15	0,07	0,33
rGO5	0,228	8,70	4,502	-34,37	-18,57	11,29		0,01	0,04	0,04	-0,08	-0,05	0,04	0,13	0,14	0,50
rGO6	2,010	10,02	-4,93	-30,30	-6,669	13,50		0,11	0,05	-0,05	-0,07	-0,02	0,04	0,09	0,12	0,56
rGO7	2,392	11,88	-6,77	-32,25	-19,66	8,91		0,13	0,06	-0,06	-0,07	-0,05	0,03	0,12	0,13	0,53
rGO8	1,442	8,83	-1,77	-36,89	-13,88	7,16		0.,08	0,04	-0,01	-0,08	-0,04	0,02	0,10	0,10	0,52
	4,5[a]	***33,7***	***14,9***	***104,8***	***40,46***	***27,3***	*A*=*	0,11	0,08	0,04	-0,06	-0,02	0,04			
							A- =	0,01	0,03	-0.08	-0,10	-0,05	0,02			

Üçüncü ağırlıklı normalize edilmiş değerlere göre hesaplanan C_i* değerlerine ait yanıtlar Taguchi Metoduna göre çözülmüş ve parametrelere ait ortalama değer grafikleri Şekil 4.12'da, sinyal/gürültü oranları grafikleri ise Şekil 4.13'de verilmiştir.



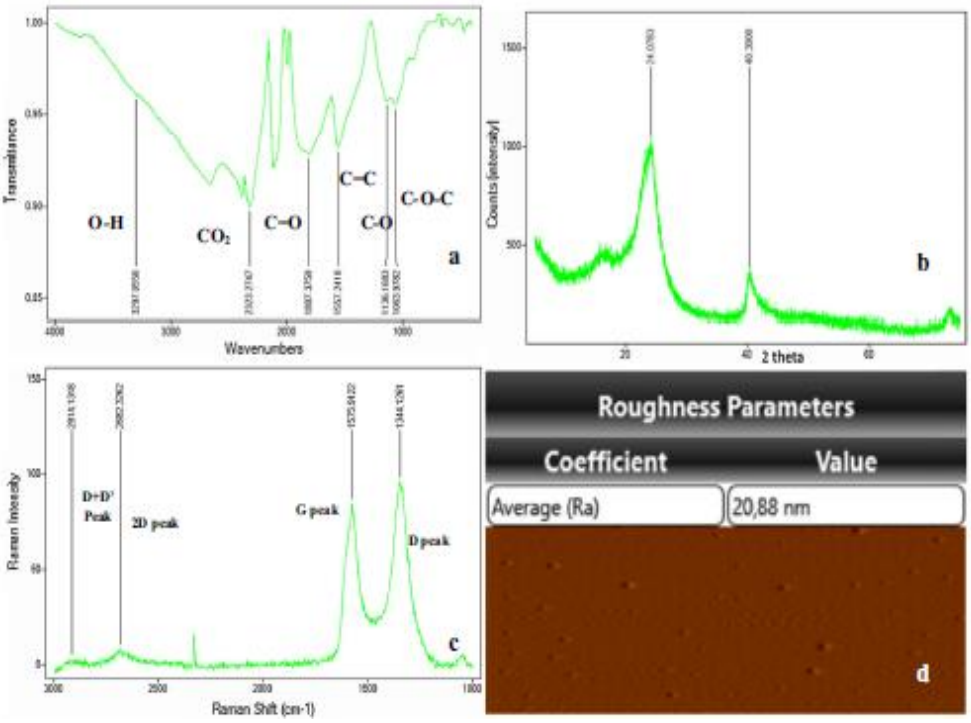
Şekil 4.12 rGO sentezi deneyleri için 3.ağırlık normalize edilmiş değerleri TOPSIS Yöntemi kul1anarak elde edilen ortalama değerlerine ait ana etki grafikleri



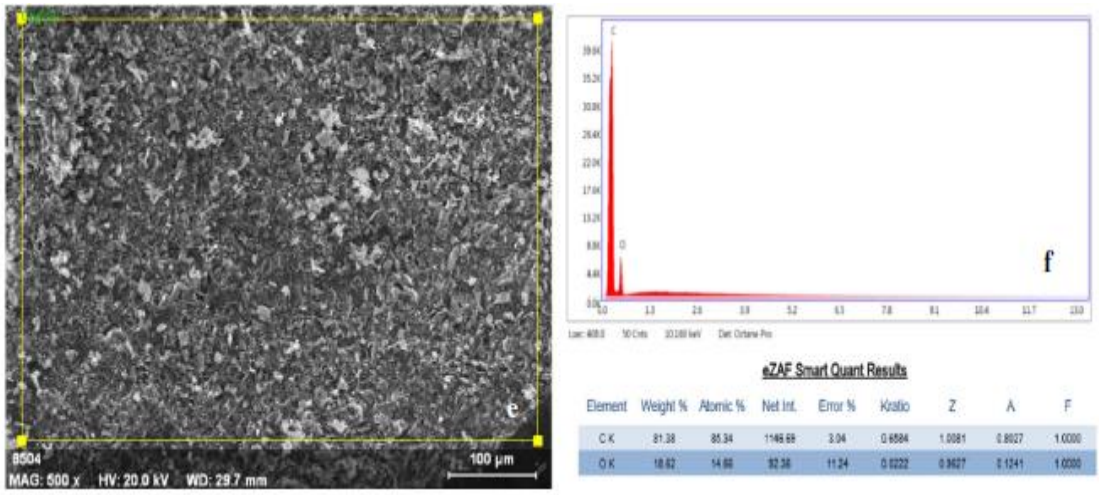
Şekil 4.13 rGO sentezi deneyleri için 3.ağırlık normalize edilmiş değerleri TOPSIS Yöntemi kul1anarak elde edilen S/N değerlerine ait ana etki grafikleri

4.2.2 rGO sentezinde doğrulama deneylerinin yapılması

Doğrulama deneylerinde optimum koşullarda sentezlenen $L_8(2^7)$ rGO örnekleri için kalite kriterlerine ait analiz sonuçları Şekil 4.14'de verilmiştir. Şekil 4.14. incelendiğinde, GO'ya ait XRD deseninde 11.34º görülen pikin sentezlenen rGO örneğinde 24.08 º dönüştüğü, FTIR analizleri incelendiğinde GO'ya ait olan karboksil, hidroksil ve epoksil bağların varlığına dair piklerin indirgenme işlemi sonrasında kaybolduğu, Raman analizleri incelendiğinde GO'ya göre, rGO'nun yapısındaki düzensizliğin artması sonucu D pikinin şiddetinin arttığı ve G pikine göre daha şiddetli olduğu görülmektedir. Bu durum ise kimyasal indirgeme metodu ile rGO'e ait karakteristik bir Raman grafiğini gösterir. AFM analizi incelendiğinde GO'ya ait karboksil ve hidroksil grupların uzaklaştırılmasından dolayı yapıdaki pürüzlülüğün azaldığı görülmektedir SEM görüntüleri incelendiğinde GO'ya ait fonksiyonel grupların uzaklaştırılması ile rGO'ya ait görüntülerde topaklaşmalar oluşmuştur. EDX sonuçları incelendiğinde rGO sentezinin başarılı olduğunu göstermektedir.



Şekil 4.14. rGO ait doğrulama deneylerinde sentezelenen a)FTIR, b) XRD, c) Raman, d)AFM, analizlerinin karakterizasyonu



Şekil 4.14. rGO ait doğrulama deneylerinde sentezelenen e)SEM ve f)EDX analizlerinin karakterizasyonu

4.3 GO-Beton Harçı Deneylerinin Optimum Özelliklerinin Belirlenmesine Ait Kalite Kriterlerine Ait Sonuçların Değerlendirilmesi

Çalışmanın bu kısmında $L_8(4^1*2^4)$ Grafen oksit-beton deneylerine ait kalite kriterlerine ait çift tekrar sonuçlar ve ortalamalarına ait tablolar verilmiştir. Çizelge 4.11, 4.12 ve 4.13'da tekrarlı bir şekilde verildiği üzere, 3., 7., 28. ve 56. gün ölçümlerini içeren ısı kapasitesi ve termal iletkenlik değerleri, 28. gün için basınç dayanımı, asitte kütle kaybı, su emme, elektrik direnci ve ultrasonik ses hızı sonuçları verilmiştir. Çizelge 4.14 ve 4.15'de seçilen kalite kriterlerine ait ortalamalar verilmiştir**.**

Çizelge 4.11 GO-Beton deneylerine ait çift tekrar ortalama ısı kapasitesi deneysel sonuçları

Deney No	Cp (3gün) (MJ/(m^3.K))		Cp (7gün) (MJ/(m^3.K))		Cp (28gün) (MJ/(m^3.K))		Cp (56gün) (MJ/(m^3.K))	
	Seri 1	Seri 2	Seri 1	Seri 2	Seri 1	Seri2	Seri 1	Seri 2
GO-BETON 0	1,68	2,27	1,23	1,78	1,07	1,68	1,07	1,63
GO-BETON 1	1,98	2,18	2,02	1,72	1,53	1,53	1,44	1,77
GO-BETON 2	2,31	2,15	2,09	2,06	1,89	1,46	1,76	1,76
GO-BETON 3	1,94	1,42	1,30	1,72	1,54	1,13	1,46	1,07
GO-BETON 4	1,37	1,61	1,22	1,46	1,29	1,14	1,04	1,27
GO-BETON 5	1,56	1,56	0,86	1,44	1,32	1,24	1,27	1,16
GO-BETON 6	1,60	1,89	1,40	1,71	1,46	1,46	1,26	1,39
GO-BETON 7	2,25	2,53	1,66	2,06	1,61	1,88	1,40	1,71
GO-BETON 8	2,42	2,35	1,85	1,71	1,61	1,55	1,63	1,56

Çizelge 4.12 GO-Beton deneylerine ait çift tekrar termal iletkenlik deneysel sonuçları

Deney No	T(3gün) (W/(m^2.K))		T(7gün) (W/(m^2.K))		T(28gün) (W/(m^2.K))		T(56gün) (W/(m^2.K))	
	Seri 1	Seri 2	Seri 1	Seri 2	Seri 1	Seri 2	Seri 1	Seri 2
GO-BETON 0	0,891	0,786	0,659	0,512	0,550	0,466	0,500	0,453
GO-BETON 1	0,909	0,814	0,665	0,821	0,710	0,710	0,660	0,561
GO-BETON 2	0,860	0,816	0,718	0,698	0,622	0,566	0,574	0,577
GO-BETON 3	0,659	0,550	0,446	0,556	0,483	0,387	0,450	0,401
GO-BETON 4	0,684	0,581	0,471	0,510	0,459	0,409	0,438	0,436
GO-BETON 5	0,705	0,625	0,611	0,539	0,497	0,440	0,472	0,431
GO-BETON 6	0,708	0,687	0,584	0,562	0,506	0,506	0,485	0,476
GO-BETON 7	0,679	0,685	0,473	0,558	0,438	0,470	0,371	0,403
GO-BETON 8	0,674	0,638	0,490	0,496	0,418	0,398	0,403	0,380

Çizelge 4.13 GO-Beton deneylerine ait çift tekrar diğer deneysel sonuçları

Deney No	28 B.D (MPa)		A.K.K (%g)		Su Emme %S.E		E.D (kΩ.m)		UPV (km/s)	
	Seri 1	Seri2	Seri 1	Seri 2	Seri 1	Seri 2	Seri 1	Seri 2	Seri1	Seri2
GO-BETON 0	15,94	18,98	51,92	54,56	22,09	21,69	0,59	0,74	2,50	2,52
GO-BETON 1	25,49	24,48	41,53	44,21	17,69	17,64	1,02	1,08	2,61	2,63
GO-BETON 2	20,87	19,27	33,68	35,18	19,16	20,04	0,92	0,87	2,55	2,41
GO-BETON 3	28,50	29,90	18,85	24,15	22,37	16,68	1,00	0,93	2,48	2,44
GO-BETON 4	23,68	25,09	19,23	26,12	19,39	19,14	0,98	0,96	2,4	2,27
GO-BETON 5	23,88	22,48	14,57	19,20	21,54	21,24	0,88	0,92	2,37	2,40
GO-BETON 6	27,09	28,29	10,55	14,43	20,42	20,37	0,82	0,89	2,45	2,30
GO-BETON 7	16,26	16,86	9,13	11,60	28,56	27,45	0,68	0,71	2,09	2,14
GO-BETON 8	12,85	13,65	2,39	0,54	33,56	33,11	0,58	0,55	2,11	2,05

Çizelge 4.14 GO-Beton deneylerine ait ortalama ısı kapasitesi ve termal iletkenlik deneysel sonuçları

Deney No	Cp (3gün) (MJ/(m^3.K)	Cp (7gün) (MJ/(m^3.K)	Cp (28gün) (MJ/(m^3.K)	Cp (56gün) (MJ/(m^3.K)	T(3gün) (W/m^2.K)	T(7gün) (W/m^2.K)	T(28gün) ((W/m^2.K)	T(56gün) (W/m^2.K)
	Seri Ort	Seri Ort	Seri Ort	Seri Ort	Seri Ort	Seri Ort	Seri Ort	Seri Ort
GO-BETON 0	1,97	1,51	1,38	1,35	0,84	0,59	0,51	0,48
GO-BETON 1	2,07	1,87	1,53	1,61	0,86	0,74	0,71	0,61
GO-BETON 2	2,23	2,07	1,67	1,76	0,84	0,71	0,59	0,58
GO-BETON 3	1,68	1,51	1,33	1,26	0,60	0,50	0,44	0,43
GO-BETON 4	1,49	1,34	1,22	1,15	0,63	0,49	0,43	0,44
GO-BETON 5	1,56	1,15	1,28	1,22	0,66	0,57	0,47	0,45
GO-BETON 6	1,75	1,55	1,46	1,33	0,70	0,57	0,51	0,48
GO-BETON 7	2,39	1,86	1,74	1,55	0,68	0,52	0,45	0,39
GO-BETON 8	2,38	1,78	1,58	1,60	0,66	0,49	0,41	0,39

Çizelge 4.15 GO-Beton deneylerine ait diğer ortalama deneysel sonuçları

Deney No	28 B.D (MPa)	A.K.K (%g)	Su Emme %S.E	E.D (kΩ.m)	UPV (km/s)
	Seri Ort	Seri Ort	Seri Ort	Seri Ort	Seri Ort
GO-BETON 0	17,46	53,24	21,89	0,67	2,51
GO-BETON 1	24,99	42,87	17,66	1,05	2,62
GO-BETON 2	20,07	34,43	19,60	0,90	2,48
GO-BETON 3	29,20	21,50	19,52	0,97	2,46
GO-BETON 4	24,39	22,68	19,27	0,97	2,34
GO-BETON 5	23,18	16,88	21,39	0,90	2,39
GO-BETON 6	27,69	12,49	20,39	0,86	2,38
GO-BETON 7	16,56	10,37	28,01	0,69	2,12
GO-BETON 8	13,25	1,47	33,34	0,57	2,08

4.3.1 GO–Beton harçı deneylerinde TOPSIS tabanlı Taguchi Methodu

$L_8(4^1*2^4)$ Grafen oksit-beton deneylerine ait çok yanıtlı optimizasyon problemi TOPSIS Yöntemi ile tek yanıtlı optimizasyon problemine dönüştürülmüş ve ideal çözüme göreli uzaklıkları eşitlik 1.17-1.27 kullanarak C_i^* değerleri hesaplanmıştır.

Çizelge 4.16 GO-Beton deneyleri kalite kriterleri için S / N oranları

Karar Matrisi (S/N Oranları)													
Yanıtlar	***R1***	***R2***	***R3***	***R4***	***R5***	***R6***	***R7***	***R8***	***R9***	***R10***	***R11***	***R12***	***R13***
Ağırlıklar	**0,077**	0,077	0,077	0,077	0,077	0,077	0,077	0,077	0,077	0,077	0,077	0,077	0,077
Ağırlıklar	0,133	0,133	0,133	0,133	0,053	0,053	0,053	0,053	0,080	0,053	0,040	0,027	0,053
Ağırlıklar	0,036	0,036	0,036	0,036	0,054	0,054	0,054	0,054	0,179	0,143	0,071	0,089	0,161
GO-BETON 1	**1.29**	2.58	2.98	4.29	6.36	5.45	3.71	4.12	0.41	27,95	8.37	-24.94	-32.64
GO-BETON 2	1.54	3.00	4.53	4.79	6.97	6.34	4.47	4.89	-0.95	26,05	7.89	-25.84	-30.74
GO-BETON 3	4.38	6.00	7.23	7.42	4.49	3.59	2.50	2.04	-0.30	29,30	7.82	-25.81	-26.65
GO-BETON 4	3.98	6.19	7.26	7.19	3.45	2.55	1.70	1.25	-0.23	27,74	7.37	-25.69	-27.11
GO-BETON 5	3.55	4.81	6.58	6.90	3.86	1.23	2.12	1.70	-0.90	27,30	7.55	-26.61	-24.55
GO-BETON 6	3.13	4.84	5.92	6.36	4.84	3.82	3.29	2.46	-1.33	28,85	7.51	-26.19	-21.93
GO-BETON 7	3.33	5.76	6.86	8.25	7.57	5.39	4.82	3.83	-3.18	24,38	6.51	-28.94	-20.31
GO-BETON 8	3.66	6.15	7.79	8.15	7.54	5.02	3.97	4.06	-4.94	22,44	6.36	-30.46	-3.32
K.T.	**9,27[a]**	14,40	17,90	19,25	16,54	12,63	9,86	9,31	6,19	75,92	21,07	76,00	70,45

Yapılan 3. aşama deneyler sonucunda, karbon kaynaklı-beton harçı deneylerinde, kalite kriterlerinin sonuçlarına göre Taguchi Metodu kullanılarak hesaplanan sinyal/gürültü oranları Çizelge 4.16 verilmişitir. 3 farklı ağırlıklı normalize edilmiş kalite kriterlerine göre, Şekil 4.15, 4.18 ve 4.21 oluşturularak, 3 adet optimum nokta belirlenmiş ve doğrulama deneyleri belirlenmiştir.

Ağırlıkça Normalize Edilmiş Karar Matrisi																
Yanıtlar	*R1*	*R2*	*R3*	*R4*	*R5*	*R6*	*R7*	*R8*	*R9*	*R10*	*R11*	*R12*	*R13*	S^+	S^-	C^*
Ağırlıklar	0,077	0,077	0,077	0,077	0,077	0,077	0,077	0,077	0,077	0,077	0,077	0,077	0,077			
GO-BETON 1	**0,011**[b]	0,014	0,013	0,017	0,030	0,033	0,029	0,034	0,005	0,016	0,031	-0,025	-0,036	**0,056**[c]	**0,106**[d]	**0,650**[e]
GO-BETON 2	0,013	0,016	0,019	0,019	0,032	0,039	0,035	0,040	-0,012	-0,007	0,029	-0,026	-0,034	0,063	0,104	**0,573**
GO-BETON 3	0,036	0,032	0,031	0,030	0,021	0,022	0,019	0,017	-0,004	0,033	0,029	-0,026	-0,029	0,046	0,112	**0,708**
GO-BETON 4	0,033	0,033	0,031	0,029	0,016	0,015	0,013	0,010	-0,003	0,014	0,027	-0,026	-0,030	0,060	0,096	**0,618**
GO-BETON 5	0,029	0,026	0,028	0,028	0,018	0,007	0,017	0,014	-0,011	0,008	0,028	-0,027	-0,027	0,063	0,085	**0,574**
GO-BETON 6	0,026	0,026	0,025	0,025	0,023	0,023	0,026	0,020	-0,017	0,027	0,027	-0,027	-0,024	0,046	0,098	**0,680**
GO-BETON 7	0,028	0,031	0,029	0,033	0,035	0,033	0,038	0,032	-0,039	-0028	0,024	-0,029	-0,022	0,079	0,067	**0,457**
GO-BETON 8	0,030	0,033	0,033	0,033	0,035	0,031	0,031	0,034	-0,061	-0,053	0,023	-0,031	-0,004	0,109	0,065	**0,372**
A^*	0,036	0,033	0,033	0,033	0,035	0,039	0,038	0,040	0,005	0,033	0,031	-0,025	-0,004			
A-	0,011	0,014	0,013	0,017	0,016	0,007	0,013	0,010	-0,061	-0,053	0,023	-0,031	-0,036			

K.T = [a] *Sütunlardaki her elemanın karelerinin toplamının karekökü*

[b] *[Eşitlik 1.21] : 0.077*[(1.295)/(9.27)]=-0.011;*

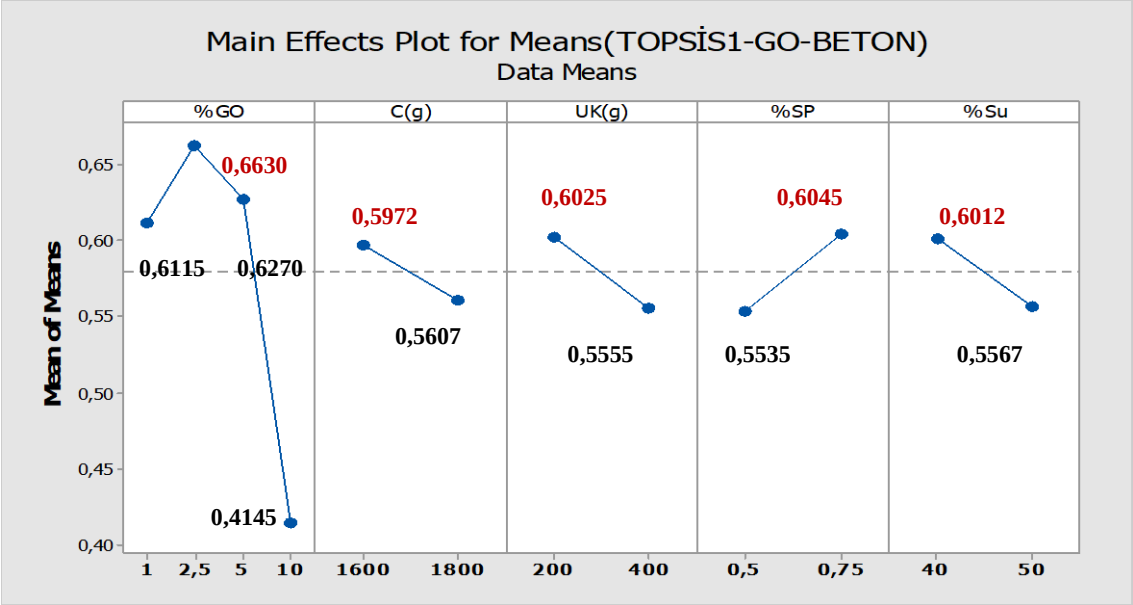
[c] *[Eşitlik 1.26]: $\{[(-0.011)-(0.036)]^2+ \ldots\ldots+ [(-0.036)-(-0.004)]^2\}^{1/2}=0.056$*

[d] *[Eşitlik 1.27]: $\{[(-0.011)-(0.011)]^2\ldots\ldots\ldots+ [(-0.036)-(-0.036)]^2\}^{1/2}=0.106$*

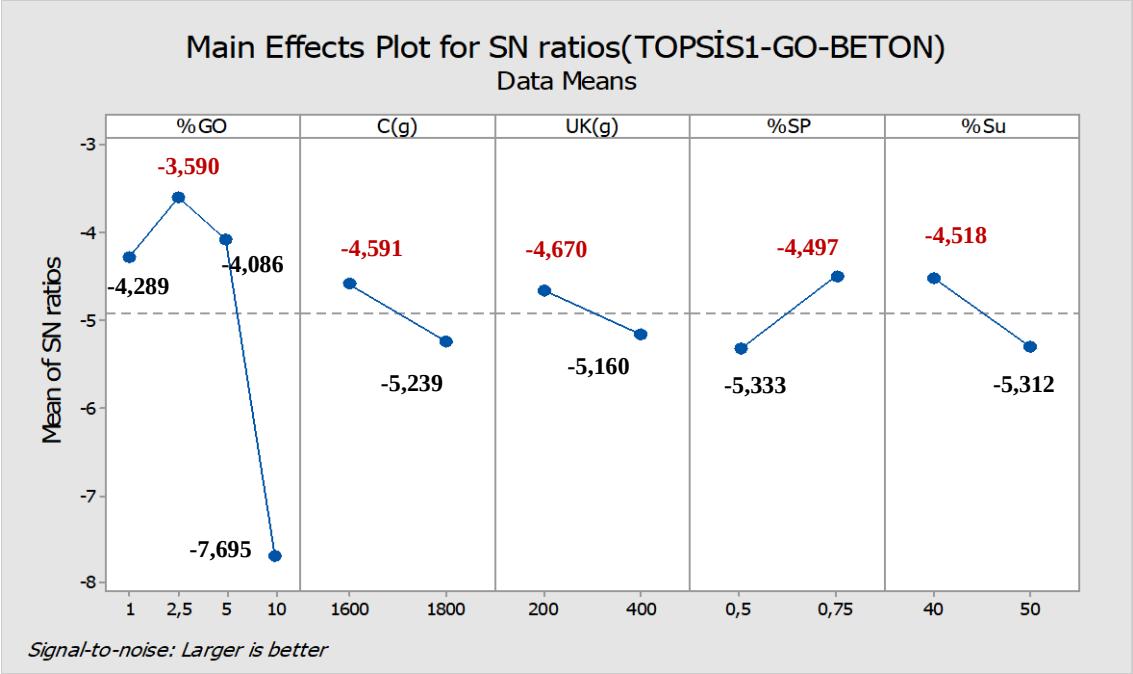
[e] *[Eşitlik 1.28]: 0.056/(0.056+0.106)=0.650*

Şekil 4.15 GO-Beton deneyleri için 1. ağırlıklı uygulama için hesaplanan S / N oranları ile TOPSIS Yöntemi uygulaması

Birinci ağırlıklı normalize edilmiş değerlere göre hesaplanan C_i* değerlerine ait yanıtlar Minitab programı ile en büyük en iyi olacak şekilde Taguchi Metoduna göre çözülmüş ve parametrelere ait ortalama değer grafikleri Şekil 4.16 de, sinyal/gürültü oranları ise Şekil 4.17 de verilmiştir.



Şekil 4.16 GO-Beton deneyleri için 1.ağırlıklı normalize edilmiş değerleri TOPSIS Yöntemi kul1anarak elde edilen ortalama değerlerine ait ana etki grafikleri



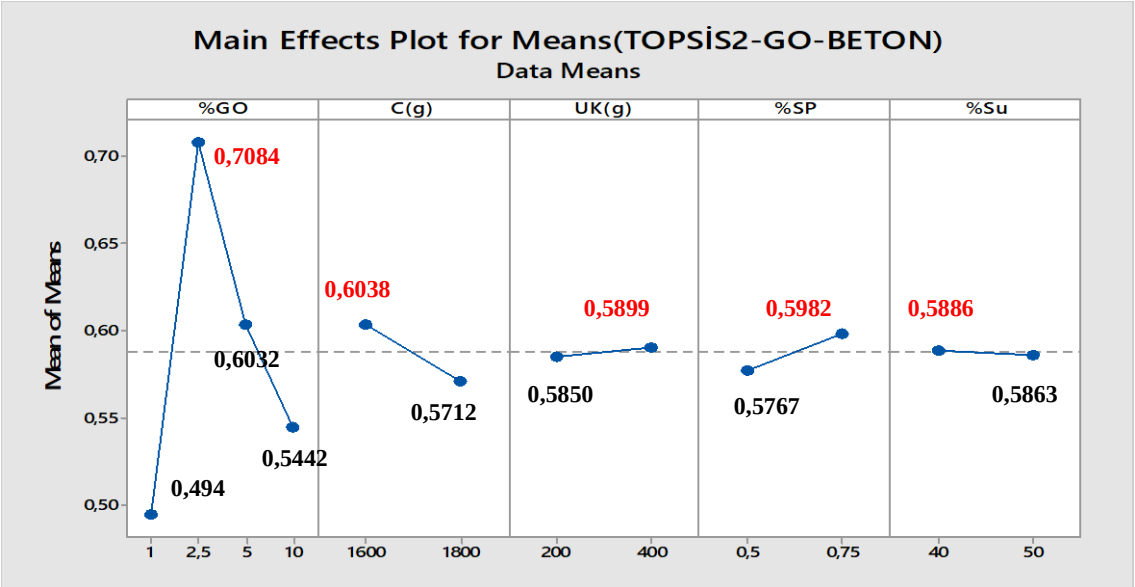
Şekil 4.17 GO-Beton deneyleri için 1.ağırlıklı normalize edilmiş değerleri TOPSIS Yöntemi kul1anarak elde edilen S/N değerlerine ait ana etki grafikleri

İkinci ağırlıklı normalize edilmiş değerleri TOPSIS Yöntemi ile tek yanıtlı optimizasyon problemine dönüştürülmüş ve C_i^* hesaplanmış ve tüm bulgular Şekil 4.18'e aktarılmıştır.

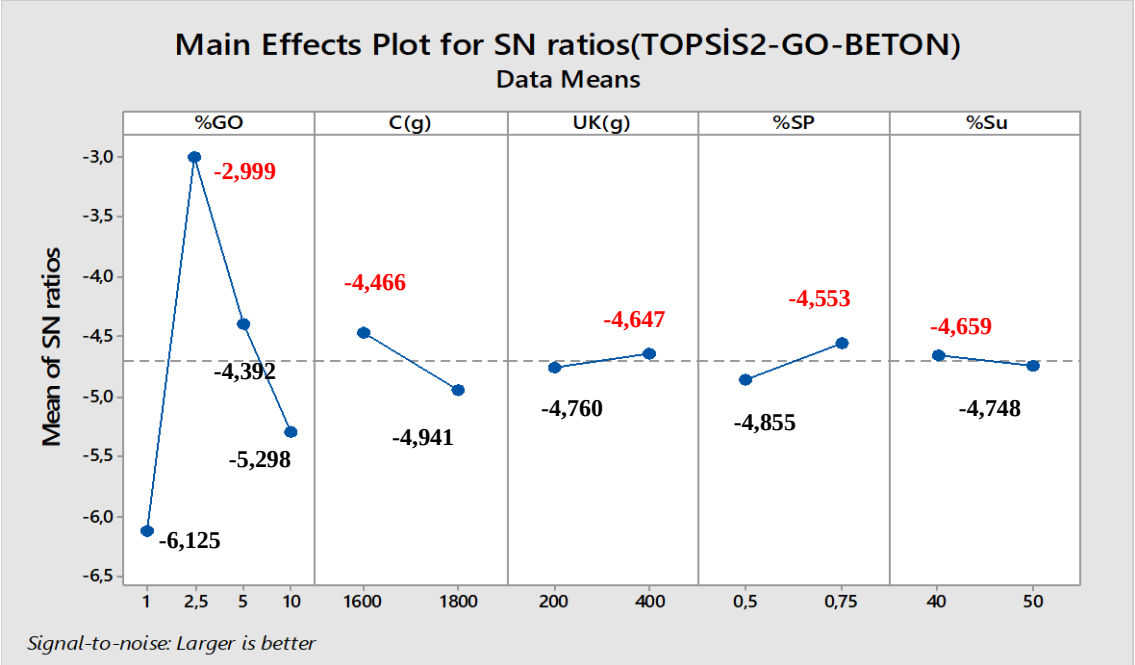
Ağırlıkça Normalize Edilmiş Karar Matrisi																
Yanıtlar	*R1*	*R2*	*R3*	*R4*	*R5*	*R6*	*R7*	*R8*	*R9*	*R10*	*R11*	*R12*	*R13*	S^+	S^-	C^*
Ağırlıklar	0,133	0,133	0,133	0,133	0,053	0,053	0,053	0,053	0,080	0,053	0,040	0,027	0,053			
GO-BETON 1	0,02	0,02	0,02	0,03	0,02	0,02	0,02	0,02	0,01	0,02	0,02	-0,01	-0,02	0,08	0,07	**0,498**
GO-BETON 2	0,02	0,03	0,03	0,03	0,02	0,03	0,02	0,03	-0,01	0,02	0,01	-0,01	-0,02	0,07	0,06	**0,490**
GO-BETON 3	0,06	0,06	0,05	0,05	0,01	0,02	0,01	0,01	0,00	0,02	0,01	-0,01	-0,02	0,03	0,09	**0,732**
GO-BETON 4	0,06	0,06	0,05	0,05	0,01	0,01	0,01	0,01	0,00	0,02	0,01	-0,01	-0,02	0,04	0,09	**0,685**
GO-BETON 5	0,05	0,04	0,05	0,05	0,01	0,01	0,01	0,01	-0,01	0,02	0,01	-0,01	-0,02	0,05	0,07	**0,610**
GO-BETON 6	0,05	0,04	0,04	0,04	0,02	0,02	0,02	0,01	-0,02	0,02	0,01	-0,01	-0,02	0,04	0,07	**0,596**
GO-BETON 7	0,05	0,05	0,05	0,06	0,02	0,02	0,03	0,02	-0,04	0,02	0,01	-0,01	-0,02	0,05	0,07	**0,575**
GO-BETON 8	0,05	0,06	0,06	0,06	0,02	0,02	0,02	0,02	-0,06	0,02	0,01	-0,01	0,00	0,07	0,07	**0,514**
A*	0,06	0,06	0,06	0,06	0,02	0,03	0,03	0,03	0,01	0,02	0,02	-0,01	0,00			
A-	0,02	0,02	0,02	0,03	0,01	0,01	0.01	0,01	-0,06	0,02	0,01	-0,01	-0,02			

Şekil 4.18. GO-Beton deneyleri 2. ağırlıklı uygulama için hesaplanan S / N oranları ile TOPSIS Yöntemi uygulaması

İkinci ağırlıklı normalize edilmiş değerlere göre hesaplanan C_i* değerlerine ait yanıtlar Minitab programı çözülmüş ve parametrelere ait ortalama değer grafikleri Şekil 4.19'de, performans istatistiği grafikleri ise Şekil 4.20'de verilmiştir.



Şekil 4.19 GO-Beton deneyleri için 2.ağırlıklı normalize edilmiş değerleri TOPSIS Yöntemi kul1anarak elde edilen ortalama değerlerine ait ana etki grafikleri



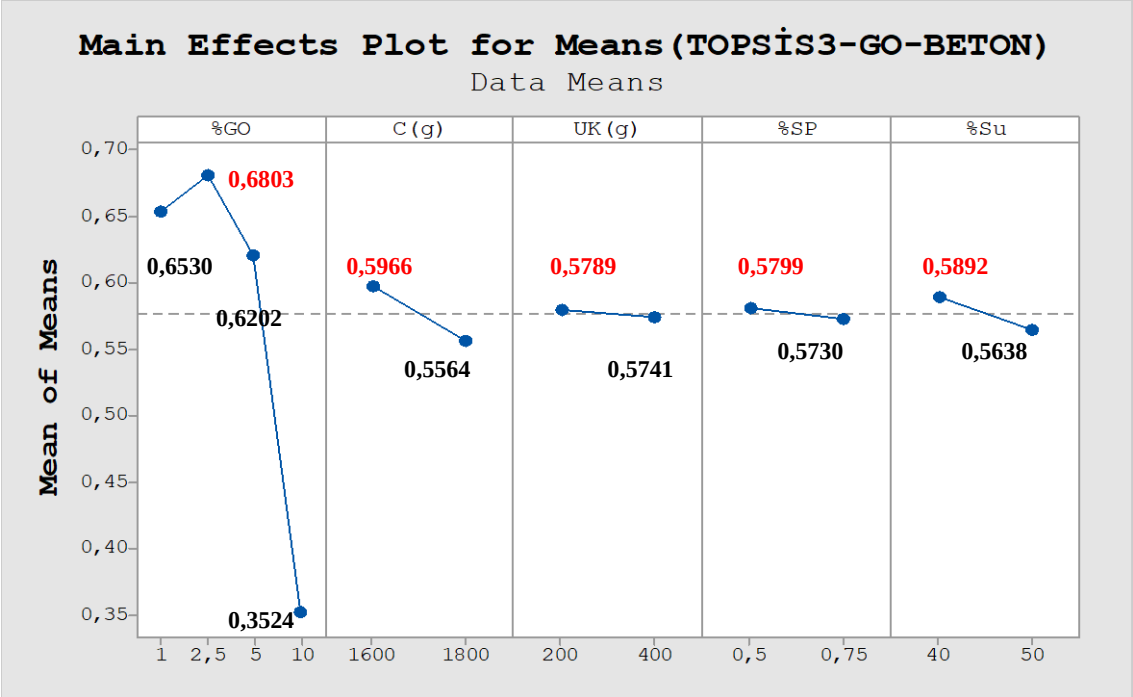
Şekil 4.20 GO-Beton deneyleri için 2.ağırlık normalize edilmiş değerleri TOPSIS Yöntemi kul1anarak elde edilen S/N değerlerine ait ana etki grafikleri

Üçüncü ağırlıklı normalize edilmiş değerleri TOPSIS Yöntemi ile tek yanıtlı optimizasyon problemine dönüştürülmüş ve C_i^* hesaplanmış ve tüm bulgular Şekil 4.21'e aktarılmıştır.

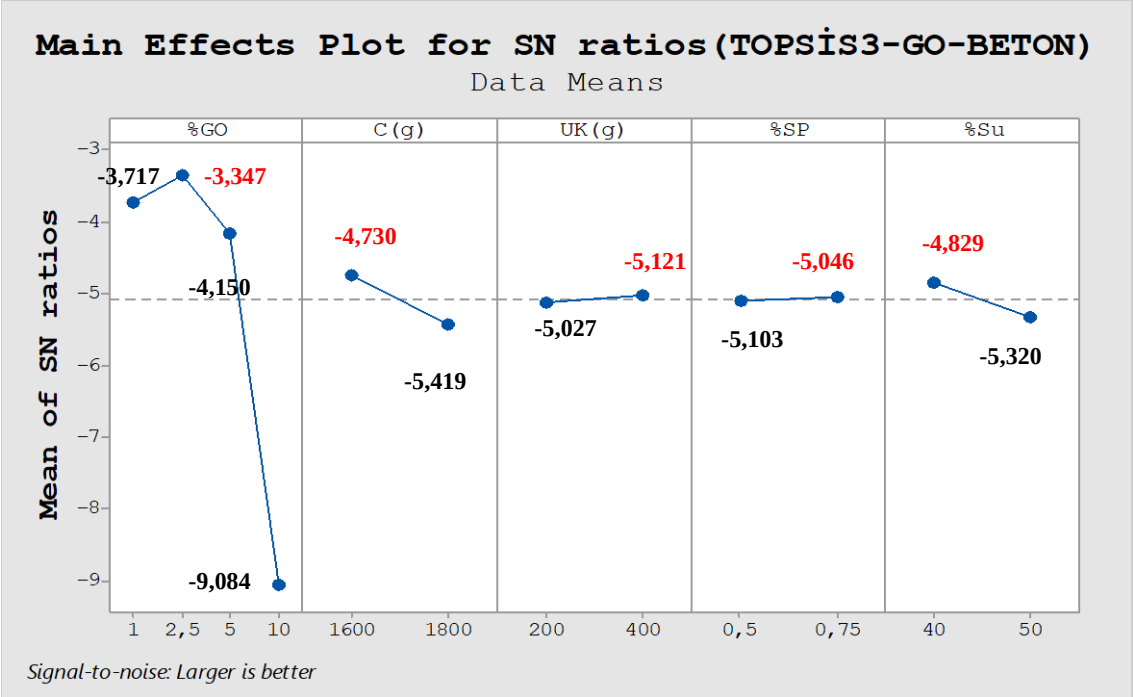
Ağırlıkça Normalize Edilmiş Karar Matrisi																
Yanıtlar	*R1*	*R2*	*R3*	*R4*	*R5*	*R6*	*R7*	*R8*	*R9*	*R10*	*R11*	*R12*	*R13*	S^+	S^-	C^*
Ağırlıklar	**0,036**	**0,036**	**0,036**	**0,036**	**0,054**	**0,054**	**0,054**	**0,054**	**0,179**	**0,143**	**0,071**	**0,089**	**0,161**			
GO-BETON 1	0,00	0,01	0,01	0,01	0,02	0,02	0,02	0,02	0,01	0,05	0,03	-0,03	-0,07	0,07	0,16	**0,692**
GO-BETON 2	0,01	0,01	0,01	0,01	0,02	0,03	0,02	0,03	-0,03	0,05	0,03	-0,03	-0,07	0,08	0,12	**0,614**
GO-BETON 3	0,02	0,01	0,01	0,01	0,01	0,02	0,01	0,01	-0,01	0,06	0,03	-0,03	-0,06	0,06	0,14	**0,687**
GO-BETON 4	0,02	0,02	0,01	0,01	0,01	0,01	0,01	0,01	-0,01	0,05	0,02	-0,03	-0,06	0,07	0,14	**0,674**
GO-BETON 5	0,01	0,01	0,01	0,01	0,01	0,01	0,01	0,01	-0,03	0,05	0,03	-0,03	-0,06	0,07	0,12	**0,629**
GO-BETON 6	0,01	0,01	0,01	0,01	0,02	0,02	0,02	0,01	-0,04	0,05	0,03	-0,03	-0,05	0,07	0,11	**0,612**
GO-BETON 7	0,01	0,01	0,01	0,02	0,02	0,02	0,03	0,02	-0,09	0,05	0,02	-0,03	-0,05	0,11	0,07	**0,379**
GO-BETON 8	0,01	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	-0,14	0,04	0,02	-0,04	-0,01	0,16	0,08	**0,326**
A*	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	0,03	0,03	0,03	0,01	0,06	0,03	-0,03	-0,01			
A-	0,00	0,01	0,01	0,01	0,01	0,01	0,01	0,01	-0,14	0,04	0,02	-0,04	-0,07			

Şekil 4.21 GO-Beton deneyleri 3. ağırlıklı uygulama için hesaplanan S / N oranları ile TOPSIS Yöntemi uygulaması

Üçüncü ağırlıklı normalize edilmiş değerlere göre hesaplanan C_i* değerlerine ait yanıtlar Minitab programı ile en büyük en iyi olacak şekilde Taguchi Metoduna göre çözülmüş ve parametrelere ait ortalama değer grafikleri Şekil 4.22.'de, sinyal/gürültü oranları grafikleri ise Şekil 4.23.'de verilmiştir.



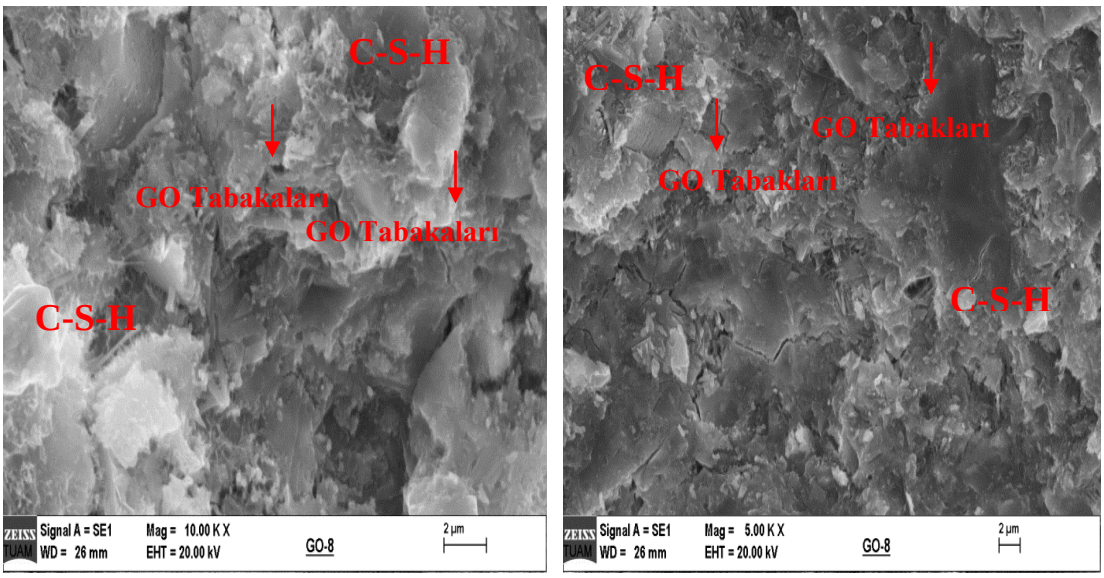
Şekil 4.22 GO-Beton deneyleri için 3.ağırlıklı normalize edilmiş değerleri TOPSIS Yöntemi kul1anarak elde edilen ortalama değerlerine ait ana etki grafikleri



Şekil 4.23 GO-Beton deneyleri için 3.ağırlıklı normalize edilmiş değerleri TOPSIS Yöntemi kul1anarak elde edilen S/N değerlerine ait ana etki grafikleri

4.3.2. GO-Beton harçı deneylerine ait doğrulama deneylerinin yapılması

Doğrulama deneyleri için gerçekleştirilen Grafen Oksit-beton örneklerinde SEM analizlerine ait görüntüler Şekil 4.24.'te verilmiştir. SEM cihazı ile, beton içerisine ilave edilen malzemelerin beton yapısını oluşturan hammaddelerin uyuşma derecesi analiz edilebilir. Malzemelerin yapıya eklenmesinin neden olduğu kırıklar ve boşluklar görülebileceği için malzemenin homojenliği ve kompaktlığı hakkında da bir yorum yapılabilir. Grafen oksit içeren beton harçının SEM görüntüsünde görülen yaprak tipi C-S-H jelleri, betonun zaman içinde dayanıklılık kazanacağını göstermektedir. Dahası, çimento harçının ve grafen oksidin homojen bir yapı oluşturduğu SEM görüntülerinden de görülebilir. Aynı zamanda SEM görüntülerinde çimento harçı içerisine yerleşmiş grafen oksit yapılarıda bulunabilir. Kullanılan grafen oksidin beton boşluklarına yerleştiği görülmüştür. Özellikle, mekanik direncindeki artış (ağırlıkça % 2,5'ten fazla GO kullanımı) bu kırıklara bağlı olabilir. Grafen oksitin çimento harçı içerisinde homojen bir şekilde yerleşmesi sebebiyle betonun sülfürik asite karşı kimyasal direncini artırmıştır (Kang D. *et al* 2017).



Şekil 4.24. GO-Beton harçı deney tasarımında 3 numaralı deneye ait SEM görüntüleri

4.4. K.K-Beton Harçı Deneylerinin Optimum Özelliklerinin Belirlenmesine ait Kalite Kriterlerine ait Sonuçların Değerlendirilmesi

Çalışmanın bu kısmında $L_9(3^4)$ karbon kaynaklı-beton harçı deneylerine ait kalite kriterlerine ait çift tekrar sonuçlar ve ortalamalarına ait tablolar verilmiştir. Çizelge 4.17, 4.18 ve 4.19'da elde edilen tekrarlı deneyli sonuçların Çizelge 4.20. ve 4.21.'de ortalamaları alınarak verilmiştir

Çizelge 4.17 K.K-Beton harçı deneylerine ait çift tekrar ortalama ısı kapasitesi deneysel sonuçları

Deney No	Cp(3gün) (MJ/(m^3.K))		Cp(7gün) (MJ/(m^3.K))		Cp(28gün) (MJ/(m^3.K))		Cp(56gün) (MJ/(m^3.K))	
	Seri 1	Seri 2	Seri 1	Seri 2	Seri 1	Seri 2	Seri 1	Seri 2
K.K-BETON-0	1,68	2,27	1,23	1,78	1,07	1,68	1,07	1,63
K.K-BETON-1	1,23	1,09	1,01	1,05	0,96	0,98	0,92	0,90
K.K-BETON-2	1,48	1,89	1,52	1,31	1,09	1,17	1,40	1,25
K.K-BETON-3	1,84	1,88	1,27	1,57	1,48	1,38	1,34	1,39
K.K-BETON-4	1,85	1,62	1,56	1,48	1,34	1,45	1,35	1,37
K.K-BETON-5	1,57	2,05	1,28	1,58	1,52	1,27	1,50	1,16
K.K-BETON-6	1,60	1,75	1,44	1,49	1,26	1,29	1,21	1,22
K.K-BETON-7	1,84	1,75	1,35	1,11	1,14	1,01	1,16	1,15
K.K-BETON-8	2,35	1,72	1,39	1,05	0,92	1,10	0,89	1,25
K.K-BETON-9	1,60	1,36	1,13	1,31	1,03	1,27	0,98	1,21

Çizelge 4.18 K.K-Beton harçı deneylerine ait çift tekrar ortalama termal iletkenlik deneysel sonuçları

	T(3gün) (W/(m^2.K))		T(7gün) (W/(m^2.K))		T(28gün) (W/(m^2.K))		T(56gün) (W/(m^2.K))	
Deney No	**Seri 1**	**Seri 2**	**Seri 1**	**Seri 2**	**Seri 1**	**Seri2**	**Seri 1**	**Seri 2**
K.K-BETON-0	0,891	0,786	0,659	0,512	0,550	0,466	0,500	0,453
K.K-BETON-1	0,548	0,521	0,388	0,383	0,328	0,350	0,326	0,341
K.K-BETON-2	0,662	0,615	0,427	0,519	0,412	0,430	0,381	0,394
K.K-BETON-3	0,487	0,475	0,314	0,368	0,333	0,347	0,324	0,339
K.K-BETON-4	0,569	0,570	0,447	0,436	0,371	0,385	0,377	0,354
K.K-BETON-5	0,598	0,642	0,450	0,442	0,392	0,404	0,409	0,393
K.K-BETON-6	0,637	0,627	0,538	0,515	0,424	0,442	0,433	0,414
K.K-BETON-7	0,728	0,750	0,443	0,393	0,377	0,362	0,362	0,376
K.K-BETON-8	0,819	0,644	0,428	0,434	0,388	0,378	0,379	0,371
K.K-BETON-9	0,574	0,644	0,482	0,407	0,436	0,379	0,419	0,359

Çizelge 4.19 K.K –Beton harçı deneylerine ait çift tekrar diğer deneysel sonuçları

	28 B.D (MPa)		AKK (%g)		Su Emme (%g)		E.D (kΩ.m)		UPV (km/s)	
Deney No	**Seri 1**	**Seri 2**	**Seri 1**	**Seri 2**	**Seri 1**	**Seri 2**	**Seri 1**	**Seri 2**	**Seri 1**	**Seri 2**
K.K-BETON-0	15,94	18,98	51,92	54,56	22,09	21,69	0,59	0,74	2,50	2,52
K.K-BETON-1	41,64	50,18	2,30	3,24	26,20	25,29	1,19	0,73	2,40	2,50
K.K-BETON-2	60,81	64,03	10,71	8,56	29,16	28,16	0,77	0,63	2,35	2,38
K.K-BETON-3	42,57	47,91	3,30	5,58	32,03	28,82	0,85	0,80	2,30	2,34
K.K-BETON-4	35,18	33,86	18,94	21,89	41,45	24,36	0,87	0,83	2,21	2,29
K.K-BETON-5	26,65	26,19	55,51	48,81	23,84	24,53	0,85	0,79	2,47	2,53
K.K-BETON-6	16,08	14,96	46,86	43,94	25,46	26,00	0,78	0,77	2,50	2,48
K.K-BETON-7	20,88	16,61	27,57	21,38	26,80	28,95	0,54	0,59	2,44	2,40
K.K-BETON-8	17,14	16,76	28,49	30,55	30,10	31,49	0,48	0,50	2,35	2,09
K.K-BETON-9	19,90	14,77	63,95	70,11	25,38	25,05	0,63	0,68	2,47	2,40

Çizelge 4.20 K.K-Beton harçı deneylerine ait ortalama ısı kapasitesi ve termal iletkenlik deneysel sonuçları

Deney No	Cp (3gün) (MJ/(m^3.K))	Cp (7gün) (MJ/m^3.K)	Cp (28gün) (MJ/m^3.K)	Cp (56gün) (MJ/m^3.K)	T(3gün) (W/m^2.K)	T(7gün) (W/m^2.K)	T(28gün) (W/m^2.K)	T(56gün) (W/m^2.K)
	Seri Ort	**Seri Ort**	**Seri Ort**	**SeriOrt**	**Seri Ort**	**SeriOrt**	**Seri Ort**	**Seri Ort**
K.K-BETON-0	1,97	1,51	1,38	1,35	0,84	0,59	0,51	0,48
K.K-BETON-1	1,16	1,03	0,97	0,91	0,53	0,39	0,34	0,33
K.K-BETON-2	1,69	1,41	1,13	1,32	0,64	0,47	0,42	0,39
K.K-BETON-3	1,86	1,42	1,43	1,36	0,48	0,34	0,34	0,33
K.K-BETON-4	1,73	1,52	1,40	1,36	0,57	0,44	0,38	0,37
K.K-BETON-5	1,81	1,43	1,39	1,33	0,62	0,45	0,40	0,40
K.K-BETON-6	1,68	1,46	1,27	1,22	0,63	0,53	0,43	0,42
K.K-BETON-7	1,79	1,23	1,07	1,15	0,74	0,42	0,37	0,37
K.K-BETON-8	2,04	1,22	1,01	1,07	0,73	0,43	0,38	0,38
K.K-BETON-9	1,48	1,22	1,15	1,10	0,61	0,44	0,41	0,39

Çizelge 4.21 K.K-Beton deneylerine ait ortalama diğer deneysel sonuçları

	28 B.D (MPa)	A.K.K (%g)	Su Emme %S.E	E.D (kΩ.m)	UPV (km/s)
Deney No	**Seri Ort**	**Seri Ort**	**Seri Ort**	**Seri Ort**	**Seri Ort**
K.K-BETON-0	17,46	53,24	21,89	0,67	2,51
K.K-BETON-1	45,91	2,77	25,75	0,96	2,45
K.K-BETON-2	62,42	9,64	28,66	0,70	2,37
K.K-BETON-3	45,24	4,44	30,43	0,83	2,32
K.K-BETON-4	34,52	20,42	32,91	0,85	2,25
K.K-BETON-5	26,42	52,16	24,18	0,82	2,50
K.K-BETON-6	15,52	45,40	25,73	0,78	2,49
K.K-BETON-7	18,75	24,48	27,87	0,57	2,42
K.K-BETON-8	16,95	29,52	30,80	0,49	2,22
K.K-BETON-9	17,34	67,03	25,22	0,66	2,43

4.4.1. K.K – Beton harçı deneylerinde TOPSIS tabanlı Taguchi Methodu

$L_9(3^4)$ Karbon kaynaklı-beton deneylerine ait Çizelge 4.20 ve 4.21'deki veriler kullanılarak çok yanıtlı optimizasyon problemi TOPSIS Yöntemi ile tek yanıtlı optimizasyon problemine dönüştürülmüş ve ideal çözüme göreli uzaklıkları C_i^* hesaplanmıştır.

Çizelge 4.22 K.K -Beton deneyleri için hesaplanan S / N oranları ve tasarımlara ait ağırlıklar

Karar Matrisi (S/N Oranları)													
Yanıtlar	**R1**	**R2**	**R3**	**R4**	**R5**	**R6**	**R7**	**R8**	**R9**	**R10**	**R11**	**R12**	**R13**
Ağırlıklar	**0,077**	**0,077**	**0,077**	**0,077**	**0,077**	**0,077**	**0,077**	**0,077**	**0,077**	**0,077**	**0,077**	**0,077**	**0,077**
Ağırlıklar	**0,133**	**0,133**	**0,133**	**0,133**	**0,053**	**0,053**	**0,053**	**0,053**	**0,080**	**0,053**	**0,040**	**0,027**	**0,053**
Ağırlıklar	**0,036**	**0,036**	**0,036**	**0,036**	**0,054**	**0,054**	**0,054**	**0,054**	**0,179**	**0,143**	**0,071**	**0,089**	**0,161**
KK-BETON 1	**-5,44**	-8,28	-9,40	-9,54	1,29	0,27	-0,28	-0,81	0,33	32,53	7,77	-28,21	-8,85
KK-BETON 2	-3,90	-6,50	-7,51	-8,22	4,54	3,01	1,05	2,44	3,14	35,35	7,48	-29,15	-19,68
KK-BETON 3	-6,36	-9,34	-9,37	-9,58	5,39	3,06	3,11	2,69	1,66	33,11	7,31	-29,66	-12,95
KK-BETON 4	-4,89	-7,10	-8,44	-8,74	4,77	3,65	2,90	2,69	1,39	30,76	7,04	-30,35	-26,20
KK-BETON 5	-4,15	-7,01	-8,00	-7,94	5,15	3,09	2,89	2,49	1,72	28,44	7,96	-27,67	-34,35
KK-BETON 6	-3,99	-5,57	-7,27	-7,46	4,50	3,30	2,10	1,71	2,19	23,82	7,93	-28,21	-33,14
KK-BETON 7	-2,62	-7,57	-8,65	-8,66	5,08	1,80	0,61	1,24	4,95	25,46	7,67	-28,90	-27,77
KK-BETON 8	-2,72	-7,31	-8,33	-8,51	6,18	1,73	0,10	0,60	6,19	24,58	6,94	-29,77	-29,40
KK-BETON 9	-4,30	-7,04	-7,80	-8,20	3,43	1,71	1,18	0,82	3,64	24,78	7,72	-28,03	-36,53
K.T.	13,23	22,11	25,01	25,69	14,02	7,84	5,81	5,72	9,92	87,14	22,63	86,69	81,04

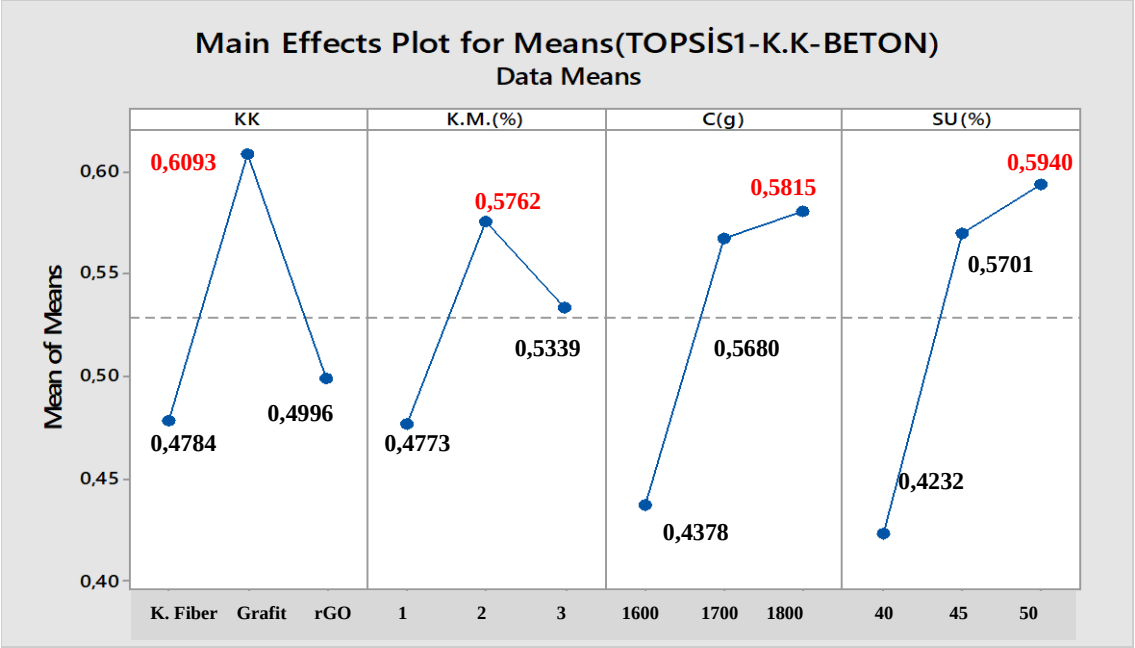
Yapılan 4 aşama deneyler sonucunda, karbon kaynaklı-beton harçı deneylerinde, kalite kriterlerinin sonuçlarına göre Taguchi Yöntemi kullanılarak hesaplana sinyal/gürültü oranları Çizelge 4.22 verilmişitir. 3 farklı ağırlıklı normalize edilmiş kalite kriterlerine göre, Şekil 4.25, 4.28 ve 4.31 oluşturularak, 3 adet optimum nokta belirlenmiş ve doğrulama deneyleri yapılmıştır

Ağırlıkça Normalize Edilmiş Karar Matrisi																
Yanıtlar	*R1*	*R2*	*R3*	*R4*	*R5*	*R6*	*R7*	*R8*	*R9*	*R10*	*R11*	*R12*	*R13*	S^+	S^-	C^*
Ağırlıklar	0,076	0,076	0,076	0,076	0,076	0,076	0,076	0,076	0,076	0,076	0,076	0,076	0,076			
KK-BETON 1	**-0,03**[b]	-0,03	-0,03	-0,03	0,01	0,00	0,00	-0,01	0,00	0,03	0,03	-0,03	-0,01	**0,10**[c]	**0,03**[d]	**0,229**[e]
KK-BETON 2	-0,02	-0,02	-0,02	-0,02	0,02	0,03	0,01	0,03	0,02	0,03	0,03	-0,03	-0,02	0,04	0,07	**0,605**
KK-BETON 3	-0,04	-0,03	-0,03	-0,03	0,03	0,03	0,04	0,04	0,01	0,03	0,02	-0,03	-0,01	0,05	0,08	**0,600**
KK-BETON 4	-0,01	-0,02	-0,03	-0,03	0,03	0,04	0,04	0,04	0,01	0,03	0,02	-0,03	-0,02	0,04	0,08	**0,661**
KK-BETON 5	-0,03	-0,02	-0,02	-0,02	0,03	0,03	0,04	0,03	0,01	0,03	0,03	-0,02	-0,03	0,05	0,07	**0,603**
KK-BETON 6	-0,02	-0,02	-0,02	-0,02	0,02	0,03	0,03	0,02	0,02	0,02	0,03	-0,03	-0,03	0,05	0,06	**0564**
KK-BETON 7	-0,02	-0,03	-0,03	-0,03	0,03	0,02	0,01	0,02	0,04	0,02	0,03	-0,03	-0,03	0,05	0,06	**0,541**
KK-BETON 8	-0,02	-0,03	-0,03	-0,03	0,03	0,02	0,00	0,01	0,05	0,02	0,02	-0,03	-0,03	0,06	0,06	**0,520**
KK-BETON 9	-0,03	-0,02	-0,02	-0,02	0,02	0,02	0,02	0,01	0,03	0,02	0,03	-0,02	-0,03	0,06	0,05	**0,437**
A^*	-0,01	-0,02	-0,02	-0,02	0,03	0,04	0,04	0,04	0,05	0,03	0,03	-0,02	-0,01			
A-	-0,04	-0,03	-0,03	-0,03	0,01	0,00	0,00	-0,01	0,00	0,02	0,02	-0,03	-0,03			

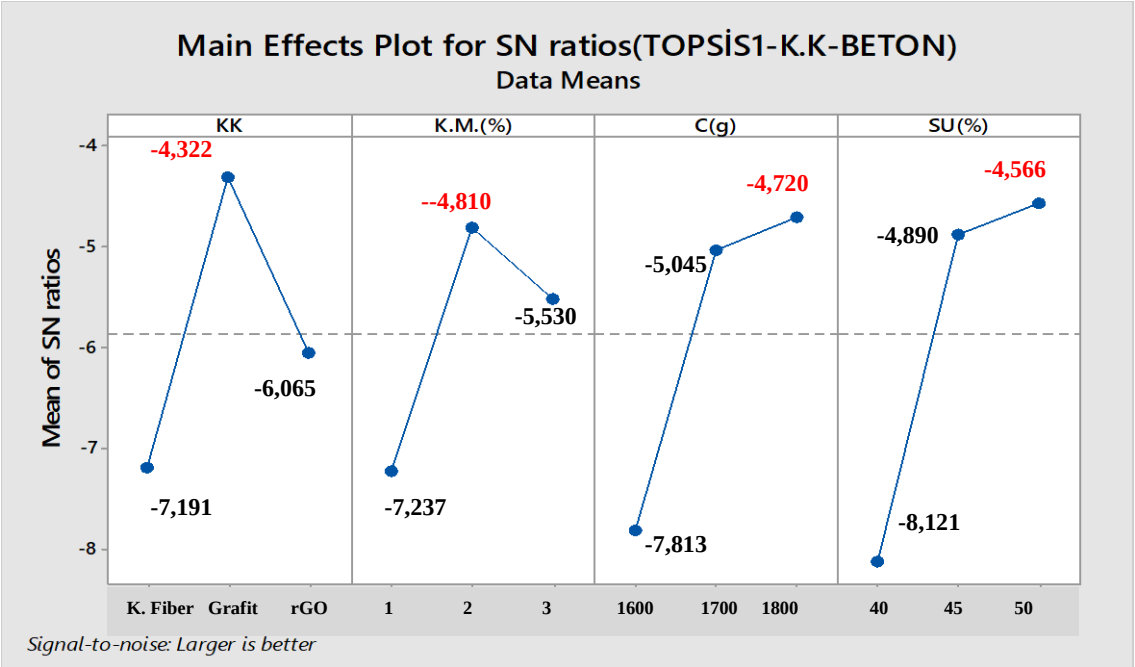
[a] *Sütunlardaki her elemanın karelerinin toplamının karekökü*
[b] *[Eşitlik 1.21] : 0.076*[(5,44)/(13,23)]=-0,03;*
[c] *[Eşitlik 1.26]: $\{[(0.03)-(0.04)]^2+ \ldots\ldots+ [(-0.01)-(-0.01)]^2\}^{1/2}=0.10$*
[d] *[Eşitlik 1.27]: $\{[(0.03)-(0.02)]^2\ldots\ldots\ldots+ [(-0.01)-(-0.03)]^2\}^{1/2}=0.03$*
[e] *[Eşitlik 1.28]: 0.09/(0.06+0.09)=0.229*

Şekil 4.25 K.K-Beton deneylerine 1. Ağırlıklı uygulama için hesaplanan S/N oranları ile TOPSIS Yöntemi uygulaması

Birinci ağırlıklı normalize edilmiş değerlere göre hesaplanan C_i* değerlerine ait yanıtlar Minitab programı ile Taguchi metoduna göre çözülmüş ve parametrelere ait ortalama grafikleri Şekil 4.26'de, sinyal/gürültü oranları grafikleri ise Şekil 4.27'de verilmiştir.



Şekil.4.26 K.K-Beton deneyleri için 1.ağırlık normalize edilmiş değerleri TOPSIS Yöntemi ile kul1anarak elde edilen ortalama değerlere ait ana etki grafikleri



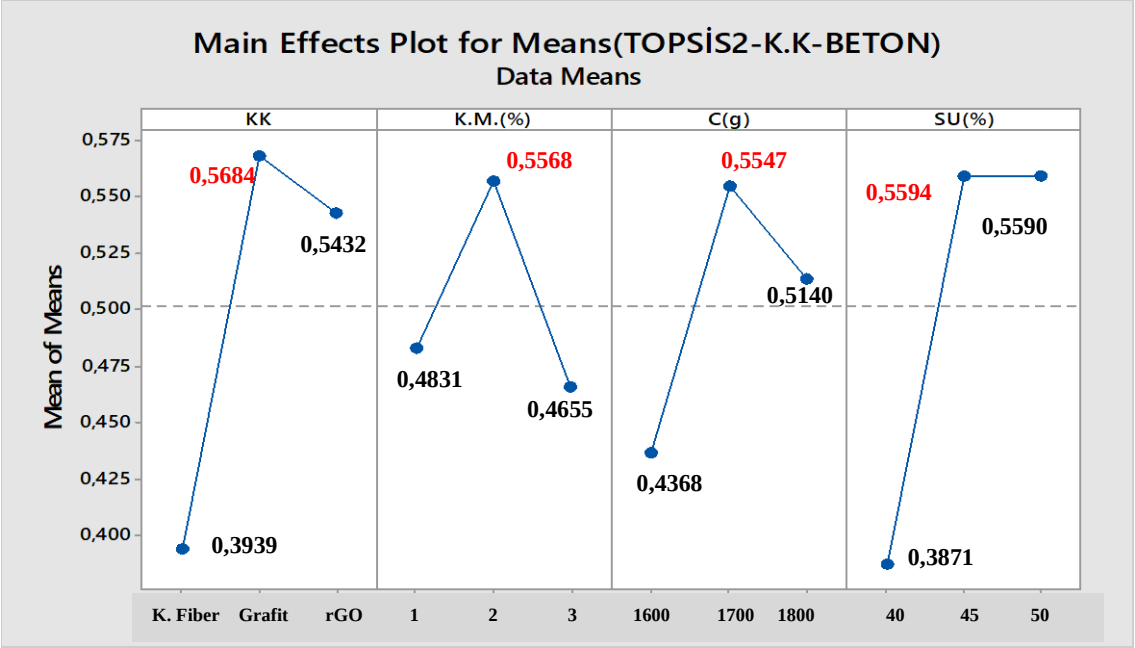
Şekil 4.27 K.K-Beton deneyleri için 1.ağırlık normalize edilmiş değerleri TOPSIS Yöntemi ile elde edilen S/N değerlerine ait ana etki grafikleri

İkinci ağırlıklı normalize edilmiş değerler TOPSIS Yöntemi ile tek yanıtlı optimizasyon problemine dönüştürülmesi için normalize edilen karar matrisi ve ağırlıklı normalize edilmiş matris sırası ile hesaplanıştır. Her deney için C_i^* hesaplanmış ve tüm bulgular Şekil 4.28.'a aktarılmıştır.

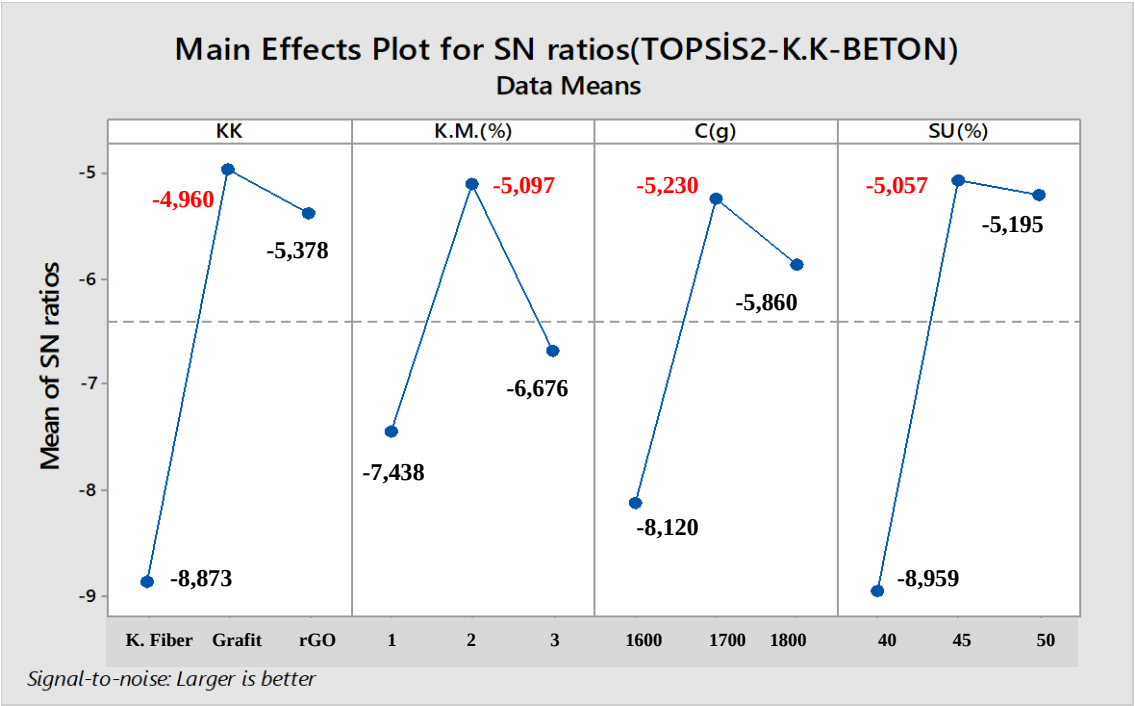
Ağırlıkça Normalize Edilmiş Karar Matrisi																
Yanıtlar	*R1*	*R2*	*R3*	*R4*	*R5*	*R6*	*R7*	*R8*	*R9*	*R10*	*R11*	*R12*	*R13*	S^+	S^-	C^*
Ağırlıklar	**0,133**	**0,133**	**0,133**	**0,133**	**0,053**	**0,053**	**0,053**	**0,053**	**0,080**	**0,053**	**0,040**	**0,027**	**0,053**			
KK-BETON 1	-0.06	-0,05	-0,05	-0,05	0,00	0,00	0,00	-0,01	0,00	0,02	0,01	-0,01	-0,01	0,09	0,02	**0,195**
KK-BETON 2	-0,04	-0,04	-0,04	-0,04	0,02	0,02	0,01	0,02	0,02	0,03	0,01	-0,01	-0,01	0,05	0,06	**0,559**
KK-BETON 3	-0,07	-0,06	-0,05	-0,05	0,02	0,02	0,03	0,03	0,01	0,03	0,01	-0,01	-0,01	0,07	0,06	**0,427**
KK-BETON 4	-0,01	-0,04	-0,05	-0,05	0,02	0,02	0,03	0,03	0,01	0,03	0,01	-0,01	-0,02	0,04	0,08	**0,660**
KK-BETON 5	-0,04	-0,04	-0,04	-0,04	0,02	0,02	0,03	0,02	0,01	0,03	0,01	-0,01	-0,02	0,05	0,06	**0,521**
KK-BETON 6	-0,04	-0,03	-0,04	-0,04	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	0,01	-0,01	-0,02	0,05	0,06	**0,525**
KK-BETON 7	-0,03	-0,05	-0,05	-0,04	0,02	0,01	0,01	0,01	0,04	0,02	0,01	-0,01	-0,02	0,04	0,06	**0,594**
KK-BETON 8	-0,03	-0,04	-0,04	-0,04	0,02	0,01	0,00	0,01	0,05	0,02	0,01	-0,01	-0,02	0,05	0,07	**0,590**
KK-BETON 9	-0,05	-0,04	-0,04	-0,04	0,01	0,01	0,01	0,01	0,03	0,02	0,01	-0,01	-0,02	0,06	0,05	**0,445**
A^*	-0,01	-0,03	-0,04	-0,04	0,02	0,02	0,03	0,03	0,05	0,03	0,01	-0,01	-0,01			
A-	-0,07	-0,06	-0,05	-0,05	0,00	0,00	0,00	-0,01	0,00	0,02	0,01	-0,01	-0,02			

Şekil 4.28 K.K-Beton Deneylerine 2. Ağırlıklı uygulama için hesaplanan S / N oranları ile TOPSIS Yöntemi uygulaması

İkinci ağırlıklı normalize edilmiş değerlere göre hesaplanan C_i* değerlerine ait yanıtlar Minitab programı ile taguchi metoduna göre çözülmüş ve parametrelere ait ortalama grafikleri Şekil 4.29'da, sinyal/gürültü oranları grafikleri ise Şekil 4.30'da verilmiştir.



Şekil 4.29 K.K-Beton deneyleri için 2.ağırlık normalize edilmiş değerleri TOPSIS Yöntemi kul1anarak elde edilen ortalama değerlere ait ana etki grafikleri



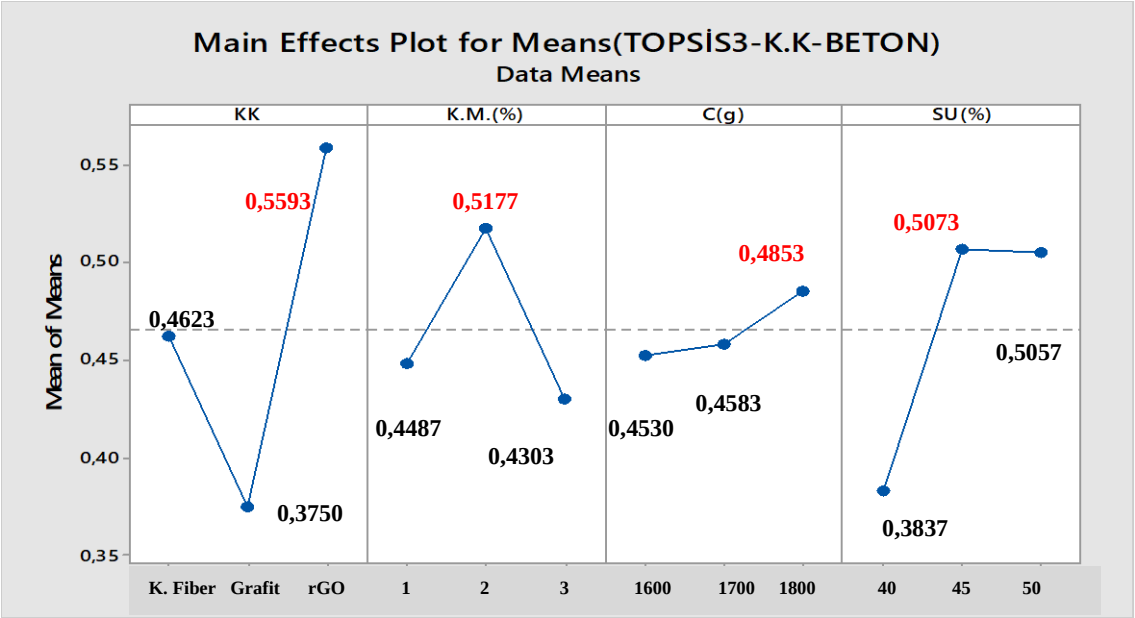
Şekil 4.30 K.K-Beton deneyleri için 2.ağırlıklı normalize edilmiş değerleri TOPSIS Yöntemi kul1anarak elde edilen S/N değerlerine ait ana etki grafikleri

Üçüncü ağırlıklı normalize edilmiş değerler TOPSIS Yöntemi ile tek yanıtlı optimizasyon problemine dönüştürülmesi için normalize edilen karar matrisi ve ağırlıklı normalize edilmiş matris sırası ile hesaplanıştır. Her deney için C_i^* hesaplanmış ve tüm bulgular Şekil 4.31'a aktarılmıştır.

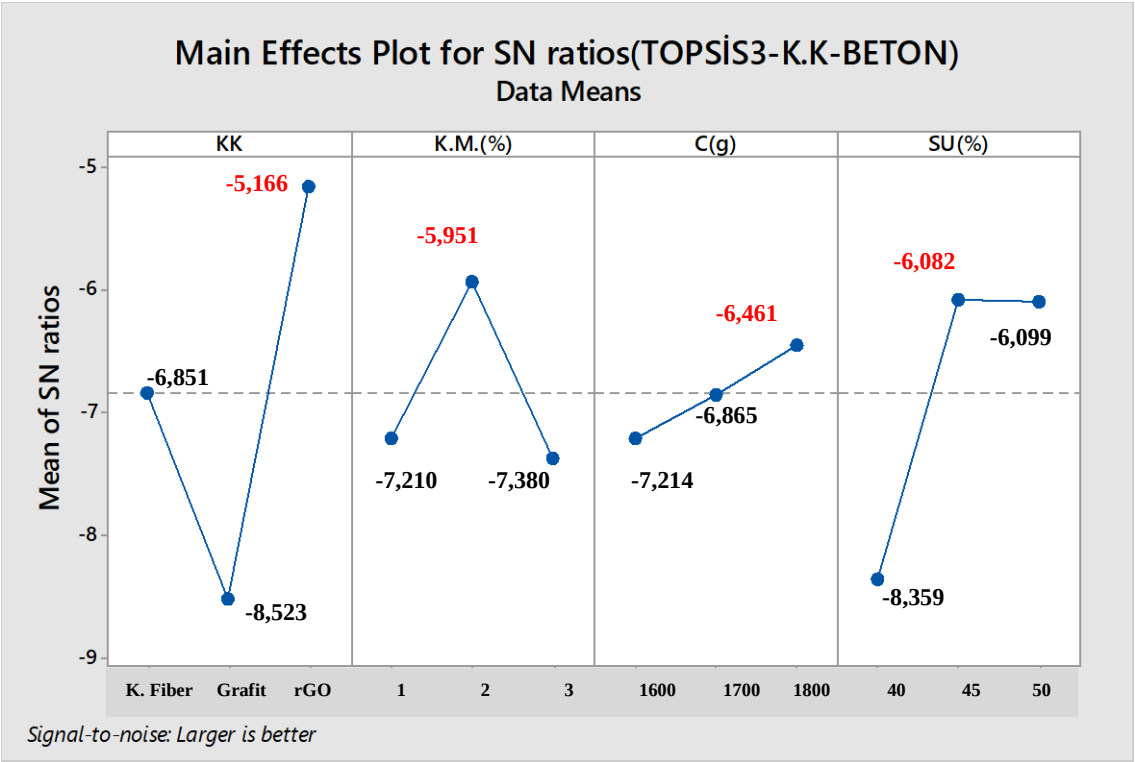
Ağırlıkça Normalize Edilmiş Karar Matrisi																
Yanıtlar	*R1*	*R2*	*R3*	*R4*	*R5*	*R6*	*R7*	*R8*	*R9*	*R10*	*R11*	*R12*	*R13*	S^+	S^-	C^*
Ağırlıklar	**0,036**	**0,036**	**0,036**	**0,036**	**0,054**	**0,054**	**0,054**	**0,054**	**0,179**	**0,143**	**0,071**	**0,089**	**0,161**			
KK-BETON 1	-0,01	-0,01	-0,01	-0,01	0,00	0,00	0,00	-0,01	0,01	0,05	0,02	-0,03	-0,02	0,12	0,06	**0,351**
KK-BETON 2	-0,01	-0,01	-0,01	-0,01	0,02	0,02	0,01	0,02	0,06	0,06	0,02	-0,02	-0,04	0,06	0,08	**0,549**
KK-BETON 3	-0,02	-0,02	-0,01	-0,01	0,02	0,02	0,03	0,03	0,03	0,05	0,02	-0,02	-0,03	0,08	0,08	**0,487**
KK-BETON 4	-0,01	-0,01	-0,01	-0,01	0,02	0,02	0,03	0,03	0,03	0,05	0,02	-0,02	-0,06	0,10	0,06	**0,391**
KK-BETON 5	-0,01	-0,01	-0,01	-0,01	0,02	0,02	0,03	0,02	0,03	0,05	0,03	-0,02	-0,08	0,10	0,06	**0,365**
KK-BETON 6	-0,01	-0,01	-0,01	-0,01	0,02	0,02	0,02	0,02	0,04	0,04	0,03	-0,02	-0,07	0,09	0,06	**0,369**
KK-BETON 7	-0,01	-0,01	-0,01	-0,01	0,02	0,01	0,01	0,01	0,09	0,04	0,02	-0,02	-0,06	0,06	0,09	**0,604**
KK-BETON 8	-0,01	-0,01	-0,01	-0,01	0,02	0,01	0,00	0,01	0,11	0,04	0,02	-0,02	-0,07	0,06	0,11	**0,639**
KK-BETON 9	-0,01	-0,01	-0,01	-0,01	0,01	0,01	0,01	0,01	0,07	0,04	0,02	-0,02	-0,08	0,09	0,07	**0,435**
A*	-0,01	-0,01	-0,01	-0,01	0,02	0,02	0,03	0,03	0,11	0,06	0,03	-0,02	-0,02			
A-	-0,02	-0,02	-0,01	-0,01	0,00	0,00	0,00	-0,01	0,01	0,04	0,02	-0,03	-0,08			

Şekil 4.31 K.K-Beton Deneylerine 3. ağırlıklı uygulama için hesaplanan S / N oranları ile TOPSIS Yöntemi uygulaması

Üçüncü ağırlıklı normalize edilmiş değerlere göre hesaplanan C_i* değerlerine ait yanıtlar Minitab programı ile Taguchi Metoduna göre çözülmüş ve parametrelere ait ortalama değerler grafikleri Şekil 4.32'de, sinyal/gürültü oranları grafikleri ise Şekil 4.33'de verilmiştir.



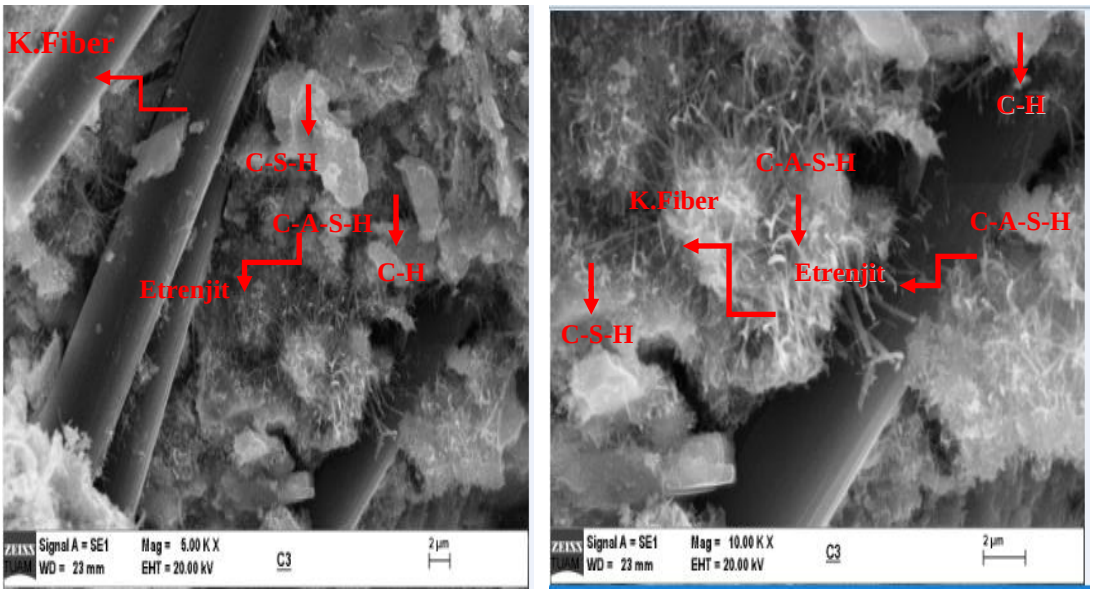
Şekil 4.32 K.K-Beton Deneyleri için 3.ağırlıklı normalize edilmiş değerleri TOPSIS Yöntemi kul1anarak elde edilen ortalama değerlere ait ana etki grafikleri



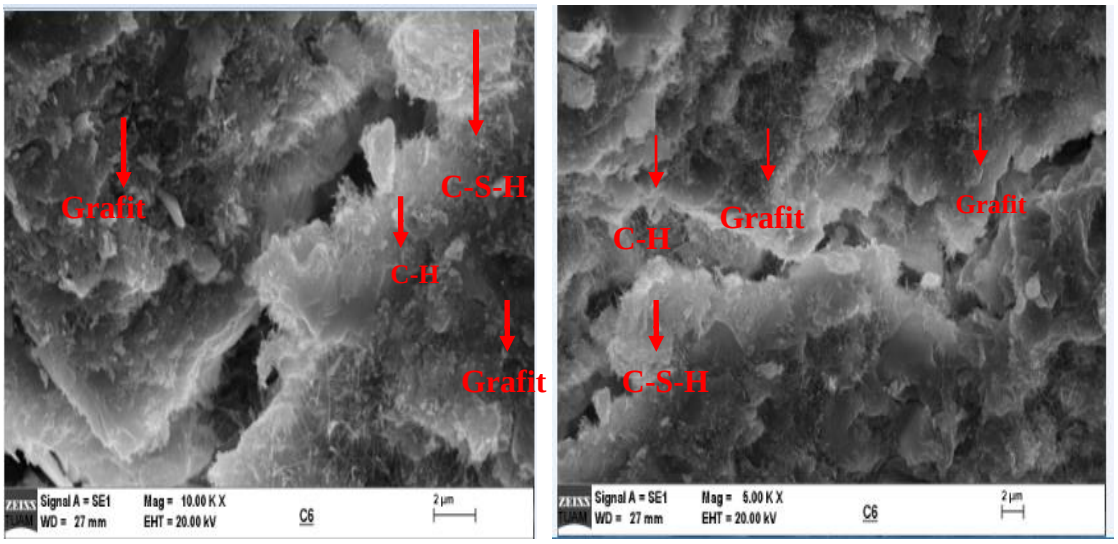
Şekil 4.33 K.K-Beton Deneyleri için 3.ağırlıklı normalize edilmiş değerleri TOPSIS Yöntemi kul1anarak elde edilen S/N değerlerine ait ana etki grafikleri

4.4.2 K.K - Beton harçı tasarımının doğrulama deneylerinin yapılması

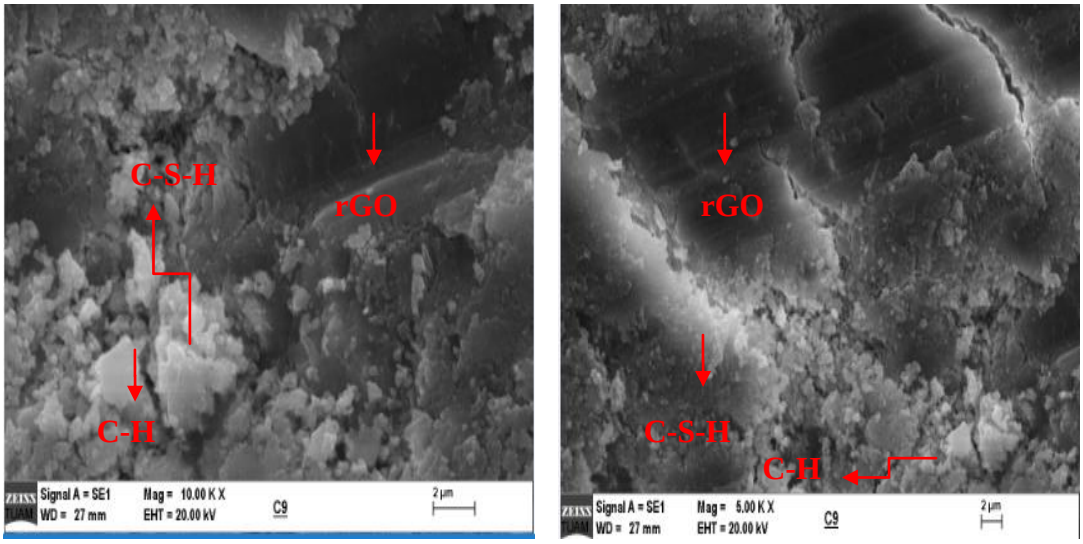
Doğrulama deneyleri için gerçekleştirilen karbon kaynaklı-beton örneklerinde SEM analizleri yapılmıştır. SEM cihazı ile beton içerisine ilave edilen nano malzemelerin beton yapısını oluşturan hammaddelerin uyuşma derecesi analiz edilmiştir. C-S-H jeli (Kalsiyum Silikat Hidrat) çimentoya bağlayıcılık özelliği sağlayarak ve dayanım kazandıran bir üründür. C-H (Kalsiyum Hidroksit) ise dayanıma etkisi olmayıp, beton içindeki bazik yapıyı sağlayan bir üründür. Karbon kaynaklı beton harçı deneylerindeki karbon kaynağı çeşidine göre alınan SEM görüntülerinde, C-S-H ve C-H tabakalarının oluştuğunu görmek mümkündür. C-S-H ve C-H oluşumu sağlandıkça betonun dayanım kazanma oranı artar. Ancak yine de beton hala tam anlamıyla dayanım için yeterli seviyede değildir. Ağır yüklerden zarar görebilir. Çimento ve su karıştıktan hemen sonra alüminatlar çözünmeye başlarlar ve alüminatın su ile tepkimesi sonucu iğnemsi bir yapıda olan etrenjit oluşur (C-A-S-H). Şekil 4.34, 4.35 ve 4.36 ait SEM görüntüleri incelendiğinde, karbon fiber, grafit ve indirgenmiş grafen oksitin çimento harçı içerisine yerleştiği anlaşılmaktadır (Yang *et al* 2017).



Şekil 4.34 K.K-Beton harçı deneylerinin K.Fiber katkılı olan deneye ait SEM görüntüleri



Şekil 4.35 K.K. -Beton harçı deneylerinin grafit katkılı olan deneye ait SEM görüntüleri



Şekil 4.36 K.K-Beton harçı deneylerinin rGO katkılı olan deneye ait SEM görüntüleri

4.5 Deney Tasarımlarına Ait İyileşme Oranları

Çalışmanın bu kısmında optimum koşullarda gerçekleştirilen deneylere ait sonuçlar ve iyileşme oranları ele alınmıştır. Sonuçlar değerlendirildiğinde aynı anda birden fazla çıktıyı optimize etmeye çalışıldığı için, elde edilen sonuçların bazıları literatürle farklılık göstermekle birlikte, bazı sonuçlarda ise negatif bir iyileşme oranı

bulunmuştur. Gerçekleştirilen deney tasarımlarına ait sonuçlar sırasıyla aşağıda verilmiştir.

4.5.1 GO sentezinde doğrulama deneylerine ait bulguların değerlendirilmesi

Grafitten Hummers Yöntemi ile grafen oksit sentezi $L_8(2^7)$ deney tasarımındaki sonuçlar, ağırlıklı TOPSIS Taguchi Metodu ile Minitab paket programında analiz edildiğinde 3 farklı optimum nokta belirlenmiştir. Şekil 4.2, 4.4 ve 4.6 incelendiğinde 1., 2. ve 3. ağırlıklı normalize edilmiş değerlere göre bulunan optimum parametre ait seviyeler Çizelge 4.23'de ortak olarak verilmiştir. Çizelge 4.23 incelediğinde parametrelere ait optimum seviyeler arasında sadece grafit miktarı ve sülfürik asit miktarında farklılık gözlenmektedir.

Çizelge 4.23 GO sentezinin ağırlıklı normalize edilmiş değerlere göre optimum noktalar ve seviyeleri

	Parametreler	1.Ağırlıklı Optimum Seviyeler	2.Ağırlıklı Optimum Seviyeler	3.Ağırlıklı Optimum Noktalar
Grafen Oksit Sentezi Optimum Seviyeler	(A)Santrifüj	1 (EVET)	1 (EVET)	1 (EVET)
	(B)Filtreleme	2 (HAYIR)	2 (HAYIR)	2 (HAYIR)
	(C)100ml HCI ile Yıkama	2 (%10)	2 (%10)	2 (%10)
	(D)Grafit miktarı	2 (4,5g)	1 (3g)	2 (4,5g)
	(E)$NaNO_3$ miktarı	1 (1,5g)	1 (1,5g)	1 (1,5g)
	(F) $KMnO_4$ miktarı	2 (15g)	2 (15g)	2 (15g)
	(G) H_2SO_4 miktarı	2 (103ml)	1 (69ml)	1 (69ml)

Çizelge 4.23'de verilen ağırlıklı normalize edilmiş değerlere gore belirlenen optimum koşullarda gerçekleştirilen doğrulama deneyinin sonuçları ile $L_8(2^7)$ grafen oksit sentezi deney tasarımındaki 1 nolu deneyin sonucu referans alınarak, mevcut optimum koşullar arasında iyileşme oranları Çizelge 4.24'de verilmiştir.

Çizelge 4.24 GO tasarımı için optimum ve referans malzeme özellikleri arasındaki iyileştirme oranları

	Yanıtlar	Referans[a] GO1	*Optimum GO1	Optimum GO2	Optimum GO3	Optimum İyileşme Oranı (1)(%)	Optimum İyileşme Oranı (2)(%)	Optimum İyileşme Oranı (3)(%)
Grafen Oksit Sentezi İyileşme Oranları	ID/IG (Raman)	0,9527	0,8855	0,8283	0,7683	**7,05**[b]	13,06	19,36
	I2D (Raman)	11,14	2,28	16,03	17,26	**-79,53**[c]	43,90	54,94
	I(D+D') (Raman)	1,64	1,98	5,03	1,98	-20,73	-206,71	-20,73
	Yüzey Pürüzlülüğü (Sr. nm) (AFM)	42,72	25,59	51,10	34,24	40,10	-19,62	19,85
	Kristal Boyutu (XRD- nm)	7,06	6,68	3,32	2,90	5,38	52,97	58,92
	C/O (SEM+EDAX)	2,37	2,01	2,28	2,48	15,19	3,80	-4,64

Optimum koşullarda gerçekleştirilen deneye ait % iyileşme oranı hesabı

[a] *Referans deney, tasarımındaki parameter ait en düşük seviyelere sahip olan 1 nolu deneydir*

[b] *((0,9527-0,8855) / 0,9527)*100 =7,05[1] (artı değer iyileşme anlamındadır)*

[c] *((2,28-11,14/11,14)*100) = -79,53[2] (eksi değer kotüleşme anlamındadır)*

$L_8(2^7)$ grafen oksit sentezi deney tasarımına ait, 1 nolu deney referans olarak alınarak, optimum koşullarda yapılan deneylerde iyileşme oranları belirlenecek olursa, Raman analizleri açısından D/G, I2D, D+D' sonuçları ve XRD analizindeki kristal boyutu sonucu açısından en iyi iyileşme değerlerini 3. ağırlıklı normalize edilmiş optimum deneyde gözlemlenmiştir. Bu deneyin diğer deneylerden tek farklı yanı, sülfürik asit miktarındaki azalış ve kullanılan grafit miktarındaki artıştır. AFM analizindeki yüzey pürüzlülüğü değeri ve SEM+EDX analizindeki C/O oranındaki en iyi iyileşme değerini veren sonuç 1. ağırlıklı normalize edilmiş optimum noktadır. Grafit miktarındaki ve sülfürik asit miktarındaki artış yüzey pürüzlülüğü ve C/O oranınındaki iyleşme oranını artırmıştır.

4.5.2 rGO sentezinde doğrulama deneylerine ait bulguların değerlendirilmesi

Kimyasal indirgeme metodu ile indirgenmiş grafen oksit sentezi $L_8(2^7)$ deney tasarımındaki sonuçlar, ağırlıklı TOPSIS Taguchi Metodu ile Minitab paket programında analiz edilmiştir. Şekil 4.9, 4.11 ve 4.13 incelendiğinde 1., 2. ve 3. ağırlıklı normalize edilmiş değerlere göre bulunan optimum parametrelere ait seviyeler Çizelge 4.25'de ortak olarak verilmiştir. Çizelge 4.25'de incelediğinde 3 farklı ağırlıklı normalize edilmiş değer olmasına rağmen tüm ağırlıklı değerlerin parametrelere ait optimum seviyeleri aynı çıkmıştır.

Çizelge 4.25 rGO sentezinin ağırlıklı normalize edilmiş değerlere göre optimum noktalar ve seviyeleri

	Parametreler	1.Ağırlıklı Optimum Seviye	2.Ağırlıklı Optimum Seviye	3.Ağırlıklı Optimum Seviye
İndirgenmiş Grafen Oksit Sentezi-Optimum Noktalar	(A) Reaksiyon Süresi	2 (24 saat)	2 (24 saat)	2 (24 saat)
	(B) Ultrasonik Etki Süresi	1 (3saat)	1 (3saat)	1 (3saat)
	(C) Grafen Oksit Miktarı	1 (1g)	1 (1g)	1 (1g)
	(D)$NaBH_4$, Miktarı	2 (6g)	2 (6g)	2 (6g)
	(E) Saf Su Miktarı	2 (600ml)	2 (600ml)	2 (600ml)
	(F) Sıcaklık Prosesi	2 (Basınçlı 120ºC)	2 (Basınçlı 120ºC)	2 (Basınçlı 120º)
	(G) Kurutma Prosesi	2 (Vakumlu 50 ºC)	2 (Vakumlu 50 ºC)	2 (Vakumlu 50 ºC)

Çizelge 4.25'de verildiği üzere ağırlıklı normalize edilmiş değerlere göre belirlenen optimum koşullarda gerçekleştirilen doğrulama deneylerinde sonuçları ile mevcut koşulların sonuçları arasında iyileşme oranları Çizelge 4.26' de verilmiştir.

Çizelge 4.26 rGO sentezinde optimum ve referans malzeme özellikleri arasındaki iyileştirme oranları

	Yanıtlar	Referans rGO1	*Optimum rGO1	İyileşme Oranı 1 (%)
İndirgenmiş Grafen Oksit Sentezi İyileşme oranları	ID/IG (Raman)	1,12	1,14	1,51
	I2D (Raman)	2,13	8,00	276,29
	I(D+D') (Raman)	1,23	2,95	-139,84
	Yüzey Pürüzlülüğü (AFM-nm)	49,12	20,88	57,49
	Kristal Boyutun (XRD- nm)	5,64	2,93	48,05
	C/O (EDX)	2,75	5,55	101,82

$L_8(2^7)$ rGO sentezinde ağırlıklı normalize edilmiş değerlere göre hesaplanan parametrelere ait optimum seviyelerde gerçekleştirelen, deneylere ait sonuçlar aynı anda 6 adet kalite kriterini optimize ettiği için, elde edilen sonuçlar kalite kriteri bazında literatürle farklılık gösterebilir (Guerrero-Contreras *et al* 2015ve Muzkya *et al* 2017). İyileşme oranları incelendiğinde, reaksiyon süresinin artması kalite kriterleri üzerinde olumlu etkisinin olduğu gözlenmiştir. Ultrasonik etki süresi azaldıkça, grafen oksit miktarı azaldıkça ve $NaBH_4$ miktarı artıkça indirgenme verimi artmıştır. Reaksiyon sıcaklıklığının artması ve vakum altında kurutmanın olumlu yönde etkileri tespit edilmiştir. Deney tasarımdaki en düşük parametre seviyesine sahip olan, 1 nolu deney referans olarak alınarak, optimum koşullarda yapılan deneylerdeki iyileşme oranları belirlenmıştır

4.5.3 GO-Beton Deney Tasarımında Doğrulama Deneylerine Ait Bulguların Değerlendirilmesi

$L_8(1^4{}_*2^4)$ Grafen oksit-beton deney tasarımının tasarımındaki sonuçlar, ağırlıklı TOPSIS Taguchi Metodu ile Minitab paket programında analiz edilmiştir. Şekil 4.17, 4.20 ve 4.23 incelendiğinde 1., 2. ve 3., ağırlıklı normalize edilmiş değerlere göre bulunan optimum parametrelere ait seviyeler Çizelge 4.27'de ortak olarak verilmiştir.

Çizelge 4.27 GO-Beton deney tasarımının ağırlıklı normalize edilmiş değerlere göre optimum noktalar ve seviyeleri

	Parametreler	1.Ağırlıklı Optimum Seviyeler	2.Ağırlıklı Optimum Seviyeler	3.Ağırlıklı Optimum Seviyler
Grafen Oksit –Beton Optimum Deneyler	**(GO)** – Grafen Oksit Yüzdesi	2 (% 2,5)	2 (% 2,5)	2 (% 2,5)
	(C) - Çimento miktarı	1 (1600g)	1 (1600g)	1 (1600g)
	(UK) - Uçucu Kül Yüzdesi	1 (200 g)	1 (200g)	1 (200g)
	(SP) -Süper Plastikleştirici Yüzdesi	2 (% 0,75)	1 (% 0,50)	1 (% 0,50)
	(Su) - Su Miktarı (%)	1 (%40)	2 (%50)	1 (%40)

Not: Yüzdeler çimento miktarı baz alınarak hesaplanmıştır.

Çizelge 4.27'de verildiği üzere ağırlıklı normalize edilmiş değerlere gore optimum koşullar belirlenmiştir. Ancak optimum koşullar arasında sadece kullanılan süper plastikleştirci yüzdesi ve su miktarı oranlarında düşük şiddette farklılıklar belirlenmiştir. Ağırlıklı normalize edilmiş değelerin optimum koşulların seviyeleri üzerinde ki etkinliği zayıftır. Deney şartları, zaman ve ortam gibi kontrol edilemeyen faktörlerin etkisi göz önüne alındığında optimum koşullardaki değerlendirme yapabilmek için, bu seviyelere ait en yakın deney tasarımına ait deneyin seçilmesine karar verilmiştir. On üç yanıt için iyileşme oranları, referans deney ile optimum koşullara en yakın deney göz önünde bulundurularak Çizelge 4.28'de verilmiştir.

Çizelge 4.28 GO-Beton deney tasarımının ağırlıklı normalize edilmiş değerlere göre optimum ve referans malzeme özellikleri arasındaki iyileştirme oranları

	Yanıtlar	Referans° BETON	*OPTİMUM GO-BETON3	iyileşme Oranı 1(%)
Grafen Oksit –Beton Deneyleri İyileşme Oranları	T3 (W/(m^2.K))	0,84	0,60	28,01
	T7 (W/(m^2.K))	0,59	0,50	14,51
	T28 (W/(m^2.K))	0,51	0,44	14,37
	T56 (W/(m^2.K))	0,48	0,43	10,90
	Cp3(Mj/(m^3.K))	1,97	1,68	-15,05
	Cp7(Mj/(m^3.K))	1,51	1,51	0,20
	Cp28(Mj/(m^3.K))	1,38	1,33	-3,47
	Cp56(Mj/m^3.K)	1,35	1,26	-6,50
	ED (kΩ.m)	0,67	0,97	44,61
	B.D.(MPa)	17,46	28,5	67,23
	USH(km/s)	2,51	2,46	-1,99
	S.E.(%)	21,89	19,52	10,83
	AKK(%)	53,24	21,50	59,62

$L_8(1^4{*}2^4)$ Grafen oksit-beton harçı deneylerinde, TOPSIS tabanlı Taguchi Metodu kullanıldığı için, aynı anda 13 adet kalte kriterini optimize edilmiştir. Elde edilen optimum sonuçlar kalite kriteri bazında literatürle farklılık gösterebilir**.** İyileşme oranları incelendiğinde, grafen oksit katılmadan en düşük seviyeler alınarak gerçekleştirilen referans deneyinin sonuçları göz önüne alındığında, ağırlıklı normalize edilmiş değerlere göre belirlenen optimum koşullar, deney tasarımındaki 3 nolu deney olarak belirlenmiştir. Bu şartlardaki deneyin referans deneye göre, elektrik direnci, basınç dayanımı ve asitte kütle kaybı değerlerinde dikkate değer iyileşmeler sağlamıştır.

4.5.4 K.K - Beton deney tasarımında doğrulama deneylere ait bulguların değerlendirilmesi

$L_9(3^4)$ karbon kaynaklı-beton deney tasarımındaki sonuçlar, ağırlıklı TOPSIS Taguchi Metodu ile Minitab paket programında analiz edilmiştir. Şekil 4.27, 4.30 ve 4.33

incelendiğinde 1., 2. ve 3. ağırlıklı normalize edilmiş değerlere göre bulunan optimum parametrelere ait seviyeler Çizelge 4.29'da ortak olarak verilmiştir.

Çizelge 4.29 K.K.-Beton deney tasarımının ağırlıklı normalize edilmiş değerlere göre optimum noktalar ve seviyeleri

	Parametreler	1.Ağırlıklı Optimum Seviyeler	2.Ağırlıklı Optimum Seviyeler	3.Ağırlıklı Optimum Noktalar
Karbon Kaynaklı Beton –Optimum Deneyler	**(KK)** – Karbon Kaynağı	2 (Grafit)	2 (Grafit)	3 (rGO)
	(K.M.) – Karbon Miktarı Yüzdesi	2 (%1,5)	2 (%1,5)	2(%1,5)
	(C) – Çimento Miktarı	2 (1700g)	3 (1800g)	3 (1800g)
	(Su) –Su Miktarı Yüzdesi	2 (% 45)	3 (% 50)	2 (% 45)

Not: Yüzdeler çimento miktarı baz alınarak hesaplanmıştır.

Çizelge 4.29'de verildiği üzere ağırlıklı normalize edilmiş değerlere gore optimum noktalar belirlenmiştir. Kontrol edilemeyen faktörlerin etkisinden ötürü, optimum koşullardaki değerlendirme için, bu seviyelere ait en yakın deney tasarımına ait koşulların seçilmesine karar verilmiştir. Belirlenen optimum koşullara ait en yakın deney şartları tasarımdaki 5 ve 8 nolu deneylerdir. On üç yanıt için iyileşme oranları, referans deney ile optimum koşullara en yakın deney göz önünde bulundurularak Çizelge 4.29 da verilmiştir.

Çizelge 4.29 K.K.-Beton deney tasarımının ağırlıklı normalize edilmiş değerlere göre optimum ve referans malzeme özellikleri arasındaki iyileştirme oranları

	Yanıtlar	Referans° BETON	*OPTİMUM K.K-BETON 5	*OPTİMUM K.K-BETON 8	İyileşme Oranı 5(%)	İyileşme Oranı 8(%)
Karbon Kaynaklı–Beton Deneyleri Kalite Kriterleri	T3 (W/(m*K))	0,839	0,620	0,732	35,32	12,75
	T7 (W/(m*K))	0,586	0,446	0,431	31,39	26,45
	T28 (W/(m*K))	0,508	0,398	0,383	27,63	24,61
	T56 (W/(m*K))	0,477	0,401	0,389	18,95	18,45
	CP3(Mj/m^3 K)	1,974	1,81	2,037	-9,06	3,19
	CP7(Mj/m3 K)	1,509	1,43	1,220	-5,52	-19,15
	CP28(Mj/m3 K)	1,382	1,395	1,011	0,93	-26,85
	CP56(Mj/m3 K)	1,353	1,33	1,071	-1,72	-20,84
	ED (kΩ.m)	0,668	0,82	0,490	-18,54	26,65
	B.D.(MPa)	17,46	26,42	16,95	33,91	-2,92
	USH(km/s)	2,51	2,50	2,224	-0,4	-11,39
	S.E.(%)	21,89	24,18	30,80	-9,47	-40,68
	AKK(%)	53,24	52,16	29,52	2,07	44,55

$L_9(3^4)$ Karbon kaynaklı-beton harçı deneylerinde de, TOPSIS tabanlı Taguchi Metodu kullanılmış ve aynı anda 13 adet kalite kriteri optimize edilmiştir**.** Karbon katkısı katılmadan en düşük seviyeler alınarak gerçekleştirlen referans deneyinin sonuçları ile ağırlıklı normalize edilmiş değerlere göre belirlenen optimum koşulun deneyi göz önüne alınarak iyileşme oranları belirlenmiştir. Deney tasarımındaki 5 ve 8 nolu deney ağırlıklı normalize edilmiş değerlere göre optimum noktalara en yakın deney olarak belirlenmiştir. Kalite kriterlerine ait sonuçlar değerlendirilecek olursa 5 nolu optimum deneyin, ısı kapasitesi, termal iletkenlik, basınç dayanımı, su emme kalite kriterlerinde 8 nolu deneye göre dikkate değer iyileşmeler gözlenmiştir. 8 nolu deneyin beklenildiği üzere elektrik direnci ve asitte kütle kaybı kalite kriteri değerinde iyileşme oranı 5 nolu deneye göre daha baskın çıkmıştır.

5. BULGULAR ve TARTIŞMA

Bu tez çalışması önceki kısımlarda da belirtildiği üzere, dört ana deney tasarım basamağından oluşmaktadır. Çalışmalara ait tüm tasarımlarda kalite kriterleri TOPSIS tabanlı Taguchi Metoduna uygulanarak, parametrelere ait optimum seviyeler belirlenmeye çalışılmıştır. Birinci ve ikinci deney tasarımlarını oluşturan sentez kısmında altı adet ortak kalite kriteri belirlenmiş iken, üçüncü ve dördüncü deney tasarımlarını oluşturan beton harçı deneylerinde ise onüç adet kalite kriteri belirlenmiştir. Çalışmanın birinci ve ikinci aşamayı oluşturan sentez kısmında, ağırlıklı normalize edilmiş değerlere göre optimum noktalar belirlenmiştir. Deney tasarımı yapıldığı esnasındaki koşullar ile optimum koşullar gerçekleştirildiği esnasındaki koşullar arasında dikkate değer bir farklılık gözlenmemiştir. Bu sebeple, ağırlıklı normalize edilmiş değerlere göre bulunan, optimum koşullarda deneyler gerçekleştirilerek iyileşme oranları tespit edilmiştir. Üçüncü ve dördüncü aşamayı oluşturan beton harçı deneyleri için ise, ağırlıklı normalize edilmiş optimum noktalar belirleninceye kadar geçen sürede mevsim geçişi sebebiyle, laboratuvar ortamının sıcaklığının değişmesi, kullanılan malzemelerin sıcaklığında ve deney ortamı koşullarında değişiklikler meydana getirmiştir. Bu etkiler ihmal edilebilecek düzeyde olmadığı için, bu şartlarda deney yapmak yerine, bu şartlara en yakın deneylerin, deney tasarımından seçilmesi uygun görülmüştür.

5.1 $L_8(2^7)$ Grafen Oksit Sentezne Ait Deneysel Sonuçların Tartışılması

Çalışmanın ilk aşamasında, grafitten Hummers Yöntemi ile grafen oksit sentezi üzerinde durulmuştur. $L_8(2^7)$ deney tasarımına ait grafen oksit sentezi deneysel sonuçları değerlendirildiği zaman; Raman analizleri açısından en iyi iyileşme değerleri 3. ağırlıklı normalize edilmiş değerlere göre gerçekleştirilen optimum noktalarda çıkmıştır. 3. ağırlıklı normalize edilmiş değerin diğer ağırlıklı değerlerden farkı incelendiğinde ise sülfürik asit miktarının seviyesinin düşük ve grafit miktarının seviyesinin yüksek olduğu görülmektedir. Bu ağırlıklı değere göre; D/G, I2D ve D+D' değerlerindeki iyileşme oranları sırasıyla % 19,36, % 54,94 ve -% 20,73 olarak bulunmuş olup, XRD analizi ile elde edilen kristal boyutu değerinde ki iyileşme oranı

ise; % 58,92 olarak bulunmuştur. Sülfürik asit miktarının azalması, potasyum permanganat miktarının ve grafit miktarının artması, kristal boyutunda iyileşme oranını artırmaktadır. AFM analizinden elde edilen sonuçlar yüzey pürüzlülüğü açısından değerlendirilecek olursa sülfürik asit miktarı seviyesi ve grafit miktarı seviyesi artıkça yüzey pürüzlülüğü değerlerinde iyileşme olmaktadır. 1. ve 3. ağırlıklı normalize edilmiş optimum noktada gerçekleştirilen deneyde iyileşme oranları % 40,10 ve % 19,85 olarak bulunmuştur. SEM+EDX sonuçları (C/O) oksidasyonun bir ölçüsü olduğu için sülfürik asit ile potasyum permanganat miktarının artışı ile oksidasyonun artması beklenir. 1. ağırlıklı normalize edilmiş optimum noktada gerçekleştirilen deneyde iyileşme oranı % 15,19 olarak bulunmuştur.

Sonuçlar değerlendirilecek olursa; santrifuj kullanımının uygulanması ve filtrasyonun uygulanmaması parametreleri optimum çıkmıştır. Deneyler yapılması esnasında, filtrenin tıkanması, ürünün yıkanmasındaki zorluklar ve santrifüj ile ayırmanın daha başarılı olması bu durumu teyid etmektedir. HCl asit ile yıkama konsantrasyonun artması olumlu bir etkisi olduğu görülmektedir. Bu ise ürünün HCl ile yıkanması esnasında metal iyonlarının uzaklaştırıldığının bir göstergesidir. Grafit miktarının etkisi normalize edilmiş ağırlıkların etkisine göre değişmektedir. Ancak grafit miktarı artıkça oksidasyon derecesinin azalacağından dolayısıyla da, yapıdaki kusurun azalabileceği söylenebilir. $NaNO_3$' ın miktarının etkisi ise, en düşük seviyedeki kullanım miktarının optimum çıkması şeklinde verilebilir. Literatür çalışmaları incelendiğinde $NaNO_3$ oksidasyonun etkin bir mekanizma olmadığı gözlenmiştir (Zaaba *et al* 2017). $NaNO_3$' ın yerine daha çevreci, toksik gazlar yaymayan kimyasalların kullanımı mümkündür. Sülfürik asit ve potasyum permanganat oksidasyonu sağladığı için bu kimyasalların miktarının artması oksidasyon derecesini artırdığı için olumlu etki oluşturmaktadır. Ancak bu kimyasalların kullanım miktarının artması yapıdaki düzensizlik ve kusuru artırdığı için, ağırlıklı normalize edilmiş değerlere göre belirlenen optimum noktalardaki sülfürik asit kullanım miktarı seviyeleri de düşük çıkmıştır.

5.2 $L_8(2^7)$ İndirgenmiş Grafen Oksit Sentezine Ait Deneysel Sonuçların Tartışılması

Çalışmanın ikinci aşamasında, grafen oksitten kimyasal indirgeme metodu kullanarak indirgenmiş grafen oksit sentezi üzerinde durulmuştur. $L_8(2^7)$ deney tasarımına ait indirgenmiş grafen oksit sentezi deneysel sonuçları değerlendirilidiğinde; Raman analizleri açısından D/G, I2D ve D+D' değerlerindeki iyileşme oranları sırasıyla % 1,51 , % 276,29 ve -% 139,84 olarak belirlenmiştir. Yüzey pürüzlülüğü ve kristal boyutu açısından değerlendirilecek olursa, iyileşme oranı % 57,49 olarak bulunmuştur. SEM+EDX sonuçları değerlendirildiğinde, iyileşme oranı % 101,82 olarak bulunmuştur. (C/O) indirgeme potansiyelinin bir ölçüsü olup ne kadar yüksek olursa indirgeme verimi o kadar iyi olarak kabul edilir.

Raman analizleri sonuçlarının yapıdaki kusurun bir ifadesi olduğu düşünüldüğünde saf su miktarının azalması, $NaBH_4$ konsantrasyonunu arttırarak yapıdaki düzensizliği artırmış, raman analizlerindeki iyileşme oranlarının artmasına sebep olmuştur. $L_8(2^7)$ deney tasarımı seçilerek yapılan deneylerde 3 farklı ağırlıklı normalize edilmiş değerlere göre 1 adet optimum nokta belirlenmiştir. Ağırlıklı normalize edilmiş optimum koşulların parametreler üzerindeki etkisi açıklanacak olursa, reaksiyon süresinin artması kalite kriterleri üzerinde olumlu etkisi olmuştur. Bu da göstermektedir ki, indirgeme işlemi yavaş gerçekleşmektedir. $NaBH_4$, grafen oksitin kimyasal olarak indirgenmesini sağlamış ve $NaBH_4$'ın kullanım miktarı artırıldığı zaman kalite kriterleri üzerinde olumlu bir etki yaptığı tespit edilmiştir. Ancak dikkat edilmesi gereken bir durum ise $NaBH_4$'ın aşırı kullanımı yapı üzerindeki kusur ve düzensizliği artırabilir, buna dikkat edilmesi gerekir. Sıcaklık parametresi, basınçlı ortamda yüksek sıcaklıkta optimum çıkmıştır. Yüksek sıcaklık grafen oksit üzerindeki hidroksil ve karboksil bağlarının kopmasına sebep olur ve kalite kriterleri üzerinde etkisi olumludur. Kurutma işlemi olarak, vakumlu kurutmanın etkisi optimum çıkması ise göstermiştirki, atmosferik ortamda kurutma, sentezlenen indirgenmiş grafen oksitin havadaki oksijenden etkilenmesine ve kalite kriterlerinin olumsuz etkilenmesine sebep olabilir.

5.3 $L_8(1^4*2^4)$ GO-Beton Harçı Deneylerine Ait Deneysel Sonuçların Tartışılması

Çalışmanın üçüncü aşamasında grafen oksit katkılı beton harçı deneyleri üzerinde durulmuştur. $L_8(4^1*2^4)$ deney tasarımı seçilerek yapılan deneylerde 3 farklı ağırlıklı normalize edilmiş değerlere göre 3 farklı optimum nokta belirlenmiştir. Ancak optimum noktalar arasında süper plastikleştirici ve su miktarlarında şiddetleri düşük olmak üzere küçük farklılıklar vardır. Doğrulama deneyi olarak seçilen optimum koşullara en yakın deney, tasarımdaki 3 nolu deney olarak belirlenmiştir. Bu deneye göre 3, 7, 28 ve 56 günlük termal iletkenlik değerlerindeki iyileşme oranları sırasıyla % 28,01, % 14,51, % 14,37 ve % 10,90 olarak bulunmuştur. Isı kapasitesi 3, 7, 28 ve 56 günlük değerlerindeki iyileşme oranları sırasıyla -% 15,05, % 0,2, -% 3,47 ve -% 6,5 olarak bulunmuştur. Elektrik direnci, su emme yüzdesi ve ultrasonik ses hızı için iyileşme oranları sırasıyla % 44,61, % 10,83 ve -% 1,99 olarak bulunmuştur. Basınç dayanımı ve asitte kütle kaybı için iyileşme oranları sırasıyla % 67,23 ve % 59,62 olarak bulunmuştur.

Grafen oksit hidrofilik özellik taşımasından dolayı, grafen oksit miktarının belirli bir seviyenin üzerine çıkması, çimento harçının akışkanlığını olumsuz yönde etkilemektedir. Bu problem kısmen akışkanlaştırıcı ile giderilsede, akışkanlaştırıcı miktarının çok iyi ayarlanması gerekmektedir. Grafen oksitin hidrofilik özelliği termal iletkenlik ve ısı kapasitesinin zamana bağlı ölçümlerinde kontrol edilemeyen bir etken olup sonuçlar kararsız çıkmıştır. Su emme analizlerinde de grafen oksitin hidrofilik özelliği etkisi öne çıkmaktadır. Grafen oksitin yapısında bulunan karboksil ve hidroksil bağlar, aşırı kullanımda çimento harçı üzerinde olumsuz davranış sergileyebilmekte, bu sebepten dolayı, kullanılacak olan miktarın çok iyi belirlenmesi gerekir. Tasarımda kullanılan çimento miktarları seviye değerlerinden düşük seviye oranları optimum çıkmış olup grafen oksit ve çimentonun hidrofilik özellik göstermesi bunun sebebi olarak gösterilebilir. Uçucu kül kullanımındaki ana hedef grafen oksit ve çimento harçı karışımının akışkanlığını artırmaya yardımcı olmaktır. Ancak parametrelere ait optimum koşullardaki etkinliği zayıf çıkmıştır. Süper akışkanlaştırıcı miktarı grafen oksitin ve çimentonun hidrofilik özelliğinden kaynaklı olumsuz etkiyi

nötürlemek üzere kullanıldığı için beklenildiği üzere yüksek seviyedeki değeri optimum çıkmıştır.

5.4 $L_9(3^4)$ K.K-Beton Harçı Deneylerine Ait Deneysel Sonuçların Tartışılması

Çalışmanın dördüncü ve son aşamasında, karbon kaynak katkılı beton harçı deneyleri üzerinde durulmuştur. $L_9(3^4)$ deney tasarımı seçilerek yapılan deneylerde 3 farklı ağırlıklı normalize edilmiş değerlere göre 3 adet optimum nokta belirlenmiştir. Laboratuvar koşullarının kontrol edilemeyen faktörlerin etkisi giderilemediğinden, doğrulama deneyleri için optimum koşullara en yakın deneyler tasarımdan seçilmiştir. Belirlenen optimum noktalara en yakın deneyler tasarımdaki 5 ve 8 nolu deney olarak belirlenmiştir. 5 nolu deneyin sonuçları doğrulama deneyi olarak seçilirse; termal iletkenlik değerleri 3, 7, 28 ve 56 günlük termal iletkenlik değerlerindeki iyileşmeler sırasıyla % 35,32, % 31,39, % 27,63 ve % 18,95 olarak bulunmuştur. Isı kapasitesi 3, 7, 28 ve 56 günlük değerlerindeki iyileşme oranları sırasıyla -% 9,06, -% 5,52, -% 0,93 ve -% 1,72 olarak bulunmuştur. Basınç dayanımı, su emme ve ultrasonik ses hızı kalite kriterleri için iyileşme yüzdeleri sırasıyla, % 33,91, % 30,80 ve -% 0,4 olarak bulunmuştur. 8 nolu deneyde ise elektrik direnci, asitte kütle kaybı, iyileşme oranları sırasıyla % 26,65 ve % 44,55 olarak bulunmuştur.

Tasarım sonuçlarına göre 1. ve 2.ağırlıklı normalize edilmiş değerlere göre optimum karbon kaynağı grafit iken, 3. ağırlıklı normalize edilmiş değerlere göre en iyi etkiyi karbon kaynağı ise indirgenmiş grafen oksit olarak bulunmuştur. Karbon miktarının % 1,5'in üzerinde ilavesi tasarım üzerinde olumsuz etki göstermiştir. Karbon kaynakları açısından sonuçlar değerlendirildiğinde, termal iletkenlik, su emme ve ultrasonik ses hızı açısından, en iyi sonucu grafit sağlamıştır. Basınç dayanımı ve asitte kütle kaybının etkileri değerlendirildiğinde, en iyi sonucu, karbon fiber sağlamıştır. Elektrik direncinin etkileri incelendiğinde en iyi sonucu ise indirgenmiş grafen oksit sağlamıştır. İndirgenmiş grafen oksit iletken bir malzeme olduğu için bu ise beklenen bir durumdur.

6. SONUÇ

Çalışmanın birinci ve ikinci aşamasında gerçekleştirilen $L_8(2^7)$ deney tasarımlarına ait grafen oksit sentezi deneysel sonuçları açıklanacak olursa, santrifüj kullanımının filtrasyon kullanımına göre daha başarılı olduğu, potasyum permanganatın, sülfürik asite göre daha baskın bir etkisinin olduğu ekler tablosundaki grafikler incelendiği zaman görülebilir. $L_8(2^7)$ deney tasarımına ait indirgenmiş grafen oksit sentezi deneysel sonuçları değerlendirilecek olursa, basınçlı ortamda yüksek sıcaklık parametresi ve kurutma prosesi olarak vakumlu ortamın tercih edilmesi ve çözeltideki $NaBH_4$ konsantrasyonunun artırılması, kalite kriterlerine ait iyileşme oranlarında olumlu etikisinin olduğu tespit edilmiştir.

Çalışmanın üçüncü aşamasını oluşturan $L_8(1^4*2^4)$ deney tasarımını oluşturan grafen oksit katkılı beton harçı deneylerinin sonuçları açıklanacak olursa; grafen oksit miktarı % 2,5 oranına kadar ilavesi olumlu etki yaparken, bu seviyenin üzerinde ilavesi tasarım için iyileşme oranlarında bir düşüşe neden olmaktadır. Grafen oksitin tasarımdaki kullanım aralığının geniş olması ve ayrıca süper plastikleştirici aralığınında düşük olması, çimento harçının akışkanlığını olumsuz etkilemiştir. Grafen oksit kullanım miktarının artması ile asit direnci sonuçlarındaki iyileşme oranlarının artırması, tasarım açısından en önemli sonucu olarak değerlendirilebilir. Çalışmanın son aşamasını oluşturan $L_9(3^4)$ deney tasarımını oluşturan karbon kaynak katkılı beton harçı deneylerinde ağırlıklı normalize edilmiş kalite kriteri sonuçları incelendiğinde, indirgenmiş grafen oksitin kullanımının betonun elektriksel iletkenlik özelliğini, karbon fiberin ise, mekanik dayanım ve asit direnci sonuçlarında, grafitin ise ısı kapasitesi termal iletkenlik, su emme ve ultrasonik ses hızı değerlerinde daha fazla iyileşmeler sağladığı tespit edilmiştir. Çalışmanın üçüncü ve dördüncü aşamasında, kalite kriterleri sonuçları göstermiştir ki, yüksek miktarda karbon kaynağı ile çimento harçı hazırlamak, betonun belirlenen kalite kriteri özelliklerini belirli bir seviyeye kadar iyileştirmekte ancak belirli bir seviye sonrasında ise olumsuz etki gösterdiği anlaşılmıştır.

TOPSIS tabanlı Taguchi Metodu uygulanırken, bazı kalite kriterlerinde negatif iyileşmeler gerçekleşmiştir. Bu aslında kötüleşme olarak da ifade edilebilir. Tasarımlarda birden fazla kalite kriterleri eş zamanlı çoklu optimize edilmeye çalışıldığı için bazı kalite kriterlerinde iyileşmeler pozitif gerçekleşse de, bazılarında da iyileşmeler negatif yönde gerçekleşmiştir. Bu kalite kriterlerinin birbiri üzerinde ve tasarım üzerindeki etkinliklerinin şiddetinden kaynaklanabileceği düşünülmektedir. Çalışmalara ait kalite kriterlerinin Taguchi Metoduna göre bireysel etki grafikleri Ekler tablosunda verilmiştir. Ekler tablosu incelendiğinde tasarımların kalite kriterlerine ait bireysel etkinlikleri daha detaylı olarak görebilmek mümkündür.

KAYNAKLAR

Ahmad H., Fan M. and Hui D. 2018. Graphene oxide incorporated meterials : A review, Composites Part B 145, 270-280

Anonim. 2001. DPT. Sekizinci beş yıllık kalkınma planı, madencilik özel ihtisas komisyonu raporu, çimento hammaddeleri, Devlet Planlama Teşkilatı Müsteşarlığı., Cilt 1, 54s., Ankara

Anonim 2019.(http://www.akcansa.com.tr/docs/20120216160047_teknik notlar-3.pdf) 21.05.2019

Arseven, M., 2011, Polikristalin bakır folyo üzerinde grafen sentezi, Ankara: Yüksek Lisans Tezi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Hacettepe Üniversitesi. Ankara

Avan A.A. 2014. Camsı karbon elektrot yüzeyine modifiye edilmiş nafyon/grafen oksit nano kompozit film ile bilirubinin voltametrik tayini, Yüksek Lisans Tezi, İstanbul Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul

Atar, N. 2006. Suda Çözünen polimerlerin çimento ve beton özellikleri üzerine etkisinin incelenmesi. Yüksek Lisans Tezi. Dumlupınar Üniversitesi, Kütahya.

Brodie B. C., (1859), On the atomic weight of graphite. Philosophical Transactions of the Royal Society of London, 149, 249-259.

Butt, H.J., Cappella, B., Kappl, M. 2005. "Force measurements with the atomic force microscope: Technique, interpretation and applications", Surface Science Reports, 59 (1-6):1-152 .

Can, M. 2007. İstatistiksel süreç kontrolünde deney tasarımlı süreç optimizasyonu. Yüksek Lisans Tezi. Selçuk Üniversitesi, Konya.

Chen, D.; Zhang, H.; Liu, Y.; Li, 2013: Graphene and its derivatives for the development of solar cells, photoelectrochemical, and photocatalytic applications J. Energy & Environmental Science, Vol. 6, pp. 1362–1387.

Chen Z.S.,Zhou X., Wang X. and Guo P. 2018, Mechanical behavior of multilayer GO carbon-fiber cement composites. Construction and Building Materials 159, 205-212.

Cobos M., Gonzalez B., Fernandez M.J.and Fernandez M.D. 2018, Study on the effect of graphene and glycerol plasticizer on the properties of chitosan-graphene nanocomposited via in situ green chemical reduction of grapherne oxide. İnternational Journal of Biological Macromolecules 114,599-613

Çömlekçi, N. 2003. Deney tasarımı ilke ve teknikleri. Alfa Yayınları, İstanbul.

Çuhadaroğlu A.D. ve Kara E., 2018. Grafit: Bir genel değerlendirme. SDÜ Teknik Bilimler Dergisi, Cilt 8, Sayı 1, Sayfa 15-33, Süleyman Demirel Üniversitesi Teknik Bilimler Meslek Yüksekokulu, Isparta

Demiryürek, B.E. 2007. Türkiye'de hazır beton sektörü ve sektördeki büyüme. Yüksek Lisans Tezi. İstanbul Teknik Üniversitesi, 176s., İstanbul.

Devecioğlu A. ve Biçer Y. 2012, Genleştirilmiş kil agregalı betonların ısıl özelliklerinin incelenmesi, Dicle Üniversitesi Mühendislik Dergisi Cilt:3 Sayı : 2, s.75-81

De Silva K.K.H., Huang H.H., Yoshimura M. 2018. Progress of reduction of graphene oxide by ascorbic acid., Applied Surface Sicence 447,338-346

Dreyer, D.R., Park, S., Bielawski, C.W. and Ruoff, R.S., 2009. The chemistry of graphene oxide, Chem.Soc.Rev., 39, 228-240.

Duda, H. W. 1985. Cement data book, Volume 1: International Process Engineering in the Cement Industry, 656 p., Bauverlag Gmbh-Wiesbaden und Berlin.

Doğan Öztürk H., 2014. Grafen oksitin elektro kimyasal indirgenmesi ile grafen ve metal – grafen kompozit sentezi. Doktora Tezi, Atatürk Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Erzurum

Dörtoğul C., 2018. Grafen oksitin sentezlenmesi ve karakterizasyonu. Yüksek Lisans Tezi, Selçuk Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Konya

ErDOĞAN, T. Y., 2003. Beton. ODTÜ Gelistirme Vakfı Yayıncılık ve İletisim A.S Yayını.

Er E. 2013. Grafen oksidin sülfürik ve fosforik asit varlığında indirgenmesi ve elektro analitik uygulamalarının araştırılması, Yüksek Lisans Tezi, Gazi Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Ankara

Erdoğan, T. Y. 1995. Türkiye'de üretilen çimentolar, özellikleri ve kullanımları, Çimento Sempozyumu, TMMOB İnşaat ve Kimya Mühendisleri Odası, Ankara.

Erdoğan, T. Y. 2004, " Sorular ve yanıtlarıyla beton malzemeleri" , THBB Yayınları,

Erikli E., 2014. Grafen oksit / aramid ve grafen / aramid kompozitlerinin geliştirilmesi. Yüksek Lisans Tezi, Çukurova Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Adana

Geim, A.K.; Novoselov, K.S. 2007, The rise of graphene. Nat. Mater. 6(3), 183–191

Gökçe, B. ve Taşgetiren, S. 2009. Kalite için deney tasarımı, Makine Teknolojileri Elektronik Dergisi, 6, s. 71-83.

Gündüz L., Uğur İ. and Demirdağ S. 2001, Mermer türlerinin özgül ısı kapasite değerleri üzerine teknik bir inceleme, Türkiye 3. Mermer Sempozyumu Bildirileri Kitabı. Afyonkarahisar, s.181-196

Ghazizadeh S., Duffour P., Skipper N.T., Billing M. and Bai Y., 2017. An investigation into the colloidal stability of graphene oxide nano-layers in alite paste, Cement and concrete research 99,116-128

Guo, H., Wang, X., Qian, Q., Wang, F. and Xia, X., 2009. A green approach to the synthesis of graphene nanosheets. ACS Nano, 3 (9), 2653-2659.

Guerrero-Contreras J. and Caballero-Briones F. 2015.,Graphene oxide powders with diffrent oxidation degree, prepared by synthesis variations of the hummers metot., Materials Chemistry and Physcis 153,209-220

Gupta V., Sharma N., Singh U.,Arif M., Singh A., 2017. Higher oxidation level in graphene oxide., Optik 143,115-124

Haddad A.S. and Chung D.D.L. 2017, Decreasing the electric permittivity of cement by graphite particle incorporaiton. Carbon,122,702-709

Hamzaçebi, C. ve Kutay, F. 2003. Taguchi metodu bir uygulama, Gazi Üniversitesi, Teknoloji Dergisi, 3, 7-17.

Hummers W. S.,Offeman R. E., (1958), "Preparation of graphitic oxide," Journal of American Chemical Society, 80,1339.

Hwang, C. L., Yoon, P. 1981. Multiple attribute decision making in: Lecture notes in economics and mathematical systems. Springer, Verlag-Berlin, Germany.

Jose P.P.A., Kala M.S., Kalarikkal N., Thomas.S., 2018. Reduce graphene oxide produced by chemical and hydrothermal metots., Materials Today : Proceedings 5,16306-16312

Johra F.T.,Lee J.W. and Jung W.G. 2013, Facile and safe graphene preparation on solution based platform, Journal of İndustrial and Engineering Chemistry 20,2883-2887

Park, S., An, J., Jung, I., Piner, R.D., An, J.S., Li, X., Velamakanni, A. and Ruoff, R.S., 2009. Colloidal suspensions of highly reduced graphene oxide in a wide variety of organic solvents. Nano Letters, 9 (4), 1593-1597.

Penuelas, J., Ourgehi, A., Lucot, D., David, C., Gierak, J., Estrade-Szwarckopf, H. ve Andreazza-Vignolle, C., 2009. Surface morphology and characterization of thin graphene films on SiC vicinal substrate. PHYSICAL REVIEW B, 79, 033408.

Karahan, O. 2006. Liflerle güçlendirilmiş uçucu küllü betonların özellikleri. Doktora Tezi. Çukurova Üniversitesi, 256s., Adana.

Kang D., Seo K.S.,Lee H. And Chung W. 2017, Experimental study on mechanical strength of GO-cement composites. Construction and Building Materials 131, 303-308

Kanishka Desilva K.H., Huang H.H. and Yoshimura M., 2018. Progress of reduction of graphene oxide by ascorbic acid, Applied Surface Sceince 447,338-346

Kosmatka, Steven H., Voigt, Gerald F.,Taylor, Peter. 2006, Integrated Materials and Construction Practices for Concrete Pavement: A State-of-the-Practice Manual. Center for Transportation Research and Education Iowa State University, p.69-104

Kılıç B. 2012. İndirgenmiş grafen oksite tutturulmuş paladyum nanopartikülleri: Hazırlanması, tanımlanması ve amonyak boranın dehidrojenlenmesinde katalitik etkinliği, Yüksek Lisans Tezi, Atatürk Üniversitesi Fen bilimleri Ensittüsü, Erzurum

Kırgız M.S. 2018, Green cement composite concept reinforced by graphite nano-engineered particle suspension for infrastructure renewal material. Composites Part B: Engineering 154,423,429

Kim S.G.,Park.O.K.,Hee Lee J.,Cheol Ku B. 2013, Layer-by-layer assembled graphene oxide films and barrier. Carbon Letters 14:4,247-250

properties of thermally reduced graphene oxide membranes

Kong Y.C.,Wu P.R.,Dong J.W., Ding H.L.,Liu Z.,Cheng Z.L., 2018. Oxalic acid assisted expansion-reduction exfoliation of graphene oxide into graphene nanosheets. Materials Letters 231,51-55

Kosmatka, Steven H., Voigt, Gerald F., Taylor P. 2006,"Integrated materials and construction practices for concrete pavement: A State-of-the-practice manual", Center for Transportation Research and Education Iowa State University, 13,69-104

Kozal B. 2012, Karbon tabanlı petek örgülerin elektronik özellikleri, Doktora tezi, Ankara Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Ankara

Kurt Urhan B. 2015, PbO-İndirgenmiş grafen oksit nano kompozitlerinin elektrokimyasal sentezi ve karakterizasyonu, Yüksek Lisans Tezi, Atatürk Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitütüsü, Erzurum

Kwasny J., Aiken T.A.,Soutsos M.N.,Mcıntosh J.A. and Cleland D.J. 2018, Sulfate and acid resistance of lithomarge-based geopolymer mortars, Construction and Building Materials 166,537-553

Lee S., Eom S. H., Chung J. S.,Hur S. H., (2013), "Large-scale production of high-quality reduced graphene oxide," Chemical Engineering Journal, 233, 297-304.

Lazic, Z.R. 2004 "Design of experiments in chemical engineering a practical guide" WILEY-VCH, 157-165.

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,. "Largearea synthesis of high-quality and uniform graphene films on copper foils", Science, 324:1312-1314 .

Liu X., Shi Liyi, Jiang W.,Zhang J. Huang L., Taking full advantage of KMnO4 in simplified Hummers mrthod : A green an done pot process for the fabrication of alpha MnO2 nanorods on graphene oxide. Chemical Engineering Science 192,414-421

Lu Z., Hanif A., Sun G., Liang R., Parthasarathy P. and Li Z. 2018, Highly dispersed graphene oxide electrodeposited carbon fiber reinforced cement-based materials with enhanced mechanical properties. Cement and Concrete Composites 87,220-228

Marcano D.C., Kosynkin D.V., Berlin J.M., Sinitskii A., Sun Z., Slesarev A., Alemany L.B., Lu W. and Tour J.M., "Improved synthesis of graphene oxide", Amercan Chemical Society ACS Nano, 4(8): 4806-4814, 2010.

Madhav S. Phadke 1989 ,Quality Engineering Using Robust Design Book .Library of Congress Catologing AT & T Bell Laboratories, New Jersey, USA

Matalkah F., Salem T. and Soroushian P. 2018., Acid resistance and corrosion protection potential of concrete prepared with alkali aluminosilicate cement, Journal of Building Enginnering. 20,705-711

Mehta, Kumar P., Monteiro, Paula J.M. 2006, "Concrete: Microstructure, Properties and Materials", McGraw-Hill, 166,537-553

Mendonca J.P.A., Lima A.H.,Roldao J.C., Martins J.S.,Junqueira G.M.A., Quirino W.G., Sato F., 2018. The role of sulfate in the chemical synthesis of graphene oxide. Materials Chemistry and Phsics 215,203-210

Montgomery, D.C. 1991. Design and analysis of experiment, John Wiley& Sons,Newyork. 243,654-663

Montgomery, C.Douglas. 2005. Design and analysis of experiments. John Wiley& Sons, 6th Edition,USA. 192,414-421

Montgomery, C.Douglas. 2009. Statical Quality Control: A Modern introduction. John Wiley& Sons, 6th Edition,USA. 166,537-553

Muzyka R., Kwoka M., Smedowski L., Diez N., Gryglewicz G., 2017. Oxidation of graphite by different modified Hummers metots, New Carbon Materials, New Carbon Materials. 32,15-20

Neto A. H., Guinea, F. and Peres, N. M. R. 2006. Drawing conclusions from graphene. Phys. World 19, 33.

Novoselov K.S., Geim A.K., Morozov S.V., Jiang D., Zhang Y., Dubonos S.V., Grigorieva, I.V. and Firsov, A.A., 2004. Electric field effect in atomically thin carbon films. Science, 306, 666– 669.

Raman, C. V. and Krishnan, K. S., 1928, A new type of secondary radiation, nature, 121 (3048), 501-502.

Rattana, T., Chaiyakun, S., Witit-anun, N., et al. 2012 Preparation and characterization of graphene oxide nanosheets. Proc. Eng. 32, 759– 764

Orcay E.A. 2010, Hafif betonların mekanik özellikleri ve ısı iletkenlik katsayıları, Yüksek Lisans Tezi, İstanbul Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul

Özcan Ş. 2015. Kimyasal yöntemlerle grafen ve grafen oksit üretimi ve Li – Hava pil uygulamaları, Yüksek Lisans Tezi, Sakarya Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Sakarya

Özkan Ö. 2007. Personel seçiminde kara verme yöntemlerinin incelenmesi: AHP, electre ve TOPSIS örneği. Yüksek Lisans Tezi, Dokuz Eylül Üniversitesi, Sosyal Bilimler Enstitüsü. İzmir

Özkurt, Ö.1999. Deney tasarımları ve istatistiksel veri analizi. Yüksek Lisans Tezi, İstanbul Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul.

Pei S. ve Cheng H. M. "The reduction of graphene oxide", Carbon, cilt 50, no. 9, pp. 3210-3228, 2012

Poh, H.L., Sanek, F., Ambrosi, A., Zhao, G., Sofer, Z., Pumera, M. 2012. "Graphenes prepared by Staudenmaier, Hofmann and Hummers methods with consequent thermal exfoliation exhibit very different electrochemical properties", Nanoscale, 4:3515-3522 .

Saner, B., Okyay, F. and Yürüm, Y., 2010. Utilization of multiple graphene layers in fuel cells. 1.An improved technique for the exfoliation of graphene-based nanosheets from graphite. Fuel, 9 (8), 2609-2616.

Sarlak N.,Meyer T.J., 2017. Fabrication of completely water soluble graphene oxides graft poly citric acid using different oxidation metots and comparison of them. Journal of Molecular Liquids 243,654-663

Scheffler, E. 1997. Statische versychplaning und austwertung, eine einführung in die praxis der statistichen versuchplanunug, Deutscher Verlog für Grund Staffindustrie Stuttgard, ISBN 3-342-00366-9, s. 1-50.

Shang Y., Zhang D.,Yang C.,Liu Y.,Liu Y. 2015, Effect of graphene oxide on the rheological properties of cement pastes. Construction and building materials. 96,20-28

Shahriary, L., Athawale, A.A. 2014. Graphene oxide synthesized by using modified hummers approach. Int. J. Renew. Energy Environ. Eng. 2, 58–63

Shen Y., Boffa Vittoria B.,Corazzari I., Qiao A.,Tao H., Yue Y. 2018., Revealing hidden endothem of Hummers graphene oxide during low-temperature thermal reduction. Carbon,138,337-347

Shojaeenezhad S.S., Farbod M., Kazeminezhad I., 2017. Effects of initial graphite particle size and shape on oxidation time in graphene oxide prepared by Hummers metot., Journal of Science:Advanced Materials and Devices 2,470-475

Shrivastava S., Thomas S., Sobhan C.B. and Peterson G.P. 2018, An experimental investigation of the CO_2 adsorption performance of graphene oxide forms, İnternational Journal of Refrigeration 306, 666– 669

Şanyılmaz, M. 2006. Deney tasarımı ve kalite geliştirme faaliyetlerinde Taguchi yöntemi ile bir uygulama. Yüksek lisans tezi. Dumlupınar Üniversitesi, Kütahya.

Şimşek B. 2014, Hazır betonun optimal karışım oranlarının belirlenmesi için bir çok yanıtlı modelleme ve en iyileme uygulaması : TOPSIS tabanlı Taguchi yaklaşımı ile cevap yüzey yöntemi, Doktora Tezi, Ankara Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Kimya Mühendisliği Anabilim Dalı, Ankara

Şimşek B. ve Uygunoğlu T. 2017, Polimerik atıklar içeren betonun ultrason hızının ve dinamik elastisite modülünün çok yanıtlı eniyilenmesi. Politeknik Dergisi, 2017;20(4):1009-1017

Şimşek B. and Uygunoğlu T.2016 Multi-response optimization of polymer blended concrete : A TOPSIS based Taguchi application , Construction and Building Materials 117, 251-262

Şimşek B., 2019. TOPSIS based taguchi design optimization for CVD growth of graphene using different carbon sources : Graphene thickness, defectiveness and homogeneity, Chinese Journal of chemical Enginnering.27:3,685-694

Şimşek B.,Uygunoğlu T., Korucu H. and Kocakerim M.M., 2018.Analysis of the effects of dioctyl terephthalate obtained from polyethylene terephthalate wastes on concrete mortar: a response surface metotology based desirability function approach application, Journal Cleaner Production.170:1,437-445

Şimşek B., Ultav G., Korucu H. and Yartaşı A., 2018. İmprovement of the graphene oxide dispersion properties with the use of TOPSIS based Taguchi application. Periodica Polyechnica Chemical Engineering. 62:3,323-335

Şimşek B. and Dilmaç Ö.F., 2018. Main effects analysis of graphene grown By chemical vapor deposition using ortogonal arrays. Journal of the faculty of Engineeringand Architecture of Gazi Universty 33:2,649-663

Singh M., Kashal S., Singh P. and Sharma J. 2018, Boron doped graphene oxide with enhanced photocatalytic activity for organic pollutants, Journal of photochemistry & Photobiology A : Chemistry. 364:1,130-139

Şinoforoğlu M. 2014, Grafen oksit / Pyronin Y kompozitlerinin hazırlanması ve karakterizasyonu, Yüksek Lisans Tezi, Atatürk Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Erzurum

Staudenmaier L., (1898), "Verfahren zur Darstellung der Graphitsäure," Berichte der Deutschen Chemischen Gesellschaft, 31 (2), 1481-1487.

Taguchi, G. Chowdhury, S. Wu, Y.(2005).Taguchi's Quality Engineering Handbook. John Wiley & Sons., 1662 p., New Jersey, USA.

Tekay E. 2014. Biyomedikal Uygulamalar için Grafen oksit/Polimer kompozitlerin hazırlanması, Yüksek Lisans Tezi, Yalova Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Yalova

Tiyek İ., Dönmez U., Yıldırım B., Alma M.H., Ersoy M.S., Karataş Ş. ve Yazıcı M., 2016. Kimyasal yöntem ile indirgenmiş grafen oksit sentezi ve karakterizasyonu, Sakarya Üniverstesi Fen Bilimleri Dergisi 20.Cilt,2.Sayı.s.359-357

Topaç E., 2014. İyileştirilmiş Hummers metodu ile indirgenmiş grafen oksit sentezi. Yüksek Lisans Tezi, Gebze Yüksek Teknoloji Enstitüsü Mühendislik ve Fenbilimleri Enstitüsü, Gebze

Türker, P., Erdoğan, B., Kantaş, F., Yeğinobalı, A., 2003. Türkiye'deki uçucu küllerin sınıflandırılması ve özellikleri. Türkiye Çimento Müstahsilleri Birliği, Ar-Ge Enstitüsü, Ankara,

Türkel, A. 2006. Betonun basınç dayanımına numune boyutunun etkisi. Yüksek Lisans Tezi. İstanbul Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü., İstanbul.

Umaç, B., 2014, Grafen modifiye bakır ve Ag, Cd, Cu tek tabakalı Au elektrotlar üzerinde nitratın elektrokimyasal indirgenmesi, Yüksek Lisans Tezi, Atatürk Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Erzurum

Urhan B.K., 2015. PbO-İndirgenmiş grafen oksit nano kompozitlerin elektro kimyasal sentezi ve karakterizasyonu. Yüksek Lisans Tezi, Atatürk Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Erzurum

Uygunoğlu T., Topçu İ.B., Şimşek B., Çınar E., 2018., Kendiliğinden yerleşen harçların elektriksel özdirenci üzerine mineral katkıların etkisi., Süleyman Demirel Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi, Cilt: 22, Sayı 2, 986-992

Yang H., Cui H., Tang W.,Li Z., Han N. and Xing F., 2017. A citical review on research progress of graphene/cement based composites. Composites : Part A 102, 273-296

Yang Y., Ji T., Lin X., Chen C. and Yang Z. 2018, Biogenic sulfuric acid corrosion resistance of new artical reef concrete. Construciton and Building Materials 158-33,41

Yang Z., Hao X., Chen S., Ma Z., Wang W., Wang C., Yue L.,Sun H.,Shao Q., Murugadoss V., Guo Z., 2019. Long-term antibacterial stable reduced graphene

oxide nanocomposites loaded with cuprous oxide nanoparticles. Journal of Colloid and Interface Science 533,13-23

Yıldırım, S. 2011. Ürün tasarımı geliştirilmesi: Taguchi tasarımı. Yüksek Lisans Tezi, Başkent Üniversitesi. Ankara

Yun S., Lee H., Lee W.E., Park H.S., 2016. Multiscale textured, ultralight graphene monoliths for enhanced CO_2 and SO_2 adsorption capacity, Fuel 174, 36-42

Wang, G., Yang, J., Park, J., Gou, X., Wang, B., Liu, H. and Yao, J., 2008. Facile synthesis and characterization of graphene nanosheets. J.Phys.Chem.C, 112 (22), 8192-8195.

Wang, D., Choi, D., Li, J., Yang, Z., Nie, Z., Kou, R., Hu, D., Wang, C., Saraf L.V., Zhang, J., Aksay, I.A. and Liu, J., 2009. Self-Assembled TiO2–Graphene Hybrid Nanostructures for Enhanced Li-Ion Insertion. ACS Nano, 3 (4), 907–914.

Wang J.,Calıskan Salihi E.,Siller L., 2017. Green reduction of graphene oxide using alanine., Materials Science and Engineering C 72 1-6

Wang M., Wang R., Yao H., Farhan S., Zheng S.,Du C. 2016, Study on the three dimensional mechanism of graphene oxide nanosheets modifed cement., Construction and Building Materials 126,730-739

Wang M., Yao H., Wang R., Zheng S.,2017. Chemically functionalized graphene oxide as the additive for cement-matrix composite with enhanced fluidity and toughness. Construction and Building Materials 150,150-156

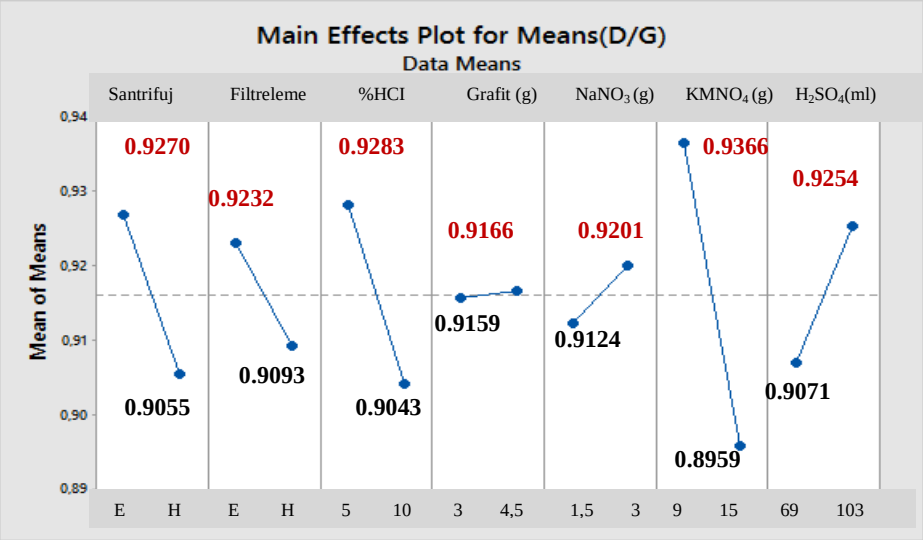
Wang S., Zhang S., Wang Y., Sun X and Sun K. 2017, Reduce graphene oxide/carbon nano tubes reinforced calcium phospate cement, Ceramics Internal 43,13083-13088

Wang Q., Cui X., Wang J., Li S., Lv C and Dong Y. 2017. Effect of fly ash on rheological properties of graphene oxide cement paste. Construction and Building Materials 138,34-44

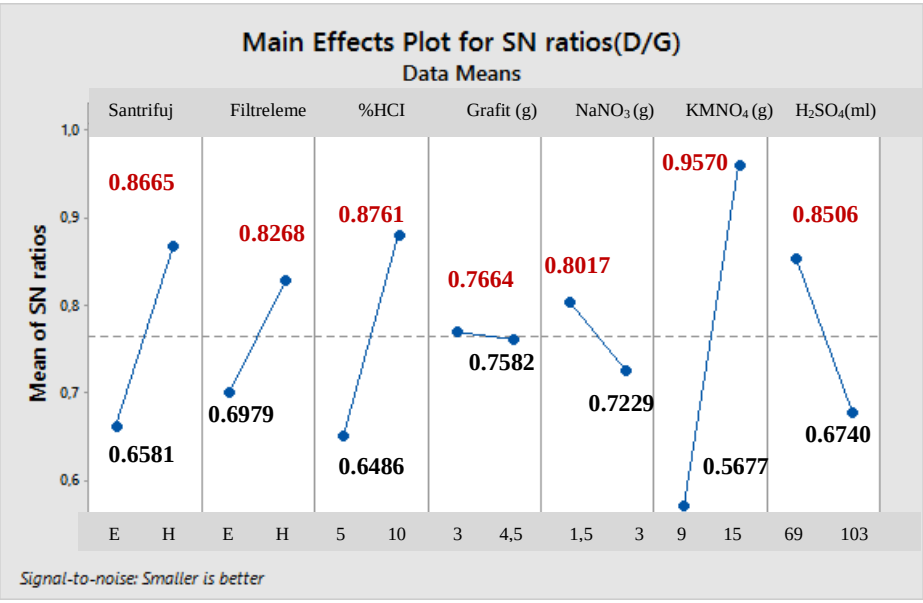
Zaaba N.I., FOO K.L, Hashim. U, Tan S.J., Liu Wei-Wen and Voon C.H. 2017. Synthesis of graphene oxide using modified hummers metot solvent influence. Procedia Engineering 184,469-47

EKLER

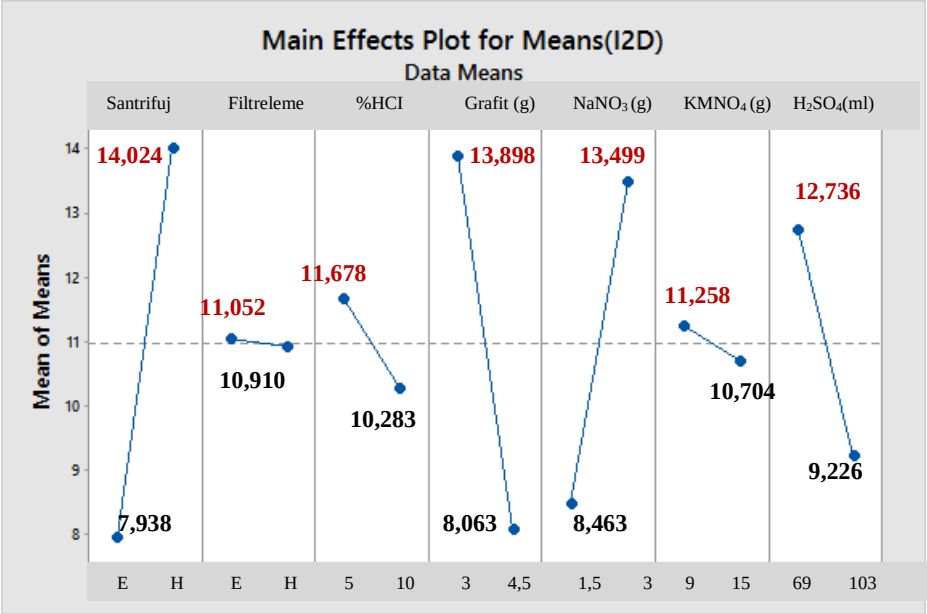
EK-1 GO Sentezi Deney Tasarımına Ait Sonuçların Taguchi Yöntemi ile Analiz Edilen Ana Etkiler Grafikleri



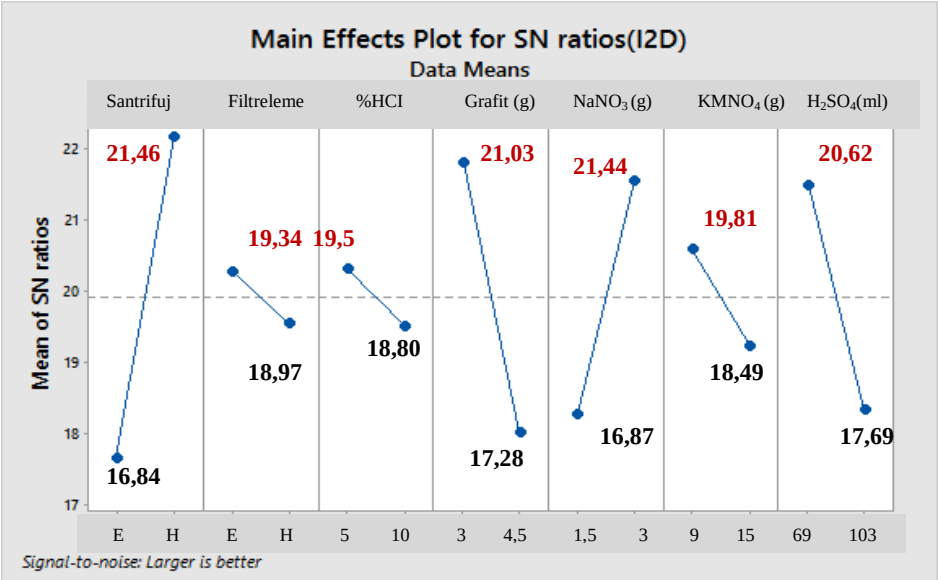
Şekil Ek.1.1 GO sentezinnin Raman analizlerindeki D/G piklerinin ortalama değerlerine ait ana etki grafikleri



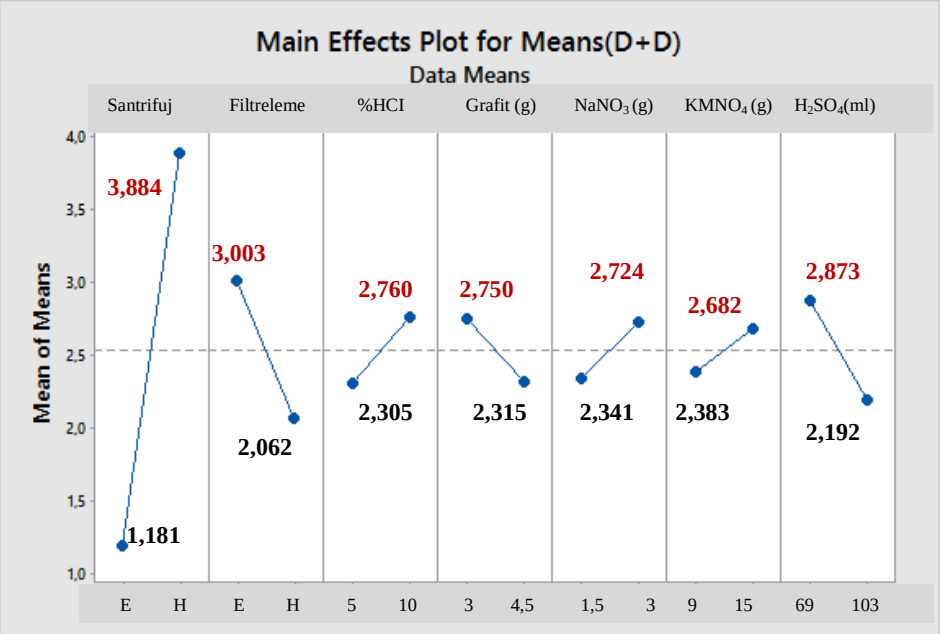
Şekil Ek.1.2 GO sentezinnin Raman analizlerindeki D/G piklerinin S/N değerlerine ait ana etki grafikleri



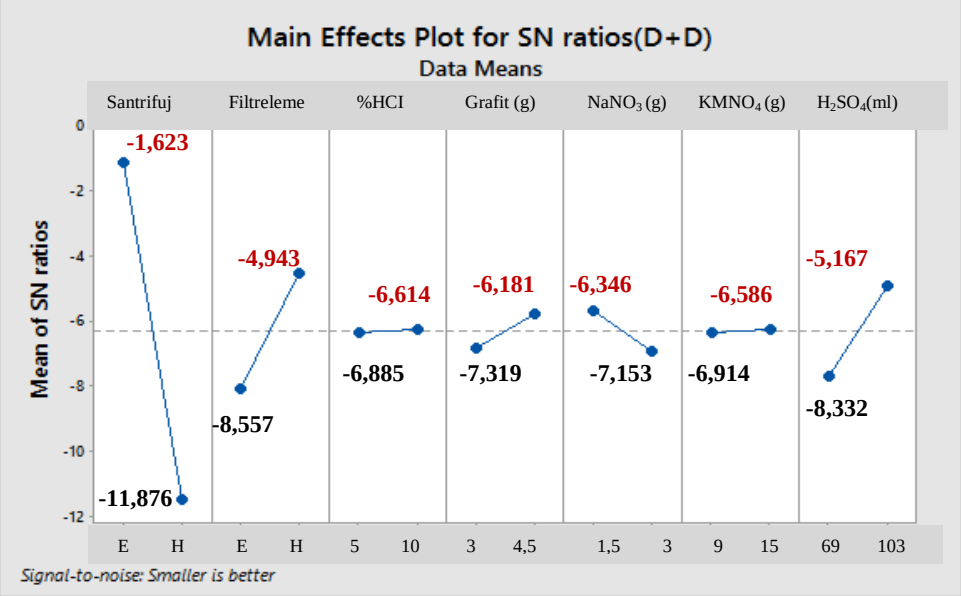
Şekil Ek.1.3 GO sentezinnin Raman analizlerindeki I2D piklerinin ortalama değerlerine ait ana etki grafikleri



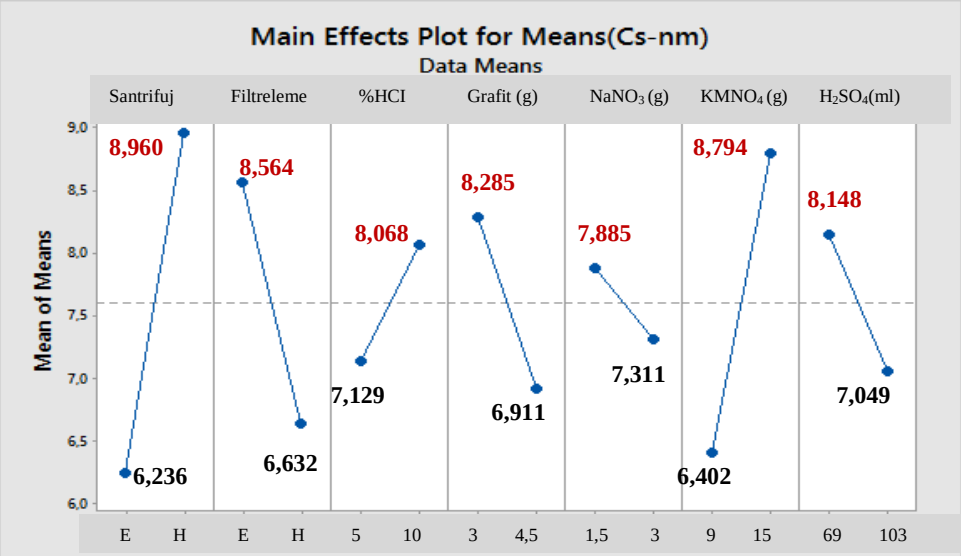
Şekil Ek.1.4 GO sentezinnin Raman analizlerindeki I2D piklerinin S/N değerlerine ait ana etki grafikleri



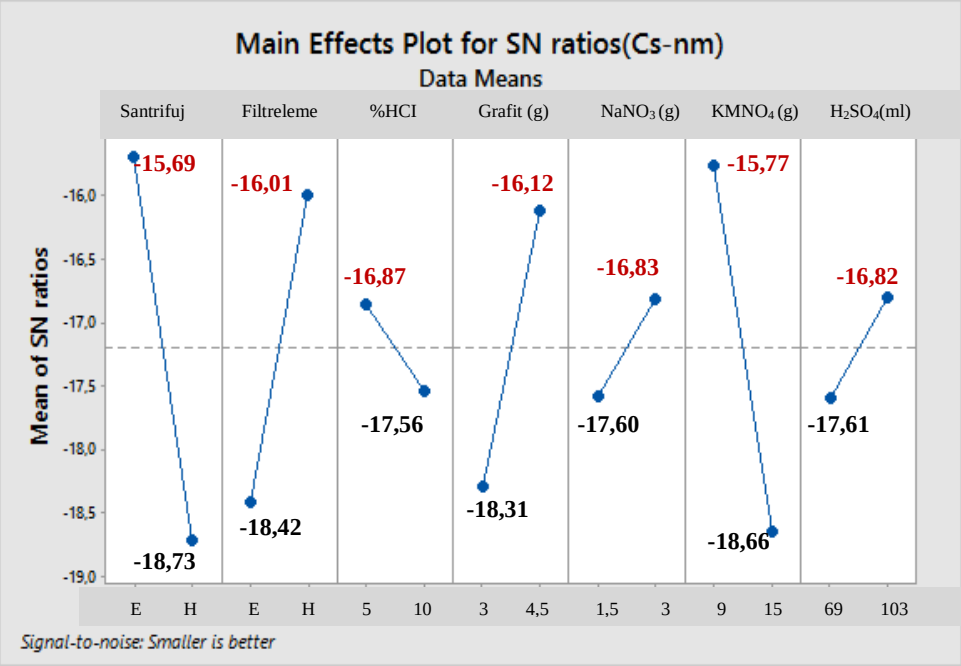
Şekil Ek.1.5 GO sentezinnin Raman analizlerindeki D+D' piklerinin ortalama değerlerine ait ana etki grafikleri



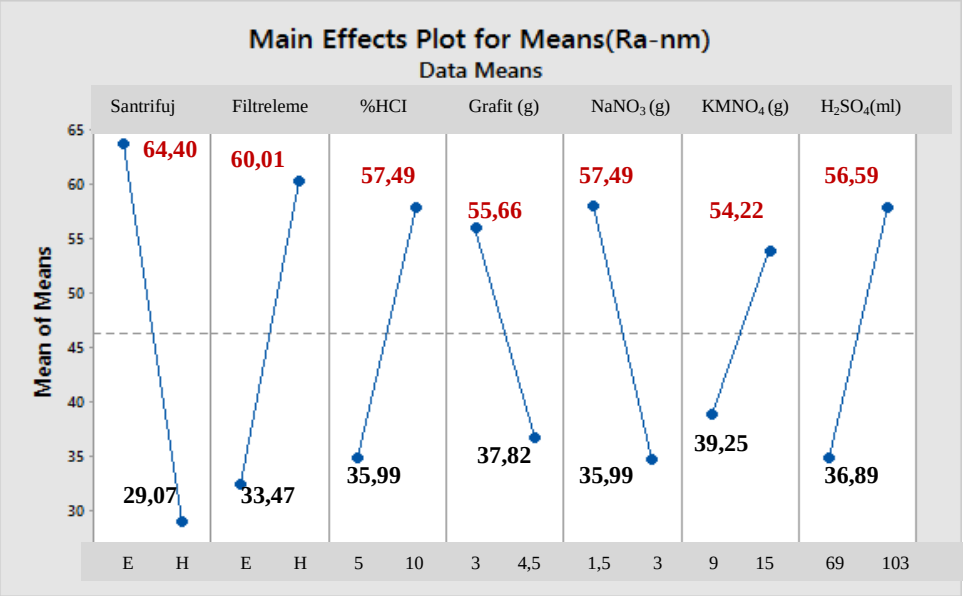
Şekil Ek.1.6 GO sentezinnin Raman analizlerindeki D+D' piklerinin S/N değerlerine ait ana etki grafikleri



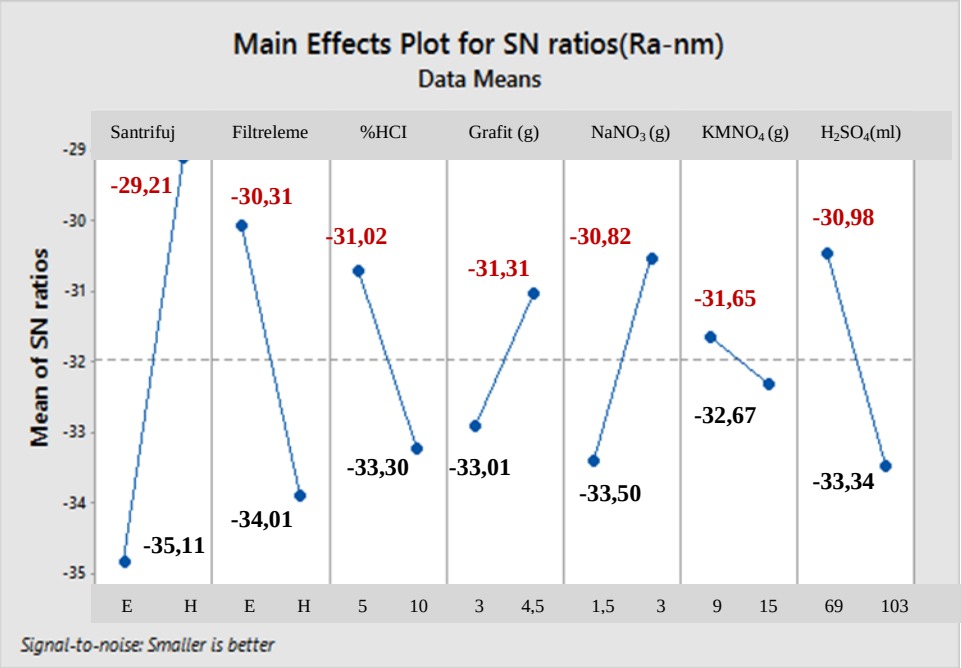
Şekil Ek.1.7 GO sentezinnin XRD analizlerindeki kristal boyutlarının(Cs-nm) ortalama değerlerine ait ana etki grafikleri



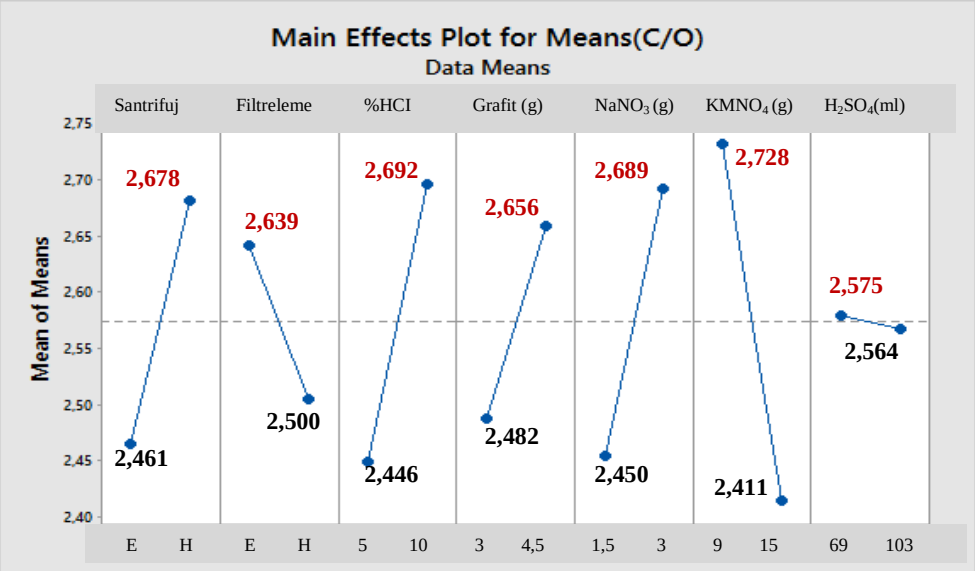
Şekil Ek.1.8 GO sentezinnin XRD analizlerindeki kristal boyutlarının(Cs-nm) S/N değerlerine ait ana etki grafikleri



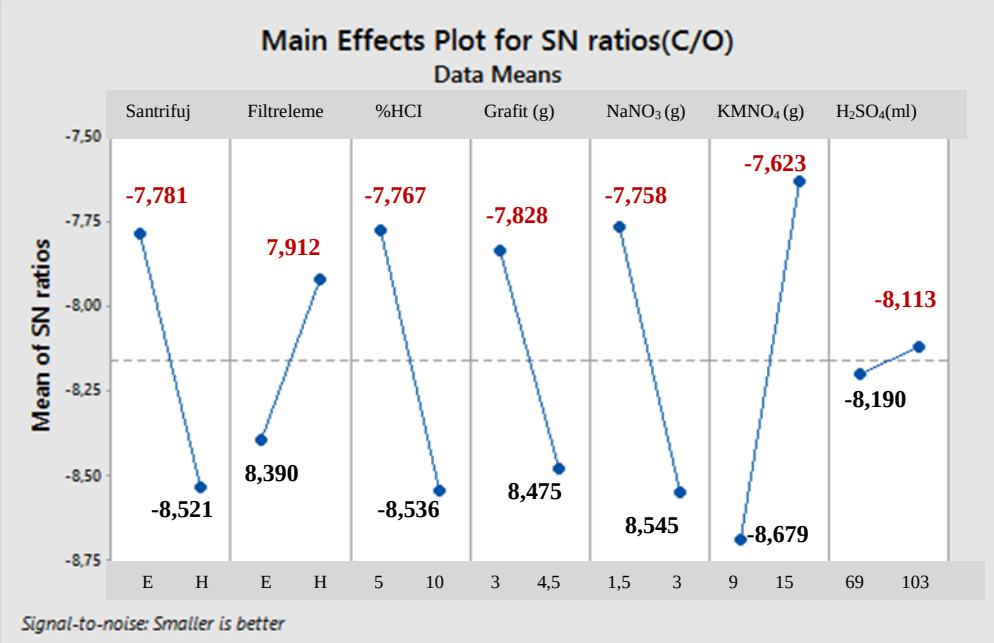
Şekil Ek.1.9 GO sentezinnin AFM analizlerindeki yüzey pürüzlülüğünün (Ra-nm) ortalama değerlerine ait ana etki grafikleri



Şekil Ek.1.10 GO sentezinnin AFM analizlerindeki yüzey pürüzlülüğünün (Ra-nm) S/N değerlerine ait ana etki grafikleri

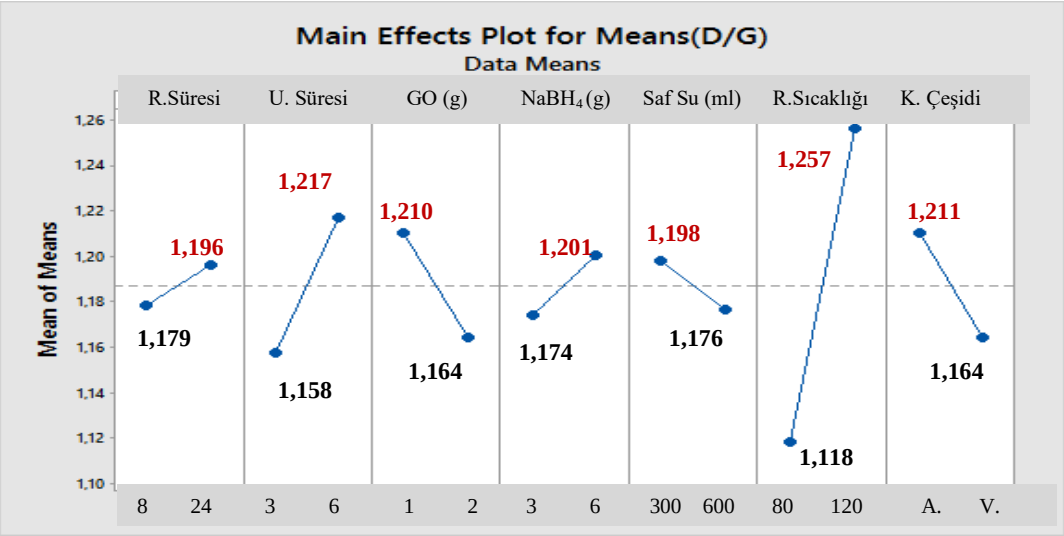


Şekil Ek.1.11 GO sentezinnin SEM+EDX analizlerindeki karbon oksijen oranlarının (C/O) ortalama değerlerine ait ana etki grafikleri

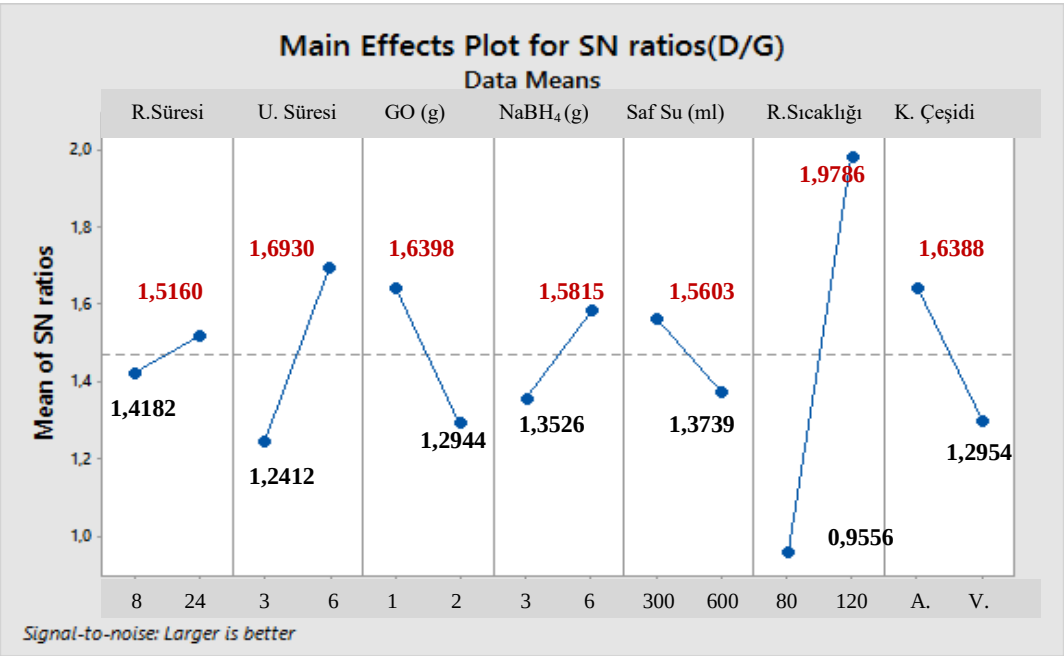


Şekil Ek.1.12 GO sentezinnin SEM+EDX analizlerindeki karbon oksijen oranlarının (C/O) S/N değerlerine ait ana etki grafikleri

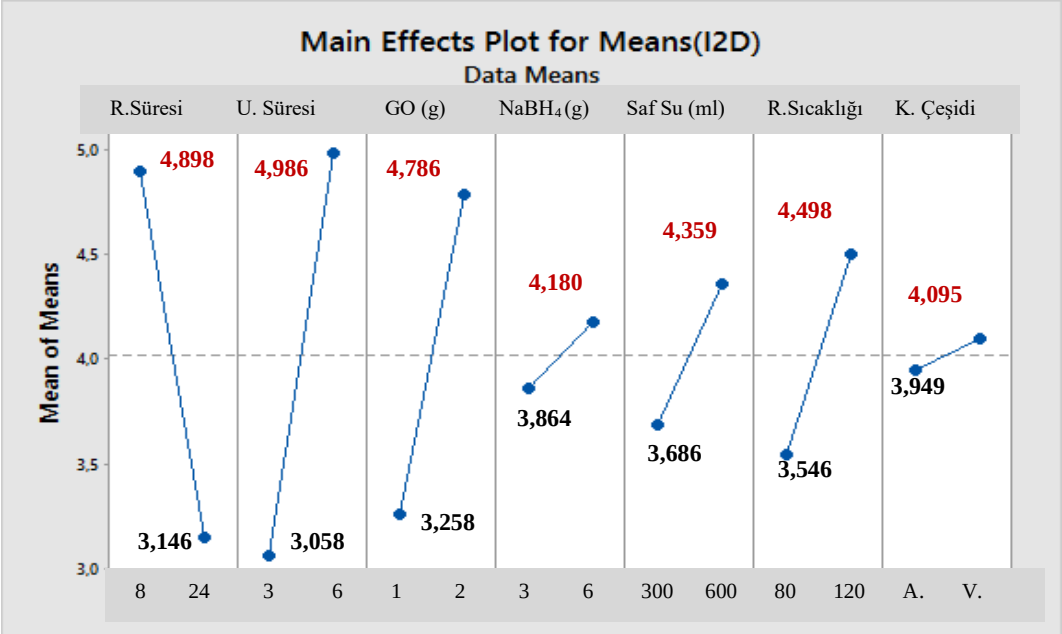
EK-2 rGO Sentezi Deney Tasarımına Ait Kalite Kriteri Sonuçlarının Taguchi Yöntemi ile Analiz Edilen Ana Etkiler Grafikleri



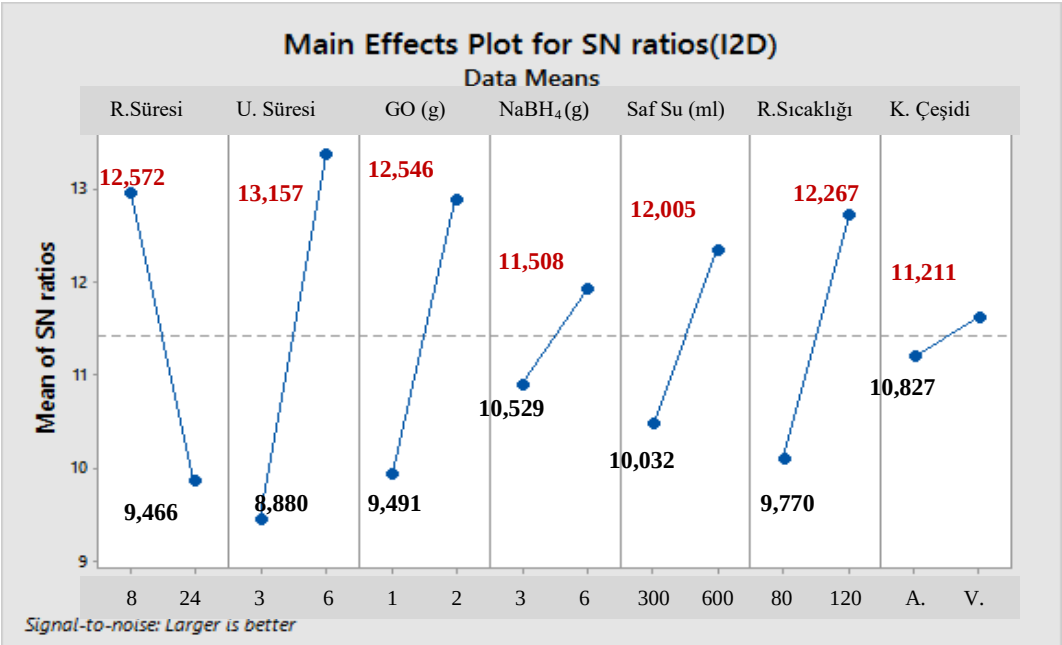
Şekil Ek.2.1 rGO sentezinnin Raman analizlerindeki D/G piklerinin ortalama değerlerine ait ana etki grafikleri



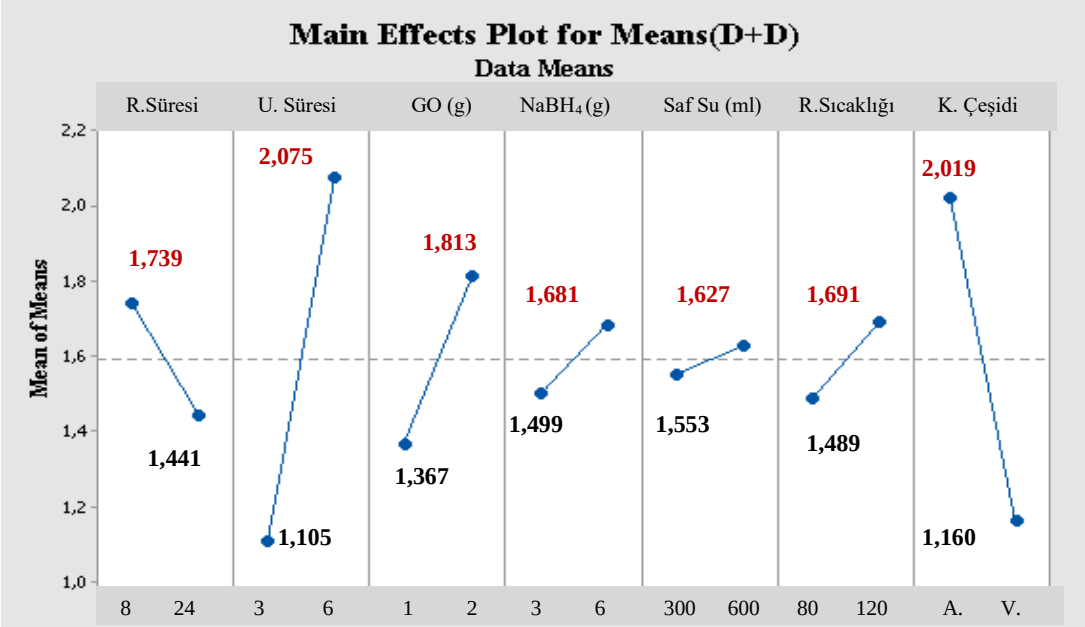
Şekil Ek.2.2 rGO sentezinnin Raman analizlerindeki D/G piklerinin S/N değerlerine ait ana etki grafikleri



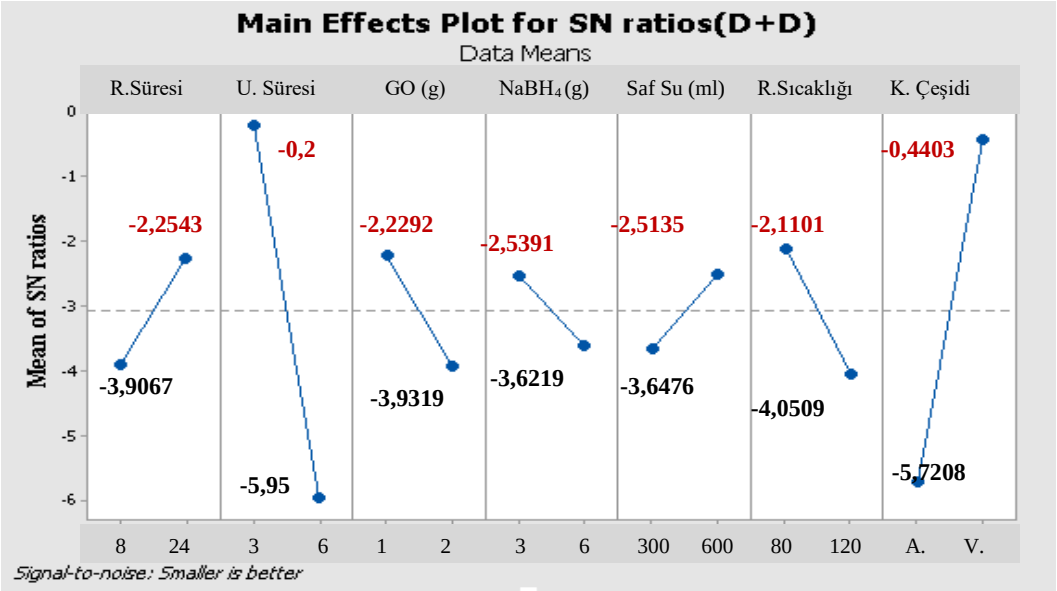
Şekil Ek.2.3 rGO sentezinnin Raman analizlerindeki I2D piklerinin ortalama değerlerine ait ana etki grafikleri



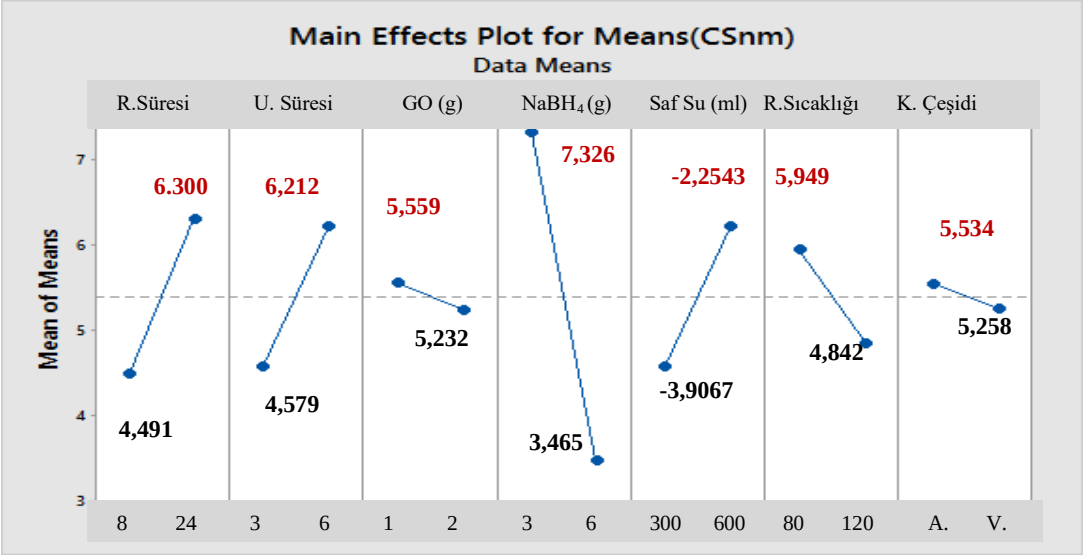
Şekil Ek.2.4 rGO sentezinnin Raman analizlerindeki I2D piklerinin S/N değerlerine ait ana etki grafikleri



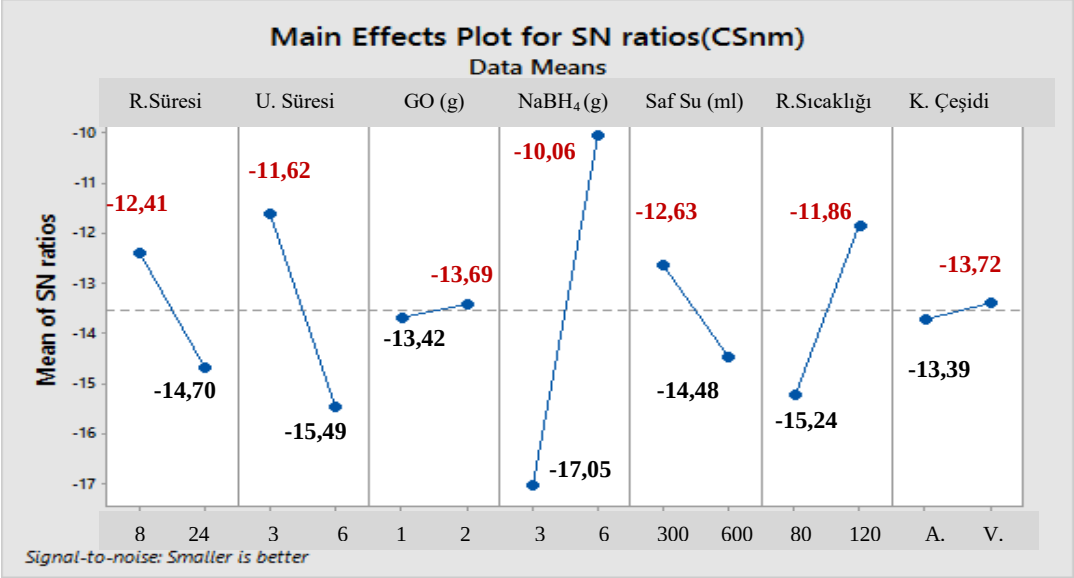
Şekil Ek.2.5 rGO sentezinnin Raman analizlerindeki D+D' piklerinin ortalama değerlerine ait ana etki grafikleri



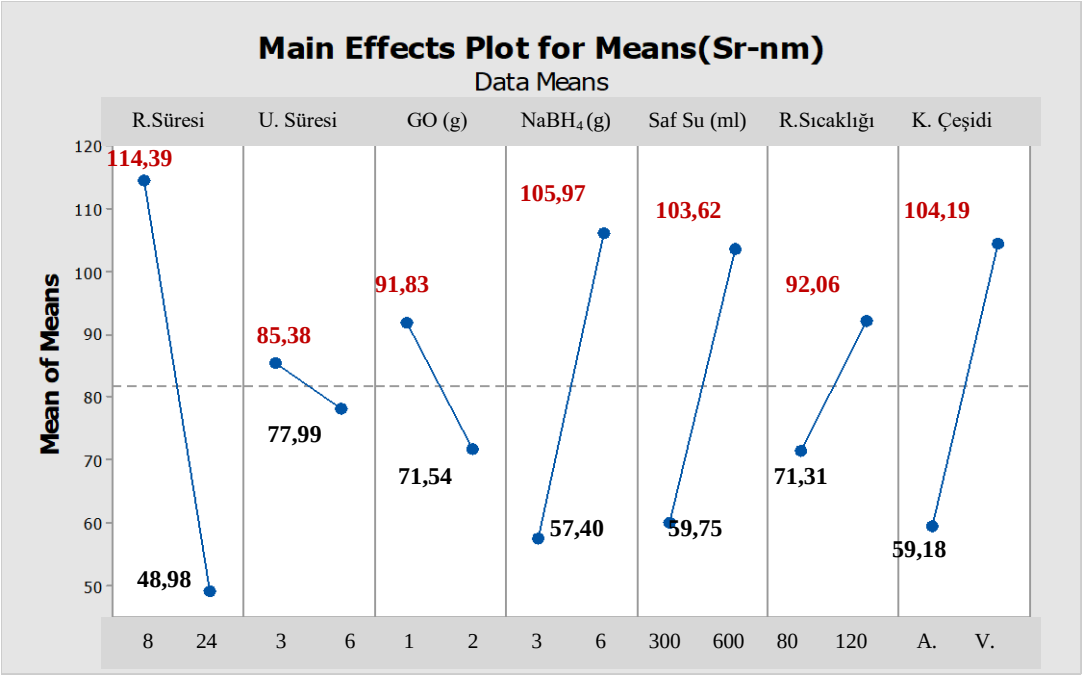
Şekil Ek.2.6 rGO sentezinnin Raman analizlerindeki D+D' piklerinin S/N değerlerine ait ana etki grafikleri



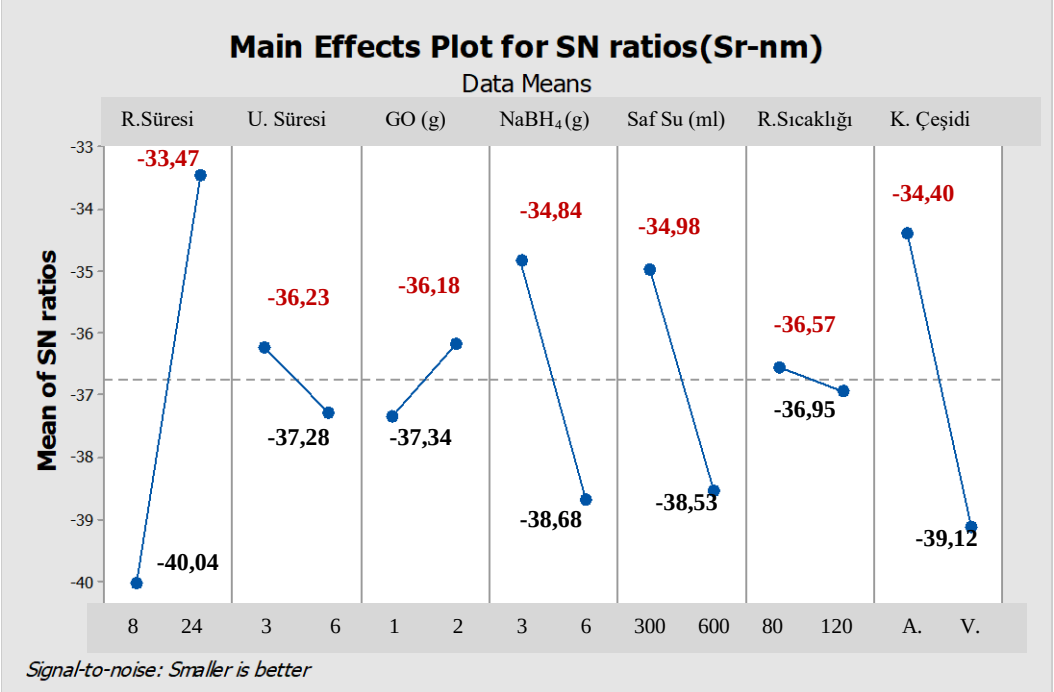
Şekil Ek. 2.7 rGO sentezinnin XRD analizlerindeki kristal boyutlarının (Cs-nm) ortalama değerlerine ait ana etki grafikleri



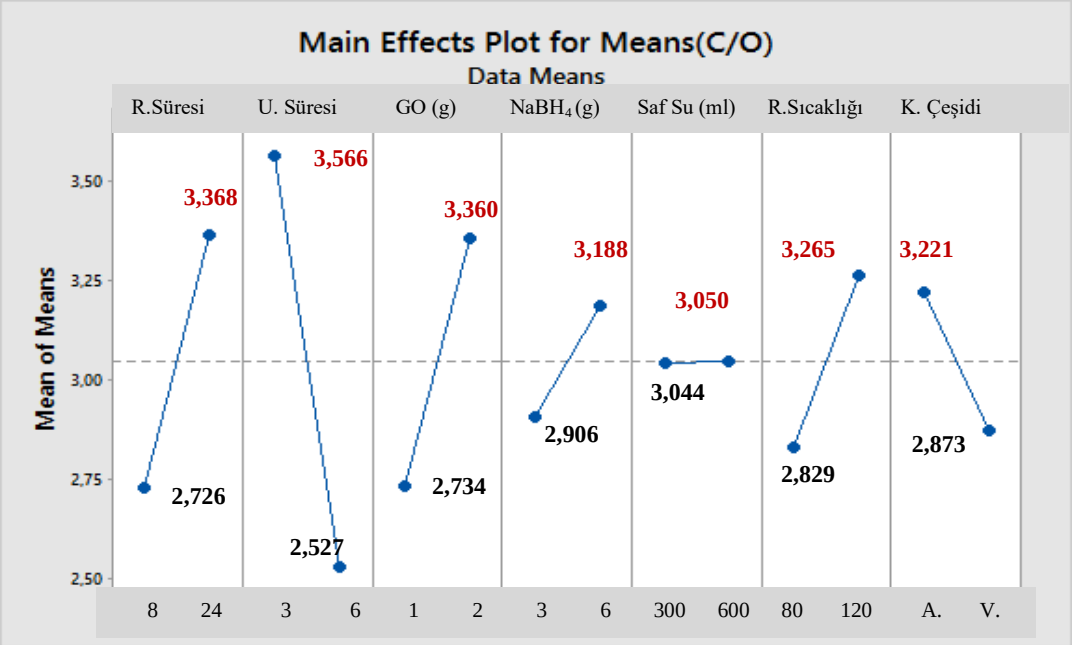
Şekil Ek.2.8 rGO sentezinnin XRD analizlerindeki kristal boyutlarının(Cs-nm) S/N değerlerine ait ana etki grafikleri



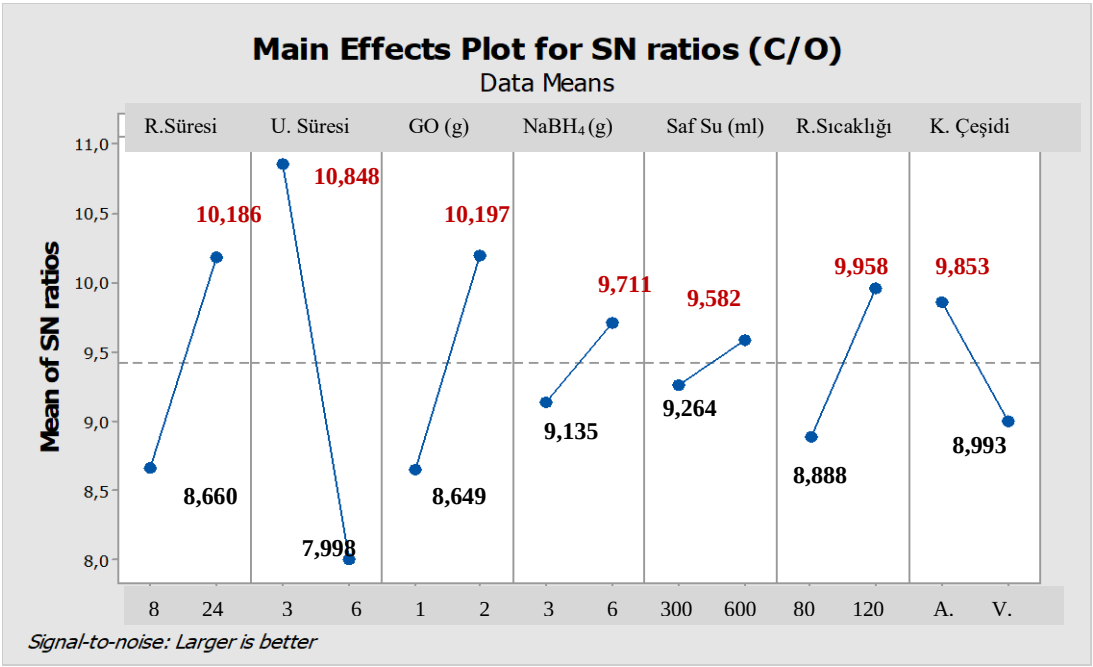
Şekil Ek.2.9 rGO sentezinnin AFM analizlerindeki yüzey pürüzlülüğünün (Sr-nm) ortalama değerlerine ait ana etki grafikleri



Şekil Ek.2.10 rGO sentezinnin AFM analizlerindeki yüzey pürüzlülüğünün (Sr-nm) S/N değerlerine ait ana etki grafikleri

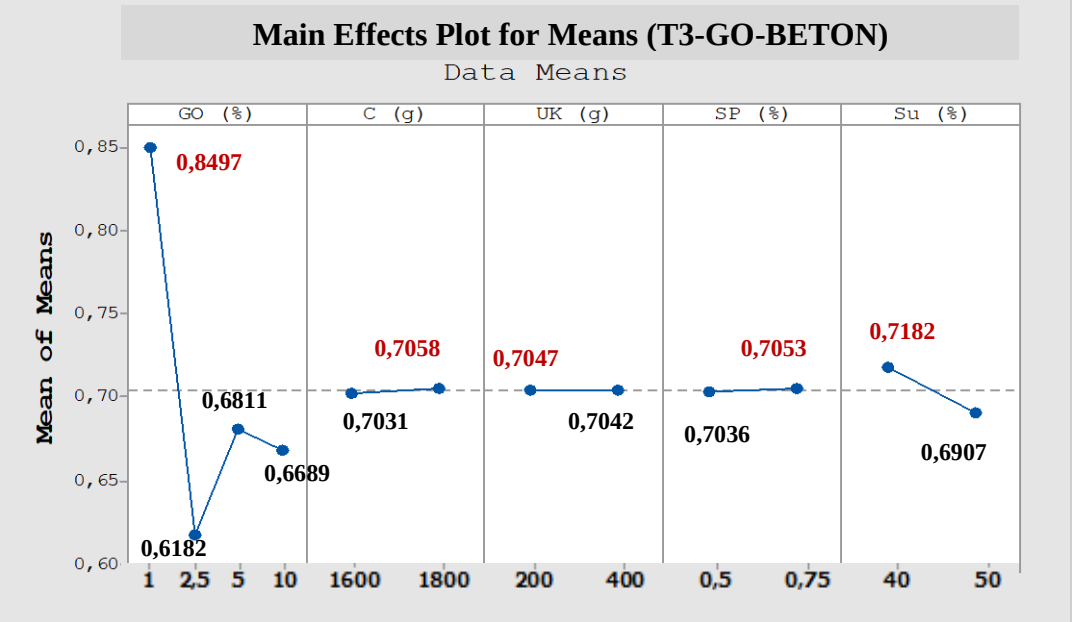


Şekil Ek.2.11 rGO sentezinnin SEM+EDX analizlerindeki C/O oranlarının ortalama değerlerine ait ana etki grafikleri

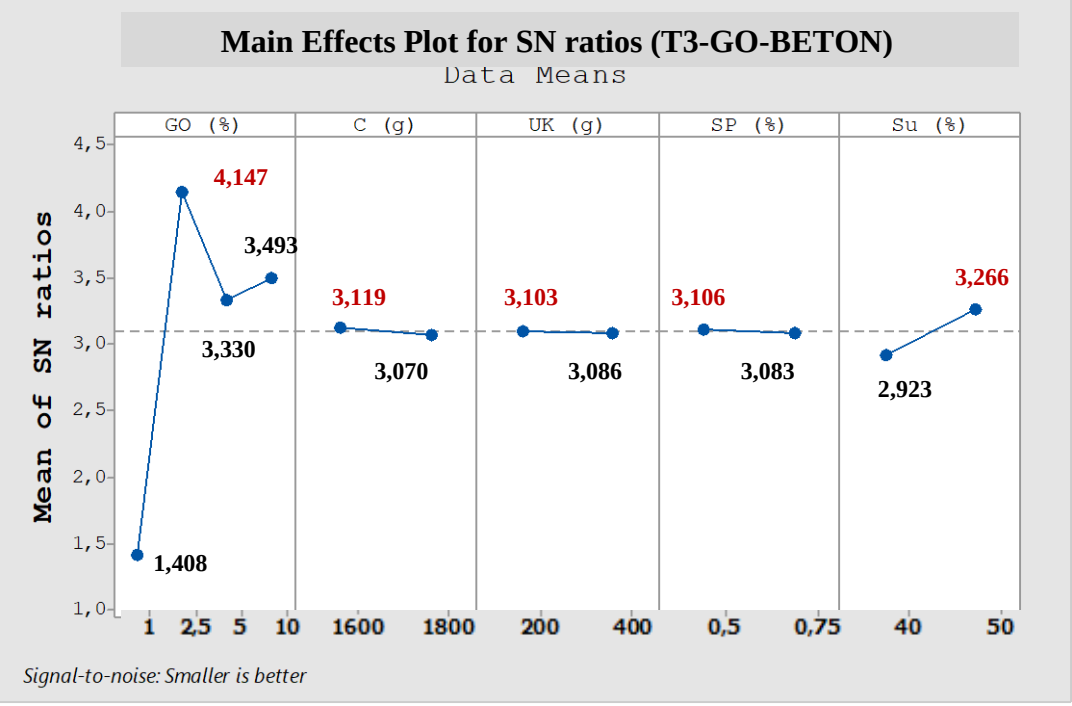


Şekil Ek.2.12 rGO sentezinnin SEM+EDX analizlerindeki C/O oranlarının S/N değerlerine ait ana etki grafikleri

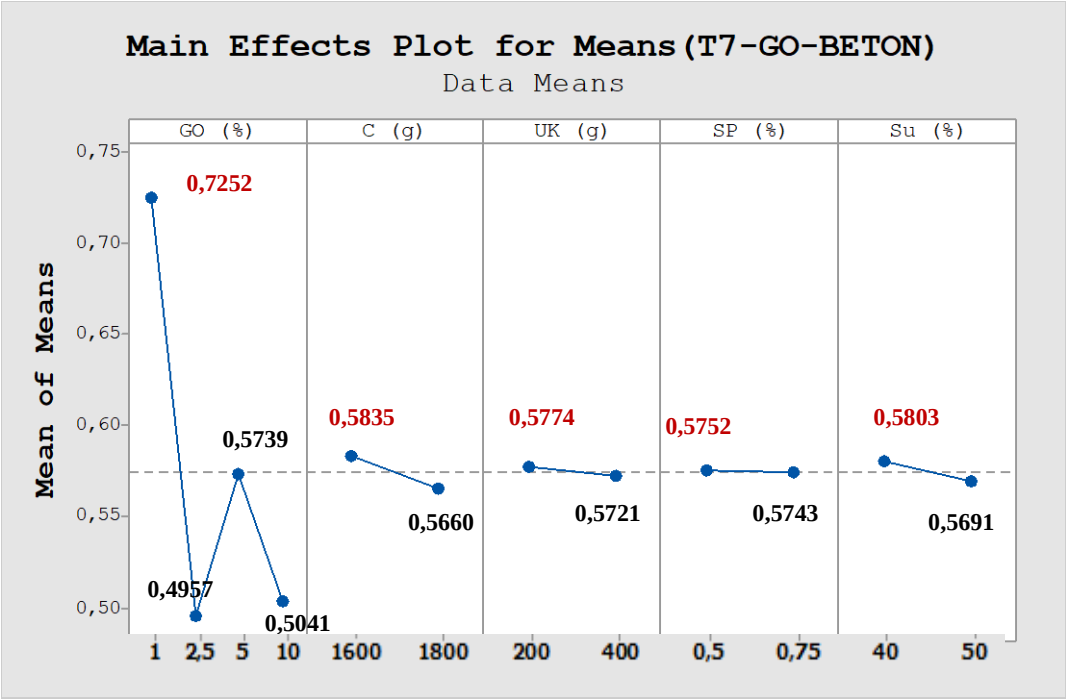
EK-3 GO-BETON Harçı Deney Tasarımına Ait Kalite Kriteri Sonuçlarının Taguchi Yöntemi ile Analiz Edilen Ana Etkiler Grafikleri



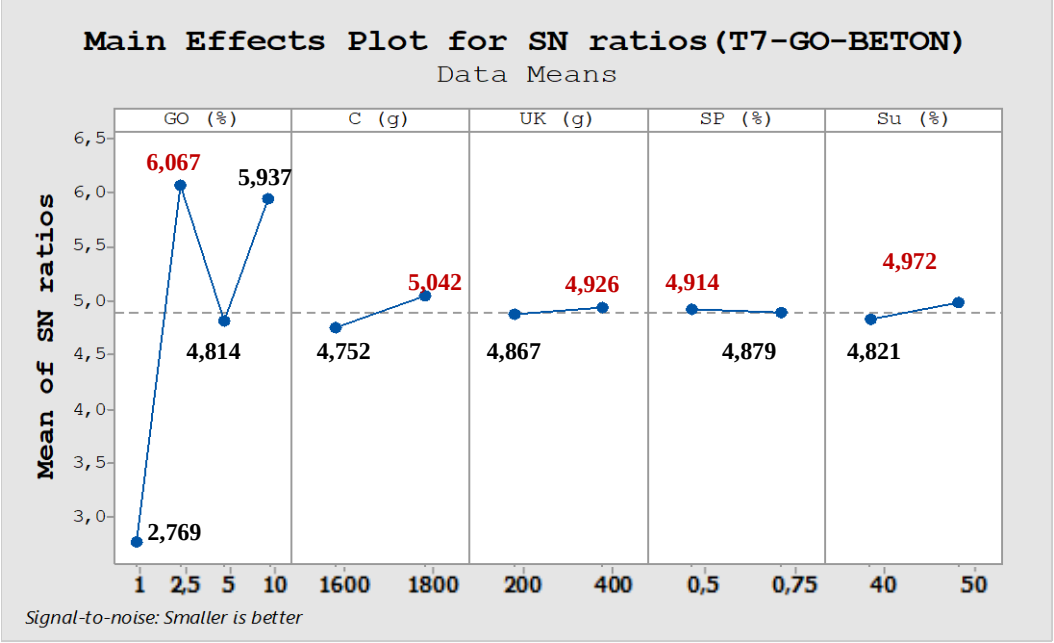
Şekil Ek.3.1 GO-Beton deney tasarımındaki 3 günlük termal iletkenlik (W/(m^2.K)) sonuçlarının ortalamala değerlerine ait ana etki grafikleri



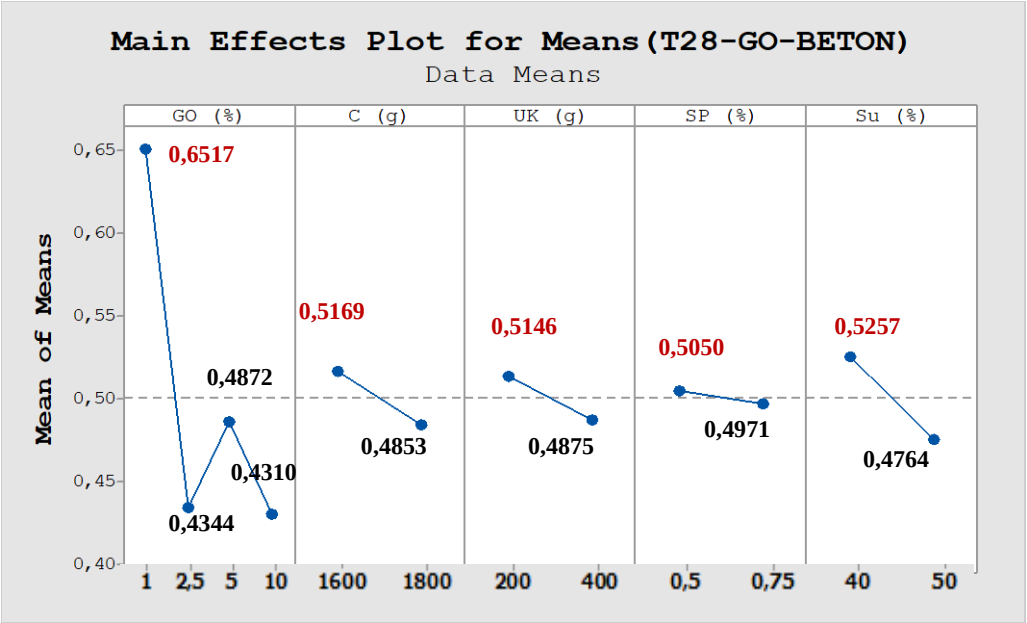
Şekil Ek.3.2 GO-Beton deney tasarımındaki 3 günlük termal iletkenlik (W/(m^2.K)) sonuçlarının S/N değerlerine ait ana etki grafikleri



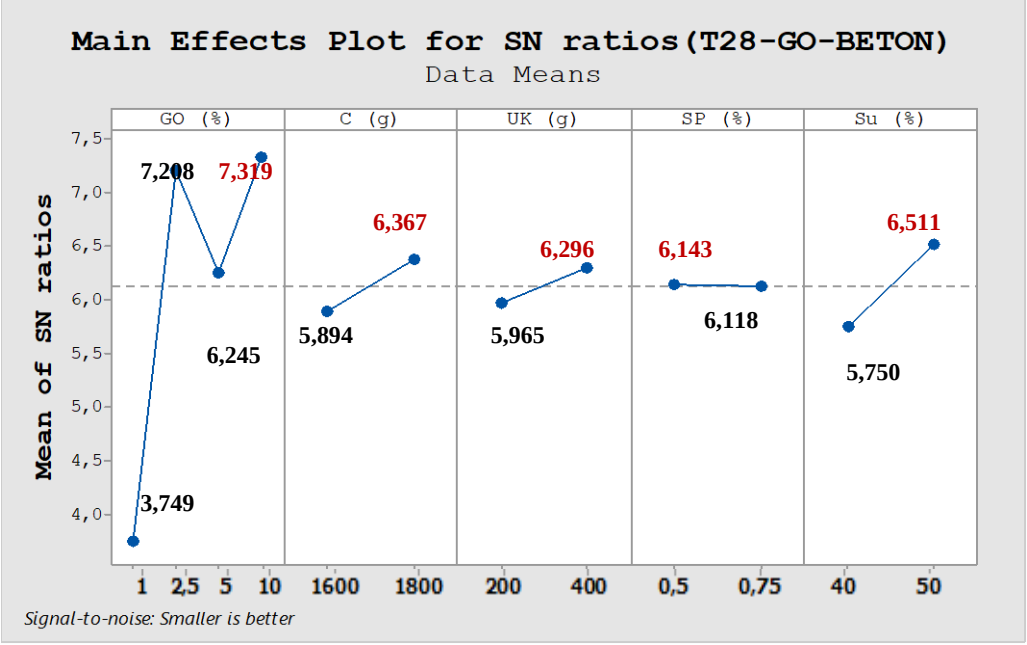
Şekil Ek.3.3 GO-Beton deney tasarımındaki 7 günlük termal iletkenlik (W/(m^2.K)) sonuçlarının ortalamala değerlerine ait ana etki grafikleri



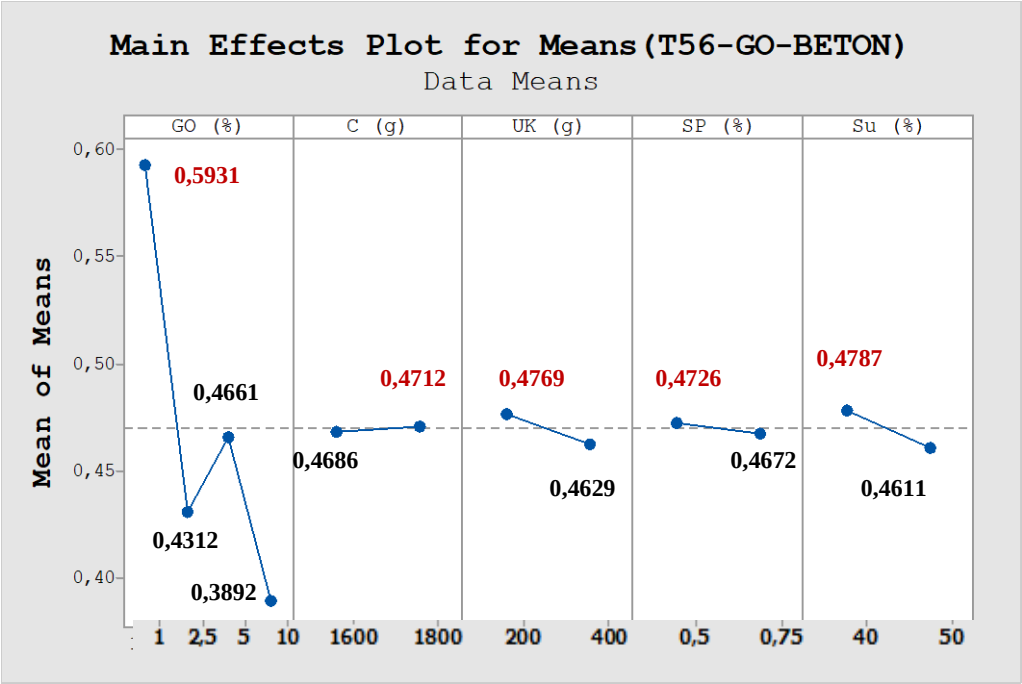
Şekil Ek.3.4 GO-Beton deney tasarımındaki 7 günlük termal iletkenlik (W/(m^2.K)) sonuçlarının S/N değerlerine ait ana etki grafikleri



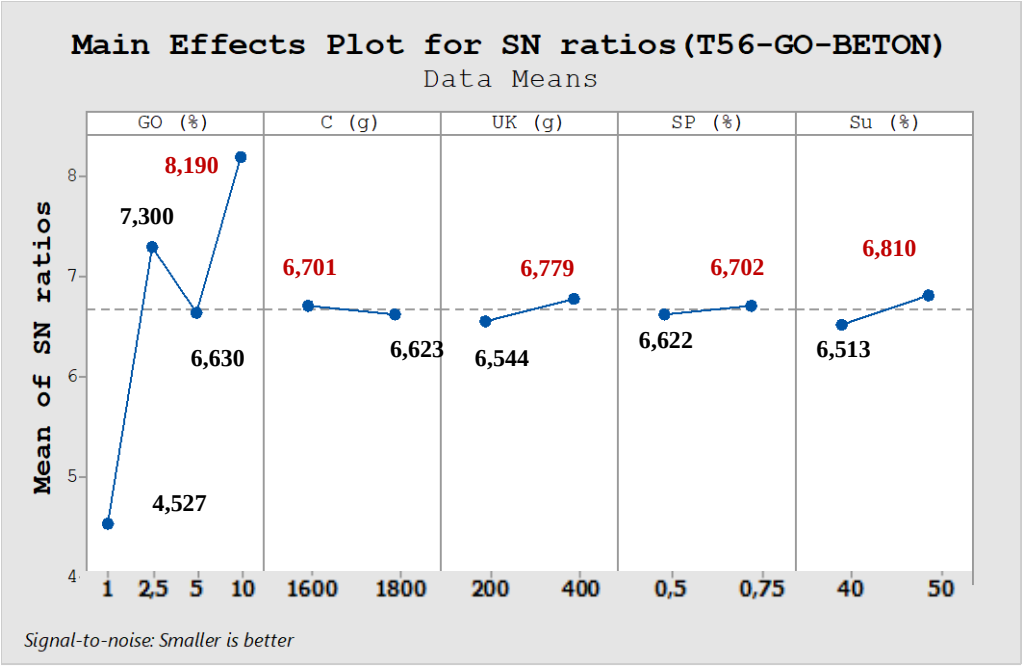
Şekil Ek.3.5 GO-Beton deney tasarımındaki 28 günlük termal iletkenlik (W/(m^2.K)) sonuçlarının ortalamala değerlerine ait ana etki grafikleri



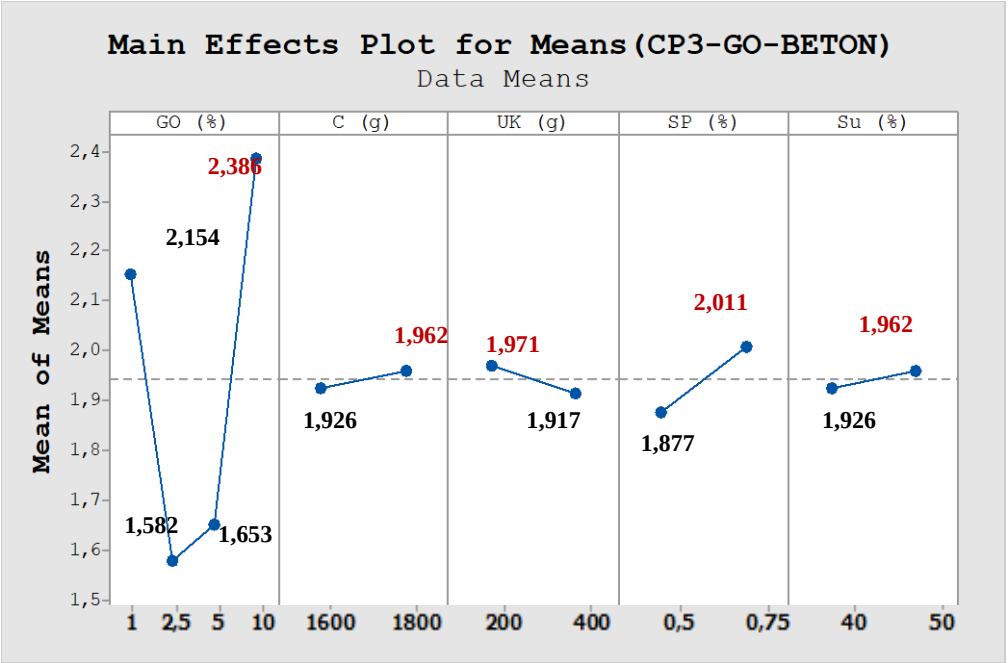
Şekil Ek.3.6 GO-Beton deney tasarımındaki 28 günlük termal iletkenlik (W/(m^2.K)) sonuçlarının S/N değerlerine ait ana etki grafikleri



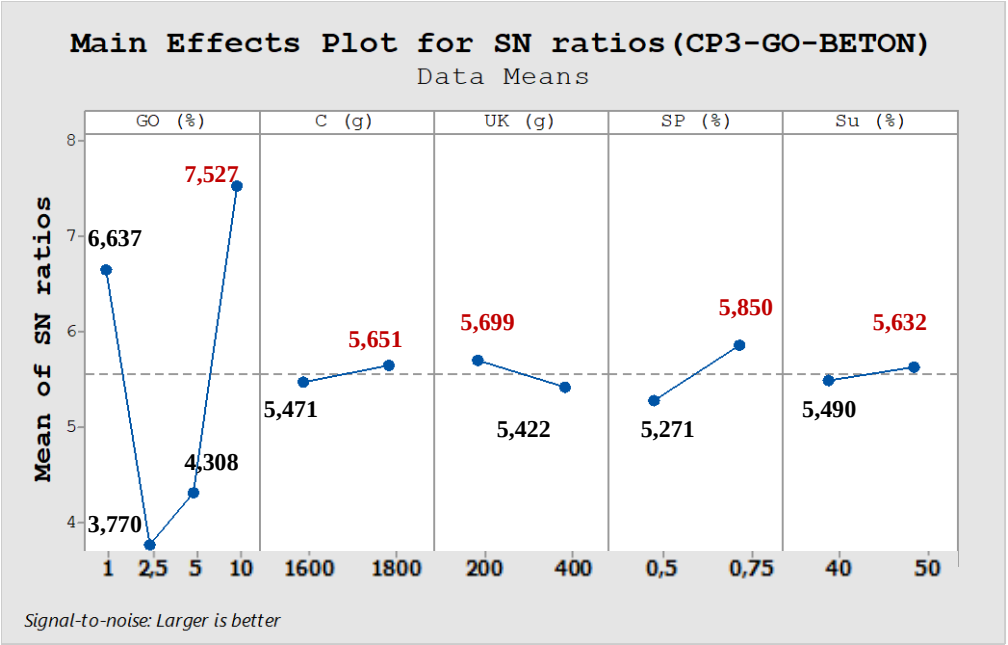
Şekil Ek.3.7 GO-Beton deney tasarımındaki 56 günlük termal iletkenlik (W/(m^2.K)) sonuçlarının ortalamala değerlerine ait ana etki grafikleri



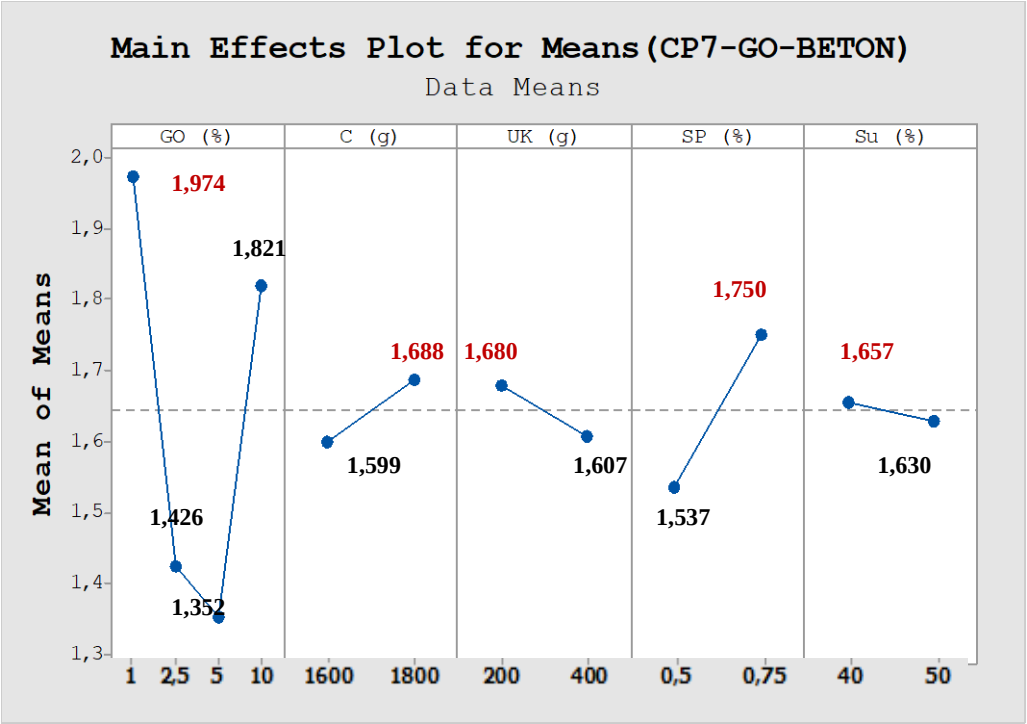
Şekil Ek.3.8 GO-Beton deney tasarımındaki 56 günlük termal iletkenlik (W/(m^2.K)) sonuçlarının S/N değerlerine ait ana etki grafikleri



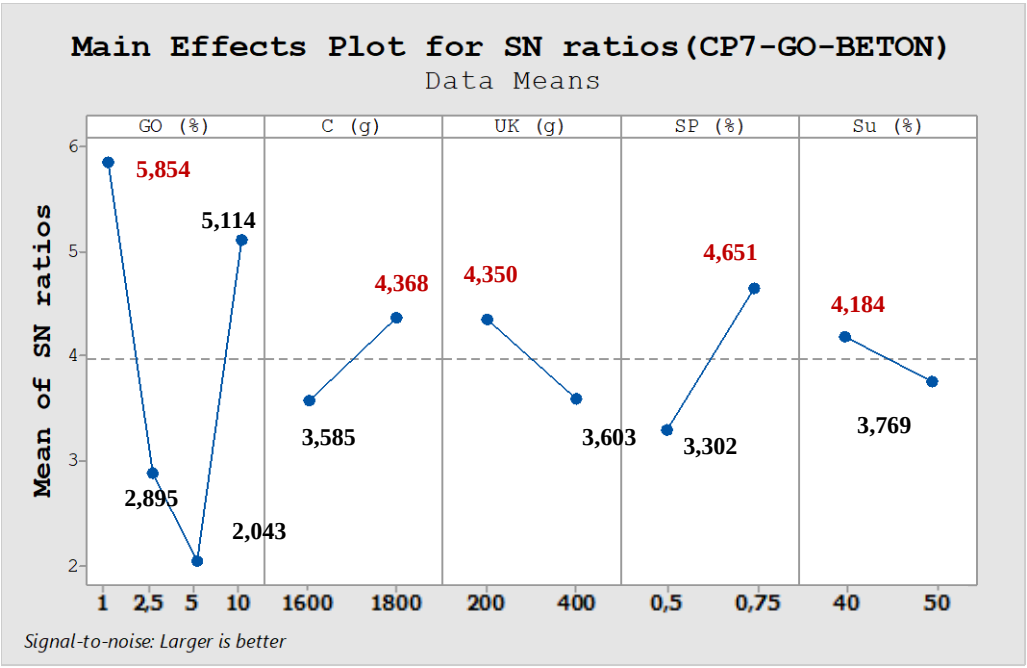
Şekil Ek.3.9 GO-Beton deney tasarımındaki 3 günlük ısı kapasitesi (MJ/(m^3.K)) sonuçlarının ortalama değerlerine ait ana etki grafikleri



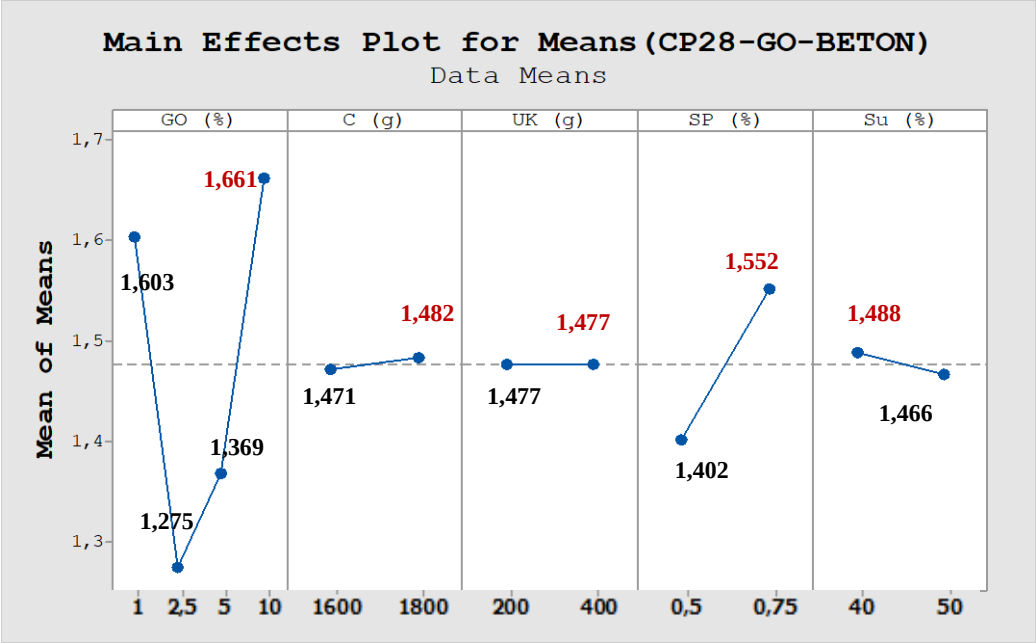
Şekil Ek.3.10 GO-Beton deney tasarımındaki 3 günlük ısı kapasitesi (MJ/(m^3.K)) sonuçlarının S/N değerlerine ait ana etki grafikleri



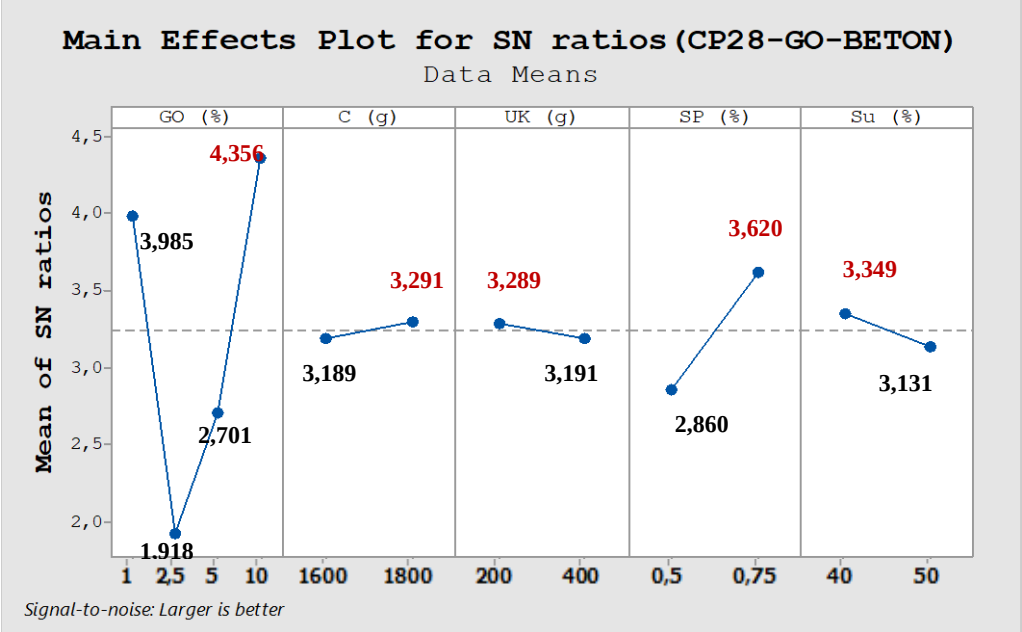
Şekil Ek.3.11 GO-Beton deney tasarımındaki 7 günlük ısı kapasitesi (MJ/(m^3.K)) sonuçlarının ortalama değerlerine ait ana etki grafikleri



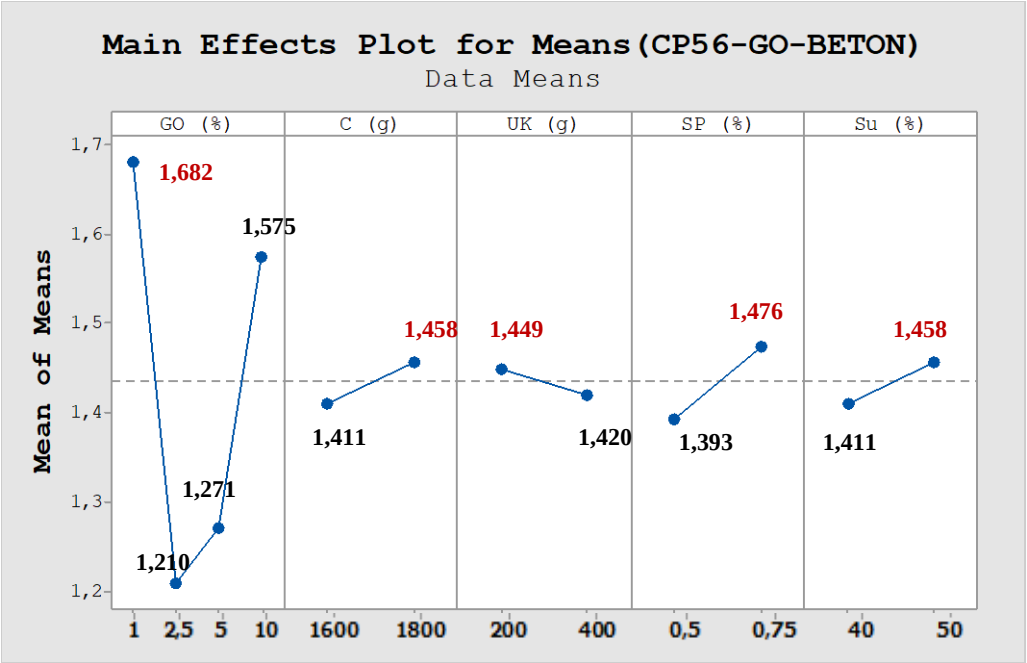
Şekil Ek. 3.12 GO-Beton deney tasarımındaki 7 günlük ısı kapasitesi (MJ/(m^3.K)) sonuçlarının S/N değerlerine ait ana etki grafikleri



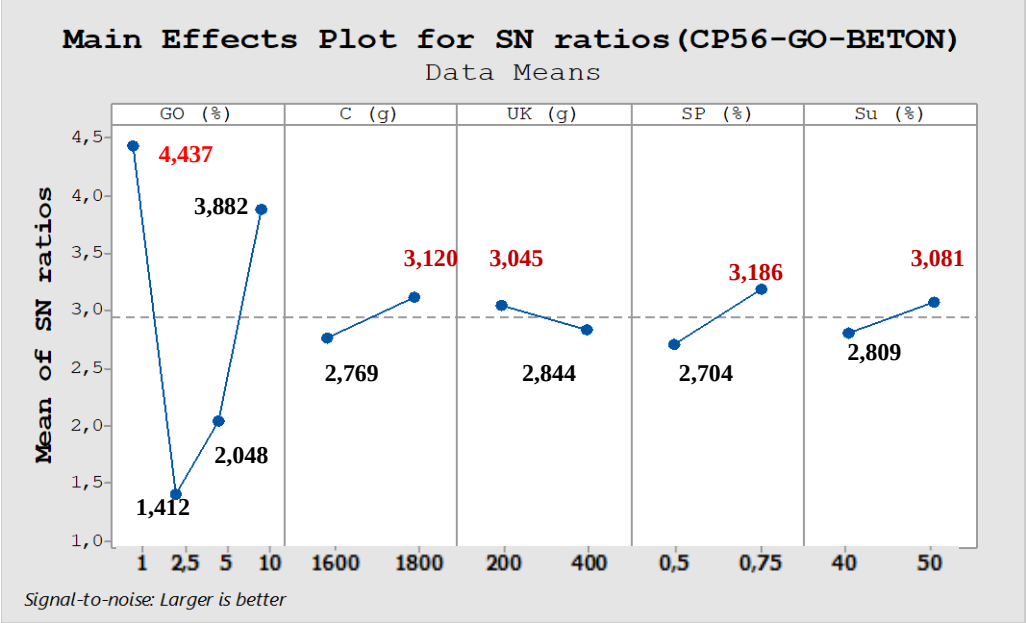
Şekil Ek.3.13 GO-Beton deney tasarımındaki 28 günlük ısı kapasitesi (MJ/(m^3.K)) sonuçlarının ortalama değerlerine ait ana etki grafikleri



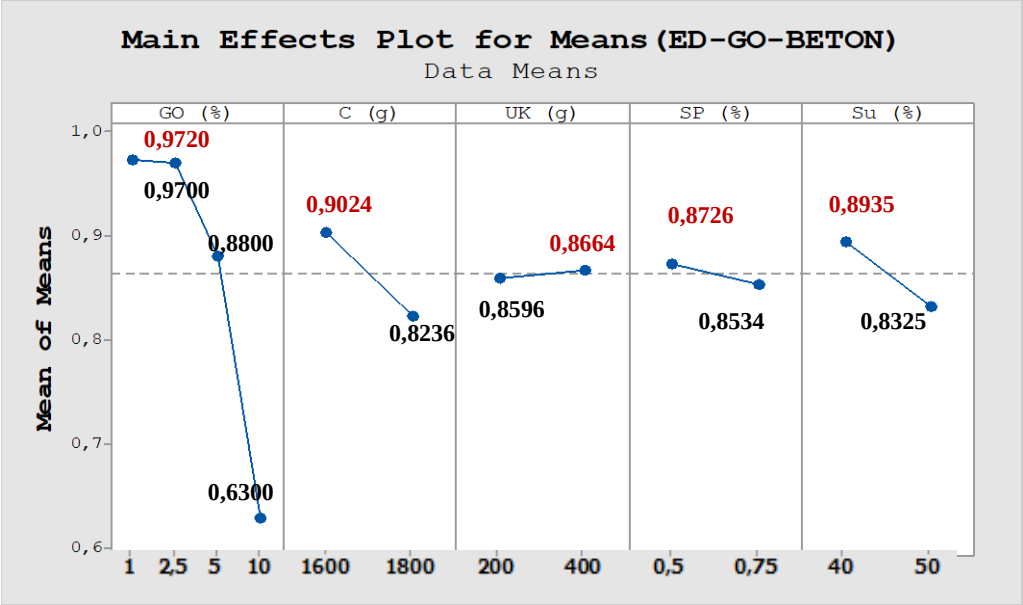
Şekil Ek.3.14 GO-Beton deney tasarımındaki 28 günlük ısı kapasitesi (MJ/(m^3.K)) sonuçlarının S/N değerlerine ait ana etki grafikleri



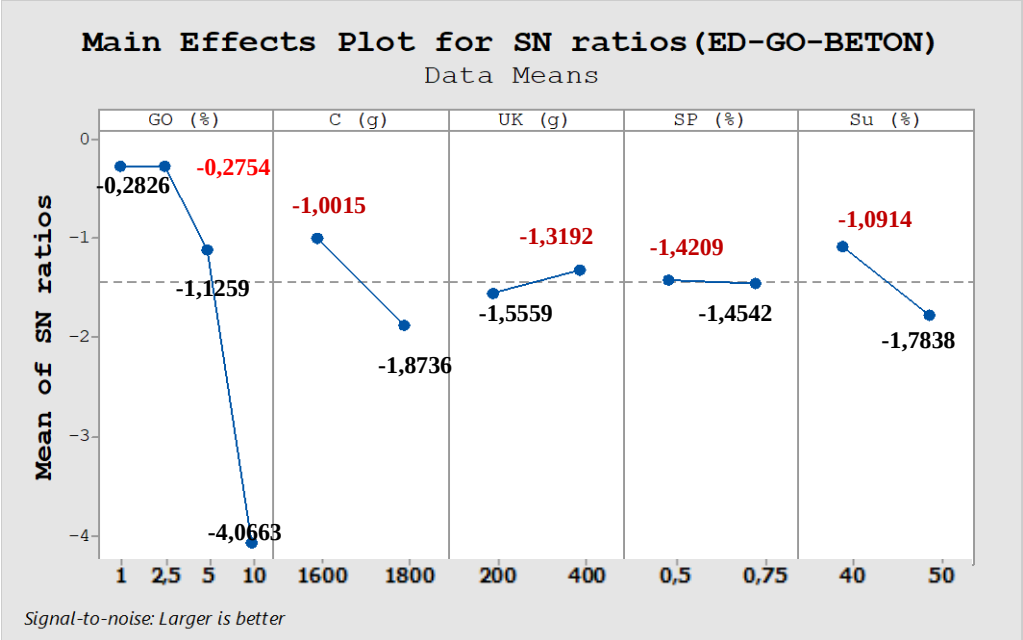
Şekil Ek.3.15 GO-Beton deney tasarımındaki 56 günlük ısı kapasitesi (MJ/(m^3.K)) sonuçlarının ortalama değerlerine ait ana etki grafikleri



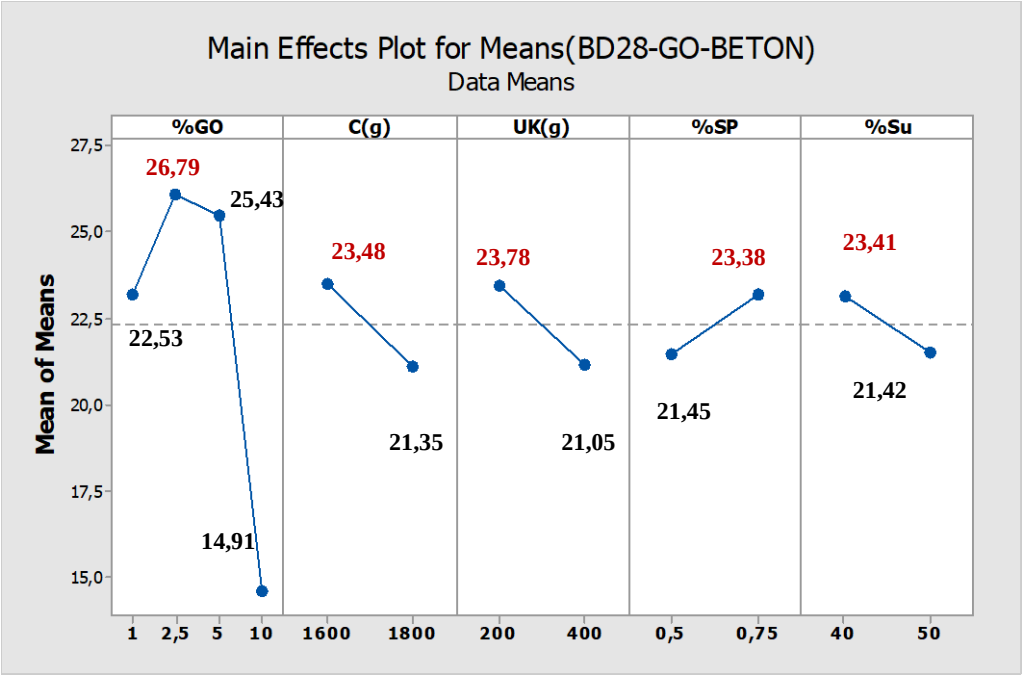
Şekil Ek.3.16 GO-Beton deney tasarımındaki 56 günlük ısı kapasitesi (MJ/(m^3.K)) sonuçlarının S/N değerlerine ait ana etki grafikleri



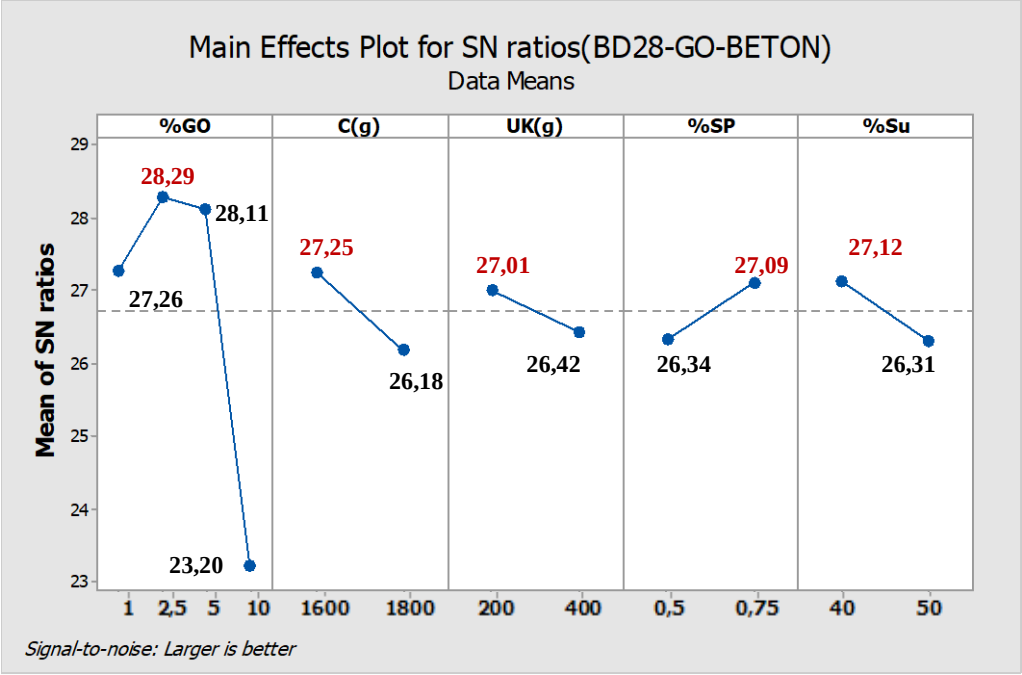
Şekil Ek.3.17 GO-Beton deney tasarımındaki 28 günlük elektrik direnci (kΩ.m) sonuçlarının ortalama değerlerine ait ana etki grafikleri



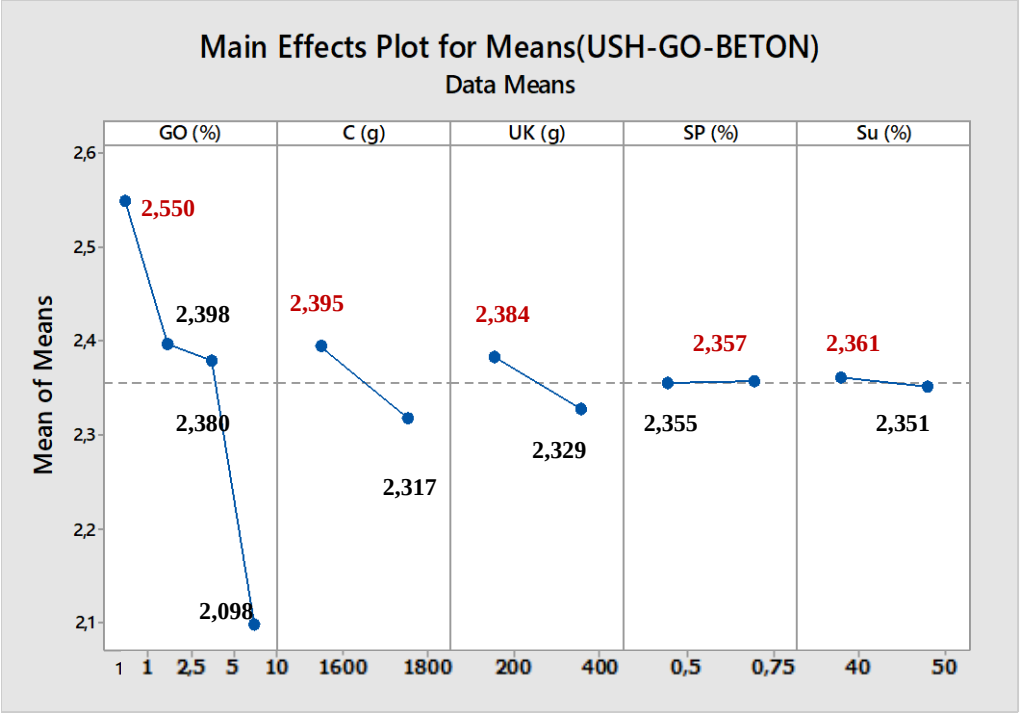
Şekil Ek.3.18 GO-Beton deney tasarımındaki 28 günlük elektrik direnci (kΩ.m) sonuçlarının S/N değerlerine ait ana etki grafikleri



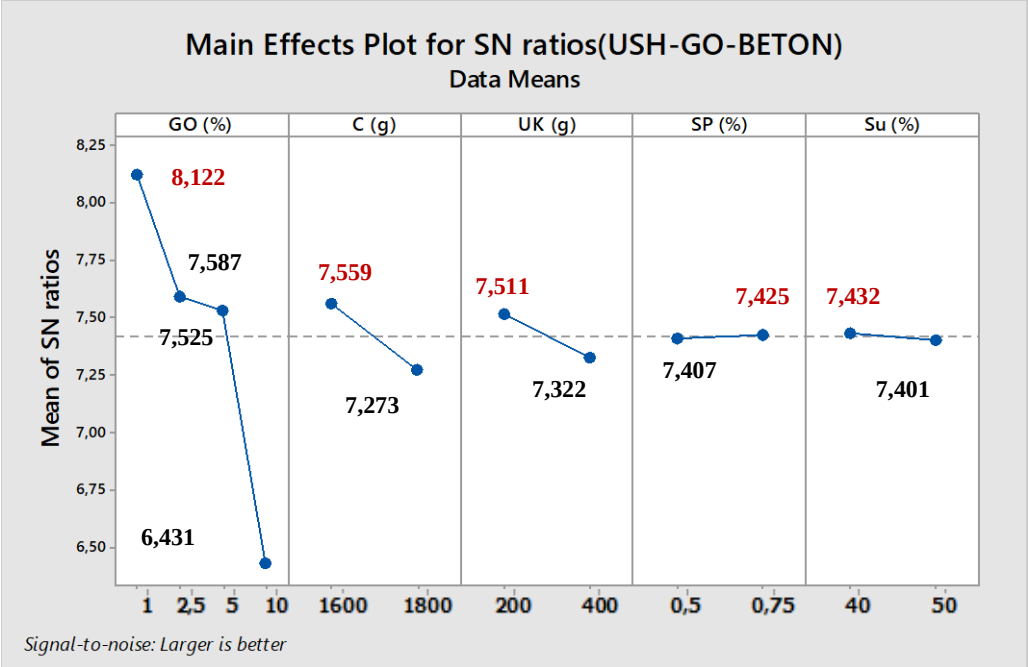
Şekil Ek.3.19 GO-Beton deney tasarımındaki 28 günlük basınç dayanımı (MPa) sonuçlarının ortalama değerlerine ait ana etki grafikleri



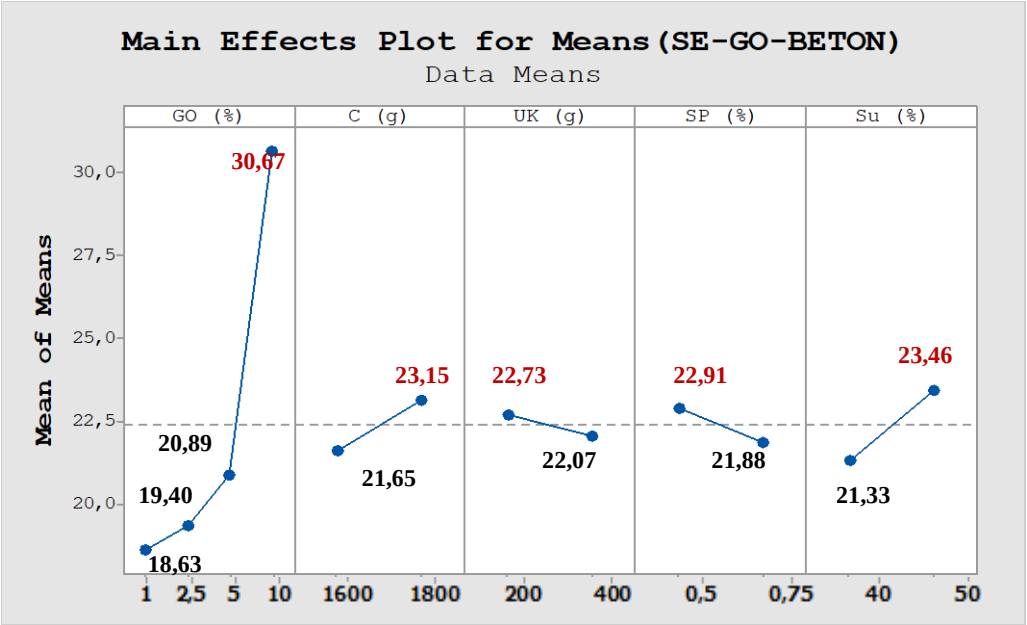
Şekil Ek.3.20 GO-Beton deney tasarımındaki 28 günlük basınç dayanımı (MPa) sonuçlarının S/N değerlerine ait ana etki grafikleri



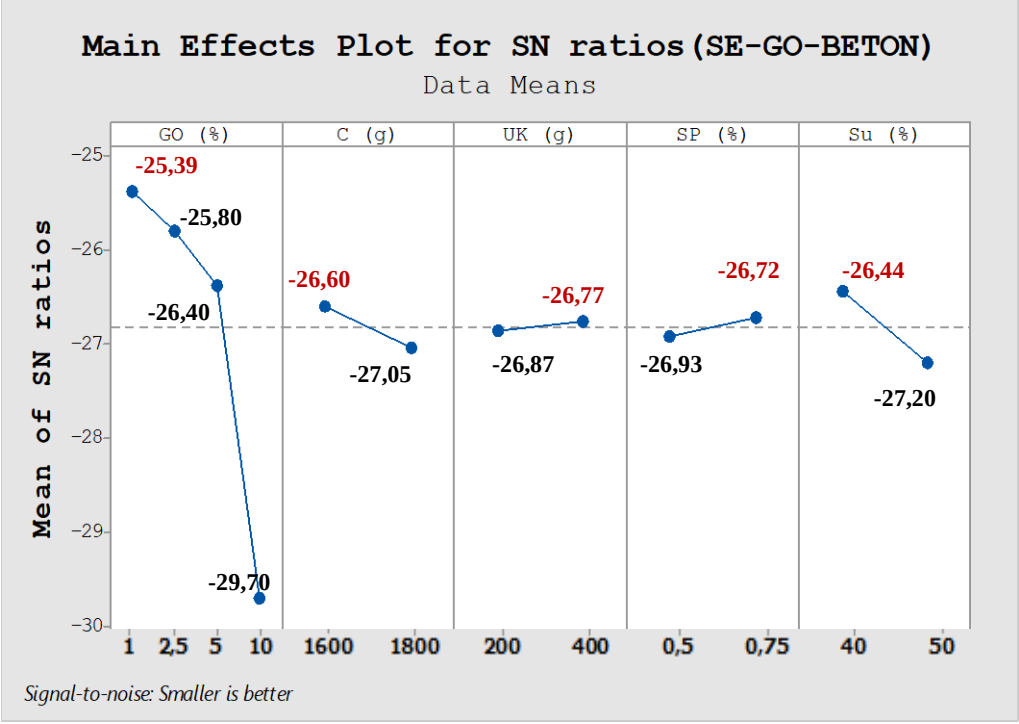
Şekil Ek.3.21 GO-Beton deney tasarımındaki 28 günlük ultrasonik ses hızı (km/s) sonuçlarının ortalama değerlerine ait ana etki grafikleri



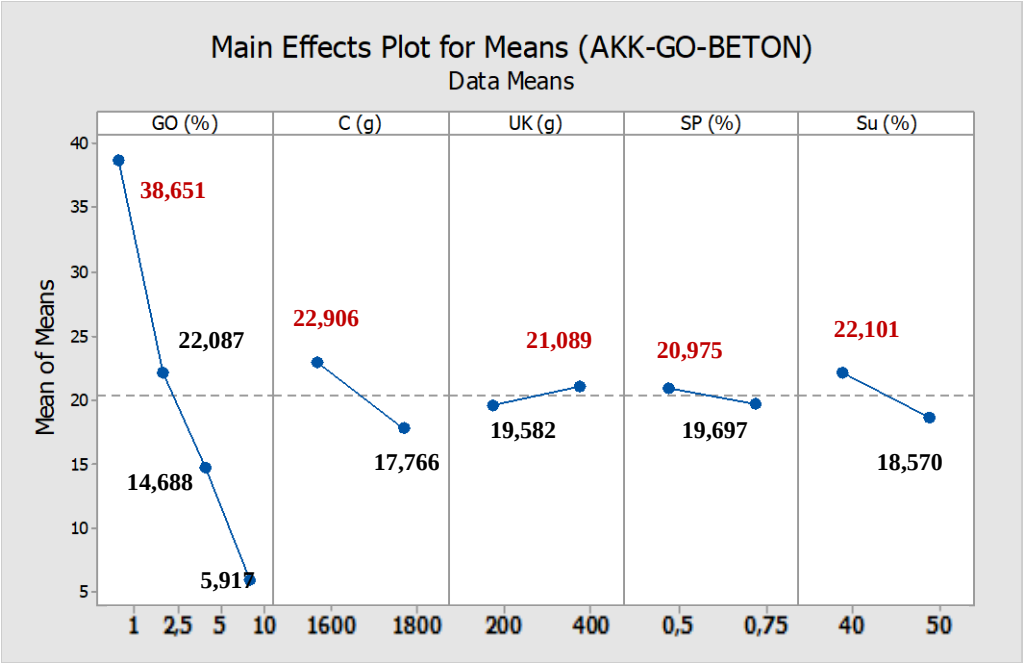
Şekil Ek.3.22 GO-Beton deney tasarımındaki 28 günlük ultrasonik ses hızı (km/s) sonuçlarının S/N değerlerine ait ana etki grafikleri



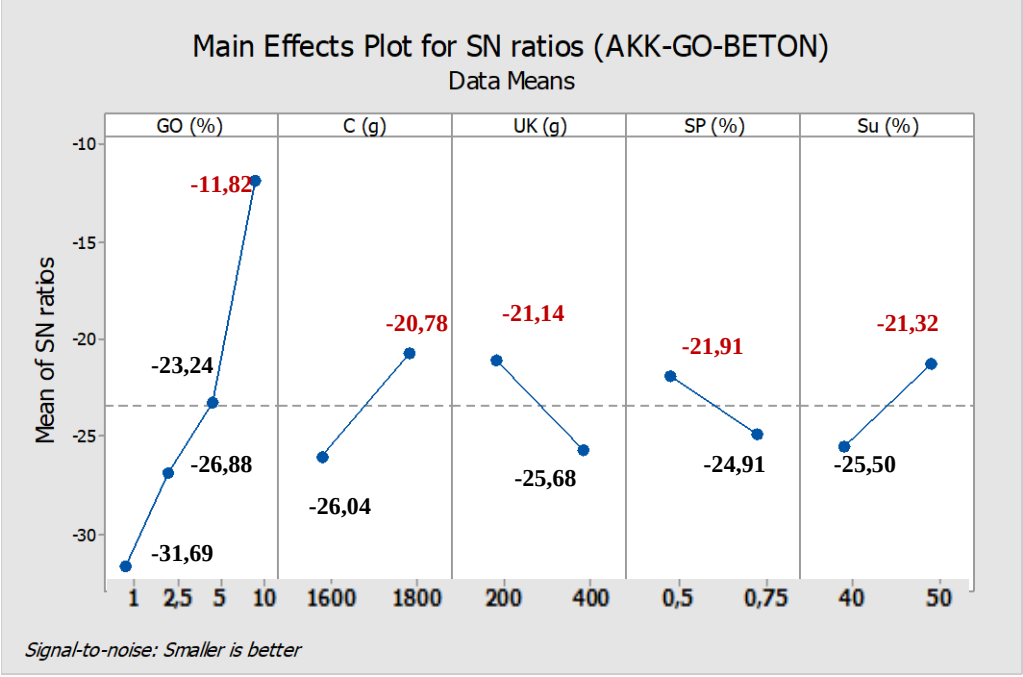
Şekil Ek.3.23 GO-Beton deney tasarımındaki 28 günlük su emme (%) sonuçlarının ortalama değerlerine ait ana etki grafikleri



Şekil Ek.3.24 GO-Beton deney tasarımındaki 28 günlük su emme (%) sonuçlarının S/N değerlerine ait ana etki grafikleri

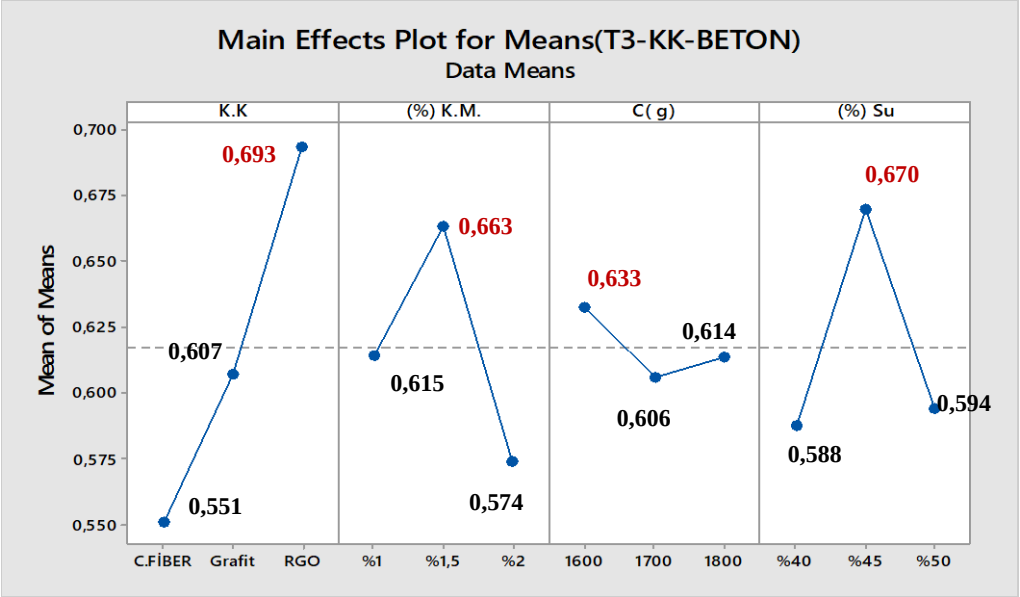


Şekil Ek.3.25 GO-Beton deney tasarımındaki 28 günlük sülfürik asitte (pH=1,5) kütle aybı (%) sonuçlarının ortalama değerlerine ait ana etki grafikleri

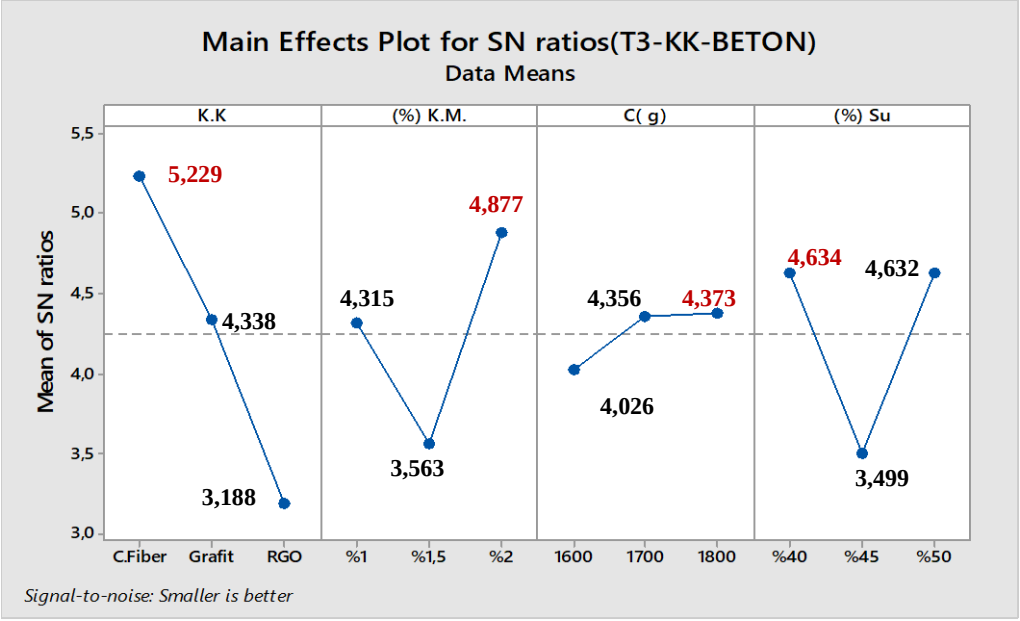


Şekil Ek.3.26 GO-Beton deney tasarımındaki 28 günlük sülfürik asitte (pH=1,5) kütle kaybı (%) sonuçlarının S/N değerlerine ait ana etki grafikleri

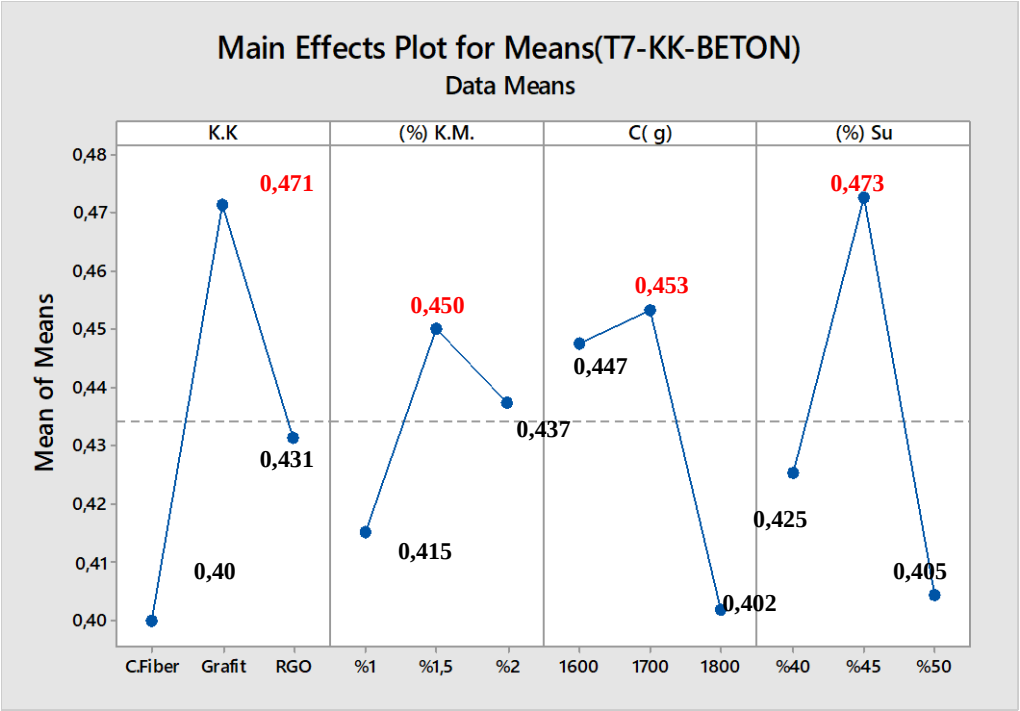
EK-4 KK-BETON Harçı Deney Tasarımına Ait Kalite Kriteri Sonuçlarının Taguchi Yöntemi ile Aanaliz Edilen Ana Etkiler Grafikleri



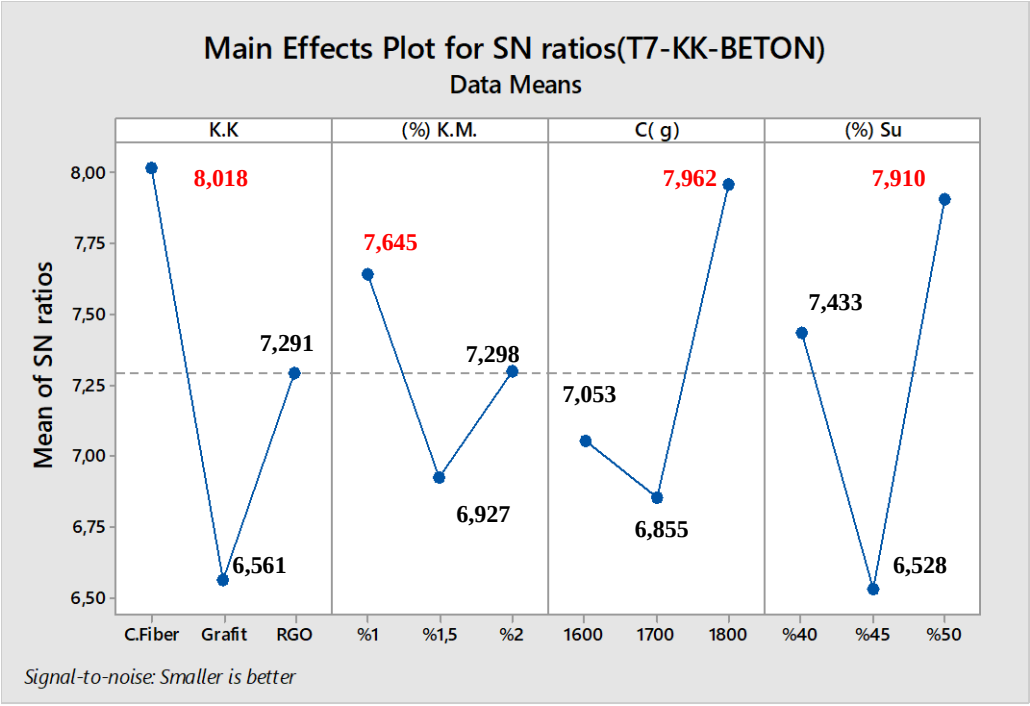
Şekil Ek.4.1 KK-BETON deney tasarımındaki 3 günlük termal iletkenlik (W/(m^2.K)) sonuçlarının ortalamala değerlerine ait ana etki grafikleri



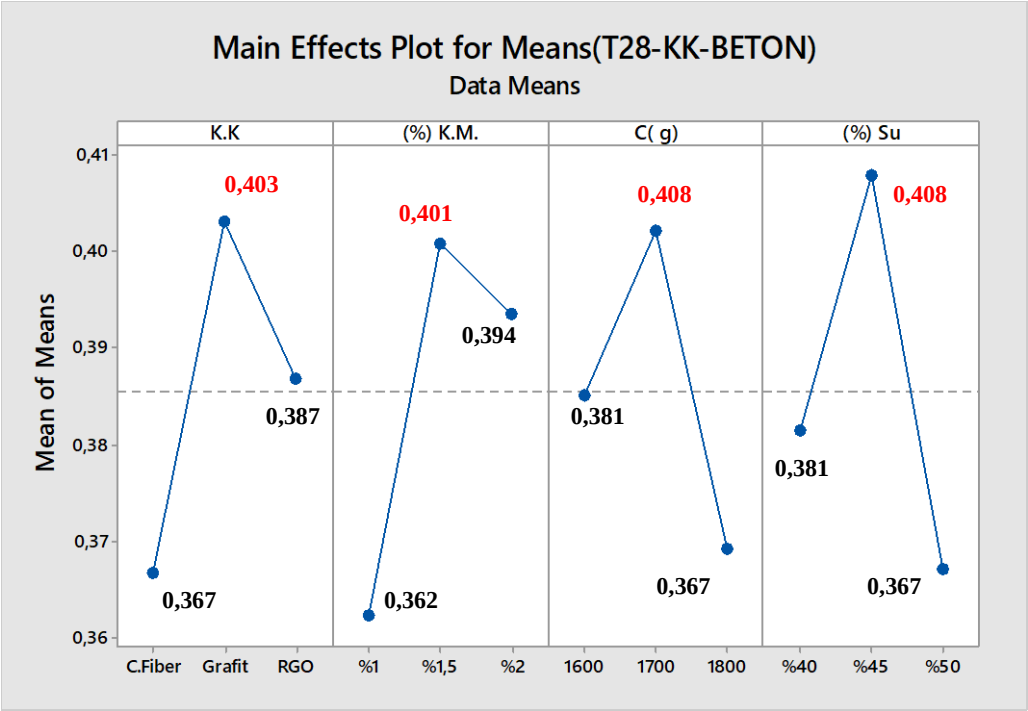
Şekil Ek.4.2 KK-BETON deney tasarımındaki 3 günlük termal iletkenlik (W/(m^2.K)) sonuçlarının S/N değerlerine ait ana etki grafikleri



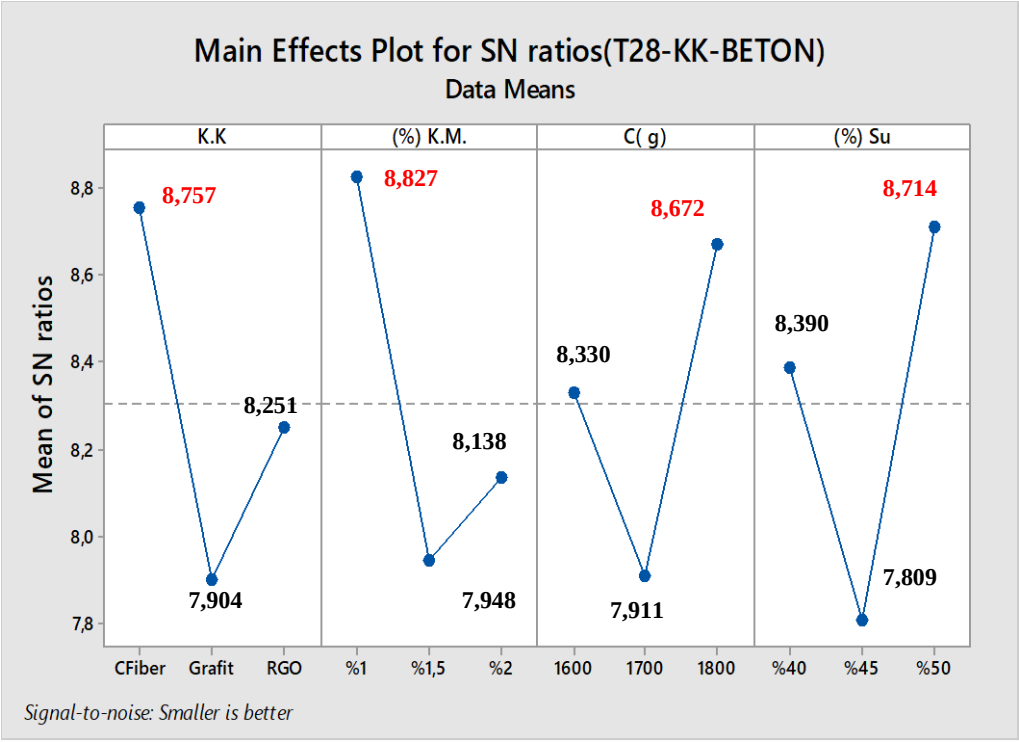
Şekil Ek.4.3 KK-BETON deney tasarımındaki 7 günlük termal iletkenlik (W/(m^2.K)) sonuçlarının ortalamala değerlerine ait ana etki grafikleri



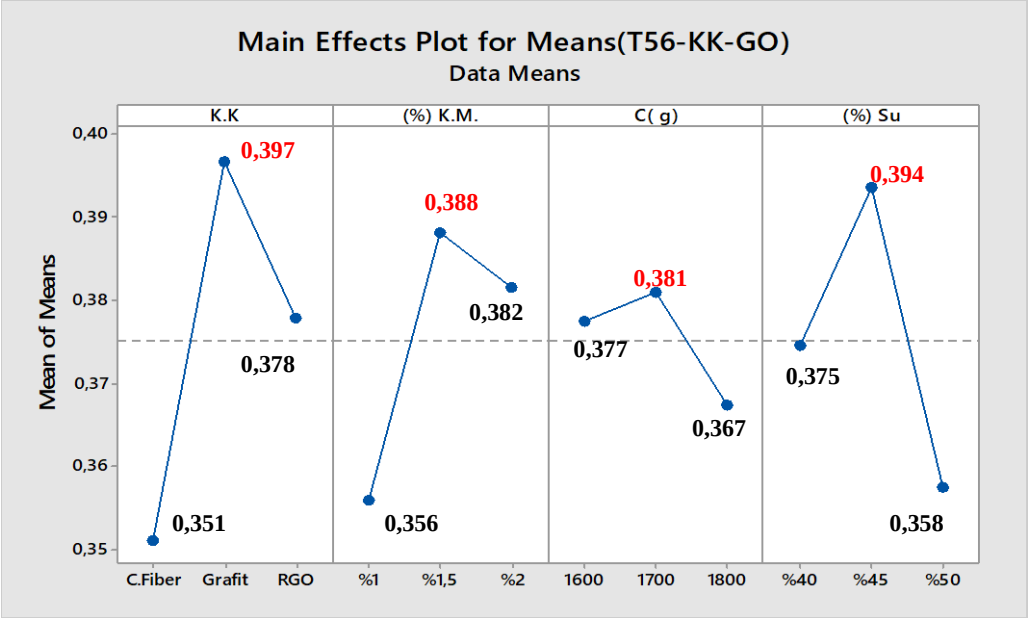
Şekil Ek.4.4 KK-BETON deney tasarımındaki 7 günlük termal iletkenlik (W/(m^2.K)) sonuçlarının S/N değerlerine ait ana etki grafikleri



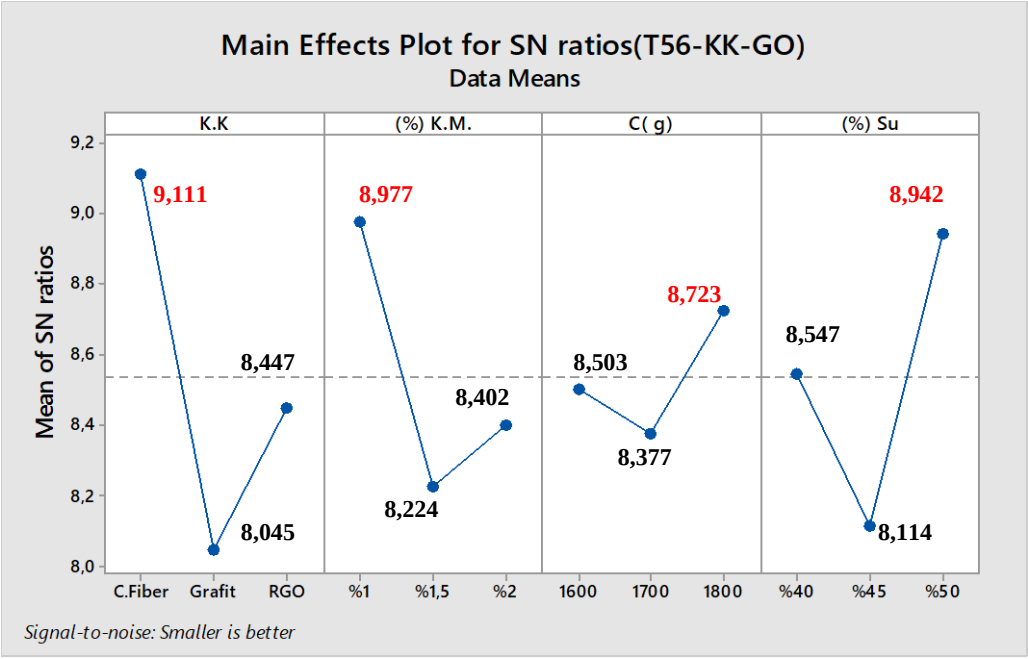
Şekil Ek.4.5 KK-BETON deney tasarımındaki 28 günlük termal iletkenlik (W/(m^2.K)) sonuçlarının ortalamala değerlerine ait ana etki grafikleri



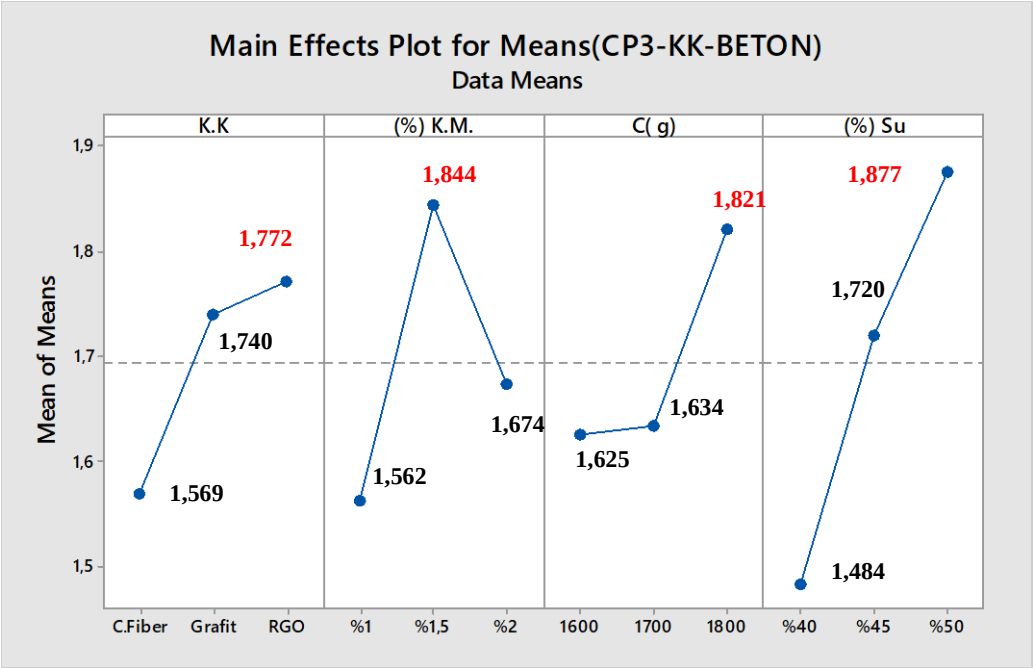
Şekil Ek.4.6 KK-BETON deney tasarımındaki 28 günlük termal iletkenlik (W/(m^2.K)) sonuçlarının S/N değerlerine ait ana etki grafikleri



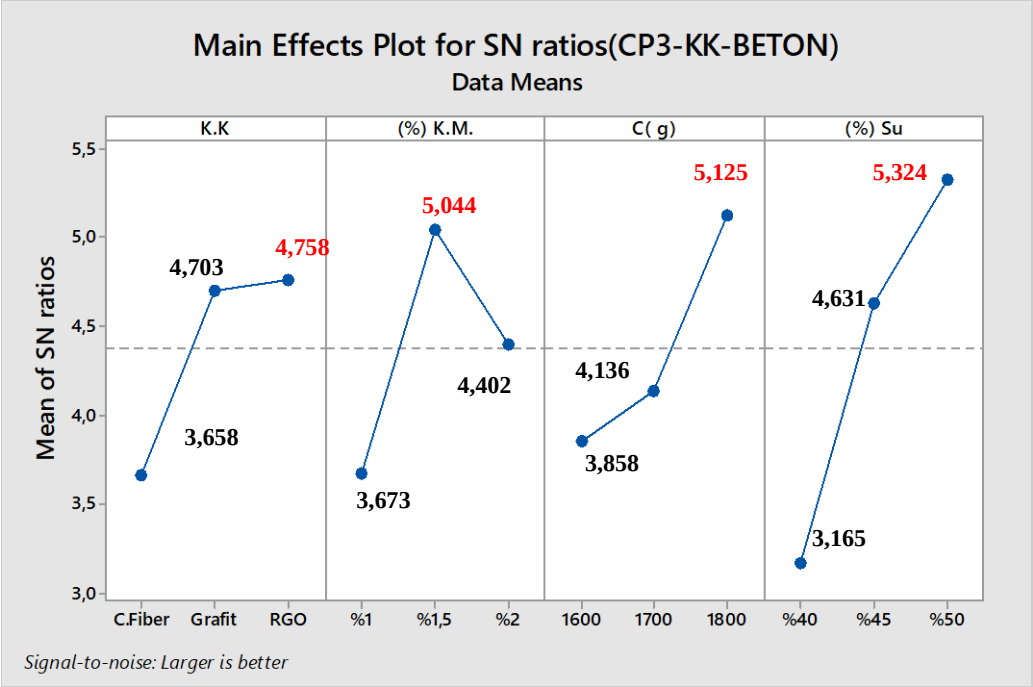
Şekil Ek.4.7 KK-BETON deney tasarımındaki 56 günlük termal iletkenlik (W/(m^2.K)) sonuçlarının ortalamala değerlerine ait ana etki grafikleri



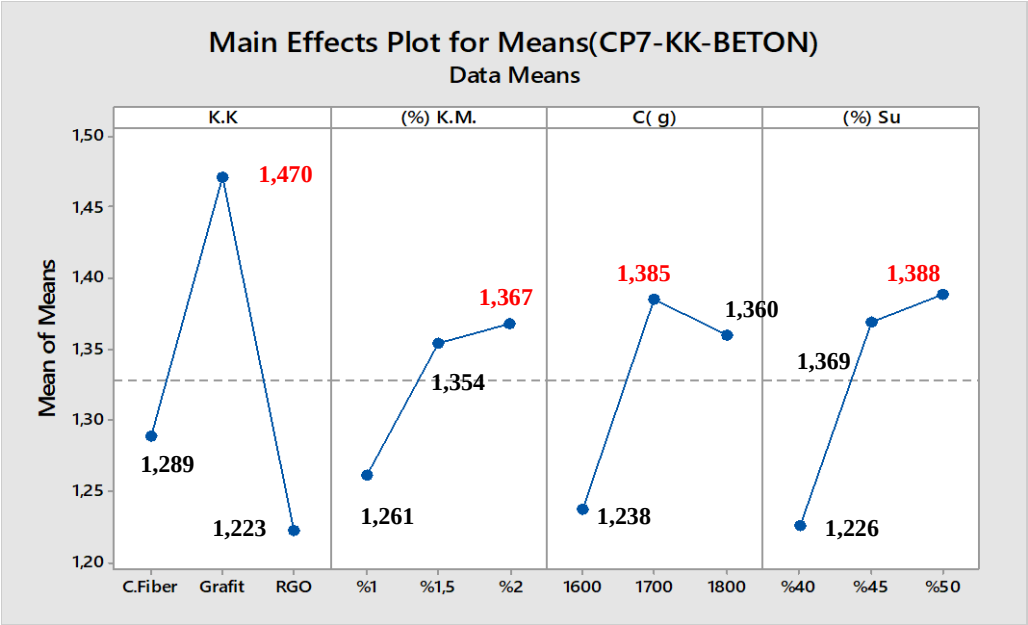
Şekil Ek.4.8 KK-BETON deney tasarımındaki 56 günlük termal iletkenlik (W/(m^2.K)) sonuçlarının S/N değerlerine ait ana etki grafikleri



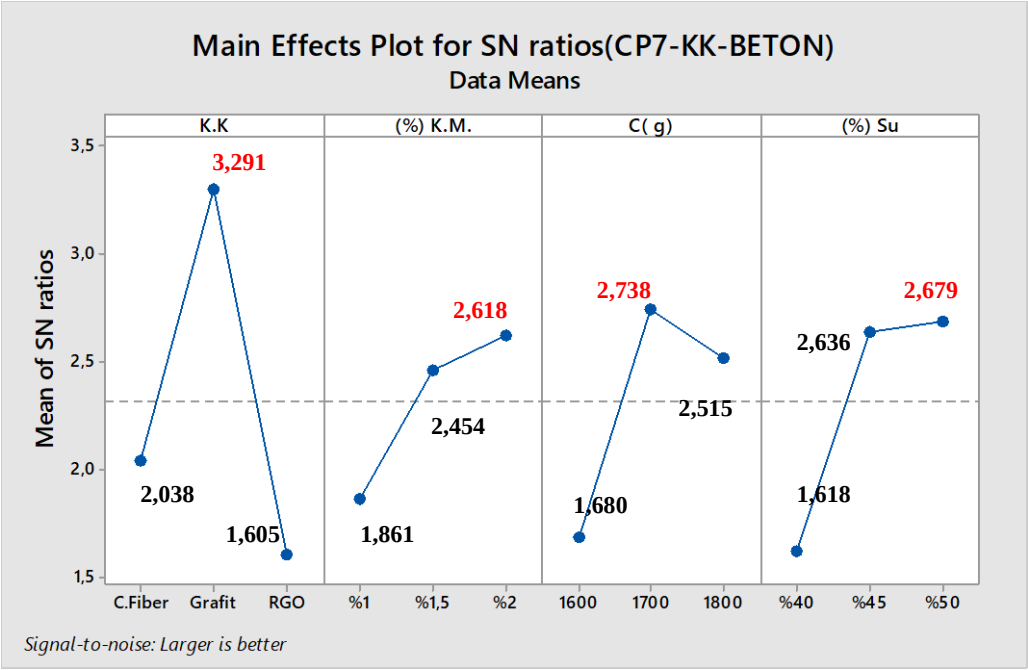
Şekil Ek.4.9 KK-BETON deney tasarımındaki 3 günlük ısı kapasitesi (MJ/(m^3.K)) sonuçlarının ortalamala değerlerine ait ana etki grafikleri



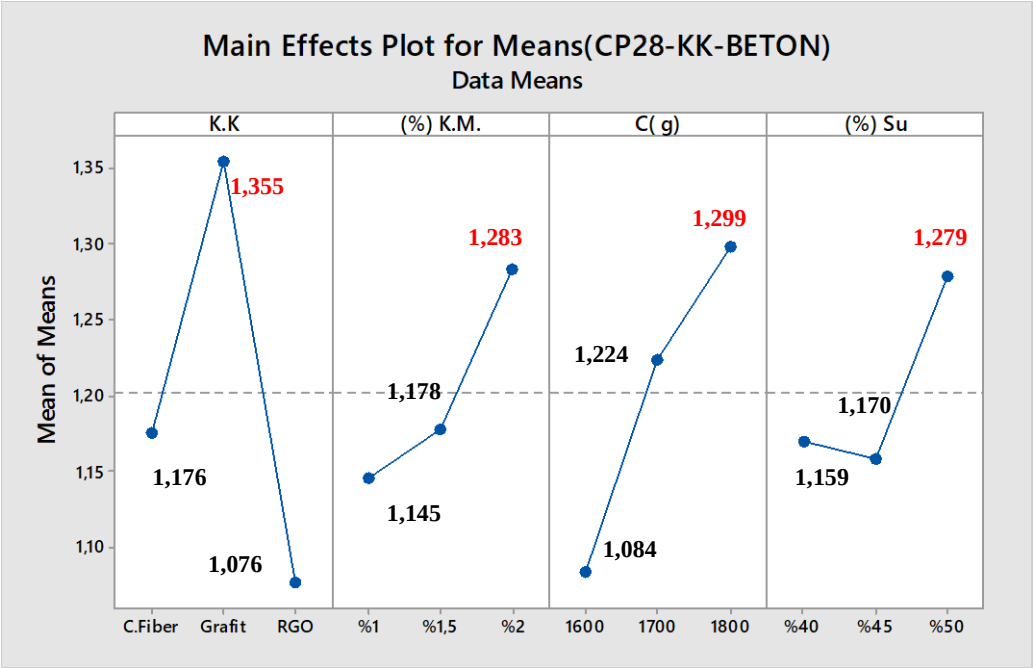
Şekil Ek.4.10 KK-BETON deney tasarımındaki 3 günlük ısı kapasitesi (MJ/(m^3.K)) sonuçlarının S/N değerlerine ait ana etki grafikleri



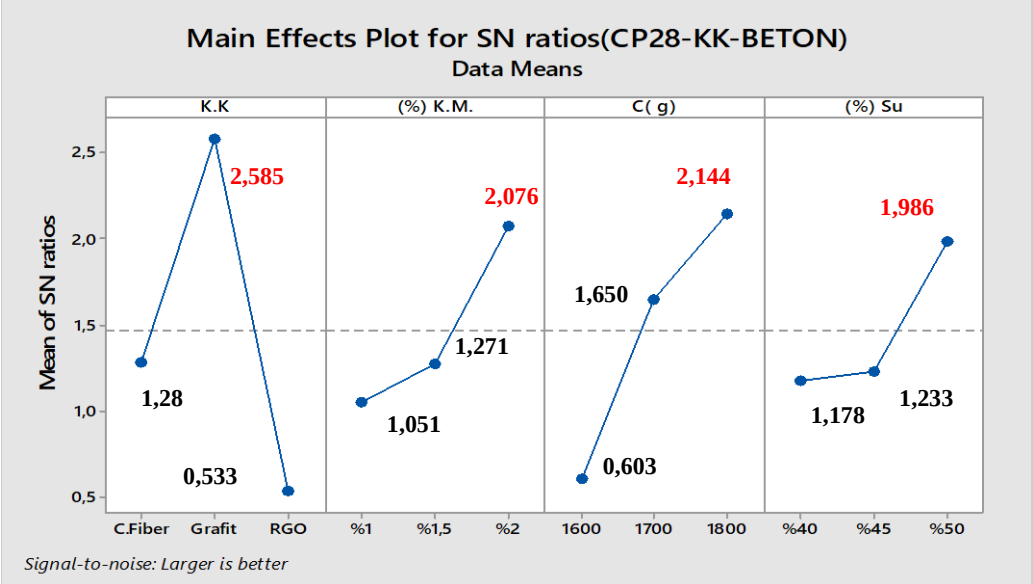
Şekil Ek.4.11 KK-BETON deney tasarımındaki 7 günlük ısı kapasitesi (MJ/(m^3.K)) sonuçlarının ortalamala değerlerine ait ana etki grafikleri



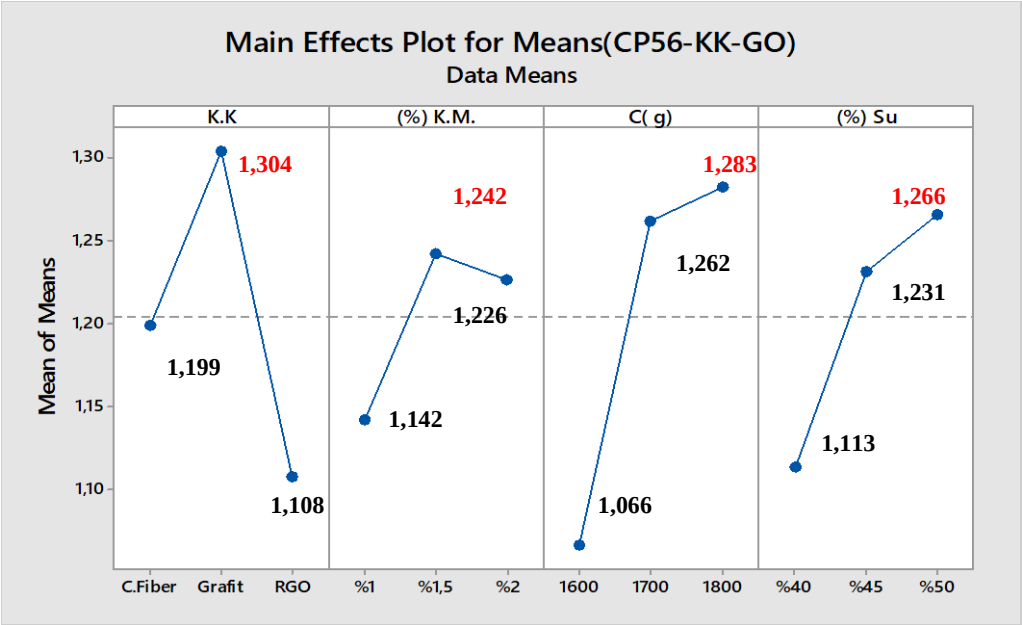
Şekil Ek.4.12 KK-BETON deney tasarımındaki 7 günlük ısı kapasitesi (MJ/(m^3.K)) sonuçlarının S/N değerlerine ait ana etki grafikleri



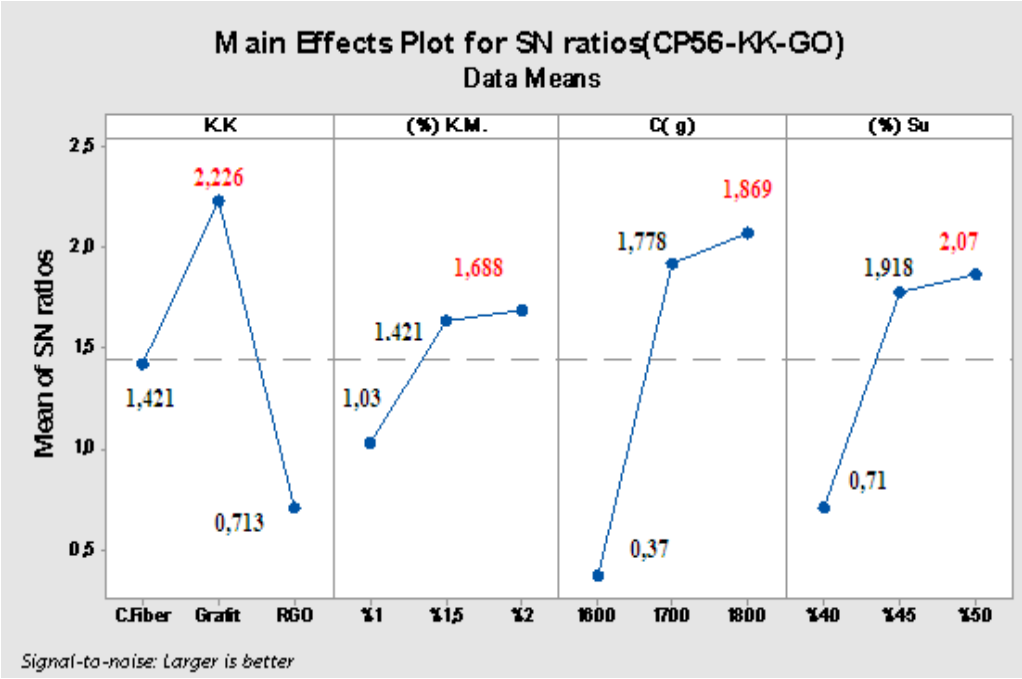
Şekil Ek.4.13 KK-BETON deney tasarımındaki 28 günlük ısı kapasitesi (MJ/(m^3.K)) sonuçlarının ortalamala değerlerine ait ana etki grafikleri



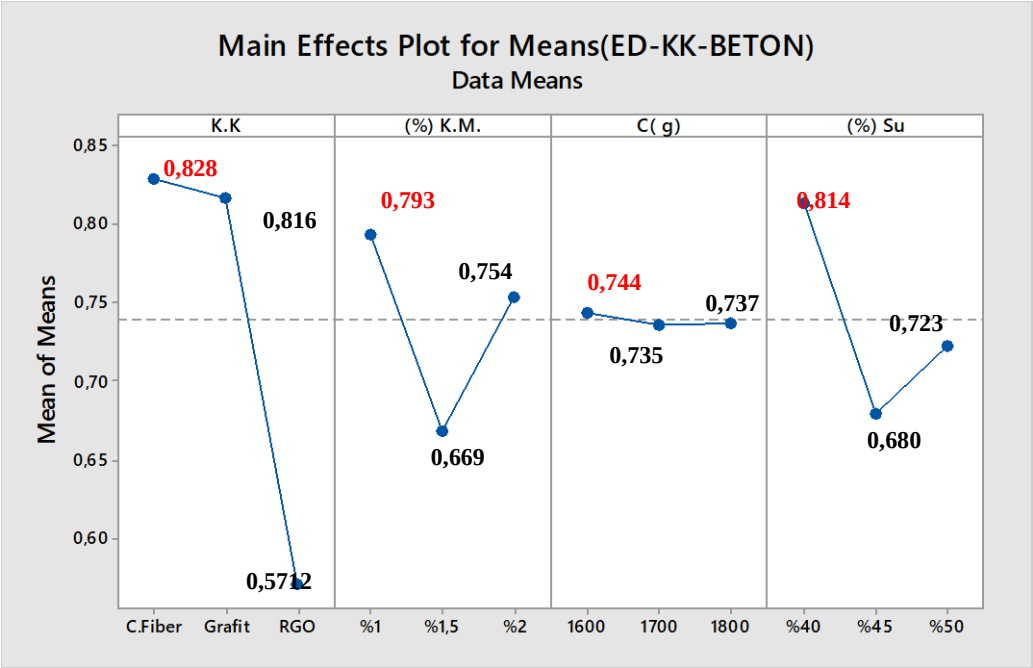
Şekil Ek.4.14 KK-BETON deney tasarımındaki 28 günlük ısı kapasitesi (MJ/(m^3.K)) sonuçlarının S/N değerlerine ait ana etki grafikleri



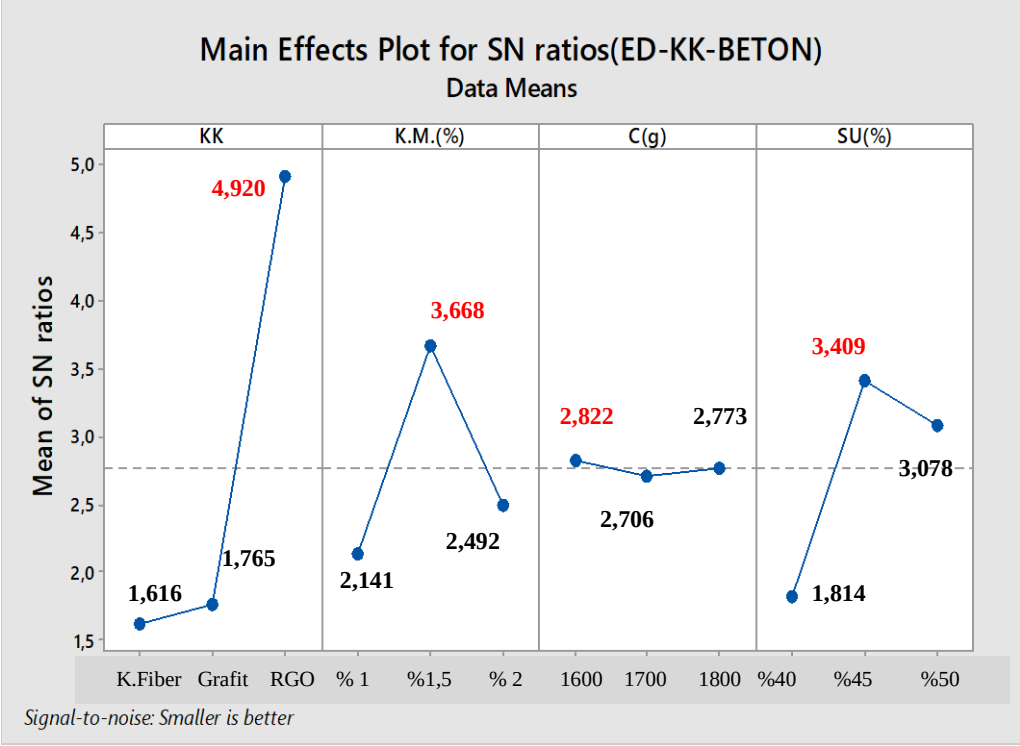
Şekil Ek.4.15 KK-BETON deney tasarımındaki 56 günlük ısı kapasitesi (MJ/(m^3.K)) sonuçlarının ortalamala değerlerine ait ana etki grafikleri



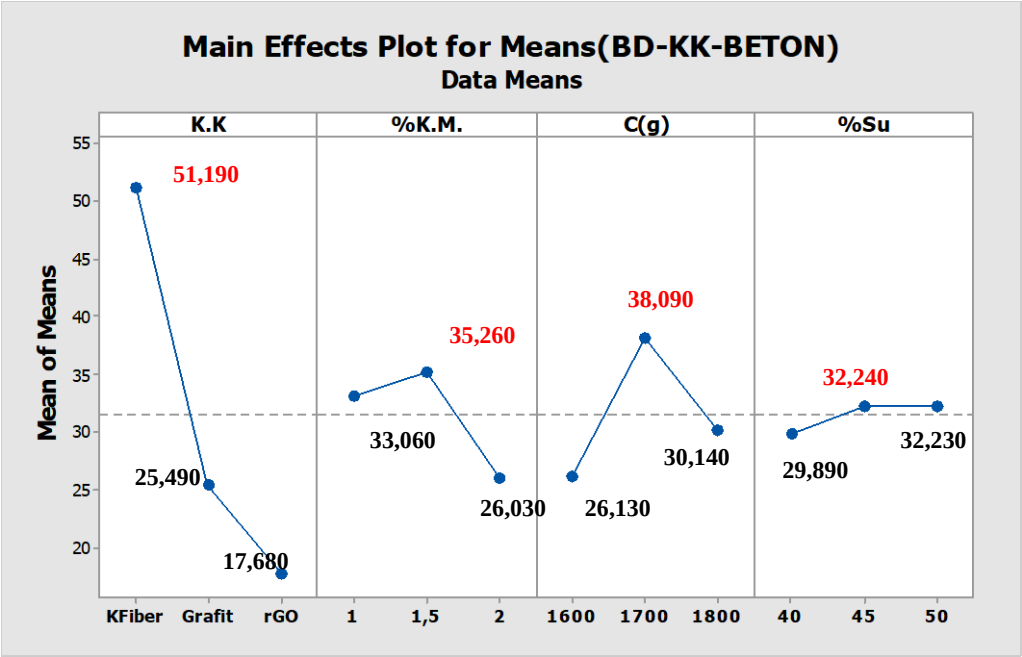
Şekil Ek.4.16 KK-BETON deney tasarımındaki 56 günlük ısı kapasitesi (MJ/(m^3.K)) sonuçlarının S/N değerlerine ait ana etki grafikleri



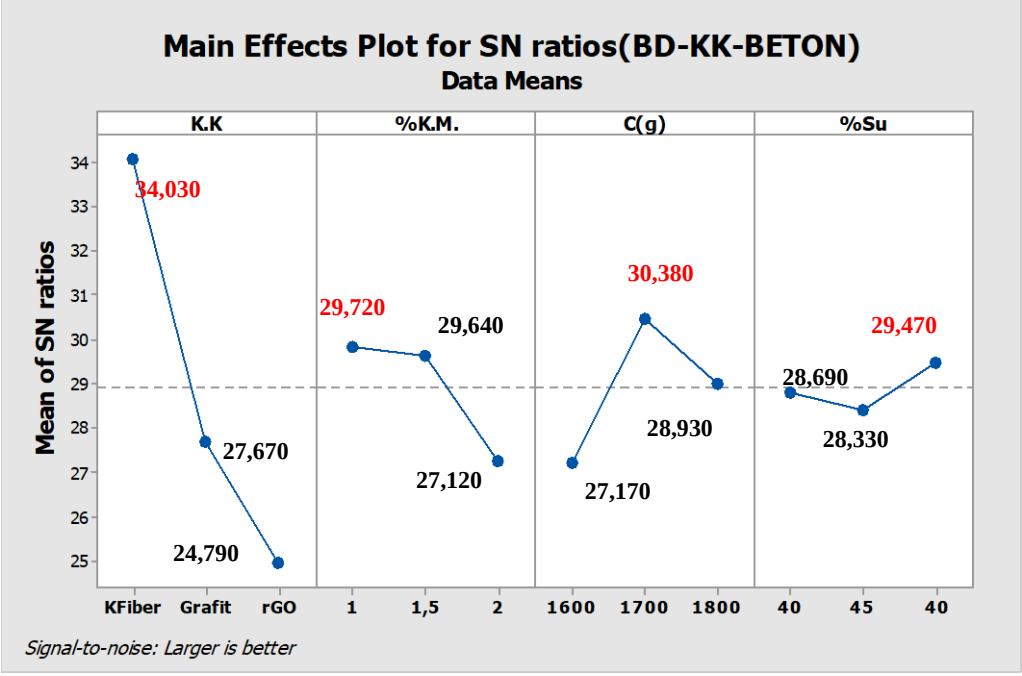
Şekil Ek.4.17 KK-BETON deney tasarımındaki 28 günlük Elektrik Direnci (kΩ.m) sonuçlarının ortalamala değerlerine ait ana etki grafikleri



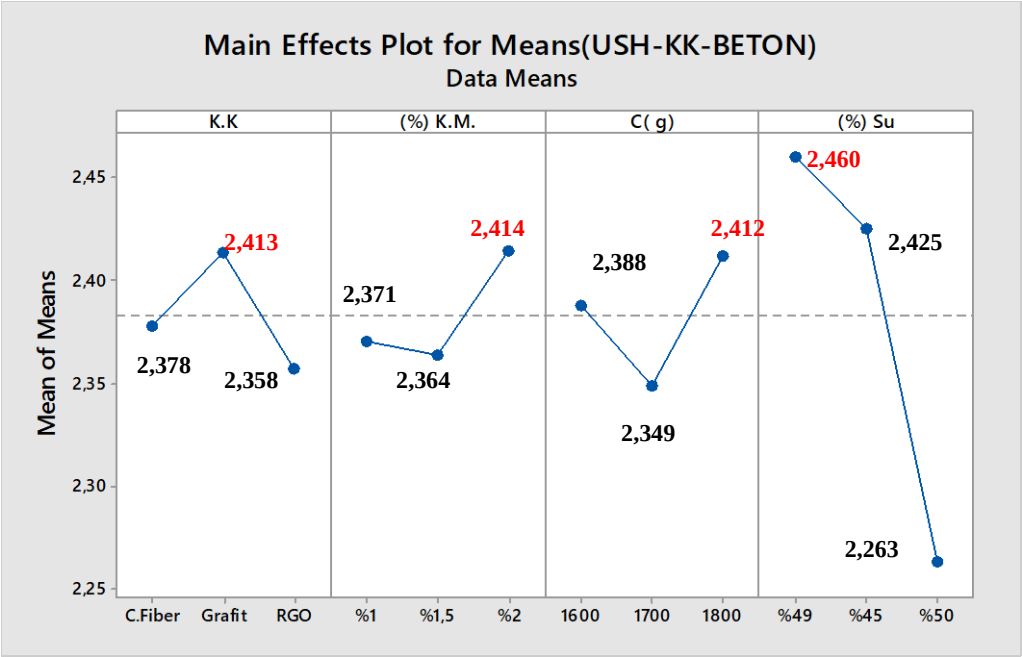
Şekil Ek.4.18 KK-BETON deney tasarımındaki 28 günlük Elektrik Direnci (kΩ.m) sonuçlarının S/N değerlerine ait ana etki grafikleri



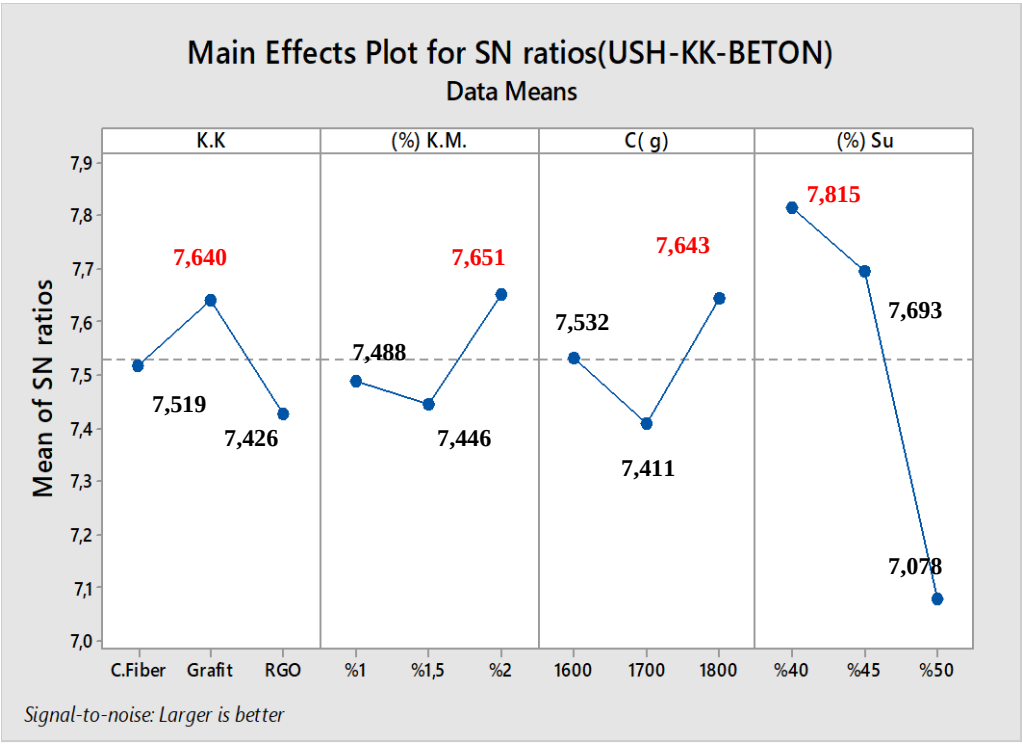
Şekil Ek.4.19 KK-BETON deney tasarımındaki 28 günlük basınç dayanımı (MPa) sonuçlarının ortalamala değerlerine ait ana etki grafikleri



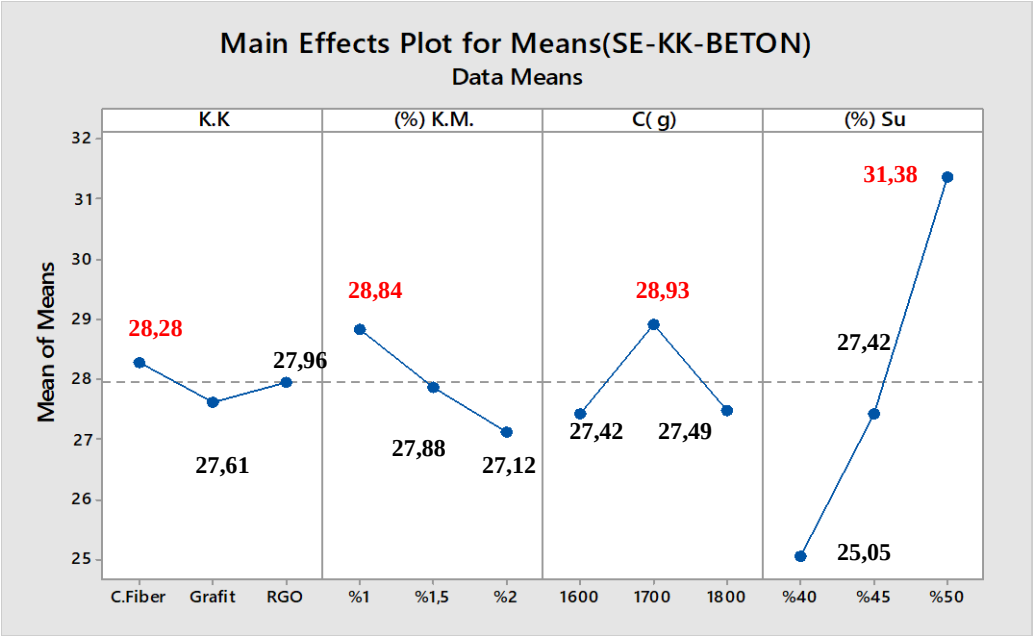
Şekil Ek.4.20 KK-BETON deney tasarımındaki 28 günlük basınç dayanımı (MPa) sonuçlarının S/N değerlerine ait ana etki grafikleri



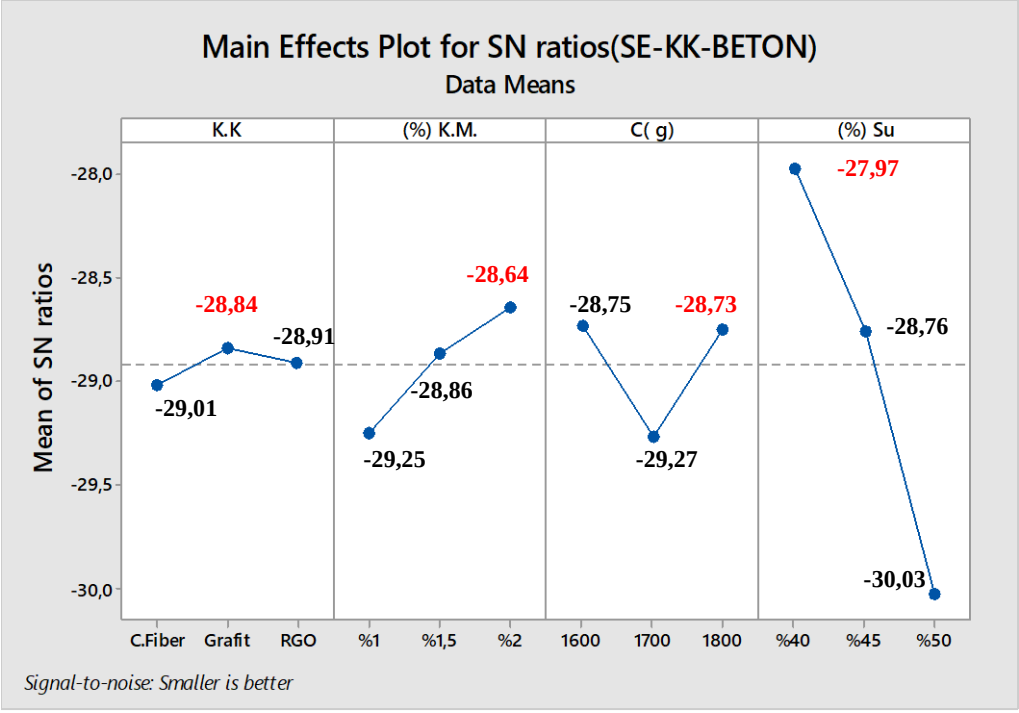
Şekil Ek.4.21 KK-BETON deney tasarımındaki 28 günlük ultrasonik ses hızı (km/s) sonuçlarının ortalamala değerlerine ait ana etki grafikleri



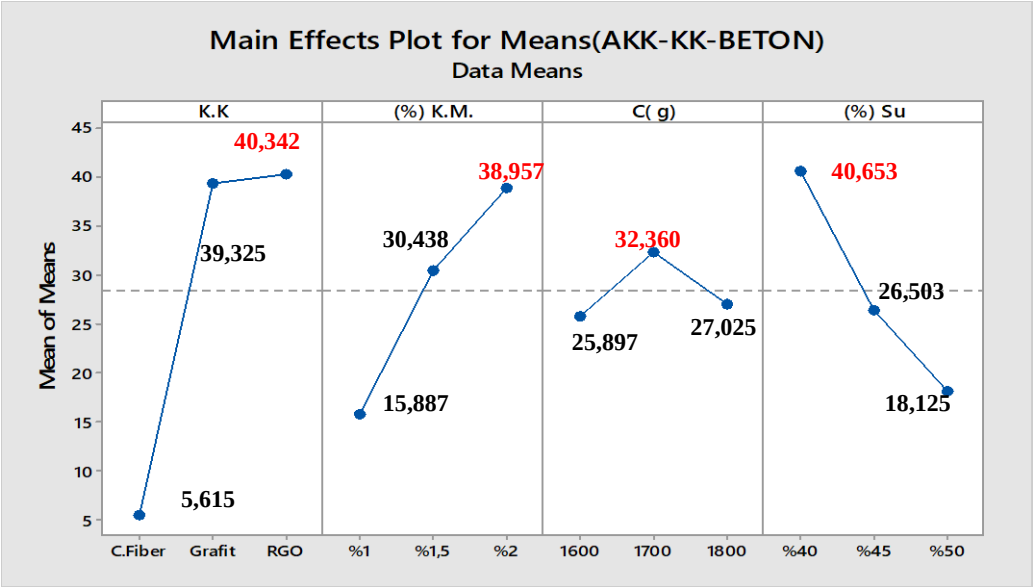
Şekil Ek.4.22 KK-BETON deney tasarımındaki 28 günlük ultrasonik ses hızı (km/s) sonuçlarının S/N değerlerine ait ana etki grafikleri



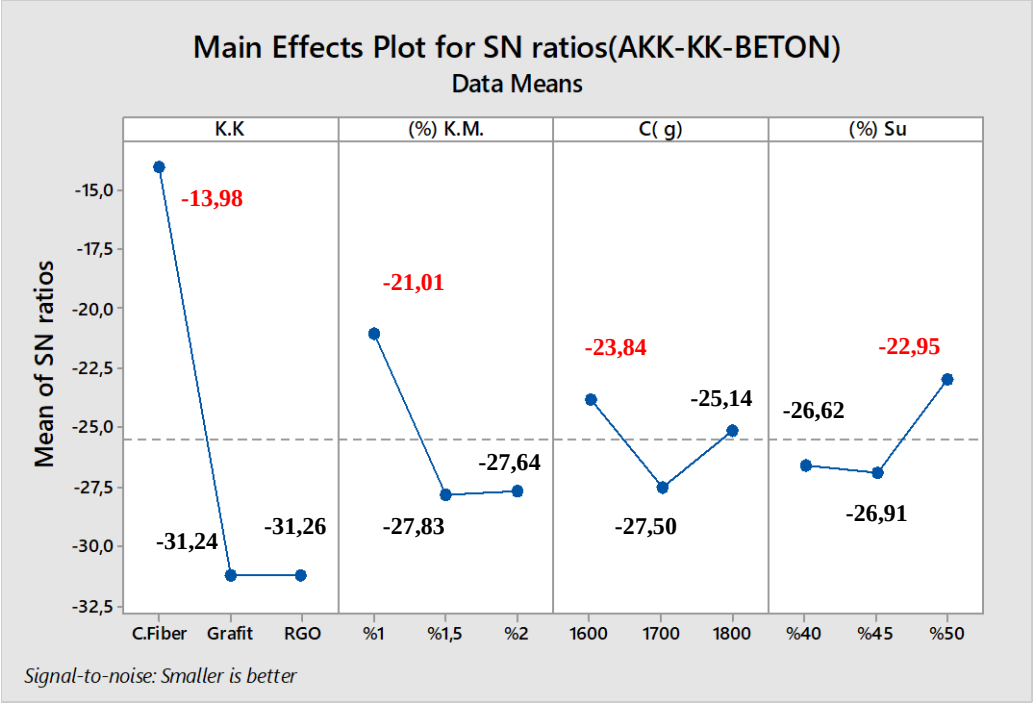
Şekil Ek.4.23 KK-BETON deney tasarımındaki 28 günlük su emme (%) sonuçlarının ortalamala değerlerine ait ana etki grafikleri



Şekil Ek.4.24 KK-BETON deney tasarımındaki 28 günlük su emme (%) sonuçlarının S/N değerlerine ait ana etki grafikleri



Şekil Ek.4.25 KK-BETON deney tasarımındaki 28 günlük sülfürik asitte (pH=1,5) kütle kaybı (%) sonuçlarının ortalamala değerlerine ait ana etki grafikleri



Şekil Ek.4.26 KK-BETON deney tasarımındaki 28 günlük sülfürik asitte (pH=1,5) kütle kaybı (%) sonuçlarının S/N değerlerine ait ana etki grafikleri

ÖZGEÇMİŞ

Adı Soyadı: Haluk KORUCU
Doğum Yeri: Salihli
Doğum Tarihi: 18.06.1984
Medeni Hali: Evli
Yabancı Dili: İngilizce

Eğitim Durumu (Kurum ve Yıl)

Lise : Sekine Evren Anadolu Lisesi/2002
Lisans : Atatürk Üniversitesi Kimya Mühendisliği / 2007
Yüksek Lisans : Atatürk Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü
Kimya Mühendisliği / (07/2010)
Doktora : Çankırı Karatekin Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü
Kimya Mühendisliği (2014) / Devam ediyor

Çalıştığı Kurum/Kurumlar ve Yıl

Cici Süt Süt Tozu Fabrikası – Vardiya Mühendisi (2012 / 2013)

- **Uluslararası Kitap Bölümü(SCI)**

1) Şimşek B., Sevgili, İ., Ceran, ÖB and **Korucu H**. Characterization Tools for Nanotechnology for Environment, Health and Safety, Chapter 10-Tools and techniques for purification of water using nanomaterials, ISBN: XXXXXXXXXX, Editors: Challa Kumar, First Ed., English, pp. xxx, Springer Nature, Springer, 2019, In Press.

2) Şimşek B., Uygunoğlu T., **Korucu H**., and Kocakerim M.M. Use of Recycled Plastics in Eco-efficient Concrete, Chapter 11- Performance of dioctyl terephthalate concrete, ISBN: 9780081026762, Editors: Fernando Pacheco-Torgal, Jamal Khatib, Francesco Colangelo, Rabin Tuladhar, First Ed., English, pp. 630, Woodhead Publishing Series in Civil and Structural Engineering, Elsevier, 2019. https://doi.org/10.1016/B978-0-08-102676-2.00011-6, 249-267.

- **Uluslararası Yayınlar (SCI)**

1. **Korucu H**., Şimşek B., Uygunoğlu T., Güvenç A.B., Yartaşı A. 2019, Statistical approach to carbon based materials reinforced cementitious composites: Mechanical, thermal, electrical and sulfuric acid resistance properties. Composite part B: Engineering.171,347-360, https://doi.org/10.1016/j.compositesb.2019.05.017 (Impact Factor: 6,864)

2. **Korucu H**.,Şimşek B.and Yartaşı A. 2018, A TOPSIS – Based taguchi design to investigate optimum mixture proportions of graphene oxide powder synthesized by Hummers metot. Arabian Journal for Science and Engineering 43,6033-6055. https://doi.org/10.1007/s13369-018-3184-4 (Impact Factor: 1.518).
3. **Korucu H.**, Şimşek B., Kocakerim M.M., Karakaş İ.H.,2019., Effective reduction of graphene oxide using sulfur dioxide containing chemical compounds, International Journal of Environmental Science and Technology https://doi.org/10.1007/s13762-019-02419-y (Impact Factor: 2.04)
4. Şimşek B.,Uygunoğlu T., **Korucu H**. and Kocakerim M.M., 2018.Analysis of the effects of dioctyl terephthalate obtained from polyethylene terephthalate wastes on concrete mortar: a response surface metotology based desirability function approach application, Journal Cleaner Production.170, 437-445. https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2017.09.176 (Impact Factor: 6,395).
5. Şimşek B.,Ultav G., **Korucu H.** and Yartaşı A., 2018. İmprovement of the graphene oxide dispersion properties with the use of TOPSIS based taguchi application. Periodica Polyechnica Chemical Engineering 63,96-112 https://doi.org/10.3311/PPch.11412 (Impact Factor: 1,382).
6. Şimşek B.,Sevgili İ. Bildi Ceran Ö., **Korucu H.**, Şara O.N.,2019. Nanometerials based drinking water purification: Comparative study with a conventional water purification process. Periodica Polyechnica Chemical Engineering 62, 323-335 https://doi.org/10.3311/PPch.12458 (Impact Factor: 1,382)
7. Küçük Ö. and **Korucu H**.,2018. Optimization of boric acid extraction from colemanite with an environmentally friendly process By using the taguchi metot. Journal Chemical Sociaty Pakistan vol.40.no.03 (Impact Factor: 0.28)
8. Mamur H. Dilmac Ö.F., **Korucu H**.,Bhuyian MRA. 2018 Cost effective chemical solution synthesis of bismuth telluride nanostructurefor thermoelectric applications. Micro & Nano Letters – IET. doi: 10.1049/mnl.2018.0116 (Impact Factor: 0.841)

- **Uluslararası Kongre Sunum**

1. Şimşek, B.,Kara F.,**Korucu H**.,Küçük V.A.,Kocakerim M.M, Taguchi Orthogonal Arrays based Fuzyy Modeling and Optimization of Reduced Graphene Oxide Proporties,The 5 th İnternational Fuzzy Systems Syposium, TOBB Üniversitesi, Ankara, 14-15Kasım 2017.
2. **Korucu H**.,Küçük V.A.,Uygunoğlu T.,Şimeşk B., Optimization of the Proporties of Carbon Fiber Reinforced Concrete Composites. İnternational Conference of engineering Techonologies. Selçuk Üniversitesi, Konya, 7-9 Aralık 2017

3. Küçük V.,**Korucu H.,**Ultav G.,Şimşek B.,Statistical analysis of Saponification Reaction using Taguchi Ortgonal Arrays. İnternational Conference of engineering Techonologies. Selçuk Üniversitesi, Konya, 7-9 Aralık 2017
4. **Korucu H.,** Sevgili İ.,Şimşek B.,Uygunoğlu T. and Yartaşı A., Antibacterial Concrete Mortar Production for Sustainable Building Design Using Graphene Oxide Powders, Ecology 2018 İnernational Syposium, Kastomonu Üniversitesi, 19-23 Haziran 2018
5. Bildi C Ö.,Sevgili İ.,**Korucu H**.,Şimşek B., Şara O.N., Estimation of Drinking Water Proporties Filtered with Graphene Oxide Matlab Based Fuzzy Logic Modeling İnternational Conference of engineering Techonologies. Selçuk Üniversitesi, Konya, 26-28 Kasım 2018