

NANOPARTİKÜL KATKILI POLİMER YÜZEYLERİN İLETKENLİK ÖZELLİKLERİNİN OPTİMİZASYONU

*Erhan Kenan ÇEVEN** 

*NECATİ ER*** 

*Gizem KARAKAN GÜNAYDIN**** 

Alınma: 05.12.2020; düzeltme: 13.02.2021; kabul: 24.02.2021

Öz: Bu çalışma kapsamında iletken nano malzemeler (çok duvarlı nano karbon, grafen, Nikel Oksit, Baryum Titanat, Demir Oksit) kullanılarak poliestere film üretimi amaçlanmıştır. Film yüzeylerin iletkenlik ölçümlerinin tespiti için Waterun SI-030 yüzey özdirenç ölçer kullanılmıştır. Elde edilen filmler malzeme karakterizasyonu için Fourier Dönüşümlü Infrared Spektroskopisi (FT-IR), Diferansiyel Taramalı Kalorimetre (DSC), Termal Gravimetrik (TGA) ve SEM EDX analizlerine tabi tutulmuştur. Ayrıca bu çalışmanın devamı niteliğinde iletken iplik üretilebilirliği de hedeflendiğinden elde edilen filmlerin viskozite testleri de yapılmıştır. Farklı nanopartikül katkı poliestere film yüzeyleri arasında 10^5 ohm/s yüzey özdirenç gösteren karbon katkı filmler iletken özellik göstermiş olup, yüzey özdirenç değerleri 10^7 ile 10^{10} ohm/s arasında değişen grafen katkı filmler ise antistatik özellik göstermiştir. Ayrıca genel bir sonuç olarak nanopartikül katkı oranı (%) artışı ile özellikle grafen ve karbon katkı film malzemelerde iletkenlik artarken termal özelliklerde dramatik bir değişim olmadığı gözlenmiştir.

Anahtar Kelimeler: İletken Polimer Nanoparçacıklar, Karbon Nanotüp, Masterbatch, İnce Film Teknolojileri

Optimization of Conductivity Properties of Nanoparticle Added Polymer Surfaces

Abstract: It was aimed to produce polyester films by using conductive nanomaterials within this study. Surface resistivity of the film surfaces was evaluated by using *Waterun SI-030* model surface resistivity meter device. Obtained film surfaces were analyzed for material characterization by using Fourier-transform infrared spectroscopy (FT-IR), differential scanning calorimetry (DSC), thermogravimetric analyzer (TGA) and scanning electron microscopy (SEM). Furthermore, since the conductive yarn production is planned as an extension of this project, viscosity tests were also conducted for the films. Among the nanoparticle added polyester films, carbon added samples revealed a conductive property with the surface resistivity of 10^5 ohm/s while graphene added samples indicated an antistatic property with the surface resistivity varying between 10^5 ile 10^{11} ohm/s. In addition, as a general result, it is observed that with the increase in the nanoparticle particle ratio (%), the conductivity of the film materials increases especially in graphene and carbon-added film materials while, there is no dramatic change in thermal properties.

Keywords: Conducting Polymer Nanoparticles, Carbon Nanotube, Masterbatch, Thin Film Technologies

* Bursa Uludağ University, Faculty of Engineering, Textile Engineering Department, 16120, Nilüfer, Bursa

**Polyteks Tekstil San.Araştırma ve Eğitim A.Ş.,Demirtaş Organize Sanayi Bölgesi, 16245, Demirtaş, Bursa

***Pamukkale University, Buldan Vocational School, Fashion&Design Programme, 20400, Buldan, Denizli

Gizem KARAKAN GÜNAYDIN (ggunaydin@pau.edu.tr)

1. GİRİŞ

Tekstil endüstrisinde kullanılan sentetik liflerin özgül dirençleri $10^{11} \Omega \cdot \text{cm}$ seviyesinden daha yüksektir. Dolayısıyla bu durum yalıtkanlık özelliklerinin etkin olmasını sağlamaktadır. Elektrikçi iyi ileten tekstil malzemelerinin geliştirilmesi ile ilgili olarak pek çok araştırma bulunmaktadır (Vassiliadis, 2004; Wagner vd., 2002; Özkan ve İlhan, 2019). Kumaşlarda metalik teller ve ince metalik bantların kullanılması tekstil malzemelerinin iletkenliğini geliştirme konusundaki ilk yaklaşımlardandır (Yajimi, 2002; Vassiliadis, 2004). İletken polimerlerin kullanılmasıyla (polianilin, poliamit 11, polivinilalkol) elektriksel özelliklere sahip tekstil liflerinin üretimi mümkün olabilmektedir. İletkenlik kazandırma amaçlı olarak tekstil liflerinin modifikasyonunu hedefleyen bazı çalışmalar şu şekilde sıralanabilir: (Vassiliadis, 2004); Lif yapılarının içine karbon ya da metal tozu gibi dolgu maddeleri kullanılabilir (Toyo, 1993). Vakumla metal serme yönteminde alüminyum gibi metal parçalar liflere fiziksel yöntemler ile aktarılabilir. Ancak düşük adhezyon kuvveti ile zayıf sonuçlar görülebilmektedir. Bir diğer yöntem olarak galvanik kaplama yöntemi ile lifler galvanik işlemlere tabi tutulur. Kimyasal kaplama yöntemi elektriksel özelliklerin en iyi şekilde elde edildiği yöntemlerden bir tanesidir (Bertuleit, 1990). Polimer sistemlerine katkı malzemesi olarak iletken inorganik nanoparçacıkların dahil edilmesi yüksek performanslı iletken nanokompozitlerin oluşmasını sağlamaktadır (Tao, 2001). İletken bikomponent ipliklerde kabuk bölgesinde uygun iletken malzeme konsantrasyonlarının tespiti işletme maliyetleri açısından büyük önem taşımaktadır.

Öz ve mantodan oluşan bikomponent liflerde öze karbon ekleyerek, yan yana bikomponent lifte bir tanesini karbon lifinden oluşturarak ve karbonu lifin dış yüzeyine kaplayarak karbon içeren iletken liflerin elde edildiği araştırmalar belirtilmiştir (Xue vd., 2005; Perepelkin, 2001). Nanopartiküllerin iletkenliği arttırmada kullanıldığı bir çalışmada nanopartiküllerin polimer liflere karışması ile elektriksel iletkenlik özelliklerinin iyileştiği görülmüştür (Chiang ve Cheng, 1997). Bir diğer çalışmada nano karbon takviyeli kompozitlerin yüksek sertlik, yüksek mukavemet ve düşük elektriksel direnç gösterdiği belirtilmiştir (Subbiah vd, 2005). Poliamit lifler ile karbon nanotüpler ikiz vidalı ekstruderde karıştırılarak takviyelendirilmiş çok güçlü mekanik özelliklere sahip kompozitler elde edilebilmektedir (Sandler vd., 2004). Yaş çekim ve kaplama yönteminin aynı anda kullanılmasıyla karbon nanotüp (CNT) ve polivinil alkolden (PVA) oluşan iletken ipliklerin özellikleri de bazı araştırmalarda değerlendirilmiştir (Xue vd., 2007). Bir diğer çalışmada yaş çekim yöntemi kullanılarak esnek ve iletken polianilin-karbon nanotüp kompozit lifler üretilmiştir (Perrot vd., 2009). Eren ve Ulçay'ın (2015) çalışmasında yüksek iletkenlik özelliği gösteren bikomponent poliester iplik üretimi gerçekleştirilmiştir. Tek vidalı ekstruderde emdirme yöntemi kullanılarak karbon lifinin Poliamite aşılansak iletken kompozit üretildiği bir çalışmada eriyik akışkanlığının direk olarak lif boyutlarını ve lif mekanik özelliklerini etkilediği anlaşılmıştır (Luo vd, 2014). Poliester ipliğinin iletkenliğinin artırılmasına yönelik bir çalışma kapsamında Polipropilinin poliester ipliği üzerinde birikimi ile poliester ipliğinin elektriksel özelliği ve elektromanyetik kalkanlama etkinliğinin artırılması hedeflenmiştir (Yıldız vd, 2012). Poliamit 6 ve karbon kombinasyonları ile yapılmış kompozit çalışmalarında Poliamit 6 oranının karbon takviyesi ile güçlendirilmiş malzemelerin mekanik özelliklerini direk olarak etkilediği belirtilmiştir (Li, 2008). Tural (2014) eriyik çekim yöntemiyle baryum titanat katkılı iç içe bikomponent iplikler üretmiştir. Straat ve ark. (2012) en dışta poliamid (PA6) ya da polipropilen (PP) iç kısımda ise iletken polimerler kullanarak bikomponent lifler üretmişlerdir (Straat ve ark. 2012). Shim ve arkadaşları (2008) en yaygın tekstil lifi olan sıradan pamuk liflerinden üretilmiş

dikiş ipliklerini akıllı elektronik tekstillerde kullanılabilir bir ürün haline getirmek için, daldırma yöntemini kullanarak tek ve çok duvarlı karbon nanotüplerin karışım dispersiyonu ile polielektrolit esaslı kaplama yapmışlardır. Fugetsu ve arkadaşları (2009) ise karbon nanotüp esaslı boyarmaddeleri, çok duvarlı CNT'lerin suda bir dispersiyonu ve çeşitli yüzey aktif maddeleri kullanarak hazırlamıştır.

Bikomponent iletken liflerde iletken nanoparçacık içeren kabuk kısmındaki iletken malzeme konsantrasyonunun optimize edilmesi iplik üretilebilirliği açısından büyük önem taşımaktadır. İletken kısmın gereğinden fazla kalın tutulması maliyet için önem arz etmektedir. Bu çalışma kapsamında üretilmesi planlanan homojen iletkenlik gösteren nano katkı polimerden üretilen filmlerin ölçümünden elde edilen yüzey özdirenci sonuçları henüz poliester bikomponent iletken lif üretimi gerçekleştirilmeden beklenen iletkenlik seviyesine ulaşıp ulaşılmadığı konusunda önemli bir bilgi sağlamaktadır. Böylece iletken bir lif üretilmeden önce ön hazırlık işleminde üretilen iletken film sayesinde iletken malzeme konsantrasyonu için optimizasyon koşulları belirlenebilmiş ve bu sayede maliyet ve zaman açısından tasarruf sağlanması hedeflenmiştir.

2. Materyal ve Metot

Çok duvarlı nanokarbon (MWCNT), grafen, baryum titanat ($BaTiO_3$), nikel oksit (NiO) ve demir oksit (FeO_2) nano malzeme boyutunda katkı maddeleri, PBT taşıyıcı polimerler kullanılarak iletkenlik özellik sağlayan masterbatch elde edilmiş ve akabinde ekstruderde poliester ile karıştırılması ve antistatik film yüzey oluşturması sağlanmıştır. Kullanılan poliester için molekül ağırlığı 15 kg/mol, akışkanlığı ise MVR (melt volume rate); (280 °C, 2,16 kg): 35 g/10dk'dır. PBT için molekül ağırlığı 30 kg/mol olup akışkanlık değerleri (250°C, 2,16 kg): 40 g/10 dk olarak belirlenmiştir. Çok duvarlı nanokarbon, grafen, baryum titanat esaslı nano malzeme boyutunda katkı maddeleri toz formunda tedarik edildikten sonra SETAŞ A.Ş firmasında PBT taşıyıcılar ile %10, %15, %20 oranında karıştırılıp derişik nano-kompozit granüller elde edilmiştir. Nikel Oksit ve Demir Oksit içeren masterbatchler ise Politeks A.Ş. firmasından hazır temin edilmiştir. Kullanılan nano malzemeler ve tedarik yerine ait bilgiler tablo 1'de; elde edilen masterbatch malzemeler ve içerdikleri katkı oranları ise tablo 2'de verilmiştir.

Tablo 1. Nano malzeme özellikleri ve tedarik bilgileri

Malzeme	Safılık	Çap	Kalınlık	Yüzey Alanı	Özkütle	Tedarik
Çok Duvarlı Nanokarbon	>92,00%	10-30nm	10-35µm	50-200 m ² /g	2,2 g/cm ³	Nanokar Kimya San. Ltd. şti
Grafen	>99,90%	1,5 µm	3nm	~800 m ² /g		Nanokar Kimya San. Ltd. şti
Nikel Oksit	99,00%	>100nm (Küresel)		50-100 m ² /g	6.67 g/cm ³	Grafen Chemical Industries Co.
Baryum Titanat	>99,95%	>100nm (Küresel)		10 m ² /g	5,9 g/cm ³	Nanokar Kimya San. Ltd. şti
Demir Oksit	>99,00%	20-50nm (Küresel)		40-60 m ² /g		Grafen Chemical Industries Co.

Tablo 2. Elde edilen masterbatch malzemeler ve içerdikleri katkı oranları

Katkı Maddesi	Taşıyıcı Polimer	Nano malzeme Konstrasyonu	Kısaltma
Çok Duvarlı Nanokarbon	PBT	%15	C
Grafen	PBT	%10	C
NikelOksit	PBT	%20	NiO
BaryumTitanat	PBT	%20	BaTiO ₃
DemirOksit	PBT	%20	FeO ₂

Çok duvarlı nano karbon, grafen, baryum titanat esaslı masterbatchler ve hazır temin edilen Nikel oksit ve Demir oksit içeren masterbatchler olmak üzere toplamda 5 adet masterbatch, Politeks bünyesindeki çift vidalı ekstrüderde PET polimeri ile %1 – %2,5 arasındaki belirlenen oranlarda karıştırılarak tabloda detayları verilen 16 adet Masterbatch + PET karışımı elde edilmiştir (Tablo 3).

Tablo 3. Masterbatch + PET karışım granül özellikleri

Numune	Numune Kodu	Aktif Madde	Aktif madde oranı (%)
1	B10	BaTiO ₃	1,0
2	B15	BaTiO ₃	1,5
3	B20	BaTiO ₃	2,0
4	N15	NiO	1,5
5	N20	NiO	2,0
6	F10	FeO ₂	1,0
7	F15	FeO ₂	1,5
8	F20	FeO ₂	2,0
9	G10	Grafen	1,0
10	G15	Grafen	1,5
11	G20	Grafen	2,0
12	G25	Grafen	2,5
13	C10	MWCNT	1,0
14	C15	MWCNT	1,5
15	C20	MWCNT	2,0
16	C25	MWCNT	2,5

Bu karışımlar granül formundadır. Kullanılan çift vidalı ekstrüder 25 mm vida çapına ve 42 L/D kovan yapısına sahiptir. Çalışma şartları olarak 300 devir/dk vida hızı, 230 °C sıcaklık ve 10 kg/saat üretim hızı tercih edilmiştir.

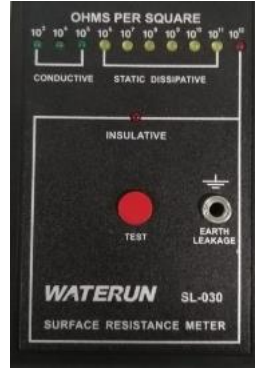
Elde edilen 16 farklı granül Setaş A.Ş. firmasına ait Dr. Collins makinasında film formuna dönüştürülmüştür. Film makinesine ait görüntü şekil 1’ de verilmiştir.



Şekil 1:
Dr. Collin Tek vidalı film makinesi

2.1. İletkenlik Ölçümü

Çalışma kapsamında farklı katkı oranları ile üretilen antistatik filmlerin yüzey iletkenlik ölçümlerinin yapılması esnasında yüzey özdirenç testleri kapsamında “TS EN 1149- 1:2006 Koruyucu Giyecekler-Elektrostatik Özellikler-Bölüm 1: Yüzey Öz Direnci” standardı esas alınmıştır (TS EN 1149- 1:2006).



Şekil 2:
WATERUN SL-030 Yüzey Direnç Ölçer

10^5 ohm/s’ den daha düşük yüzey özdirenç gösteren malzemeler iletken kısımda yer alıp EMR koruyuculuk, sensör uygulamaları için, 10^5 ile 10^{11} ohm/s arasında yüksek özdirençli malzemeler antistatik koruyuculuk için kullanılırken 10^{11} ohm/s’ den daha yüksek özdirenç gösteren malzemeler de yalıtkan sınıfına dâhil edilmektedir.

2.2. Malzeme Karakterizasyonu

Bu kısımda belirtilen analizlerin bir sonraki çalışmada üretilmesi planlanan olan iletken poliester bikomponent lif kabuk bölgesi üretiminde kullanılan çekim parametreleri ile ilgili önemli ipuçları vermesi açısından gerekli ve önemli olduğu düşünülmüştür. Üretilen film yüzeylerin malzeme karakterizasyonu ve analizi ile çalışmalar kapsamında aşağıdaki testler yapılmıştır:

Termal Gravimetrik Analiz (TGA): Bileşiklerin sıcaklık karşısındaki kütle kaybını ölçme amacıyla uygulanmıştır. Numunelerin termal özellikleri (TGA), 0-900 °C sıcaklık aralığında, 10 °C /dk sıcaklık artış ve 100 ml/dk gaz akış hızında (azot ve oksijen) kullanılarak TA SDTQ600 cihazında incelenmiştir.

Fourier Dönüşümlü Infrared Spektroskopisi (FT-IR):

FT-IR analizleri moleküllerdeki fonksiyonel gruplar ve çeşitli bağların titreşim frekansları hakkında bilgi vermektedir. FT-IR analizi ile elde edilen piklerin şiddetleri, mevcut numune miktarı ile doğrudan ilişkilidir. Grafen ve türevlerindeki bağlanma etkileşimlerini incelemek için FT-IR yöntemi kullanılmaktadır (Paulchamy, Arthi ve Lignesh, 2015). Üretilen iletken filmdeki nano parçacık katkı polimer ve içerisindeki nano malzemeler arasındaki ilişkileri anlamak ve polimerdeki değişiklikleri gözlemleyebilmek amacıyla uygulanmıştır. Çalışma kapsamında FT-IR yapı analizi için SHIMADZU Tracer IR100 marka spektrofotometre test cihazı kullanılmıştır.

Diferansiyel Taramalı Kalorimetre (DSC): Üretilen iletken yapıdaki filmlerin erime (T_m) ve camsı geçiş sıcaklıkları (T_G) gibi termal özelliklerinin incelenebilmesi amacıyla uygulanmıştır. Ölçümler HITACHI marka DSC7020 Diferansiyel Taramalı Kalorimetre kullanılarak gerçekleştirilmiştir.

Viskozite Testleri: Bu çalışmanın devamı niteliğinde planlanan çalışma kapsamında iplik üretilebilirliği de hedeflendiğinden elde edilen filmlere ait viskozite testleri Politeks A.Ş'de gerçekleştirilmiştir.

SEM Görüntüleri: Üretimi gerçekleştirilen filmlerin SEM mikroskop görüntüleri ve SEM-EDX analizleri alınarak morfolojileri ve parçacık boyutları incelenmiştir. Üretilen antistatik filmlerin görüntü analizi Bursa Teknoloji Koordinasyon ve Ar-Ge Merkezi (BUTEKOM), Tekstil ve Teknik Tekstil Mükemmeliyet Merkezi Laboratuvarı'nda Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM:Scanning Electron Microscope) ile yapılmıştır. Görüntüler HITACHI TM3030Plus cihazı ile elde edilmiştir.

2.3. İstatiksel Analiz

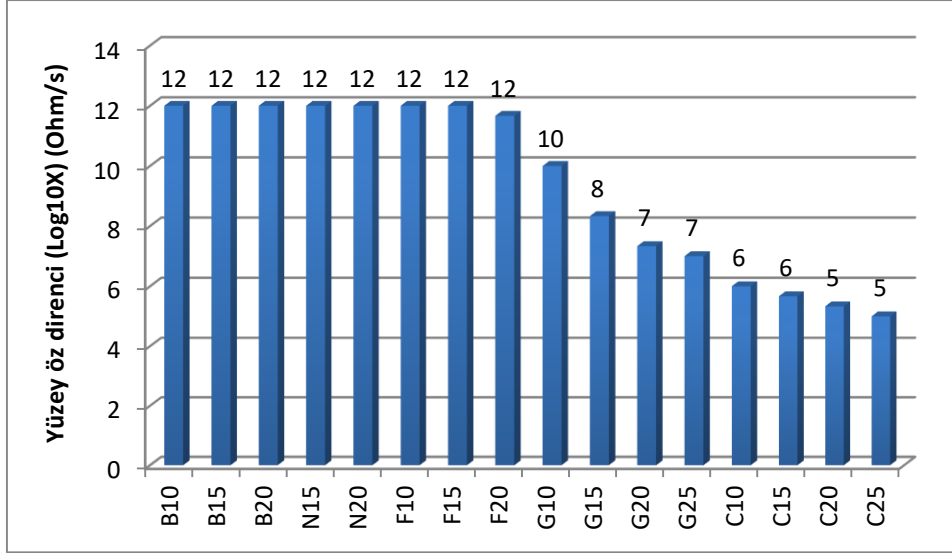
Farklı aktif madde oranları ile üretilen nano partikül katkı film malzeme çeşidinin, nano partikül katkı filmlerin yüzey özdirenci üzerinde 0,05 anlamlılık düzeyinde etkisi olup olmadığının tespiti için SPSS 23 programı kullanılarak tek yönlü ANOVA testi gerçekleştirilmiştir Ayrıca farklı filmlere ait yüzey öz direnci ortalamalarının kıyaslanması için Student-Newman-Keuls (SNK) testi uygulanmıştır.

3. BULGULAR VE TARTIŞMA

3.1. İletkenlik Sonuçlarının Değerlendirilmesi

Üretilen filmlere ait yüzey özdirenci sonuçları incelendiğinde tüm nanoparçacık katkıli numunelerin 10^5 - 10^{12} ohm/s aralığında değerler verdiğini dolayısıyla antistatik değerler verdiğini görmekteyiz. Ancak B10, B15, B20, N15, N20, F10, F15 numunelerinin daha yüksek yüzey özdirenci değerlerine (10^{12} ohm/s) dolayısıyla daha düşük iletkenlik değeri gösterdiği anlaşılmıştır. Bu numunelerin malzeme içeriklerine bakıldığında Baryum Titanat, Nikel oksit ve Demir oksit içerikli filmler olduğu görülmektedir. Çok duvarlı nano karbon, grafen, esaslı G10, G15, G20, G25, C10, C15, C20, C25 numunelerinin daha az yüzey özdirencine (10^5 - 10^{10} ohm/s aralığında) sahip olmaları dolayısı ile daha yüksek iletkenlik gösterdikleri açık olarak

görülebilmektedir. Tek yönlü ANOVA testi ($p = 0,00 < 0,05$) tablo 4’de ve yüzey öz direnci ölçümleri SNK sonuçları tablo 5’de gösterilmiştir.



Şekil 3:
Nanopartikül Katkılı Filmlere Ait İletkenlik Ölçümleri

ANOVA analizi sonuçlarına göre üretilen film çeşidinin yüzey öz direnci sonuçları üzerinde 0,05 anlamlılık düzeyinde etkili olduğu anlaşılmıştır (Tablo 4). SNK sonuçlarına göre tüm nano katkılı film örneklerine ait yüzey öz direnci değerleri $10^5 - 10^{12}$ ohm/s aralığında gözlemlenmiştir. Tüm değerler materyallerin yüzey öz direnci değerlerine göre sınıflandırılması tablosuna göre antistatik sınıfında yer almıştır (tablo 5). C25, C20, C15, C10, G25, G20, G15, G10 kodlu filmler karbon ve grafen esaslı olup yüzey öz direnci değerleri 0,05 anlamlılık düzeyinde aynı seviyede ortalama değere sahiptirler. Demir Oksit, Baryum Oksit ve Nikel Oksit esaslı F10, F15, F20, B10, B15, B20, N15 ve N20 kodlu filmlerin öz direnç ortalamaları 0,05 anlamlılık düzeyinde aynı seviyede olup grafen ve karbon esaslı film grubuna ait yüzey öz direnci ortalamalarından daha yüksek gözlemlenmiştir. Çalışmamız sonucunda elde edilen grafen ve karbon esaslı filmlerin daha düşük öz dirence ve yüksek iletkenliğe sahip olması sonucu önceki çalışmalarla da uyumludur. Utku çalışmasında (2018) grafen ve nano karbonun yüksek iletkenliğini yapıdaki sp^2 yapısına sahip karbon bileşikleriyle açıklamıştır. Grafende, karbon atomlarının üçü sigma bağı oluştururken p orbitallerinden $2p_z$ orbitali ile π bağı yaptığı ve p_z orbitalindeki elektronların sistemde delokalizasyon sağlayarak grafene yüksek elektriksel iletkenlik özelliği kazandırdığı belirtilmiştir. Yılmaz vd. (2020) grafen katkılı epoksi nanokompozit filmlerin iletkenlik derecelerinde artış olduğu gözlemlenmiştir. Altın vd.’nin çalışmasında grafen konsantrasyonunun etkisiyle nanokompozitlerin yüzey öz dirençleri düşmüştür (Altın vd; 2020). Ma vd’nin yaptığı başka bir çalışmada epoksi içerisine %0,001 - %1 arasında düşük miktarda karbon nanotüp ekleyerek, kompozitlerin elektrik iletkenliğinin yaklaşık 10^{-13} S/cm den $10^{-5} - 10^{-3}$ S/cm’ye çıktığı belirlenmiştir. Araştırmacılar ayrıca kompozitlerin elektriksel iletkenliğinin sadece iyi bir dispersiyona bağlı olmadığını aynı zamanda karbon nanotüplerin uzunluğuna bağlı olduğunu belirtmiştir (Ma vd; 2008).

Tablo 4. Anova Analizi

Source		Yüzey özdirenci (ohm/s)				
		SS	df	MS	F	Sig.(p)
Ana Etken	İletken film tipi	1,132*10 ²⁵	15	7,54*10 ²³	44,73	0,00*

*0.05 önem seviyesinde istatistiksel olarak anlamlı ("ss" kareler toplamı, "ms" kareler ortalaması)

Tablo 5. Yüzey özdirenci ölçümleri SNK Sonuçları (ohm/s)

Malzeme	Yüzey özdirenci ölçümleri	Malzeme	Yüzey özdirenci ölçümleri
C25	10 ⁵ (a)	F20	7*10 ¹¹ (b)
C20	4*10 ⁵ (a)	B10	10 ¹² (b)
C15	7*10 ⁵ (a)	B15	10 ¹² (b)
C10	10 ⁶ (a)	B20	10 ¹² (b)
G25	10 ⁷ (a)	F10	10 ¹² (b)
G20	4*10 ⁷ (a)	F15	10 ¹² (b)
G15	4*10 ⁸ (a)	N15	10 ¹² (b)
G10	4*10 ⁷ (a)	N20	10 ¹² (b)

NOT: Farklı harflere (a, b) ait sonuçlar 0,05 önem seviyesinde farklılığı ifade etmektedir.

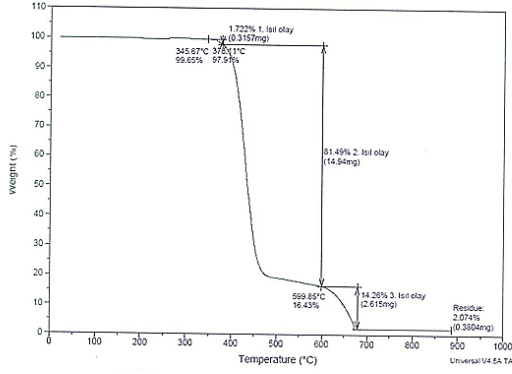
3.2. Malzeme Karakterizasyonu Analizi

TGA Analizi

Üretilen 16 farklı filme ait TGA analiz tablosu tablo 6'daki gibidir. Tüm numunelerin yapısında uçucu madde olmadığından uçucu çıkışı görülmemiştir. Farklı nano parçacık katkılı film yüzeyler incelendiğinde genel olarak üç aşamalı bir degradasyonun olduğu görülmektedir. Polimerik yapıların bozulma başlangıç sıcaklıklarının genel olarak birbirinden farklı olduğu görülmektedir. Baryum titanat katkılı poliester filmlerde (BaTiO₃) aktif madde oranı arttıkça bozunma başlangıç sıcaklığının düştüğü görülmektedir. Çalışma sonucumuz Köytepe vd.'nin "BaTiO₃-Poliamid Nanokompozitlerinin Hazırlanması ve Elektriksel Özelliklerinin Belirlenmesi" ile ilgili yaptığı çalışma sonucu ile uyumludur (Köytepe vd; 2010). Nikel Oksit katkılı poliester film yapılarda aktif madde oranı arttıkça bozunma başlangıç sıcaklığının düştüğü görülmektedir. Aktif madde oranı farklı olan nikel oksit filmlerin TGA kütle kayıpları arasında belirgin farklar görülmemiştir. Demir Oksit aktif madde oranının artışı ile iletken filmlerin bozunma başlangıç sıcaklığında önce bir azalma daha sonra artış görülmüştür. Grafen katkılı yapılarda genel olarak aktif madde oranı artışı ile filmlerin bozunma başlangıç sıcaklıklarında artış olduğu görülmektedir. Farklı aktif madde oranlarında üretilen grafen esaslı filmlerde belirgin TGA kütle kayıpları görülmemiştir. MWCNT katkılı nanokompozit film yüzeylerde aktif madde artışına bağlı olarak bozunma başlangıç sıcaklıklarında genel bir eğilim görülmemektedir (tablo 6). Çalışmamız sonucundan farklı olarak ise Mirik'in karbon nano takviyeli nanokompozit malzemelerin mekanik özelliklerinin araştırılması ile ilgili yaptığı çalışmada TGA analizi sonuçlarına göre kullanılan MWCNT oranı arttıkça kompozitin kütle kaybı bozulma sıcaklığı artmıştır (Mirik, 2010). Şekil 4, şekil 5, şekil 6, şekil 7 ve şekil 8'de %2 aktif madde oranı kullanılarak üretilen nanopartikül katkılı filmlere ait TGA sonuçları gösterilmektedir.

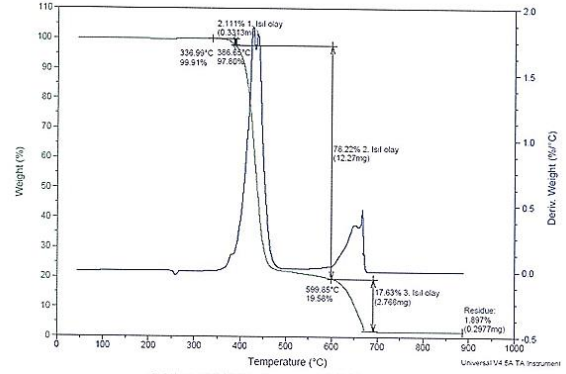
Tablo 6. Üretilen Filmlere Ait TGA sonuçları

Numune	Bozunma Başlangıç Sıcaklığı (°C)	Bozunma Bitiş Sıcaklığı (°C)	Kütle Kaybı (%)
B10	354,51	382,75	0,88
	382,75	599,18	80,20
	599,18	700	17,17
B15	350,39	379,36	1,62
	379,36	599,18	80,32
	599,18	700	15,82
B20	345,67	378,11	1,72
	378,11	599,85	81,49
	599,85	700	14,26
N15	356,43	366,01	1,55
	366,01	599,85	78,45
	599,86	700	18,08
N20	336,99	386,65	2,11
	386,65	599,85	78,22
	599,85	700	17,63
F10	120,43	396,79	3,15
	396,79	599,85	76,53
	599,85	700	19,11
F15	109,68	396,79	4,08
	396,79	599,85	77,56
	599,85	700	16,94
F20	121,11	397,46	3,46
	397,46	599,85	76,6
	599,85	700	17,80
G10	297,25	388,70	1,85
	388,70	599,85	80,2
	599,85	700	17,17
G15	314,17	385,71	1,66
	385,71	599,85	80,9
	599,85	700	16,62
G20	338,27	375,92	1,13
	375,92	599,85	82,67
	599,85	700	15,59
G25	320,05	383,35	2,46
	383,35	599,85	81,27
	599,85	700	15,81
C10	251,43	389,40	%1,32
	389,40	599,85	80,80
	599,85	700	17,11
C15	322,23	388,12	1,92
	388,12	599,18	79,68
	599,18	700	17,62
C20	289,20	379,98	1,89
	379,98	599,85	82,37
	599,85	700	15,11
C25	250,88	384,68	1,95
	384,68	599,85	82,21
	599,85	700	22



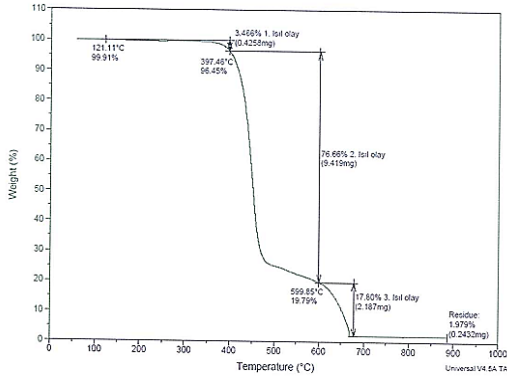
Şekil 4:

%2 BaTiO₂ aktif madde kullanılarak üretilen filmlere ait TGA sonuçları



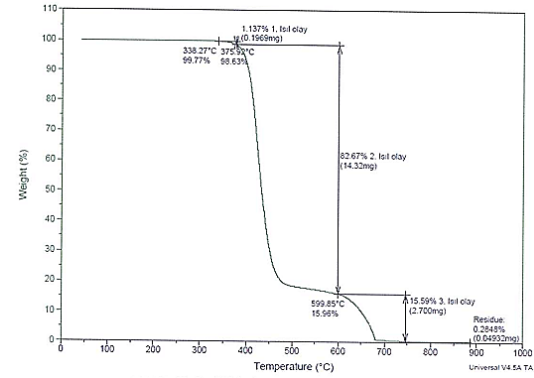
Şekil 5:

%2 NiO₂ aktif madde kullanılarak üretilen filmlere ait TGA sonuçları



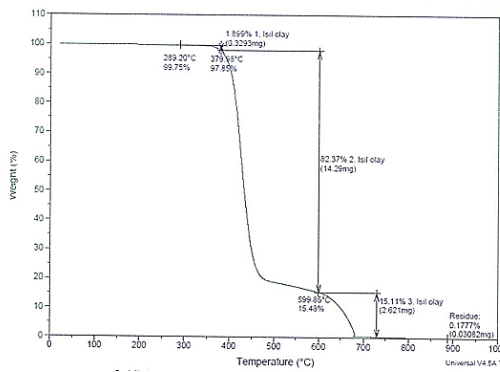
Şekil 6:

%2 FeO₂ aktif madde kullanılarak üretilen filmlere ait TGA sonuçları



Şekil 7:

%2 Grafen aktif madde kullanılarak üretilen filmlere ait TGA sonuçları



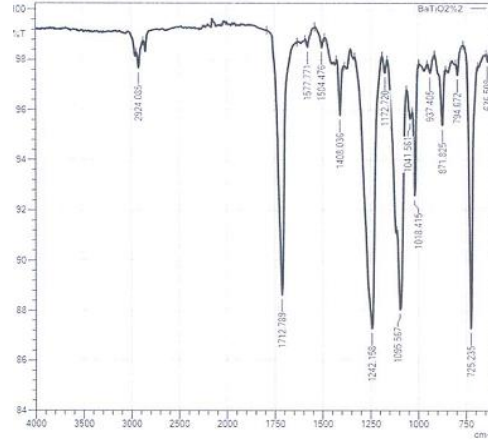
Şekil 8:

%2 MWCNT aktif madde kullanılarak üretilen filmlere ait TGA sonuçları

Fourier Dönüşümlü Infrared Spektroskopisi (FT-IR)

Fourier dönüşümü Kızılötesi (FTIR) spektroskopisi özellikle karbon ailesine ait malzemelerin karakterizasyonu için çok yönlü bir tekniktir. Çalışmada çok duvarlı nano karbon, grafen, Baryum titanat, Nikel oksit ve Demir oksit içeren masterbatchlerin Poliester ile homojen karışıp

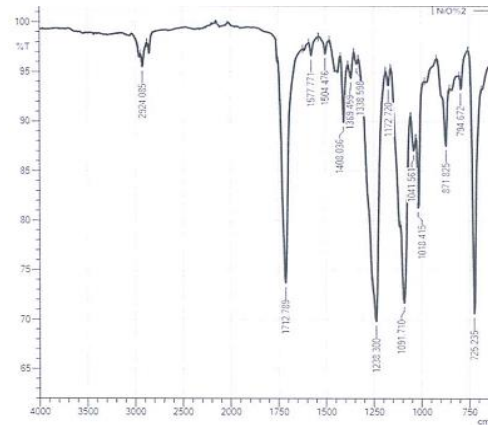
karışmadığının tespiti için FT-IR analizi yapılmıştır. Baryum titanatın yüksek dielektrik sabiti ve iyi ferro elektrik özelliklere sahip olması bilinen en önemli özelliklerindedir. Tek başına veya karbon bazlı malzemelerle birlikte kullanıldığında elektromanyetik dalga absorblama konusunda umut vadeden malzemelerden biri olmuştur. Literatürde elektriksel iletkenlik ve manyetik koruma uygulamalarında baryum titanat katkılı lif/iplikler ve kompozit yapılar karşımıza çıkmaktadır (Çelen ve Ulçay, 2018). Baryum Titanat katkı maddeli filmlere ait malzemelerin FT-IR sonuçlarına bakıldığında belirgin olarak Poliester (1712 cm^{-1}) ve PBT (2924 cm^{-1}) polimerlerine ait bant değerleri gözlenmiştir. Baryum Titanat Aktif madde oranının değişmesiyle FT-IR spektrumlarında belirgin değişimler gözlemlenmemiştir (şekil 9).



Şekil 9:

%2 BaTiO₂ aktif madde kullanılarak üretilen filmlere ait FT-IR sonuçları

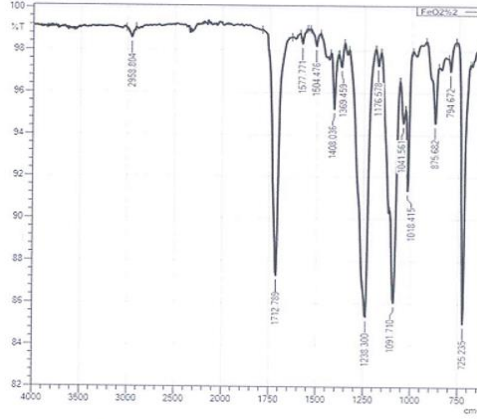
Nikel Oksit esaslı film yapılarına ait FTIR sonuçları incelendiğinde PBT karakteristik bantları (2924 cm^{-1}) ve Poliester (1712 cm^{-1}) karakteristik bantlarına ait değerler görülmektedir (şekil 10). Yapıdaki Poliester'e ait ester bağları baskın olduğundan Nikel oksit bağ titreşimleri görülememiştir. Farklı oranlarda Nikel Oksit aktif madde kullanımı ile elde edilen Poliester filmlerin FT-IR spektrumunda belirgin bir fark görülmemiştir



Şekil 10:

%2 NiO aktif madde kullanılarak üretilen filmlere ait FT-IR sonuçları

FeO₂ katkıli iletken filmlere ait FTIR sonuçları incelendiğinde kullanılan aktif madde oranının değişmesiyle FT-IR spektrumlarında belirgin değişimler gözlemlenmemiştir (şekil 11). Fe-O bağlarına ait karakteristik absorpsiyon bantlarının manyetik nanopartiküllerde 582 cm⁻¹ ve 445 cm⁻¹'de elde edilmesi beklenmektedir (Ma vd., 2003; Can vd., 2009). FT-IR spektrumlarında PBT, PET polimerlerine ait karakteristik piklerin görülmesi de film üretimi esnasında homojen bir karışım olduğunu doğrulamaktadır.

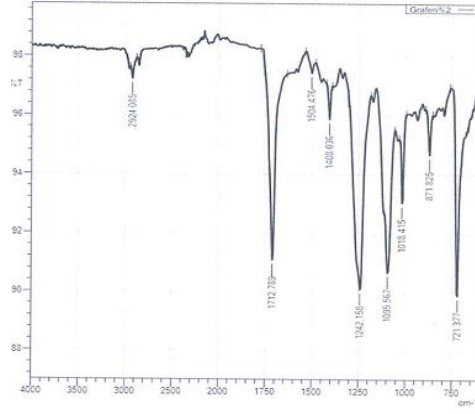


Şekil 11:

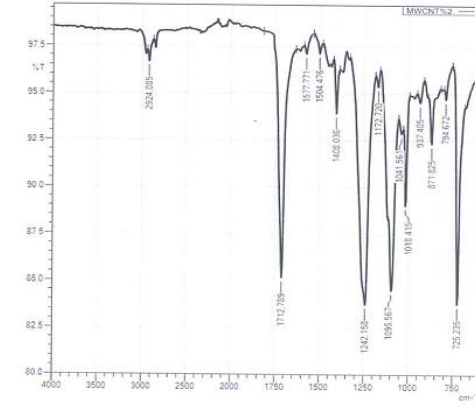
%2 FeO₂ aktif madde kullanılarak üretilen filmlere Ait FT-IR sonuçları

Grafen ile ilgili yapılmış çalışmalarda grafenin FT-IR spektrumunda 1240 cm⁻¹ 'deki bandın aromatik halkaya ait düzlem içi C-H eğilmeyi ve 732 cm⁻¹ 'deki absorpsiyon bandının ise aromatik halkaya ait düzlem dışı C-H eğilme titreşim hareketlerini temsil ettiği belirtilmiştir. 1606 cm⁻¹ 'de görülen bant ise aril grubu -C=C- bağı olarak tanımlanmıştır. 2836 cm⁻¹ dalga sayısında görülen düşük şiddetli absorpsiyon bandının, grafenin yanal düzleminde bulunan C-H gerilme titreşimlerini temsil ettiği belirtilmiştir (Kaniyoor vd., 2010). Orijinal grafende görülen 2836, 1606, 1240 ve 732 dalga boylarındaki bantların %1, %1,5, %2, %2,5 grafen katkıli Poliester filmlere ait FT-IR sonuçlarında da yakın sonuçlarla karşımıza çıktığı görülmektedir. Ancak özellikle 732 bandı yerine 721 cm⁻¹ civarında görülen küçük pikler ise grafen yapısındaki aromatik halkanın düzlem dışı C-H eğilme titreşimlerini temsil etmektedir (Kılıç, 2019). Karakteristik olarak 1606 cm⁻¹ 'de görülen aril grubu -C=C- bağının aktif madde oranı %1, %1,5, % 2, %2,5 olan grafen esaslı Poliester filmlerde 1712 bantlarında görüldüğü anlaşılmıştır. İletken filmlerde ağırlıklı oranda bulunan Poliester yapısına ait karakteristik dalga boyu aktif madde oranına bağlı olmadan 1712 cm⁻¹ bandında gözlemlenmektedir. Yapıda kullanılan nano aktif malzemelerin granül haline gelmesinde kullanılan taşıyıcı polimer PBT'ye ait dalga boyu aktif madde oranına bağlı olmadan genel olarak 2924 cm⁻¹ dalga boyunda gözlenmiştir.

Şekil 12, %2 grafen aktif madde oranı ile üretilen nanopartikül katkıli filmlere ait FTIR sonuçlarını göstermektedir. Deneysel çalışma kapsamında çok duvarlı nano karbon (MWCNT) aktif madde esaslı Poliester filmlerine ait FT-IR değerleri incelendiğinde MWCNT için 1150 cm⁻¹'de görülen ve C-O bağlarını ifade eden tepe değeri 1172 cm⁻¹ olarak gözlemlenmiştir. Spektrumlarda PBT'nin karakteristik bandı olan 3000 cm⁻¹ bandının 2920'li bantlarda olduğu gözlemlenmiştir. Nano malzeme esaslı filmlerde MWCNT aktif madde oranı arttıkça PBT'ye ait karakteristik pik değerinde kısmi bir düşüş olduğu gözlemlenmektedir.



Şekil 12:
%2 Grafen aktif madde oranı ile üretilen filmlere ait FT-IR sonuçları



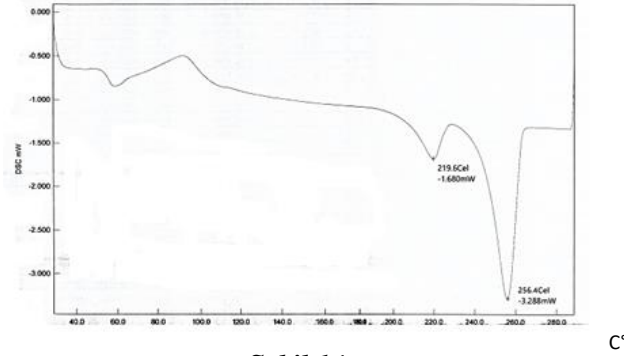
Şekil 13:
%2 MWCNT aktif madde kullanılarak üretilen filmlere ait FT-IR sonuçları

Şekil 13, %2 MWCNT aktif madde oranı ile üretilen nanopartikül katkıli filmlere ait FT-IR sonuçlarını göstermektedir.

DSC Termogram Analizleri

Çok duvarlı nanokarbon, grafen, Baryum titanat, Nikel oksit ve Demir oksit katkıli Poliester filmlerinin camlaşma sıcaklığı ve erime sıcaklığının tespiti için DSC analizi gerçekleştirilmiştir. Üretilen filmlere ait DSC termogramı incelendiğinde genel olarak; her bir grafikte taşıyıcı polimer olan PBT 'nin ve PET polimerinin erime noktaları grafikte tepe noktaları olarak görünmekte, katkı oranlarındaki değişimin (%) her bir malzeme grubu için erime noktalarına büyük bir etki göstermediği anlaşılmaktadır. PET ve PBT camlaşma ve erime sıcaklıklarının sırasıyla Poliester için 100-110°C, PBT için 60-65 °C aralıklarında olduğu gözlemlenmektedir. %1 aktif madde oranı ile Baryum oksit katkıli iletken filmlerde PBT camlaşma sıcaklığı 40-60 °C, PET' e ait camlaşma sıcaklığı 80-100°C aralıklarında görülmüştür. %1,5 aktif madde oranı ile Baryum oksit katkıli iletken filmlerde PBT camlaşma sıcaklığı 40-60 °C, PET' e ait camlaşma sıcaklığı 100-120°C aralıklarında görülmüştür. Yapıdaki erime sıcaklığı PBT için 220 °C, PET için 260 °C olarak görülmüştür. %2 aktif madde oranı ile Baryum oksit katkıli iletken filmlerde PBT

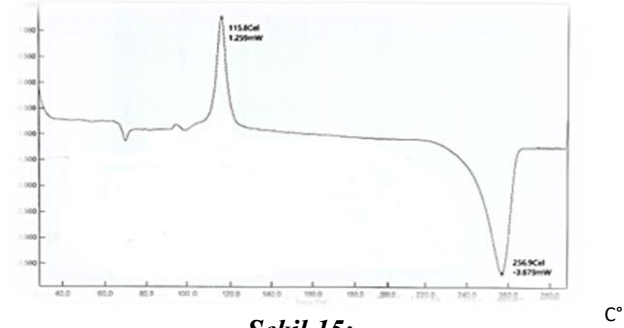
camlaşma sıcaklığı 40-60 °C, PET' e ait camlaşma sıcaklığı 100-120°C aralıklarında görülmüştür. Nano parçacık katkılı poliestere ait camlaşma ve erime sıcaklıklarının aktif madde katkı oranı ile belirgin bir değişikliğe uğramadığı söylenebilmektedir. Şekil 14' de %2 aktif madde oranı ile üretilen Baryum oksit katkılı filme ait DSC analizi görülmektedir.



Şekil 14:

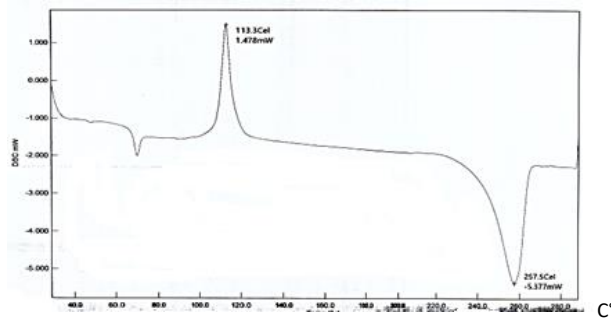
%2 BaTiO₂ aktif madde kullanılarak üretilen nanopartikül katkılı filme ait DSC analizi

%1,5 aktif madde oranı ile Nikel oksit katkılı filmlerde de PBT camlaşma sıcaklığı 40-60°C aralıklarında, poliestere ait camlaşma sıcaklığı, 80-100°C aralıklarında görülmektedir. % 2 aktif madde oranı ile Nikel oksit katkılı filmlerde PBT ye ait camlaşma sıcaklığı 60-80 °C aralıklarında, poliestere ait camlaşma sıcaklığı 80-100°C aralıklarında görülmektedir. Yapıdaki erime sıcaklıkları her iki polimer için de 256,9 °C civarı olarak görülmüştür. Şekil 15' de %2 aktif madde oranı ile üretilen Nikel oksit katkılı filme ait DSC analizi görülmektedir.



Şekil 15:

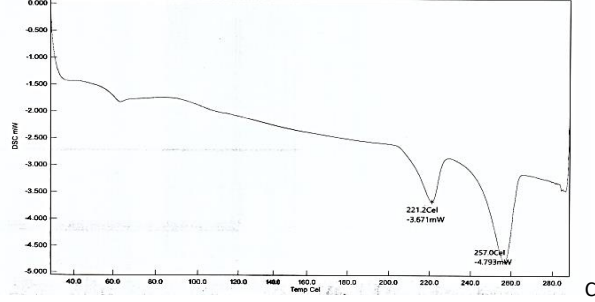
%2 NiO aktif madde oranı ile üretilen nanopartikül katkılı filme ait DSC analizi



Şekil 16:

%2 FeO₂ aktif madde kullanılarak üretilen nanopartikül katkılı filme ait DSC analizi

%1, %1,5 ve %2 aktif madde oranı ile demir oksit katkıli iletken filmlerde PBT'ye ait camlaşma sıcaklığı 40-60 °C, PET' e ait camlaşma sıcaklığı 100-120°C aralıklarında görülmektedir. Yapıdaki erime sıcaklığı PBT için 220 °C, PET için 260 °C olarak görülmüş ve genel olarak aktif madde katkı oranı ile (%) değişiklik göstermemiştir. Şekil 16'da %2 aktif madde oranı ile üretilen demir oksit katkıli filme ait DSC analizi görülmektedir

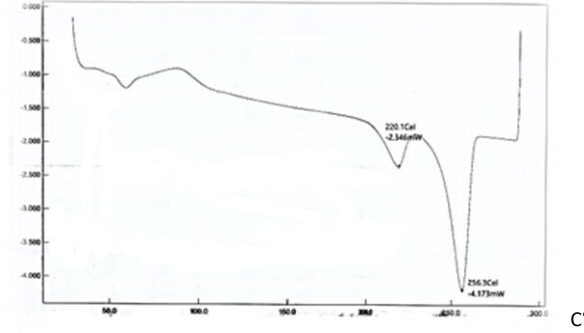


Şekil 17:

%2 Grafen aktif madde kullanılarak üretilen nanopartikül katkıli filme ait DSC analizi

Şekil 17'de %2 aktif madde oranı ile üretilen grafen katkıli filme ait DSC analizi görülmektedir. %2 aktif madde oranı kullanılarak grafen esaslı iletken filmlerde PBT camlaşma sıcaklığı 40-60 °C, PET' e ait camlaşma sıcaklığı 100-120°C aralıklarında gözlemlenmiştir. Grafen esaslı filmler genel olarak değerlendirildiğinde yapıdaki grafen aktif madde oranının değişimi ile nano parçacık esaslı poliestere filmlerin camlaşma (T_G) ve erime sıcaklıkları (T_E) bakımından çok etkilenmediği görülmektedir. Çalışma sonucumuzdan farklı olarak Min vd.'nin grafen oksit ve karbon nanotüp katkıli poliamit nanokompozitleri ile yaptıkları çalışmada kullanılan Grafen oksit ve karbon nanotüp malzemelerinin saf poliamit malzemeye göre ilk bozulma sıcaklıklarının arttırdığı görülmüştür. Grafen ve nanokarbon katkılarının malzeme genelinde termal dayanımlarının arttırdığı belirtilmiştir. Bu durum malzemenin ayrışma esnasında Poliamit ana zincirinin relakse olması ve daha rahat hareket edebilmesi için kompozit yapıda iken daha fazla kırınım enerjisine ihtiyaç duyulması ile açıklanabilmektedir (Min vd., 2018).

%1 aktif madde oranı ile nano karbon esaslı iletken filmlerde PBT camlaşma sıcaklığı 40-60 °C, PET' e ait camlaşma sıcaklığı 100-120°C aralıklarında görülmüştür. %1,5 aktif madde oranı ile nano karbon esaslı iletken filmlerde PBT camlaşma sıcaklığı 40-60 °C, PET' e ait camlaşma sıcaklığı 80-100°C aralıklarında görülmüştür. %2 aktif madde oranı ile nano karbon esaslı iletken filmlerde PBT camlaşma sıcaklığı 60-80 °C, PET' e ait camlaşma sıcaklığı 100-120°C aralıklarında görülmüştür. Yapıdaki erime sıcaklığı PBT için 220 °C, PET için 260 °C olarak görülmüştür (şekil 18). %2,5 aktif madde katkı oranı ile nano karbon esaslı iletken filmlerde PBT camlaşma sıcaklığı 60-80 °C, PET' e ait camlaşma sıcaklığı 100-120°C aralıklarında görülmüştür. Genel olarak değerlendirildiğinde yapıda nano karbon aktif madde oranının arttırıldığında polimer yapısının erime sıcaklıkları (T_E) bakımından çok etkilenmediği görülmektedir. Ancak katkı oranı artışı ile camlaşma sıcaklıklarındaki hafif de olsa artış görülmesi polimer zincirleri arasındaki güçlü etkileşimlere veya azalmış zincir esnekliğine bağlanabilir.



Şekil 18:

%2 MWCNT aktif madde oranı ile üretilen nanopartikül katkılı filme ait DSC analizi

Viskozite Değerleri

Filmlere ait viskozite sonuçları tablo 7’de gösterilmiştir.

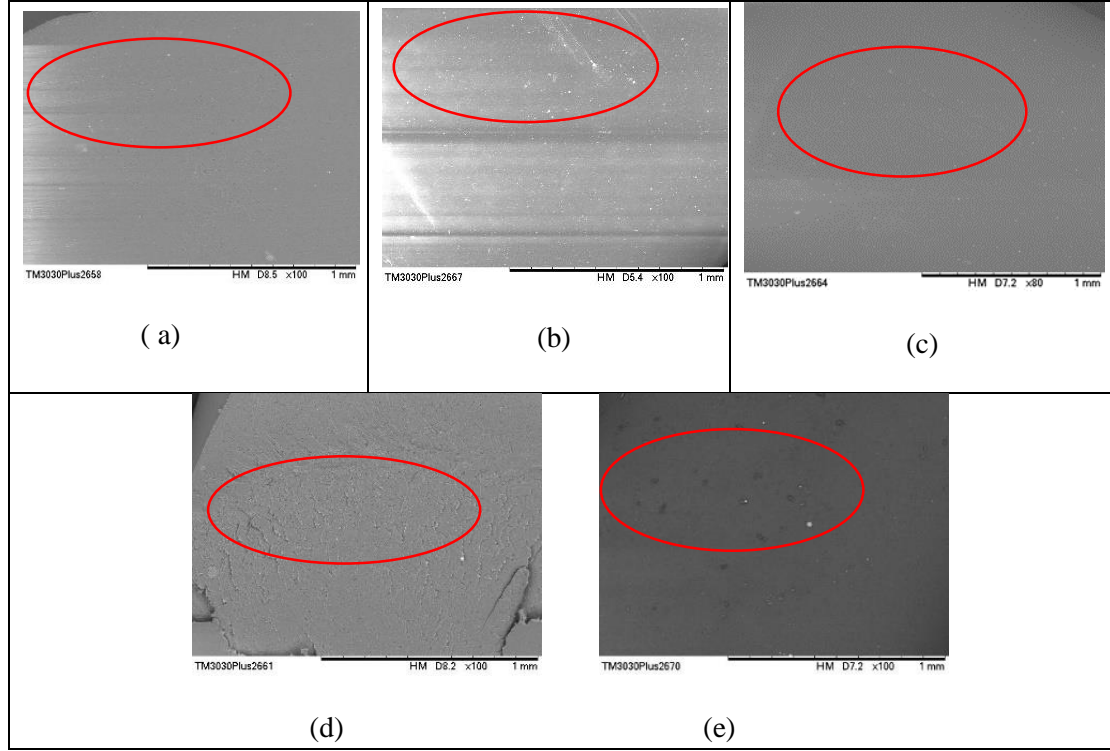
Tablo 7.Filmlere ait viskozite sonuçları

Numune Kodu	Viskozite (g/dl)	Numune Kodu	Viskozite (g/dl)
B10	0,49	G10	0,50
B15	0,48	G15	0,47
B20	0,58	G20	0,51
N15	0,52	G25	0,47
N20	0,52	C10	0,58
F10	0,51	C15	0,57
F15	0,48	C20	0,56
F20	0,49	C25	0,59

Çalışmada kullanılan polimer karışım oranları kullanılarak bir sonraki çalışma kapsamında bikomponent iletken iplik üretimi gerçekleştirilmesi planlandığı için elde edilen filmlere ait viskozite ölçümü de gerçekleştirilmiştir. Genel olarak poliester üretim teknolojisinde hedef viskozite (IV) değeri 0,64 dL/g olarak düşünüldüğünde nanopartikül esaslı iletken poliester filmlere ait viskozitelerin 0,64 dL/g değerinden daha düşük değerler gösterdiği tablo 7’de gösterilmiştir. Farklı nano parçacık içeren kompozit filmlere ait uygun viskozite değerlerinin; iplik üretimi kapsamında özellikle eriyikten lif çekimi prosesinde avantaj oluşturacağı düşünülmektedir. Çalışmamızla ilgili olarak Sabet vd.’nin yaptığı çalışmada grafen konsantrasyonu artırılarak elde edilen Polietilen kompozitlerde grafen oranının artışı ile malzemenin viskozite ve non-newtonian davranışındaki artış ara yüzey yapışma miktarının artışı ile açıklanmıştır (Sabet vd., 2019).

SEM Görüntüleri

Şekil 19’da %2 katkı oranı ile grafen, MWCNT, demir oksit, nikel oksit ve baryum titanat katkılı poliester filmlere ait SEM görüntüleri verilmiştir. Genel olarak incelendiğinde nano parçacık katkılı malzemeler üretilen film yüzeyinde görüntülenebilmiştir. Nano malzemelerin polimer içerisinde nano boyutta homojenize edilememesi sebebi ile nano partiküllerin aglomerasyon oluşturduğu görülmektedir.



Şekil 19:

Nanopartikül katkılı filmlere ait SEM görüntüsü (a: %2 BaTiO₂ katkılı , b: %2 FeO₂ katkılı c: %2 NiO katkılı, d: %2 Grafen katkılı e:%2 MWCNT katkılı)

Sem EDX elemental analiz sonuçlarına göre katkı oranları (%) artışı ile film malzemelerdeki karbon (C) ve oksijen (O) oranı (%) değerlerinin çok değişmediği görülmüştür. En fazla karbon miktarı MWCNT katkılı filmlerde gözlemlenmiştir. %2'lik aktif madde oranına sahip Nikel Oksit, Baryum Titanat, Demir Oksit, grafen, karbon nanotüp katkılı poliester filmler için elde edilen SEM-EDX değerleri tablo 8'deki gibidir ;

Tablo 8. Sem-EDX sonuçları

NiO		BaTiO ₂		FeO ₂		Grafen		MWCNT	
Element	Wt %	Element	Wt %	Element	Wt %	Element	Wt %	Element	Wt %
C	67,4	C	67,5	C	67,7	C	69,9	C	70,7
O	32,1	O	31,2	O	31,4	O	29,8	O	29,2
Ni	0,4	Ba	0,8	Fe	0,7	Si	0,1	Si	0,1

4. SONUÇ

Çok duvarlı karbon nanotüp (MWCNT), grafen, baryum titanat (BaTiO₃), nikel oksit (NiO) ve demir oksit (FeO₂) katkılı filmlerin tamamında antistatik özellikler elde edilmiştir. Nanopartikül takviyesi iletkenliği olumlu yönde artırırken termal özelliklerde dramatik bir değişim olmadığı söylenebilmektedir. Malzeme karakterizasyon analizi sonuçlarına göre farklı nano parçacık katkılı film yüzeyler incelendiğinde genel olarak üç aşamalı bir degradasyonun olduğu görülmektedir. TGA grafiklerinde polimerik yapıların bozulma başlangıç sıcaklıklarının genel olarak birbirinden farklı olduğu görülmektedir. FTIR sonuçlarında ise Poliester ve PBT

polimerine ait karakteristik bantlar baskın görülmüştür. Aktif madde oranının değişmesiyle filmlere ait FT-IR spektrumlarında belirgin değişimler gözlemlenmemiştir. Ancak genel olarak ilave edilen tüm nanopartikül katkılara ait karakteristik pikler gözlemlenmesi homojen bir polimer yüzey karışımı üretimi için gerekli koşulların sağlandığını doğrulamaktadır. DSC Termogram sonuçları incelendiğinde Nano parçacık katkı filmlerde kullanılan aktif madde oranının değişmesiyle filmlere ait camlaşma ve erime sıcaklıklarının çok fazla etkilenmediği tespit edilmiştir. SEM EDX görüntülerinde nano malzemelerin film yüzeylerinde çok küçük aglomerasyon oluşturduğu gözlemlenmiştir. Bu çalışma nanomalzeme katkıli masterbatch malzemelerin farklı katkı oranlarında kullanılarak tek vidalı ekstruderde polimer cips ile homojen olarak karıştırılması ve ekstrüzyon ile film yüzey oluşturulması sonrasında antistatik ölçümleri yapılarak, katkı maddesi, masterbatch besleme oranı ve nihai katkı oranı parametrelerinin optimize edilmesini amaçlamıştır. Film üretim esnasındaki ekstruder sıcaklık değerleri, aktif madde oranı gibi birçok parametrenin bir sonraki işlem olarak üretilmesi planlanan bikomponent lif üretimi için gerekli ön hazırlık şartlarının sağlanması konusunda yol gösterdiği düşünülmektedir.

TEŞEKKÜR

Bu araştırma Bursa Uludağ Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri Komisyonu tarafından desteklenmiştir. Proje No: **KUAP(MH)-2019/12**.

ÇIKAR ÇATIŞMASI

Yazarlar bilinen herhangi bir çıkar çatışması veya herhangi bir kurum/kuruluş ya da kişi ile ortak çıkar bulunmadığını onaylamaktadırlar.

YAZAR KATKISI

Erhan Kenan Çeven, Necati Er ve Gizem Karakan Günaydın
Çalışmanın, kavramsal ve/veya tasarım süreçlerinin belirlenmesi/Çalışmanın, kavramsal ve/veya tasarım süreçlerinin yönetimi/Veri toplama/Veri analizi ve yorumlama/Makale taslağının oluşturulması/Fikirsel içeriğin eleştirel incelemesi/Son onay ve tam sorumluluk

KAYNAKLAR

1. Altın, Y., Güngör, S., & Bedeloğlu, A. Grafen ve İletken Polimer Katkılı Uzayabilen Kompozit Nanoliflerin Üretilmesi ve Özelliklerinin İncelenmesi. (2020). 1. Uluslararası Lif ve Polimer Araştırmaları Sempozyumu, 13-14 Mayıs 2016, Bursa, Türkiye.
2. Bertuleit K., (1990). "Conductivity of Silver-coated Polyamides", *Melliand Textilberichte*, 71, pp 969-970.
3. Can, K., Ozmen, M., Ersoz, M., (2009). "Immobilization of albumin on aminosilane modified superparamagnetic magnetite nanoparticles and its characterization". *Colloids S.* 71,154–159. doi:10.1016/j.colsurfb.2009.01.021
4. Chiang, W. Y., & Cheng, K. Y. (1997). Processing conditions for electromagnetic interference shielding effectiveness and mechanical properties of acrylonitrile-butadiene-styrene based composites. *Polymer composites*, 18(6), 748-756.

5. Çelen, R., & Ulcay, Y. (2018). Baryum Titanatın Tekstilde Elektromanyetik Kalkanlama Uyg.Kullanımı. *Uludağ University Journal of The Faculty of Engineering*,23(2), 29-44.doi: 10.17482/uumfd.398903
6. Eren S., Ulcay Y., (2015). "EMR Koruma Amaçlı Bi- Komponent Poliester Lif Üretimi ve EMR Kalkanlama Özelliğinin incelenmesi ", *Tekstil ve Konfeksiyon* 25.2: 140-147.
7. Fugetsu, B., Akiba, E., Hachiya, M., & Endo, M. (2009). The production of soft, durable, and electrically conductive polyester multifilament yarns by dye-printing them with carbon nanotubes. *Carbon*, 47(2), 527-530. Doi: 10.1016/j.carbon.2008.11.013
8. Kaniyoor, A., Baby, T. T., & Ramaprabhu, S. (2010). "Graphene synthesis via hydrogen induced low temperature exfoliation of graphite oxide". *Journal of Materials Chemistry*, 20(39), 8467-8469. Doi: 10.1039/c0jm01876g
9. Kılıç, Esra. (2019). "Grafen Esaslı Yeşil Nanokompozitlerin Hazırlanması, Karakterizasyonu ve Çeşitli Uygulamalarda Kullanılması", Hacettepe Üni. Kimya Abd, Doktora Tezi, Ankara.
- 10.Köytepe, S. Vural S., Seçkin T., 2010. BaTiO₃-Poliimid Nanokompozitlerinin Hazırlanması ve Elektriksel Özelliklerinin Belirlenmesi. 24. Ulusal Kimya Kong.29.06-02.07, Zonguldak
- 11.Li, J. (2008). "Interfacial studies on the O₃ modified carbon fiber-reinforced polyamide 6 composites", *Applied Surface Science*, 255(5), 2822-2824. <http://dx.doi.org/10.1016/j.apsusc.2008.08.013>
- 12.Luo, H.,Xiong, G., Ma, C., Li, D., &Wan, Y. (2014). "Preparation and performance of long carbon fiber rein forced polyamide 6 composite sinjection-molded fromcore/shell structured pellets", *Materials& Design*, 64, 294-300. Doi: <http://dx.doi.org/10.1016/j.matdes.2014.07.054>
- 13.Ma, P. C., Tang, B. Z., & Kim, J. K. (2008). Effect of CNT decoration with silver nanoparticles on electrical conductivity of CNT-polymer composites. *Carbon*, 46(11), doi: 1497-1505. 10.1016/j.carbon.2008.06.048
- 14.Ma, M., Zhang, Y., Yu, W., Shen, H., Zhang, H., Gu, N., (2003) . Preparation and characterization of magnetite nanoparticles coated by amino silane. *Colloid Surface, A* 212, 219-226. doi: [https://doi.org/10.1016/S0927-7757\(02\)00305-9](https://doi.org/10.1016/S0927-7757(02)00305-9)
- 15.Min, C., Liu, D., Shen, C., Zhang, Q., Song, H., Li, S., ... & Zhang, K. (2018). Unique synergistic effects of graphene oxide and carbon nanotube hybrids on the tribological properties of polyimide nanocomposites. *Tribology International*, 117, 217-224. Doi: <http://dx.doi.org/10.1016/j.triboint.2017.09.006>
- 16.Mirik, M. (2010). "Karbon nanotüp takviyeli yüksek yoğunluklu polietilen (YYPE) nanokompozit malzemelerin mekanik özelliklerinin araştırılması". 2010. PhD Thesis. Selçuk Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü.
- 17.Özkan, İ., & İlhan, İ. (2019). "Metal Kompozit Şönil İpliklerden Üretilmiş Örne Kumaşların Elektriksel, Antibakteriyel ve Performans Özelliklerinin Araştırılması", *Uludağ University Journal of The Faculty of Engineering*, 24(2), 115-126. Doi: 10.17482/uumfd.480895
- 18.Paulchamy, B., Arthi, G., & Lignesh, B. D. (2015). "A simple approach to stepwise synthesis of graphene oxide nanomaterial". *J Nanomed Nanotechnol*, 6(1), 1. Doi: 10.4172/2157-7439.1000253
- 19.Perepelkin, K. E., (2001). "Chemical fibers with specific properties for industrial application and personel protection", *JIT*, 31(2), 87-102. doi:10.1106/XU8H-C5J5-8BLT-2EAO

20. Perrot, C., Piccione, P. M., Zakri, C., Gaillard, P., & Poulin, P., (2009). "Influence of the spinning conditions on the structure and properties of polyamide 12/carbon nanotube composite fibers", *Journal of Applied polymer science*, 114(6), 3515-3523. doi: 10.1002/app.30875
21. Sabet, M., Soleimani, H., & Mohammadian, E. (2019). Effect of Graphene and Carbon Nanotube on Low-Density Polyethylene Nanocomposites. *Journal of Vinyl and Additive Technology*, 25(1), 35-40. Doi: 10.1002/vnl.21643
22. Sandler, J.K.W., Pegel, S., Cadek, M., Gojny, F., Van Es, M., Lohmar, J., & Shaffer, M.S.P., (2004). "A comparative study of meltspun polyamide-12 fibres reinforced with carbon nanotubes and nanofibres", *Polymer*, 45(6), 2001-2015. Doi: 10.1016/j.polymer.2004.01.023
23. Shim, B.S., Chen, W., Doty, C., Xu, C., Kotov, N.A., (2008), Smart Electronic Yarns and Wearable Fabrics for Human Biomonitoring made by Carbon Nanotube Coating with Polyelectrolytes, , 8, 12, 4151-4157. 10.1021/nl801495p
24. Subbiah, T., Bhat, G.S., Tock, R.W., Parameswaran, S., Ramkumar, S.S., (2005), "Electro spinning of Nanofibers, *Journal of Applied Polymer Science*", Vol. 96, 2005, 557-569. Doi: 10.1002/app.21481
25. Tao, X. (Ed.). (2001). *Smart fibres, fabrics and clothing: Fund. and Applications*. Elsevier.
26. TS EN 1149-1 Koruyucu giyecekler - Elektrostatik özellikler - Bölüm 1: Yüzey öz direnci.
27. Toyo Boseki K KK (Miramura H., Yosflida F. and Shimura T.) US Pat. 5248486, 1993.
28. Tural, R. (2014), İletken Bikomponent İplik Üretimi, Yüksek Lisans Tezi, Uludağ Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Tekstil Mühendisliği Anabilim Dalı, Bursa
29. Utku, G. (2018). Tek tabakalı grafenin sentez parametrelerinin incelenmesi (Master's thesis, Niğde Ömer Halisdemir Üniversitesi/Fen Bilimleri Enstitüsü).
30. Wagner, S., Bonderover, E., Jordan, W. B., & Sturm, J. C., (2002). "Electro textiles: concepts and challenges", *Int. Journal of High speed electronics and systems*, 12(02), 391-399.
31. Xue, P., Park, K. H., Tao, X. M., Chen, W., & Cheng, X.Y. (2007). "Electrically conductive yarns based on PVA/carbon nanotubes". *Composite Structures*, 78(2), 271-277. Doi: 10.1016/j.compstruct.2005.10.016. Doi: 10.1016/j.compstruct.2005.10.016
32. Xue, P., Tao, X. I. A. O. M. I. N. G., Leung, M. Y., & Zhang, H. (2005). Electromechanical properties of conductive fibres, yarns and fabrics. *Wearable electronics and photonics*, 81.
33. Yajimi, T., Yamada, K., & Tanaka, S. (2002). "Protection effects of a silver fiber textile against electromagnetic interference in patients with pacemakers", *J. of Artificial Org.* 5(3), 175-178.
34. Yıldız, Z., Usta, I., & Güngör, A. (2012). "Electrical properties and electromagnetic shielding effectiveness of polyester yarns with polypyrrole deposition", *Text. Res. J.* 82(20), 2137-2148. Doi: 10.1177/0040517512449046
35. Yılmaz, H., Altın, Y., & Bedeloğlu, A. Grafen Takviyeli Epoksi Nanokompozitlerin Özelliklerinin İncelenmesi. *Politeknik Dergisi*, 1-1. Doi: 10.2339/politeknik.689424