

EGE ÜNİVERSİTESİ FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

(YÜKSEK LİSANS TEZİ)

**İLETKEN POLİMERİK NANOKOMPOZİTLERİN
ÜRETİMİ VE KARAKTERİZASYONU**

Zafer YENİER

Tez Danışmanı : Yrd. Doç. Dr. Mehmet SARIKANAT

Makine Mühendisliği Anabilim Dalı

Bilim Dalı Kodu : 625.01.00

Sunuş Tarihi : 13.02.2014

**Bornova-İZMİR
2014**

Zafer YENIER tarafından Yüksek Lisans tezi olarak sunulan “**İletken Polimerik Nanokompozitlerin Üretimi ve Karakterizasyonu**” başlıklı bu çalışma E.Ü. Lisansüstü Eğitim ve Öğretim Yönetmeliği ile E.Ü. Fen Bilimleri Enstitüsü Eğitim ve Öğretim Yönergesi’nin ilgili hükümleri uyarınca tarafımızdan değerlendirilerek savunmaya değer bulunmuş ve 13.02.2014.tarihinde yapılan tez savunma sınavında aday oybirliği/oyçokluğu ile başarılı bulunmuştur.

Jüri Üyeleri:

İmza

Jüri Başkanı : Yrd. Doç. Dr. Mehmet SARIKANAT

.....

Raportör Üye: Yrd. Doç. Dr. Seçkin ERDEN

.....

Üye : Yrd. Doç. Dr. Ömer MERMER

.....

EGE ÜNİVERSİTESİ FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

ETİK KURALLARA UYGUNLUK BEYANI

E.Ü. Lisansüstü Eğitim ve Öğretim Yönetmeliğinin ilgili hükümleri uyarınca Yüksek Lisans Tezi / Doktora Tezi olarak sunduğum “**İLETKEN POLİMERİK NANOKOMPOZİTLERİN ÜRETİMİ VE KARAKTERİZASYONU**” başlıklı bu tezin kendi çalışmam olduğunu, sunduğum tüm sonuç, doküman, bilgi ve belgeleri bizzat ve bu tez çalışması kapsamında elde ettiğimi, bu tez çalışmasıyla elde edilmeyen bütün bilgi ve yorumlara atıf yaptığımı ve bunları kaynaklar listesinde usulüne uygun olarak verdiğimi, tez çalışması ve yazımı sırasında patent ve telif haklarını ihlal edici bir davranışımın olmadığını, bu tezin herhangi bir bölümünü bu üniversite veya diğer bir üniversitede başka bir tez çalışması içinde sunmadığımı, bu tezin planlanmasından yazımına kadar bütün safhalarda bilimsel etik kurallarına uygun olarak davrandığımı ve aksinin ortaya çıkması durumunda her türlü yasal sonucu kabul edeceğimi beyan ederim.

.... / / 20..

İmza

Zafer YENİER

ÖZET**İLETKEN POLİMERİK NANOKOMPOZİTLERİN ÜRETİMİ VE
KARAKTERİZASYONU**

YENİER, ZAFER

Yüksek Lisans Tezi, Makine Mühendisliği Anabilim Dalı

Tez Danışmanı: Yrd. Doç. Dr. Mehmet SARIKANAT

Şubat 2014, 70 sayfa

Grafen nanotabaka malzemesi sahip olduğu üstün elektriksel, ısı ve mekanik özelliklerinden dolayı nanoelektronik ve optoelektronik cihazlarda, enerji depolama ve sensör uygulamalarında başta olmak üzere birçok elektriksel ve ısı uygulamalarda kullanım alanlarına sahiptir. İletken polimer nanokompozitler ince film formunda hassas elektriksel cihazlarda ve güneş pilleri gibi birçok uygulamada geçirgen elektrot olarak kullanılabilir. Grafen-polimer kompozitlerin otomotiv, havacılık ve elektronik gibi potansiyel uygulama alanlarında kullanılması mümkündür. Bu sebepten iletken polimerik nanokompozitlerin elektriksel ve ısı özellikleri büyük önem kazanmaktadır.

Biyouyumlu kitosan polimerin düşük iletkenlik özellikleri nedeni ile elektriksel cihazların ve sensörlerin geliştirilmesinde sınırlı kalmaktadır. Sensör hassasiyetlerinin artırılabilmesi için kitosanın elektriksel iletkenliklerinin iletken nanodolgu malzemeleri (Au nanodolgu, karbon nanotüp ve grafen) ile artırılması gerekmektedir.

Bu çalışmada ise üstün iletken ve ısı özelliklere sahip grafen kullanılarak oluşturulan biyonanokompozitlerin elektriksel, ısı ve nem özelliklerinin iyileştirilmesi amaçlanmaktadır. Grafen takviyeli kitosan kompozitlerin üretim parametrelerinin optimizasyonu amaçlanmaktadır. Ayrıca, bu tür kompozitlerin elektriksel cihazlarda kullanılabilirliğinin tespiti amaçlanmaktadır.

Anahtar sözcükler: İnce film üretimi, nanopartikül takviyeli polimerik kompozit, iletken polimer nanokompozitler

ABSTRACT**MANUFACTURING AND CHARACTERIZATION OF
CONDUCTIVE POLIMERIC NANOCOMPOSITES**

YENİER, ZAFER

Msc in Mechanical Eng.

Supervisor: Assist. Prof. Dr. Mehmet SARIKANAT

February 2014, 70 pages

Graphene nanolayer material finds use in many electrical and thermal applications including nanoelectric, optoelectronic devices, energy storage devices and sensors due to its superior electrical, thermal and mechanical properties. Conductive polymer nanocomposites can be used as conductive electrodes in the form of thin films in many applications such as sensitive electronic devices and solar cells. Graphene-polymer composites have great use potential in automotive, aeronautical and electronics areas. Thus the thermal and electrical properties of conductive polymeric nanocomposites are gaining importance.

Biocompatible chitosan has limitations in the development of electrical devices and sensors due to its polymer's low conductive property. In order to increase the sensor sensitivities, the conductive property of chitosan has to be enhanced by the use of nano-fill materials (Au nano-fill, Carbon nanotubes and Graphene).

The aim of this Project is to improve the thermal, sensor and electrical properties of biocompatible nanocomposites produced by using graphene that has superior thermal and electrical properties. The production parameters of graphene reinforced chitosan composites are aimed to be optimised. Further the applicability of such composites in electrical devices will be investigated.

Keywords: Thin film production, nanoparticle reinforced polymeric composites, conductive polymeric nanocomposites

TEŞEKKÜR

Tez çalışmasında beni yönlendiren ve kıymetli görüşlerinden yararlandığım değerli hocam Yrd. Doç. Dr. Mehmet SARIKANAT'a, bu süreçte her konuda görüşlerinden faydalandığım sayın hocaların Doç. Dr. Yoldaş SEKİ ve Yard. Doç. Dr. Ömer MERMER' e, yardımlarını ve ilgisini esirgemeyen ve çalışmamda her türlü desteği sağlayan İbrahim ŞEN ve Araş. Gör. Yavuz AŞÇI 'ya sonsuz teşekkürlerimi sunarım.

İÇİNDEKİLER

Sayfa

ÖZET	vii
Abstract.....	ix
TEŞEKKÜR	xi
ŞEKİLLER DİZİNİ	xv
ÇİZELGELER DİZİNİ.....	xix
1. GİRİŞ	1
2. ÖNCEKİ ÇALIŞMALAR	8
3. MATERYAL VE METHOD.....	26
3.1. Materyaller.....	26
3.2. Yöntemler	26
3.2.1 Ultrasonik karıştırma ile grafen-kitosan çözeltileri üretimi.....	26
3.2.2 Nem sensörünün hassasiyetinin belirlenmesi	27
3.2.3. SEM analizi	30
3.2.4 FTIR-ATR analizi.....	30
3.2.5 Termogravimetrik analiz	31
3.2.6 DMA (dinamik mekanik analiz) testleri	31
3.2.7 Mekanik özellikleri.....	31

İÇİNDEKİLER (devam)

Sayfa

3.2.8 Elektriksel özelliklerin tespiti	31
3.2.9 XRD analizleri	31
4. SONUÇLAR VE TARTIŞMA	32
4.1 Nem Hassasiyetinin Belirlenmesi	32
4.2 FTIR-ATR Analizi	52
4.3 SEM Analizi.....	53
4.4 Termogravimetrik Analiz.....	55
4.5 DMA (Dinamik Mekanik Analiz) Testleri.....	57
4.5 Mekanik Testler	58
4.6 XRD (X Işınları Difraksiyonu) Analizi	58
5. SONUÇ	61
KAYNAKLAR DİZİNİ	62
ÖZGEÇMİŞ	70

ŞEKİLLER DİZİNİ

<u>Şekil</u>	<u>Sayfa</u>
1.1 Grafen tabakadan 0D fulloren,1D karbon nanotüp ve 3D grafitin oluşması	2
1.2 Farklı tabaka sayılarına sahip grafenin optik görüntüsü	3
3.1 Çeşitli Oranlarda Grafen İçeren Grafen-Kitosan Karışımları.....	26
3.2 Fiziksel Buhar Biriktirme cihazı çalışma prensibi.....	27
3.3 Ölçüme Hazır İnce Filmler	28
3.4 Altın Elektrotlar	28
3.5 Nem Ölçüm Sistemi.....	30
3.6. Elektrotun Düzeneğe Monte Edilmesi.....	30
4.1 Kitosan için 100 sn aralıklarla sırasıyla hava, K_2CO_3 , $MgCl_2$, KNO_3 ortamlarındaki nem değerleri ve bunlara bağlı direnç değişimleri	32
4.2 %0.005 grafen içeren karışım için 100sn aralıklarla sırasıyla hava, K_2CO_3 , $MgCl_2$, KNO_3 ortamlarındaki nem değerleri ve bunlara bağlı direnç değişimleri	33
4.3 %0.01 grafen içeren karışım için 100 sn aralıklarla sırasıyla hava, K_2CO_3 , $MgCl_2$, KNO_3 ortamlarındaki nem değerleri ve bunlara bağlı direnç değişimleri	33
4.4 %0.05 grafen içeren karışım için 100 sn aralıklarla sırasıyla hava, K_2CO_3 , $MgCl_2$, KNO_3 ortamlarındaki nem değerleri ve bunlara bağlı direnç değişimleri	34

ŞEKİLLER DİZİNİ (devam)

<u>Şekil</u>	<u>Sayfa</u>
4.5 Kitosan için 100 sn aralıkla hava ve NaCl ortamlarındaki nem ve buna bağlı direnç değişimleri.....	34
4.6 %0.005 grafen içeren karışım için 100 sn aralıkla hava ve NaCl ortamlarındaki nem ve buna bağlı direnç değişimleri.....	35
4.7 %0.01 Grafen İçeren Karışım İçin 100 Sn Aralıkla Hava Ve Nacl Ortamlarındaki Nem Ve Buna Bağlı Direnç Değişimleri	35
4.8 %0.05 grafen içeren karışım için 100 sn aralıkla hava ve NaCl ortamlarındaki nem ve buna bağlı direnç değişimleri.....	36
4.9 Hava ortamında kitosan film için I-V grafiği.....	38
4.10 K ₂ CO ₃ ortamında kitosan film için I-V grafiği	38
4.11 MgCl ₂ ortamında kitosan film için I-V grafiği	39
4.12 K ₂ CO ₃ ortamında kitosan film için I-V grafiği	39
4.13 Hava ortamında %0.005 Grafen Karışımlı İnce Film I-V grafiği	41
4.14 K ₂ CO ₃ ortamında %0.005 Grafen Karışımlı İnce Film I-V grafiği	41
4.15 MgCl ₂ ortamında %0.005 Grafen Karışımlı İnce Film I-V grafiği	42
4.16 KNO ₃ ortamında %0.005 Grafen Karışımlı İnce Film I-V grafiği.....	42
4.17 Hava ortamında %0.01 Grafen Karışımlı İnce Film I-V grafiği	43
4.18 K ₂ CO ₃ ortamında %0.01 Grafen Karışımlı İnce Film I-V grafiği	43
4.19 MgCl ₂ ortamında %0.01 Grafen Karışımlı İnce Film I-V grafiği	44

ŞEKİLLER DİZİNİ (devam)

<u>Şekil</u>	<u>Sayfa</u>
4.20 KNO ₃ ortamında %0.001 Grafen Karışıklı İnce Film I-V grafiđi	44
4.21 Hava ortamında %0.05 Grafen Karışıklı İnce Film I-V grafiđi.....	46
4.22 K ₂ CO ₃ ortamında %0.05 Grafen Karışıklı İnce Film I-V grafiđi	46
4.23 MgCl ₂ ortamında %0.05 Grafen Karışıklı İnce Film I-V grafiđi.....	47
4.24 KNO ₃ ortamında %0.005 Grafen Karışıklı İnce Film I-V grafiđi	47
4.25 Kitosan film için direnç-nem grafiđi ve denkleml.....	48
4.26 %0.005 grafen -Kitosan film için direnç-nem grafiđi ve denkleml.....	48
4.27 %0.01 grafen -kitosan film için direnç-nem grafiđi ve denkleml.....	49
4.28 %0.05 grafen -kitosan film için direnç-nem grafiđi ve denkleml.....	49
4.29 Kitosan film için yüzey direnci- zaman grafiđi	50
4.30 % 1 grafen -kitosan film için yüzey direnci- zaman grafiđi	50
4.31 % 2 grafen -kitosan film için yüzey direnci- zaman grafiđi	51
4.32 % 3 grafen -kitosan film için yüzey direnci- zaman grafiđi	51
4.33 Kitosan ve grafen takviyeli filmlerin FTIR spektrumları	53
4.34 Filmlerin mikroyapı görüntüleri a) kitosan, b) Kitosan-%1 Gr film, c) Kitosan-%1 Gr film, d) Kitosan-%3 Gr film, e) Kitosan-%1 Gr filmin yandan kırılma yüzeyi, f)) Kitosan-%2 Gr filmin yandan kırılma yüzeyi, g) Kitosan-%3 Gr filmin yandan kırılma yüzeyi	54
4.35 Kitosan filminin TGA ve DTG eğrileri	55

ŞEKİLLER DİZİNİ (devam)

<u>Şekil</u>	<u>Sayfa</u>
4.36 Kitosan-%1 Gr filminin TGA ve DTG eğrileri.....	55
4.37 Kitosan-%2 Gr filminin TGA ve DTG eğrileri.....	56
4.38 Kitosan-%3 Gr filminin TGA ve DTG eğrileri.....	56
4.39 Kitosan filminin XRD grafiği	59
4.40 Kitosan-%1 Gr filminin XRD grafiği	59
4.41 Kitosan-%2 Gr filminin XRD grafiği	60
4.42 Kitosan-%3 Gr filminin XRD grafiği	60

ÇİZELGELER DİZİNİ

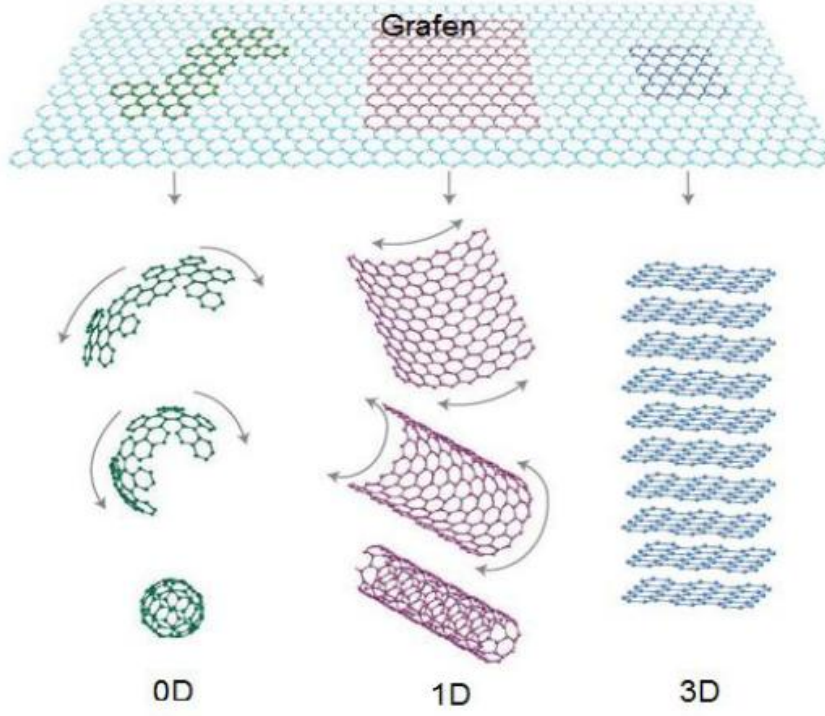
<u>Çizelge</u>	<u>Sayfa</u>
1.1. Değişik malzeme tipleri için termal iletkenlik ve young modülleri.....	3
3.1. Doymuş tuz çözeltileri ve nem değerleri.....	29
4.1 Kitosan için İletkenlik ve Direnç Değerleri.....	40
4.2. % 0,005 lik Grafen-Kitosan İçin İletkenlik ve Direnç Değerleri.....	40
4.3. % 0,01 lik Grafen-Kitosan İçin İletkenlik ve Direnç Değerleri	45
4.4. % 0,05 lik Grafen- Kitosan için İletkenlik ve Direnç Değerleri.....	45
4.5. Oluşan bantların tanımlamaları.....	52
4.6 TGA ve DTG verileri.....	57
4.7 Kitosan ve grafen takviyeli kompozit filmlerin DMA analiz sonuçları	57
4.8 : Filmlerin mekanik özellikleri.....	58

1. GİRİŞ

Nanokompozitler, bir matris içerisinde nanometre büyüklüğündeki parçacıkların dağılması ile oluşan malzemelerdir. Nanokompozitlerin malzemeye getirdikleri üstünlükler; modülü arttırması, güçlendirmesi, ısı direncini arttırması, malzemeye gaz sızmasını engellemesi, malzemenin yanıcılığını azaltması, elektriksel özelliklerini iyileştirmesi olarak sıralanabilir.

Grafit, karbon siyahı, fulleren, nanotüp ve grafen gibi karbonun allotropik formları geniş bir alanda yük taşıma özellikleri gösterdiğinden, mikro ve nano boyutlu elektronik sistemleri esas alan yeni cihazların geliştirilmesinde önemli fırsatlar sunmaktadır. Karbon tabanlı nanokompozit malzemelerin elektriksel özelliklere sahip olması, bu malzemelerin kataliz, nanoelektronik, enerji depolama, gaz sensörü, güneş pilleri gibi alanlarda kullanılmasına imkan vermektedir(Sanjines et al., 2011). Grafen, karbon atomlarının iki boyutlu, tek tabakasıdır ve en ince var olan malzemedir. Grafen iki boyutlu, bir atom kalınlığında, karbon karbon bağ uzunluğu 0,142 nm olan ve bal peteği örgü yapısına sahip üstün mekanik, elektrik, termal ve optik özellikleri ile yeni keşfedilmiş bir karbon allotropudur. 2004 yılında şaşırtıcı bir şekilde bilimadamları iki boyutlu grafen kristallerini ayırmayı başardılar. Andre Geim, Kostya Novoselov ve proje arkadaşları sıradan bir yapışkan selobantı grafit üzerine tekrar tekrar yapıştırıp kaldırarak tekil grafen katmanını ayırmayı başardılar ve izole ettikleri grafen katmanını basit bir optik mikroskop ile gözlemlediler (Geim and Novoselov, 2007). Bu olay ilk başlarda pek dikkat çekmedi. Fakat daha sonraları grafende keşfedilen kütlesiz Dirac fermiyonları (Novoselov et al., 2005), anormal kuvantum hall etkisi (Zhang et al., 2005), oda sıcaklığında balistik taşınma (Boehm et al., 1994), Klein paradoksu(Young and Kim, 2009), gibi yeni olgular grafende deneysel olarak gözlenmiştir. Bunlar sonucunda grafene olan ilgi son derece artmış ve artmaya da devam etmektedir.

2D özelliği, grafene özgün elektriksel özellikler sunmasını sağlar (Avouris et al., 2007). Grafen tabakadan fulleren, karbon nanotüp ve grafitin oluşması Şekil 1.1’de gösterilmiştir (Geim and Novoselov, 2007).



Şekil 1.1 Grafen tabakadan 0D fulleren, 1D karbon nanotüp ve 3D grafitin oluşması (Geim and Novoselov, 2007)

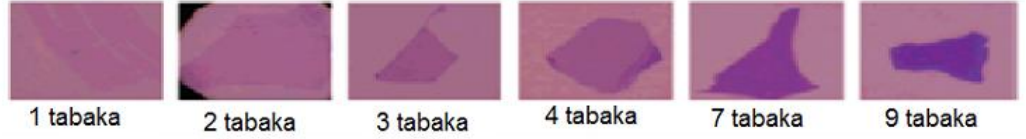
Fullerenler grafen tabakasının top şeklinde kıvrılmasıyla oluşur ve arada altıgenler haricinde beşgenlerin de olduğu yapılardır. Bir diğer allotrop olan karbon nanotüp ise grafenin verilen bir doğrultuda silindirik bir şekilde kıvrılmasıyla ve iki uçtaki karbon atomlarının birbirleri ile bağlanmasıyla elde edilen bir boyutlu yapılardır ve ancak yapay yollarla sentezlenebilirler. Dördüncü ve son olan karbonun üç boyutlu allotropu olan grafit ise grafen tabakalarının üst üste gelerek aralarında zayıf van der Waals bağların oluşması sonucu elde edilir. Bu etkileşim oldukça zayıftır. Kurşun kalemlerin içindeki grafit grafen tabakalarının üst üste binmesinden oluşur. Tabakalar arası uzaklığı ise 0.335 nm'dir (Bao et al., 2009). Grafende C-C bağları arasında kuvvetli kovalent bağlar olduğu için bir grafen düzlük olağanüstü mekanik özelliklere sahiptir. Grafiti oluşturan grafen düzlüklerin arasında ise zayıf van der Waals bağları olduğu için grafen düzlükler çok az bir kuvvet uygulandığında birbirlerinin üstünden kayarak grafit yapısını bozabilir (Rozploch et al., 2007).

Çizelge 1.1.' de değişik malzeme tipleri için termal iletkenlik ve young modülleri gösterilmiştir.

Çizelge 1.1 Değişik malzeme tipleri için termal iletkenlik ve young modülleri

Malzeme	Termal İletkenlik (W/cm.K)	Young Modülü (GPa)
Grafen	~50	1500
Karbon Nanotüp	~35	~1000
Elmas	10 ~ 22	1050 ~ 1200
Si	1,4	131
Ge	0,6	103
SiC	4,1	450

Yüksek şeffaflığa sahiptir. Ayrıca grafen sadece bir atom kalınlığında olmasına karşın yüksek derecede yüksek soğurma oranına sahiptir. Tek bir tabaka beyaz ışığın % 2.3 ünü soğurmaktadır . Tabaka sayısı arttıkça rengi değişim göstermektedir.



Şekil 1.2 Farklı tabaka sayılarına sahip grafenin optik görüntüsü (Teo et al., 2008).

Grafen yaygın olarak şu yöntemler ile elde edilmektedir:

• Kaydırma yöntemi

Grafit tabakası bir yüzey üzerine kaydırılarak grafen katmanlarının ayrışması sağlanır. Grafitin selobant ile katmanlarını ayrıştırılması da bu metod içerisinde değerlendirilir. Grafenin ilk kez sentezlenmesi Manchester grubu tarafından bu yöntem kullanılarak gerçekleştirilmiştir(Boehm et al., 1994). 100 mikrometre büyüklükte grafen parçacıkları bu metod ile sentezlenebilmektedir.

• Epitaksiyel Büyütme

Bir alttaş üzerinde grafenin büyütülmesidir. Grafenin büyütüldüğü alttaş grafen ile etkileşebilmektedir.

• Silisyum-Karbon yöntemi

Silisyum-karbonun yaklaşık 1100 dereceye kadar ısıtılması ve silisyum atomlarının buharlaşması sonucu kalan karbon atomlarının kendi aralarında grafen oluşturması metodudur. Oluşan grafen parçacıkları diğer metodlar ile karşılaştırıldığında küçük kalmaktadır.

• Kimyasal ayrıştırma yöntemi

Grafit tabakalarının arasına sitrik asit gibi kimyasalların katılması ve ile grafen tabakalarının ayrıştırılması sağlanabilmektedir.

Grafenin ısı iletkenliği ve mekanik rijitliği grafit ($3000 \text{ W m}^{-1} \text{ K}^{-1}$ ve 1060 GPa) ile rekabet halindedir(Eswaraiah et al., 2011). Elektriksel iletkenliğe ve büyük yüzey alanına sahip olması dolayısıyla elektrokimyasal özellikler bakımından olağanüstü bir malzemedir(Ion et al., 2011; Shao et al., 2010). Fiziko-kimyasal özelliklerinden dolayı grafen potansiyel bir biyomalzemedir(Depan et al., 2011; Kuilla et al., 2010; Zhang et al., 2010). Grafen, yüksek taşıyıcı devingenliği, saçılmalara bağlı elektriksel direnci ihmal edilebilir bir ortamda elektron geçişi (balistik taşıma), oda sıcaklığında Kuantum Hall etkisi, iyi mekanik ve kimyasal kararlılık gibi mükemmel elektronik özellikler göstermektedir. Böylece, birçok uygulama alanında özellikle nanoelektronik ve optoelektronik cihazlarda, biyo ve kimyasal sensörlerde ilgi çekmiştir. Ayrıca, iletken polimer nanokompozitler olarak birçok elektriksel uygulamalarda, ince film formunda likit kristal cihazlarda ve güneş pillerinde geçirgen (transparent) elektrod olarak kullanılabilir(Sanjines et al., 2011). Ayrıca radyasyon korumasında kullanılabilme özellikleri mevcuttur. Grafen-polimer kompozitlerin otomotiv, havacılık, elektronik ve medikal gibi potansiyel uygulama alanlarında kullanılması mümkündür(Eswaraiah et al., 2011).

Kitin, doğada ikinci en yaygın amino polisakkarid olup, yıllık üretiminin selüloza çok yakın olduğu tahmin edilmektedir. Kitin, çeşitli alanlarda yüksek kullanım potansiyeline sahip yeni bir fonksiyonel materyaldir. Günümüzdeki

arařtırmalar ve mevcut ürünlere dayanarak, bu alanda bazı yeni ve gelecek vadeden yaklařımlar kapsamlı bir řekilde tartıřılmaktadır. Kitin çoğunlukla karides kabuklarından elde edilmekte ve desetilasyonu sonucu bařlıca türevi olan kitosan elde edilmektedir. Deniz ürünleri üreticisi řirketler tarafından büyük miktarlarda yengeç ve karides kabuđu çevreye atılmaktadır. Günümüzde, özellikle son yıllarda atıkların yeniden deđerlendirilmelerinin gündeme gelmesiyle birlikte, kabuklu su ürünleri çürümeye bırakılmak yerine, kimyasal yöntemlerle yeni ürünler elde edilmektedir. Bu řekilde oluřturulan ürünlerin bařında kitin ve bařlıca türevi olan kitosan gelmektedir. Dođal bir biyopolimer olan kitosan günümüzde arařtırmacılar tarafından oldukça yoğun bir řekilde çalıřmaktadır. Kitosanın kitine kıyasla ilgi çekici materyal olma özelliđi ticari olarak elde edilebilirliđi ve birçok formda kullanılabilirliđidir. Kitosanın uygulama alanları, eczacılık, medikal, atık su arıtma, biyoteknoloji, kozmetik, gıda, tekstil ve ziraat řeklinde sıralanmaktadır (Demir and Seventekin, 2009).

Son yıllarda insanların çevreyi algılama ve kontrol etme isteđi en yüksek seviyelere ulařmıřtır. Aynı zamanda bunun çevreyle uyumlu olması dikkat edilen hususlar haline gelmiřtir. Fiziksel ortamlarla endüstriye amaçlı elektrik/elektronik cihazlar arasında iletiřimi sađlayan araçlar olarak da sensörler yani algılayıcılar tanımlanmaktadır. Teknik terminolojide Sensor ve Transducer terimleri birbirlerinin yerine sık sık kullanılan terimlerdir. Transducer genel olarak enerji dönüřtürücü olarak tanımlanır. Sensor ise çeřitli enerji biçimlerini elektriksel enerjiye dönüřtüren cihazlardır. Ancak 1969 yılında ISA (Instrument Society of America) bu iki terimi eř anlamlı olarak kabul etmiř ve “ölçülen fiziksel özellik, miktar ve kořulların kullanılabilir elektriksel miktara dönüřtüren bir araç” olarak tanımlamıřtır. Sensörler mekanik, termal, elektriksel, manyetik, ıřıma ve kimyasal olan pek çok fiziksel deđiřikliđi algılayabilirler.

Nem sensörleri geliřen elektronik uygulamalarda sıklıkla kullanılan bir sensör çeřitidir. Bu sensör çeřitinin yüksek duyarlılıkta ve hızlı ölçüm yapabilmesi üzerine pek çok çalıřma yapılmaktadır. Bu çalıřmalar özellikle sađlık sektöründe, endüstriyel ve bilimsel çalıřmalarda büyük önem tařımaktadır. Sađlık alanında, astım gibi solunum sistemi rahatsızlıklarında ve hastaların enfeksiyon kapmaması gereken durumlarda gözlem altında tutulduđu hastane özel odalarında; endüstriyel alanda boya, tekstil üretiminde ve otomotiv sanayinde, iklimlendirme sistemlerinde; günlük hayatta sađlıklı yařam merkezlerinde, müzelerde, saunalarda, termal merkezlerde; malzeme, kimya ve biyoloji alanında arařtırma

yapan laboratuvarlarda bulunan özel çalışma bölümlerinde nem sensörleri kullanımı büyük önem taşımaktadır.

Normal şartlarda havada %78 azot, %21 oksijen ve %1 oranında da diğer gazlar yer alır ki nem bu diğer gazlar kategorisinde yer alır. Ancak ortam nemi yükselmeye başladıkça havadaki oksijen miktarı azalarak yerine nem geçer. Bu teoriden yararlanılarak nem sensörleri yapılmıştır. Bu, sensör olarak kullanılacak maddelerin su buharı moleküllerini üzerinde tutması ve emmesi üzerine kurulu bir mekanizmadır. Dirençli olanlarda malzeme su buharını emer ve direnç bağıl neme göre logaritmik oranda değişir. Bu doğrultuda nem sensörleri bulunduğu ortamdaki en küçük nem değişikliğine karşı duyarlı olmalı ve hızlı bir şekilde bu değişikliği kullanıcıya bildirebilmelidir. Nem sensörleri bağıl nem değerlerine göre kalibre edilir. Bağıl nem, havadaki su buharı halinde tutulan mutlak nemin, bulunduğu sıcaklık ve basınç koşullarında tutabildiği maksimum su miktarına olan oranıdır. Nem sensörlerinin çalışma prensibi ise; ortamda bulunan bu su buharını üzerine çekerek sensör olarak kullanılan malzemedeki direnç, kapasitans ve kütle artışı gibi değişen parametrelerin ölçülmesine dayanmaktadır. Bu çalışmada yukarıdaki amaca yönelik nem ölçümü, malzemenin % bağıl nem değerine bağlı olarak direncindeki değişim ölçülerek yapılmaktadır.

Kapalı bir ortamda (1 m³ havada diyelim) 20 derece sıcaklıkta havada en fazla 17,3 gr su (nem) bulunabilir. Bu miktardan fazla nem vermeye kalkılırsa nem miktarı artmaz, çünkü zaten %100 dür ve fazlası yoğunlaşıp su haline gelir. Ama aynı ortam ısıtılıp 100 dereceye çıkartılırsa ortamdaki nem miktarı 520 gr seviyesine kadar çıkar. Bu da o sıcaklıktaki %100 nem oranıdır. Bu hava yavaş yavaş soğutulursa sıcaklığa bağlı olarak fazla gelen nem yoğunlaşarak su halini alır. Bu nedenle ölçülen nem miktarının sıcaklık kompanzasyonunun mutlaka yapılması gerekir. Daha açık bir deyimle bir ortamda ölçülen nem miktarının sıcaklığa bağlı olarak o sıcaklıkta olması gereken maksimum neme orantılanması gerekir. Örneğin havada bulunulan ortamda 20°C de 10 gr su/m³ olarak ölçüm yapılırsa bu sıcaklıkta maksimum nem 17,3 gr olmalıdır. Bu durumda bağıl nem $10/17,3 = 0,578$ yani %57,8 olarak belirtilir. Sıcaklık 30°C olduğu durumda da aynı şekilde maksimum nem yaklaşık 30 gr/m³ olduğundan bağıl nem $10/30 = \%33,3$ şeklindedir. Bu durumlarda basınç sabit kabul edilmiştir.

Nem sensörlerinin yapımında seçilecek malzeme çok önemlidir. Malzemenin yüzey yapısının ölçüm yapabilmeye uygun olması için malzemenin yüzeyine tutunan su moleküllerinin yüzey direncini hassas ve hızlı bir şekilde

değiřtirmesi gerekmektedir. Direnç deęiřimi ile ölçüm yapan bir nem sensöründe elektrolitik, polimer ya da metaloksit malzeme kullanılmaktadır. Ticari olarak kullanılan nem sensörlerinde genellikle nemi soęuran bir yalıtkanın üzerine direnci deęiřen bir elektrolit koyularak ölçüm yapılmaktadır.

2. ÖNCEKİ ÇALIŞMALAR

Polimerik nanokompozit malzemeler son yıllarda, dünya genelinde, endüstriyel ve akademik araştırmalarda önemli bir çalışma alanını oluşturmaktadır. Polimerik nanokompozitler, konvansiyonel dolgulu polimer kompozitler ile mukayese edildiğinde, son derece önemli bir alternatif olarak karşımıza çıkmaktadır. Dolgu malzemeleri mikron seviyesinde olan konvansiyonel polimerik kompozit malzemelerin tersine, polimerik nanokompozitler, dolgu maddesi 100 nm boyuttan daha küçük olan malzemelerdir (LEBARON, 1999).

Polimerik nanokompozit malzemeler üzerine bilimsel araştırmalar doksanlı yıllarda başlamıştır. Toyota Merkez Araştırma Laboratuvarı'nda polimerik nanokompozitler üzerine yapılan ilk araştırmalarda, nano dolgu malzemelerinin çok az miktarlarının bile nanokompozit malzemelerin ısı ve mekanik özelliklerini belirgin olarak iyileştirdiği gözlemlenmiştir (Hussain et al., 2006; Okamoto et al., 2000). Konvansiyonel dolgulu polimer kompozitlerle karşılaştırıldığında, nanokompozitler elastite modülü, mukavemet, ısı bariyer ve ısı direnç gibi fiziksel özellikler bakımından daha iyi sonuçlar vermektedir (Thostenson et al., 2001).

Bugün, bilgisayar, elektronik, otomotiv ve uzay gibi birçok endüstriyel alanda malzemelerin ısı özellikleri artan bir öneme sahiptir. Metaller bu gibi uygulamalarda ana malzeme olarak kullanılmaktadır, ancak polimerler ve kompozitler ile karşılaştırıldığında daha yüksek yoğunluğa, daha düşük oksidasyon ve korozyon direncine ve daha az tasarım serbestliğine sahip olduğu görülür. Yüksek ısı ve elektriksel iletkenliğe sahip polimerik malzemeler birçok endüstriyel alanda büyük bir ilgi uyandırmıştır. Gelecekte, sahip olduğu potansiyel özelliklerinden dolayı iletken polimerik malzemeler pek çok alanda (elektromagnetik kalkanlar, antistatik ve korozyon dirençli kaplamalar, elektro-iletken kaplamalar, ışık yayıcı aletler, yarı iletkenler ve bataryalar gibi...) yaygın olarak kullanılacağı tahmin edilmektedir (Chen et al., 2002; Krupa and Chodak, 2001; Novak and Krupa, 2004; Omastova et al., 2003; She et al., 2007; Song et al., 2006; Zheng et al., 2004).

Son yıllarda, yalıtkan polimer matris malzemeler içerisine iletken nano tanecikler ilave ederek ve bu taneciklerin matris içerisinde homojen dağılmasını sağlayarak, iletken nano taneciklerden oluşmuş polimer esaslı nano-kompozitler

üretilebilmektedir. Böylece, istenilen elektriksel ve ısı özelliklere sahip polimer kompozitler hazırlanabilmektedir. Matris malzeme olarak konvansiyonel dolgulu polimer kompozitlerde olduğu gibi değişik tip polimerler kullanılabilirken, elektro-iletken nano-dolgu malzemesi olarak grafit, karbon nanotüpler, karbon nanofiberler ve metalik nanopartiküller kullanılmaktadır (Chen et al., 2003; Mark, 1996). Özellikle grafen, karbon nanotüp ve grafit; elektrik, elektronik ve optoelektronik alanlarında önemli fırsatlar sunabilecek dolgu malzemeleridir (Paul and Robeson, 2008).

Son yıllarda grafen/polimer, karbon nanotüp/polimer ve grafit/polymer nanokompozit malzemelerin elektriksel, ısı ve mekanik özellikleri ile ilgili çalışmalar giderek artmaktadır. İletken polimerik nanokompozitler üzerine yapılan araştırmaların sayısının son yıllarda arttığı görülmektedir. 1990'lı yıllardan bu yana yapılan araştırmalarda, iletken dolgulu nanokompozit malzemelerin imal edilişi ile ilgili birçok rapor ve yayın mevcut iken, son yıllara kadar bu malzemelerin elektriksel ve ısı iletkenliklerini, ısı ve mekanik yorulma davranışlarını rapor eden yayınların sayısının çok az olduğu bilinmektedir. İletken polimerik nanokompozitler ilgili araştırmalar aşağıda kısaca verilmiştir.

Karbon nanotüp (MWCNT)/düşük yoğunluklu polietilen (LDPE) nanokompozitlerin elektriksel özellikleri dolgu miktarı, frekans ve sıcaklık birer fonksiyon olarak incelenmiştir (Liang and Tjong, 2006). MWCNT/LDPE nanokompozitlerin dielektrik sabiti kompozit içerisindeki MWCNT dolgu miktarının %1.9 (v/v) dan daha fazla olması durumunda arttığı belirtilmiştir. %3.6'lık MWCNT/LDPE kompozitin elektriksel özelliklerinin frekansa bağılılığı perkolasyon teorisi ile açıklanmıştır. Ayrıca, %3.6'lık MWCNT/LDPE kompozitin iletkenliği sıcaklığın artması ile azalmıştır.

Başka bir çalışmada, karbon nanotüp (MWCNT)/polipropilen (PP) nanokompozitlerin dielektrik ve iletkenlik özellikleri, MWCNT dolgu miktarına ve nanotüplerin PP matris içinde dağılımına bağlı olarak incelenmiştir (Tjong et al., 2007). Kompozitleri hazırlamada Brabender mikseri ve Haake mikseri kullanılmıştır. Kompozitin perkolasyon davranışı polimer içerisine %1,31 MWNT katıldığında gerçekleşmiştir. Haake mikseri ile nanotüplerin polimer içerisinde daha homojen dağılması sağlanarak, elektriksel özellikler iyileştirilmiştir. Karbon nanofiber ile takviyelendirilen polipropilen nanokompozitlerin dielektrik ve iletkenlik özellikleri de polimer içerisine katılan karbon nanofiber ile arttırılmıştır ve karbon nanofiber miktarının artması ile elektriksel özellikler artmaktadır (Sui et

al., 2008). Karbon nanofiberler (CNF) kullanılarak yapılan diğer bir çalışmada ise, farklı kristalizasyon davranışa sahip polimerler karbon nanofiber ile takviye edilmiş ve CNF'lerin polimer içerisinde dağılması, araştırılmıştır (Tjong et al., 2008). Polimer matrisler olarak; zayıf kristalleşme gösteren düşük yoğunluklu polietilen, kuvvetli kristalleşme gösteren yüksek yoğunluklu polietilen ve amorf polistiren kullanılmıştır. Yapılan optik ve elektron mikroskobu incelemeleri sonucunda, kompozit matrisinde CNF'nin matris içerisinde dağılımının, polimer matrisin kristalleşme davranışına bağlı olduğunu tespit edilmiştir. CNF; düşük yoğunluklu polietilen ve polistiren matris içerisinde düzgün olarak dağılım gösterirken, yüksek yoğunluklu polietilende polimerin yüksek kristalleşme eğilimine sahip olması nedeniyle topaklanmalar meydana gelmiştir.

Dolgu maddelerinin bu farklı dağılımları, nanokompozitlerin elektriksel özelliklerinde de çok büyük bir etkiye sahip olacaktır. Homojen dağılmasını sağlamak için eriyik harmanlama tekniği kullanılarak poly(ether eter keton) matris yapı içerisine çok duvarlı karbon nanotüpler (MWCNT) homojen olarak dağılması sağlanabilir (Bangarusampan et al., 2009). Elektriksel özellikleri kompozit içerisine katılan nanotüp miktarına bağlı olarak incelendiğinde, kompozitin elektriksel iletkenliğe geçişi, kompozitte %1 ve %1.5 MWCNT olması durumunda görülmüştür. Nanotüplerin birbirine teması (percolation theory) ile kompozitin elektriksel iletken olma durumu kompozitte %1.3 MWCNT olması durumunda gerçekleşmiştir. Eriyik harmanlama tekniğini kullanılarak çok duvarlı karbon nanotüp (MWCNT)/poliamid (PA6) nanokompozitler üretildiğinde ise, kompozitin elektriksel DC iletkenliği ve DC den AC ye geçiş frekansı nanotüplerin birbirine temasına (percolation theory) göre kompozitte %1.7 MWCNT olması durumunda görülmüştür(Logakis et al., 2009).

Lateks hazırlama prosedürü kullanılarak hazırlanan çok duvarlı karbon nanotüp (MWCNTs)/polistiren (PS) nanokompozitlerde, kütsel olarak % 1.5 ve % 6.5 MWCNT katkılı PS nanokompozitlerde iletkenlikler saf PS e göre, sırasıyla, dört ve on kattan daha fazla artış görülmüştür(Wu and Chen, 2008).

Grafit kullanılarak yapılan çalışmada, kompozit içerisindeki dolgu miktarı değiştirilerek farklı konsantrasyonlara sahip konvansiyonel grafit (CG)/polipropilen (PP) kompozitler hazırlanmış ve kompozitlerin morfolojik ve yapısal özellikleri incelenmiştir (Causin et al., 2006). Kristalleşme davranışı üstünde grafitin etkileri ve artan ısı iletkenlik özellikleri üzerinde faz etkileri araştırılmıştır. Kristalleşme derecesi polimer matrise eklenen grafitin %0.2 den

daha fazla olması ile artmış, matristeki grafit miktarı %2 olduğunda ise kristalleşme sıcaklığı matrise göre azalmış ve dolgu miktarı %2 geçtiğinde ise kristalleşme sıcaklığı artan dolgu miktarı ile doğrusal olarak artmıştır. Polimer içerisine katılan grafit miktarı arttıkça ısı iletkenlik artmış, özellikle %20 grafit ilavesinde, nanokompozitin ısı iletkenliği 0.50 W/K.m değerine ulaşmıştır.

Özellikle son zamanlarda, genişletilmiş grafit/polimer nanokompozitler, elektriksel olarak iletken polimerik kompozitler olarak büyük bir ilgiye sahiptirler. Genişletilmiş grafitler (EG) elektriksel olarak iletken nanokompozitler hazırlamak için polipropilen, poly(metil metakrilat), polietilen, polistiren gibi polimerler kullanılmaktadır.

Farklı kompozisyonlara sahip EG/mika nanokompozitler hazırlanıp ve kompozitlerin elektriksel ve elastik özellikleri incelendiğinde, grafit tabakaları arasındaki gözeneklerin mika tanecikler ile doldurulması sonucunda tabakalaşma yönüne dik yönde kompozitin rijitliğinde artış elde edilebilir (Krzyszewska et al., 2006). EG/mika nanokompozitlerin elektriksel iletkenliği, preslenmiş saf EG den daha az olup, düşük mika oranlarında, kompozitin rijitliği, elektriksel iletkenliğinde önemli kayıplar olmaksızın artış elde edilebilir. Yüksek miktarda mika içeren kompozitlerde ise elektriksel iletkenlik azalır. Kütsel olarak %20 ve daha düşük katkı oranlarında, kompozitin elektriksel iletkenliği preslenmiş saf EG ye göre oldukça azdır.

EG/poli (fenilen sülfür) (PPS) ve ultrasonik olarak işlem görmüş EG (S-EG)/poli (fenilen sülfür) (PPS) nanokompozitlerin PPS'ye göre ısı stabilitesi ve elektriksel iletkenliği EG ile takviyelendirildikten sonra artırılabilceği belirtilmiştir (Zhao et al., 2007). Kompozit içindeki EG miktarının artması ile eğilme mukavemeti önce azalmış ve sonra tamamıyla iletken ağına olduğu EG miktarında ise artmıştır. Her iki kompozitin elektriksel iletkenliği ve ısı stabilitesi ise polimer içerisindeki dolgu miktarının artması ile sürekli artış göstermiştir. S-EG nin daha küçük tanecik boyutuna sahip olması nedeni ile, S-EG/PPS nanokompozitlerin mekanik mukavemetinin, ısı stabilitesinin ve elektriksel iletkenliğinin EG/PPS nanokompozitlerine göre daha yüksek olduğu belirtilmiştir. EG ile yapılan bir başka çalışmada, polimer içerisine katılan EG miktarına bağlı olarak, genişletilmiş grafit (EG)/poli (etilen tereftalat) (PET) kompozitlerin iletkenlikleri incelenmiştir ve PET polimerin elektriksel iletkenliğinin %2 EG katkısından itibaren sürekli arttığı rapor edilmiştir (Zhang et al., 2008). En iyi iletkenlik değeri, polimer içerisine hacimsel olarak %9 EG ilave edildiğinde 10^{-3}

S/cm olarak elde edilmiştir. EG katkısı ile PET polimerin dinamik modülü de arttırmıştır.

Polimer matrisin ısı iletkenliğini artırmak için yapılan bir çalışmada, etilen vinil asetat kopolimer (EVA), matrisi ile nanokompozit üretimi için değişik nano dolgu malzemeleri (karbon nanofiber, MWCNT, EG ve Al tozları) kullanılmıştır. MWCNT ve EG nanopartiküllerin yüzeyleri elektrostatik ve kovalent bağlanma yoluyla alifatik grupları ile modifiye edilmiş ve kütleli olarak %20 ve %30 oranlarında karbon nanofiber, modifiye edilmiş (elektrostatik olarak) MWCNT ve EG içeren nanokompozitlerde yüksek ısı iletkenlik ve iyi elastiklik değerleri elde edilmiştir (Ghose et al., 2008). %20 ve %30 luk EG ile 30 % luk Al tozu içeren nanokompozitler, mükemmel elastiklik, yüksek ısı iletkenlik ve efektif malzeme maliyeti göstermiştir. Yaptıkları çalışmalar neticesinde, en yüksek ısı iletkenlik değerini; gelişigüzel yönlendirilmiş, kütleli olarak %50 katkı oranında, modifiye edilmiş EG ile takviyelendirilmiş nanokompozitte gözlemişlerdir. Bu kompozitte ısı iletkenlik değeri 7.6 kat artmıştır.

Farklı polimer matrisler (polikarbonat (PC), düşük yoğunluklu polietilen (LDPE), polipropilen (PP) ve polistiren (PS)) içersine kütleli olarak %1 ve % 20 arasında genişletilmiş grafit ilave edilerek, yapılan çalışmada ise nanokompozitlerin dinamik modülü ve erime viskozitesi artırılmıştır (ABDEL-GOAD, 2007). Başka bir çalışmada, polylactide (PLA) polimer %12 lik kütleli katkı oranına kadar genişletilmiş grafit (EG) ile takviye edilmiştir. Polimerdeki EG katkı oranının artması ile kompozitin maksimum çekme gerilmesinin düştüğü ve Young modülünün arttığı belirtilmiştir (Murariu et al., 2010). Bir kısım EG'lerin, tamamen yapraklarına ayıramadığı ve topaklar halinde EG'lerin numuneler içinde yer aldığı açıklanmıştır. Yine aynı şekilde artan katkı oranı ile depolama modülünün arttığı, bu sonucun da yüksek sıcaklık gerektiren uygulamalarda PLA kompozitlerin kullanım ihtimalini arttırdığı belirtilmiştir.

Polimerizasyon yöntemini kullanılarak yapılan bir başka çalışmada, polyanilin (PA) matrisi maksimum %1 oranında grafit ile takviye edilmiş ve bu kompozitlerin 300 K ile 423 K sıcaklıkları arasındaki elektriksel iletkenlikleri incelenmiş. Saf PA'nın 300 K sıcaklıkta elektriksel iletkenlik değeri 0.044 S/cm 'den, %1 grafit ile PA takviyelendirilme durumunda 20.26 S/cm değerine arttığı belirlenmiştir (Konwer et al., 2010). 423 K sıcaklıkta ise saf PA için elektriksel iletkenlik 0.046 S/cm iken, % 1 katkı oranında iletkenlik 238,08 S/cm'dir.

Son dönemde yapılan çalışmaların bir kısmında, dolgu/polimer arayüzey uyumluluğunu artırmak için nano takviye malzemelerinin yüzey işlemlerine ağırlık verildiğini görmekteyiz.

Karbon siyahı (CB)/düşük yoğunluklu polietilen ve karbon siyahı (CB)/Naylon6 kompozitlerin elektriksel ve mekanik özellikleri üzerinde 3-Aminopropiltriethoksi silan (APS) bağlama ajanı ve amin ve amid fonksiyonel gruplar içeren form amid kullanılarak karbon siyahı yüzeyine yapılan yüzey modifikasyonların etkisi araştırılmıştır. Yüzey işlemi yapılan CB ler kullanılarak hazırlanan kompozitlerin elektriksel öz dirençliği APS ve form amidin yapılarında azot esaslı fonksiyonel gruplara sahip olması ile azalmış ve kompozitin elektriksel iletkenliği CB'nin artan elektriksel iletkenliği ile artmıştır (Koysuren et al., 2007). Yüzey işlemi kompozitin çekme gerilimi ve çekme modülünde önemli bir değişikliğe neden olmamıştır.

Doymamış polyester reçine ile genişletilmiş grafit yüzeyi modifiye edilmesi ile yapılan çalışma sonucunda, EG/yüksek yoğunluklu polietilen nanokompozitler üretilmiştir.

Genişletilmiş grafitin yüzey modifikasyonu yapılması, iletken dolgu maddesi ve matris arasındaki arayüzey yapışkanlığını artırmış ve neticede daha iyi iletkenlik sağlanmıştır (She et al., 2007). Ayrıca, düşük miktarda modifiye edilmiş EG katkı içeren kompozitlerde, elektriksel öz dirençlik, katkı miktarının kritik değere ulaşmasına kadar çok az düşüş gösterirken, kütsel olarak %5,7 dolguya sahip kompozitte ise kritik değerdedir. İletken kompozitlerin öz direncindeki önemli azalma kompozitteki dolgu miktarı kritik değere ulaştığında olur.

Geleneksel grafit tozlar içeren CG/YYPEkompozitte ise bu kritik değer kütsel katkı oranı %22,2 olduğunda gerçekleşmiştir. Parafin kaplama ile yapılan modifikasyon çalışmasında ise, nanokompozit üretiminden önce tabakalara ayrılmış (exfoliated) grafit dolgu parafin ile kaplanmış ve parafin kaplı exfoliated grafit dolgu malzemeleri ile takviyelendirilmiş düşük yoğunluklu polietilen matrisli nanokompozitler hazırlanabilir (King et al., 2009). Parafin elektriksel iletkenliği sağlayan grafit levhacıkların birbirine temasını azaltmak için eklenilir. Parafinin kompozitlerin mekanik, elektriksel ve morfolojik özellikleri üzerinde etkilerini incelendiğinde, toplam %30 (w/w) katkı oranına kadar parafinin grafit dolgu ile birlikte kompozit içerisine katılmasının kompozitin mekanik özelliklerini olumsuz etkilemediği, hatta %30 (w/w) grafit-parafinin matrise

eklenmesinin nanokompozitin çekme mukavemetini %22 artırdığı rapor edilmiştir. Parafin olmadan yalnızca exfoliated grafit ile termoplastik takviyelendirildiğinde elektriksel iletkenlik için %15 (w/w) grafit takviyesi gerekli iken, parafinin eklenmesi sonucunda elektriksel iletkenliğin oluşması için %5 (w/w) grafit takviyesi yeterli olmuştur. Grafit yüzeyinin parafin ile kaplanması, kompozitin elektriksel iletkenliği artırır.

Benzer diğer bir çalışmada da, yüksek elektriksel ve ısı iletkenlik elde edebilmek için, exfoliated grafit dolgu malzemesi sıvı parafin ile karıştırılarak parafin kaplanmıştır. Parafin kaplama işlemi, 75 °C deki saf parafin içerisine %1, 2, 3, 5, 7 (w/w) grafit nano-dolgu eklenmesi yapılmıştır. Taramalı elektron mikroskobu incelemelerinde parafin içinde grafitin homojen bir dağılım gösterdiğini belirlenmiştir. Kompozitin öz direnç ölçümlerinde, parafin kaplı grafit parçacıkların birbirine temasının %1 ve %2 (w/w) katkı oranında gerçekleştiği belirlenmiştir (Kim and Jeong, 2010). Grafit, parafin ile kapladıktan sonra grafit kompozit yapı içinde daha iyi ve homojen dağılmaktadır. Kompozitin elektriksel ve ısı iletkenliği, parafin kaplı grafit dolgu miktarı ile artmaktadır.

Yapılan yüzey işlemi çalışmalarından bir diğeri de, çift vidalı ekstrüzyon ile yüzey işlemsiz ve ön yüzey işlemi uygulanmış karbon nanofiberler ile takviyelendirilmiş UHMWPE/ yüksek yoğunluklu polietilen (YYPE) nanokompozitler üretilmesidir. Kompozitlerin kristalleşme ve mekanik davranışlarını incelenmiştir. Çok yüksek molekül ağırlıklı polietilen (UHMWPE)/yüksek yoğunluklu polietilen (YYPE) sisteminin kristalize derecesi, çekme gerilimi ve modülü karbon nanofiber eklenmesi ile artmıştır (Sui et al., 2008). Yüksek miktarda karbon nanofiber takviyesinde ise azalmıştır. Ön yüzey işlemlili karbon nanofiber takviyeli nanokompozitlerin kristalize derecesi, yüzey işlemsiz karbon nanofiberler ile takviyeli nanokompozitlere göre, daha iyi arayüzey yapışmasına sahip olması nedeni ile daha azdır. Saf polimere göre %0,5 (w/w) yüzey işlemlili karbon nanofiber içeren nanokompozitin çekme mukavemetindeki artış % 32, yüzey işlemsiz nanofiber ile takviyeli polimerin çekme mukavemetinde artış ise %8 elde edilmiştir.

Yapılan diğeri bir çalışmada, kompozit üretiminde üç farklı yöntem (dönerek ayrıştırma, solvent ile ayrıştırma ve öğüterek ayrıştırma) kullanılarak grafit/polistiren (PS) nanokompozitler üretilmiş ve grafit/PS arayüzey uyumluluğu, PS matris içerisinde grafitin nano-yayılması incelenmiştir. Ayrıca, nanokompozit üretiminden önce grafitlerin yüzeylerini silan bağlama ajanı ile

modifiye edilmiştir. Üretilen nanokompozitlerin morfolojik, ısı iletkenlik ve mekanik özelliklerini incelemiştir. PS matrisin ısı iletkenliğı nano grafit takviyesi ile önemli miktarda arttırılmıştır. % 34 (v/v) koloidal grafit takviyesi ile nanokompozitin ısı iletkenliğinin 1,95 W/mK gibi yüksek bir değere artmasını sağlamıştır(Tu and Ye, 2009). Öğütürerek ayırıştırma yöntemi ile grafitin yüksek derecede tabakalara ayrışması sağlanarak, yüksek ısı iletkenliğe ve yüksek mekanik özelliklere sahip nanokompozitler üretilmiştir.

Diğer bir çalışmada, mikroemülsiyon polimerizasyon metodu kullanılarak polianilin (PANI) nanoküreler ile çok duvarlı karbon nanotüpler (MWCNTs) kaplanılmıştır. Bu metod kovalent olmayan basit bir metoddur. Bu metodta, yüzey aktif madde olarak sodyum dodesil sülfat (SDS) kullanarak MWCNT ile anilin polimerizasyon gerçekleştirilmiştir. Çalışmada, MWCNT–PANI nanokompozitlerin elektriksel, ısı, yapısal ve morfolojik özellikleri analiz edilmiştir. Yüzey aktif madde ile hazırlanan nanokompozitlerin TEM sonuçları, 30-50 nm çapında PANI nanokürelerin MWCNT’lerin yüzeyine kaplandığını ortaya koymuştur. Mikroemülsiyon polimerizasyon yolu ile sentezlenmiş nanokompozitlerin iletkenlikleri, saf PANI ve kimyasal polimerizasyon vasıtasıyla hazırlanan kompozitlerin iletkenliklerinden daha yüksektir. Saf PANI’nin elektriksel iletkenliğı 0.16 S/cm iken, kompozit içerisindeki CNT miktarı arttıkça kompozitlerin elektriksel iletkenliğı de sürekli artmıştır. 10% MWCNT katkılı kompozitin elektriksel iletkenliğı 0.97 S/cm, 20% MWCNT katkılı kompozitin elektriksel iletkenliğı 1.93 S/cm ve 30% MWCNT katkılı kompozitin elektriksel iletkenliğı 2.63 S/cm elde edilmiştir. 30% üzerinde MWCNT katkılı kompozitlerin elektriksel iletkenliklerinde önemli bir değişme incelenmemiştir(Reddy et al., 2009).

Çalışmalardan bir diğerinde, MWCNT nano dolgu malzemeleri (3/1) oranında H₂SO₄ ve HNO₃ karışımı içerisinde ultrasonik olarak karıştırılarak karbon nanotüpler askıda tutulmuş ve emülsifiye edici madde olarak sodyum dodesil sülfat ve oksitleyici olarak potasyum persülfat kullanılmıştır. Emülsiyon polimerizasyonu ile elektriksel olarak iletken karboksilik asit ile işlevsel hale getirilmiş çok duvarlı karbon nanotüp (c-MWCNT)/kopolimer poly(anilin ko- p-fenilendiamin) nanokompozitler hazırlanmıştır (Haldorai et al., 2009). c-MWCNT nanodolgulu nanokompozitlerde nanodolgunun homojen olarak dağılması sağlanmıştır.

Takviyesiz kopolimer ile karşılaştırıldığında, üretilen nanokompozitler daha yüksek bir ısıl stabilite özelliği göstermiştir. Kompozitin elektriksel iletkenliği kompozitte %2,5 c-MWCNT olması durumunda genliğin birinci mertebesinde artmıştır.

Başka bir çalışmada ise, çok duvarlı karbon nanotüplerin (MWCNT) yüzeyi modifiye edilerek, iki farklı tip MWCNT (karboksillenmiş MWCNT ve setil trimetil amonyum bromür (CTAB)-stabilized MWCNT) nanodolgu elde etmişler ve daha sonra su içinde heterokoagülasyon işlemi ile yüzeyi modifiye edilmiş çok duvarlı karbon nanotüp/poly(tetrafluoroethylene) iletken nanokompozitler hazırlamışlardır. PTFE/CTABstabilized MWCNT film kompozitlerin elektriksel iletkenliği ve ısıl stabilitesi geliştirilmiştir.

Kompozit içerisinde %0,1-0,5 (wt) MWNCT olması durumunda, iletkenlik için nanotüplerin birbirine temasında ani artış gözlemlenmiştir. Böylece, heterokoagülasyon işlemi ile polimere çok düşük konsantrasyonda MWNCT katkısı yapılarak elektriksel iletkenlik için nanotüplerin birbirine teması sağlanmıştır(Park et al., 2009).

Son yıllarda yapılan çalışmaların bir kısmında da nanokompozit üretiminde farklı üretim yöntemlerin araştırıldığını ve nano takviye malzemelerinin matris içinde homojen dağılması için nano dolguların ultrasonik işlemlere tabi tutulduğunu görmekteyiz.

Genişletilmiş grafitler seyreltik alkol solüsyonu içerisinde ultrasonik sesdalgaları ile işleme tabi tutularak NanoG'ler hazırlanmıştır. Sonra, NanoG/polianilin (PANI) kompozitler üretilmiş ve kompozitlerin elektriksel iletkenlik ölçümleri yapılmıştır. Nanolevhaların birbirine temasının 0.32 vol.% NanoG de gerçekleştiği ve NanoG/PANI kompozitlerin elektriksel iletkenliğinin 420 S/cm olduğu rapor edilmiştir. PANI polimer içerisine katılan NanoG miktarı arttıkça, nanokompozitin elektriksel iletkenliğinin de giderek arttığı tespit edilmiştir. NanoG/PANI nanokompozit numunelerin elektriksel iletkenlik ölçümlerinde, kompozit içerisinde %4,5 (v/v) NanoG olması durumunda 522 S/m iletkenlik elde edilmiştir(Wu et al., 2002). Bu değer NanoG takviyesiz PANI (5 S/cm) ile karşılaştırıldığında yaklaşık yüz kat daha fazladır. İlk kez solüsyon çökelme metodu kullanılarak yapılan bir çalışmada ise, grafit/poli (viniliden florür) (PVDF) kompozitler hazırlanmıştır. Kompozitlerin dinamik mekanik, ısı ve dielektrik özellikleri araştırılmıştır. Grafit miktarının PVDF 'nin kristalleşme

davranışında önemli bir etkiye sahip olduğu tespit edilmiştir. Grafit miktarı ile kompozitin depolama modülü ve dielektrik sabitinin liner olarak arttığını rapor edilmiştir. Kompozit içerisine %10 (w/w) grafit dolgu katıldığında, saf PVDF ye göre kompozitin depolama modülünün %83 ve 104 Hz deki dielektrik sabitinin %93 arttığını belirlemişlerdir(He et al., 2010).

Yerinde polimerizasyon tekniğini kullanılarak yapılan çalışmada da, grafit nanolevhacıklar ile takviyelendirilmiş stiren-akrilonitril (SAN) kompozitler hazırlanmıştır. SAN polistrene göre daha iyi bir kimyasal dirence ve yüzey sertliğine sahip olduğu için seçilmiştir. Kompozitlerin elektriksel iletkenlik, dielektrik sabiti ve AC iletkenlik değişimleri grafit nanolevhacıkların kompozit içindeki hacimsel katkı oranına göre belirlenmiştir. Dielektrik sabiti grafit taneciklerin birbirine temas ettiği anda önemli miktarda artış göstermiştir. Relativ dielektrik sabiti de artan frekans ile azalış göstermiştir(Panwar and Mehra, 2008).

Ultrason ile desteklendirilmiş çift vidalı ekstrüzyon yöntemi kullanılarak çalışmada ise, MWNT/polietirimit (PEI) nanokompozitler üretilmiştir. Bu yöntem ile nanotüplerin polimer matris içerisinde mükemmel dağılımı sağlanmıştır(Isayev et al., 2009). Bu yöntemin başlıca avantajları solventsiz bir prosestir ve nanotüplerin yüzey modifikasyonuna ihtiyaç yoktur. Çalışmada kompozitler için MWNT takviyesi %1-10 (w/w) aralığındadır. İncelemelerde MWNT takviyesi ile PEI'nin vizkozite ve depolama modülünde çok büyük artışlar tespit edilmiştir. Ayrıca, ultrasonik işlem ile reolojinin de etkilendiği belirlenmiştir. Ultrasonik olarak işleme tabi tutulan nanokompozitlerin vizkozite ve depolama modüllerinde işleme tabi tutulmayanlarınkine göre artışlar görülmüştür. Bu indirekt olarak ultrasonik işlem altında PEI içerisine nanotüplerin daha iyi dağıldığını göstermektedir. %1-2 (w/w) MWNT katkı aralığında elektriksel iletkenlik başlamaktadır ve ultrasonik işlem kompozitlerin elektriksel iletkenliğini etkilememektedir. MWNT katkı oranının ve ultrasonik işlemin nanokompozitlerin çekme mukavemeti, young modülü üstünde bir etkiye sahip olduğu görülmektedir. Özellikle nanokompozitlerin young modülü %5-10 (w/w) dolgu katkı oranlarında artışlar göstermiştir.

Sulandırılmış poli(etilen oksit) (PEO) çözeltisi içerisinde MWCNT 'nin ultrasonik olarak dağıtılması ile (PEO) matrisli nanokompozitler hazırlanmıştır(Abraham et al., 2008). PEO matris içerisine %1-4(w/w) aralığında MWNT nano-dolgu eklenmiştir. Çalışmada, elektriksel iletkenlik eşiğinin PEO içinde %1 MWNT dolgu olması durumunda incelenmiştir.

Son yıllarda, farklı nanodolgular ile takviyelendirilen polimerlerin mekanik ve elektriksel özellikler bakımından birbirleri ile karşılaştırıldığı da görülmektedir. Etilen vinil asetat (EVA) matrisi takviyelendirmek için üç farklı nano-dolgu malzemesi (genişletilmiş grafit (EG), karbon nanofiber (CNF), çok duvarlı karbon nanotüp (MWCNT)) kullanılmış ve farklı nanodolguların nanokompozitlerin elektriksel özellikleri üstündeki etkileri incelenmiştir (George and Bhowmick, 2008). Nanokompozitler, EVA solüsyonu içinde nanodolguların ultrasonik olarak dağıtılması ile hazırlanmıştır. Çalışmada, frekans ve dolgu konsantrasyonu birer parametre alınarak, nanokompozitin AC iletkenliği ve dielektrik sabiti incelenmiştir. Karbon nanofiberler ile takviyelendirilen nanokompozitler, EG ve MWCNT takviyelendirilen kompozitler ile karşılaştırıldığında, elektriksel iletkenlik oluşması için en düşük dolgu hacimsel oranına (%8,2 (v/v)) sahiptir. Elektriksel iletkenlik oluşması; MWCNT/EVA kompozitinde %10 (v/v) ve EG/EVA kompozitinde %10,9 (v/v) dolgu hacimsel oranında olmaktadır. Kompozitlerin dielektrik sabiti ve elektriksel iletkenliği ise kompozit içindeki dolgu miktarının artması ile artmıştır. EG, MWNT, ve CNF nanodolgular ile takviyelendirilen kompozitlerin dielektrik sabiti ve elektriksel iletkenlik sonuçlarında farklılıklar gözlemlenmiştir. Bunun nedeni kullanılan dolguların geometrisel farklılıkları ve farklı en/boy oranları olarak belirtilmiştir.

Bir başka çalışmada ise, polipropilen matrisin elektriksel iletkenliğini arttırmak için üç farklı karbon türü (karbon siyahı, sentetik grafit ve karbon nanotüp) ile matris takviyelendirilmiştir (King et al., 2009). Karbon siyahı takviyeli kompozitlerin elektriksel olarak iletken hale geçmesi, matris içine %1,4 (v/v) karbon siyahı takviyesi yapılması durumunda, diğer kompozitlerin elektriksel iletken hale geçmesi ise, %2,1 (v/v) karbon nanotüp takviyesi ve %13 (v/v) sentetik grafit partikül takviyesi ile sağlanmıştır. Kompozitin elektriksel özgül direncini azaltmak için karbon siyahı ve karbon nanotüpün küçük miktarlarda matrise eklenmesi yeterlidir. Polikarbonat matris kullanılarak yapılan çalışmada ise, üç farklı nanodolgu (karbon siyahı (CB), çok duvarlı karbon nanotüp (MWNT) ve genişletilmiş grafit (EG)) ile polikarbonat matris takviyelendirilerek nanokompozitler üretilmiş ve bu nanokompozitlerin elektriksel özellikleri incelenmiştir (Potschke et al., 2010). Elektriksel perkolasyon davranışları, MWNT/polikarbonat için %2 MWNT (w/w)'de, EG/polikarbonat için %4 EG (w/w)'de ve CB/polikarbonat için %8,75 CB (w/w)'de gerçekleşmiştir. Kütsel olarak %4 lük katkı oranında yapılan depolama modülü ölçümlerinde de MWNT katkılı polimerin depolama modülü en yüksek, CB inki ise en düşük olarak bulunmuştur.

Son yıllarda yapılan bir çalışma dizisi de nanodolgu malzemeleri kullanarak hibrit nanokompozitlerin üretilmesidir.

Karbon fiber (CF), karbon nanofiber (CNF) ve CF+CNF karışımı içeren polikarbonat (PC) nanokompozitler üretilmiş ve hacimsel dolgu oranının, iki dolgunun relativ miktarlarının ve dolgu oryantasyonunun ısı iletkenlik üzerindeki etkileri incelenmiştir (Agarwal et al., 2008).

Kompozitlerdeki dolgu oryantasyonu ekstrüzyon ile sağlanmıştır. Genel olarak, kompozitin ısı iletkenliği artan dolgu miktarı ile artmıştır. Ayrıca, fiberlerin ısı akış yönünde hizalanması ile de ısı iletkenlikte önemli artışlar elde edilmiştir. Hibrit nanofiber-mikrofiber kompozitlerin üretilmesi neticesinde, mikro fiberler arasında temaslar sağlanmıştır. Yüksek ısı iletkenliğe sahip olan polimer nanokompozitler mikro karbon fiberler ile nanokarbon fiberlerin hibrit karıştırılması ile elde edilmiştir.

Ayrıca, son zamanlarda yeni nanodolgu malzemeleri kullanılarak polimerik nanokompozitlerin üretildiğini görmekteyiz. Yerinde polimerizasyon tekniği kullanılarak grafen nanolevhalar (GNS) ile takviyelendirilmiş polistiren (PS) nanokompozitler hazırlanmıştır (Hu et al., 2010). Grafen, iki boyutlu (2D) bal peteği kafesi içerisine sıkı olarak paketlenmiş karbon atomlarının yassı tek katmanı olarak tanımlanabilir. Hidrazin hidratlaştırılması kullanılarak grafen oksit azaltılır ve yerinde polimerizasyon tekniği kullanılarak nanokompozitler üretilir. Bu prosedür, grafen esaslı polimerik kompozit malzeme üretimi için rutin bir prosedürdür. Grafen levhalarının yakın gelecekte önemli bir role sahip olması beklenmektedir. GNS-PS nanokompozit numunelerin elektriksel iletkenlik ölçümlerinde, kompozit içerisinde %2 (wt) grafen olması durumunda $2,9 \times 10^{-2}$ S/m iletkenlik değeri elde edilmiştir. Saf (takviyesiz) PS'nin iletkenliği yaklaşık $1,0 \times 10^{-10}$ S/m 'dir. Matris içerisine GNS'nin çok az katılması ile iletkenlik önemli miktarda artmıştır.

Diğer bir çalışmada ise, lateks teknolojisi kullanılarak graphene-polistiren nanokompozitler hazırlanmıştır (Tkalya et al., 2010). Kütlesel olarak %1,6 grafen ile polistiren takviye edildiğinde, 15 S/m lik elektriksel iletkenlik elde edilmiştir. Bu elde edilen sonuç, saf polistirenin elektriksel iletkenlik değeri olan 10^{-9} S/m ye göre yaklaşık, 10 milyon kat daha yüksek bir değerdir.

Grafen/poli(vinil alkol) (PVA) nanokompozitlerin mekanik özelliklerini inceleyen diğer bir çalışmada da, PVA matrisine %1,8 (v/v) grafen ilave edilmesi durumunda, çekme gerilmesinde saf PVA göre %150'lik artış elde edilmiştir. Young modülünde ise aynı katkı oranında yaklaşık 10 katlık bir artış sağlanmıştır(Zhao et al., 2010).

Grafen nanodolgu ve Kitosan polimer kullanılarak, damlatma tekniği ile biyonanokompozitlerin üretilip geliştirilmesi çok yeni bir konu olduğundan, bu konuda sınırlı bir literatür bulunmaktadır.

Mitra ve arkadaşları (2011), 120 µm kalınlığında grafen-PVA (Polyvinyl alcohol) nanokompozit filmler hazırlayarak, bu malzemelerin magnetodielektrik özelliklerini incelemişlerdir. Çalışmalarında, grafen-PVA (Polyvinyl alcohol) nanokompozit filmlerin Transmisyon elektron mikroskopisi (TEM) incelemesini, Fourier Infrared spektroskopisi (FTIR) analizini, DC elektriksel öz direnç ölçümünü ve dielektrik ve agnetodielektrik ölçümlerini gerçekleştirmişlerdir. Nanodevrelerde manyetik sensör olarak kullanımının mümkün olabileceğini belirtmişlerdir (Mitra et al., 2011).

Bose ve arkadaşları (2011), grafenin yüzeyini kimyasal olarak modifiye ettikten sonra, in situ polimerizasyon yöntemi ile grafen/polipropilen nanokompozitler üretmişlerdir. Süperkapasitör cihazların geliştirilmesinde en önemli parametrelerden birisi elektrot malzemesi olduğundan, süperkapasitörlerde elektrot olarak grafen nanokompozitlerin kullanılabilirliğini araştırmak için ürettikleri nanokompozitlerin elektrokimyasal davranışlarını incelemişlerdir. Nanokompozitlerin FTIR, AFM (Atomik kuvvet mikroskobu), Raman, TEM, elektriksel iletkenlik ölçümleri, elektrokimyasal performans için çevrimsel voltametre ölçümleri ile karakterize etmişler ve grafen/polipropilen nanokompozitlerin elektrod malzemesi için uygun olabileceğini belirtmişlerdir(Bose et al., 2011).

Eswaraiah ve arkadaşları (2011), polimer nanokompozitlerin yapısal sağlık gözlemlerinde kullanılan birim şekil değiştirmeyi algılama alanında artan bir ilgiye sahip olduğunu belirtmişlerdir. Çalışmalarında fonksiyonlaştırılmış grafen (f-G)/ PVDF (polyvinylidene fluoride) kompozitler ile düşük maliyetli, çok hafif ve esnek birim şekilde değiştirme sensörleri geliştirmişlerdir. Ürettikleri 2 wt% f-G-PVDF kompozit filmler karbon nanotüp/polimer kompozitlere göre daha iyi

birim şekil değiştirmeyi algılama performansı göstermiştir (Eswaraiah et al., 2011).

Hu ve Chen (2010) nanokompozit üretiminden önce elektrokimyasal oksidasyon ve ultrasonik karıştırma tekniklerini kullanarak grafit nanotabakaları hazırlamışlardır. Poly(vinyl alcohol) (PVA) nanokompozit filmlerin artan elektriksel, ısı ve mekanik özellikler gösterdiğini belirtmişlerdir (Hu and Chen, 2010).

Kuila ve arkadaşları (2011), Poly(methyl methacrylate) (PMMA)/grafen nanokompozitleri emülsiyon polimerizasyon tekniğini kullanarak hazırlamışlardır. Raman spektroskopisi, FTIR, DSC (diferansiyel taramalı kalorimetre), TGA (termogravimetrik analiz), TEM, SEM, DMA (dinamik mekanik analiz) ile nanokompozitleri karakterize ettiler. DMA ve DSC analizleri ile PMMA içerisine katılan grafinin takviye malzemesi olarak etkidiğini, nanokompozitlerin camı geçiş sıcaklığının ve depolama modülünün arttığını belirtmişlerdir. TGA analizi sonucunda nanokompozitlerin ısı stabilitesinin 35°C kadar arttığını ve nanokompozitlerin elektriksel özelliklerinde önemli oranda arttığını belirttiler. 3 wt.% grafit oksit takviyeli kompozitlerin elektriksel iletkenliğini 1.5 S m⁻¹ olarak tespit etmişlerdir (Kuila et al., 2011).

Zaman ve arkadaşları (2011), ultrasonik karıştırma ve kimyasal modifikasyon tekniklerini kombine ederek farklı arayüzey mukavemetine sahip iki tip epoksi/grafen nanokompozitler hazırlamışlardır. Grafinin kimyasal modifikasyon işlemi 4,40-methylene diphenyl diisocyanate (MDI) kimyasalı ile yapılmışlardır. Bu malzemelerin morfolojik, kırılma tokluğu, ısı özelliklerini incelemişlerdir. 4 wt% modifiye edilmiş grafen epoksi nanokompozitin kırılma enerjisi 96.1% oranında artmıştır. Ayrıca, takviyelendirilmemiş epoksinin camı geçiş sıcaklığı, 2.5 wt%-GP takviyelendirilmesinden sonra 94.7 den 108.6 °C'ye artış göstermiştir (Zaman et al., 2011).

Luong ve arkadaşları (2011), çalışmalarında Grafen oksit tabakaları (RGO) ve amine modifiyeli nanofibril selüloz (A-NCF) kullanarak yüksek mekanik ve elektrik performansına sahip grafen/selüloz nanokompozit kağıt üretmişlerdir. Çalışmada, 0.1–10 wt% arasında grafen içeren birçok nanokompozitler hazırlamışlardır. 0.3 wt% grafen takviyesinde elektriksel iletkenlik eşliğine ulaşmışlardır ve 4.79x 10⁻⁴ S m⁻¹ elektriksel iletkenlik değeri elde etmişlerdir. Bu değer antistatik değerin üzerindedir. 10 wt% grafen takviyesinde elektriksel

iletkenlik değeri 71.8 S m⁻¹ ölçülmüştür. 5 wt% grafen takviyesinde nanokompozitin çekme mukavemeti önemli bir miktarda artmıştır(Luong et al., 2011).

Yoonessi ve Gaier (2010), hem emülsiyon ve hem de solüsyon karıştırma metodlarını kullanarak grafen-bisphenol polikarbonat nanokompozitler (% 0.027 ve 2.2 vol arasında) hazırlamışlardır. DC elektriksel iletkenlik eşiği her iki yöntem için sırasıyla %0.14 ve %0.38 vol'dür. Emülsiyon ve solüsyon karıştırma metodları ile hazırlanan nanokompozitlerde %2.2 vol. grafen'de elektriksel iletkenlikleri sırasıyla, 0.512 ve 0.226 S/cm olarak tespit edilmiştir. AC iletkenlik ölçüm sonuçları DC ölçüm sonuçları ile uyum içerisindedir. Nanokompozitlerin dinamik çekme modülü grafit miktarının polikarbonat içerisinde artması ile birlikte artmıştır (Yoonessi and Gaier, 2010).

Fim ve arkadaşları (2010), çalışmalarında önce grafiti ısıt ve ultrasonik işlemler ile nanoboyutlara getirmişlerdir. Grafenlerin boyutları ortalama 0.336 nm'dir. Sonra in situ polimerizasyon metodu ile polietilen-grafen (matriste grafen miktarı:1.2, 2.8, ve 5.6 wt %) nanokompozitler hazırlamışlardır. XRD ve TEM analizleri grafitin etilen ile eksfolie olduğunu göstermektedir (Fim et al., 2010).

Ye ve arkadaşları (2011), nitrit iyonlarının (NO₂) gıda koruma işlemlerinde yaygın olarak kullanıldığını ve eğer kanda aşırı NO₂ olursa, hemoglobinin oksidasyonuna sebep olabileceğini ve bu nedenle NO₂ 'nin hızlı ve hassas olarak tespitinin halk sağlığı ve çevre güvenliği için önemli olduğunu belirtmişlerdir. Çalışmalarında grafen/polypyrrole/kitosan nanokompozitleri camı karbon elektrodların yüzeyine modifiye ederek NO₂ sensörler geliştirmişlerdir. Nanokompozit filmleri FTIR, SEM ve Raman spektroskopisi ile karakterize etmişlerdir. Elektron transfer davranışı Cyclic voltammetrisi ve elektrokimyasal empedans spektroskopisi kullanarak incelemişlerdir. Optimum şartlar altında, sensör iyi stabilite göstermiştir(Ye et al., 2011).

Ion ve arkadaşları (2011), pestisitler için elektrokimyasal sensör olarak grafit-kitosan filmler üretmişler ve taramalı electron mikroskobu (SEM), Fourier Infrared spektroskopisi (FTIR), UV-VIS spektroskopisi ve Cyclic voltammetrisi ile karakterize etmişlerdir. Sensörlerin iyi bir hassasiyet ve stabilite gösterdiğini ve ileri elektrod malzemesi olarak kullanılabileceğini belirtmişlerdir(Ion et al., 2011).

Zhou ve arkadaşları (2010) çalışmalarında, çok tabakalı grafen-kitosan nanokompozitler (MNG/CHI) hazırlamışlar ve bu nanokompozitler ile Au elektrodları modifiye etmişlerdir. Sonra, nanokompozit yüzeyini microperoxidase-11 (MP-11) ile işlemiden geçirerek MP-11/MGN-CHI/Au elektrodlar elde etmişlerdir. Bu elektrodun biyosensör ve direk elektron transfer etkisini incelemişlerdir. Grafen modifiye edilmiş elektrodun H₂O₂ tespitinde biyosensör olarak kullanılabileceğini belirtmişlerdir. Morfoloji ve yapı, TEM, SEM, FTIR ve Raman spektroskopisi ile karakterize edilmiştir. MP-11 için MNG/CHI nanokompozit filmler direct elektron transferi ve elektrokataliz aktiviteleri için uygun bir mikro çevreyi sağlamıştır(Zhou et al., 2010b).

Sun ve arkadaşları (2011), H₂O₂ biosensör olarak kitosan-[bmim]PF₆-TiO₂-Grafen nanokompozit hazırlamışlar ve UV-VIS spektroskopisi, elektrokimyasal empedans spektroskopisi (EIS) ve Cyclic voltammetrisi ile karakterize etmişlerdir. Hazırladıkları biosensör yüksek hassasiyet, artan stabilite, kısa cevap süresi gibi özellikler göstermiştir (Sun et al., 2011).

Han ve arkadaşları (2010) biyoteknolojinin farklı uygulama alanlarında ve elektrokimyasal katalizde grafenin kullanımını optimize etmek ve yaygınlaştırmak için, grafenin biyomalzemeler ile işlevsel hale getirilmesi gerektiğini belirtmiştir. Elektrokimyasal incelemelerde, kitosan-grafen ile modifiye edilmiş camı karbon elektrodun askorbik asit, ürik asit ve dopamine'e karşı mükemmel elektrokimyasal katalizör aktiviteler gösterdiğini belirttiler. Bu üç madde insan vücudunun metabolik sisteminde önemli bir potansiyel etkiye sahiptir. Kompozitleri FTIR, Raman, SEM, Cyclic voltammetrisi ile incelemişlerdir (Han et al., 2010).

Zeng ve arkadaşları (2011), biyosensörlerin hazırlanmasında grafenin elektronik performansına zarar vermeden, hidrofilikliği ve biyoyuşabilirliği geliştirmek için paladyum-kitosan-grafen (PdNPs/CS-GR) nanokompozitler üretmişlerdir. Üretilen nanokompozitlerin özelliklerini TEM, SEM, FTIR, Raman and XRD(X ışını difraksiyonu) ile karakterize etmişlerdir. Nanokompozitlerin oksidaz esaslı biyosensörlerin ve biyoelektronik cihazların geliştirilmesinde kullanılabileceğini belirtmişlerdir(Zeng et al., 2011).

Wan ve arkadaşları (2011) biyoyumlu kitason polimerin düşük iletkenlik özellikleri nedeni ile biyosensörlerin geliştirilmesinde sınırlı kaldığını belirtmişler ve elektrokimyasal sensör hassasiyetlerinin arttırılabilmesi için kitosanın

elektriksel iletkenliklerinin Au nanodolgu, karbon nanotüp ve grafen ile arttırılması gerektiğini belirtmişlerdir. Böylece, kitosan matrisli nanokompozit filmlerin hazırlanabileceğini ifade etmişlerdir. Konvensiyonel metodlar ile üretilen nanodolgu-kitosan nanokompozit filmlerin heterojen bir mikroyapıya sahip olacağını ve böylece biyolojik ve kimyasal molekül ayırma ve zayıf biyosensör stabilite özelliklerine sahip olabileceğini belirtmişlerdir. Çalışmalarında kontrol edilebilir elektrodposition metodunu kullanarak patojen tespit edebilen azaltılmış grafen-kitosan biyosensörler geliştirmişlerdir. Üretilen sensörlerin özelliklerini FTIR, AFM, cyclic voltametre ve Fluorescence Microskobisi ile incelemişlerdir(Wan et al., 2011).

Zhou ve arkadaşları (2010), yaban turbu peroksidazını (HRP) model enzim olarak seçtiler ve önce grafen tabakaları birbirinden ayırmak için grafenleri $-SO_3$ ile işleme tabi tutmuşlardır. Sonra kitosan-sülfonatlanmış grafen-HRP biyokompozitler hazırlayıp, camı karbon elektrodun yüzeyinde bir film oluşturmuşlardır. Ayrıca, bu elektrot yüzeyinde elektrodposition tekniği ile Au nano yapılı bir film oluşturmuşlardır. TEM, EDS ve Raman spektroskopisi ile grafen oksit ve grafenin morfolojisini ve kompozisyonun incelemişlerdir. Elde edilen biyosensörün, H_2O_2 ye karşı mükemmel elektrokatalik bir cevap verdiğini ve uzun süre stabilite gösterdiğini belirlemişlerdir (Zhou et al., 2010a).

Kang ve arkadaşları (2009), önce grafen-kitosan nanokompozitler üretmişler ve bu nanokompozit ile camı karbon elektrot yüzeyinde bir film oluşturmuşlardır. Glüköz oksidaz (GOD) kullanılarak grafen-kitosan ile modifiye edilmiş camı elektrod yüzeyi kaplayarak (GOD-graphene-chitosan/GCE) hibrit kompozit hazırlamışlardır. Bu malzemeyi SEM ve elektrokimyasal metodlar ile karakterize etmişlerdir. Üretilen nanokompozit filmin direkt elektron transferi için GOD'a uygun bir mikroçevre sağladığı sonucunu elde etmişlerdir. GOD-Grafen-kitosan nanokompozit filmin glüköz sensörü olarak kullanılabileceğini ve karbon nanotüpler ile yapılan sensörlere göre daha hassas olduğunu tespit etmişlerdir(Kang et al., 2009).

Wu ve arkadaşları (2009), çalışmalarında glüköz sensörü olarak glüköz oksidaz/Pt (pilatinyum)/grafen/kitosan bionanokompozit (GOD/Pt/grafen/kitosan) bir film hazırlamışlardır. Grafen ile kitosan solüsyonunu ultrasonik olarak karıştırıldıktan sonra camı karbon elektrod yüzeyine (GCE) dökülmüş ve sonra, platinyum nanopartikülleri elektrokimyasal olarak bu modifiye edilmiş elektrot yüzeyine biriktirmişlerdir. En son aşamada, kitosan solüsyonu içerisinde çözülen

GOD solüsyonu hazırlanan Pt/FGS/chitosan/GCE üzerine dökülmüştür. Hazırlanan kompozit TEM, Cyclic voltammetrisi ve amperometik ölçümler ile incelenmiştir. Bu üretilen biyosensör glükoz için iyi bir hassasiyet göstermiştir(Wu et al., 2009).

Fan ve arkadaşları (2010) çalışmalarında, grafen tabakalarını NH₃ gazını kullanarak direk ark deşarjı metodu ile ürettimışlerdir. Kitosan ile Grafen/kitosan kompozit filmler hazırladıktan sonra kompozitlerin mekanik özelliklerini ve biyouyumluluklarını incelemişlerdir. FTIR ve XPS (X Foton Spektroskopisi) ile grafen yüzeyindeki oksijen içeren yüzey fonksiyonel gruplarını tespit etmişlerdir. Ayrıca, TEM ve Raman Spektroskopisi ile grafen ve grafen/kitosan kompozit filmleri karakterize etmişlerdir. Kompozit filmlerin mekanik özelliklerini nanoindentation metodu ile tespit etmişlerdir. Çok düşük miktarda (0.1 to 0.3 wt % arasında) grafenin kitosan içerisine katılması ile kitosanın modülünün önemli oranda arttığını açıkladılar (Fan et al., 2010).

Çalışmamızın bu konuda mevcut sınırlı literatüre katkı sağlayabileceği açıkça görülmektedir. Bu çalışmada grafen nanodolgulu kitosan biyokompozitlerin elektriksel ve ısı özellikleri incelenecektir. Literatürde böyle bir çalışma bulunmamaktadır. Bu açıdan literatürde önemli bir açığı kapatacaktır.

Bu çalışmada grafen nanodolgulu kitosan biyokompozitlerin elektriksel ve ısı özellikleri incelenecektir. Literatürde böyle bir çalışma bulunmamaktadır. Bu açıdan literatürde önemli bir açığı kapatacaktır.

3. MATERYAL VE METHOD

3.1. Materyaller

Bu çalışmada, Sigma marka düşük molekül ağırlıklı kitosan kullanılmıştır. Takviye malzemesi olarakta grafen firmasından sağlanan grafen kullanılmıştır.

3.2. Yöntemler

3.2.1 Ultrasonik karıştırma ile grafen-kitosan çözeltileri üretimi

Grafen-kitosan karışımlarını hazırlamak için tüm beher kaplarına 25 ml %1 lik asedik asit saf su(%1 asedik asit-%99 safsu) karışımına % 1 oranında olmak üzere 0.25 gr kitosan konularak manyetik karıştırıcı da 1 saat karıştırılmıştır. Sonra istenilen oranda karışım elde etmek için gerekli grafenler elektronik tartıda ölçülmüştür.

Örneğin % 1 grafen içeren karışım elde etmek için 15 ml kitosan karışımı içerisine 0.25 gr grafen eklenip bu çözeltinin homojen hale getirilebilmesi için ultrasonik karıştırıcıda 10 dk süre ile karıştırılmıştır. Aynı işlemler sırasıyla % 0.005, % 0,01 ,% 0.05 , %1, %2 ve %3 grafen içeren çözeltileri elde etmek için de uygulanmıştır (Şekil 3.1).



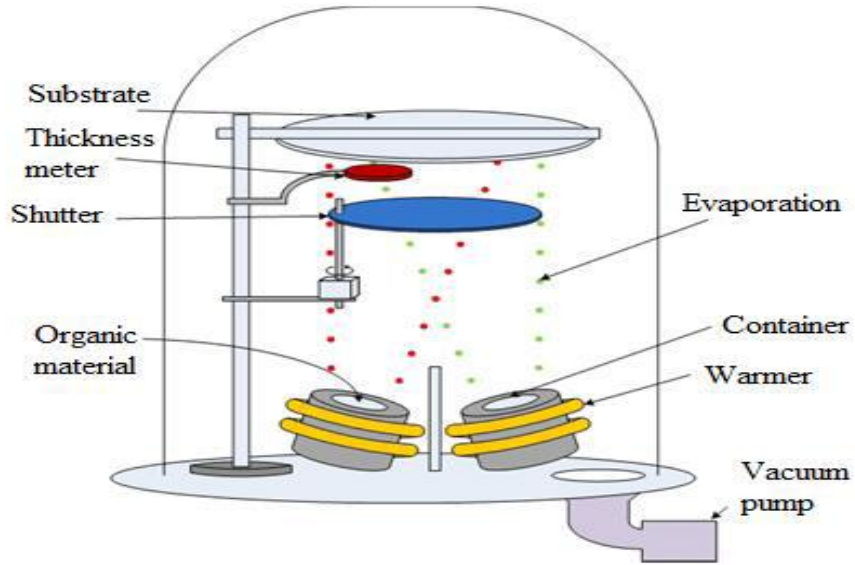
Şekil 3.1 Çeşitli Oranlarda Grafen İçeren Grafen-Kitosan Karışımları

Çözeltilerin hazırlanmasından sonra damlatma tekniği ile ince filmlerimiz oluşturulmuştur. Bu işlemlerden önce kullanılacak olan cam altlıklar etanol ve saf su içerisine bırakılmış ve kabın içerisinde ultrasonik banyoya yerleştirilip cihaz 3 saat çalıştırılarak altlıkların iyice temizlenmesi sağlanmıştır.

3.2.2 Nem sensörünün hassasiyetinin belirlenmesi

Fiziksel Buhar Biriktirme Tekniği İle İnce Film Elektrot Üretimi

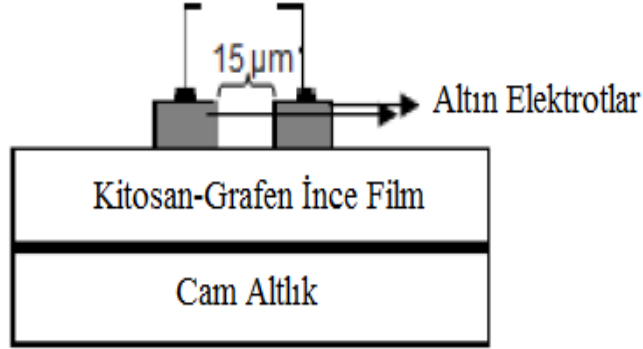
Elektrot kaplamak için en çok kullanılan tekniklerden biri fiziksel buhar biriktirme tekniğidir. Organik yarı iletken ince filmler, yüksek vakum altında özel kapalı bir bölme içerisinde kaplanacak materyal buharlaştırılarak oluşturulur (Şekil 3.2.). Yüzey sıcaklığının ve buharlaştırma oranının kontrolü ile farklı kalınlıklarda istenilen yapıda ince film yüzeyler elde edilebilmektedir. Yapı içerisinde kullanılan organik materyalin saflık oranı önemli parametrelerdendir.



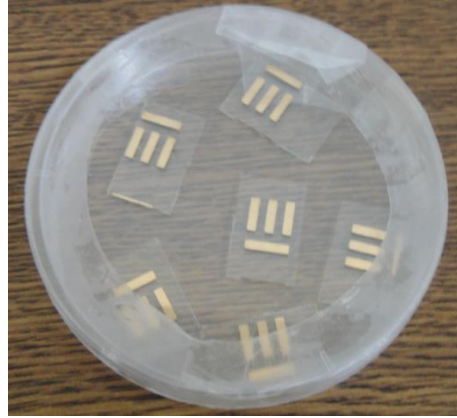
Şekil 3.2 Fiziksel Buhar Biriktirme cihazı çalışma prensibi

Fiziksel buhar biriktirme tekniği kullanılarak üretilen organik transistörlerin mobilite değeri, çözelti biriktirme yöntemi kullanılarak üretilen organik transistörlerin mobilite değerinden on kat daha iyidir. Fiziksel buhar biriktirme tekniğinin dezavantajı ise, polimer yapılı materyallere uygun olmamasıdır. Pentacene gibi organik küçük moleküllerle oluşturulan ince film yüzeyler vakum-buharlaştırma tekniği kullanılarak oluşturulur.

Çalışmamızda ince film elektrot uygulamasında altın elementi kullanıldı. Elektrotların arasında Şekil 3.3’de görüldüğü gibi 15μ büyüklüğünde boşluklar (band-gap) oluşturuldu. Fiziksel buhar biriktirme tekniğini kullanarak yapılan çalışma sonucunda elde edilen altın elektrotlar Şekil 3.4’de görülmektedir.



Şekil 3.3 Ölçüme Hazır İnce Filmler



Şekil 3.4 Altın Elektrotlar

Ölçümler İçin Elektrotların İletken Bağlantılarının Yapılması

Vakum-buharlaştırma tekniği ile elde edilen altın elektrotlarda bulunan 13μ genişliğindeki aralıklara daha sonra grafen-kitosan karışımlarının damlatılması ile oluşan yapının elektriksel özelliklerini ölçmek için altın elektrotlardaki aralıkların her iki tarafına gümüş pasta (silver paste) denilen iletken kuvvetli bir yapıştırıcı kullanılarak pasta teli yardımı ile kontak atılmıştır.

İletken kontaklı altın elektrotlarda bulunan 15μ genişliğindeki boşluklara mikropipet ile daha önce elde edilen grafen-kitosan karışımları her birisi farklı

elektrota olmak üzere damlatılmıştır. Elektrotlara damlatılan karışımlar kurumaları için hot plate üzerinde 55 °C sıcaklık ayarında bekletilmiştir.

Tuz Çözeltilerinin Hazırlanışı

Nem sensörünün hassasiyeti konusunda daha net bir kaniya varılabilmesi için çeşitli tuzlar kullanılmıştır.

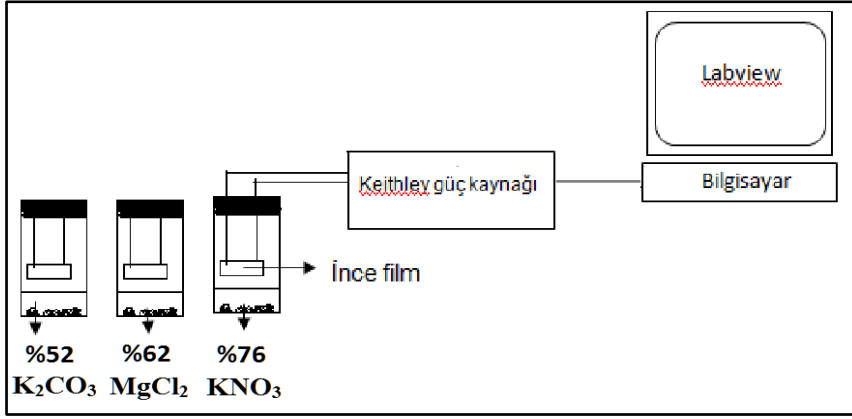
Daha sonra bu tuzların doymuş çözeltileri hazırlandı. Elimizde bulunan tuzların doymuş çözeltilerinin nem değerleri Çizelge 3.1’ de verilmiştir. Bu tuzlardan nem değerleri farklı olanlar nem sensörü düzeneğinde kullanmak üzere seçilmiştir.

Çizelge 3.1. Doymuş tuz çözeltileri ve nem değerleri

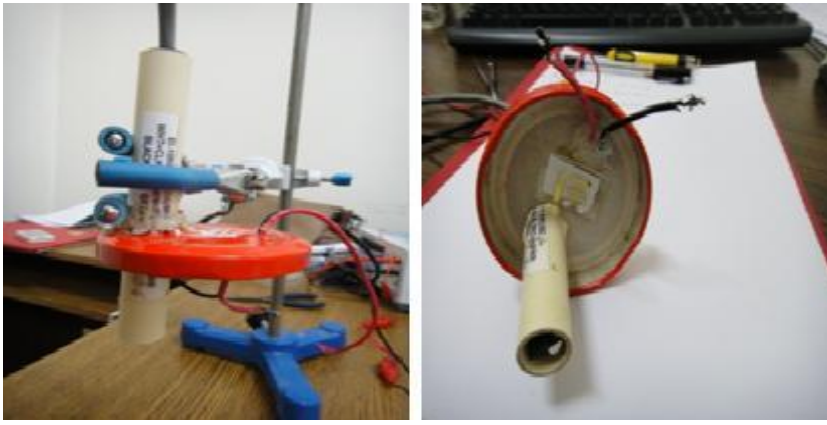
Doymuş Tuz Çözeltisi	Bağıl Nem Değeri (%)
K_2CO_3	52
KNO_3	76
$NaCl$	70
$MgCl_2$	62

Nem Ölçüm Düzenekinin Kurulması

Nem ölçüm sisteminin şematik şekli Şekil 3.5’de verilmiştir. Bir kavanoz kapağına Şekil 3.6’ da görüldüğü gibi nem sensörü olarak kullanılacak grafen-kitosan karışımı damlatılan altın elektrotlar yerleştirildi ve elektrotlardan alınan kontaklar Keithley source meter ile birleştirilerek elektrik sinyallerindeki değişim Labview programı ile bilgisayar ortamına alındı. Buradan alınan direnç değerleri, EI-1050 ticari nem sensöründen Labjack yardımıyla alınan nem değerleri baz alınarak karşılaştırıldı ve neme karşı direnç değişimleri gözlenmiştir.



Şekil 3.5. Nem Ölçüm Sistemi



Şekil 3.6. Elektrotun Düzeneğe Monte Edilmesi

3.2.3. SEM analizi

Grafen takviyeli kitosan filmlerin yüzey morfolojileri FEI Quanta FEG 250 marka taramalı elektron mikroskobu kullanarak incelendi. Mikroskop 5kV hızlandırma voltajında ikinci electron modunda çalıştırıldı. Örnekler, taramalı electron mikroskobuna koymadan önce Emitech K550X cihazı yardımıyla altın kaplanmıştır.

3.2.4 FTIR-ATR analizi

Numunelerin ATR-FTIR spektrumları Perkin Elmer Spectrum 200 cihazı kullanılarak kaydedildi. Spektrometre 4 cm⁻¹ çözünürlükte absorption modunda kullanılmıştır. Numunelerin FTIR spektrumu 4000-600 cm⁻¹ aralığında alınmıştır.

3.2.5 Termogravimetrik analiz

Termogravimetrik Analiz, Perkin Elmer Diamond TG/TDA termogravimetrik analizörü tarafından yapılmıştır. Numuneler 15 Pa nitrojen gazı akışı ortamında alüminyum pan içinde tutulmuştur. Örneklerinin sıcaklıkları oda sıcaklığından 600 °C'ye kadar dakikada 15 °C artırılarak kaydedilmiştir.

3.2.6 DMA (dinamik mekanik analiz) testleri

Dinamik mekanik testler, Universal V 4.2ETA DMA cihazında yapılmıştır. Dinamik mekanik testlerde eğme metodu kullanılmıştır. Analizler -80 ile 250 °C sıcaklık aralığında ve 10°C/dk ısınma hızında, 10 Hz frekans, 64 µm genlikte gerçekleştirilmiştir. DMA analizi sonucu $E' = \text{Depolama (Elastik) Modülü (Storage modulus)}$ değerleri elde edilmiştir.

3.2.7 Mekanik özellikleri

Çekme dayanımı, Young modülü ve kopmadaki birim şekil değiştirme değerleri 50N yük hücresi kapasiteli çekme cihazı kullanılarak bulunmuştur. Deneyler 0.1 mm/dk çekme hızında gerçekleştirilmiştir.

3.2.8 Elektriksel özelliklerin tespiti

Filmlerin yüzey direnci iki problu deney düzeneği kullanarak ölçülmüştür. Bu deney düzeneğinde Keithley 2612 System Source Meter kullanılmıştır. Bütün ölçümler için iki prop arası mesafe 2mm olarak alınmıştır.

3.2.9 XRD analizleri

Filmlerin kristal yapısının belirlenmesi için XRD analizleri yapılmıştır. Bu analizler sırasında A Philips PW3050/60 X-Pert Pro Diffractometer ekipmanı kullanılmıştır. Numuneler 2θ 2-90° aralığında 45kV ve 40mA de taranmıştır.

4. SONUÇLAR VE TARTIŞMA

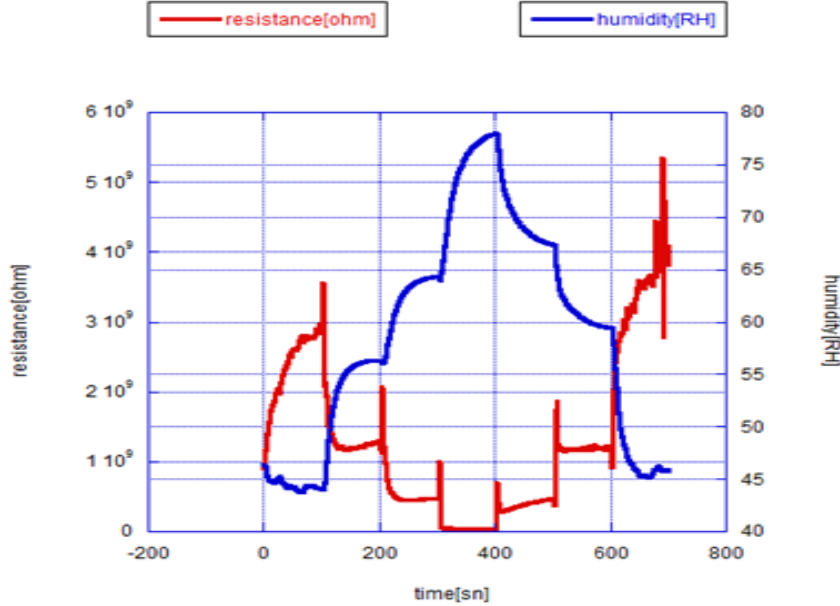
4.1 Nem Hassasiyetinin Belirlenmesi

Tüm farklı grafen-kitosan karışımları için belirli ölçümler alınmıştır. Aşağıdaki grafiklerde nem değerleri EI-1050 ticari nem sensöründen labjack yardımıyla Labviewde elde edilen ölçümler ve direnç değerleri Keithley source meter (6487 Picoammeter / Voltage Source) ile Labview programında elde edilmiş ve KaledaGraph programı ile analiz edilmiştir.

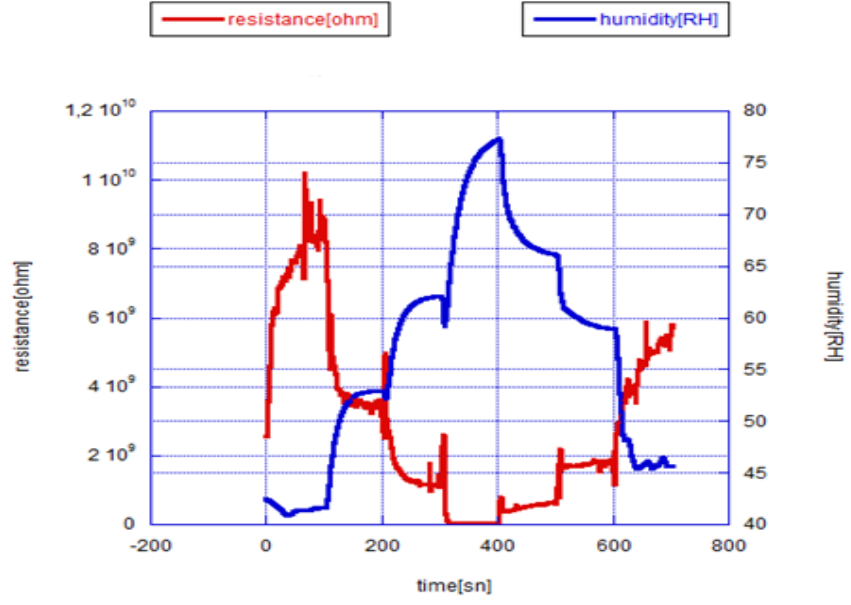
Grafiklerde görülen 100. Saniye ve katlarında meydana gelen hızlı değişimler ölçüm sırasında bir ortamdan diğerine geçerken meydana gelen ani nem değişikliklerinden kaynaklanmaktadır. Bu durum ölçüm yapılan tüm grafen-kitosan karışımları için de geçerlidir.

İnce Filmler İçin Farklı Ortamlardaki Nem Değerleri ve Direnç Değişimleri

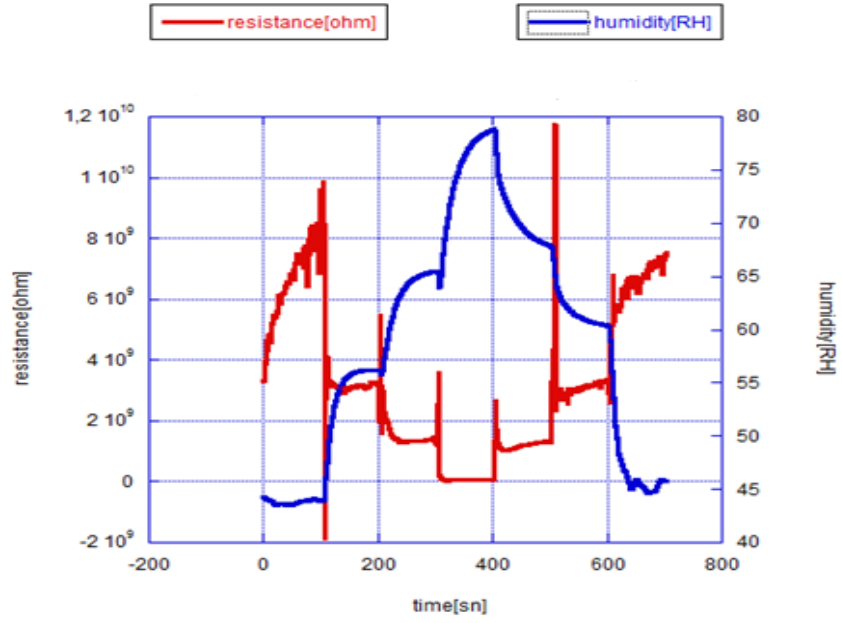
İnce Filmler İçin Farklı Ortamlardaki Nem Değerleri ve Direnç Değişimleri aşağıda verilmiştir(Şekil 4.1-4.4).



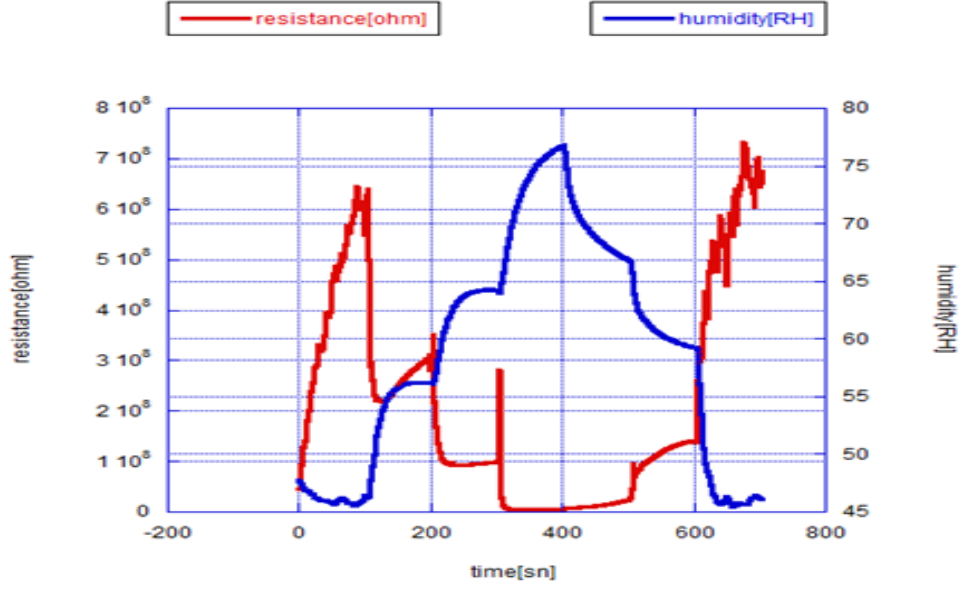
Şekil 4.1 Kitosan için 100 sn aralıklarla sırasıyla hava, K₂CO₃, MgCl₂, KNO₃ ortamlarındaki nem değerleri ve bunlara bağlı direnç değişimleri



Şekil 4.2 %0.005 grafen içeren karışım için 100sn aralıklarla sırasıyla hava, K_2CO_3 , $MgCl_2$, KNO_3 ortamlarındaki nem değerleri ve bunlara bağlı direnç değişimleri

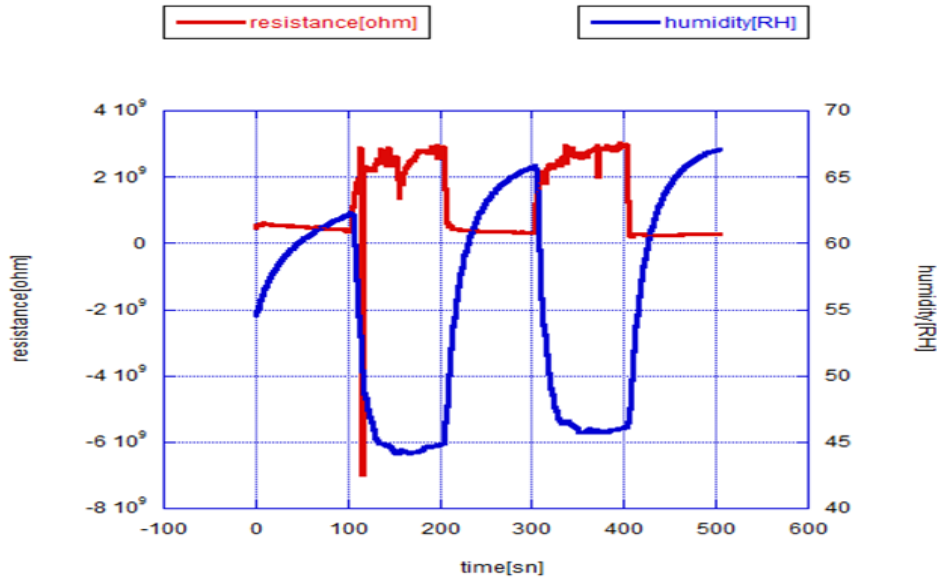


Şekil 4.3 %0.01 grafen içeren karışım için 100 sn aralıklarla sırasıyla hava, K_2CO_3 , $MgCl_2$, KNO_3 ortamlarındaki nem değerleri ve bunlara bağlı direnç değişimleri

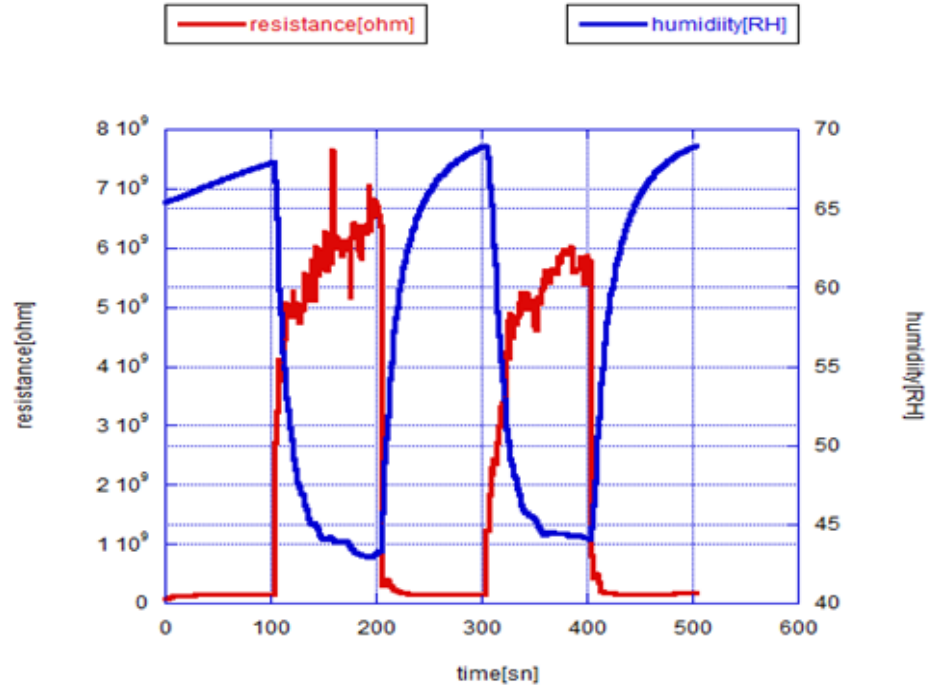


Şekil 4.4 %0.05 grafen içeren karışım için 100 sn aralıklarla sırasıyla hava, K_2CO_3 , $MgCl_2$, KNO_3 ortamlarındaki nem değerleri ve bunlara bağlı direnç değişimleri

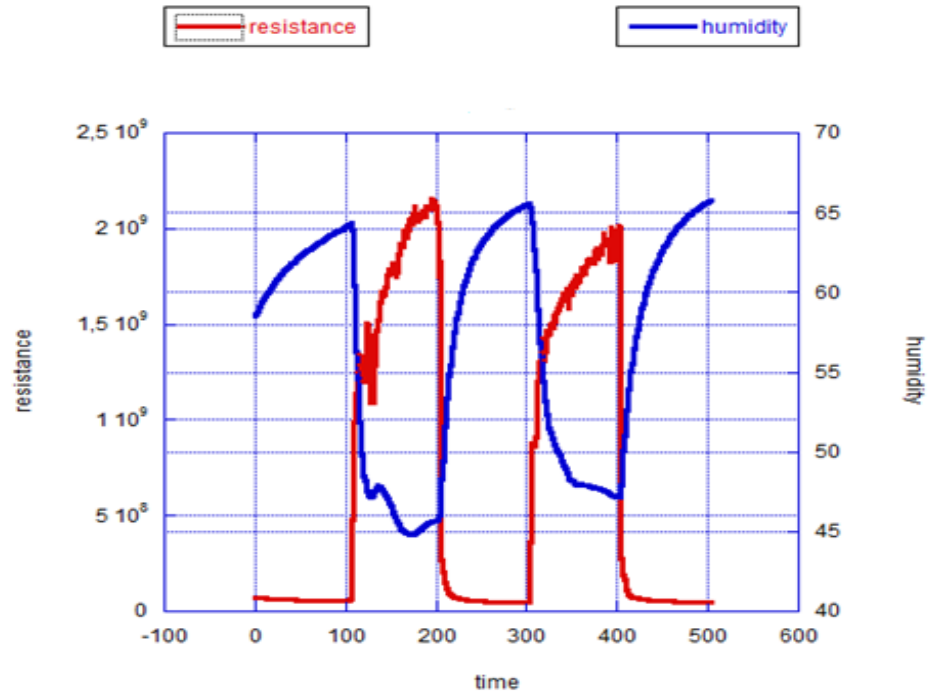
İnce Filmlerin sırasıyla hava ve NaCl tuz çözeltisi Nem Ortamı İçin Tepkileri Şekil 4.5-4.8' de verilmiştir.



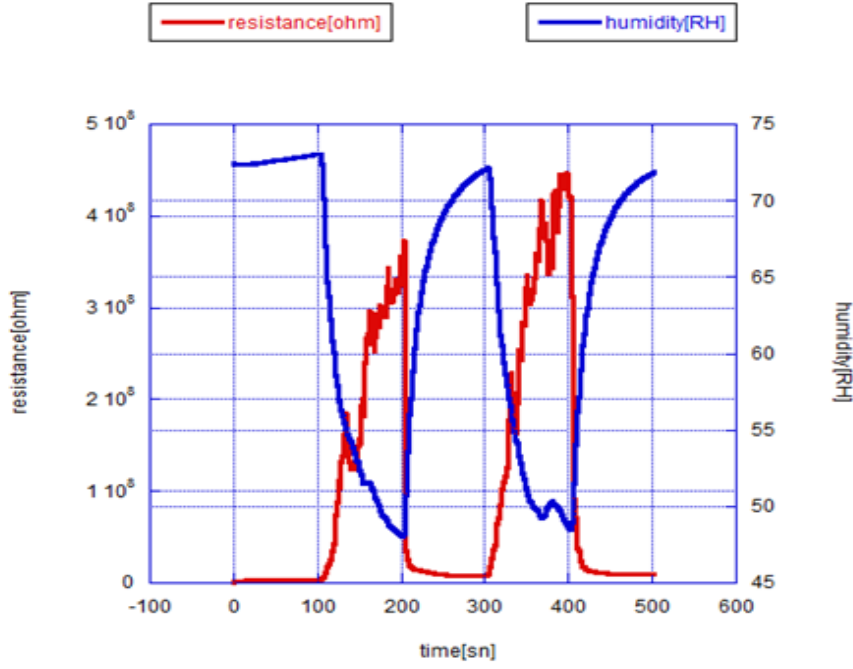
Şekil 4.5 Kitosan için 100 sn aralıkla hava ve NaCl ortamlarındaki nem ve buna bağlı direnç değişimleri



Şekil 4.6 %0.005 grafen içeren karışım için 100 sn aralıkla hava ve NaCl ortamlarındaki nem ve buna bağlı direnç değişimleri



Şekil 4.7 %0.01 Grafen İçeren Karışım İçin 100 Sn Aralıkla Hava Ve Nacl Ortamlarındaki Nem Ve Buna Bağlı Direnç Değişimleri



Şekil 4.8 %0.05 grafen içeren karışım için 100 sn aralıkla hava ve NaCl ortamlarındaki nem ve buna bağlı direnç değişimleri

Daha yüksek grafen oranlarında malzemenin iletkenlikleri oldukça yükseldiklerinden sağlıklı sonuçlar elde edilememiştir.

Akım-Gerilim Eğrileri Üzerinden Özdirenç ve İletkenlik Hesaplamaları

Sadece kitosan ve kitosan-grafen karışımı ince filmlere +2V ve -2V gerilimleri uygulandığında Ohmik davranış göstermişlerdir. İnce filmlerimizdeki Ohmik davranış sensörlerde farklı nem değerlerine tepkilerde farklılık göstereceği için önemli bir değişkendir.

İnce filmlerimiz için ölçülen I-V grafiklerinde filmlerin Akım-Gerilim grafiği lineer olarak değişmekte ve ohmik davranış gösterdiği net biçimde görülmektedir. I-V doğrularından yola çıkılarak birkaç basit işlemle iletkenlik bulunabilir.

$$\rho = R.A/L$$

A= Kesit alanı(Film kanlılığı X Altın elektrotun uzunluğu)

$$A = 150 \text{ nm} \times 1 \text{ mm} = 150 \times 10^{-9} \times 1 \times 10^{-3} = 15 \cdot 10^{-11} \text{ m}^2$$

L= İki altın elektrotun arasındaki mesafe

$$L = 15 \mu\text{m} = 15 \times 10^{-6} \text{ m}$$

I-V grafiğinden elde edilen eğimin tersi direnç değerini verir.

$$R = 1/1,009404 \times 10^{-10} = 9,90684 \cdot 10^9 \Omega$$

(0,01 Grafen ince filmin havadaki I-V grafiğinden hesaplanmış bir örnektir.)

Bu durumda öz direnç şu şekilde hesaplanır.

$$\rho = 9,90684 \times 10^9 \times 15 \times 10^{-11} / 15 \times 10^{-6}$$

$$\rho = 9,90684 \cdot 10^4 \Omega\text{m}$$

İletkenlik ise öz direncin tersi olarak hesaplandığında;

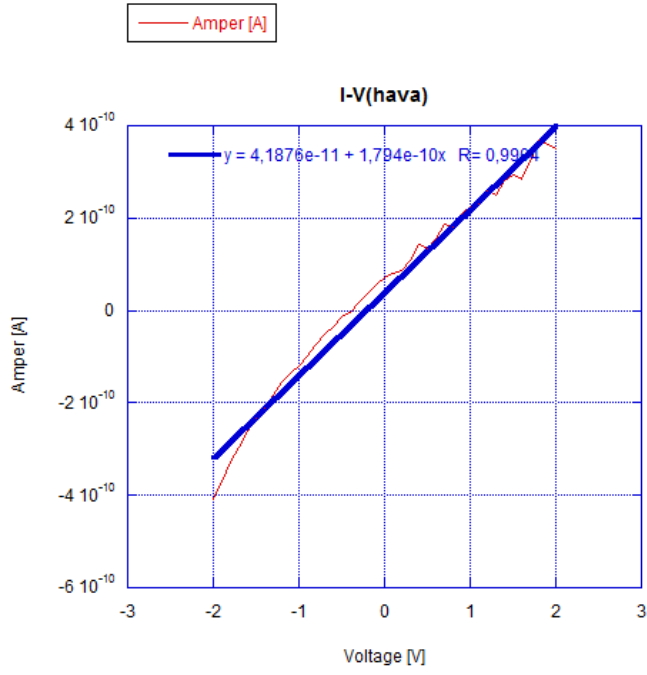
$$\sigma = \text{İletkenlik} (1/ \Omega\text{m})$$

$$\sigma = 1/ \rho = 1,009404 \times 10^{-5} (1/ \Omega\text{m}) \text{ olarak bulunmuştur.}$$

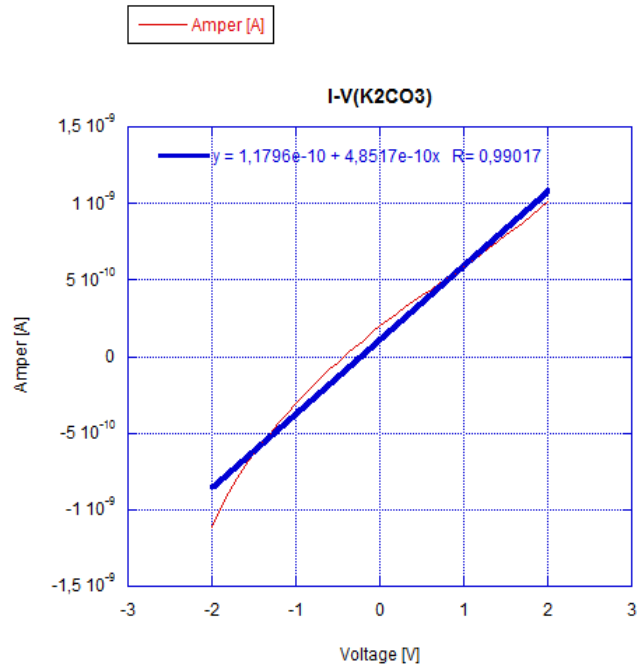
Bu işlemleri tüm ince filmler için ve her I-V grafiği için yaptığımızda oluşan tablolar da aşağıda görülmektedir.

Kitosan İnce Film İçin Grafikler ve Hesaplamalar

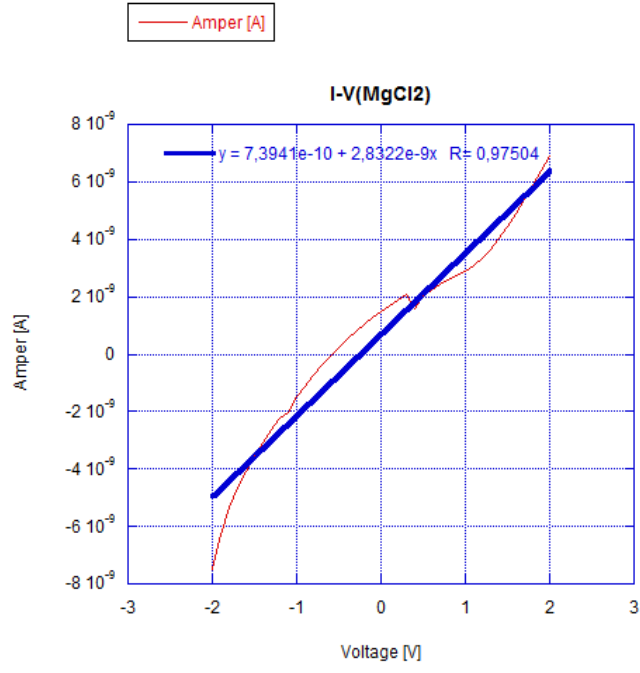
Kitosan film için çeşitli ortamlarda alınan I-V grafikleri aşağıda verilmiştir (Şekil 4.9-4.12).



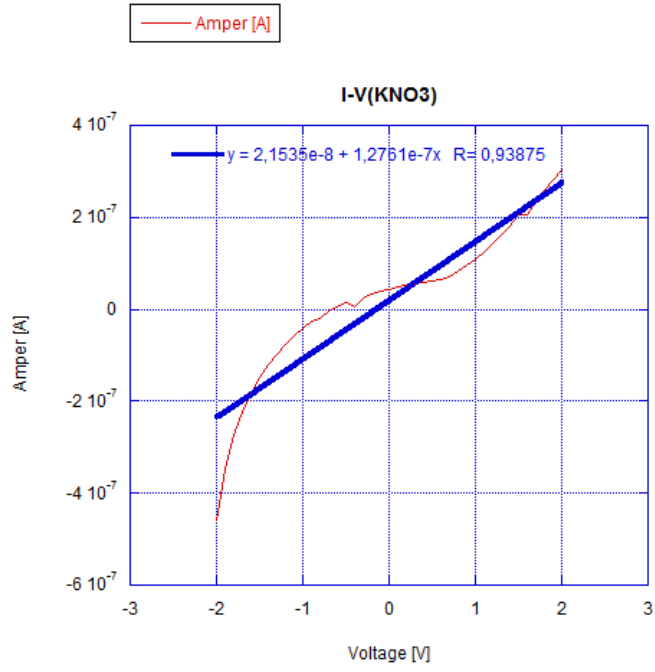
Şekil 4.9 Hava ortamında kitosan film için I-V grafiği



Şekil 4.10 K₂CO₃ ortamında kitosan film için I-V grafiği



Şekil 4.11 MgCl_2 ortamında kitosan film için I-V grafiği



Şekil 4.12 K_2CO_3 ortamında kitosan film için I-V grafiği

Çizelge 4.1 Kitosan için İletkenlik ve Direnç Değerleri

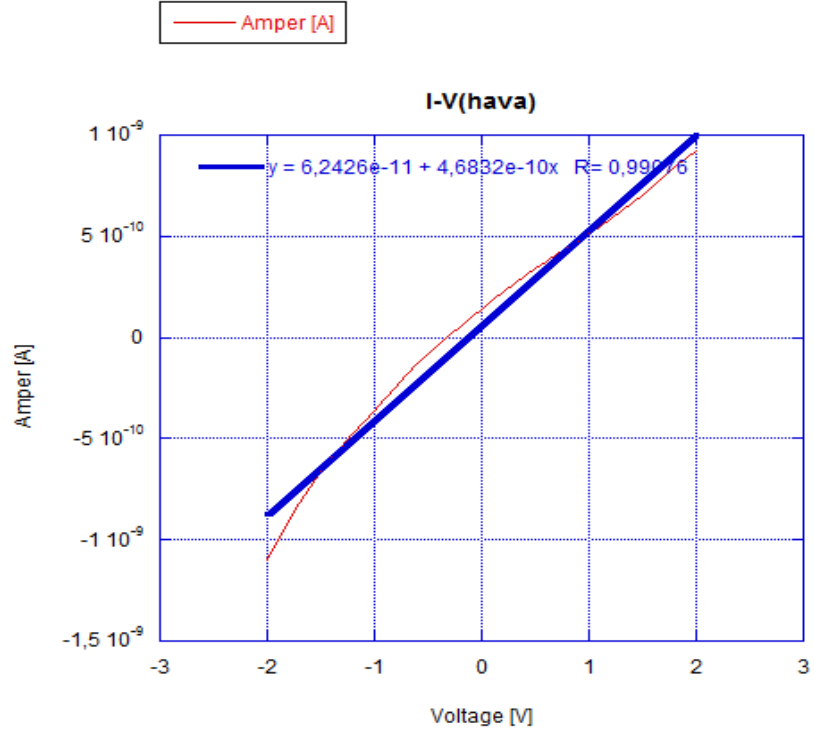
Ortam	Bağıl Nem Değeri (%)	Direnç (Ω)	Özdirenç($\Omega.m$)	İletkenlik($1/\Omega.m$)
Hava	40	0.458333e+10	0.458333e+5	2.181818e-5
K ₂ CO ₃	52	0.170133e+10	0.170133e+5	5.877743e-5
MgCl ₂	62	0.282801e+9	0.282801e+4	3.536050e-4
KNO ₃	76	0.670168e+7	0.670168e+2	1.492163e-2

%0.005 Grafen Karışımli İnce Film İçin Grafikler ve Hesaplamalar

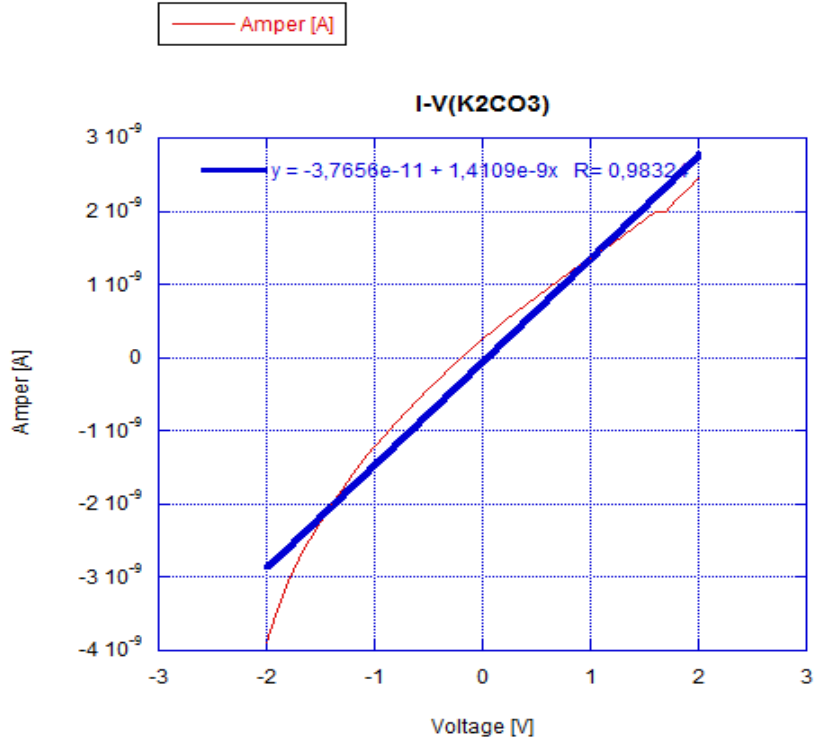
%0.005 Grafen Karışımli İnce Film için çeşitli ortamlarda alınan I-V grafiklerinden hesaplanan değerler Çizelge 4.2 de verilmiştir. Alınan I-V grafikleri de aşağıda (Şekil 4.13-4.16) verilmiştir.

Çizelge 4.2 % 0,005 lik Grafen-Kitosan İçin İletkenlik ve Direnç Değerleri

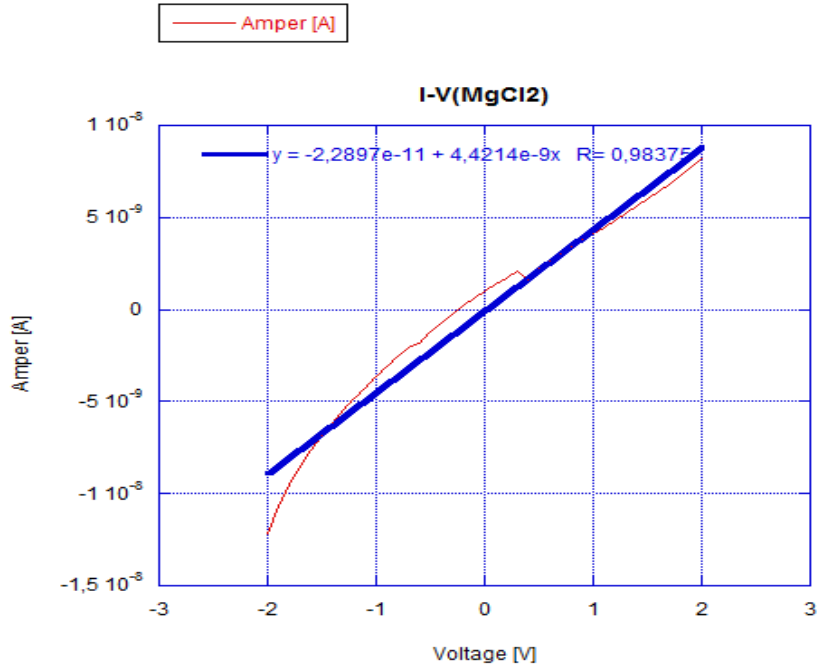
Ortam	Bağıl Nem Değeri (%)	Direnç (Ω)	Özdirenç($\Omega.m$)	İletkenlik($1/\Omega.m$)
Hava	40	0.191592e+10	0.191592e+5	5.219436e-5
K ₂ CO ₃	52	0.750588e+9	0.750588e+4	1.332288e-4
MgCl ₂	62	0.229496e+9	0.229496e+4	4.357367e-4
KNO ₃	76	0.322222e+7	0.322222e+2	3.103448e-2



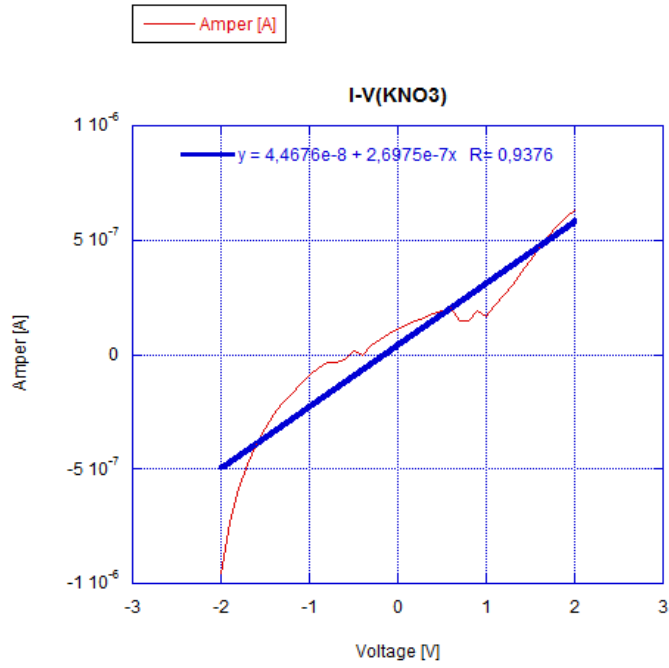
Şekil 4.13 Hava ortamında %0.005 Grafen Karışımı İnce Film I-V grafiği



Şekil 4.14 K₂CO₃ ortamında %0.005 Grafen Karışımı İnce Film I-V grafiği



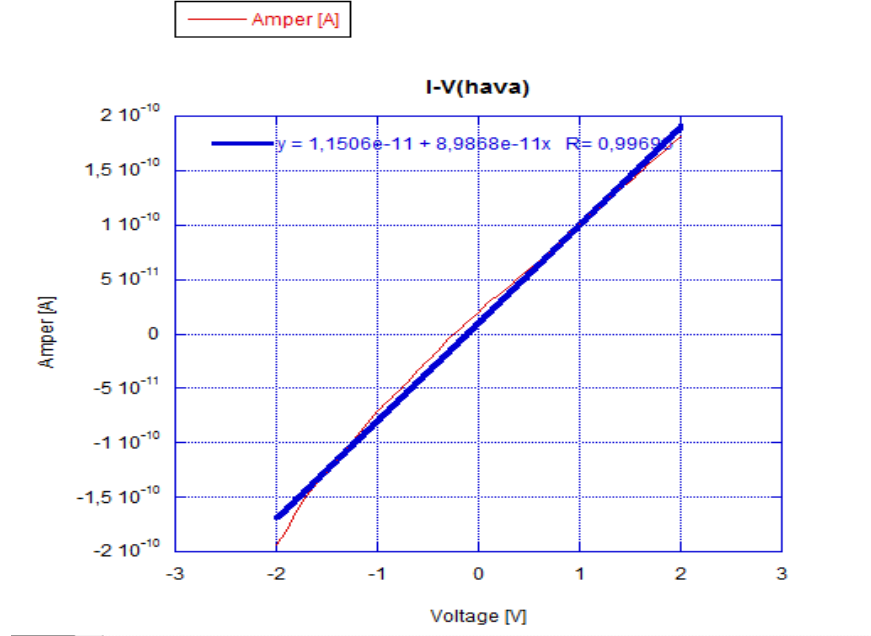
Şekil 4.15 MgCl_2 ortamında %0.005 Grafen Karışımli İnce Film I-V grafiği



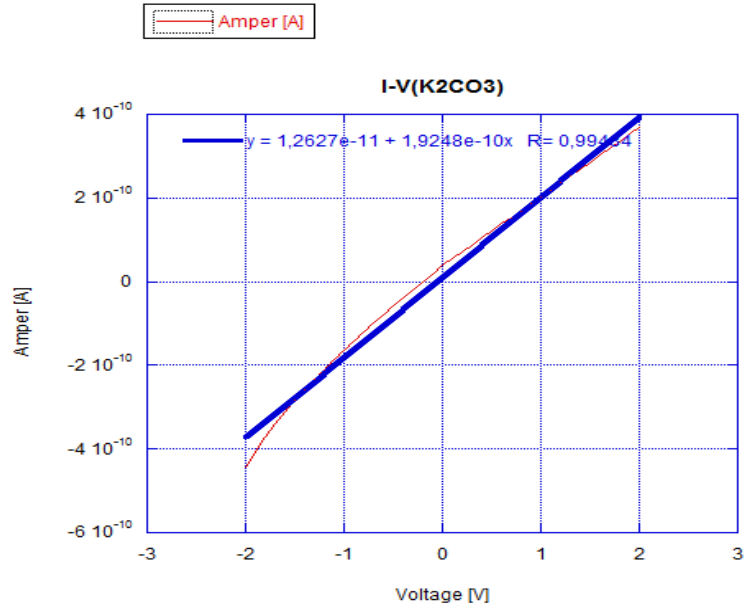
Şekil 4.16 KNO_3 ortamında %0.005 Grafen Karışımli İnce Film I-V grafiği

%0.01 Grafen Karışımı İnce Film İçin Grafikler ve Hesaplamalar

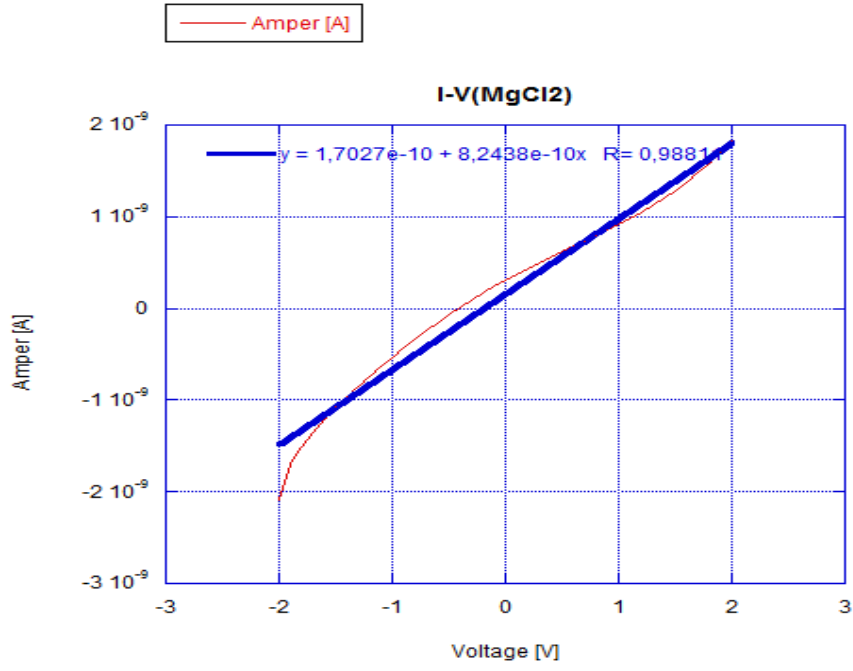
%0.01 Grafen Karışımı İnce Film için çeşitli ortamlarda alınan I-V grafikleri aşağıda verilmiştir(Şekil 4.17-4.20).



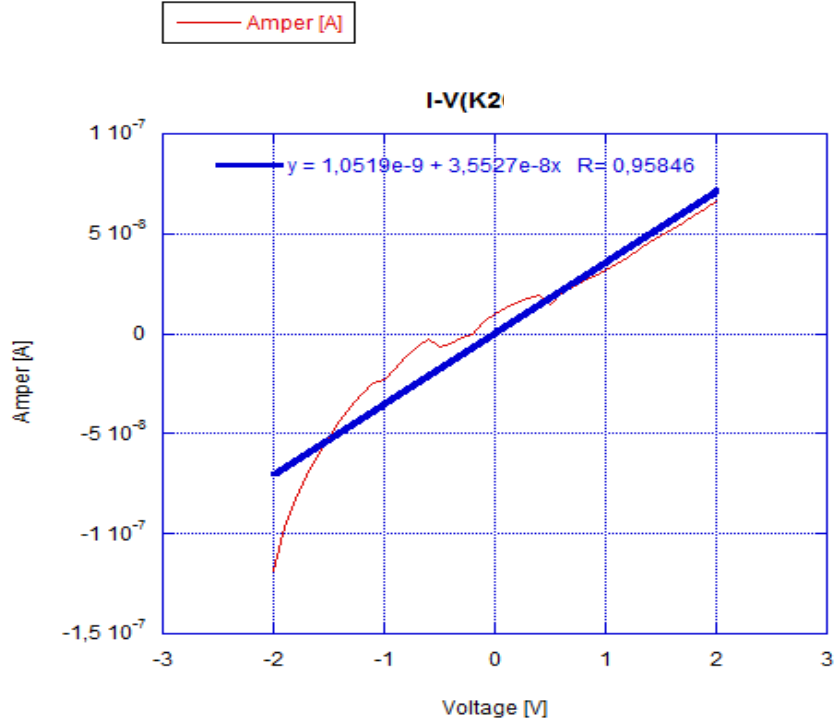
Şekil 4.17 Hava ortamında %0.01 Grafen Karışımı İnce Film I-V grafiği



Şekil 4.18 K₂CO₃ ortamında %0.01 Grafen Karışımı İnce Film I-V grafiği



Şekil 4.19 MgCl_2 ortamında %0.01 Grafen Karışımı İnce Film I-V grafiği



Şekil 4.20 KNO_3 ortamında %0.001 Grafen Karışımı İnce Film I-V grafiği

Çizelge 4.3 % 0,01 lik Grafen-Kitosan İçin İletkenlik ve Direnç Değerleri

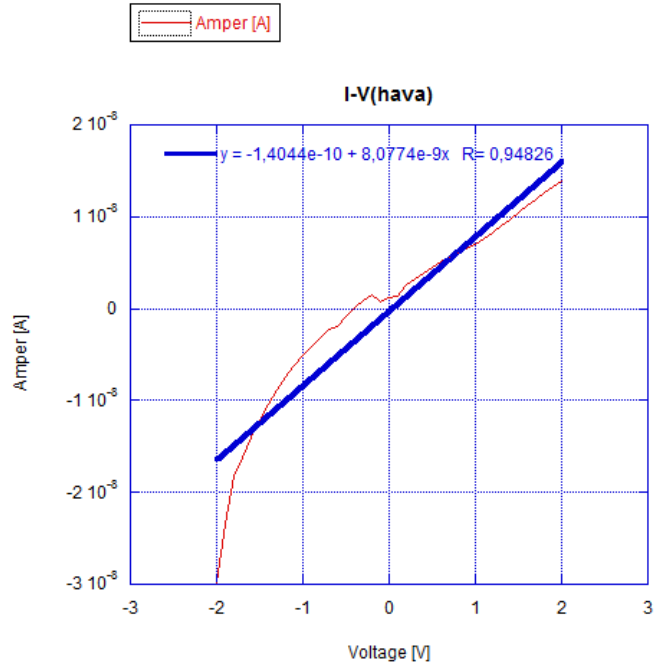
Ortam	Bağıl Nem Değeri (%)	Direnç (Ω)	Özdirenç($\Omega.m$)	İletkenlik($1/\Omega.m$)
Hava	40	0.990684e+10	0.990684e+5	1.009404e-5
K ₂ CO ₃	52	0.493808e+10	0.493808e+5	2.025078e-5
MgCl ₂	62	0.101917e+10	0.101917e+5	9.811912e-5
KNO ₃	76	0.145330e+8	0.145330e+3	6.880878e-3

%0.05 Grafen Karışımı İnce Film İçin Grafikler ve Hesaplamalar

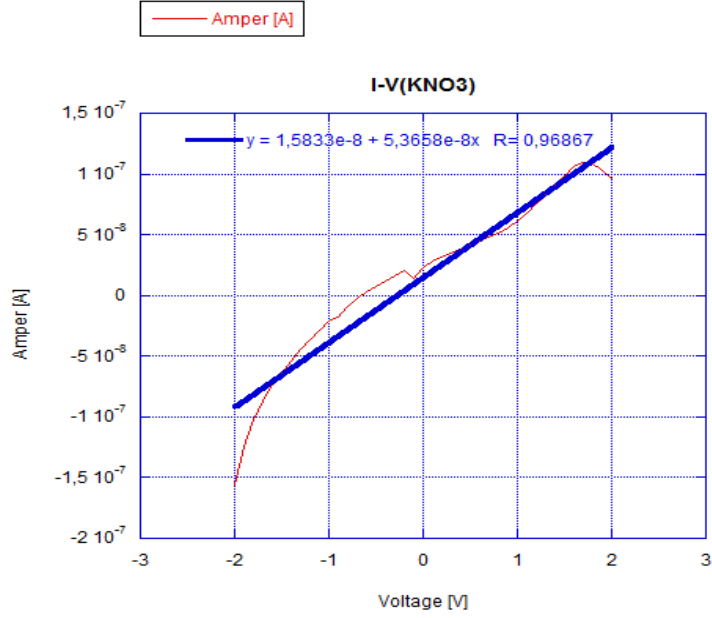
%0.005 Grafen Karışımı İnce Film için çeşitli ortamlarda alınan I-V grafiklerinden hesaplanan değerler Çizelge 4.4 de verilmiştir. Alınan I-V grafikleri de aşağıda (Şekil 4.21-4.24) de verilmiştir.

Çizelge 4.4. % 0,05 lik Grafen- Kitosan için İletkenlik ve Direnç Değerleri

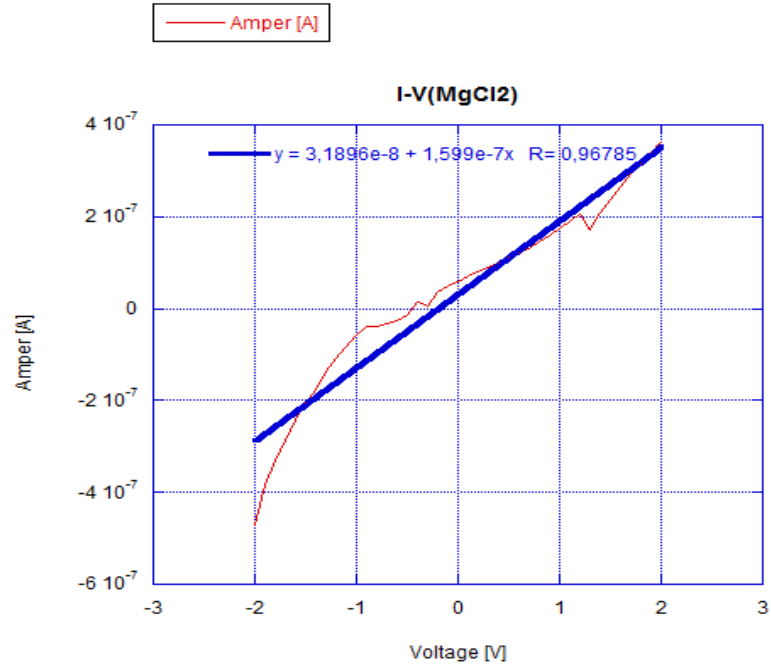
Ortam	Bağıl Nem Değeri (%)	Direnç (Ω)	Özdirenç($\Omega.m$)	İletkenlik($1/\Omega.m$)
Hava	40	0.126086e+9	0.126086e+4	7.931034e-4
K ₂ CO ₃	52	0.279824e+8	0.279824e+3	3.573668e-3
MgCl ₂	62	0.517857e+7	0.517857e+2	1.931034e-2
KNO ₃	76	0.244444e+6	0.244444e+1	4.090909e-1



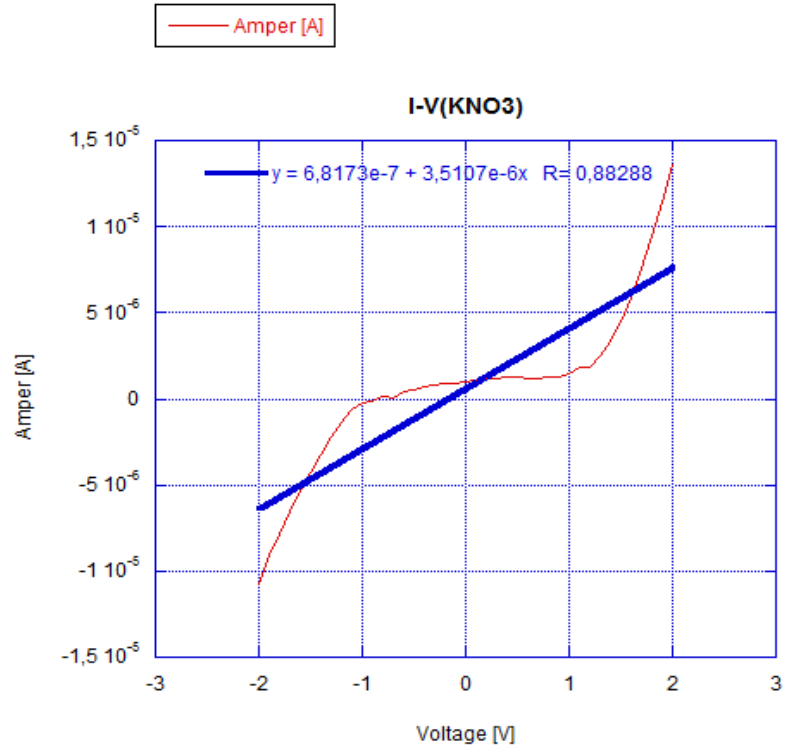
Şekil 4.21 Hava ortamında %0.05 Grafen Karışıklı İnce Film I-V grafiği



Şekil 4.22 K_2CO_3 ortamında %0.05 Grafen Karışıklı İnce Film I-V grafiği



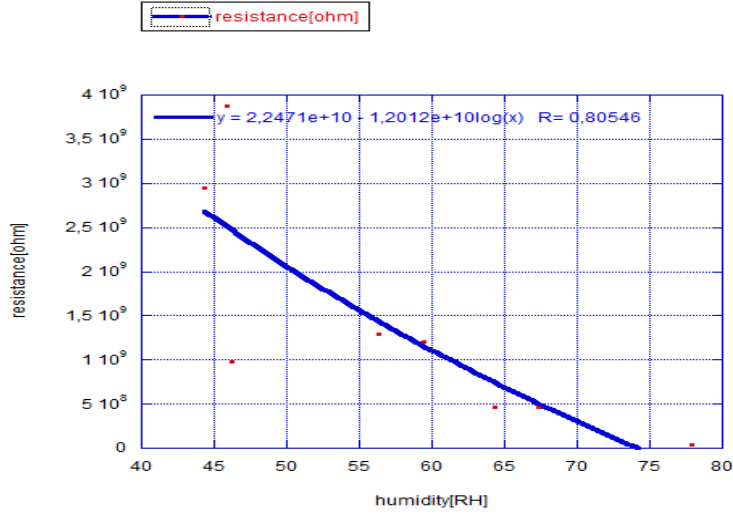
Şekil 4.23 MgCl_2 ortamında %0.05 Grafen Karışımli İnce Film I-V grafiği



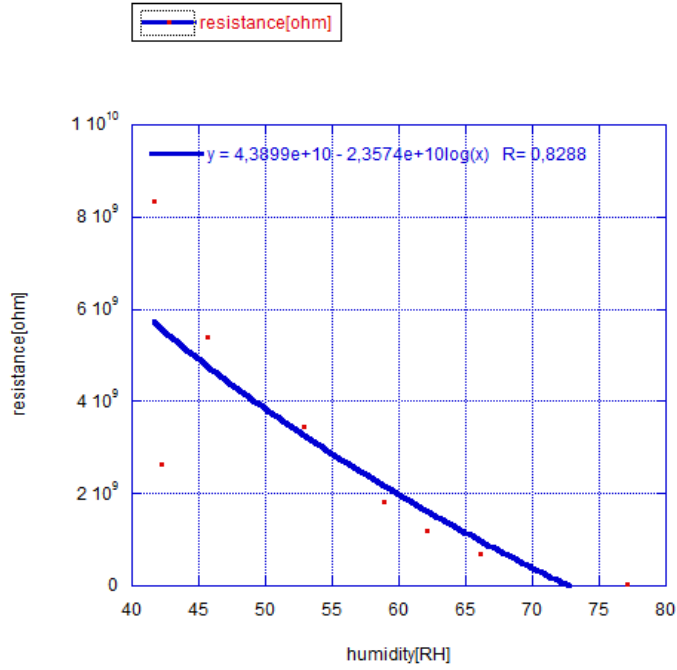
Şekil 4.24 KNO_3 ortamında %0.005 Grafen Karışımli İnce Film I-V grafiği

İnce Filmler İçin Hesaplanmış ve Oluşturulmuş Direnç-Nem Eğrileri

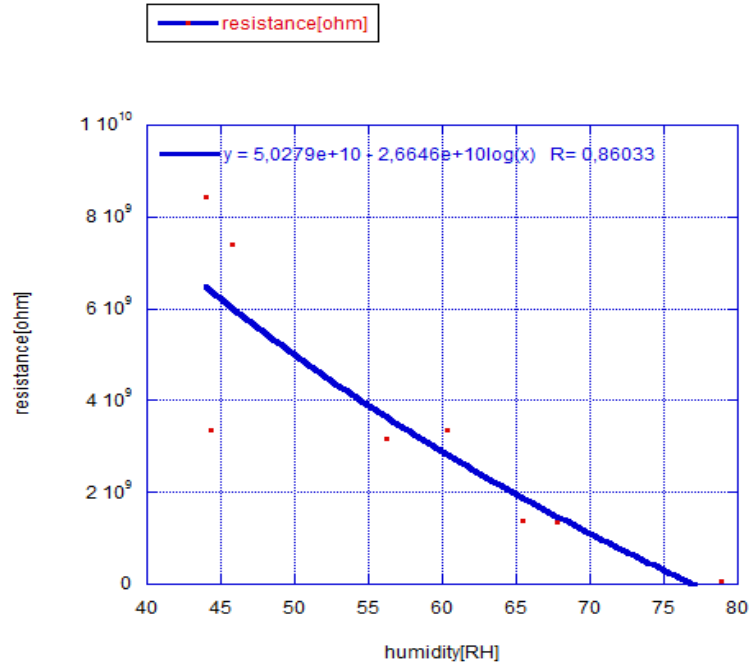
İnce filmler için oluşturulan direnç-nem eğrileri Şekil 4.25-4.28'de verilmiştir.



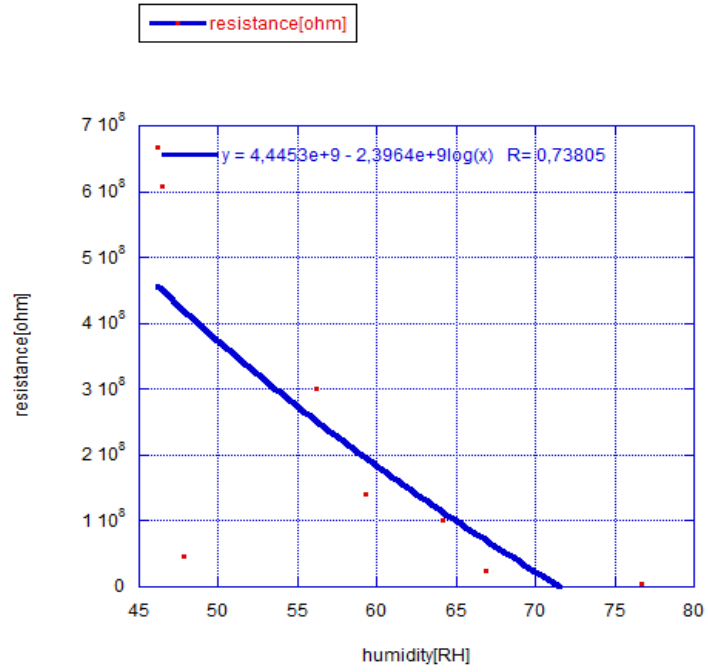
Şekil 4.25 Kitosan film için direnç-nem grafiği ve denklemleri



Şekil 4.26 %0.005 grafen -Kitosan film için direnç-nem grafiği ve denklemleri



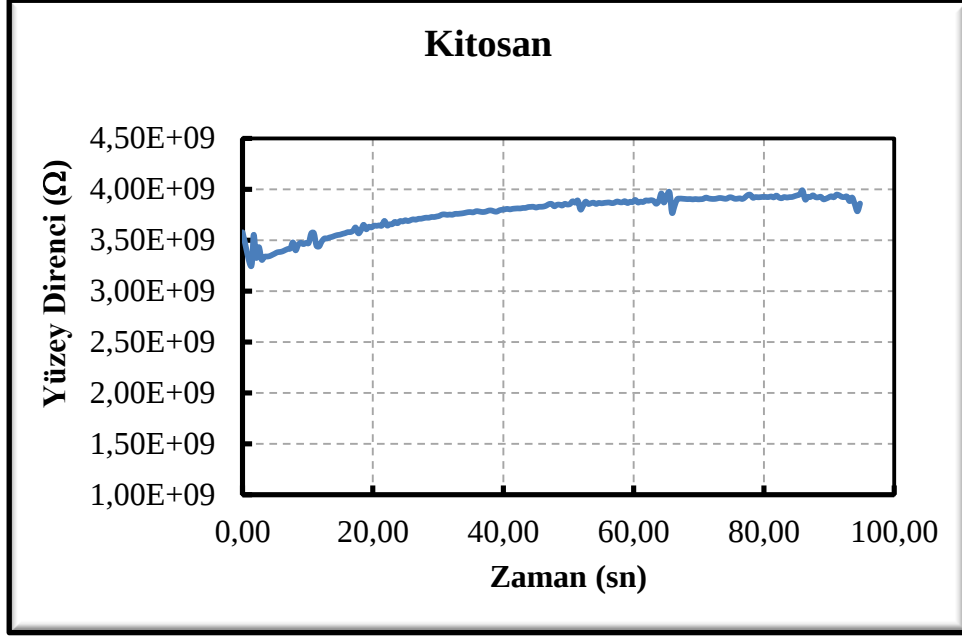
Şekil 4.27. %0.01 grafen -kitosan film için direnç-nem grafiği ve denklemi



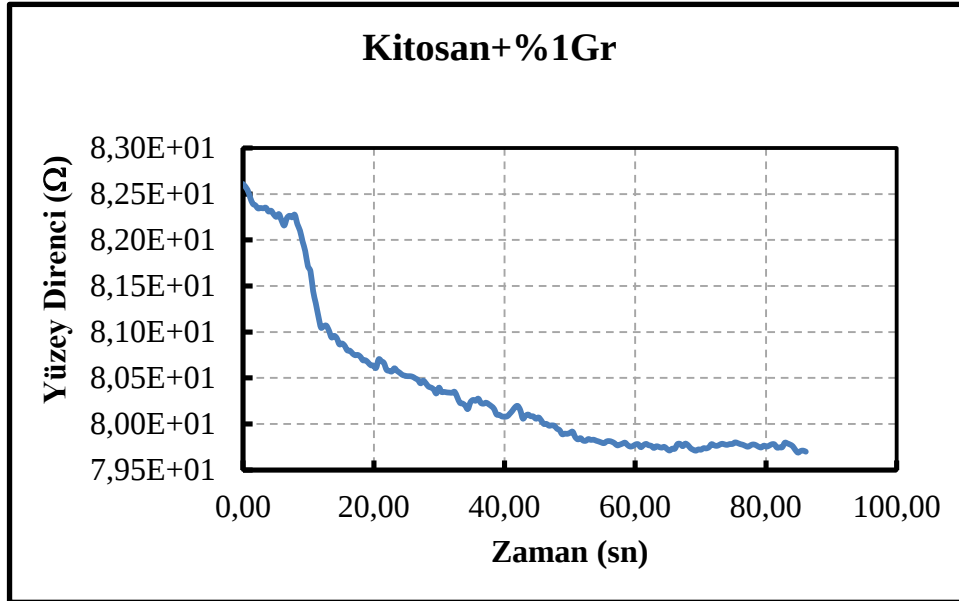
Şekil 4.28. %0.05 grafen -kitosan film için direnç-nem grafiği ve denklemi

İnce Filmler İçin Oluşturulmuş Yüzey Direnci-Zaman Eğrileri

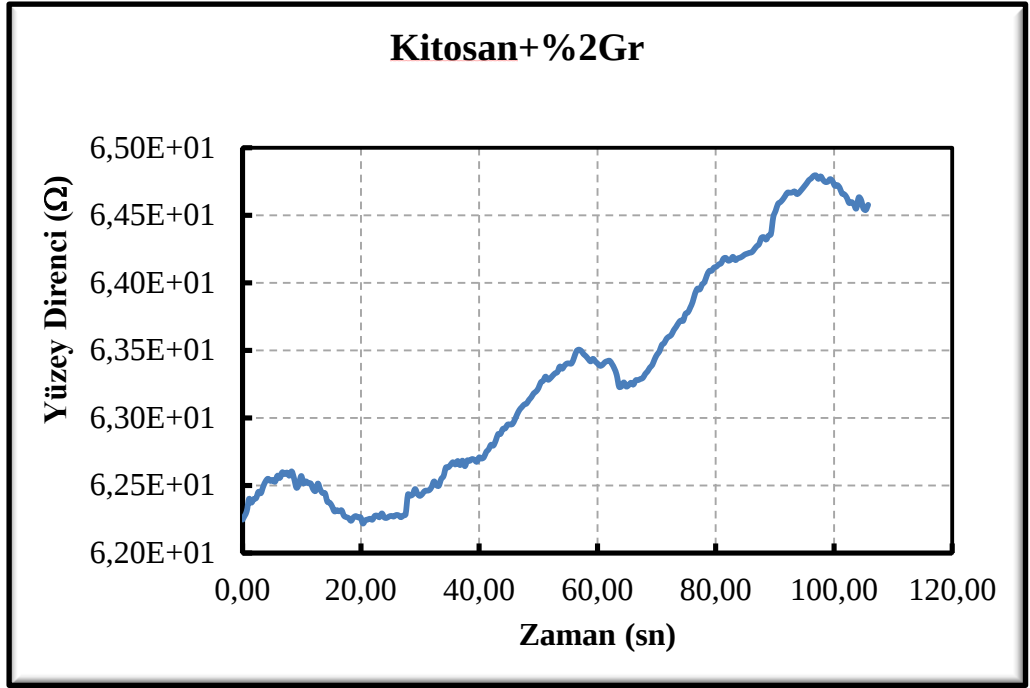
İnce Filmler İçin Oluşturulmuş Yüzey Direnci - Zaman Eğrileri Şekil 4.29-4.32'de görülmektedir. Grafen oranı arttıkça yüzey direncini düşürdüğü görülmektedir.



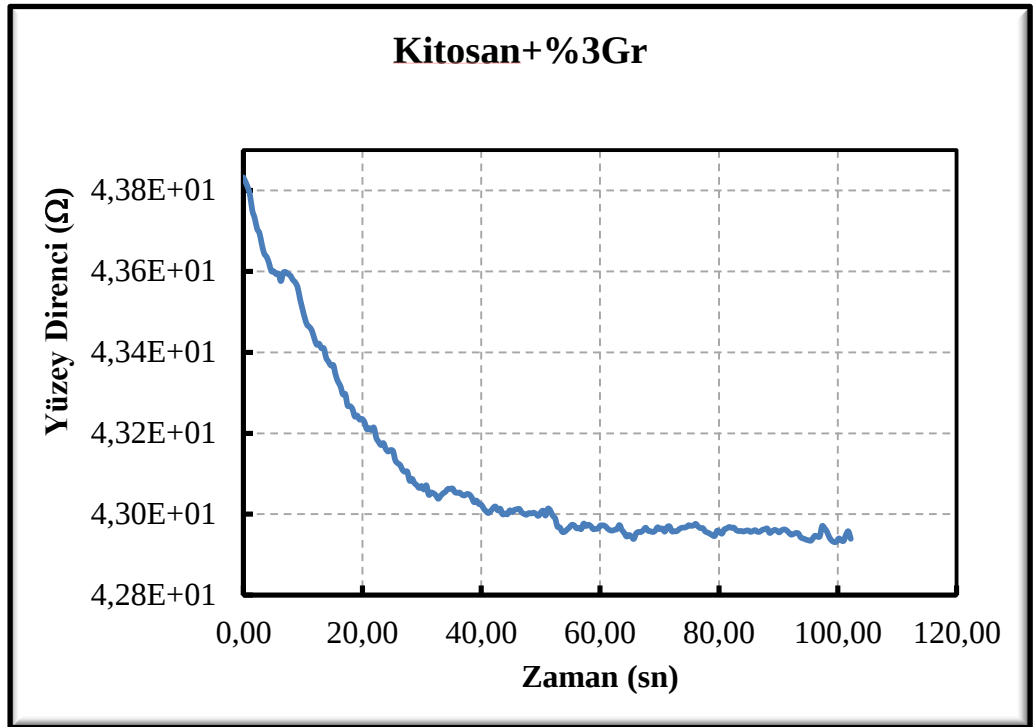
Şekil 4.29 Kitosan film için yüzey direnci- zaman grafiği



Şekil 4.30 % 1 grafen -kitosan film için yüzey direnci- zaman grafiği



Şekil 4.31 % 2 grafen -kitosan film için yüzey direnci- zaman grafiği



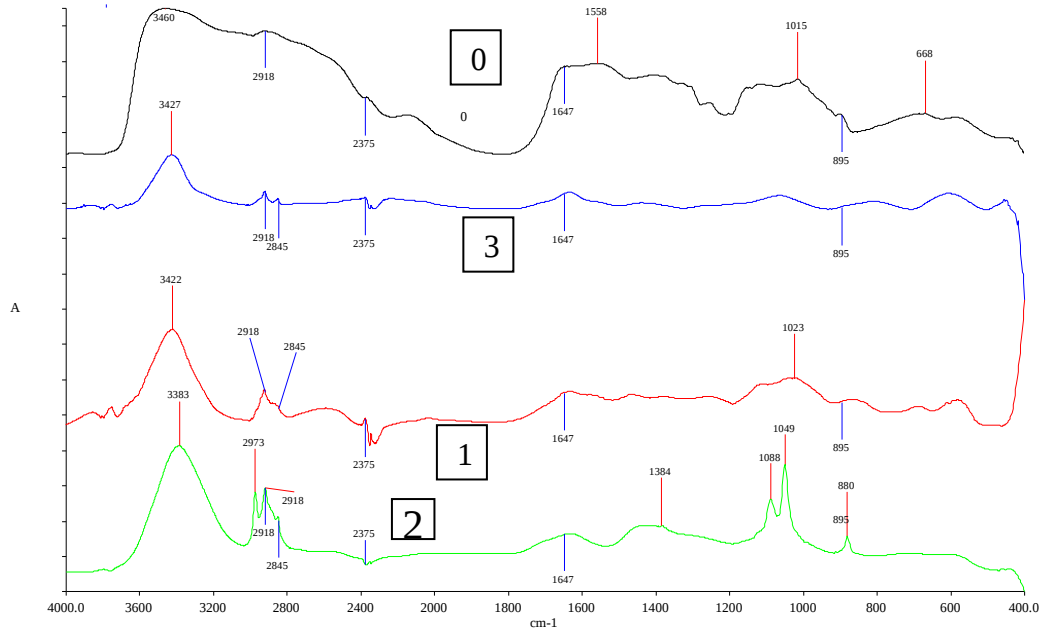
Şekil 4.32 % 3 grafen -kitosan film için yüzey direnci- zaman grafiği

4.2 FTIR-ATR Analizi

Elde edilen filmlerin FT-IR spekturumları Şekil 4.30'da verilmiştir. Burada 0 ile gösterilen filmi kitosan filmi, 1 ile Kitosan-%1 Gr film, 2 ile Kitosan-%2 Gr film ve 3 ile Kitosan-%1 Gr film gösterilmiştir. Bu analizde oluşan bantların tanımları Çizelge 4.5' de verilmiştir. Şekilden görüldüğü üzere kitosana grafen katkısı ile bazı değişiklikler gözlenmiştir. Bu değişikliklerin ilki; OH bandı 0 filminde 3460 cm^{-1} de oluşurken yüksek grafen konsantrasyonunda 3383 cm^{-1} de oluşmaktadır. Diğer bir değişiklik ise grafen takviyeli filmlerde 2845 cm^{-1} de oluşan bant 0 filminde meydana gelmemiştir. Bunların sebebi Grafende var olan fonksiyonel grupların varlığı olabilir.

Çizelge 4.5. Oluşan bantların tanımlamaları

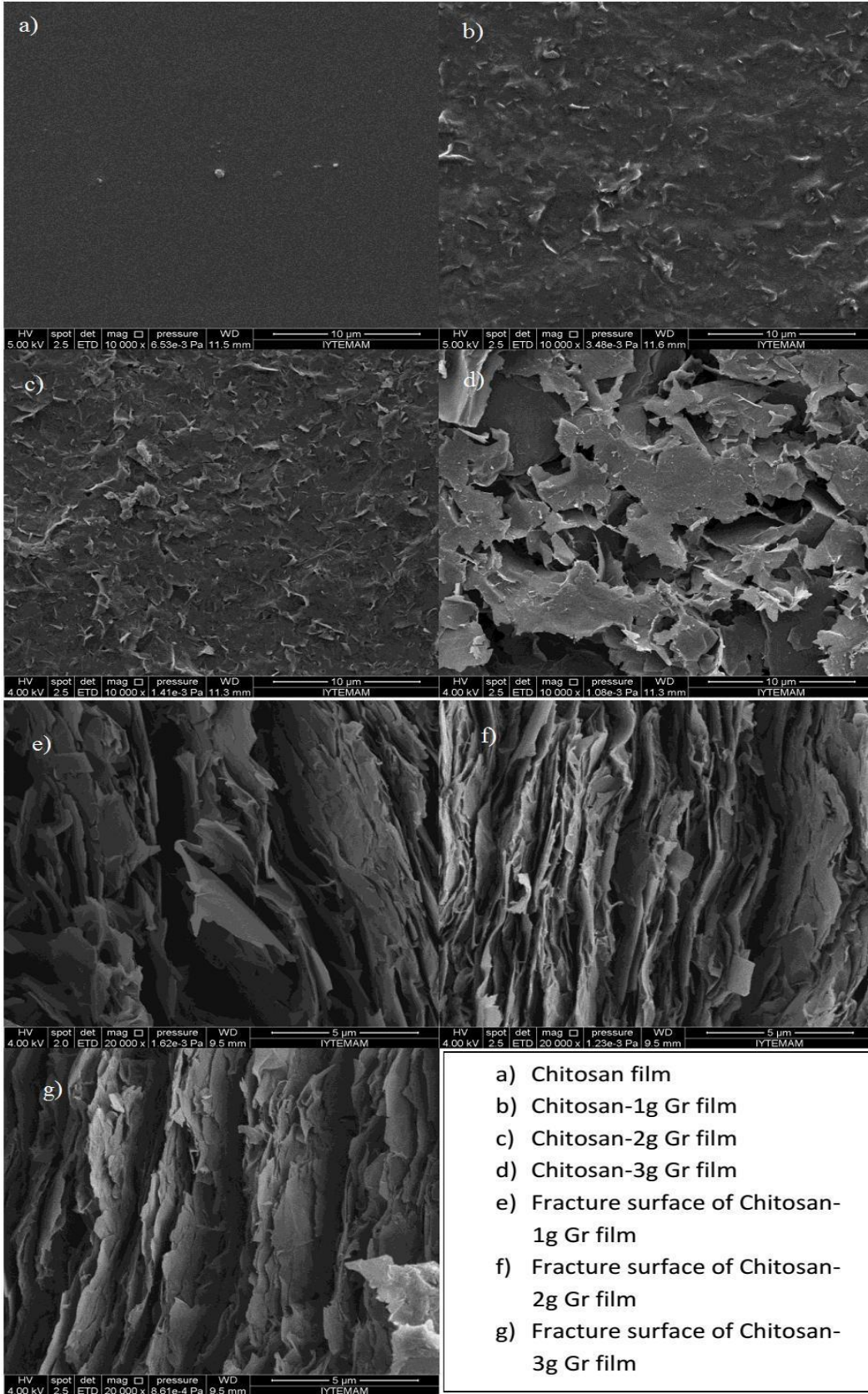
Bant (cm^{-1})	Tanım
3200-3700	O-H stretch
2850-2970	CH ve CH ₂ stretch
1250–1450	C–O–H and C–H bending
1622-1627	the skeletal vibration of graphitic domains
1600-1800	C=O stretch
950–1250	C-O stretch



Şekil 4.33 Kitosan ve grafen takviyeli filmlerin FTIR spektrumları

4.3 SEM Analizi

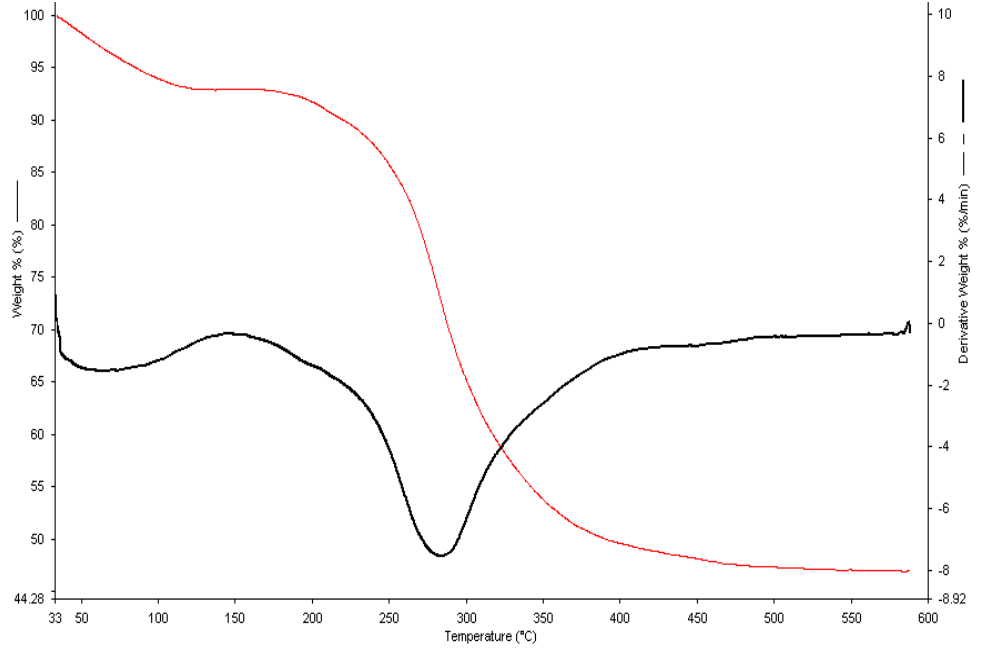
Grafen takviyeli kitosan kompozit filmlerinin SEM analizleri Şekil 4.30'da verilmiştir. Kitosan+Gr filmler hem üstten ve hemde filmler sıvı azot içine batırıp dondurduktan sonra kırılara yandan incelenmiştir. Bu şekillere göre %1 ve %2 Gr takviyesinin homojen bir şekilde dağıldı görülmektedir. %3 gr katkısında ise homojen bir şekilde dağılmadığı ve topaklanmaların olduğu görülmektedir. Şekil 4.30 e, f, ve g incelendiğinde grafenin kitosan içersinde dizilişi görülmektedir.



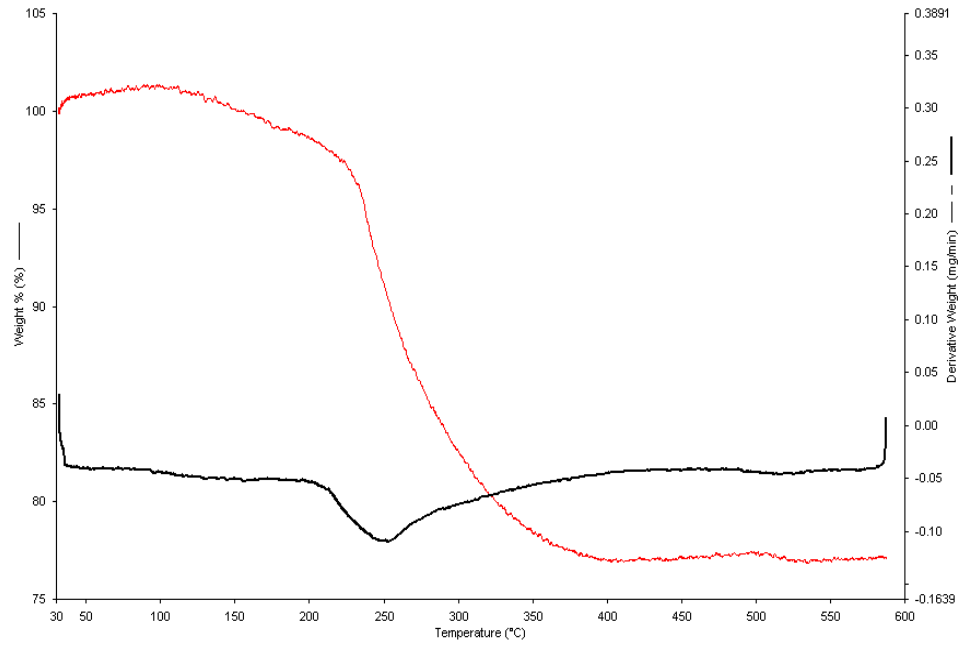
Şekil 4.34 Filmlerin mikroyapı görüntüleri a) kitosan, b) Kitosan-%1 Gr film, c) Kitosan-%1 Gr film, d) Kitosan-%3 Gr film, e) Kitosan-%1 Gr filmin yandan kırılma yüzeyi, f)) Kitosan-%2 Gr filmin yandan kırılma yüzeyi, g) Kitosan-%3 Gr filmin yandan kırılma yüzeyi

4.4 Termogravimetrik Analiz

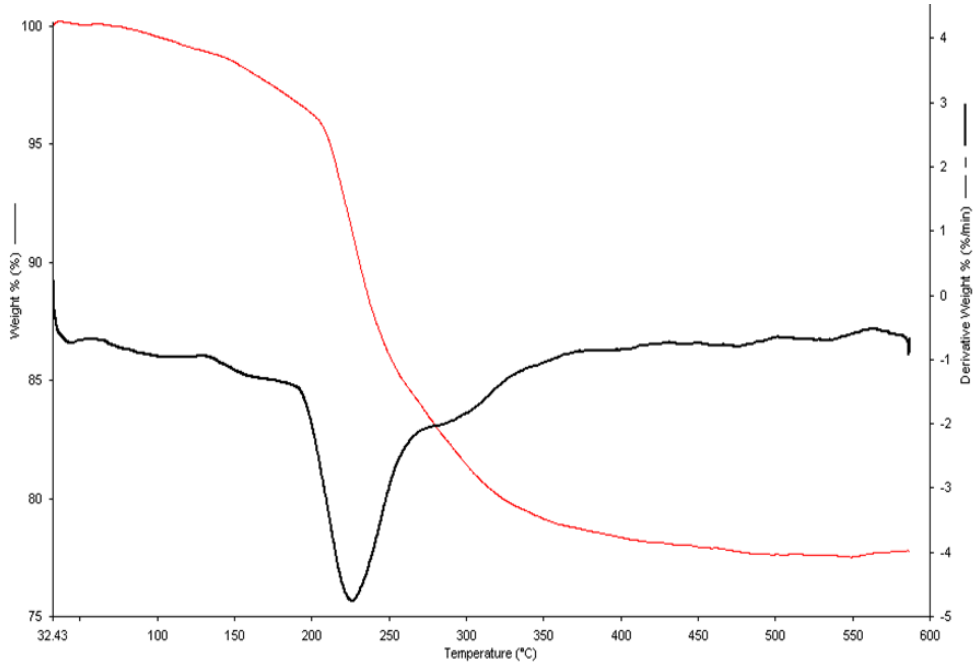
Polimerik filmlerin TGA ve DTG analizi sonucu elde edilen grafikleri Şekil 4.35-4.38 arasında gösterilmiştir. Elde edilen sonuçlar ise Çizelge 4.6'da kısaca özetlenmiştir.



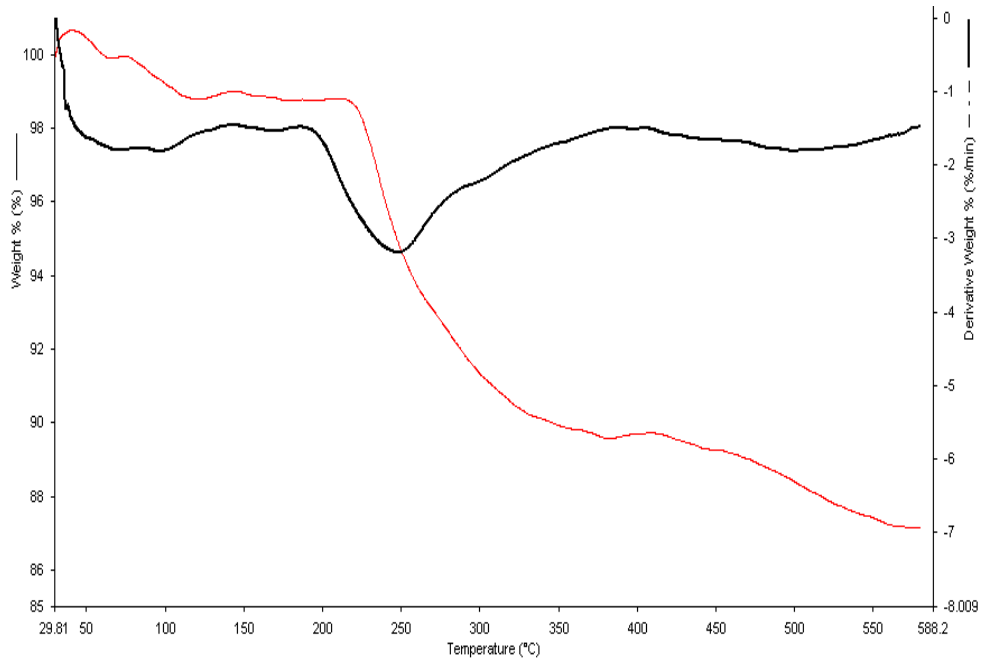
Şekil 4.35 Kitosan filminin TGA ve DTG eğrileri



Şekil 4.36 Kitosan-%1 Gr filminin TGA ve DTG eğrileri



Şekil 4.37 Kitosan-%2 Gr filminin TGA ve DTG eğrileri



Şekil 4.38 Kitosan-%3 Gr filminin TGA ve DTG eğrileri

Çizelge 4.6 TGA ve DTG verileri

Film	Tmaks (°C)	Ağırlık kaybı 120°C (%)	Ağırlık kaybı 600°C (%)
Kitosan	283,6	7,2	53,2
Kitosan-%1Gr	256,1	3,6	21,9
Kitosan-%2Gr	249,3	1,2	20,7
Kitosan-%3Gr	227,4	0,6	12,9

Sonuçlardan görüldüğü üzere kitosan içerisine grafen katılması maksimum bozunma sıcaklıklarını düşürmektedir. Aynı şekilde grafen katkısı ağırlık kaybını azaltmaktadır.

4.5 DMA (Dinamik Mekanik Analiz) Testleri

Cihaz 10 Hz frekansta çekme modunda kullanılmıştır. Numune boyutları 17mmx10mmx0.82mm dir. Analizler -80 ile 250 °C sıcaklık aralığında ve 10°C/dk ısınma hızında yapılmıştır. Filmlerin depolama modülleri Çizelge 4.7’de verilmiştir.

Çizelge 4.7 Kitosan ve grafen takviyeli kompozit filmlerin DMA analiz sonuçları

	Depolama modülü (MPa)
Kitosan	1864
Kitosan-%1Gr	1968
Kitosan-%2Gr	2250
Kitosan-%3Gr	1904

Sonuçlara göre; filmlerin depolama modüllerini grafen takviyesi ile arttırmaktadır. %3 Gr takviyesi yapılması homojen dağıtılamaması nedeniyle depolama modülleri düşmüştür.

4.5 Mekanik Testler

Filmlerin mekanik özelliklerini tespit etmek için çekme deneyi gerçekleştirilmiştir. 10N yük kapasitesine sahip çekme cihazında yapılan deney sonucunda elde sonuçlar aşağıdaki Çizelge 4.8’de verilmiştir. Çekme hızı 0.1 mm/dk olarak çekilmiştir.

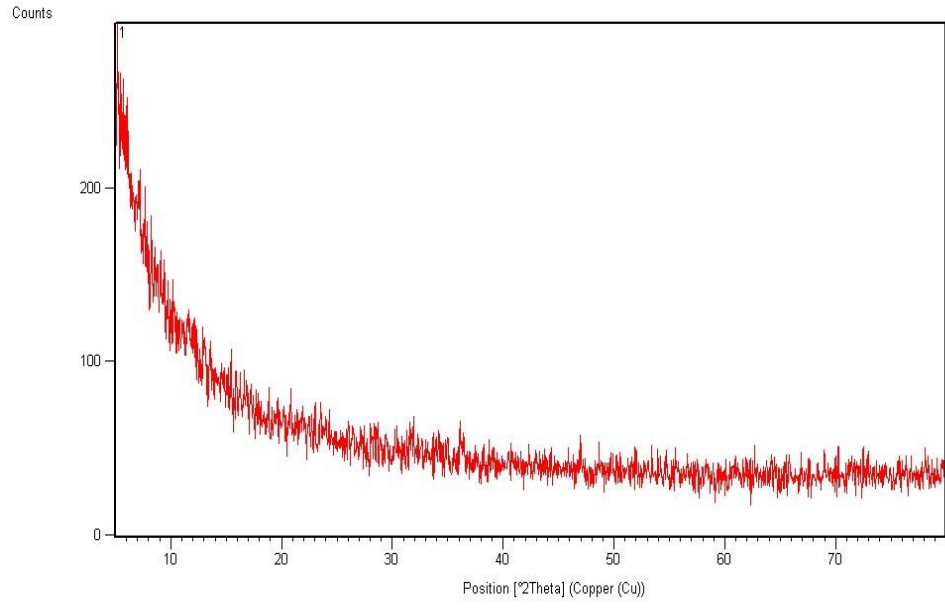
Çizelge 4.8 : Filmlerin mekanik özellikleri

Numune adı	Young Modülü (GPa)	Çekme Dayanımı (MPa)
Kitosan	0.53±0.03	28.65±2.54
Kitosan-%1Gr	1.21±0.13	43.54±1.67
Kitosan-%2Gr	1.43±0.06	49.35±2.16
Kitosan-%3Gr	1.07±0.05	26.65±4.56

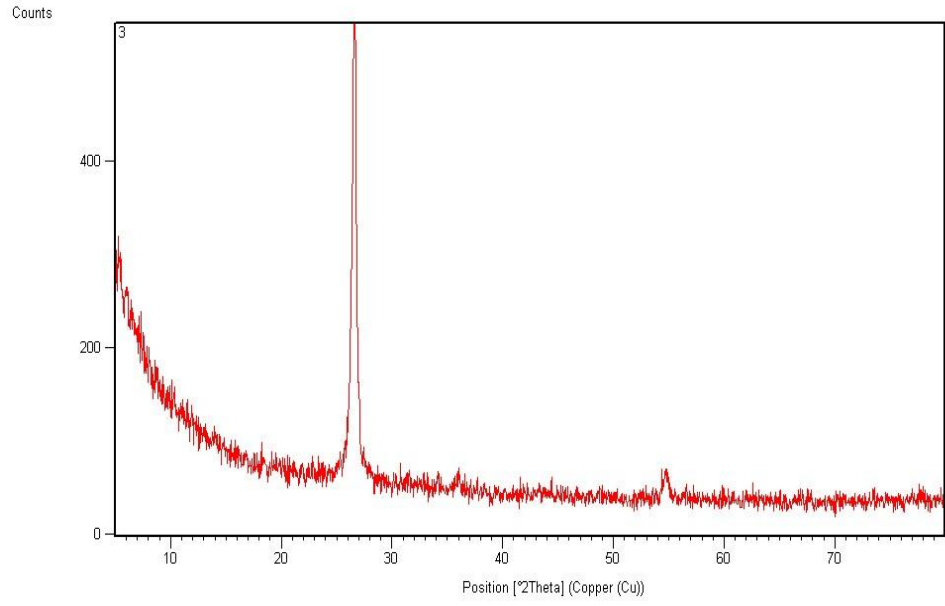
Sonuçlardan görüldüğü gibi kitosan filminin çekme dayanımı 18.65 MPa, Young modülü ise 0.53 GPa olarak bulunmuştur. Bu filmin içine %0.12 ve %0.24 Gr katkısıyla çekme dayanımı sırasıyla 43.54 ve 49.35 MPa, young modülü ise 1.21 ve 1.43 GPa değerlerine yükselmektedir. Ancak %3 CNT katkısında ise çekme dayanımı 26.65 MPa, young modülü ise 1.07 GPa değerine düşmektedir. %3 Gr katkısının mekanik özelliklerini düşürmesinin sebebi Gr nin çözelti içerisinde homojen dağıtılamamasıdır.

4.6 XRD (X Işınları Difraksiyonu) Analizi

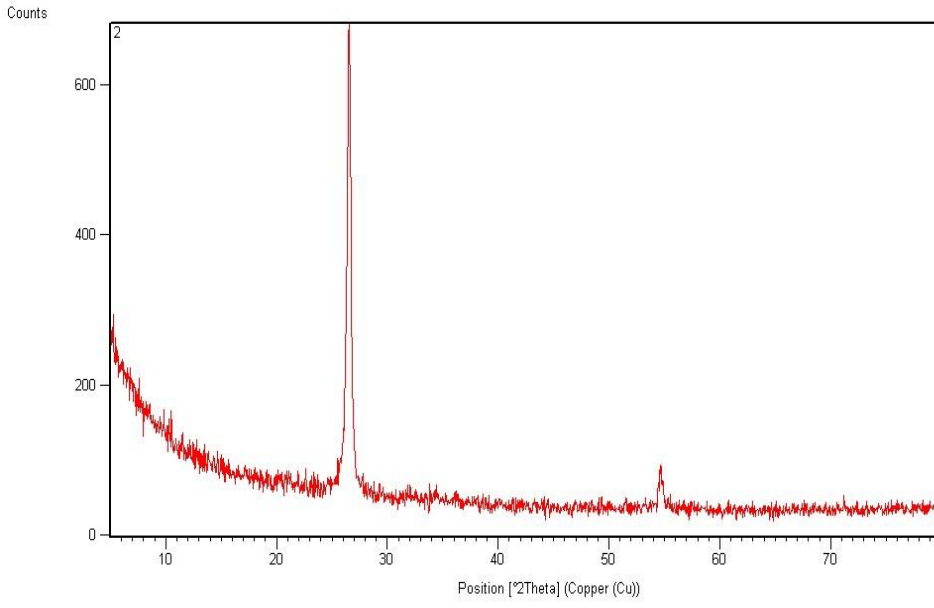
Şekil 4.35-4.39’da XRD analiz sonuçları görülmektedir. Grafiklerde sade kitosanda herhangi bir pik görülmez iken grafen içeren malzemelerde pikler görülmektedir. Bu pikler karbon atomunu göstermektedir. Bu piklerin değerlerinde malzemenin içerdiği karbon oranına göre artış gösterdiği görülmektedir.



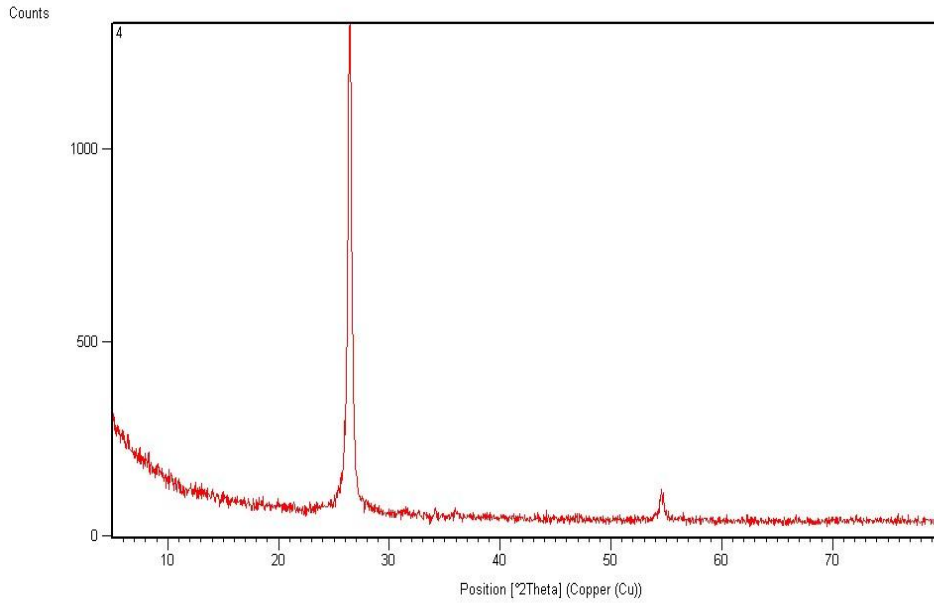
Şekil 4.39 Kitosan filminin XRD grafiği



Şekil 4.40 Kitosan-%1 Gr filminin XRD grafiği



Şekil 4.41 Kitosan-%2 Gr filminin XRD grafiği



Şekil 4.42 Kitosan-%3 Gr filminin XRD grafiği

5. SONUÇ

Elde ettiğimiz çözeltilerde grafen miktarı arttıkça öz direnç düşmekte ve dolayısıyla iletkenlik artmaktadır. Kitosan ve kitosan-grafen nano ince filmlerinin yüzeyindeki nem molekülleri malzemenin yüzeyi ile etkileşime girerek nemi tutan bir yapıya sahip olmaktadır. Biyouyumlu kitosan polimer düşük iletkenlik özellikleri nedeni ile elektriksel cihazların ve sensörlerin geliştirilmesinde sınırlı kalmaktadır. Sensör hassasiyetlerinin artırılabilmesi için kitosanın elektriksel iletkenliklerinin iletken nanodolgu malzemeleri (grafen) ile artırılması gerekmektedir. Farklı nem değerleri, aynı nem değeri ile yapılan ölçümler sonucu elde edilen grafikler ve ayrıca oluşturulan I-V grafikler sonucunda grafen dolgulu nano ince filmlerin, yüzey yapısı düzgün bir ince film elde edildiği takdirde, nem sensörü olarak kullanılabileceği fakat çok yüksek miktarda grafen kullanıldığı takdirde neme karşı hassasiyet azaldığından nem değişimlerini yakalamaktaki yeteneği azalıyor.

Elde ettiğimiz filmlerde grafen miktarı mekanik özelliklerini iyileştirmektedir. Ancak homojen olarak karışması gerekiyor. İçerisinde kalan topaklanmalar mekanik özelliklerini düşürüyor. Kitosan içerisine katılan grafen maksimum bozulma sıcaklığını düşürmektedir.

KAYNAKLAR DİZİNİ

- Abraham, T.N., Ratna, D., Siengchin, S. and Karger-Kocsis, J.,** 2008, Rheological and thermal properties of poly(ethylene oxide)/multiwall carbon nanotube composites. *Journal of Applied Polymer Science*, 110(4): 2094-2101.
- Agarwal, S., Khan, M.M.K. and Gupta, R.K.,** 2008, Thermal Conductivity of Polymer Nanocomposites Made With Carbon Nanofibers. *Polymer Engineering and Science*, 48(12): 2474-2481.
- Avouris, P., Chen, Z.H. and Perebeinos, V.,** 2007, Carbon-based electronics. *Nature Nanotechnology*, 2(10): 605-615.
- Bangarusampath, D.S. et al.,** 2009, Rheological and electrical percolation in melt-processed poly(ether ether ketone)/multi-wall carbon nanotube composites. *Chemical Physics Letters*, 482(1-3): 105-109.
- Bao, Q.L. et al.,** 2009, Atomic-Layer Graphene as a Saturable Absorber for Ultrafast Pulsed Lasers. *Advanced Functional Materials*, 19(19): 3077-3083.
- Boehm, H.P., Setton, R. and Stumpp, E.,** 1994, Nomenclature and Terminology of Graphite-Intercalation Compounds (Iupac Recommendations 1994). *Pure and Applied Chemistry*, 66(9): 1893-1901.
- Bose, S., Kim, N.H., Kuila, T., Lau, K.T. and Lee, J.H.,** 2011, Electrochemical performance of a graphene-polypyrrole nanocomposite as a supercapacitor electrode. *Nanotechnology*, 22(29).
- Causin, V., Marega, C., Marigo, A., Ferrara, G. and Ferraro, A.,** 2006, Morphological and structural characterization of polypropylene/conductive graphite nanocomposites. *European Polymer Journal*, 42(12): 3153-3161.
- Chen, G.H., Wu, C.L., Weng, W.G., Wu, D.J. and Yan, W.L.,** 2003, Preparation of polystyrene/graphite nanosheet composite. *Polymer*, 44(6): 1781-1784.
- Chen, X.M., Shen, J.W. and Huang, W.Y.,** 2002, Novel electrically conductive polypropylene/graphite nanocomposites. *Journal of Materials Science Letters*, 21(3): 213-214.
- Demir, A. and Seventekin, N.,** 2009, Kitin, Kitosan ve Genel Kullanım Alanları. *Tekstil Teknolojileri Elektronik Dergisi*, 3(2): 92-103.

KAYNAKLAR DİZİNİ (devam)

- Depan, D., Girase, B., Shah, J.S. and Misra, R.D.,** 2011, Structure-process-property relationship of the polar graphene oxide-mediated cellular response and stimulated growth of osteoblasts on hybrid chitosan network structure nanocomposite scaffolds. *Acta Biomater*, 7(9): 3432-45.
- Eswaraiah, V., Balasubramaniam, K. and Ramaprabhu, S.,** 2011, Functionalized graphene reinforced thermoplastic nanocomposites as strain sensors in structural health monitoring. *Journal of Materials Chemistry*, 21(34): 12626-12628.
- Fan, H.L. et al.,** 2010, Fabrication, Mechanical Properties, and Biocompatibility of Graphene-Reinforced Chitosan Composites. *Biomacromolecules*, 11(9): 2345-2351.
- Fim, F.D., Guterres, J.M., Basso, N.R.S. and Galland, G.B.,** 2010, Polyethylene/Graphite Nanocomposites Obtained by In Situ Polymerization. *Journal of Polymer Science Part a-Polymer Chemistry*, 48(3): 692-698.
- Geim, A.K. and Novoselov, K.S.,** 2007, The rise of graphene. *Nature Materials*, 6(3): 183-191.
- George, J.J. and Bhowmick, A.K.,** 2008, Ethylene vinyl acetate/expanded graphite nanocomposites by solution intercalation: preparation, characterization and properties. *Journal of Materials Science*, 43(2): 702-708.
- Ghose, S. et al.,** 2008, Thermal conductivity of ethylene vinyl acetate copolymer/nanofiller blends. *Composites Science and Technology*, 68(7-8): 1843-1853.
- Haldorai, Y., Lyoo, W.S. and Shim, J.J.,** 2009, Poly(aniline-co-p-phenylenediamine)/MWCNT nanocomposites via in situ microemulsion: synthesis and characterization. *Colloid and Polymer Science*, 287(11): 1273-1280.
- Han, D.X., Han, T.T., Shan, C.S., Ivaska, A. and Niu, L.,** 2010, Simultaneous Determination of Ascorbic Acid, Dopamine and Uric Acid with Chitosan-Graphene Modified Electrode. *Electroanalysis*, 22(17-18): 2001-2008.
- He, J.Q., Zhang, L. and Li, C.Z.,** 2010, Thermal Conductivity and Tribological Properties of POM-Cu Composites. *Polymer Engineering and Science*, 50(11): 2153-2159.

KAYNAKLAR DİZİNİ (devam)

- Hu, H.T. et al.**, 2010, Preparation and properties of graphene nanosheets-polystyrene nanocomposites via in situ emulsion polymerization. *Chemical Physics Letters*, 484(4-6): 247-253.
- Hu, H.W. and Chen, G.H.**, 2010, Electrochemically Modified Graphite Nanosheets and Their Nanocomposite Films with Poly(vinyl alcohol). *Polymer Composites*, 31(10): 1770-1775.
- Hussain, F., Hojjati, M., Okamoto, M. and Gorga, R.E.**, 2006, Review article: Polymer-matrix nanocomposites, processing, manufacturing, and application: An overview. *Journal of Composite Materials*, 40(17): 1511-1575.
- Ion, I., Ion, A.C. and Culetu, A.**, 2011, Application of an exfoliated graphite nanoplatelet-modified electrode for the determination of quitozen. *Materials Science & Engineering C-Materials for Biological Applications*, 31(7): 1553-1557.
- Isayev, A.I., Kumar, R. and Lewis, T.M.**, 2009, Ultrasound assisted twin screw extrusion of polymer-nanocomposites containing carbon nanotubes. *Polymer*, 50(1): 250-260.
- Kang, X.H. et al.**, 2009, Glucose Oxidase-graphene-chitosan modified electrode for direct electrochemistry and glucose sensing. *Biosensors & Bioelectronics*, 25(4): 901-905.
- Kim, I.H. and Jeong, Y.G.**, 2010, Polylactide/Exfoliated Graphite Nanocomposites with Enhanced Thermal Stability, Mechanical Modulus, and Electrical Conductivity. *Journal of Polymer Science Part B-Polymer Physics*, 48(8): 850-858.
- King, J.A., Johnson, B.A., Via, M.D. and Ciarkowski, C.J.**, 2009, Electrical Conductivity of Carbon-Filled Polypropylene-Based Resins. *Journal of Applied Polymer Science*, 112(1): 425-433.
- Konwer, S., Pokhrel, B. and Dolui, S.K.**, 2010, Synthesis and Characterization of Polyaniline/Graphite Composites and Study of Their Electrical and Electrochemical Properties. *Journal of Applied Polymer Science*, 116(2): 1138-1145.
- Koysuren, O., Yesil, S. and Bayram, G.**, 2007, Effect of surface treatment on electrical conductivity of carbon black filled conductive polymer composites. *Journal of Applied Polymer Science*, 104(5): 3427-3433.

KAYNAKLAR DİZİNİ (devam)

- Krupa, I. and Chodak, I.**, 2001, Physical properties of thermoplastic/graphite composites. *European Polymer Journal*, 37(11): 2159-2168.
- Krzesinska, M., Celzard, A., Grzyb, B. and Mareche, J.F.**, 2006, Elastic properties and electrical conductivity of mica/expanded graphite nanocomposites. *Materials Chemistry and Physics*, 97(1): 173-181.
- Kuila, T. et al.**, 2011, Characterization and properties of in situ emulsion polymerized poly(methyl methacrylate)/graphene nanocomposites. *Composites Part a-Applied Science and Manufacturing*, 42(11): 1856-1861.
- Kuilla, T. et al.**, 2010, Recent advances in graphene based polymer composites. *Progress in Polymer Science*, 35(11): 1350-1375.
- Liang, G.D. and Tjong, S.C.**, 2006, Electrical properties of low-density polyethylene/multiwalled carbon nanotube nanocomposites. *Materials Chemistry and Physics*, 100(1): 132-137.
- Logakis, E. et al.**, 2009, Electrical/dielectric properties and conduction mechanism in melt processed polyamide/multi-walled carbon nanotubes composites. *Polymer*, 50(21): 5103-5111.
- Luong, N.D. et al.**, 2011, Graphene/cellulose nanocomposite paper with high electrical and mechanical performances. *Journal of Materials Chemistry*, 21(36): 13991-13998.
- Mark, J.E.**, 1996, Ceramic-reinforced polymers and polymer-modified ceramics. *Polymer Engineering and Science*, 36(24): 2905-2920.
- Mitra, S. et al.**, 2011, Magnetodielectric Effect in Graphene-PVA Nanocomposites. *Journal of Physical Chemistry C*, 115(29): 14285-14289.
- Murariu, M. et al.**, 2010, The production and properties of polylactide composites filled with expanded graphite. *Polymer Degradation and Stability*, 95(5): 889-900.
- Novak, I. and Krupa, I.**, 2004, Electro-conductive resins filled with graphite for casting applications. *European Polymer Journal*, 40(7): 1417-1422.
- Novoselov, K.S. et al.**, 2005, Two-dimensional gas of massless Dirac fermions in graphene. *Nature*, 438(7065): 197-200.
- Okamoto, M. et al.**, 2000, Synthesis and structure of smectic clay/poly(methyl methacrylate) and clay/polystyrene nanocomposites via in situ intercalative polymerization. *Polymer*, 41(10): 3887-3890.

KAYNAKLAR DİZİNİ (devam)

- Omastova, M., Podhradská, S., Prokes, J., Janigova, I. and Stejskal, J.,** 2003, Thermal ageing of conducting polymeric composites. *Polymer Degradation and Stability*, 82(2): 251-256.
- Panwar, V. and Mehra, R.M.,** 2008, Study of electrical and dielectric properties of styrene-acrylonitrile/graphite sheets composites. *European Polymer Journal*, 44(7): 2367-2375.
- Park, H.J., Oh, K.A., Park, M. and Lee, H.,** 2009, Electrical Properties and Conductivity Mapping of Thin Multilayered Films Containing Different Types of Carbon Nanotubes. *Journal of Physical Chemistry C*, 113(30): 13070-13076.
- Paul, D.R. and Robeson, L.M.,** 2008, Polymer nanotechnology: Nanocomposites. *Polymer*, 49(15): 3187-3204.
- Potschke, P. et al.,** 2010, Comparisons Among Electrical and Rheological Properties of Melt-Mixed Composites Containing Various Carbon Nanostructures. *Journal of Macromolecular Science Part a-Pure and Applied Chemistry*, 47(1): 12-19.
- Reddy, A.L.M., Shaijumon, M.M., Gowda, S.R. and Ajayan, P.M.,** 2009, Coaxial MnO₂/Carbon Nanotube Array Electrodes for High-Performance Lithium Batteries. *Nano Letters*, 9(3): 1002-1006.
- Rozploch, F., Patyk, J. and Stankowski, J.,** 2007, Graphenes bonding forces in graphite. *Acta Physica Polonica A*, 112(3): 557-562.
- Sanjines, R. et al.,** 2011, Electrical properties and applications of carbon based nanocomposite materials: An overview. *Surface & Coatings Technology*, 206(4): 727-733.
- Shao, Y.Y. et al.,** 2010, Graphene Based Electrochemical Sensors and Biosensors: A Review. *Electroanalysis*, 22(10): 1027-1036.
- She, Y.H., Chen, G.H. and Wu, D.J.,** 2007, Fabrication of polyethylene/graphite nanocomposite from modified expanded graphite. *Polymer International*, 56(5): 679-685.
- Song, L.N., Xiao, M. and Meng, Y.Z.,** 2006, Electrically conductive nanocomposites of aromatic polydisulfide/expanded graphite. *Composites Science and Technology*, 66(13): 2156-2162.

KAYNAKLAR DİZİNİ (devam)

- Sui, G., Jana, S., Zhong, W.H., Fuqua, M.A. and Ulven, C.A.**, 2008, Dielectric properties and conductivity of carbon nanofiber/semi-crystalline polymer composites. *Acta Materialia*, 56(10): 2381-2388.
- Sun, J.Y., Huang, K.J., Zhao, S.F., Fan, Y. and Wu, Z.W.**, 2011, Direct electrochemistry and electrocatalysis of hemoglobin on chitosan-room temperature ionic liquid-TiO₂-graphene nanocomposite film modified electrode. *Bioelectrochemistry*, 82(2): 125-130.
- Teo, G.Q. et al.**, 2008, Visibility study of graphene multilayer structures. *Journal of Applied Physics*, 103(12).
- Thostenson, E.T., Ren, Z.F. and Chou, T.W.**, 2001, Advances in the science and technology of carbon nanotubes and their composites: a review. *Composites Science and Technology*, 61(13): 1899-1912.
- Tjong, S.C., Liang, G.D. and Bao, S.P.**, 2007, Electrical behavior of polypropylene/multiwalled carbon nanotube nanocomposites with low percolation threshold. *Scripta Materialia*, 57(6): 461-464.
- Tjong, S.C., Liang, G.D. and Bao, S.P.**, 2008, Effects of crystallization on dispersion of carbon nanofibers and electrical properties of polymer nanocomposites. *Polymer Engineering and Science*, 48(1): 177-183.
- Tkalya, E., Ghislandi, M., Alekseev, A., Koning, C. and Loos, J.**, 2010, Latex-based concept for the preparation of graphene-based polymer nanocomposites. *Journal of Materials Chemistry*, 20(15): 3035-3039.
- Tu, H.M. and Ye, L.**, 2009, Thermal conductive PS/graphite composites. *Polymers for Advanced Technologies*, 20(1): 21-27.
- Wan, Y., Lin, Z.F., Zhang, D., Wang, Y. and Hou, B.R.**, 2011, Impedimetric immunosensor doped with reduced graphene sheets fabricated by controllable electrodeposition for the non-labelled detection of bacteria. *Biosensors & Bioelectronics*, 26(5): 1959-1964.
- Wu, C.L., Zhang, M.Q., Rong, M.Z. and Friedrich, K.**, 2002, Tensile performance improvement of low nanoparticles filled-polypropylene composites. *Composites Science and Technology*, 62(10-11): 1327-1340.
- Wu, H. et al.**, 2009, Glucose biosensor based on immobilization of glucose oxidase in platinum nanoparticles/graphene/chitosan nanocomposite film. *Talanta*, 80(1): 403-406.

KAYNAKLAR DİZİNİ (devam)

- Wu, T.M. and Chen, E.C.**, 2008, Preparation and characterization of conductive carbon nanotube-polystyrene nanocomposites using latex technology. *Composites Science and Technology*, 68(10-11): 2254-2259.
- Ye, D.X., Luo, L.Q., Ding, Y.P., Chen, Q. and Liu, X.**, 2011, A novel nitrite sensor based on graphene/polypyrrole/chitosan nanocomposite modified glassy carbon electrode. *Analyst*, 136(21): 4563-4569.
- Yoonessi, M. and Gaier, J.R.**, 2010, Highly Conductive Multifunctional Graphene Polycarbonate Nanocomposites. *Acs Nano*, 4(12): 7211-7220.
- Young, A.F. and Kim, P.**, 2009, Quantum interference and Klein tunnelling in graphene heterojunctions. *Nature Physics*, 5(3): 222-226.
- Zaman, I. et al.**, 2011, Epoxy/graphene platelets nanocomposites with two levels of interface strength. *Polymer*, 52(7): 1603-1611.
- Zeng, Q., Cheng, J.S., Liu, X.F., Bai, H.T. and Jiang, J.H.**, 2011, Palladium nanoparticle/chitosan-grafted graphene nanocomposites for construction of a glucose biosensor. *Biosensors & Bioelectronics*, 26(8): 3456-3463.
- Zhang, L.M., Xia, J.G., Zhao, Q.H., Liu, L.W. and Zhang, Z.J.**, 2010, Functional Graphene Oxide as a Nanocarrier for Controlled Loading and Targeted Delivery of Mixed Anticancer Drugs. *Small*, 6(4): 537-544.
- Zhang, M. et al.**, 2008, Poly(ethylene terephthalate)/expanded graphite conductive composites: Structure, properties, and transport behavior. *Journal of Applied Polymer Science*, 108(3): 1482-1489.
- Zhang, Y., Tan, Y.W., Stormer, H.L. and Kim, P.**, 2005, Experimental observation of the quantum Hall effect and Berry's phase in graphene. *Nature*, 438(7065): 201-4.
- Zhao, X., Zhang, Q.H., Chen, D.J. and Lu, P.**, 2010, Enhanced Mechanical Properties of Graphene-Based Poly(vinyl alcohol) Composites. *Macromolecules*, 43(5): 2357-2363.
- Zhao, Y.F., Xiao, M., Wang, S.J., Ge, X.C. and Meng, Y.Z.**, 2007, Preparation and properties of electrically conductive PPS/expanded graphite nanocomposites. *Composites Science and Technology*, 67(11-12): 2528-2534.

KAYNAKLAR DİZİNİ (devam)

- Zheng, W., Lu, X.H. and Wong, S.C.**, 2004, Electrical and mechanical properties of expanded graphite-reinforced high-density polyethylene. *Journal of Applied Polymer Science*, 91(5): 2781-2788.
- Zhou, K.F. et al.**, 2010a, A novel hydrogen peroxide biosensor based on Au-graphene-HRP-chitosan biocomposites. *Electrochimica Acta*, 55(9): 3055-3060.
- Zhou, Y., Liu, S., Jiang, H.J., Yang, H. and Chen, H.Y.**, 2010b, Direct Electrochemistry and Bioelectrocatalysis of Microperoxidase-11 Immobilized on Chitosan-Graphene Nanocomposite. *Electroanalysis*, 22(12): 1323-1328.

ÖZGEÇMİŞ

Yazar 1987 yılında Bursa’da dünyaya gelmiştir. Lise eğitimini İzmir Buca Anadolu Meslek Lisesi Makine Bölümünde tamamlamış daha sonra 2005 yılında yüksek öğrenim hayatına Celal Bayar Üniversitesi Makine Mühendisliği Bölümünde başlamıştır.

2009 yılı Haziran ayında bu bölümden fakülte birinciliği ve bölüm birinciliği derecesiyle mezun oldum. 2010 yılında Ege Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Makine Mühendisliği Anabilim Dalı Makine Teorisi ve Dinamiği Bilim Dalında yüksek lisans eğitimine başlamıştır. Kompozit malzemeler konusunda çalışmalarına devam etmektedir.