BURSA TEKNİK ÜNİVERSİTESİ ❖ FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

GRAFEN OKSİT VE TEKSTİL UYGULAMALARI

YÜKSEK LİSANS TEZİ

Murat GÜZEL

Kimya Mühendisliği Anabilim Dalı

ŞUBAT 2021

BURSA TEKNİK ÜNİVERSİTESİ ❖ FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

GRAFEN OKSİT VE TEKSTİL UYGULAMALARI

YÜKSEK LİSANS TEZİ

Murat GÜZEL

Kimya Mühendisliği Anabilim Dalı

Tez Danışmanı: Prof. Dr. Nalan ADAŞOĞLU

ŞUBAT 2021

BTÜ, Fen Bilimleri Enstitüsü'nün 171080509 numaralı Yüksek Lisans Öğrencisi Murat GÜZEL, ilgili yönetmeliklerin belirlediği gerekli tüm şartları yerine getirdikten sonra hazırladığı "GRAFEN OKSİT VE TEKSTİL UYGULAMALARI" başlıklı tezini aşağıda imzaları olan jüri önünde başarı ile sunmuştur.

Tez Danışmanı : **Prof. Dr. Nalan ADAŞOĞLU** .....
Bursa Teknik Üniversitesi

Jüri Üyeleri : **Dr. Öğr.Üyesi Halit Levent HOŞGÜN** ……..
Bursa Teknik Üniversitesi

Doç. Dr. Umut Kıvanç ŞAHİN .....
İstanbul Teknik Üniversitesi

Teslim Tarihi : 23 Şubat 2021

Savunma Tarihi : 5 Şubat 2021

20.04.2016 tarihli Resmi Gazete'de yayımlanan Lisansüstü Eğitim ve Öğretim Yönetmeliğinin 9/2 ve 22/2 maddeleri gereğince; Bu Lisansüstü teze, Bursa Teknik Üniversitesi'nin abonesi olduğu intihal yazılım programı kullanılarak Fen Bilimleri Enstitüsü'nün belirlemiş olduğu ölçütlere uygun rapor alınmıştır.

İNTİHAL BEYANI

Bu tezde görsel, işitsel ve yazılı biçimde sunulan tüm bilgi ve sonuçların akademik ve etik kurallara uyularak tarafımdan elde edildiğini, tez içinde yer alan ancak bu çalışmaya özgü olmayan tüm sonuç ve bilgileri tezde kaynak göstererek belgelediğimi, aksinin ortaya çıkması durumunda her türlü yasal sonucu kabul ettiğimi beyan ederim.

Öğrencinin Adı Soyadı: Murat GÜZEL

İmzası :

Canım Annem ve Kemal Abime,

ÖNSÖZ

Lisansüstü eğitimi süresince bana yol gösteren, bilgisini ve tecrübesini benden esirgemeyen, tez çalışmam sırasında bana destek olan Prof.Dr.Nalan ADAŞOĞLU'na,

Hammaddelerin ücretsiz temini konusunda desteklerini esirgemeyen Setaş Arge Merkezi Müdürü İsmail Yakın'a,

Laboratuvar çalışmalarının her aşamasında yardımcı olan, tez yazım aşamasında ise bilgi ve yardımlarını esirgemeyen, her zaman destek olan Dr. Esra IŞIK ve Almaxtex Fiziksel Test Laboratuvarı çalışanlarına, Almaxtex Tekstil San.Tic. A.Ş. Arge Merkezine,

Lisansüstü eğitime başlama konusunda beni gönülden destekleyen ve yardımlarını esirgemeyen değerli çalışma arkadaşım Elmira ÇALIŞKAN'a,

Lisansüstü tez çalışmalarında kullanılacak kumaşların örülmesi ve teknik anlamda bilgileriyle bana destek veren ve yardımlarını esirgemeyen değerli çalışma arkadaşım Canan KÜÇÜK'e,

Hayatım boyunca bana her konuda güvenen, sevgi, şefkat ve ilgisini benden bir an olsun esirgemeyen, karamsar olduğum zamanlarda sabırla yoluma ışık tutan annem Ümmügül GÜZEL ve ağabeyim Kemal GÜZEL'e çok teşekkür ederim.

Şubat 2021 Murat Güzel

İÇİNDEKİLER

Sayfa

ÖNSÖZ…. v
İÇİNDEKİLER vi
KISALTMALAR viii
SEMBOLLER ix
ÇİZELGE LİSTESİ x
ŞEKİL LİSTESİ xi
ÖZET……. xiii
SUMMARY xiv
1. GİRİŞ… 1
2. KURAMSAL TEMELLER 4
2.1 Temel Bilgiler 4
2.2 Karbonun Yapısı ve Allotropları 5
2.2.1 Grafit 6
2.2.2 Fullerenler 6
2.2.3 Karbon nanotüp 6
2.2.4 Grafen 7
2.3 Grafen Sentez Yöntemleri 8
2.3.1 Fiziksel yöntemlerle grafen sentezi 8
2.3.1.1 Mikromekanik teknik ile HOPG tabakasından tek tabaka izolasyonu 8
2.3.1.2 Kimyasal buhar çöktürme yöntemi 8
2.3.1.3 SiC Bileşiğinin yüksek sıcaklıkta bozunması 9
2.3.1.4 Yüksek vakumda tek kristal üzerine epitaksiyel büyütme 9
2.3.2 Kimyasal yöntemlerle grafen sentezi 10
2.3.2.1 Organik sentez yoluyla grafen sentezi 10
2.3.2.2 Yükseltgenme-indirgenme reaksiyonu ile kimyasal yoldan grafen sentezi 10
2.3.3 Raman spektroskopisi 12
2.3.4 Fourier dönüşümlü kızılötesi spektroskopisi (FTIR) 12
2.3.5 Taramalı elektron mikroskobu (SEM) 13
3. LİTERATÜR ÖZETİ 15
4. MATERYAL VE YÖNTEM 24
4.1 Kullanılan Kimyasallar 24
4.2 Kullanılan Cihazlar 25
5. BULGULAR VE TARTIŞMA 26
5.1 Modifiye Hummers Metodu ile Grafen Oksit Sentezi 26
5.2 Grafen Oksit Karakterizasyonu 27
5.2.1 FTIR-ATR analizi sonucu 28
5.2.2 Raman analizi sonucu 29
5.3 Grafen Oksitin Kumaş Üzerine Yapılan Uygulama Çalışmaları 29
5.4 Kumaş Uygulamalarında Kullanılacak Çözeltilerin Hazırlanması 30
5.5 Kumaş Üzerine Yapılan GO Uygulamalarında Kullanılan Yöntemler 31
5.5.1 Emdirme yöntemi (Pad batch – Fular boyama) 31
5.5.2 Çektirme yöntemi (Jet boyama) 33
5.6 Kumaş Üzerine Yapılan Fiziksel Testler 37

5.6.1 Wicking testi (AATCC 197) 38
5.6.2 Damlama difüzyon testi (UATM 079) 38
5.6.3 Patlama mukavemeti testi(ISO13932-1) 39
5.6.4 Elektrik iletkenliği testi 39
6. SONUÇLAR VE YORUM 41
6.1 Uygulama Sonrası Kumaşa Yapılan Testler 44
6.1.1 Kumaş üzerine uygulanan GO SEM analizi 44
6.1.2 Wicking testi 45
6.1.3 Damlama difüzyon testi (Absopsiyon) 47
6.1.4 Patlama mukavemeti testi 48
6.1.5 Elektrik iletkenliği testi 49
6.2 Kumaş Üzerine Yapılan GO Uygulamalarında Kullanılan Yöntemler 51
6.3 Çektirme ve Emdirme Yöntemi Optimizasyon Uygulaması 52
6.4 Kumaş Üzerine Grafen Oksit ile Yapılabilecek Çalışmalar İçin Öneriler 53
KAYNAKLAR 57
EKLER…. 62
ÖZGEÇMİŞ ..... Hata! Yer işareti tanımlanmamış.

KISALTMALAR

FTIR **:** Fourier Dönüşümlü Kızılötesi Spektroskopisi

GO **:** Grafen Oksit

HOPG **:** Oldukça Düzenli Pirolitik Grafit

H_2SO_4 **:** Sülfürik Asit

H_2O_2 **:** Hidrojen Peroksit

KBÇ **:** Kimyasal Buhar Çöktürme

KBÇY **:** Kimyasal Buhar Çöktürme Yöntemi

$KMnO_4$ **:** Potasyum permanganat

MWNT **:** Çok Duvarlı Karbon Nanotüp

NaCl **:** Tuz

Na_2CO_3 **:** Soda

$NaNO_3$ **:** Sodyum Nitrat

RGO **:** İndirgenmiş Grafen Oksit

SEM **:** Taramalı Elektron Mikroskobu (Scanning Electron Microscope)

SWNT **:** Tek Duvarlı Karbon Nanotüp

SEMBOLLER

°C	: Derece Santigrat
e-	: Elektron
I	: Akım
J	: Akım Yoğunluğu
K	: Kelvin
n	: Altıgen Sayısı
$OH^{\cdot}$	: Hidroksil Radikali
R	: Direnç
V	: Potansiyel Fark
π,α	: Yapı Elektronları

ÇİZELGE LİSTESİ

Sayfa

Çizelge 2.1 : Farklı karbon malzemelerinin bazı özelliklerinin kıyaslanması **5**
Çizelge 2.2 : Grafen sentezinde kullanılan yöntemler. **8**
Çizelge 2.3 : Karbon atomlarının bazı gerilme titreşimleri ve dalga sayıları **13**
Çizelge 5.1 : FTIR spektrumunda tespit edilen GO bağ yapıları ve dalga Sayısı. **28**
Çizelge 5.2 : Grafen oksit kumaş uygulama parametreleri..... **30**
Çizelge 5.3 : Boyama işlemlerinde kullanılan reçeteler. **35**
Çizelge 6.1 : Çektirme yöntemi için faktör etkileri ve ilişkili p-değerleri..... **51**
Çizelge 6.2 : Emdirme yöntemi için faktör etkileri ve ilişkili p-değerleri..... **51**

ŞEKİL LİSTESİ

Sayfa

Şekil 2.1 : Karbon allotropları ve kristal yapıları. **7**

Şekil 2.2 : Grafenin organik sentezi [27]. **10**

Şekil 2.3 : Kimyasal yöntemle grafen sentezinin şematik gösterimi [38]. **11**

Şekil 3.1 : GO ve RGO'in farklı çözücülerde ultrasonikasyondan iki hafta sonraki dijital görüntüleri [46]. **15**

Şekil 3.2 : Grafen liflerinin 0.1, 0.2 ve 0.4 mm çapındaki SEM görüntüleri. **22**

Şekil 5.1 : Grafen oksitin üretiminin şematik gösterimi. **27**

Şekil 5.2 : Grafen oksitin SEM görüntüleri a)10 µm-3,20kx b)2 µm-9,95kx c)417x-100 µm. **27**

Şekil 5.3 : FTIR-ATR analiz sonucu. **28**

Şekil 5.4 : Örümü tamamlanmış kumaşların görüntüsü. **30**

Şekil 5.5 : Grafen oksit ile hazırlanmış çözelti örnekleri. **31**

Şekil 5.6 : Denemelerde kullanılan mini fular makinası. **32**

Şekil 5.7 : Mini fular uygulama sonrasında kumaş görünümleri. **33**

Şekil 5.8 : Tez çalışmasında kullanılan laboratuvar tipi boyama makinası. **33**

Şekil 5.9 : Kasar prosesi. **34**

Şekil 5.10 : Boyama işlemlerinde kullanılan proses. **36**

Şekil 5.11 : Boyama tüp görselleri. **36**

Şekil 5.12 : Tüp boyama sonrası kumaş görseller. **37**

Şekil 5.13 : Damlama difüzyon testinde kullanılan cihazın görüntüsü. **38**

Şekil 5.14 : Patlama mukavemeti cihazının görüntüsü. **39**

Şekil 5.15 : Ohm yasasının bir devre üzerinde gösterimi. **40**

Şekil 5.16 : Fluke 117 multimetre elektrik ölçüm cihazı. **40**

Şekil 6.1 : Çektirme yöntemiyle kumaş üzerinde birikmiş GO SEM görüntüsü. **44**

Şekil 6.2 : Emdirme yöntemiyle kumaş üzerinde birikmiş GO SEM görüntüsü. **45**

Şekil 6.3 : Çektirme yöntemi kılcal ıslanma testi ana etki analiz seviyeleri. **46**

Şekil 6.4 : Emdirme yöntemi kılcal ıslanma testi ana etki analiz seviyeleri. **46**

Şekil 6.5 : Çektirme ve emdirme yöntemi ana etki analiz seviyeleri. **47**

Şekil 6.6 : Çektirme ve emdirme yöntemi patlama testi ana etki analiz seviyeleri. .. **48**

Şekil 6.7 : Çektirme ve emdirme yöntemi elektrik iletkenliği ana etki analiz seviyeleri. **49**

Şekil 6.8 : Çektirme yöntemi için optimum faktör seviyeleri. **52**

Şekil 6.9 : Emdirme yöntemi için optimum faktör seviyeleri. **52**

GRAFEN OKSİT VE TEKSTİL UYGULAMALARI

ÖZET

Tez çalışmaları kapsamında; "Modifiye edilmiş Hummers Metodu kullanılarak grafitten grafen oksit (GO) sentezi yapılmıştır. Sentezlenen GO deiyonize su ve çeşme suyu kullanılarak dispers edilmiştir. Sentezlenen grafen oksit tekstil malzemesi üzerine "Emdirme ve Çektirme Metodu" kullanılarak uygulanmıştır. Yapılan çalışmalarda; teknikte ve sektörde standart kalite olarak bilinen 2,8 mm ilmek boyu ile örülmüş 60/1 süprem kalitesi kullanılmıştır. Uygulamalar gerçekleştirilirken GO miktarı, işlem sıcaklığı ve uygulanan proses sürelerinde yapılan değişikliklerin kumaş üzerindeki fonksiyonel etkileri incelenmiştir.

Uygulanan grafen oksitin etkisinin gözlemlenebilir nitelikte olabilmesi için de patlama mukavemeti, "kılcal ıslanma testi", "su iticilik" ve "iletkenlik" testleri yapılmıştır. Elde edilen veriler; GO, FTIR, SEM ve RAMAN analizlerinin de yardımıyla yorumlanmıştır.

Test sonuçlarına göre; çektirme yöntemleri kullanılarak yapılan grafen oksit uygulamasının emdirme yöntemine göre kumaşa daha fazla fonksiyonel özellikler kazandırdığı gözlenmiştir. Kumaş üzerine yapılan grafen oksit uygulamaları sonrasında kumaşın elektrik iletkenlikleri de artmıştır. Dolayısıyla, grafen oksit kumaş uygulamalarının; özellikle teknik tekstiller arasında yer alan "akıllı tekstiller" çalışmalarına katkı sunabileceği gözlemlenmiştir. Endüstrinin ilerlemesi ve nihai ürün performans beklentilerinin artması; akıllı tekstil ürünleri gibi katma değeri yüksek ürünlerin geliştirilmesine yönelik çalışmaları da desteklemektedir. Bu nedenle, tez kapsamında yapılan çalışmaların daha sonrasında yapılacak örme ve kumaş optimizasyonları için yol gösterici olacağı düşünülmektedir.

Anahtar kelimeler: Grafen Oksit, Akıllı Tekstiller, Süprem Kumaş, FTIR, RAMAN

GRAPHENE OXIDE AND TEXTILE APPLICATION

SUMMARY

In thesis studies; “Graphene oxide (GO) was synthesized from graphite using the “Modified Hummers Method”. The synthesized GO was dispersed using deionized water and tap water. The synthesized graphene oxide was applied on the textile material using the "Impregnation and Exhaustion Method". In the studies conducted; 60/1 single jersey quality knitted with 2.8 mm loop length, which is known as the standard quality in the technique and the industry, has been used. During the applications, the functional effects of the changes made in the amount of GO, the process temperature and the applied process times on the fabric were examined. Burst resistance, "wicking", "spray (absorbance)" "thickness" and "conductivity" tests were carried out to ensure that the effect of the applied graphene oxide was observable. The data obtained; It has been interpreted with the help of GO, FTIR, SEM and RAMAN analyzes. According to the test results; It was observed that the fabric gained more functional properties compared to the graphene oxide impregnation method using exhaustion methods. After the graphene oxide applications on the fabric, the electrical conductivity of the fabric has also increased. Therefore, graphene oxide fabric applications; It is thought that it will contribute to the development of smart textiles, especially among technical textiles. Industry advancement and increased expectations for end product performance; It also supports studies for the development of high value-added products such as smart textile products. For this reason, it is thought that the studies conducted within the scope of the thesis will be a guide for future knitting and fabric optimizations.

Keywords: Graphene Oxide, Smart Textiles, Single Fabric, FTIR, RAMAN

1. GİRİŞ

Grafen; hekzagonal yapı içerisinde düzenli karbon atomlarının sp^2 hibritleşmesini sağlayan tek katmanlı, bir atom kalınlığında ve nanometre boyutunda bir hammaddedir. Kullanım alanlarının gittikçe artması nedeniyle günümüzde araştırılan en önemli malzemelerden biri haline gelmiştir [1,2].

İlk grafen çalışmaları; üç boyutlu (3D) karbon yapısı olan "grafit" ile başlamıştır. Malzemenin grafen özelliği gösterebilmesi için dikkat edilmesi gereken en önemli parametre; tabaka sayısıdır. Bununla birlikte, bir malzemenin 3D'den 2D'ye geçişi sırasındaki tabaka sayısı malzemenin türüne göre değişmektedir. Yapılan çalışmalar; grafen için 10 tabaka sayısına inildiğinde elektronik yapısında hızlı değişimlerin olabildiğini göstermiştir. Bu nedenle, grafen için 2D sınırı 10 tabaka olarak belirlenmiştir [3]. Deneysel ve teorik çalışmalarda 10 tabakadan fazla tabaka içeren karbon yapıları "grafit" olarak adlandırılmaktadır.

Grafen; güçlü ısıl, elektrik, elektrokimyasal ve mekanik özellikleri nedeniyle keşfinden sonra üzerinde yoğun çalışmalar yapılmaya başlanılan bir malzeme haline gelmiştir. Moleküler yapısının özel olması nedeniyle de akıllı telefonların alt katmanındaki şeffaf yüzeylerde, taşınabilir bataryalarda, ışık panellerinde, transistörlerde, iletkenlik ve esnek form özellikleri nedeniyle de iplik çekim işlemleri ve kumaş geliştirme çalışmalarında kullanılabileceği gözlemlenmiştir. Grafen; iletken nano tekstillerin mukavemet özelliklerini artırması nedeniyle de nano-optoelektronik alanındaki uygulamalara konu olmuştur [4, 5].

Literatürde; grafen sentezi işlemlerinde kullanılan birçok yöntem bulunmaktadır. Bunlar; fiziksel, kimyasal yöntemler vb. olarak sıralanabilir. Bununla birlikte, kullanılacak sentez yöntemi; grafenin büyüklüğüne ve tabaka sayısına etki etmektedir. Dolayısıyla, bu özelliklerin geliştirilmesi grafenin de kalitesini etkileyecektir. Grafenin sentez tekniklerinden bazıları; epitaksiyel büyütme yöntemi, silisyum karbon yöntemi ve kimyasal indirgeme ve aşağıdan yukarıya organik sentez vb. olarak sıralanabilir.

Üretim yöntemlerindeki bu çeşitliliğe rağmen sentez işlemlerinde; daha ucuz olması nedeniyle "kimyasal sentez yöntemleri" tercih edilmektedir. Genel olarak, kimyasal sentez yöntemiyle; çeşitli yükseltgenler kullanılarak grafitten GO elde edilebilmektedir. Ardından da çeşitli indirgenler kullanılarak ya "grafen" ya da "RGO" elde edilmektedir. Kimyasal indirgeme yönteminde ilk olarak kimyasal oksidasyon işlemi sonrasında oluşan ve hidroksil (-OH), epoksi (-COC), karbonil (-C=O), karboksil (-COOH) gibi fonksiyonel grupları içeren bu yapı "grafen oksit" (GO) olarak tanımlanmaktadır. Kimyasal indirgeme işlemlerinde elde edilen fonksiyonel gruplar sayesinde GO; hidrofilik yapıya dönüşmektedir [6-11]. Grafen, kimyasal indirgeme işlemleri sonrasında oluşan GO elektrik iletkenlik değerleri açısından da kayıplar yaşar. Bu kayıplar; iletkenlik değerlerinin önemli olduğu çalışmalar açısından çeşitli kısıtlamalar getirse de GO iletkenlik değeri; akıllı tekstil uygulamaları açısından önemli katkılar sunabilecek bir özelliğe sahiptir.

Literatür çalışmalarından da görüleceği üzere; grafen ve karbon türevleri için etkin çözücünün seçilmesine yönelik çalışmalar; gidişatın getirileri açısından büyük önem arz etmektedir. Seçilecek etkin çözücünün yüzey geriliminin önemli bir faktör olduğu da yapılan çalışmalarda sıklıkla vurgulanmıştır [12-13]. Yapısında oksijen içeren fonksiyonel grupların fazla olması nedeniyle GO'in yüzey enerjisi de yüksek olmaktadır. RGO açısından yüzey enerjisi değerlendirildiğinde ise GO indirgeme işlemleri sırasında oksijen içeren fonksiyonel gruplar bozulmakta bu da yüzeyde polarite kaybının yaşanmasına neden olmakta hatta yapı giderek "hidrofobik hal" almaktadır. Uygulama yapılacak yüzeyin tekstil malzemeleri olması nedeniyle bu çalışmalarda; "geliştirilecek yapının hidrofilik olması" önem kazanmaktadır. Tekstil yüzeylerinin fonksiyonelliği için her ne kadar "ıslanabilirlik" ve "temas açısı" testleri önemli olsa da yapısında oksijen içeren fonksiyonel grupların fazla olmasından dolayı GO'nun yüzey enerjisi de yüksek olmaktadır [14].

Diğer taraftan, Dr.Genichi Taguchi daha az deney yaparak daha doğru doğru sonuçlar elde edilmesini sağlayan ortogonal dizilerin kullanıldığı bir yöntem geliştirmiştir (1940). Geliştirdiği bu sistemdeki ortogonal diziler; deney sistematiğine etki edecek parametreleri teker teker değiştirilmesi yerine eş zamanlı değiştirilmesi suretiyle doğru sonuca daha hızlı ulaşılabileceğini göstermiştir.

Taguchi'nin geliştirdiği bu yöntem; birçok sektörde hatta farklı disiplinlerde o dönemde sıkça kullanılır hale gelmiştir. Bu metodun temel yaklaşımında; ürünün hedeften olası sapmalarını etkileyecek ve sürecin ya da ürünün tasarımında etkili olan kontrol edilebilir faktörlerin ve bunların seviyelerinin tanımlanması/ayıklanması yer almaktadır. Bunun yanı sıra Taguchi; kötü etkileri göz ardı etmek yerine kötü etkilere neden olan parametrelerin üzerinde çalışarak yapılan çalışmalarda kaliteli sonuçlara ulaşmayı da amaçlamıştır [15].

Sonuç olarak, bu tez çalışmasında; GO sentezi için "Kimyasal İndirgeme Metodu" seçilmiş ve literatürde sıkça kullanılan "Modifiye Hummers Metodu" uygulanmıştır. GO'in sentezlenmesinin ardından FTIR, SEM ve RAMAN analizleri yaptırılmıştır. Bu analizlerin sonucunda; GO'in başarılı bir şekilde sentezlendiği gözlemlenmiştir.

Bu çalışma kapsamında; öncelikle, Taguchi Metodu ile optimum işletme şartları belirlenmeye çalışılmıştır. Yapılan ön çalışmalarda; uygulamaların kumaş fonksiyonel özelliklerine etkisinin daha rahat gözlemlenebilmesi adına standart Süprem kumaş kalitesi tercih edilerek deney planı oluşturulmuştur. Literatür taraması sırasında; "iplik çekim" aşamasından "karışım ve boyanmış malzemelerle elde edilen kumaşlar üzerine yapılan çalışmalara" kadar gerçekleştirilen geniş yelpazedeki çalışmalar sonucunda herhangi bir eşleşmeye rastlanılmamıştır. Bunun yanı sıra örme parametrelerinde (ilmek, çubuk ya da düz- yuvarlak örme tipi) yapılan değişiklikler literatüre yeni bir bakış açısı kazandırabilir niteliktedir. Yapılan deneysel çalışmalarda; "Emdirme ve Çektirme Metodu" kullanılarak ve proseslerde değişiklik yapılarak kumaşta yaşanılan fonksiyonel özelliklerdeki değişimler incelenmiştir. Tez kapsamında yapılan çalışmalarda; pamuk içerikli iplik kullanılarak örülen 60/1 süprem kumaşa uygulanan GO sonrasında, kumaş fonksiyonel özelliklerinin gelişim göstermesi amaçlanmıştır. Son on yılda akıllı tekstil alanında yapılan çalışmalar ve sürdürülebilir üretim metotlarının geliştirilmesinin beklenmesi grafen gibi özellikleri kapsamlı olan malzemelerin kullanılmasını gündeme getirmiştir. Özellikle ülkemizin savunma sanayii alanında geliştirilecek tekstil ürünlerine ihtiyaç duyulmaktadır. Bu çalışmadan alınacak veriler ışığında teknik tekstiller alanında farklı çalışmaların yapılması planlanmaktadır.

2. KURAMSAL TEMELLER

Bu bölümde; batarya, biyo-sensör, akıllı telefon ekranları ve bir çok iletken malzemede kullanılan grafenin; yapısı, allotropları anlatılmaya çalışılmış olup grafenin gelişim tarihi, grafen oksit sentezi ve karakterizasyon metodları hakkında da kısaca bilgiler verilmiştir. İlaveten, kumaş örme yöntemleri, ilmek boyu farklılıkları, çelik iğne yapısı ve kumaş üzerine kimyasal uygulama yöntemleri konusunda da bilgilendirme yapılmıştır.

2.1 Temel Bilgiler

4A grubu ametalleri arasında yer alan "Karbon", *sp*, sp^2 ve sp^3 şeklinde üç farklı hibrit yörüngesine sahiptir. Yapısındaki bu özelliği sayesinde de farklı allotroplara sahiptir. 80'li yıllara kadar karbon atomunun sadece üç temel formu (grafit, elmas, amorf karbon) bilinmekteydi. Daha sonraki yıllarda; karbonun sıfır boyutlu yapısı (fullerenler) [16,17] ve tek boyutlu yapısı (nanotüpler) [18] keşfedilmiştir. Yaşanılan bu gelişmelerden sonra karbonun sıfır boyutlu (fullerenler), tek boyutlu (nanotüpler) ve üç boyutlu (elmas, grafit) formları da literatürde yeni çalışmaların yapılmasına imkan vermiştir [19].

2004 yılına kadar karbon atomu üzerinde yapılan çalışmalarda ve yayınlarda tek tabakalı grafit hali tanımlanmış olsa da grafitin iki boyutlu yapısından hiç bahsedilmemiştir. Grafen üzerine ilk çalışmalar; 1947 yılında P.R. Wallace tarafından gerçekleştirilmiş olup bu çalışmada "Tek Tabakalı Yapı" olarak adlandırılan grafenin elektronik özellikleri tanımlanmıştır [20]. Manchester Üniversitesi araştırmacılarından Andre Geim, Konstantin Novoselov ve ark.'nın 2004 yılında yaptıkları çalışmada; kullandıkları yapıştırıcı bant ile HOPG'i (Oldukça Düzenli Pirolitik Grafit) katmanlara ayırarak grafeni tanımlamayı başarmışlardır [21].

Bu çalışmanın ardından grafen sentezi üzerine yapılan çalışmalar hız kazanmış ve yapısal özellikleri detaylı olarak çalışılmaya başlamıştır. Bilim dünyasına getirdikleri bu kazanımları nedeniyle de 2010 yılında Andre Geim ve Konstantin Novoselo'a "Nobel Fizik Ödülü" verilmiştir.

2.2 Karbonun Yapısı ve Allotropları

Karbon; Periyodik Cetvelin 4A grubunda yer alan özellikleriyle dikkat çekmektedir. Yapısındaki elektronların yörüngelerindeki dizilimlerinin farklılıklar göstermesi, karbon atomu ile oluşturulan bileşiklerin farklı geometriye dolayısıyla da farklı fiziksel ve kimyasal özelliklere sahip olmasını sağlamaktadır. Karbonun bugüne kadar bilinen ve amorf karbon, grafit, elmas, fulleren, nanotüp olarak isimlendirilmiş beş farklı allotropu bulunmaktadır. Bu konuda yapılan çalışmalar sonucunda; 2004 yılında 2B karbon formu olan "grafen" de bu allotroplar arasındaki yerini almıştır.

Çizelge 2.1 : Farklı karbon malzemelerinin bazı özelliklerinin kıyaslanması [7,8].

Özellik	**Grafit**	**Elmas**	**Fulerin**	**SWCNT**	**MWCNT**
Spesifik yerçekimi (g/cm^3)	2,3	3,5	1,7	0,8	1,8
Elektrik iletkenliği (S/cm)	4000(p), 3,3 (c)	10^{-2}-10^{-15}	10^{-5}	10^{2}-10^{6}	10^{3}-10^{5}
Isıl iletkenlik (W/Mk)	298 (p), 2,2 (c)	900-2320	0,4	6000	2000
Isıl genleşme katsayısı (1/K)	-1×10^{-6} (p) $2,9\times10^{-5}$ (c)	$(1\sim3)x10^{-6}$	$6,2\times10^{-5}$	ihmal edilmiştir	ihmal edilmiştir
Havadaki ısıl kararlılık	450-650	<600	~600	600	600
p: düzlemde; c: c ekseni					

Çizelge 2.1'de görüleceği üzere; karbon atomu ve allotroplarının sahip oldukları farklı özellikleri üzerinde yapılan çalışmaların artmasını sağlamıştır. Yüzey alanlarının ve iletkenliklerinin yüksek olması; ileri malzemelerin geliştirilmesine yönelik çalışmalarda sıkça tercih edilmesini sağlamıştır.

2.2.1 Grafit

Grafit; altıgen yapıdaki karbon tabakaların üst üste yığın hale gelmesiyle oluşan bir yapıdır. Aynı zamanda da en yaygın bulunan karbon formudur. Yüksek basınç altında yarı kararlı elmas formu oluşmaktadır. Grafit, düzlem üzerindeki karbon atomlarını bir arada tutan kuvvet kimyasal bağlara sahiptir. Düzlemler arasında ise Van der Walls kuvvetleri etkili olup, zayıf bir bağlanma karakterine sahiptir. sp^2 hibritleşmesine sahip olan grafit tabakalarındaki C-C bağ uzunluğu 0,134 nm'dir. Yapısında iki tip değerlik elektronu (σ ve π) bulunduran grafen için σ elektronları delokalizasyonu sağlarken, π elektronları ise altıgen halkalardan meydana gelen düzlemler arasında serbestçe hareket eder. Bu sayede grafit te elektriği iletir.

2.2.2 Fullerenler

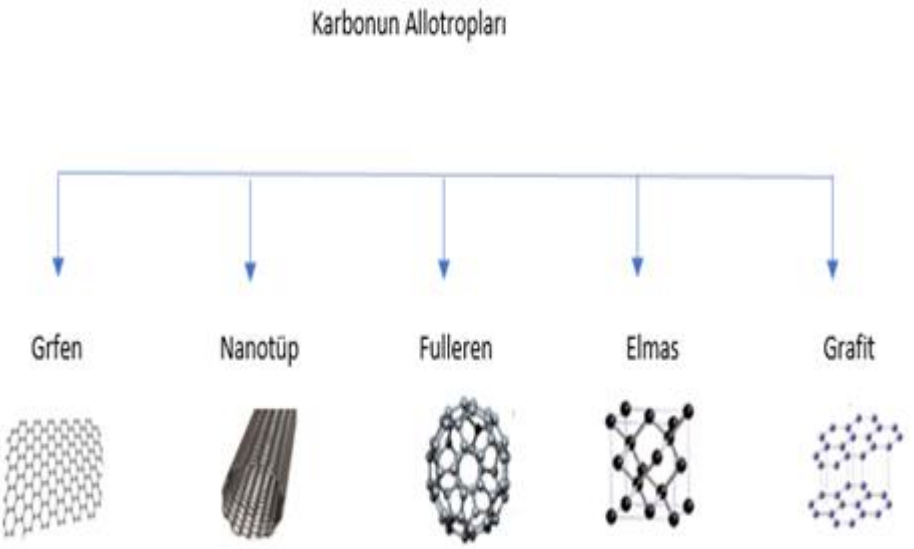
Sıfır boyutlu bir nanokarbon formu olan fullerenler; karbon atomlarından oluşan kapalı kafes biçimindeki moleküllerdir. Genel formülü, C_{2n}+20 'dir. (n:altıgen sayısı) En yaygın olarak bilinen fulleren; 60 karbonlu futbol topu görünümündeki C60 yapısıdır. C60 saf kristal yapısı, yüzey merkezli kübiktir. Fulleren'deki karbon molekülleri birbirlerine güçlü σ ve π bağlarıyla, kristal içerisindeki fulleren molekülleri ise birbirlerine zayıf Van der Walls bağlarıyla bağlıdır. Fullerenler, ilk kez Kroto, Smalley ve arkadaşları tarafından 1985 yılında Rice Üniversitesinde elde edilmiştir [22].

2.2.3 Karbon nanotüp

Tek boyutlu allotroplar arasında yeralan karbon nanotüpler; tek katmanlı grafitlerin "tüp" şeklini alacak şekilde kıvrılmasıyla elde edilir. Kıvrılma sonrası aldığı küresel şekil nedeniyle de karbon "nanotüp" olarak adlandırılmaktadır.

Bu tanımlama; Japonya NEC Laboratuvarlarında 1991 yılında yaptığı çalışmalar sonucunda S. Lijima tarafından literatüre kazandırılmış olup elde edilen karbon nanotüpler; kıvrılma sonucunda meydana geldiği için katlanış biçimleri farklı yapılar

elde edilmesine de olanak sağlamaktadır. Yapısal bu farklılıklar; oluşturulan karbon nanotüplerin kimyasal, fiziksel ve elektronik açıdan farklı özelliklerde olmasına neden olmaktadır. Genel olarak karbon nanotüpler tek duvarlı (SWNT) ve çok duvarlı (MWNT) olarak sınıflandırılmaktadır.



Şekil 2.1 : Karbon allotropları ve kristal yapıları.

2.2.4 Grafen

2004 yılında grafenin bulunmasıyla grafitin 2B yapısal formunun da olduğu anlaşılmıştır. Bulunan yeni yapının sp^2 hibritleşmesi yapan karbon atomlarının bal peteği formundaki iki boyutlu kristal yapısı malzemeye güçlü mekanik dayanım ve güçlü elektronik özellikler kazandırmıştır. Yüzey alanının geniş olması (2630 m^2/g) grafeni birçok açıdan (kimyasal ve ısıl vb.) kararlı bir malzemeye dönüştürmüştür. Bu özelliklerinin yanı sıra geometrik yapısının etkisiyle elektrik iletkenlik değeri de (200000 cm^2/Vs) yüksektir. Grafen yapısal açıdan incelendiğinde; her karbon atomu üç tane komşu karbon atomuyla σ bağı yaparken, *p* orbitallerinden 2*pz* orbitali ile π bağı yapmaktadır. Yapısındaki *pz* orbitallerindeki elektronlar; grafene elektriksel iletkenlik özelliği kazandırmaktadır [23]. Grafenin katmanlarında bulunan karbon atomlarının birbirlerinden farklı uzaklıkta yer almaları ise grafenin yapısındaki karbon allotroplarının oluşmasını sağlamaktadır.

2.3 Grafen Sentez Yöntemleri

Literatürde; grafen sentezinin gerçekleştirilmesi için iki farklı yöntem kullanılmaktadır. Bunlar; kimyasal ve fiziksel yöntemlerdir. Bu iki sentez yöntemi Çizelge 2.2'de karşılaştırmalı olarak verilmiştir.

Çizelge 2.2 : Grafen sentezinde kullanılan yöntemler.

FİZİKSEL YÖNTEMLER	KİMYASAL YÖNTEMLER
✔ Mikromekanik teknik ile HOPG tabakasından tek tabaka izolasyonu ✔ Kimyasal buhar çöktürme yöntemi ✔ SiC bileşiğinin yüksek sıcaklıkta bozunması ✔ Yüksek vakumda tek kristal üzerine epitaksiyel büyütme	✔ Organik sentez yoluyla grafen sentezi ✔ Yükseltme-indirgeme reaksiyonu ile kimyasal yoldan grafen sentezi

2.3.1 Fiziksel yöntemlerle grafen sentezi

2.3.1.1 Mikromekanik teknik ile HOPG tabakasından tek tabaka izolasyonu

Andre Geim ve Konstantin Novoselov; 2004 yılında yapıştırıcı bantla HOPG'yi mekanik olarak tekli tabakalarına ayırmış ve ilk defa grafeni izole etmeyi başarmışlardır. Bu yöntemle; izole edilen grafen örneklerinin tabaka kalınlığının fazla olması ve düşük yüzey alanına sahip olması nedeni ile uygulama için uygun olmadıkları tespit edilmiştir [24].

2.3.1.2 Kimyasal buhar çöktürme yöntemi

Kimyasal Buhar Çöktürme Yöntemi (KBÇY), katı malzeme üretiminde kullanılır ve bu yöntem genellikle; saflık oranın yüksek olması istenilen durumlarda tercih edilir. Eski dönemlere dayanan KBÇY'nde öncelikle; yüzeylerde ince katı bir tabaka film oluşturulur. Endüstride kullanılan birçok element ya da bileşikler bu yöntem kullanılarak kolaylıkla sentezlenebilir.

Bu yöntemde; reaksiyon sırasında öncü gazlar gönderilerek ısıtılmış alt taş yüzeyinde ince film tabakasının oluşması sağlanır. KBÇY; kullanılan sentez işlemlerinde ortam şartları reaksiyonun gerçekleşmesi açısından büyük önem taşımaktadır. Bunlar; ortam sıcaklığı, basıncı, kullanılan öncü gazların yapıları, süre ve kullanılan reaktör olarak sıralanabilir. Bu yöntem üç ana alt başlık altında toplanabilir:

- Reaksiyon Basıncına Göre Kimyasal Buhar Çöktürme Yöntemi,
- Ultra Yüksek Vakumlu Kimyasal Buhar Çöktürme Yöntemi,
- Gazın fiziksel durumuna göre Kimyasal Buhar Çöktürme Yöntemi
- Sıvı/gaz aerosol destekli KBÇ
- Doğrudan sıvı enjeksiyonlu KBÇ
    - Plazma metotları
    - Mikrodalga plazma destekli KBÇ
    - Geliştirilmiş plazma destekli KBÇ
    - Geliştirilmiş uzaktan kontrollü KBÇ

KBÇ yönteminde istenilen grafenin elde edilmesi için genelde; metan, etan veya asetilen kullanılır. Burada zemin malzemesi olarak kullanılacak metal, bir fırında ön ısıtma işlemine tabi tutulur ve bu işlem ardından öncü gazlar sayesinde sisteme karbon içerikli gaz gönderilir. Bu işlemler, yüksek sıcaklıkta gerçekleştirilir ve maliyeti de yüksektir.

2.3.1.3 SiC Bileşiğinin yüksek sıcaklıkta bozunması

Isıl işlemle SiC bileşiği bozunarak geniş yüzey alana sahip grafen elde edilebilmektedir. Bununla birlikte, sentez sırasında yüksek sıcaklıklar kullanıldığı için elde edilen grafende yapısal kusurlar meydana gelmektedir. Sentez sonrasında yapıda gözlemlenen kusurlar, yüksek kalitede grafen sentezi sağlanamaması nedeniyle yöntemin dezavantajını olarak yorumlanmaktadır [25].

2.3.1.4 Yüksek vakumda tek kristal üzerine epitaksiyel büyütme

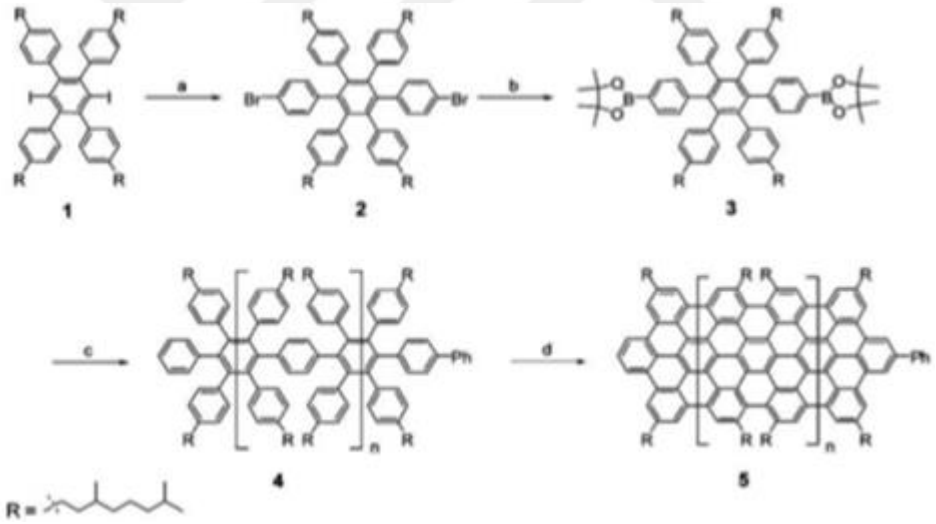
Belirli bir yönelimde tek kristal yapılara sahip Ru(0001), Ir(111), Pt(111), Cu(111) ve Ni(111) gibi metaller üzerinde karbon içerikli gazların ayrıştırılarak yüzeyde karbon çekirdeklenmesi oluşturarak grafen sentezlenebilmektedir.

Bu tek kristal yapılardan Cu(111) ve Ni(111) gibi metaller yüzeylerin örgü yapısındaki uyumsuzluk çok az olduğundan sentez sonucunda orantılı, düzgün bir grafen elde edilirken Pt(111), Ru(0001), Ir(111) gibi metaller kullanıldıklarında; örgü yapılarındaki büyük boyuttaki uyumsuzluklardan dolayı dalgalı bir yapıda grafen elde edilmektedir. Bu sentez yönteminde oluşacak grafenin özelliklerini kullanılan metaller belirlemektedir. Kullanılan metallerin yüzey örgü yapılarının grafenin altıgen karbon yapısıyla eşleşebilmesi son derece önemlidir [26].

2.3.2 Kimyasal yöntemlerle grafen sentezi

2.3.2.1 Organik sentez yoluyla grafen sentezi

Sungjin ve arkadaşları (2010) polimerik bileşikleri bir araya getirerek grafenin organik sentezinin mümkün olduğunu göstermişlerdir. Bunun için 1,4-diiyodo-2,3,5,6 tetrafenilbenzen (1) bileşiğinden yola çıkarak Şekil 2.2.'te görülen 5 no'lu polimerik grafeni sentezlemişlerdir [27].



Şekil 2.2 : Grafenin organik sentezi [27].

2.3.2.2 Yükseltgenme-indirgenme reaksiyonu ile kimyasal yoldan grafen sentezi

Kimyasal sentez yöntemi kullanılarak elde edilecek grafen için gerçekleşen tüm reaksiyonlar ve kimyasal yapıları incelendiğinde; yükseltgen özellikteki kimyasallar ilk aşama olarak grafit oksitin hazırlanmasını sağlar.

Grafit oksitin sentezlenmesinin ardından kuvvetli indirgeyiciler yardımıyla ultrasonik etki altında grafen oksit elde edilir. Yapılan çalışmalar incelendiğinde**;** grafit oksit sentezi 1859 yılında Brodie B.C.'nin toz grafitin nitrik asit ve potasyum nitrat ile yükseltgeme çalışmaları sonucunda üretilmiştir. Yapılan akademik çalışmalarda grafen oksit sentezi için "Hummers Metodu" kullanılmıştır. Uygulanan bu metotta karbona bağlı alkol, epoksi ve karboksilik asit grupları içeren grafen oksit tabakaları oluşmaktadır. Grafitin kimyasal yükseltgeme işlemi sonrasında oksijen açısından zenginleşmesi geometrik yapıda değişiklikler yaşanmasına ve tabakaların açılmasına neden olmaktadır. Tabakalar arasındaki mesafenin artması; daha sonra yapılan indirgeme işlemlerine bağlı olarak grafen oksit tabakaları kolayca ayrılabilir yapılar haline gelir. Literatür çalışmalarında sıkça kullanılan Hummers metodunun dışında farklı metotlar da bulunmaktadır. Bunlar; Hoffman [28], Staudenmaier [29] vb. olup elde edilen GO; kuvvetli indirgeyici ajanlar sayesinde grafen formuna dönüştürülebilir. Grafen sentezinde hidrazin ve türevleri, $NaBH_4$, aminoasit, l-glutation [30], askorbik asit [31], hidroiyodik asit [32], kükürt içeren bileşikler [33], kitosan [34], okzalik asit [35], üre [36], metal tuzları [37] vb. pek çok indirgeyici ajan kullanılmaktadır. Kimyasal yoldan indirgenerek elde edilen grafen sentezinde, hidrazin ve $NaBH_4$ sıkça kullanılan indirgeyici reaktifler arasında yer alır. Yapılan sentez sonucunda farklı boyutta grafen elde edilebilir. Sentez sonrası elde edilen grafenin kalınlığının kontrol edilememesi yöntemin en önemli dezavantajı olarak gösterilebilir [38].



Şekil 2.3 : Kimyasal yöntemle grafen sentezinin şematik gösterimi [38].

Yapılan deneysel çalışmalar sonrasında GO ve kumaş üzerindeki karakterizasyonu için aşağıda belirtilen analiz yöntemleri kullanılmıştır.

2.3.3 Raman spektroskopisi

1928 yılında fizikçi Hintli C.V. Raman atomlardan yayılan ışınların farklı dalga boylarının farklı yansımaları olduğu ve gelen ışık demetinin de farklılıkların moleküllerin kimyasal yapılarının farklı olmasından kaynaklandığı teorisini öne sürmüştür. Cihaz tarafından gönderilen ışık; molekül ile karşılaştığında fotonlar tarafından soğurulabilir veya etrafa saçılabilir. Bunun yanı sıra ışınlar; molekülle etkileşime uğramadan sistemden ayrılabilir. Raman spektroskopisi; monokromatik ışın demetinin örnekle etkileşimi sonucu meydana gelen saçılmanın dedektörler yardımıyla hassas şekilde test edilme işlemidir. Test işlemleri ışığın dağılma şekline göre "elastik" ve "elastik olmayan" şeklinde adlandırılır. Ölçüm sırasında ışığın örnek ile etkileşiminde ışığın enerjisi korunuyorsa bu tarz saçılmaya "Elastik Saçılma" adı verilir. Bir başka deyişle, saçılan ışığın enerjisi molekülün titreşim ve dönme enerjisine eşitse bu çarpışma "elastik" olarak adlandırılır. Enerjilerin eşit olmaması durumundaki çarpışma ise "elastik olmayan çarpışma" olarak adlandırılır. "Raman saçılması" olarak da adlandırılan bu olayda, titreşim enerji düzeyleri arasındaki fark; yaşanan bu ışık saçılması moleküllerinin titreşim enerji düzeyleri hakkında bilgi edinmemizi sağlar [39-42]. Yapılan Tez çalışmaları kapsamında; özellikle, "Modifiye Hummers Metodu" kullanılarak sentezlenen GO'daki safsızlıklara, GO'da olması gereken G bandının ve yapıdaki kusurların anlaşılmasını sağlayan D bandına bakılmıştır.

2.3.4 Fourier dönüşümlü kızılötesi spektroskopisi (FTIR)

Hem akademik hem de sektörel çalışmalarda; malzemenin kimyasal ve fonksiyonel gruplarının öğrenilmesi için genellikle; spektrumları bilinen malzemenin değerlerini dikkate alan Fourier Dönüşümlü Infrared Spektroskopisi (FTIR) kullanılmaktadır. Sektörel bazda da sıkça tercih edilen bu analiz yönteminde; malzeme ile ilgili hem kalitatif hem de kantitatif bilgi almak mümkün olur. Yapılan analize ismini veren kızılötesi ışını (IR), görünür bölge ve mikrodalga bölge arasındaki dalga boyu 0,8-500 μm (dalga sayısı= 20-12500 cm-1) olan ışıma olarak tarif edilebilir. Analizin temel çalışma prensibi, ölçümü yapılacak numuneye gönderilen IR ışınının numune tarafından absorpsiyonuyla numune titreşim ve dönme enerji seviyelerine uyarılmasının ardından numunede meydana gelen enerji değişiminin tespit edilmesine dayanır.

Ölçümü yapılacak numunenin IR spektrumunu tespit edebilmek için numunenin titreşim hareketinin ardından dipol momentinde tanımlanabilir farklılık görülebilmelidir [43].

Çizelge 2.3 : Karbon atomlarının bazı gerilme titreşimleri ve dalga sayıları [40].

GERİLME TİTREŞİMLERİ	DALGA SAYISI (cm^{-1})
C-H (Alifatik)	2850 - 2990
C-H (Aromatik)	3000 – 3100
C=C	1640 - 1670
C-OH	3300 (Yayvan Bant)
C=O	1700 – 1740 (Keskin Bant)
C-O-C	1250
C-O	1100
C-N	3300- 3500

2.3.5 Taramalı elektron mikroskobu (SEM)

SEM (Taramalı Elektron Mikroskobu) odaklanmış bir elektron demetiyle analiz yapılacak numunenin yüzeyi üzerinde görüntü elde eden bir elektron mikroskobudur. Analiz sırasında katı yüzey yüksek enerjili elektronlar yardımıyla taranarak tamamlanır. Test işlemlerinde numune yüzeyine farklı sinyaller gönderilerek (geri saçılmış elektronlar, ikincil elektronlar, Auger elektronları, X-ışını floresans fotonları ve değişik enerjili diğer fotonlar vb.) işlemler tamamlanır. Literatürdeki çalışmalar incelendiğinde yukarıda sıralanan sinyallerden;

- Taramalı elektron mikroskopinin temelini oluşturan geri saçılmış ve ikincil elektronlar
- Elektron mikroprob analizde kullanılan X- ışını

Bu cihazlar literatür çalışmalarında sıkça kullanıldığı gözlemlenmiştir. Cihazda bulunan manyetik kondenser (yoğuşturucu) ve objektif mercek sistemi, görüntüyü 5 ile 200 nm'lik numune üzerindeki son nokta boyutuna indirgeme görevi görürler.

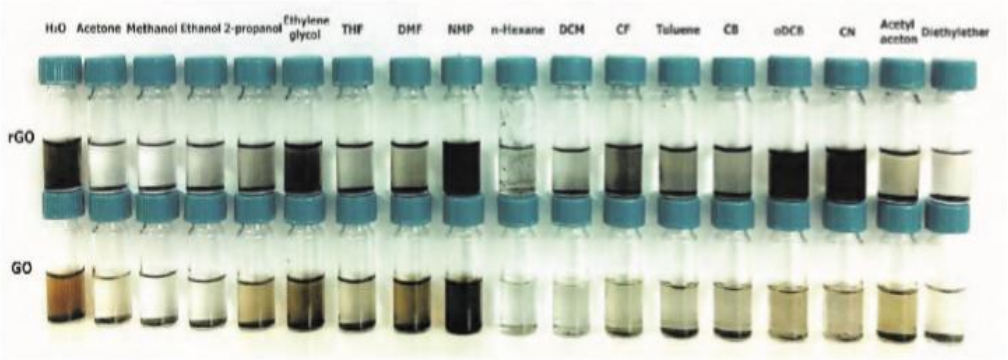
Bir veya daha çok sayıda mercekten oluşan kondenser mercek sistemi, elektron demetin objektif merceklere ulaştırılmak üzere yönlendirilmesini sağlar, objektif mercekler ise numune yüzeyine çarpan elektron demetinin boyutlarından sorumludur [44].

3. LİTERATÜR ÖZETİ

2004 yılında grafenin keşfiyle birlikte; bu alandaki çalışmalar giderek önem kazanmıştır. Grafen oksit sentez yöntemleri ve tekstil uygulamaları konusunda yapılmış olan bazı çalışmalar aşağıda sıralanmıştır. Bunlar;

Kayhan ve arkadaşları (2013) farklı grafen oksit sentezleme yöntemleri kullanarak grafen oksit sentezi yapmıştır. Yaptığı çalışmada; Staudenmeier, Hummers, Modifiye Hummers ve Tour metotlarını kullanarak grafitten grafen oksit sentezi gerçekleştirilmiştir. Yaptığı çalışmalarda farklı metotların grafit oksitlenmesindeki etkisini incelemiştir. Bunun yanı sıra sentezde kullandığı hammaddesini grafit tozu ve grafit pulu olarak değiştirmiş ve nihai ürüne olan etkilerini incelemiştir. Yaptığı çalışmalar sonucunda tour yöntemiyle yapılan sentezleme işlemi sonrasında grafitin daha çok okside olduğu ve grafit formunun sentez mekanizmasına etki eden parametresinin bulunmadığı sonucuna ulaşmıştır [45].

Konios ve arkadaşları (2014), "Dokusuz Tekstil Yüzeyi Üzerine Elektro Çekim Yöntemi ile Nano Boyutta Grafen Kaplanması ve Karakterizasyonu" isimli çalışmada modifiye Hummers metodu kullanarak GO sentezlemişler ve kimyasal indirgeme işlemlerini tamamladıktan sonra değişik çözücüler içerisindeki dağılımlarını incelemişlerdir. Sentezlenen GO ve RGO'ya ait fotoğraflar Şekil 3.1'de görülmektedir [46].



Şekil 3.1 : GO ve RGO'in farklı çözücülerde ultrasonikasyondan iki hafta sonraki dijital görüntüleri [46].

Dan Li ve arkadaşları (2008), “Processable Aqueous dispersions of graphene nanosheets” başlıklı çalışmalarında GO levhaların elektronik ve mekanik özelliklerinin geliştirilmesi için kimyasal metotta değişiklikler yapmıştır. Çalışmalarında polimerik veya sürfaktan stabilizatörlerine ihtiyaç duymayan ve büyük ölçekli üretimler için sorun yaratmayan kimyasal yöntemlere vurgu yapmışlardır. Bunun yanı sıra ucuz kimyasal işleme yöntemiyle GO işlemenin yeni malzeme ve fırsatlar sunduğu vurgulanmıştır [47].

Daniel R. Dreyer ve arkadaşları (2014), “The Chemistry of Graphene Oxide” adlı çalışmalarında grafen oksitin sentez işlemlerinde kullanılan metotlar için kritik değerlendirmeler yaparak bu alanda yapılan güncel çalışmaları paylaşmışlardır. Bunun yanı sıra literatürde kullanılan metotların yeni malzeme geliştirme çalışmalarında sınırları ve kapsamları hakkında da değerlendirme yapmışlardır [48].

Xiaofan Ruan ve arkadaşları (2019) “2D Graphene Oxide/Fe-MOF Nanozyme Nest with Superior Peroxidase-Like Activity and Its Application for Detection of Woodsmoke Exposure Biomarker ” adlı çalışmalarında nanozimlerin GO ve Fe-MOF ile biyo belirteç olarak kullanımını incelemiştir. Genelde nano enzimler düşük katalitik aktiviteye sahip suda çözünürlükleri düşüktür. Doğal enzimlere kıyasla büyük sınırlamalar içerirler. Bu olumsuz özellikleri engelleyip daha kullanılabilir yapılar elde etmek için zenginleştirilmiş iki boyutlu katalitik Fe bazlı GO yüzeyler oluşturularak ultrason altında işleme tabi tutulmuştur [49].

Federico Raffone ve arkadaşları (2019), “Controlled Pore Generation in Single Layer Graphene Oxide for Membrane Desalination” adlı çalışmalarında su ve tuz ayırma membranları için GO uygulamalarını etkili bir malzeme yaratmak için uygun olarak yorumlamıştır. Yaptıkları çalışmalarda tek olumsuzluğun kontrol edilemeyen gözenek büyüklükleri olduğunu bildirmişlerdir. Bu olumsuzluklara rağmen yaptıkları çalışmada geliştirilen membranların suyun geçişine izin vererek tuzları tuttuğunu raporlanmıştır [50].

Weijun Peng ve arkadaşları (2017) “A review on heavy metal ions adsorption from water by graphene oxide and its composites” adlı çalışmalarında GO ve kompozitlerinin sudaki ağır metalleri adsorplama kapasitelerini incelemişlerdir. Bu çalışmada suyun içerisindeki ağır metal iyonlarının adsorplanmasına yönelik yapılan literatür çalışmalarının özeti paylaşılmıştır.

Ekip yaptıkları çalışmada ticari üretim zorluklarının çözümleri bulunduğunda GO ve kompozitlerin adsorpsiyon afiniteleri ve mekanizmaları etkileyecek önemli bir yapı oluşturacağı vurgulanmıştır [51].

Roy ve ark. (2013) "Edge effect enhanced electron field emission in top assembled reduced graphene oxide assisted by amorphous CNT-coated " başlıklı çalışmalarında amorf karbon nanotüplerin ve RGO geliştirilen bir düzenek yardımıyla karbon kumaş /PET substratlar üretmişlerdir. Üretilen bu karbon nano yapı kumaş üzerine elektroforetik biriktirme (EPD) yöntemi ile uygulanmıştır. Kumaş yüzeyine uygulama sonrasında elde edilen ince film tabakalarının karakterizasyon işlemleri; X-ışını kırınımı (XRD), Fourier dönüştürülmüş kızılötesi spektroskopisi (FTIR), alan emisyonu taramalı elektron mikroskopisi (FESEM) ve yüksek çözünürlüklü transmisyon elektron mikroskobu (HRTEM) analizleriyle yapılmıştır. Yapılan çalışmalar sonrasında kumaş üzerindeki bu yapının düşük açılma ve eşik alanı (Eto∼ 0.26 Vμm − 1, Eth ∼ 0.55 Vμm1) ve yüksek alan emisyon özellikleri sergilediği bildirilmiştir [52].

M. Mingo ve D.A. Broido (2005), "Length Dependence of Carbon Nanotube Thermal Conductivity and the "Problem of Long Waves" başlıklı çalışmalarında karbon nanotüplerin uzunluğa bağlı olarak değişen ısıl iletkenliği ve uzun dalgalar sorunu üzerine geliştirmeler yapmıştır. Yaptıkları çalışmada sonlu uzunluklu bir karbon nanotüp için termal iletkenlik değerinin hesaplanabilmesi için bir formül bildirmiştir. Çalışmalarının sonucu olarak hatasız nanotüpler için, termal iletkenliğin çok büyük uzunluklara (300 K'da 10 μm) kadar artmaya devam edeceği ve nanotüp içindeki kusurların uzun dalga boyu sapmaları ile ilgili sorunları ortadan kaldıracağı savunulmuştur [53].

E. Shi ve arkadaşları (2013), "Colloidal Antireflection Coating Improves Graphene–Silicon Solar Cells" adlı çalışmalarında karbon nanotüp-Si ve grafen-Si güneş pillerinin üretim süreçlerinde yaşanan olumsuzlukları ortadan kaldırıp üretim maliyetlerini azaltabilmek için deneyler yapmıştır. Mevcut çalışmalar incelendiğinde; grafen–Si pil sistemlerinin dönüşüm verimliliğinin %10 ve altında olduğu tespit edilmiştir. İncelemeler sırasında nanotüp-Si pillerinin mevcut sistemde kullanılan veya üzerine çalışmalar yapılan sistemlerle kıyaslandığında; performansları yeterli bulunmamıştır.

Yapılan çalışmada tek katmanlı grafen – Si güneş pilleri üzerine anti refleksiyon kaplaması yapılarak pil verimliliğinin %14,5 oranında artırılacağı bildirilmiştir. Yapılan çalışmalar sonrasında geliştirilen grafen–Si güneş pilleri üzerine çalışmaların artacağı da bildirilmiştir [54].

Berciaud ve arkadaşları (2009) "Raman spectroscopy of free-standing monolayers, Nano letters" adlı çalışmalarında grafitin mekanik eksfoliasyon yardımıyla elde edilen grafen mono tabakaların özelliklerini incelemişlerdir. Yapılan çalışmalarda geliştirilen malzemeler G- D- ve 2D- fonon modları kullanılarak Raman spektroskopisi ile incelenmiştir. Yapılan test sonuçlarına göre G- modundan SiO_2 ile kaplanmış yüzeylerin normal GO kaplı yüzeylere göre tepkisinin azaltılmış enerjiler ve artmış genişlikler olarak gözlemlenmiştir. Yapı içinde serbest duran grafen tekli katmanların iki fonlu D modu tepkisine karşı gösterdiği reaksiyon sonucunda bozukluk oranının azaldığı gözlemlenmiştir [55].

S. Pei ve arkadaşları (2010), "Direct Reduction of Graphene Oxide Films into Highly Conductive And Flexible Graphene Films By Hydrohalic Acids" adlı çalışmalarında GO indirgeme işlemlerinde hidroklorik asit ortamında gerçekleşen işlem sonuçlarını paylaşmışlardır. Çalışmada; GO filmleri esneklik ve iletkenlik özelliklerine zarar verilmeden hidroklorik asit içerisinde 100°C 1 saat boyunca işleme tabi tutulmuştur. İndirgeme işlemleri sonrasında geliştirilen RGO'in 298 S/cm elektrik iletkenliği ve 12'nin üzerinde C/O oranına sahip olduğu bildirilmiştir. Yaptıkları çalışmaların orijinal GO yapı özelliklerini koruduğu ve diğer yöntemlerle kıyaslandığında daha esnek bir yapıya sahip olduğu bildirilmiştir [56].

A. Penicaud ve arkadaşları "Solutions of Negatively Charged Graphene Sheets and Ribbons" adlı çalışmalarında (2008) negatif yüklü grafen levhaların problemleri üzerine geliştirdikleri çözüm önerilerini sunmuşlardır. Buna göre; yapılan çalışmada grafit interkalasyon bileşiğinden herhangi bir sonikasyona ihtiyaç duyulmadan mikrometre çapında yüzeylere sahip ve N-metilpirrolidon içinde kendiliğinden çözülen grafen katmanları elde edilebilmektedir. Bunun yanı sıra bu yapılar bir çok farklı substratlarla da birleştirilebilir. Yapılan çalışmalar sonrasında atom kalınlıkları STM, AFM ve çoklu ışın interferometrisi ile analiz edilmiştir. Uygulamalar sonrasında kalınlık değerinin 0.4 nm olarak ölçüldüğü bildirilmiştir [57].

Tekstil üzerine yapılmış diğer çalışmalar ise aşağıda sıralanmıştır;

U.N. Maiti ve ark. (2011) "Hierarchical Graphene Nanocones Over 3D Platform Of Carbon Fabrics: A Route Towards Fully Foldable Graphene Based Electron Source" başlıklı çalışmalarında; kumaş üzerinde tamamen katlanabilir grafen bazlı bir sistem geliştirmişlerdir. Esnek kumaş substrata göre grafenin hiyerarşik nano yapılarını içeren üç boyutlu bir alan sağlamaktadır. Nanoyapı, basit sulu faz elektroforetik biriktirme yöntemi kullanılarak karbon fiber üzerine plazma işlemi ile uygulanmıştır. Soğuk elektron vericisi olarak hareket eden hiyerarşik grafen nanocone, 0.41 V μm − 1 kadar düşük bir açma alanı ve 0.81 V μm − 1'e kadar bir eşik alanı ile olağanüstü elektron emisyon performansı sergiler. Yapılan çalışmalar sonucunda geliştirilen sistemin esnek, katlanabilir ve giyilebilir olan bütün cihazlarla uyumlu çalışabileceği bildirilmiştir [58].

Ling – Li Xu ve arkadaşları (2015), "Graphene/Cotton Composite Fabrics As Flexible Electrode Materials for Electrochemical Capacitors" adlı çalışmalarında elektrokimyasal kapasitör olarak grafen - pamuk kompozit kumaşlar üzerine çeşitli uygulamalar yapmıştır. Çalışmalarda kullanılacak olan grafen – pamuk kompozitleri emdirme ve kurutma yöntemleri kullanıldıktan sonra $NaBH_4$ indirgeme yöntemi kullanılarak sentezlenmiştir. Kumaş yüzeyine uyguladıkları grafenin 3D iletken yapısı pamuklu kumaşlarda iletkenliğin artmasını sağladığını bildirmişler. Uygulama sonrası kumaş üzerindeki yapının karakterizasyonunu; SEM, FTiR ve standart bir dört noktalı prob analizleri yaparak kontrol etmişler. Yapılan çalışma sonrasında uygulamalarının giyilebilir tekstil teknolojilerinde kullanılabilecek yapılara dönüşebileceğini belirtmişlerdir [59].

Wang ve arkadaşları (2015) ise yüksek, güvenli gerilebilir özelliklere sahip ve sensör özelliği gösteren iplikler üzerine geliştirmeler sağlamıştır. Yaptıkları bu çalışmalarda çekirdek kılıf lifleri kütlesel olarak kimyasal buhar biriktirme (CVD) büyütülmüş grafen demetlerinden üretilerek performans eğrileri incelenmiştir. Buna göre geliştirilen yapılar; güçlü mekanik özelliklerinin yanı sıra iletkenlik verileri sayesinde yeni çalışmalara ışık tutabilecek niteliktedir. Bu son bulgular çekirdek-kılıf CVD grafen liflerine dayanan güvenli gerinim sensörleri, kavram kanıtı olarak gösterilmiştir [60].

Wang ve arkadaşları (2014), “Wearable and Highly Sensitive Graphene Strain Sensors for Human Motion Monitoring” başlıklı çalışmalarında; insan hareketlerini izleyebilecek özelliklere sahip ve hassaslık seviyesi yüksek grafen gerinim sensörleri üzerine geliştirmeler yapmıştır. Mevcut kullanımda yumuşak malzemelerin küçülmelere karşı yaşadıkları hassasiyet kayıplarının azaltılması hedeflenmiştir. Çalışmalarında; dokuma kumaşlar üzerine grafen uygulamalarını araştırarak polimer ve kompozit film ile esnek giyilebilir bir gerilim sensörünün üstüne yerleştirilmiştir. Yerleştirilen bu yapıya bazı insan davranışları kaydedilerek denemelerin yapılması sağlanmıştır. Çalışmalarının sonucunda geliştirdikleri bu yapının birçok istenen parametre hakkında bilgi verebileceği gözlemlenmiştir [61].

Wang ve ark. (2015), “Ultra-Sensitive Graphene Strain Sensor for Sound Signal Acquisition and Recognition” başlıklı çalışmalarında sesin tanınması ve ses sinyali toplayan grafen sensörü konusunda yoğunlaşmışlardır. Yaptıkları çalışmada; dokuma kumaşlar üzerine grafen işleyerek ince filmler elde etmişler ve geliştirilen grafen dokuma film tabakalarını kişinin kas hareketleri yardımıyla insan konuşmalarını ölçebilmek için (özellikle, insanların boğaz kısmında ses sensörü olarak) kullanmışlardır. Sonuçta; kullanılan gerilim sensörleri yüksek ve düşük frekans konuşma hafızasının oluşturulmasını sağlamıştır. Yaptıkları çalışmada; İngilizcenin, tipik Çince karakterlerin ve tonlarının test edildiği ve karakteristik özelliklerine göre ayrımlarının sağlandığı tespit edilmiştir. Yapılan test işlemlerinin sonunda geliştirilen grafen bazlı ses sensörlerinin sese karşı istenilen tepkileri verdiği tespit edilmiştir. Yapılan bu çalışma sonucunda geliştirilen grafen bazlı dokuma sensörlerin yapay zeka teknolojiyle birleştirerek çalışmaların etki alanının geliştirilebileceği belirtilmiştir [62].

Kang ve ark. (2016) ise “Self-Deposition of Pt Nanoparticles on Graphene Woven Fabrics for Enhanced Hybrid Schottky Junctions and Photoelectrochemical Solar Cells” başlıklı çalışmalarında grafen dokuma kumaşlar üzerinde Pt nanopartiküllerin kendiliğinden birikimini gözlemlemişlerdir. Çalışmalarında; güneş pillerinin performansını artırmak için kendi kendine biriktirme yöntemi kullanarak Pt parçacıklarının birikimi sağlanmıştır. Grafen içerikli dokuma kumaş parçaları üzerine yapılan bu birikimin performansı artırılarak tabaka direncinin azalmasının sağlandığı da bildirilmiştir.

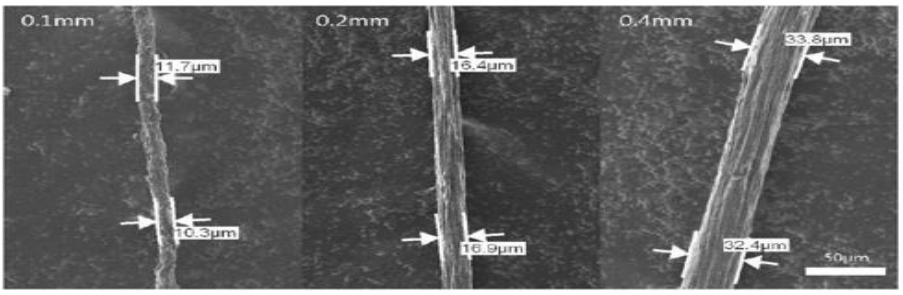
Bununla birlikte, çalışmada; katı elektrolit kaplama metoduyla fotoelektrokimyasal güneş pillerindeki hibrit Schottky bağlantısı güçlendirilerek silikonlu grafen güneş pillerinin performansının iyileşeceğini belirtilmiştir. Yaptıkları çalışmalarda geliştirilen sistemin yarı iletken grafen silikon güneş pilleri üretmek açısından yeni çalışmalara destek verebileceği sonucuna ulaşılmıştır [63].

Li ve ark. (2015) "Graphene/Polyaniline Woven Fabric Composite Films As Flexible Supercapacitor Electrodes" başlıklı çalışmalarında esnek süper kapasitör özelliğini kazandırmak için grafen/polianilin dokuma kumaşlar üzerine deneyler yapmışlardır. Yapılan bu çalışmalarda; "elektro polarizasyon metodu" kullanılarak polianilin (PONI) / grafen kompozit filmleri hazırlanmıştır. Geliştirilen sistemde kullanılan PONI'nin katıhal süper kapasitörlerin elektrokimyasal özelliklerini ileriye taşıdığı bilgisine yer verilmiştir. Cihazların test işlemleri sonrasında süper esnek özellikler gösterdiği de gözlemlenmiştir [64].

Krishnamoorthy ve arkadaşları (2012), "Graphene Oxide Nanostructures Modified Multifunctional Cotton Fabrics" adlı çalışmalarında pamuklu kumaşlar üzerine GO denemeleri yapmışlardır. Kumaş üzerine yapılan uygulamaların sonucunda, kumaş yüzeyinde bağlanmanın kontrolünü anlamak için Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) analizi yaparak yüzeyde GO nano yapısının başarılı şekilde uygulanıp uygulanmadığını test etmişlerdir. Sonuçta; pamuklu kumaşların ve GO yapısının moleküler uyumunu; Fourier Dönüşümü Kızılötesi (FTIR) spektrumları yardımıyla tanımlamışlardır. Uygulama sırasında kumaşın ısıl kararlılığının arttığını gözlemlemişlerdir. Buna ilaveten, kumaş yüzeyine uygulama yapıldıktan sonra antibakteriyel aktivite özellikleri; Gram-negatif ve Gram-pozitif testlerine göre de değerlendirilmiştir. Çalışmalar sonucunda; GO kaplı kumaşların gram pozitiflere karşı toksik olduğu tespit edilmiştir. [65].

Dong ve arkadaşları (2012), "Facile Fabrication of Light, Flexible and Multifunctional Graphene Fibers" başlıklı çalışmalarında karbon nanoliflerine benzer özelliklere sahip grafen liflerinin üretimiyle ilgili gözlemlerini bildirmişlerdir. Çalışmada; mevcut üretim şartlarına uygun, geleneksel üretim maliyetlerinden daha düşük maliyetlerde üretilebilir ve daha az yoğunluğa sahip ipliklerin üretilebildiğini gözlemlemişlerdir.

Yapılan çalışmalar sonrası elde edilen grafen liflerinin esneklik değerlerinin beklenilen kalitede olması ve iletkenlik verilerinin yük olması nedeniyle akıllı tekstil alanında çalışmalarda kullanılabileceği sonucuna ulaşılmıştır [66].



Şekil 3.2 : Grafen liflerinin 0.1, 0.2 ve 0.4 mm çapındaki SEM görüntüleri.

E. Frank, (2014) "Carbon Fibers: Precursor Systems, Processing, Structure, and Properties" adlı çalışmasında karbon iplikler ve yapıları hakkında bilgi verdiği bir derleme çalışmasıdır. Yapılan çalışmada düşük maliyetli karbon lifler ve bunlar üzerine yapılan güncel çalışmalarda kullanılan karbon yapıları anlatılmıştır. Karbon liflerinin, poli (akrilonitril) bazlı kopolimerler, zift, selüloz, lignin, poli(etilen) ve yüksek uçlu karbon iplikler için yeni sentetik polimerik yapıları ve tutumları hakkında bilgiler verilen bu derlemede; farklı morfolojik yapılardaki karbon lifelere de değinilmiştir [67].

Ding ve arkadaşları (2014), "Spinning Fabrication of Graphene/Polypyrrole Composite Fibers for All-Solid-State, Flexible Fibriform Supercapacitors" başlıklı çalışmalarında; grafen/polipirol liflerinin üretimi konusuna yeni bakış açıları getirmişlerdir. Yaptıkları çalışma sonucunda 15–80 μm çap aralığındaki iplik üretiminde problem yaşanmayacağını vurgulayarak geliştirilen kompozit formdaki ipliklerin; mekanik, esneklik ve iletkenlik açısından performanslarının güçlü olduğu sonucuna ulaşmışlardır. Yapılan çalışmalar sonucunda; tekstil sektöründe kullanılabilecek nitelikte, H_2SO_4 – polivinil alkol (H_2SO_4-PVA) jel elektrolitli katı hal fiber süper kapasitörlerin geliştirilebileceğini savunmuşlardır [68].

Zheng ve arkadaşları (2014) ise "Graphene Fiber-Based Asymmetric Micro-Supercapacitors" başlıklı çalışmalarında; iplik mikrosüper kapasitörler geliştirilmesi konusunda deneyler yapmışlardır. Sonuç olarak, literatürdeki çalışmalar süper kapasitörler ve mikrosüper kapasitörler adına birçok çalışma içermektedir.

Mikrosüper kapsasitör alanında yapılan çalışmalar esnek ve giyilebilir ürünlerin enerji ihtiyaçlarını karşılayabilecek imkanları sunmaktadır. Yapılan çalışmalarda literatürde ilk kez denenen farklı grafen bazlı elektrot ile iplik bazlı asimetrik mikro kapasitör (F-asym-mSC) tasarımı yapılmıştır. Tasarım işlemlerinin ardından her iki süper kapasitörün performans değerlerinin (59,2 mF cm^{-2} ve 32,6 mF cm^{-2}) artış gösterdiği raporlanmıştır. Geliştirilen mikrosüper kapasitörlerin hacim enerji yoğunluğunun mevcutta bulunanlara göre yüksek olduğu raporlanmıştır [69].

Zhen Xu ve Chao Gao (2014), "Graphene Fiber: A New Trend in Carbon Fibers" adlı derleme çalışmalarında mukavemeti yüksek ve özel işlevlere sahip lifler üzerine yapılan denemeleri paylaşmıştır. Mekanik ve fonksiyonel özellikler açısından farklı karbon lifleri olarak kullanılmaya başlanmıştır. Bu çalışmada; farklı metotlar ve teknolojiler kullanılarak geliştirilen grafen ipliklerin mekanik ve fonksiyonel özellikleri tartışılmıştır. Bu alanda yapılan çalışmaların çoğu akıllı tekstil uygulamalarında kendini göstermektedir [70].

Hyung – Jun Koo ve arkadaşları (2014), "Facile Fabrication of Graphene Composite Microwires via Drying-Induced Size Reduction of Hydrogel Filaments" adlı çalışmalarında görüldüğü üzere grafen kompozitler yardımıyla filaman üretimleri üzerine denemeler gerçekleştirmişlerdir. Genel olarak; grafenin iletkenlik özellikleri açısından güçlü olması, enerji depolayabilme özellikleri ve sensörlerde kullanılabilirlikleri nedeniyle tekstil alanında da sıkça kullanılan malzemeler arasında yer almasına neden olmuştur. Çalışmada; çapları ~20 ila 250 μm arasında değişen grafen bazlı kompozit lifler için yeni bir yöntem geliştirildiği bildirilmiştir. Yapılan ekstürede işlemleri büyük çaplı grafen oksit liflerinin dehidrasyon sırasında boyut küçültme işlemleri sayesinde gerçekleştirilmiştir. Yapılan çalışmalarda GO kimyasal indirgeme işlemleriyle grafene dönüştürülmüş ve dehidrasyon işlemlerinden sonra elde edilen filamanların 1,8 Sm^2 değerlerinde elektrik iletkenliğe sahip olduğu vurgulanmıştır [71].

4. MATERYAL VE YÖNTEM

Bu bölümde; deneysel çalışmalarda kullanılan cihazlar ve donanımları, kumaşlar, kimyasal maddeler, grafen ve kumaş üzerine uygulanacak çözeltinin hazırlanışı ve kumaş üzerine uygulamada izlenecek proses ve proses şartları anlatılmaktadır. Yapılacak deneysel çalışmaların sonuçlarından anlamlı veri elde edilebilmesi için seçilen parametreler; Taguchi Yöntemi'ne göre optimize edilmeye çalışılmıştır.

4.1 Kullanılan Kimyasallar

Modifiye Hummers yönteminde kullanılan kimyasallar ve özellikleri aşağıda belirtilmiştir:

- Grafit tozu (GK Karbon %99,98 saflıkta)
- Sodyum nitrat ($NaNO_3$ %99 saflıkta)
- Sülfürik Asit (H_2SO_4 %99 saflıkta)
- Hidrojenperoksit (H_2O_2 (%35,7 saflıkta)
- Potasyum Permanganat ($KMnO_4$ %99,98 saflıkta)

Kullanılan kimyasallardan sodyum nitrat, Sülfürik asit, hidrojen peroksit ve potasyum permanganat MERCK firmasından temin edilmiştir. Grafen oksit sentezinde kullanılan grafit tozu ise SETAŞ firmasından bedelsiz olarak temin edilmiştir. Yapılan deneysel çalışmaların GO sentezlenmesinin ardından kumaş yüzeyine yapılacak uygulamalarda SETAŞ firmasından temin edilen aşağıdaki kimyasallar kullanılmıştır;

- Setalub ACA
- Toragal MDR
- Setacrystal VB
- Tuz (NaCl)
- Soda (Na_2CO_3)

4.2 Kullanılan Cihazlar

GO sentez işlemleri ve kumaş üzerine uygulama sonrasında karakteristik analizlerin yapılabilmesi için kullanılan cihazlar şunlardır:

- Taramalı Elektron Mikroskopu (SEM) – VEGA3 TESCAN
- FTIR-ATR spektroskopisi
- Raman spektroskopisi
- Eco dyer laboratuvar tipi tekstil düz boya makinası
- Tekstil Laboratuvar Fular Silindiri
- Kumaş üzerine kimyasal işlemlerinin ardından yapılan fiziksel kumaş testlerinde ise Mullen patlama mukavemeti cihazı kullanılmıştır.

5. BULGULAR VE TARTIŞMA

5.1 Modifiye Hummers Metodu ile Grafen Oksit Sentezi

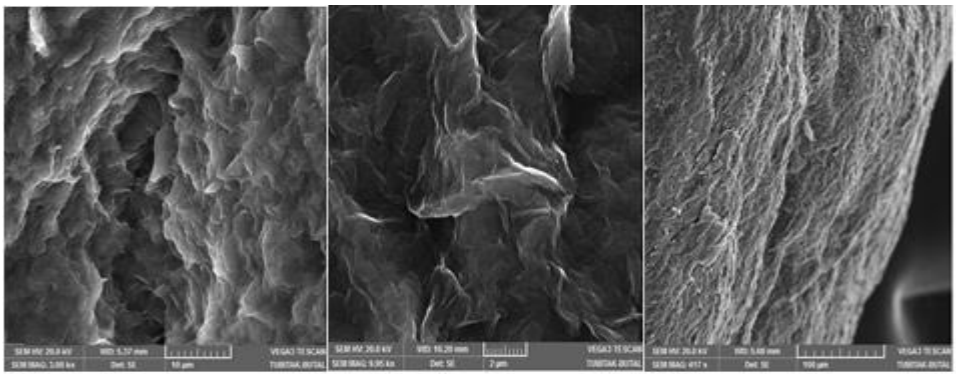
Kimyasal ve fiziksel yöntemler kullanılarak elde edilen grafen oksit sentezi için üretim kolaylığı açısından "Modifiye-Hummers Yöntemi" tercih edilmiştir. Bu yöntemde; sentezlenen GO grafit tabakasından elde edilmiştir. Yapılan çalışmalarda; GO sentez işlemleri sırasında ilk olarak 5 g toz grafit, 2,5g sodyum nitrat ($NaNO_3$ %99) ve 115 mL %99'luk yoğunlaştırılmış sülfürik asit (H_2SO_4) buz banyosundaki behere eklenip 120 dakika karıştırılmıştır. Karıştırma işlemlerinin tamamı buz banyosunda yapılarak sıcaklığın kontrol altında tutulması sağlanmıştır. 120 dakika süresince buz banyosunda karıştırılan çözeltiye daha sonra 15 g potasyum permanganat ($KMnO_4$) yavaşça ilave edilmiştir. Bu işlemler sırasında gerçekleşen ekzotermik reaksiyon nedeniyle çözelti sıcaklığının 33˚C dereceyi geçmemesi sağlanmıştır. Bu aşamada; karıştırıcının düzgün karışması ve buz banyosunun sürekli yenilenmesi önem arz etmektedir. Karışım; 120 dakika karıştırıldıktan sonra 500 mL deiyonize su ilave edilip 60 dakika daha karıştırılmıştır. Ardından karışıma pipet yardımıyla 8.4 mL hidrojen peroksit (H_2O_2 %35,7) ilave edilmiştir. Karışım, hidrojen peroksit ilave edildikten sonra 120 dakika daha (çözelti sıcaklığı 35-40˚C aralığında iken) karıştırılmıştır. Kimyasal madde ilavesinin ardından çözelti renginin siyahtan kahverengiye dönüştüğü gözlenmiştir. Renk değişiminin ardından çözelti; deiyonize su ile filtre edilmiştir. Bu işlem; çözelti pH=7 oluncaya kadar devam edilmiştir. Nötralizasyon işleminin ardından malzeme 50˚C etüvde 24 saat süresince kurutulmuş ve katı, parlak, kırılması zor grafen oksit elde edilmiştir. Elde edilen grafen oksitin taramalı elektron mikroskobu (SEM) ve FTIR-ATR spektroskopisi ile karakterizasyonu gerçekleştirilmiştir. Yapılan sentez işlemlerini gösteren akış diyagramı Şekil 5.1'de gösterilmiştir [72].



Şekil 5.1 : Grafen oksitin üretiminin şematik gösterimi.

5.2 Grafen Oksit Karakterizasyonu

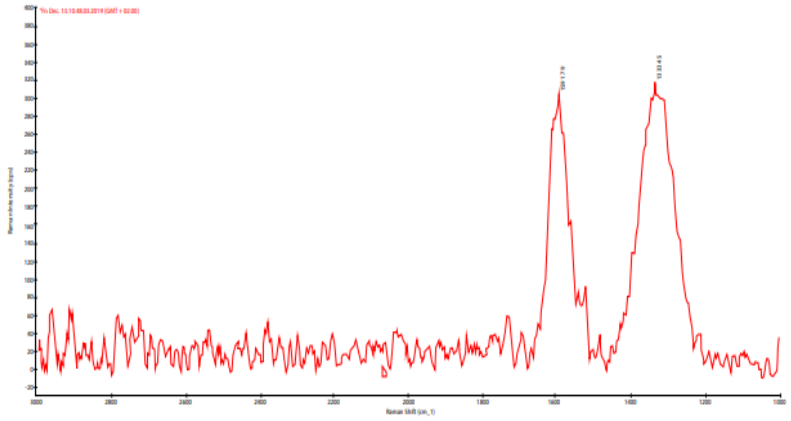
Sentez işlemleri sonrasında elde edilen GO, SEM analizleri sonucunda tabakaların sağlıklı gözlemlenebilmesi için 3,3 nanometre boyutunda altın ile kaplanmıştır. GO numunelerine yapılan altın kaplama sayesinde VEGA3 TESCAN cihazıyla yakın görüntüsü alınmıştır. SEM cihazı ile 10µm (3,2kx) ve 2 µm (10kx) yakınlaştırılarak katmanlı grafen oksit (GO) yapısının görüntüsü Şekil 5.2'deki gibi elde edilmiştir. SEM fotoğraflarından da görüleceği üzere sentez sonrasında elde edilen GO yapısının yığın şeklinde üst üste bindiği anlaşılmıştır. Elde edilen analizler sonucunda gözlemlenen üst üste yığılmaların literatürle uyumlu olduğu tespit edilmiştir.



Şekil 5.2 : Grafen oksitin SEM görüntüleri a)10 µm-3,20kx b)2 µm-9,95kx c)417x-100 µm.

5.2.1 FTIR-ATR analizi sonucu

Modifiye Hummers metodu ile sentezlenen grafen oksitin görüntüsü FTIR-ATR (Bruker Vertex70) sonucu **Ş**ekil 5.3'te görüldüğü gibi elde edilmiştir.



Şekil 5.3 : FTIR-ATR analiz sonucu.

Grafitten yola çıkılarak Hummers metodu ile sentezlenen grafen oksitin sahip olması beklenen FTIR-ATR frekansları; alınan FTIR-ATR spektrumlarında gözlenmiştir. Grafen oksitin FTIR-ATR spektrumunda olması beklenilen hidroksil gruplarının, karboksilik asit gruplarının, epoksi ve alkoksi gruplarının varlığı gözlenmiştir.

Karboksilik asit gruplarına ait olan C=O gerilmesi 1719 cm^{-1} ve hidroksil gruplarına ait olan O-H gerilmesi 3123 cm^{-1} de gözlenmiştir. Epoksi grubuna ait olması gereken C-O gerilmesi 1222 cm^{-1} de pik verdiği gözlenmiştir. Alkoksi gruplarına ait olan C-O gerilmesi 1039 cm^{-1} de pik verdiği gözlenmiştir. Gözlemlenen bu gerilmeler "grafen oksidin oluştuğunu" ortaya koymaktadır.

Çizelge 5.1 : FTIR spektrumunda tespit edilen GO bağ yapıları ve dalga Sayısı.

Fonksiyonel Grup	**Bağ Yapısı**	**Dalga Sayıları cm^{-1}**
Hidroksil	O – H	3123
Karbonil	C = O	1719
Epoksi	C – O	1222
Alkoksi	C – O	1039

5.2.2 Raman analizi sonucu

Hummers metodu ile elde edilen grafen oksitin Raman analizinin sonucuna göre literatüre uyumlu olarak olması beklenen oksijen ve karbon karbon arası bağların varlığı ve D piki 1338 ve G piki 1571 piki görülmektedir. D ve G pikleri grafen oksitin karakteristik özelliğidir.

5.3 Grafen Oksitin Kumaş Üzerine Yapılan Uygulama Çalışmaları

Tez çalışmalarında grafen oksit sentezinin ardından kumaş üzerine yapılan uygulamaların kumaş fonksiyonel özelliklerine olan etkisi incelenmiştir. Yapılan çalışmalarda uygulanacak proses şartlarının belirlenmesinde Taguchi Yöntemi kullanılmıştır. Deney çalışmalarında Taguchi (3^4=L9) deneysel tasarım yöntemiyle optimum çektirme ve emdirme yöntemi proses şartlarının belirlenmesi ve kumaş fonksiyonel özelliklerine etkisi incelenmiştir. Tekstil endüstrisi farklı üretim aşamalarından oluşmaktadır. Bunlar kısaca; İplik üretim, dokuma ya da örme kumaş üretim, boyahane işlemleri (Pad Batch (soğuk boyama), jet boyama), baskı işlemleri, bitim işlemleri, sarım işlemleri ve konfeksiyon olarak sıralanabilir. Tez çalışmalarında üretim sahası olarak kullanılan firmanın örme yapısındaki kumaşlar üretmesi ve örme kumaş yapısının dokuma kumaş yapısına göre daha salık bir yapıda olması nedeniyle tez çalışmalarında örme formunda üretilen kumaşlar tercih edilmiştir. Yapılan çalışmalarda 2,80 mm ilmek boyuna sahip 60/1 pamuk iplik kullanılarak süprem kumaş kalitesi üretilmiştir. Süprem kalitesinin tercih edilme nedenleri arasında standart bir kalite olması ve fonksiyonel özelliklerinin bulunmaması gösterilebilir. Kumaş yapısının ve görüntüsünün oluşturulmasında önemli etkileri olan ilmek boyu kumaşın formunda gevşek ya da sıkı bir yapı olmasını sağlar. İlmek boyu küçüldükçe kumaş daha sıkı bir formda üretilir. Örneğin 2,65 mm ilmek boyu ile üretilmiş kumaş 3 mm ilmek boyu ile üretilmiş kumaş yapısına göre daha sıkı bir forma sahiptir. Dolayısıyla ilmek boyundaki bu farklılıklar kumaşın yapısal olarak değişiklik göstermesine neden olmaktadır. Kumaş yapısındaki farklılıklar fonksiyonel özellikleri (hava geçirgenliği, su geçirgenliği vb.) etkileyen önemli etmenler arasında sıralanabilir.



Şekil 5.4 : Örümü tamamlanmış kumaşların görüntüsü.

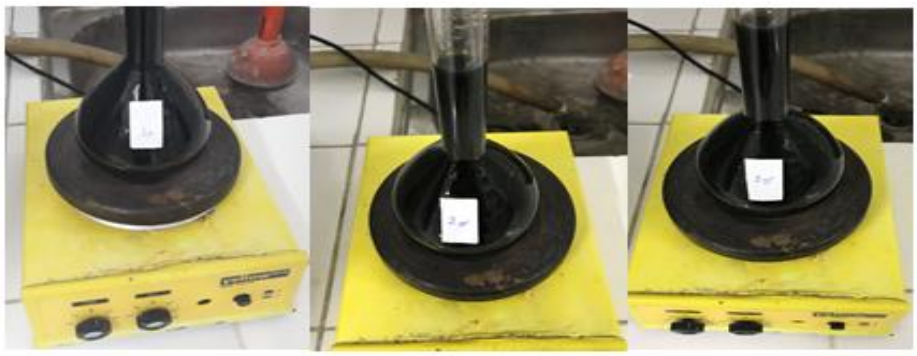
5.4 Kumaş Uygulamalarında Kullanılacak Çözeltilerin Hazırlanması

Tez çalışmalarının deneysel planı oluşturulurken Taguchi Yöntemi kullanılmıştır. Taguchi Yöntemi'ne göre optimum kimyasal miktarı ve proses şartlarının belirlenmesi için 3 seviyeli, 3 faktörlü Ortogonal Sıralamayla Deney Planı (L9) Çizelge 5'te gösterilmiştir.

Çizelge 5.2 : Grafen oksit kumaş uygulama parametreleri.

Uygulama Tipi	**Deney No.**	**FAKTÖRLER**		
		GO miktarı (%)	**Sıcaklık (°C)**	**Proses Süresi (sn.)**
Çözelti (Çektirme Yöntemi)	Ç1	1	70	40
	Ç2	1	80	50
	Ç3	1	90	60
	Ç4	2	70	50
	Ç5	2	80	60
	Ç6	2	90	40
	Ç7	3	70	60
	Ç8	3	80	40
	Ç9	3	90	50
Fular (Emdirme Yöntemi)	F1	1	100	40
	F2	1	110	50
	F3	1	120	60
	F4	2	100	50
	F5	2	110	60
	F6	2	120	40
	F7	3	100	60
	F8	3	110	40
	F9	3	120	50

Modifiye Hummers yöntemi kullanılarak elde edilen grafen oksit etüvden çıkarıldıktan sonra katı ve sert bir form almıştır. Elde edilen grafen oksitin katı formu uygulanacak fular işlemleri açısından uygun değildir. Bu uygulamanın yapılabilmesi için uygulanacak malzemenin çözelti formuna getirilmesi gerekmektedir. Bu nedenle, optimizasyon programı yardımıyla kullanılacak miktarı belirlenen GO 1, 2 ve 3 g olacak şekilde 250 mL balon jojelerde işletme suyu ile manyetik karıştırıcı kullanılarak hazırlanmıştır. Elde edilen çözeltiler Şekil 5.5'te gösterilmiştir.



Şekil 5.5 : Grafen oksit ile hazırlanmış çözelti örnekleri.

Uygulama sırasında hazırlanan çözeltiler, çökelme oluşumunu engellemek için kumaş üzerine yapılacak işlemler öncesinde manyetik karıştırıcı yardımıyla karıştırılmıştır.

5.5 Kumaş Üzerine Yapılan GO Uygulamalarında Kullanılan Yöntemler

Sentezlenen GO'in kumaş üzerine uygulamalarının yapılabilmesi için tekstil endüstrisinde sıkça kullanılan emdirme ve çektirme yöntemleri tercih edilmiştir. Tez çalışmalarında uygulanan yöntemlerde ise hem proses hem de uygulama şartlarının farklılığının kumaş fonksiyonel özelliklerine de etki edeceği düşülmektedir.

5.5.1 Emdirme yöntemi (Pad batch – Fular boyama)

Emdirme yöntemi; kumaşın tekne (fular) içinde düşük miktarda boyarmadde ve su ile işleme tabi tutulmasıdır. Kumaş fulardan geçirildikten sonra basıncı 1-5 bar arasında değişen silindirler yardımıyla sıkılır. Tercih edilen bu boyama oda sıcaklığında gerçekleştirilir ve boyarmaddenin kumaş yüzeyine tutunmasının sağlanabilmesi için bağlayıcı özelliğe sahip birçok kimyasal kullanılır.

Uygulanan proseste kullanılan sıkma silindirlerin basıncı kalite problemlerinin yaşanmaması adına önem arz etmektedir. Silindir basıncı hafif gramajlı ve kalınlığı

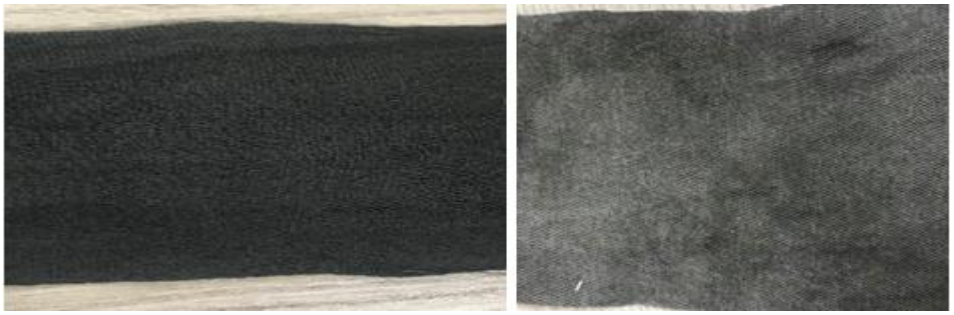
düşük kaliteler için çoğunlukla 2,5 bar değerini geçmemelidir. Bunun yanı sıra; boyar madde gruplarının fular içerisindeki çözeltide düzenli dağılımının sağlanması doğru boyama işlemlerinin olmazsa olmazları arasında yer alır. Çözelti içerisindeki düzgün dağılımın sağlanabilmesi için tekstil yardımcı kimyasallarından olan dispergatörler kullanılır. Dispergatörler, boyarmadde gruplarının çok düzgün ve süspansiyon halinde kalmasını sağlar. Çözelti içerisine eşit şekilde dağılan boyar madde grubu kumaş yüzeyine doğru emilimin olmasını sağlar. Bu işlem ardından kumaş kalitesine göre değişen proses şartlarında fırınlara konulan kumaşın üretim işlemleri bitirilir. Literatürde; "soğuk işlemler" olarak da bilinen uygulama sorunsuz kalitelerde tercih edilir. Bu prosesin uygulanabilmesi için kullanılan ekipmanların boyama proses şartlarını sağlayabiliyor olması gereklidir. Bunun için silindirlerin baş-son-orta kısımlarının aynı basınç değerlerinde çalışması; boyar maddenin kumaş üzerine emdirilmesinde öncelikli rol oynar. Grafen oksit sentezlenmesinin ardından elde edilen sulu GO çözeltisi, fular uygulamalarında doğru emdirmenin yapılabilmesi için manyetik karıştırıcı yardımıyla 120 dakika karıştırılmıştır. Çözelti içerisinde düzgün dağılımın sağlanmasının ardından GO kumaş parçalarına Şekil 5.6'da görülen mini fular makinası yardımıyla uygulanmıştır.



Şekil 5.6 : Denemelerde kullanılan mini fular makinası.

Fular uygulaması yapılmadan önce sentezlenen GO çözeltileri 250 mL'lik balonjojelerde 1, 2 ve 3 g olacak şekilde hazırlanmış ve fular temizlenmiştir. Mini fular basıncı 2,5 bar yapılarak çözelti silindir arasına dökülmüştür. Mini fular yaş alım oranı %80 olarak ayarlanmıştır. Kumaş üzerine uygulama işlemlerinde herhangi bir kimyasal ilave edilmemesi nedeniyle her bir kumaş fulardan 3 kez geçirilmiştir. Kumaş fular uygulamalarının ardından mini ram makinası kullanılarak bitim işlemleri gerçekleştirilmiştir. Yapılan işlemleri sonrasında kumaş gramajında dikkate değer değişim yaşanmadığı gözlemlenmiştir.

Kumaş fular uygulamaları yapılırken uygulanan proses şartlarının belirlenmesinde; Taguchi metodu ve işletme üretim verileri kullanılmıştır. Kumaş mini fular uygulamaları sonrasında kumaşların aldığı görünüm Şekil 5.7'de görüldüğü gibidir.



Şekil 5.7 : Mini fular uygulama sonrasında kumaş görünümleri.

5.5.2 Çektirme yöntemi (Jet boyama)

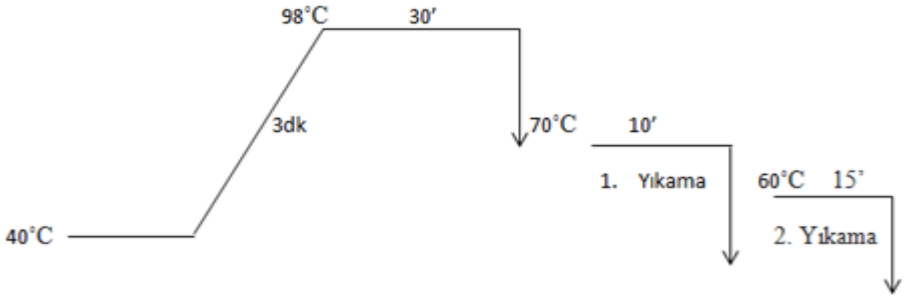
Tekstil üretim aşamalarından boyama; lif, iplik ve kumaşa renk verme işlemi veya boyama ile hazır giyimi şekillendiren en önemli özelliktir. Çektirme yönteminde yapılan boyama işlemi; yüksek sıcaklık ve basınçta gerçekleştirilir. Bu işlem; farklı tip makinalarda yapılabilir. örneğin; Jbox (jet), pipo tipi (yassı ve salyangoza benzeyen makine) ve beam (kumaşın silindire sarılarak boyanmasında kullanılan makina) vb. olarak sıralanabilir. Yapılacak boyama işlemlerinde tercih edilecek makinenin belirlenmesinde kumaş kalitesi ve gramajın etkisi yüksektir. Örneğin; 350 g/m^2 interlok yapıdaki bir örme kumaşın boyahane üretim süreçleri jet tipi makinalar tercih edildiğinde boyama sonrası çeşitli kalite problemlerinin (kırık, abraj, migrasyon, vb.) yaşanmasına neden olabilir. Dolayısıyla, üretimi yapılması planlanan kumaş kalitesinin ağırlık ve ilmek boyu boyama işlemlerinde kullanılacak makinenin belirlenmesinde dikkate alınması gereken özellikler arasındadır. Tekstil kumaş boyama işlemlerinde genellikle, "Çektirme Yöntemi" tercih edilir. Şekil 5.8'de tez çalışmaları kapsamında kullanılan laboratuvar ölçekli düz boyama makinası gösterilmektedir.



Şekil 5.8 : Tez çalışmasında kullanılan laboratuvar tipi boyama makinası.

Tez çalışmalarının boyama işlemlerinde kullanılmak için sentezlenen grafen oksit; 1, 2 ve 3 g olarak şekilde boyama reçetelerine eklenmiştir. Laboratuvar ölçekli tüp boyamada kullanılacak kumaşın doğru boyanabilmesi için ilk önce ön terbiye işlemleri tamamlanmıştır. Ön terbiye işlemleri; hidrofobik ve mukavemet açısından uygun olmayan kumaşın boyahane işlemlerine hazırlanması olarak tanımlanabilir. Endüstriyel üretim açısından bu işlem kumaş kalitesine ve kumaş boya rengine bağlı olarak değişmektedir. Pamuk içerikli kumaşlarda bu işlem genellikle; 98˚C'de gerçekleştiği için "98 Kasar" olarak bilinir. Kullanılan ıslatıcılar, tekstil yardımcı kimyasalları ve H_2O_2 kumaşın sarımtırak renginden daha beyaz bir görüntü almasını sağlar. Yapılan bu işlem; aynı zamanda doğal liflerin üretim aşamalarından gelen ve boyama için sorun yaratacak problemlemlerin ortadan kaldırılmasını da sağlar. "98 Kasar işlemi" genellikle, açık renge boyanacak kumaşlara uygulanan bir işlemdir. Eğer boyama işlemlerinde koyu renkler (flotte içerisindeki boya şiddeti > 1,5 g ise koyu renk olarak adlandırılır) tercih edilecek ise yüzey kapatıcılığının açık renklere oranla daha iyi olması nedeniyle 98 Kasar prosesi tercih edilmez. Koyu renge boyanacak kumaşlar için 60˚C'de kumaşı temizlemek ve kumaş hidrofilitesinin artmasını sağlayacak işlemler yapılır. Polyester içerikli kumaşlarda ön terbiye işlemleri "pişirme" olarak adlandırılır. Genelde, polyester içerikli kumaşlar doğal elyaflara kıyasla daha temiz ürünlerdir. Yüksek sıcaklıklarda ön terbiye işlemine tabii tutulması gerekmeyen polyester içerikli kumaşlar; üretim aşamasında oluşabilecek yağ, toz gibi kirlilikleri içermez. Bu nedenle, pişirme işlemi 40˚C yağ sökücü ilave edilmiş ve yaklaşık 30 dakika süren bir işlem olarak tanımlanabilir.

Tez çalışması kapsamında; kullanılan 2,80 mm ilmek uzunluğuna sahip pamuk içerikli kumaşlar; işletme şartlarında ön terbiye işlemlerine tabi tutulmuş Şekil 5.9' da gösterilen proses uygulanmıştır. Proseste kullanılan kimyasallar ise Çizelge 5.3'te gösterilmiştir.



Şekil 5.9 : Kasar prosesi.

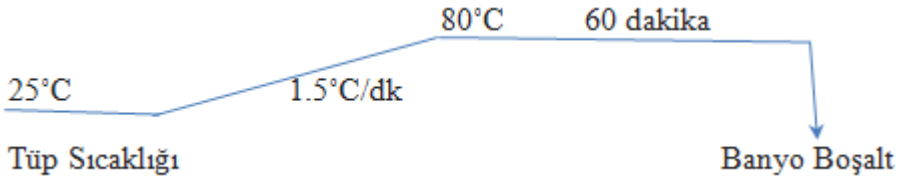
Kasar prosesinde işleme alınan suyun sıcaklığı 40˚C civarındadır. Su sıcaklığı dakikada 1,5˚C artacak şekilde ayarlanmıştır. Burada, sıcaklığın hızlıca 98˚C'ye çıkarılmamasının en önemli nedeni; kullanılan kimyasalların aktifleşme sıcaklıklarının 60˚C– 80˚C arasında olmasıdır. Bunun yanı sıra, bu işlemler kumaşın boyama işlemlerine hazırlanması açısından da "yavaş yapılması zorunlu" olan prosedür olarak gösterilebilir. Kumaş hidrofilitesinin yoğunluklu olarak artırılması bu sistem sayesinde gerçekleşir. Burada önemli olan diğer bir parametre de kumaşın kalitesidir. Kumaş kalitesi; ilmek yapısı veya ağırlığı hidrofilite özelliğini doğrudan etkileyen parametreler arasında yer alır. Kasar işlemlerinin ardından; kumaş hidrofilitesi ve kasar rengi kontrol edilmiştir. Hidrofilite kontrolü; kasar sonrası kumaşın üzerine rassal bir şekilde su damlatılarak yapılır. Dolayısıyla üretim işleyişini engellemeden kasar işleminin doğru yapılıp yapılmadığı kontrol edilir. Kasar rengi; vardiya amirleri tarafından kontrol edilerek onaylandıktan sonra boyama işlemlerine geçilir. Kasar işlemlerinin onaylanmaması durumunda ise kasar prosesi uzatılarak işlemlere devam edilir. Boyama işlemlerinde 1:10 flotteye göre hazırlanmış reçete ve kimyasallar Çizelge 5.3'te gösterilmiştir.

Çizelge 5.3 : Boyama işlemlerinde kullanılan reçeteler.

Kimyasal Adı	**Miktarı (g)**
Setalub ACA (Egalizatör)	1
Toragal MDR (Dispergatör)	1
Setacrystal VB (Çözücü ajan)	1
Tuz (NaCl)	20
Soda (Na_2CO_3)	15
GO	1,2 ve 3
Su	62

Boyama çalışmalarına geçilmeden önce boyama sırasında çözelti içerisindeki dağılımının doğru anlaşılması için sentezlenen GO'in katı formundan 3 gram alınarak 80 ˚C de 100 dakika boyama yapılmıştır. Yapılan boyama ve boya çözeltisi incelendiğinde katı form halinde kullanılan GO'in yüksek miktarının çözülmediği gözlemlenmiştir.

Bu sebeple yapılan çalışmalara 1, 2 ve 3 gramlık GO'in katı formunun 100 mL suda çözünerek devam edilmiştir. Yapılan boyama çalışmalarına 70 ˚C, 80 ˚C ve 90 ˚C olacak Şekil 5.10'da gösterilen proses ile devam edilmiştir.



Şekil 5.10 : Boyama işlemlerinde kullanılan proses.

Boyama yapılacak tüpler paslanmaz çelik malzemeden üretilmiş silindir şeklindedir. Kumaş boyama için hazırlanan çözelti kumaşlarla birlikte tüp içine yerleştirilir ve ağzı kapatılarak makine içindeki göze yerleştirilir. Uygulamayı gösteren kumaş ve tüplerin görüntüsü Şekil 5.11'de verilmiştir.



Şekil 5.11 : Boyama tüp görselleri.

Tüp sıcaklığı ve çözelti sıcaklığı ≈25˚C civarındadır. Tüp içerisindeki kumaşın doğuru boyanabilmesi adına proses sıcaklığı dakikada 1.5˚C artacak şekilde ayarlanmıştır. Tüp ve çözelti sıcaklığı 70, 80, ve 90˚C dereceye geldiğinde 60 dakika bekletilerek boyamanın tamamlanması sağlanmıştır. Boyama sonrasında kumaş üzerine herhangi bir durulama, sıcak sabunlama, sıcak durulama ya da soğuk durulama işlemi uygulanmamıştır.

Yapılan çalışmalarda etki parametrelerinin sabit tutulması adına 1, 2 ve 3 gram kullanılan GO ile tüp boyama işlemlerinde aynı proses farklı sıcaklık aralıklarında tekrarlanmıştır. İşlemler sonrasında tüp içindeki kumaş görünümleri Şekil 5.12'de verilmiştir.



Şekil 5.12 : Tüp boyama sonrası kumaş görseller.

5.6 Kumaş Üzerine Yapılan Fiziksel Testler

Kumaş üretimin en önemli basamağı, kumaş fonksiyonel özelliklerinin belirlenmesinde yararlanılan fiziksel test işlemleridir. Bu işlemler müşterinin istediği yöntemler ve standartlar çerçevesinde üretilen kumaşın analiz edilmesi olarak da yorumlanabilir. Kumaş bitim işlemlerinin ardından aşağıda sıralanan;

- Işık, Su, Ter, Kuru ve Yaş Sürtmeye karşı renk haslığı
- Mukavemet
- Boncuklanma
- Yıkama Dayanımı
- Kılcal ıslanma
- Su emicilik
- Dönme

testler yapılarak kumaş üretiminin uygun şartlarda yapılıp yapılmadığı kontrol edilir. Bahsi geçen testler üretim işlemlerinin sonlandırılabilmesi için önem arz etmektedir. Müşteri standartlarına uygun olmayan üretim yapıldığında müşteri istediği sürede teslim edilmeyen kumaşlar için üretim yapan firmaya ceza kesebileceği gibi o firma ile üretim anlaşmasını sonlandırabilir. Bunun yanı sıra müşteri standartlarının altında gerçekleştirilen üretim son kullanıcı memnuniyetini de olumsuz etkileyecektir.

Örneğin; bir beden üzerinde kullanılan farklı renkte ve kalitedeki kumaş yıkama işlemleri sonrasında renklerin birbirini kirletmesi(çapraz lekeleme) müşteri standartlarının altında üretim yapıldığının en büyük kanıtıdır.

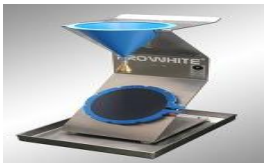
Bu sebeple bitim işlemleri gerçekleştirilen kumaşlara yapılan testler üreticiler, müşteriler ve son kullanıcılar açısından önemlidir. Yapılan tez çalışmalarında elektrik iletkenliği, kılcal ıslanma, damlama difüsyon ve patlama mukavemeti testleri alınmıştır.

5.6.1 Kılcal ıslanma testi (AATCC 197)

Kılcal ıslanma testi, dikey olarak hizalanmış kumaş örneklerinin sıvı içinde ve/veya taşınabilme yeteneğini değerlendirmek için yapılır. Bu test dokuma, örme veya dokuma olmayan (dokusuz yüzeyli kumaşlar) kumaşlara uygulanabilir. Kılcal ıslanma testi özellikle spor teknik tekstil ürün geliştirmelerinde sıklıkla tercih edilen testlerdendir.

5.6.2 Damlama difüzyon testi (UATM 079)

Damlama difüzyon testi, belirli bir su miktarının bir malzemeye tamamen yayıldığı süreyi belirmek için yapılır. Aynı zamanda bu metot sayesinde malzemenin kılcal hareket(nemlendirme) vasıtasıyla nemi hareket ettirme kabiliyetini tanımlamaya yardımcı olmak için diğer test yöntemleri birlikte kullanılır. Bu kapsamda kullanılabilecek diğer metotlar; AATCC79, GB/T 21655.1 Section 8.2, ISO 17617 Annex A olarak gösterilebilir. Şekil 5.13'te test işleminde kullanılan cihazın görüntüsü paylaşılmıştır.



Şekil 5.13 : Damlama difüzyon testinde kullanılan cihazın görüntüsü.

Yapılan test işlemlerinde yaklaşık 200x200 mm ölçüsündeki 2 adet numune bulunmalıdır. Burada kullanılacak numune nakış kasnağına oturacak kadar büyük olmalıdır. Yapılan çalışmalar daha küçük malzemeler üzerinde gerçekleştirildiyse test işlemlerinin yapılabilmesi için küçük nakış kasnağı kullanılabilir. Eğer böyle bir durum söz konusuysa test işlemlerinin doğru sonuçları yansıtabilmesi için ikiden daha fazla örnek gerekir. Test işlemleri koşullandırması yapılmış (21˚C ve %65 bağıl nem) ortamda yapılır. Kondisyonlu ortamda en az dört saat bekletilen kumaş, test edilecek yüzeyi yukarı gelecek şekilde kasnağa yerleştirilir. Test mikropipet yardımıyla 0.20 mL hacminde suyun kumaş yüzeyine uygulanması ve süre tutulmasıyla yapılır.

5.6.3 Patlama mukavemeti testi(ISO13932-1)

Mukavemet testi üretilen kumaşın uygulanan güce karşı dayanımını ifade eder. Patlama mukavemeti paraşüt kumaşları hariç yalnızca örme kumaşlara uygulanabilen fiziksel testler arasındadır. Örme kumaşların uygulanan güce karşı gösterdikleri dayanımın incelendiği test işlemlerinde ipliklerin de dayanımı incelenir.



Şekil 5.14 : Patlama mukavemeti cihazının görüntüsü.

5.6.4 Elektrik iletkenliği testi

Maddenin temel özelliklerden bir tanesi elektrik akımını iletebilmesi veya iletememesidir. Bu özelliğe göre maddeler iletken, yarı iletken ve iletken olmayan (yalıtkan veya dielektrik de denilir) diye sınıflandırılmaktadır. İletkenlik (**σ**), bazı formülleri aşağıda verilen Ohm Yasası ile genel olarak açıklanabilir.

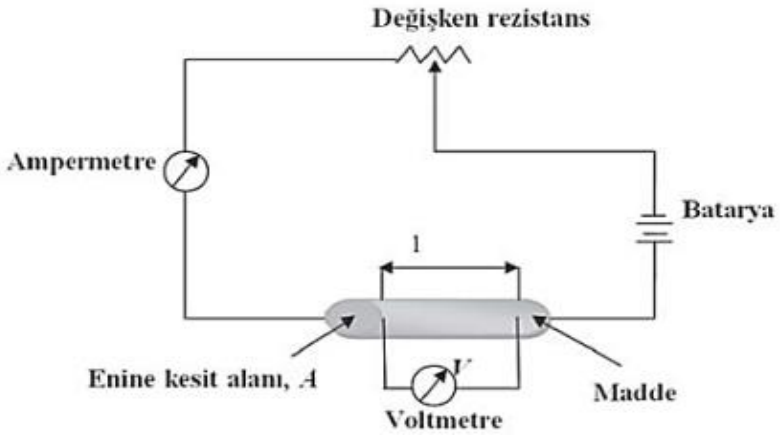
$$V = IR \tag{5.1}$$

Madde içerisinde, R elektriksel direnci (ohm,H), I elektriksel akımı (amper, A), V potansiyel farkı (volt, V) ifade etmektedir.

$$J= \sigma\varepsilon \tag{5.2}$$

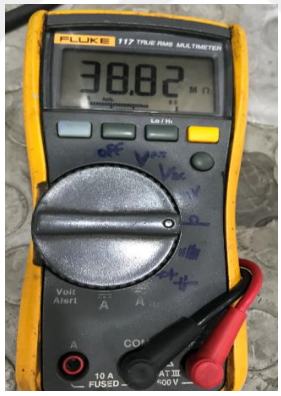
$$J= I/A \tag{5.3}$$

Burada verilen denklemlerde, J akım yoğunluğu (A/cm^2), σ iletkenlik ($1/\Omega$ cm) ve ε elektrik alan kuvvetini (V/cm) belirtmektedir. İletkenlik, elektriksel direncin tersidir ve SI birim sisteminde metredeki siemens ($S.m^{-1}$) olarak da ifade edilir.



Şekil 5.15 : Ohm yasasının bir devre üzerinde gösterimi.

Yüksek lisans tezi kapsamında yapılan çalışmalarda geliştirilmeye çalışılan nihai ürünün akıllı tekstiller alanında olması hedeflenmektedir. Dolayısıyla geliştirilmesi istenen üründe elektrik iletkenliği olmazsa olmaz özellikler arasında yer alır. Yapılan çalışmalar sonucunda grafen oksit uyugulaması yapılan kumaşların elektrik iletkenlik testleri Şekil 5.16'da gösterilen Fluke 117 multimetre makinası kullanılarak yapılmıştır. Yapılan uygulamalar sonrasında direnç ölçümünde kullanılan makinanın iki probu kumaş yüzeyine tutularak iletkenlik kontrol edilmiştir.



Şekil 5.16 : Fluke 117 multimetre elektrik ölçüm cihazı.

6. SONUÇLAR VE YORUM

Yapılan tez çalışmalarında, 2004 yılından bu yana üzerine sayısız yayının yapıldığı grafen oksit sentezi ve kumaş üzerine uygulamaları Taguchi yöntemi kullanılarak incelenmiştir. Grafen oksit sentezi literatürde sıkça tercih edilen ve iyi bilinen Modifiye Hummers metodu kullanılarak grafit tozundan elde edilmiştir. Elde edilen grafen oksitin SEM, FTIR-ATR ve Raman spektroskopik teknikleri ile analizleri yapılarak saflık değeri öğrenilmiş ve 4. Bölümde sonuçları paylaşılmıştır. Literatür incelendiğinde; grafen oksit sentezinde kullanılan grafit tozunun xrd düzeleminden (00,2) düzeleminde $2\theta = 26^{\circ}$ de bir pik gösterdiği anlaşılmıştır. Sentez işlemlerinin ardından gerçekleşen oksidasyon (002) piki molekül yapısındaki oksijen atomlarının varlığını göstermektedir. Yapılan FTIR-ATR sonucunda grafen oksitin içermesi gereken fonksiyonel grupların varlığı gözlemlenmiştir. FTIR analizinin ardından RAMAN analizi yapılmıştır. Raman spektrumunda beklendiği gibi D piki 1338 cm^{-1} ve G piki de 1571 cm^{-1} de görülmektedir. D pikinin şiddeti (ID) düzensiz yapıların derecesini, G pikinin şiddeti (IG) düzenli yapıların şiddet değerini vermektedir. Literatürde belirtildiği gibi karbon esaslı materyallerin ID/IG oranı 0,95-1,22 aralığında olması beklenmektedir [73]. Yapılan çalışmalarda Grafen oksit yapısının ID/IG oranı 1,17 bulunmuştur. Dolayısıyla, Raman spektroskopisi, sentezlenen GO yapısını doğrulamaktadır.

RAMAN analizinin ardından grafen oksitin SEM spektroskopi tekniği ile yapılan analiz sonuçlarında grafen oksit yapısının dağınık ve katmanlı şekilde üst üste bindiği daha önce yapılan literatür çalışmalarıyla desteklenmiştir. Grafen oksitin karakterizasyon test sonuçları, sentez işlemlerinin başarılı şekilde yapıldığı anlaşılmıştır. Tez çalışmalarının ilk bölümünü oluşturan grafit tozundan grafen oksit sentez çalışmaları yapılan literatür araştırmaları ve analizler yardımıyla kontrol edilmiştir. Sentez işlemlemlerinde kullanılan Modifiye Hummers metodu ile üretilen grafen oksitin yapısındaki fonksiyonel grupların varlığı analizler sayesinde anlaşılarak tez çalışmalarının ikinci aşaması olan kumaş uygulamalarına geçilmiştir.

Tekstil üretim endüstrisi oldukça geniş uygulama alanı ve birbirinden farklı ürün grupları içerir. Ülkelerin endüstriye ilerlemesi incelendiğinde tekstil üretiminde 1700'lü yıllarda kapsamlı geliştirmelerin yapıldığı fark edilmiştir. Günümüzde de gelişmiş ve gelişmekte olan ülkeler açısından tekstil endüstrisi lokomotif sektör olma özelliğini korumaktadır. Sanayinin gelişmesi ve endüstri 4.0'ın yaygınlaşmasıyla birlikte gelişmiş ülkeler tekstil üretimini gelişmekte olan ülkelere kaydırmış bu durum gelişmiş ülkeleri büyük bir pazar haline getirmiştir. Üretim pazarında yaşanan bu değişimle birlikte talep edilen kumaş fonksiyonel özellik beklentileri yükselmiştir. Kumaş fonksiyonel özelliklerinde istenen performans artışı kumaş geliştirme çalışmalarının farklılaşmasını ve tekstil üretiminin farklı alt dallara ayrılmasını sağladı. Geleneksel kumaş üretimi farklı aşamalardan oluşur ve süreç iplik geliştirilmesiyle başlar. Mevcutta üretilen ürünler düşünüldüğünde iplikler doğal ve sentetik olmak üzere ikiye ayrılır. Pamuk doğal iplikler içerisinde en büyük üretim hacmine sahiptir. Polyester iplikler ise sentetik iplikler arasında en çok üretim hacmine sahiptir. Tekstil materyallerinin üretimi sırasında kullanılan doğal kaynakların azalması nedeniyle iplik üretiminde ve üretilen kumaş içeriklerinde daha çok sentetik iplikler kullanılmaya başlanmıştır. İplikler kullanılarak kumaş geliştirmek için dokuma ve örme yapıları kullanılabilir. Bu iki yöntem birbirinden farklı makineler kullanılarak farklı kumaş yapılarının oluşturulmasını sağlar. Tez kapsamında yapılan çalışmalarda kumaş uygulamalarında örme kumaş yapısı tercih edilmiştir. Kullanılacak kumaşların örüm işlemlerinde ilmek boyunda değişikliklerin kumaş yapısında farklılıklar yaratacağı ve bu anlamda hem farklı kumaş kaliteleri hem de farklı ilmek boylarının etkilerinin incelendiği yeni çalışmalara olanak sağlayacağı düşünülmektedir. Yapılan çalışmalarda 60/1 pamuk içerikli ipliklerden 2,8 mm ilmek boyunda örme kumaşlar kullanılmıştır. Kumaş geliştirmelerinde ilmek boyu kumaş yapısının belirlenmesinde kullanılan en önemli etkenlerin başında gelir. İlmek boyu, kumaş sıklığı ya da gevşekliği olarak tarif edebileceğimiz kumaş kalitesinin fonksiyonel yapısını etkiler. Bunun yanı sıra kumaşın bir diğer önemli özelliği olan ve birim maliyetini etkileyen gramajına doğrudan etki eder. Örneğin 2,1 ilmek boyu ile örülen kumaş 2,5 ilmek boyu ile örülen kumaşa göre daha sıkı bir yapı sergiler. Yapılan tez çalışmalarında kullanmak için 2,8 mm ilmek boyu ile 60/1 süprem kalite kumaşlar örülmüştür. Burada özellikle daha salık bir örgü yapısının seçilmesinin nedeni kumaş üzerine yapılacak grafen oksit uygulamalarında yüzey kapatıcılığına olan etkinin daha rahat anlaşılabilecek olmasıdır.

Yapılan uygulamalar sonrasında standart kumaş kalitesi olarak da bilinen süprem kumaş kalitesinin fonksiyonel özelliklerinde yaşanan değişimler incelenmiştir. Örme işlemlerinin ardından grafen oksit, tekstil üretiminde sıkça kullanılan emdirme ve çektirme metodları yardımıyla kumaş yüzeyine uygulanmıştır. Bu yöntemler boyahane işlemlerinde sıkça tercih edilen ve literatür incelendiğinde üzerine çalışmalar yapılmaya devam eden uygulamalar olarak sıralanabilir. Ayrıca tekstil endüstrisinde her işletmenin kendi üretim şartları ve özellikleri olduğu düşünüldüğünde yapılan çalışmaların emdirme ve çektirme yöntemlerinde yeni proseslerin geliştirilmesine olanak sağlayacağı öngörülmektedir.

Kumaş üzerine GO uygulamalarında kullanılan emdirme yöntemi, paslanmaz çelik yapısında bir fularda kimyasal ve kumaşın birleştirilme işlemi olarak tanımlanabilir. Emdirme yönteminde uygulama yapılacak kimyasalın çözelti içerisinde homojen dağılmış olması büyük önem arz eder. Doğru dağılımın olmaması durumunda kumaşta fiziksel kalite hatalarıyla karşılaşılabilir. Bunun yanı sıra fulardan geçen kumaşın istenen özelliklere sahip olmasını sağlayacak kimyasalların kumaş yüzeyinde kalması kullanılan silindir basıncıyla da değişiklik gösterir. Fular içerisinden geçen kumaş pick-up (kimyasal ve su alma oranı) değerine göre belirlenen sıkma silindirden geçirilir. Sıkma silindiri 1-5 bar arasında güç uygulayan üzeri kauçuk kaplı malzemedir. Sıkma silindirinin en önemli görevi kumaş üzerinde kalan fazla kimyasal ya da suyun kumaş yüzeyinden uzaklaştırılmasını sağlamaktır. Eğer kumaş kalitesinde özel bir kalınlık ya da yüzey sertliği istenmiyorsa genelde sıkma silindir basıncı 2,5 bar olarak ayarlanır. Emdirme yönteminde kumaş üzerine yapılacak uygulamaların tamamında fular basıncı 2,5 bar olarak sabit tutulmuştur. Uygulama, 250 mL balon jojeye seyreltilen GO çözeltisinin fulara konulup kumaşların fulardan geçirilmesiyle yapılmıştır. Yapılan çalışmalarda kumaş yüzeyinin GO ile kaplanabilirliğinin doğru anlaşılabilmesi için çözelti içerisine herhangi bir binder ya da fiksatör ilavesi yapılmamıştır.

Kumaş üzerine yapılacak uygulamalarda kullanılacak grafen oksit miktarı ve proses sürelerinin belirlenmesinde Taguchi Yönteminden yararlanılmıştır. Taguchi Yöntemi'ne göre optimum kimyasal miktarı ve proses şartlarının belirlenmesi için 3 seviyeli, 3 faktörlü Ortogonal Sıralamayla deney planı oluşturulmuştur.

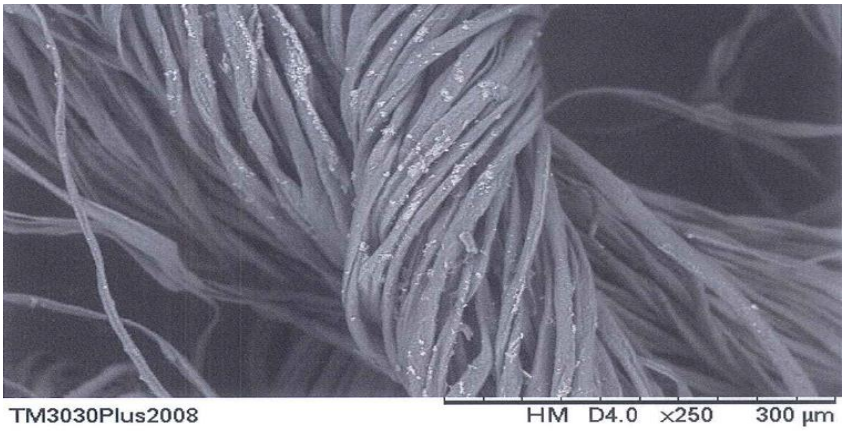
Uygulamada GO miktarının ve kurutma sıcaklığının kumaş yüzeyine bağlanmadaki etkisi incelenmiştir. Kurutma işleminde 120 °C 60 dakikada uygulanan prosesin ve 3 g kullanılan grafen oksitin kumaş yüzey kapatıcılığının diğerlerine göre daha uygun olduğu gözlemlenmiştir.

Kumaş üzerine GO uygulamalarında kullanılan çektirme yönteminde ise işletmelerde sıkça kullanılan laboratuvar ölçekli tüp boyama yapılmıştır. Yapılan tüp boyamalarda yardımcı kimyasallar ve miktarları sabit tutulmuş ve boyarmadde yerine grafen oksit kullanılmıştır. Bu yöntemin kullanılmasının en önemli nedeni büyük çaplı üretimlerde kullanılan temel yöntem olmasıdır. Bunun yanı sıra uygulamalarda kullanılacak kumaş yüzeyine yüksek sıcaklıklarda uygulanan grafen oksitin doğal elyaf ile bağlanma oranının artırılması planlanmıştır. Yapılan uygulamada kullanılan proses şartları belirlenirken Taguchi metodu ve doğal elyaf içeren kumaşlara uygulanan prosesler göz önünde bulundurularak karar verilmiştir. Kumaş yüzeyine uygulanan çektirme ve emdirme yöntemleri grafen oksitin kumaş yüzeyine bağlanması ve kumaş görünüm kalitesi açısından çektirme yöntemi daha uygun bulunmuştur.

6.1 Uygulama Sonrası Kumaşa Yapılan Testler

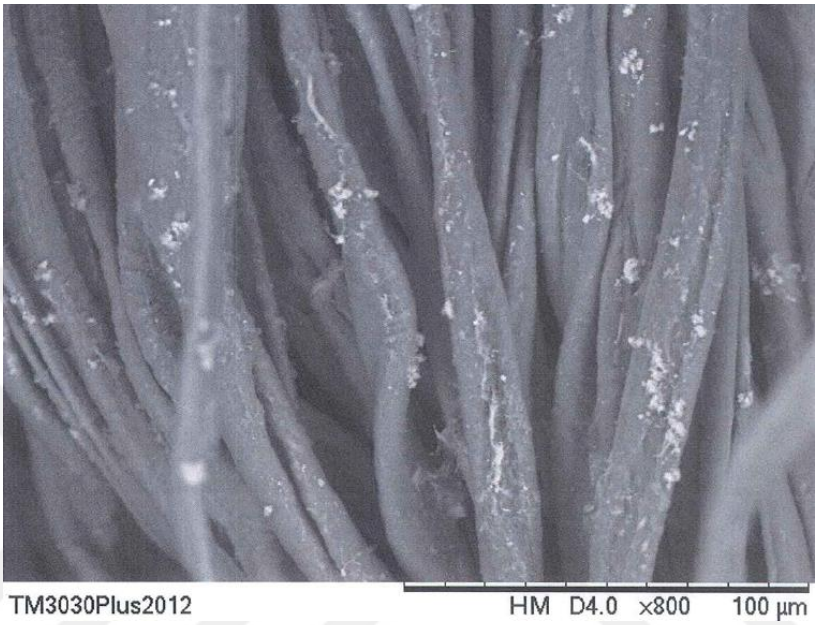
6.1.1 Kumaş üzerine uygulanan GO SEM analizi

Çektirme ve emdirme yöntemleri yardımıyla kumaş yüzeyine uygulanan grafen oksitin kumaş üzerinde birikimini gözlemleyebilmek adına SEM analizden yararlanılmıştır. Kumaş üzerinde tutunan grafen oksitin SEM görüntüsü Şekil 6.1’ de verilmiştir.



Şekil 6.1 : Çektirme yöntemiyle kumaş üzerinde birikmiş GO SEM görüntüsü.

Alınan SEM görüntüsünden de anlaşılacağı üzere çektirme yöntemiyle kumaş üzerine yapılan grafen oksit uygulamalarında başarılı olunmuştur. Çektirme yönteminde kullanılan reçtenin içerisinde geleneksel tekstil üretiminde sıkça tercih edilen fiksatör kullanılmadan yapılan bu uygulamanın başarılı olması birim üretim maliyetlerin azaltılması açısından da önem arz etmektedir. Şekil 6.2'de emdirme yöntemiyle kumaş üzerine uygulanan grafen oksitin SEM görüntüsü yer almaktadır.



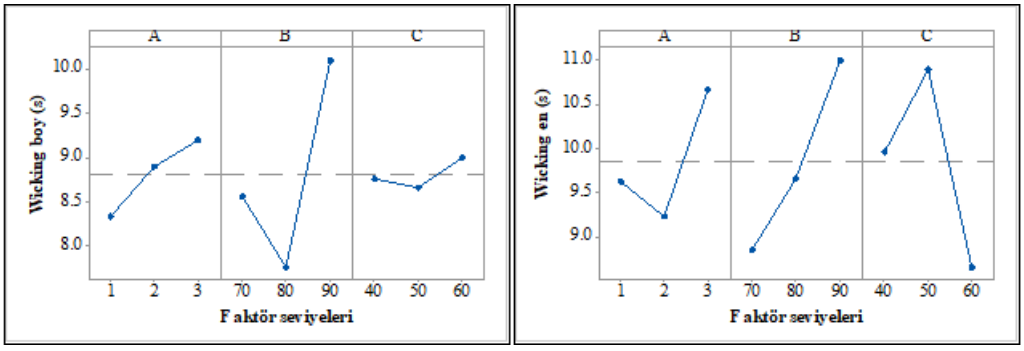
Şekil 6.2 : Emdirme yöntemiyle kumaş üzerinde birikmiş GO SEM görüntüsü.

Emdirme yönteminde kumaş yüzeyine tutunan grafen oksit miktarı çektirme yönteminde kumaş yüzeyine tutunan grafen oksit miktarına kıyasla daha az olmakla birlikte grafen oksitin kumaş yüzeyinde biriktiği gözlemlenmiştir. Yapılan emdirme uygulamalarında kumaş yüzeyine tutunma oranının düşük olması, endüstride sıkça kullanılan kumaş yüzey tutuculuğunu artıracak herhangi bir fiksatörün (bağlayıcı ajan) kullanılmamasına bağlanmaktadır. Bunun yanı sıra emdirme uygulamalarında işlem süresinin ortam şartlarında ve kısa sürede gerçekleştirilmesi kumaş yüzeyinde biriken grafen oksit miktarını etkileyen en önemli faktörlerdendir.

6.1.2 Kılcal ıslanma testi

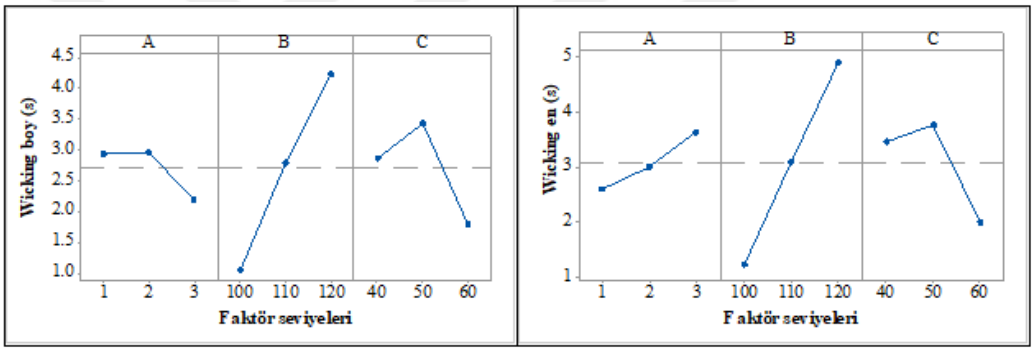
Kılcal ıslanma testi, dikey olarak hizalanmış kumaş örneklerinin sıvı içinde ve/veya taşınabilme yeteneğini değerlendirmek için yapılır. Bu test dokuma, örme veya dokuma olmayan (dokusuz yüzeyli kumaşlar) kumaşlara uygulanabilir. Yapılan uygulamalar sonrasında kumaşın kılcal ıslanma test değerinde yaşanan değişiklikler incelenmiştir.

Çektirme ve emdirme yöntemiyle grafen oksit uygulaması yapılan kumaşlara uygulanan kılcal ıslanma test sonuçlarının Taguchi Yöntemi ana etki analiz seviyeleri Şekil 6.3' te verilmiştir.



Şekil 6.3 : Çektirme yöntemi kılcal ıslanma testi ana etki analiz seviyeleri.

Emdirme yöntemiyle grafen oksit uygulanmış kumaşlara yapılan kılcal ıslanma test sonuçları Şekil 6.4' te verilmiştir.



Şekil 6.4 : Emdirme yöntemi kılcal ıslanma testi ana etki analiz seviyeleri.

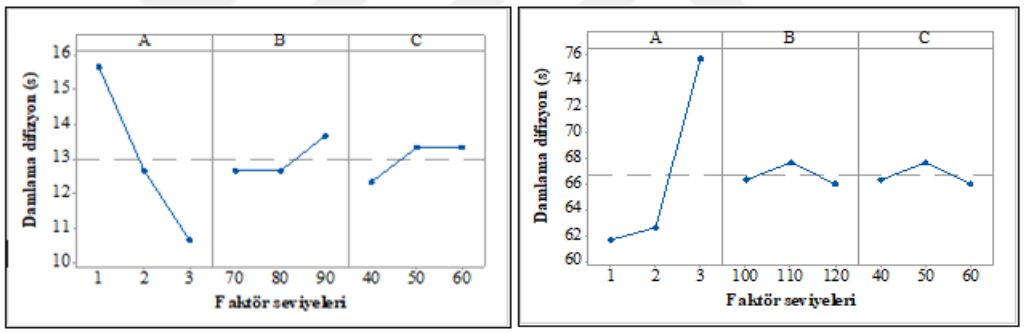
Kılcal ıslanma testi, spor teknik tekstil kumaş geliştirmelerinde sıklıkla yapılan performans testleri arasındadır. Test sonucu, geliştirilen kumaşın kullanıcının terini vücudundan atabilme performansını gösteririr. Dolayısıyla kılcal ıslanma spor teknik tekstilleri açısından önemli bir parametre olarak değerlendirilebilir. Grafen oksit uygulamaları sonrasında yapılan kılcal ıslanma testlerinde çektirme yönteminin emdirme yöntemine göre daha başarılı olduğu tespit edilmiştir. Emdirme yönteminde kumaş üzerine kimyasal uygulama süresinin fonksiyonel özelliklerin geliştirilmesinde önemli etken olduğu düşünüldüğünde kılcal ıslanma performans farklılıkları normal olarak değerlendirilebilir. Bunun yanı sıra uygulamalar sırasında tekstil yardımcı kimyasallarından binder veya fiksatör kullanılmamıştır. Bu sebeple uygulama sonrasında kumaş yüzeyine grafen oksitin bağlanması başarılı şekilde uygulanamamış olabilir.

Yapılacak optimizasyon çalışmalarında piyasada kullanılan üç, altı ve sekiz karbon içerikli fiksatör ve binderler kullanılarak kumaş yüzeyine bağlanma üzerine etkileri incelenebilir.

Ayrıca kumaş yapısının fular uygulamaları için uygunluğu da düşünülerek farklı ilmek boyu ile örülmüş farklı gramajlardaki kumaşlar üzerine yapılan grafen oksit uygulamalarının fonksiyonel özellikleri incelenebilir.

6.1.3 Damlama difüzyon testi (Absopsiyon)

Damlama difüzyon testi, belirli su miktarının bir malzemeye tamamen yayıldığı süreyi belirleyebilmek için kullanılan test yöntemidir. Test detayında malzemenin nemlendirme vasıtasıyla malzemenin üzerindeki nemin hareket kabiliyetini tanımlamaya yardımcı olur. Çektirme yöntemiyle grafen oksit uygulaması yapılan kumaşlara uygulanan damlama difüzyon test sonuçlarının Taguchi yöntemi ana etki analiz seviyeleri Şekil 6.5'te verilmiştir.

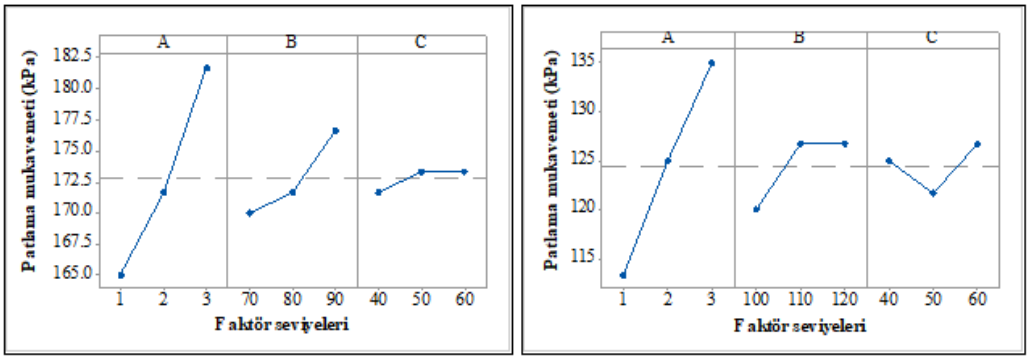


Şekil 6.5 : Çektirme ve emdirme yöntemi ana etki analiz seviyeleri.

Yapılan test sonuçlarına göre emdirme yöntemiyle grafen oksit uygulanan kumaşların performansı yüksek çıkmıştır. Damlama difüzyon testi, kılcal ıslanma testiyle birbirinin çapraz sağlaması olarak görülebilir. Grafen oksit uygulamalarında kullanılan çektirme yöntemi kılcal ıslanma test değerleri emdirme yöntemine göre daha yüksek performansa sahip bulunmuştu. Dolayısıyla damalama difüzyon test değerlerinde emdirme yöntemlerinin yüksek performanslı bulunması aslında uygulamanın başarılı olduğunu gösteren bir başka noktadır.

6.1.4 Patlama mukavemeti testi

Patlama mukavemeti genellikle örme kumaşlara uygulanan fiziksel testler arasındadır. Örme kumaşların uygulanan güce karşı gösterdikleri dayanımın incelendiği test işlemlerinde ipliklerin de dayanımı incelenir. Geliştirilen kumaşın kaç kilo Pascal'a kadar dayandığı rapor edilerek müşteri standartlarına uygun olup olmadığı rapor edilir. Tez çalışmalarında iki farklı yöntemle kumaş üzerine uygulanan grafen oksitin, kumaş fonksiyonel özelliklerinden mukavemete olan etkisi incelenmiştir. Çektirme yöntemiyle grafen oksit uygulaması yapılan kumaşlara uygulanan patlama mukavemeti test sonuçları Şekil 6.6'da verilmiştir.



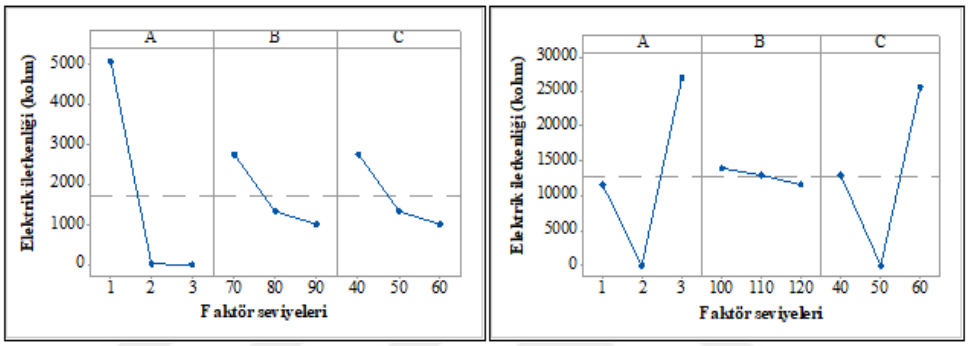
Şekil 6.6 : Çektirme ve emdirme yöntemi patlama testi ana etki analiz seviyeleri.

Yapılan testlerin sonuçlarına göre grafen oksit uygulama yapılan kumaş örneklerinin grafen oksit uygulaması yapılmayan kumaşlara göre patlama mukavemet değerleri daha yüksek bulunmuştur. Üzerine uygulama yapılmayan 60/1 2,8 mm ilmek boyu ile örülmüş kumaşa yapılan patlama mukavemeti test sonucu 100 kPa olarak bulunmuştur. Kumaş üzerine emdirme ve çektirme olmak üzere iki farklı yöntem uygulanmıştır. Kumaş gramajında değişiklik olmamasına rağmen çektirme yöntemi uygulanan kumaşların emdirme yöntemi uygulanan kumaşlara göre patlama mukavemet değerleri neredeyse 30 kPa daha dayanıklı olduğu anlaşılmıştır. Test sonuçlarında yaşanan bu farklılıkların uygulama yöntemlerindeki proses farklılıklarından kaynaklandığı düşünülmektedir. Emdirme yönteminde kumaş ile kimyasalın kısa sürede gerçekleşen temasının kumaş üzerine grafen oksitin tutunması için yeterli olmadığı düşünülmektedir. Bu farkı minimize etmek için emdirme yönteminde uygulama yapılacak kumaş fulardan 3 er kez geçirilmiştir ve ardından kurutma işlemine tabi tutulmuştur. Her açıdan bakıldığında çektirme yönteminde uygulanan prosesin patlama mukavemeti açısından daha uygun olduğu sonucuna varılmıştır.

6.1.5 Elektrik iletkenliği testi

İletkenlik ölçümü, elektrik direncinin karşılıklı değeri olarak sadece metal iki cisim arasında ölçülen bir değer değildir. Teknolojinin gelişmesiyle birlikte akıllı tekstil alanında yapılan çalışmalarda veri alışverişinin sağlanabilmesi için elektrik iletkenliği önemli parametrelerdendir. Yapılan uygulamalar sonrasında kumaş yüzeyinde iletkenlik testleri Fluke 117 test cihazıyla yapılmıştır.

Çektirme yöntemiyle grafen oksit uygulaması yapılan kumaşların iletkenlik test sonuçları Şekil 6.7'de verilmiştir.



Şekil 6.7 : Çektirme ve emdirme yöntemi elektrik iletkenliği ana etki analiz seviyeleri.

Yapılan test sonuçlarından da anlaşılacağı üzere çektirme yöntemleri kullanılan grafen oksit uygulamaları iletkenlik sonuçları emdirme yöntemiyle uygulanan grafen oksite göre daha iyi değerlerde raporlanmıştır. Bu tarz uygulamalarda öncelikli etken fonksiyonel özellikleri sağlayacak kimyasal miktarı olsa da kimyasalın kumaşa uygulama yöntemi de önem arz etmektedir. Akıllı tekstil uygulamalarında kullanılan yöntem verilerin aktarımı ve işlenebilirliği açısından önem arz etmektedir. Dolayısıyla uygulama sonrasında ölçülecek değer kurulacak entegre sisteminin tasarımını da etkiler.

6.2 Kumaş Üzerine Yapılan GO Uygulamalarında Kullanılan Yöntemler

Çizelge 6.1 : Çektirme yöntemi için faktör etkileri ve ilişkili p-değerleri.

Faktör	Elektrik İletkenliği(Ω)		Patlama Mukavemeti(kpa)		Damlama Difüzyon(sn)		Kılcal Islanma en		Kılcal Islanma boy	
	Faktör etkisi	p-değeri	Faktör etkisi	p-değeri	Faktör etkisi	p-değeri	Faktör etkisi	p-değeri	Faktör etkisi	p-değeri
Sabit	2.35	0.066	16.69	0.000	3.48	0.018	0.70	0.515	0.30	0.773
A	-3.18	0.025*	10.74	0.000*	-7.32	0.001*	0.99	0.366	1.04	0.346
B	-1.10	0.323	4.30	0.008*	1.46	0.203	2.05	0.096	1.84	0.125
C	-1.09	0.324	1.07	0.332	1.46	0.203	-1.25	0.267	0.28	0.791

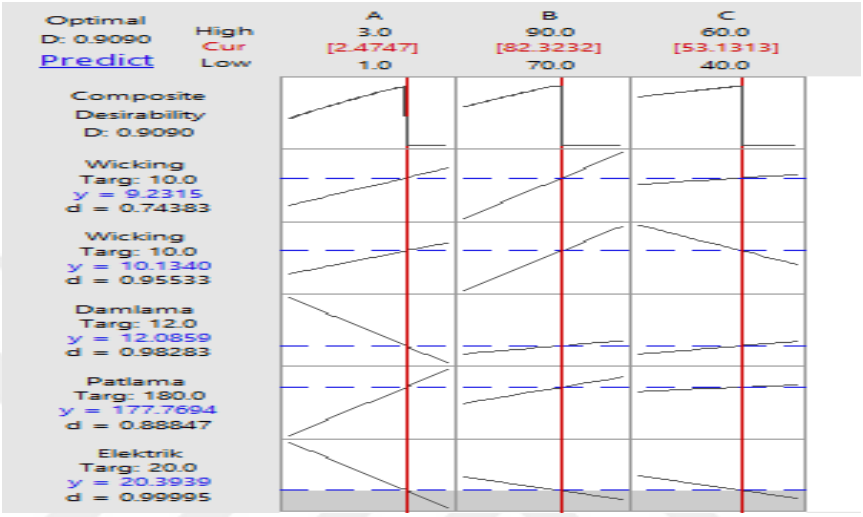
Çizelge 6.2 : Emdirme yöntemi için faktör etkileri ve ilişkili p-değerleri.

Faktör	Elektrik İletkenliği(Ω)		Patlama Mukavemeti(kpa)		Damlama Difüzyon(sn)		Kılcal Islanma en		Kılcal Islanma boy	
	Faktör etkisi	p-değeri	Faktör etkisi	p-değeri	Faktör etkisi	p-değeri	Faktör etkisi	p-değeri	Faktör etkisi	p-değeri
Sabit	-0.19	0.853	2.80	0.038	2.55	0.051	-3.41	0.019	-2.69	0.043
A	0.85	0.433	6.02	0.002*	3.96	0.011*	1.50	0.195	-1.07	0.334
B	-0.13	0.901	1.85	0.123	-0.09	0.929	5.31	0.003*	4.62	0.006*
C	0.71	0.509	0.46	0.663	-0.09	0.929	-2.12	0.087	-1.56	0.180

*α=0.05anlamlılıkderecesindeistatistikiolarak etkili faktör; (+) Sinerjistik etki ;(-) Antagonistik etki

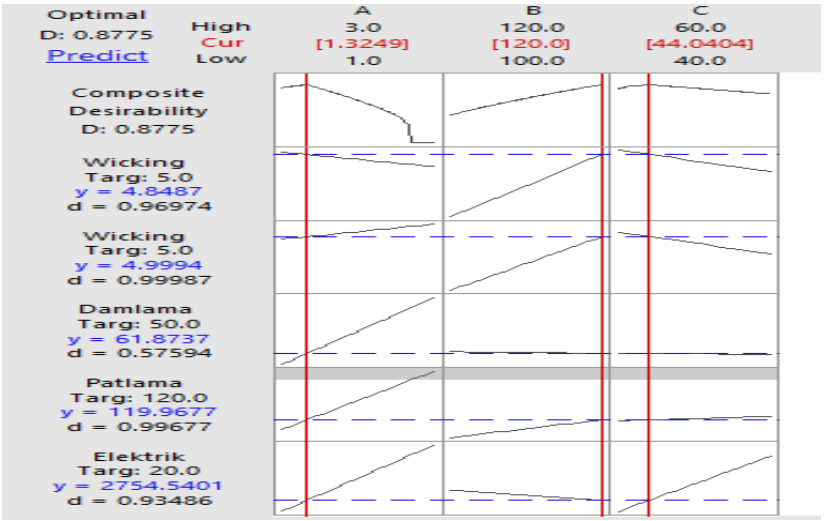
6.3 Çektirme ve Emdirme Yöntemi Optimizasyon Uygulaması

İstenirlik fonksiyonu yaklaşımına göre sırası ile elektrik direnci değerini 20 kohm, Patlama Mukavemeti 180 kPa, Damlama Difüzyon süresi 12 sn., kılcal ıslanma En ve Boy değerlerini ise 10 sn. olarak hedefleyen optimal grafen oksit miktarı %2,47, sıcaklık değeri 82.32°C ve proses süresi 53,13 sn. olarak belirlenmiştir.



Şekil 6.8 : Çektirme yöntemi için optimum faktör seviyeleri.

İstenirlik fonksiyonu yaklaşımına göre sırası ile elektrik direnci değerini 20 kohm, Patlama Mukavemeti 120 kPa, Damlama Difüzyon süresi 50 sn., kılcal ıslanma en ve boy değerlerini ise 5 sn. olarak hedefleyen optimal grafen oksit miktarı %1,32, sıcaklık değeri 120°C ve proses süresi 44.04 sn. olarak belirlenmiştir.



Şekil 6.9 : Emdirme yöntemi için optimum faktör seviyeleri.

6.4 Kumaş Üzerine Grafen Oksit ile Yapılabilecek Çalışmalar İçin Öneriler

Yapılan tez çalışmaları iki aşamadan oluşmaktadır. İlk aşamasında Modifiye Hummers yöntemi yardımıyla grafit tozundan grafen oksit sentezi yapılmıştır. Kullanılan metodun dışında birçok metod olmakla birlikte diğer yöntemlerde grafen oksit sentezi sırasında SO_2 ve NO_2 gibi zehirli gazlar çıkmaktadır. Bu da hem sentez sırasında çalışanlar açısından hem de çevre açısından uygun değildir. Kullanılan metod diğerleriyle kıyaslandığında hem nihai ürünlerin verimliliği hem de çevre açısından daha uygundur. Tez çalışmalarında grafen oksitin üretiminde kullanılan metod sıklıkla kontrol edilmesi ve takip edilmesi gereken aşamalardan oluşmakla beraber yüksek kapasiteli üretimler için uygun hale getirilebilir. Burada endüstri 4.0 kapsamında sistemler geliştirilerek ve düzgün çalışan bir proses kontrol sistematiğinin büyük çaplı üretim sorunlarını ortadan kaldıracağı düşünülmektedir.

Grafen oksit günümüzde birçok teknolojik üründe hem ana ürün hem de ana ürünün istenen özelliğinin sağlanmasına olanak getiren çok yönlü bir malzemedir. 2004 yılında keşfinden sonra birçok teknolojik çalışmanın alt yapısında yer alan grafen oksit yavaş yavaş üretim endüstrisinde de kullanılmaya başlanmıştır. Akıllı telefonlar, taşınabilir piller, membranlar, sensörler, polimer kompozitler, ısı transfer malzemeleri, kapasitörler, havacılık ve otomotiv sektörü grafen oksitin kullanıldığı başlıca alanlar arasında gösterilebilir. Yukarıdan da anlaşılacağı üzere grafen oksit ve uygulama alanları gün geçtikçe genişlemektedir. Bu sebeple GO üzerine yapılan çalışmalar büyük önem arz etmektedir. Tez kapsamında yapılan grafen oksitin kumaş üzerine yapılan uygulamalarında akıllı tekstil alanında nihai ürün geliştirmesi amaçlanmıştır. Tekstil endüstrisi ülkemizin önemli üretim faaliyetlerinin sürdürüldüğü sektörlerin başında gelmektedir ve dünya çapında teknik tekstil alanında uzmanlaşma çalışmaları yapılmaktadır. Teknik tekstiller, estetik ve dekoratif özelliklerinden ziyade, sahip oldukları teknik ve performans özellikleri için imal edilen tekstil malzemeleri ve ürünleridir. Teknik tekstiller kendi içinde farklı gruplara ayrılır. Bu gruplardan bazıları; tarım teknik tekstilleri, bina ve inşaat alanında kullanılan tekstil malzemeleri, giyim teknik tekstilleri, ev teknik tekstilleri, spor teknik tekstilleri ve akıllı tekstiller olarak sıralanabilir. Teknik tekstillerin içerisinde yer alan akıllı tekstiller alanında çalışmalar özellikle hazır giyim endüstrisi açısından hızla ilerlemektedir.

Grafen oksit ve benzeri malzemelerin kumaş yüzeyine uygulanacak katma değeri yüksek ürünlerin geliştirilmesi ülkemizin inovasyon çalışmaları açısından da büyük önem taşımaktadır. Tekstil üretimi farklı aşamalardan oluşan kapalı ve birbirinden farklı entegre sistemlerden oluşmaktadır. Bunlar iplik üretimi, boyahane üretimi, terbiye, baskı ve parça baskı ve parça baskı olarak sıralanabilir. Tez çalışmalarında grafen oksit terbiye ve boyahane işlemleriyle kumaş yüzeyine uygulanmıştır. Uygulama işlemlerinin ardından yapılan test işlemleri sonrasında ekstra kimyasal ilavesi olmadan kumaş yüzeyinde tutunma konusunda başarılı olmuştur. Yapılan tez çalışmalarında kullanılan proses ve proses şartları değerlendirilerek kumaş ilmek boylarında yapılan değişikliğin grafen oksit uygulamaları sonrasında kumaş üzerinde yarattığı değişiklik incelenebilir. Bunun yanı sıra kumaş geliştirmelerde kullanılan en önemli hammadde olan iplik geliştirmelerinde de grafen oksitin fonksiyonel özelliklere olan etkisi incelenebilir. Bunun yanı sıra iplik çekim işlemleri aşamasında sentetik iplikler geliştirilirken farklı fonksiyonel özelliklerin grafen oksit ve yardımcı farklı kimyasallarla uygulanabilirliği incelenebilir. Örneğin son dönemde hızlı moda müşteriler tarafından sıkça talep edilen glow in the dark, termokromik vb özelliklere sahip ipliklerin geliştirme çalışmalarında farklı 3D tasarımlarının yapılmasını sağlayacak entegre devre sistemlerinin geliştirilebilmesi için grafen oksitin etkisi incelenebilir. Kumaş geliştirme işlemleri dokuma modeli, örme modeli ve dokusuz yüzey modellerinden oluşmaktadır. Her bir kumaş modeli farklı yapıdan, farklı üretim makinaları kullanılarak farklı üretim aşamalarından geçirilerek oluşturulmaktadır. Yapılan tez çalışmalarında standart pamuk iplikler kullanılarak 60/1 süprem kalitesinde kumaşlar örülmüştür. Kumaşların örüm sırasında 2,8 mm ilmek boyu kullanılmış ve kumaş yapısı normal standartlarda üretilen süprem kumaş kalitesine göre daha gevşek yapıda olarak geliştirilmiştir. Bu kapsamda yapılacak yeni çalışmalarda farklı ilmek boyu ile örülmüş farklı kumaş kaliteleri üzerine çalışmalar yapılabilir. Özellikle spor teknik tekstilleri ve akıllı tekstiller alanında çalışmaların farklı kumaş kaliteleri üzerindeki incelenebilir. Ayrıca farklı ilmek boylarının kumaş kaliteleri ve kumaş yüzeyine uygulanan grafen oksitin yüzeye tutunma oranında değişiklikler yaşanmasına neden olabileceği düşünülmektedir. Kumaş kalitesinin ve örüm parametrelerinde değişiklik yapılmasının boyahane süreçlerinde de farklı proses geliştirilmesine katkı sağlayacağını düşünülmektedir.

Grafen oksit boyahane işlemlerinde kumaşın üzerine yapılacak uygulamaların daha başarılı olması adına çeşitli fiksatörler ile optimum bağlanmayı gerçekleştiren kimyasal bulunabilir ya da kimyasal geliştirme çalışmaları yapılabilir. Kumaş üzerine yapılan uygulamalar yeni yaklaşımların ve disiplinler arası çalışmaların yaygınlaşmasını sağlayacağı düşünülmektedir. Örneğin akıllı tekstiller alanında yapılacak bir çalışmada geliştirilmesi hedeflenen nihai ürünün kumaş üzerine kurulacak entegre devre sistemleri sayesinde cisimler arasında iletişim kurması sağlanabilir. Nihai üründe istenen bu özelliklerin sağlanmasında elektronik – haberleşme, yazılım ve tekstil mühendisliklerinin birlikte çalışması gerekmektedir. Kumaş üzerine yapılan kimyasal uygulamalar sayesinde kumaşta farklı fonksiyonel özellikler sağlanabilir. Hava geçirgenliği, su iticilik, hidrofilite, esneklik, elektrik iletkenliği değişik uygulamalar sayesinde kumaşa kazandırılabilecek fonksiyonel özelliklerden bir kaçıdır. Sıralanan bu özellikler günümüzde kumaş üretiminde standart istenen özellikler haline gelmiştir. Grafen oksit gibi yeni yaklaşımlarla kumaşlar membran teknolojisinde kullanılabilecek malzemeler haline dönüştürülebilir. Tekstil üretimi doğal kaynak kullanımının en yüksek olduğu sektörlerin başında gelmektedir. Yapılacak membran gibi çalışmalar sayesinde kasar, pişirme sularının veya son yıkama sularının geri kazanılmasında kullanılabilecek sistemlerin geliştirilmesi sağlanabilir. Dokuma kumaş yapısı örme kumaş yapısına göre daha sıkı bir forma sahiptir. Dolayısıyla sıkı dokuma yapısına sahip kumaşlar üzerine uygulanacak grafen oksitin fonksiyonel özelliklere olumlu etkiler yaratabileceği düşünülmektedir. Ayrıca birim alandaki iplik sayısının artmasıyla daha sıkı bir form alacak olan kumaş yapısının son dönemde fazlasıyla gündemde yer alan medikal tekstiller alanında akıllı çözümler geliştirilmesine katkı sağlayacağına inanılmaktadır. Sıklıkla medikal tekstil üretiminde kullanılan dokusuz yüzey kumaşların grafen oksit yapısıyla birleştirilerek mikrobiyal, iyileştirici, sensörlenebilirlik vb. özelliklere olan etkisi incelenebilir. Ayrıca sentezlenen grafen oksitin baskı işlemlerinde kullanılabilirliği incelenerek farklı çalışmalar geliştirilebilir. Parça baskı alanında yapılacak uygulamalar sayesinde hem birim maliyetler azaltılabilir hem de istenen etkinin sağlanacağı etkili tasarım çalışmaları yapılabilir. Farklı disiplinlerin birleşerek yaptıkları çalışmalarla akıllı tekstiller başta olmak üzere medikal tekstiller ve genel olarak teknik tekstiller alanında katma değeri yüksek ürünler geliştirilebilir.

Geliştirilecek bu ürünler sayesinde hem ülkemizin ihracat oranları artırılıp hem de ülkemizin inovasyon yaklaşımının gelişimine katkı sağlanmış olacaktır. Tez çalışmaları sonucunda GO'in akıllı tekstil uygulamalarında kullanılabileceği anlaşılmıştır. Araştırma çıktıların yeni çalışmalara zemin hazırlayacağı düşünülmektedir.

KAYNAKLAR

[1] **Hsiao, M.C., Liao, S.H., Lin, Y.F., Wang, C.A., Pu, N.W., Tsai H.M., and Ma, C.C.M.,** (2011), Preparation and Characterization of Polypropylene-Grafted-Termally Reduced Graphite Oxide with an Improved Compatibility with Polypropylene-Based Nanocomposite, Nanoscala, 3, 1516-1522.

[2] **Ryu S.H., and Shanmugharaj, A.M.,** (2014), Influence of LongChain Alkylamine-Modified Graphene Oxide on The Crystallization, Mechanical and Electrical Properties of Isotactic Polypropylene Nanocomposites, Chemical Engineering Journal, 244, 553-560.

[3] **Park, S., and Ruoff, R.,** (2009), Chemical Methods for The Production of Graphene, *Nature Nanotechnology, 4, 217-224.*

[4] **Zhou Y., Bao Q., Tang L.A.L., Zhong Y., Loh K.P.,** (2009), Hydrothermal Dehydration For The "Green" Reduced of Exfoliated Grephene Oxide To Graphene and Demonstration of Tunable Optical Limiting Properties, *Chemistry of Materials, 21(13), 2950-2956.*

[5] **Marcano D.C., Kosynkin D.V., Berlin J.M., Sinitskii A., Sun Z., Slesarev A., Alemany L.B., Lu W. and Tour J.M.,** (2010), Improved Synthesis of Graphene Oxide, *American Chemical Society ACS Nano, 4(8), 4806-4814,.*

[6] **Hernandez, Y., Nicolosi, V., Lotya, M., Blighe, F.M., Sun, Z.Y., De, S., McGovern, I.T., Holland, B., Byrne, M., Gun'ko, Y.K., Boland, J.J., Niraj, P., Duesberg, G., Krishnamurthy, S., Goodhue, R., Hutchison, J., Scardaci, V., Ferrari, A.C., Coleman, J.N.,** (2008), High-Yield Production of Graphene by Liquid-Phase Exfoliation of Graphite, Nature Nanotechnology, 3(9), 563-568.

[7] **Konios, D., Stylianakis, M.M., Stratakis, E., and Kymakis, E.,** (2014), Dispersion Behaviour of Graphene Oxide and Reduced Graphene Oxide, *Journal of Colloid and Interface Science, 430, 108-112*

[8] **Wang, S.R., Zhang, Y., Abidi, N., Cabrales, L.,** (2009), Wettability and Surface Free Energy of Graphene Films, Langmuir 25, 11078–11081.

[9] **Park, S., An, J., Potts, J.R., Velamakanni, A., Murali, S., Ruoff, R.S.,.** "Hydrazine-reduction of graphite- and graphene oxide", Carbon, 49:3019 -3023 (2011).

[10] **Curl, R.F.,.** "Dawn of the fullerenes: experiment and conjecture", Reviews of Modern Physics, 69 (3):691-701 (1997).

[11] **Smalley, R.E.,.** "Discovering the fullerenes", *Reviews of Modern Physics, 69 (3):723-730 (1997).*

[12] **Lijima, S.,.** "Helical microtubules of graphitic carbon", Nature, 354:56-58 (1991).

[13] **Wallace, P. R.,.** "The band theory of graphite", *Phys. Rev., 71:622-634 (1947).*

[14] **Kroto, H. W., Heath, J. R., O"Brien, S.C., Curl, R.F., Smalley, R. E.,**. "C60: Buckminsterfullerene", Nature, 318:162-163 (1985).

[15] **Canıyılmaz, E., Kutay,F.,.** "Taguchı Metodunda Varyans Analizine Alternatif Bir Yaklaşım", Gazi Üniv. Müh. Mim. Fak. Der., Cilt 18, No 3, 51-63, 2003

[16] **Brodie, B.C.,.** "On the atomic weight of graphite", *Royal Society of London, 10:249 (1859).*

[17] **Geim, A.K., Novoselov, K.S.,.** "The rise of graphene", *Nat. Mater., 6:183191 (2007).*

[18] **Emtsev, K.V., Bostwick, A., Horn, K., Jobst, J., Kellogg, G.L., Ley, L., McChesney, J.L., Ohta, T., Reshanov, S.A., Rohrl, J., Rotenberg, E., Schmid, A.K., Waldmann, D., Weber, H.B., Seyller, T.,.** "Towards wafersize graphene layers by atmospheric pressure graphitization of silicon carbide", Nature Materials, 8:203-207 (2009).

[19] **Staudenmaier, L.,** Ber. Dtsch. Chem. Ges., 31:1481-1487 (1898).

[20] **Park, S., Ruoff, R.S.,.** "Chemical methods for the production of graphenes", *Nature nanotechnology, 4:217-224 (2009).*

[21] **Brodie, B.C.,.** "On the atomic weight of graphite", Royal Society of London, 10:249 (1859).

[22] **H. W. Kroto, J. R. Heath, S. C. O'Brien, R. F. Curl, R. E. Smalley**: C_{60}: Buckminsterfullerene. In: Nature 318, 1985, S. 162–163.

[23] **Daniela, C., Dmitry, V., Jacob, M., Alexander, S., Zhengzong, S., Lawrence, B., Wei, L., James, M.,** " Improved Synthesis of Graphene Oxide ", *ACS Nano., 8:4806-4814(2010).*

[24] **Gao, J., Liu, F., Liu, Y., Ma, N., Wang, Z., Zhang, X.,.** "EnvironmentFriendly Method To Produce Graphene That Employs Vitamin C and Amino Acid", *Chem. Mater., 22:2213-2218 (2010).*

[25] **Zhuo, Q., Gao, J., Peng, M., Bai, L., Deng, J., Xia, Y., Ma, Y., Zhong, J., Sun, X.,.** "Large-scale synthesis of graphene by the reduction of graphene oxide at room temperature using metal nanoparticles as catalyst", Carbon, 52:559-564 (2013).

[26] **Dai, C., Yang, X., Xie, H.,.** "One-step synthesis of reduced graphite oxide–silver nanocomposite", Materials Research Bulletin., 46:2004-2008 (2011).

[27] **W.S. Hummers, R.E. Offeman,** (1958). Preparation of Graphitic Oxide, *J. m. Chem. Soc. 80, 1339.*

[28] **R.K. Singh, R. Kumar, D.P. Singh,** (2016). Graphene oxide: Strategies for synthesis, reduction and frontier applications, RSC Adv. 6, 64993-65011.

[29] **Song, P., Zhang, X., Sun, M., Cui, X., Lin, Y.,.** "Synthesis of graphene nanosheets via oxalic acid-induced chemical reductionof exfoliated graphite oxide", *RSC Adv., 2:1168-1173 (2012).*

[30] **Liu, S., Tian, J., Wang, L., Luo, Y., Lu, W., Sun, X.,.** "Self-assembled graphene platelet–glucose oxidase nanostructures for glucose biosensing", *Biosensors and Bioelectronics, 26:4491-4496 (2011).*

[31] **Chen, W., Yan, L., Bangal, P.R.,.** "Chemical Reduction of Graphene Oxide to Graphene by Sulfur-Containing Compounds", *J. Phys. Chem. C, 114:19885-19890 (2010).*

[32] **M. Mingo and D.A.Broido,** (2005), Length Dependence of Carbon Nanotube Thermal Conductivity and the Problem of Long Waves , *Nano.Left., 7, 1221–1225.*

[33] **Er, E. (2013).** Grafen oksitin sülfürik ve fosforik asit varlığında indirgenmesi ve elektroanalitik uygulamalarının araştırılması, Yüksek Lisans Tezi, Gazi Üniversitesi, Ankara.

[34] **Doğan, Ö. H. (2014).** Grafit oksitin elektrokimyasal indirgenmesi ile grafen ve metal grafen kompozit sentezi, Doktora Tezi, Atatürk Üniversitesi.

[35] **Heberer, T. (2002).** Occurrence, fate, And Removal Of Pharmaceuticals Residues On The Aquatic Environment:A Review Of Recent Research Data. Toxicol. Lett., 131, 5-17.

[36] **Sharon, M. (Ed.), Sharon, M. (Ed.), Shinohara, H., Tiwari, A. (Ed.). (2015).** Graphene: An Introduction to the Fundamentals and Industrial Applications, Canada: Scrivener Publishing, Wiley.

[37] **Eizenberg M, Blakely JM.,** Carbon monolayer phase condensation on Ni(111). *Surf Sci 1979;82(1):228–36.*

[38] **Georgakilas, V. (2014).** Functionalization of Graphene, Weinheim: Wiley-VCH

[39] **Hübschen, G., Altpeter, I., Tschuncky, R., Herrmann, G. H. (2016).** Materials Characterization Using Nondestructive Evaluation (NDE) Methods, Woodhead Publishing, Elsevier.

[40] **Shen, H. Zhang, L. Liu, M. and Zhang, Z., (2012).** Biomedical applications of graphene, Theranostics, 2, 283.

[41] **Aliofkhazraei, M., Ali, N., Milne, I. W., Ozkan, S. C., Mitura, S., Gervasoni, L. J. (2016).**, Graphene Science Handbook Fabrication Methods, Taylor & Francis Group, LLC.

[42] **S. Berciaud, S. Ryu, L.E. Brus and T.F. Heinz,** (2009), Probing The Intrinsic Properties of Exfoliated Graphene: Raman Spectroscopy of Free- Standing Monolayers, *Nano.Left., 1, 346–352.*

[43] **Phama, T.A., Kimb, J.S., Kima, J.S., Jeonga, Y.T.,.** "One-step reduction of graphene oxide with L-glutathione" Colloids and Surfaces A: Physicochem. Eng. Aspects, 384:543-548 (2011).

[44] **Wakeland, S., Martinez, R., Grey, J.K., Luhrs, C.C.,.** "Production of graphene from graphite oxide using urea as expansion–reduction agent", Carbon, 48:3463-3470 (2010).

[45] **Kayhan, E. (2013).**, Graphene: synthesis, characterization, properties and functional behavior as catalyst support and gas sensor, Master Thesis, Vom Fachbereich Chemie der Techischen Universität Darmstadt.

[46] **Konios, D., Stylianakis, M.M., Stratakis, E., and Kymakis, E., (2014),** Dispersion Behaviour of Graphene Oxide and Reduced Graphene Oxide, *Journal of Colloid and Interface Science, 430, 108-112.*

[47] **D. Li, M. B. Muller, S. Gilje, R. B. Kaner and G. G. Wallace, (2008),** Processable Aqueous Dispersions Of Graphene Nanosheets, *Nat. Nanotechnol., 2008, 2, 101–105.*

[48] **D. R. Dreyer, S. Park, C. W. Bielawski and R. S. Ruoff, (2010),** The Chemistry Of Graphene Oxide, *Chem. Soc. Rev., 39, 228–240.*

[49] **Ruan,X., Liu, D., Niu, X., Wang, Y., Simpson, D.C., Cheng, N., Du, D., Lin, Y. (2019).,** 2D Graphene Oxide/Fe-MOF Nanozyme Nest with Superior Peroxidase-Like Activity and Its Application for Detection of Woodsmoke Exposure Biomarker., *Analytical Chemistry, 21:13847-13854.*

[50] **F. Raffone, F. Savazzi and G. Cicero, (2019),** 2D Controlled Pore Generation in Single Layer Graphene Oxide for Membrane Desalination, *Chem.,Lett., 10, 7492–7497.*

[51] **W. Peng, H. Li, Y. Liu and S. Song, (2017),** A Review on Heavy Metal Ions Adsorption from Water by Graphene Oxide and Its Composites, Sciencedirect, V.230, 496–504.

[52] **R. Roy, A. Jha, D. Banerjee, N.S. Das, and K.K. Chattopadhyay, (2013),** Edge Effect Enhanced Electron Field Emission in Top Assembled Reduced Graphene Oxide Assisted by Amorphous CNT-Coated , Aip.Sci., V.3.

[53] **Mingo, N., Broido, D.A.,** Length Dependence of Carbon Nanotube Thermal Conductivity and the "Problem of Long Waves, 7, 1221–1225.

[54] **E. Shi, H. Li, L. Yang, L. Zhang, Z. Li, P. Li, Y. Shang, S. Wu, X. Li, J. Wei, K. Wang, H. Zhu, D. Wu, Y. Fang and A. Cao, (2013),** Colloidal Antireflection Coating Improves Graphene–Silicon Solar Cells, *Nano.Left., 4, 1776–1781.*

[55] **Berciaud, S., Ryu, S., Brus, L.E., Heinz, T.F., (2009),** Raman spectroscopy of free-standing monolayers, *Nano letters. 9, 346-352.*

[56] **Pei, S., Zhao, J., Du, J., Ren, W., Cheng, H.M.,.** "Direct reduction of graphene oxide films into highly conductive and flexible graphene films by hydrohalic acids", Carbon, 48:4466-4474 (2010).

[57] **C. Valles, C. Drummond, H.Saadaoul, C. Furtado, M. He, O.Roubeau, L.Ortolani, M. Monthiooux and A. Penicaud, (2008),** Solutions of Negatively Charged Graphene Sheets and Ribbons, *Chem.Soc., 47, 15802–15804.*

[58] **U.N. Maiti, S. Maiti, N. S. Das and K.K. Chattopadhyay, (2011),** Hierarchical Graphene Nanocones Over 3D Platform Of Carbon Fabrics: A Route Towards Fully Foldable Graphene Based Electron Source, Nanoscale, 10.

[59] **L. Xu, M. Guo, S. Liu and S. Bian, (2015),** Graphene/Cotton Composite Fabrics As Flexible Electrode Materials For Electrochemical Capacitors, *RSC Advances, 32.*

[60] **X. Wang, Y. Qiu, W. Cao and P. Hu, (2015),** Highly Stretchable and Conductive Core–Sheath Chemical Vapor Deposition Graphene Fibers and Their Applications in Safe Strain Sensors, *Chem. Soc. Rev., 27, 6969–6975.*

[61] **Y. Wang, Li. Wang, T. Yang and H. Zhu, (2014)**, Wearable and Highly Sensitive Graphene Strain Sensors for Human Motion Monitoring, *Adv. Func. Mater., V.24, 4666–4670.*

[62] **Y. Wang, T. Yang, J. Lao, R. Zhang, Y. Zhang, M. Zhu, K. Wang, W. Yu, H. Jin, L. Wang and H. Zhu, (2015),** Ultra-Sensitive Graphene Strain Sensor for Sound Signal Acquisition and Recognition, *NanoResearch., V.8, 1627–1636.*

[63] **K. Zhe, T. Xinyu, L. Xiao, X. Ting, Z. Li, L. Junchao, L. Xingming, C. Shan, X. Dan and Z. Hongwei, (2016),** Self-Deposition of Pt Nanoparticles on Graphene Woven Fabrics for Enhanced Hybrid Schottky Junctions and Photoelectrochemical Solar Cells, *Physical Chemistry Chemical Physics., V.3.*

[64] **X. Zang, X. Li, M. Zhu, X. Li, Z. Zhen, Y. He, K. Wang, J. Wei, F. Kang and H. Zhu, (2015),** Graphene/Polyaniline Woven Fabric Composite Films As Flexible Supercapacitor Electrodes, *Nanoscale., V.16.*

[65] **K. Krishnamoorthy, U. Navaneethaiyer, R. Mohan, J. Lee and S. Kim, (2012),** Graphene Oxide Nanostructures Modified Multifunctional Cotton Fabrics, *Applied Nanoscience., V.2, 119–126.*

[66] **Z. Dong, C. Jiang, H. Cheng, Y. Zhao, G. Shi, L. Jiang and L. Qu, (2012),** Facile Fabrication of Light, Flexible and Multifunctional Graphene Fibers, *Advance Materials., V.367.*

[67] **E. Frank, L.M. Steudle, D. Ingildeev, J.M. Spörl, G. Shi and M.R. Buchmeiser, (2014),** Carbon Fibers: Precursor Systems, Processing, Structure, and Properties, *Angewandte International Edition Chemie., V.348.*

[68] **X. Ding, Y. Zhao, C. Hu, Y. Hu, Z. Dong, N. Chen, Z. Zhang and L. Qu, (2014),** Spinning Fabrication of Graphene/Polypyrrole Composite Fibers for All-Solid-State, Flexible Fibriform Supercapacitors, *Journal of Materials Chemistry A., V.31*.

[69] **B. Zheng, T. Huang, L. Kou, X. Zhao, K. Gopalsamy and C. Gao, (2014**), Graphene Fiber-Based Asymmetric Micro-Supercapacitors, Flexible Fibriform Supercapacitors, *Journal of Materials Chemistry A., V.25.*

[70] **Z. Xu and C. Gao, (2015),** Graphene Fiber: A New Trend In Carbon Fibers, Sciencedirect, V.18, 480–492.

[71] **H. Koo, S. Kim and P. Braun, (2014),** Facile Fabrication Of Graphene Composite Microwires *Via* Drying-Induced Size Reduction Of Hydrogel Filaments, *RSC Advances, V.40.*

[72] **Yazıcı, M., Tiyek, İ., Ersoy, M.S., Alma, M.H., Dönmez, U., Yıldırım, B., Salan, T., Karataş, Ş., Uruş, S., Karteri, İ., Yıldız, K., (2016),** Modifiye Hummers Yöntemiyle Grafen Oksit (GO) Sentezi ve Karakterizasyonu, 2:41-48.

[73] **Dörtoğul, C. (2018).** Grafen Oksitin Sentezlenmesi ve Karakterizasyonu, Yüksek Lisans Tezi, Selçuk Üniversitesi, Fen Bilimler Enstitüsü, Konya

EKLER

Kullanılan Terimler İçin Sözlük

Örme: İğne kancası içerisinde beslenen ipliğin ilmek formuna getirilip, kendinden önceki, sonraki ve yanlardaki ilmeklerle bağlantı yaparak kumaş oluşturma işlemidir.

İlmek Boyu: Kumaş örüm işlemlerinde, kumaş yapısına doğrudan etki eden ve kumaş gramaş, tokluk yapısına etki eden örüm teknik ifadesidir.

Süprem örme kumaş: Piyasada, sadece yuvarlak örme makinelerinde üretilen pamuk veya pamuk ağırlıklı karışım ipliklerle örülen düz (RL) örme kumaşları anlatır.

Emdirme Yöntemi: Tekstil mamüllerine kısa süre ve kısa flotte oranında aplikasyon işlemlerine emdirme denir.

Çektirme Yöntemi: Tekstilcilikte, bol miktarda işlem çözeltisi (flotte) içinde bulunan kimyasal maddelerin çözeltiden çekilerek kumaşa, **tekstil** ürünü üzerine alınması işlemidir. Bu işlemlerde önemli olan uzun filotte oranı, aplikasyonun uzun sürmesi ve kullanılan kimyasalların afinitesinin yüksek olmasıdır.

Flotte: Kumaşın düzgün boyanmasını sağlamak adına boyarmadde, kimyasallar ve su düşünülerek hazırlanmış işlem çözeltisidir.

Boya Şiddeti: Flotte içerisindeki boyarmadde miktarını ifade eden terim. Flotte içerisindeki boyarmadde miktarı boyama işleminin açık, orta ve koyu olmasını sağlar.

Fiksatör: Boyama işlemlerinde kullanılan boyarmaddenin kumaş yüzeyine bağlanmasını sağlayan ve kalite problemlerinin yaşannmasını engelleyen yardımcı kimyallara verilen isimdir. Yapılacak boyama şekline ve kullanılacak boyarmadde türüne göre onlarca farklı çeşiti vardır.