



**NANO BOYUTLU GRAFEN OKSİT KATKILI
POLİMER KOMPOZİTLERİN
ÜRETİMİ VE KARAKTERİZASYONU
YÜKSEK LİSANS TEZİ**

Merve Coşkun

Danışman
Prof. Dr. Atilla EVCİN

NANOBİLİM VE NANOTEKNOLOJİ
ANABİLİM DALI

Mayıs 2022

Bu tez çalışması 19.FEN.BİL.40 numaralı proje ile BAPK tarafından desteklenmiştir.

AFYON KOCATEPE ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

YÜKSEK LİSANS TEZİ

**NANO BOYUTLU GRAFENOKSİT KATKILI POLİMER
KOMPOZİTLERİN ÜRETİMİ VE KARAKTERİZASYONU**

Merve COŞKUN

Danışman
Prof. Dr. Atilla EVCİN

NANOBİLİM VE NANOTEKNOLOJİ
ANABİLİM DALI

Mayıs 2022

TEZ ONAY SAYFASI

MERVE COŞKUN tarafından hazırlanan “Nano Boyutlu Grafen Oksit Katkılı Polimer Kompozit Üretimi ve Karakterizasyonu” adlı tez çalışması lisansüstü eğitim ve öğretim yönetmeliğinin ilgili maddeleri uyarınca 17/05/2022 tarihinde aşağıdaki jüri tarafından **oy birliği** ile Afyon Kocatepe Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü **Nanobilim ve Nanoteknoloji Anabilim Dalı’nda YÜKSEK LİSANS TEZİ** olarak kabul edilmiştir.

Danışman :Prof. Dr. Atilla EVCİN

Başkan :Prof. Dr. İbrahim GÜNEŞ
Giresun Üniversite, Mühendislik Fakültesi..... **İmza**

Üye :Prof. Dr. Atilla EVCİN
Afyon Kocatepe Üniversite, Mühendislik Fakültesi..... **İmza**

Üye :Dr. Öğr. Üyesi İsmail YILDIZ
Afyon Kocatepe Üniversite adı, İşçehisar MYO..... **İmza**

Afyon Kocatepe Üniversitesi
Fen Bilimleri Enstitüsü Yönetim Kurulu’nun
...../...../..... tarih ve
..... sayılı kararıyla onaylanmıştır.

.....

Prof. Dr. İbrahim EROL

Enstitü Müdürü

BİLİMSEL ETİK BİLDİRİM SAYFASI
Afyon Kocatepe Üniversitesi

Fen Bilimleri Enstitüsü, tez yazım kurallarına uygun olarak hazırladığım bu tez çalışmada;

- Tez içindeki bütün bilgi ve belgeleri akademik kurallar çerçevesinde elde ettiğimi,
- Görsel, işitsel ve yazılı tüm bilgi ve sonuçları bilimsel ahlak kurallarına uygun olarak sunduğumu,
- Başkalarının eserlerinden yararlanılması durumunda ilgili eserlere bilimsel normlara uygun olarak atıfta bulunduğumu,
- Atıfta bulunduğum eserlerin tümünü kaynak olarak gösterdiğimi,
- Kullanılan verilerde herhangi bir tahrifat yapmadığımı,
- Ve bu tezin herhangi bir bölümünü bu üniversite veya başka bir üniversitede başka bir tez çalışması olarak sunmadığımı

beyan ederim.

17/05/2022

Merve COŞKUN

ÖZET

Yüksek Lisans Tezi

NANO BOYUTLU GRAFENOKSİT KATKILI POLİMER KOMPOZİTLERİN ÜRETİMİ VE KARAKTERİZASYONU

Merve COŞKUN

Afyon Kocatepe Üniversitesi

Fen Bilimleri Enstitüsü

Nanobilim ve Nanoteknoloji Anabilim Dalı

Danışman: Prof. Dr. Atilla EVCİN

Grafen karbon esaslı 2boyutlu malzemeler sınıfında bulunan ve mekanik, termal ve elektriksel özellikleri bakımından üstün özellikler gösterebilen bir malzemedir. Sp² bağ yapısına sahip olan bu malzeme, günümüzde bilinen en yüksek dayanıma sahip malzemedir. Aynı zamanda spesifik yüzey alanı diğer malzemelere oranla yüksektir ve uygulama alanları oldukça geniştir. Ancak grafen, kısıtlı kullanıma sahip olduğundan polimer nano kompozit üretimi esaslı araştırmalar tercih sebebidir.

Bu çalışmada, Hummers modifiye yöntemi kullanılarak grafit pullarından grafen oksit(GO) üretilmiştir. Üretilen grafen oksit ve indirgenmiş grafen oksidin (rGO) % 0,5 ve 1 oranlarında polyester ve silikona katkılandırma yapılmıştır. Numuneler çekme, basma testiyle ayırıcı özellikleri ortaya konmuştur. XRD, SEM analizleri yapılmıştır.

2022, ix + 47 sayfa

Anahtar Kelimeler: Grafen Oksit, İndirgenmiş Grafen Oksit, Hummers Yöntemi.

ABSTRACT

M.Sc.Thesis

PRODUCTION AND CHARACTERIZATION OF NANO SIZED GRAPHENE OXIDE DOUBLE POLYMER COMPOSITES

Merve COŞKUN

Afyon Kocatepe University

Graduate School of Natural and Applied Sciences

Department of Nanoscience and Nanotechnology

Supervisor: Prof. Atilla EVCİN

Graphene is a material in the class of carbon-based 2D materials and can show superior properties in terms of mechanical, thermal and electrical properties. This material, which has sp² bond structure, is the material with the highest strength known today. At the same time, its specific surface area is higher than other materials and its applications are quite wide. However, since graphene has limited use, researches based on polymer nano composite production are preferred. In this study, graphene oxide (GO) was prepared from graphite flakes by Hummers modified method. %0.5 and %1 of the produced graphene oxide and reduced graphene oxide (rGO) were added to polyester and silicon. The samples showed the properties proven by the compression test. XRD, SEM analyzes were made. Decreases are observed with the increase in additions of graphene oxide.

2022, ix + 47 pages

Keywords: Graphene Oxide, Reduced Graphene Oxide, Hummers Method.

TEŞEKKÜR

Tez çalışmam boyunca ilminden faydalandığım, birlikte çalışmaktan onur duyduğum ve ayrıca tecrübelerinden yararlanırken göstermiş olduğu hoşgörülerinden dolayı değerli hocam, Sayın Prof. Dr. Atilla EVCİN'e teşekkür ederim.

Araştırma boyunca manevi desteklerinden dolayı yanımda olan Gamze KÖŞE'ye teşekkür ederim.

Tez dönemim boyunca yapılan analizlere ve alınan malzemelere destek olan 19.FEN.BİL.40 proje numarası ile maddi destek sağlayan BAPK'ya teşekkür ederim.

Yüksek lisans eğitimim süresince öğrettikleri ile üzerimde emeği bulunan tüm hocalarıma teşekkür ederim.

Bu araştırma boyunca maddi ve manevi desteklerinden dolayı aileme teşekkür ederim.

Merve COŞKUN
AFYONKARAHİSAR 2022

İÇİNDEKİLER DİZİNİ

	Sayfa
ÖZET	i
ABSTRACT	ii
TEŞEKKÜR	iii
İÇİNDEKİLER DİZİNİ	iv
SİMGELER ve KISALTMALAR DİZİNİ	vii
ŞEKİLLER DİZİNİ	viii
ÇİZELGELER DİZİNİ	viii
RESİMLER DİZİNİ.....	ix
1.GİRİŞ	1
2. LİTERATÜR BİLGİLERİ	2
2.1 Elmas.....	2
2.1.1 Grafit	2
2.1.2 Grafit Oksit.....	5
2.1.3 Grafen	6
2.1.4 Grafen Oksit (GO)	7
2.1.5 İndirgenmiş Grafen Oksit (rGO)	8
2.1.6 Grafen'in Kullanım Alanları	10
2.2 Kompozit.....	10
2.3 Polimer	10
2.4 Grafenin Karakterizasyon Yöntemleri	11
2.4.1 Modifiye Hummers Yöntem	11
2.4.2 Eksfoliasyon.....	11
2.4.3 Kimyasal Buhar Biriktirme Yöntemi.....	11
2.4.4 Grafen Oksit İndirgenmesi.....	11
2.5 Raman Spektroskopisi	14
3. MATERYAL ve METOT	177
3.1 Deneyde Kullanılan Malzemeler	17
3.2 Deneysel Çalışmalarda Kullanılan Cihazlar	177
3.2.1 Etüv.....	177
3.2.2 Çekme Test Cihazı.....	177
3.2.3 Hassas Terazî.....	18
3.2.4 SEM Cihazı	19
3.2.5 XRD Cihazı	199

3.3 Deneyisel Çalışmalar	20
3.3.1 Karışım Düzenleme Aşaması	20
3.3.2 Kurutma Aşaması	23
3.3.3 Kalıplama Aşaması	24
4. BULGULAR.....	266
4.1 Çekme Testi.....	266
4.2 Basma Testi	32
4.3 SEM-XRD Analizleri.....	35
5. TARTIŞMA ve SONUÇ	38
6. KAYNAKLAR	39
ÖZGEÇMİŞ.....	47



SİMGELER ve KISALTMALAR DİZİNİ

Simgeler

°C	Santigrat Derece
KMn ₂ O ₄	Potasyum Permanganat
H ₂ SO ₄	Sülfirik Asit
HCl	Hidroklorik asit
H ₂ O ₂	Hidrojen Peroksit
NaNO ₂	Sodyum Nitrat
NaOH	Sodyum Hidroksit

Kısaltmalar

DI	Deiyonize
GO	Grafen Oksit
rGO	İndirgenmiş Grafen Oksit
SEM	Taramalı Elektron Mikroskbu
XRD	X-ışını Kırınım Yöntemi

ŞEKİLLER DİZİNİ

	Sayfa
Şekil 2.1 Elmas yapısı.....	2
Şekil 2.2 Grafit yapısı.	4
Şekil 2.3 Elmas ve grafit yapısı.	5
Şekil 2.4 Grafit oksit yapısı.....	6
Şekil 2.5 Karbon atomunun allotropları.....	7
Şekil 2.6 Grafenin kullanım alanları	10
Şekil 2.7 Viculis, arkadaşının nanoscroll üretim prosesi	12
Şekil 2.8 CVD yöntemi ile grafen tabakalarının üretimi	13
Şekil 2.9 GO ve grafen yapısal görüntüleri	13
Şekil 2.10 Grafit, grafen oksit (GO) ve indirgenmiş grafen oksit (rGO) ait Raman desenleri.....	15
Şekil 2.11 Grafenin SEM görüntüsü.....	16
Şekil 2.12 Grafenin TEM görüntüsü.	16
Şekil 3.1 Deneysel Çalışma Akım Şeması.....	20
Şekil 4.1 Polyester kompozit elastisite modül grafiği	28
Şekil 4.2 Silikonkompozit elastisite modül grafiği	29
Şekil 4.3 Silikon içeren kompozitlerin çekme testi grafiği.....	30
Şekil 4.4 Polyester içeren kompozitlerin çekme testi grafiği	31
Şekil 4.5 Polyester kompozit basma mukavemeti grafiği.....	33
Şekil 4.6 Silikon kompozit basma mukavemeti grafiği.....	33
Şekil 4.7 Polyester kompozit sertlik grafiği.....	34
Şekil 4.8 Silikon kompozit sertlik grafiği	34
Şekil 4.9 Numunelerin XRD analiz sonucu	35
Şekil 4.10 Elde edilen Grafen oxide ramananalizi	36
Şekil 4.11 Dijital kamera görüntüsü	37

ÇİZELGELER DİZİNİ

	Sayfa
Çizelge 3.1 Karışım oranları (GO,rGO,Silikon).	24
Çizelge 3.2 Karışım oranları (GO,Polyester).	25
Çizelge 3.3 Karışım oranları (rGO,Polyester).....	25
Çizelge 4.1 Çekme test sonuçları	26
Çizelge 4.2 Kod açılımları.	26
Çizelge 4.3 Basma mukavemeti değerleri.	32
Çizelge 4.4 Sertlik değerleri.....	32



RESİMLER DİZİNİ

	Sayfa
Resim 3.1 Etüv.	17
Resim 3.2 Çekme test cihazı.	188
Resim 3.3 Hassas terazi.	188
Resim 3.4 SEM cihazı.	19
Resim 3.5 XRD cihazı.	19
Resim 3.6 Reaktör	21
Resim 3.7 Karışım(kahverengi)	21
Resim 3.8 Karışım(sarı)	22
Resim 3.9 Grafen oksit parçalarını çöktürme işlemi.	22
Resim 3.10 Saf suyla yıkama işlemi.....	23
Resim 3.11 Kurutma aşaması.....	23
Resim 3.12 Kalıplanan numune görüntüsü(GO,rGO,Silikon)	24
Resim 3.13 Kalıplanan numune görüntüsü(GO,Polyester)	24
Resim 3.14 Kalıplanan numune görüntüsü(rGO,Polyester)	25
Resim 4.1 Çekme test örneği(saf silikon).....	27
Resim 4.2 Çekme test örneği(saf silikon uzama oranı)	27
Resim 4.3 Çekme test örneği(saf silikon kopmuş hali)	28
Resim 4.4 Basma test numunelerinin görüntüsü	32

1.GİRİŞ

Teknolojinin gelişmesiyle, düşük yoğunlukta kimyasal, fiziksel ortamlara dayanıklı, yüksek sıcaklıkta özellikleri bozulmadan kullanılması mümkün malzemeler ön plana çıkmıştır. Bu nedenle, şu anda yüksek sıcaklıkta kullanılan sertliği ayrıca aşınmada mukavemeti olmakta olan seramik malzemelerde, metal malzemelere kıyasla daha değerli konuma gelmiş.

Grafen, hekzagonal yapıda düzenli karbon atomların sp^2 hibritleşmesiyle mevcutta bütün karbon allotroplarda temeldeki yapıtaşları, tek atom kalınlığındadır, aynı zamanda tek katmandan oluşmakta ve nano boyutta partiküldür..

Pratikte incelenen önemli materyallerdendir. İki boyutta ve tek atom kalınlıkta olması, kuvvetli yapısıyla eşsiz moleküler yapısındadır grafen, oldukça mükemmel mekanik, optik, elektrokimyasal, elektrik ve termal özelliklere sahip olmaktadır.

Dünyada pazarındaki gelişmeler, çalışmalara paralel gelişen teknolojiyle beraber pazara sunulmuş ürünlerde yüksek sıcaklıkla ileri kompozit malzemeleri ön plana çıkmış durumdadır.

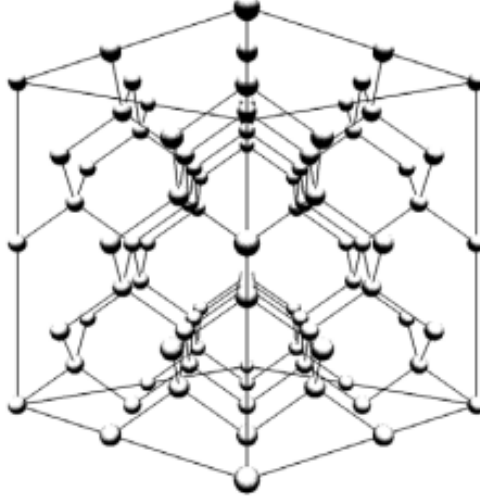
Geleneksel malzeme tersine; yüksek performansta, yeni gelişmiş özelliklere sahip ve yüksek saflığa sahip, karmaşık işlevlerini yerine getirebilecek, ayrıca katma değeri yüksek, yenikuşak malzemelerin üretilmesi amacıyla Ar-Ge çalışmaları yürütülmektedir.

2. LİTERATÜR BİLGİLERİ

2.1 Elmas

Elmas, sert bir malzeme ve kristal görünümlüdür. Doğal elmas, C atomun öteki 4 C atomuyla tetrahedral geometri içinde sp^3 hibritleşmesine dayalı kübik yapılı malzeme. Kübik elmas içinde C-C bağlar boyu $1,54 \text{ Å}$ ve yoğunluk $3,51 \text{ g/cm}^3$. Bununla birlikte termal iletkenlik yüksek ($\sim 2200 \text{ W/mK}$) ve doğadaki sert malzemedir.

Sentetik elmas, grafit metallere çözünmesine güçlü basınçla (12-15 GPa) sıcaklıkla (1500--2000 K) kristalize edilmesiyle ulaşılmıştır (Peng vd 2000). Elmasın hareketlerinin sınırlandırılmasının sebebi, kovalent bağla bağlanması ve yapısındaki elektronlardır. Buna ek olarak elmas iletken değil. Düzgün dörtyüzlü olacak şekilde, Dört tane C atomuyla kendisi çevresinde bağlıdır. Birbirine bütünüyle zıt haline, İki adet kare tabanda piramide benzer (William vd 2002).

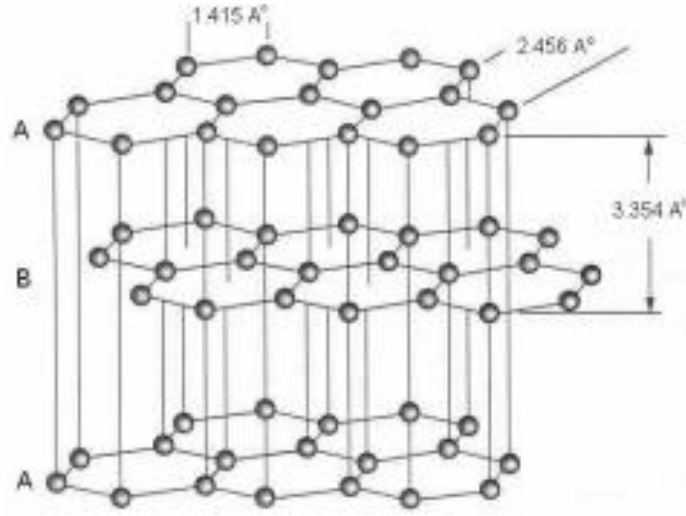


Şekil 2.1 Elmas yapısı.

2.1.1 Grafit

Karbonun üç şekli vardır. Spesifik yoğunluk kömürde 1, 3 ve 1,9 grafitteki yoğunluk 2, 1 ve 2,3 ve elmadaki yoğunluk $3,5 \text{ g/cm}^3$ ' dir. Grafit sertliği 1-2 aralığında olmaktadır. Grafit ilk zamanlardan itibaren bilinmekteydi ve ismini Alman olan mineralog A.G. Werner tarafından 1789'da Yunan'daki yazmak karşılığı olan

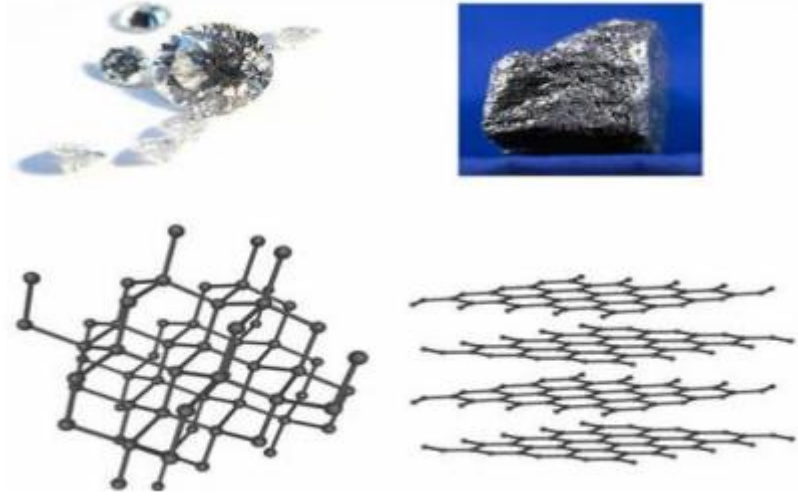
Graphein'den aldığı 'Grafite' ismi verilmiştir. Grafit rengi koyu gri-siyahdır. Elimize aldığımızda elde sabunsu kayganlık his bırakır. Parlak siyah çizgi rengi vardır. Kursun kalem yapımında kullanılma sebebi kaygan olmasıdır. Pil, endüstriyel elektrolizlerin elektrotların yapımında kullanılır, elektrik akımını iletmediği için (William vd 2002). Grafit ısıya dayanıklıdır. Buharlaşması 4500 °C' de, erimesi 3500°C' de (normal hava ortamlarında), yanması ise 620 - 670 °C' de bol oksijenli ortamda gerçekleşmektedir. Kimyasal bozulmaya dayanıklıdır. Direnç gösterir asit, baz ve tuzlara karşı. Güçlü asit içinde (HF ve HCl) saf grafit, çözünmemekte. Lakin, nitrik asitle (HNO₃) çözünüp "grafite asidini" oluşturur. Yüksek elektrik iletkenliğe, ısı iletkenliği sahiptir. Yapay grafitin işlem petrol kokusuna ve antrasit, 4000 °C' de ısınmasıyla temin edilir. Grafitten farklı işlemlere sahiptir (Jiayan vd 2002). Grafit düşük özgül ağırlığı, az masraflı olması nedeniyle karbon nanotüp ve karbon nanofiberlere tercih edilir. Kimyasal ve fiziksel metotlarla düzenlenip bileşimler nano tabakalarda, öbür dolmalara istinaden faik yapıda, özelliği sayesinde faziletli performans dolgularındandır (Choivd 2012). Karbonun doğada bol bulunan en yaygın kullanılan allotrobu grafitir. Elmasın aksine Grafitin yapısı yüksek oranda anizotropiktir. Bu olay özelliklerin daha farklı olmasına neden olmaktadır (Bobet vd 2003). Grafitteki altıgen yapı tabakalar içinde C atomları kovalent bağ yapmış halde bulunmaktadır. Hibritleşme yapıya bakıldığında, sp² hibritleşmesini grafitte C atomları yapmaktadır. Altı gen örgülerde C- C, σ bağı sp² melezlerin yanyana gelmesinden oluşur (Karaduman 2013). Grafit ise grafen tabakasının sıkışık olarak gelmesinden Wandaer Waals zayıf etkileşimiyle oluşur. Böyle bir etkileşimi epey zayıftır. Kurşun kalemle kâğıda yazı yazdığımızda aralardaki zayıf bağlar parçalanır ve kâğıtta grafit, grafen tabakaları yazıları meydana getirir. Şekil 2.2' gösterildiği halde grafitte birçok tabakadan oluşuyor. Tabakalardaki C atomu 0,142 nanometre aralıklarla altıgen ağ yapıda bağlıdır. Bu tabakaların mesafe 0,335 nanometredir. C atomsal olarak grafit dengeli vaziyetidir (Kozal 2012). X-Işını kırınım (XRD) spektroskopi ile ölçülür. Hekzagonal kristalde örgüye ehlil grafitte kuramsal kesafet 2,26 g/cm³ olup 3,354 Å uzaklık tabakalarıyla iki boyuttadır (2D). C atomuna bağlı petek manzarasında, grafit bünyesindeki bütün atomlar 1,42 Å kalınlığındaki tabaka, grafen diye adlandırılacaktır.



Şekil 2.2 Grafit yapısı.

Grafit bir hayli yumuşak bir malzemedir. Elmas grafitte göre daha sert ve güçlü C-C bağlarına sahiptir. Katmanlar içindeki güçsüz Wander Waals karşılıklı birbirini etkileyen karbon atomlarındaki kuvvetli kovalent bağına karşılık karbon katmanları (grafenin yaprak) yekdiğeri üstünde hareket etmesini temin eder. Grafitteki bu durumdan yumuşakça bir malzemedan oluşmasına yol açar. Ve tabakalar arasındaki boşluklar elektriksel iletkenliğe sahiptir (Livd2005,Wuvd 2000). C elementinin kristalli hali grafit ve elmadır. Bu doğrultuda çoğu açıdan benzerdir. Aynı zamanda farklılardır, bu kristallerle ilgisi bulunan bir çok öge göz önüne alınmalıdır. Yalın bir kimyasal bileşime sahiplerdir, hem grafit hem elmas. Her ikisi de saf C' dan oluşurlar. Buna ek olarak,insanlık doğrultusunda bildiğimiz katı bileşik elmadır (Mohs ölçeğe göre 10) ayrıca yumuşak (Mohs ölçeği 1-2 aralığında bulunmakta) bileşenlerden biri de grafittir. Özetle, elmas son derece aşındırıcı, grafit ise çok yetkin bir yağlayıcıdır. Elmas elektrik izolatörü grafit ise elektriği iyi ileten bir malzemedir.

Grafit opak, elmas çoğunlukla şeffaftır. Şekil 2.3'de elmasın, grafitin yapıları yer almaktadır.



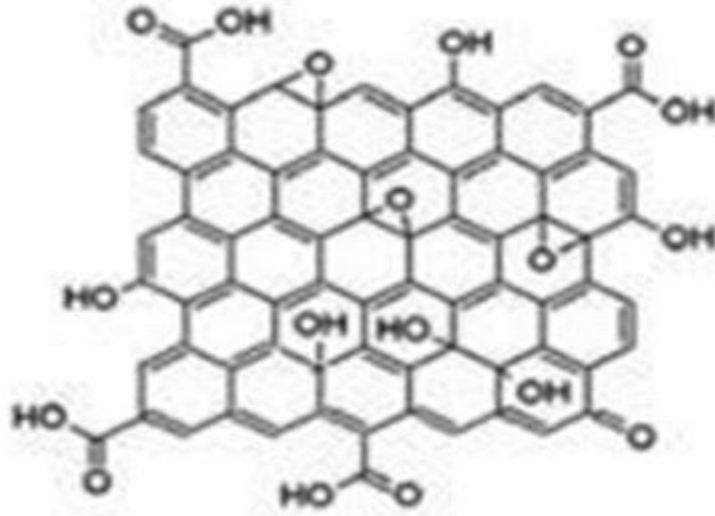
Şekil 2.3 Elmas ve grafit yapısı.

2.1.2 Grafit Oksit

1859'da Benjamn C. Brodie aracılığıyla potasyum klorat(KClO_3), nitrik asit(HNO_3) tepkisi sonucunda grafit oksit elde edilmiştir. 'Brodiemethodu' olarak daha ileriki zamanlarda araştırmalara konu olmaktadır. KClO_3 epey güçlü oksitlenmesiyle ilerleyen yıllarda sıhhatli ve inandırıcı yöntemler arayışına başlanmaktadır. Ve 1957 yılında Hummers Metodu olarak tanımlanan, Hummer ve Offema aracılığıyla, KMnO_4 , NaNO_3 ve H_2SO_4 melezlemeye oluşan, inanılan metot denenmeye başlamıştır.

Özel olarak 2007'de Hummers Metodu farklı çeşitli tadillerle Modifiye Hummer Metodu diye tanımlanıp, grafit oksit üretimlerinde epey geniş kullanımına başlanmıştır (McAllister vd 2007). Grafit oksitin tersine grafit oldukça yalıtkan bir malzemedir. Grafit oksitte farklı oksidasyonlar, güçlü asitlerde kullanılıp grafit katmanları üstüne karboksil, hidroksil, epoksi gruplarına bağlanıyor.

Hidrofilik yapıda olan hidroksil gruplar suda dağılmakta. Şekil 2.4. Grafit oksitin yapısı;



Şekil 2.4 Grafite oksit yapısı.

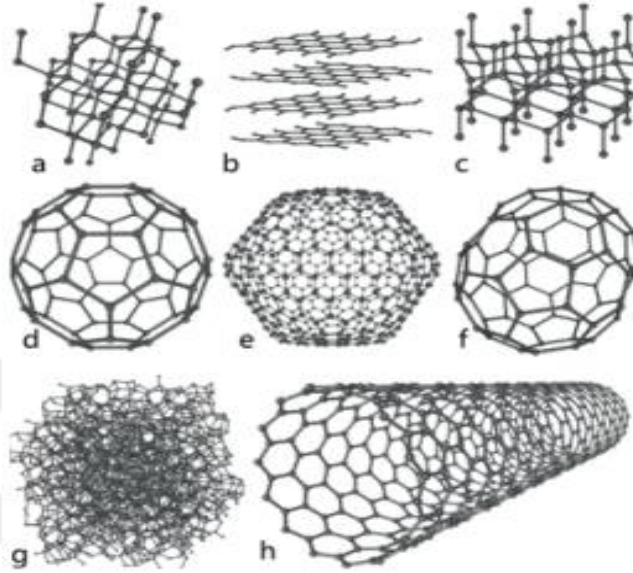
2.1.3 Grafen

C'un bazı allotropları bulunur. Grafen C'un allotroplarından biridir. C'un allotropları şunlardır; elmas, grafit, lonsdaleit, fullere ve karbon nanotüp (CNT). Allotrop maddeleri şekil 2.5'te detaylı şekillendirilmiştir. Allotropiler sırasıyla elmas, grafit, lonsdaleit, fulleren C-60, fullerit C-540, fulleren C-60, amorf karbon, karbon nanotüp diye isimlendirilmektedir.

Grafen, karbon bazlı ball petek şeklindeki kristal yapıya ait bir tabakalı gereçtir. Andra Geim ile Konstantin Novoselov, grafit tabakasını grafit aracılığıyla 2004'te üretmişlerdir (Novoselov vd 2005). Grafen özelliklerini incelemekte, buluş sonrasında türlü çalışmalara yer verilmiştir. Ve grafendeki fevkalade konulara aitliği saptanmış oldu. Söz gelimi Balandin ve arkı (Balandin vd 2008) grafen tabakanın ısı geçirgenliği incelemişler. Böylece grafende 4840-5300 W/mK aralığında faik ısı geçirgenlikte olduğu gerçeğine ulaşmışlardır. Varsayılan duruma göre grafen, karbon nanotüplerden ayrıca öbür gelişen malzeme topluluğundan daha iyi termal akıma fayda sağladığını kanıtlamıştır. Diğer incelemede, Lee ve arkı (Lee vd 2008) grafenin mekanik özellikleri araştırmışlardır ve grafen young modül 1000 GPa olduğunu bulmuşlardır.

En güçlü malzemedir, şu ana kadar ki yapılan ölçümlere göre.

Grafenin alüminyum ya da bakır üstüne kaplandığında uygulamalardason derece olumlu etki bırakan korozyon bariyeri olduğu ve üstün termal ve mekanik özelliklerine sahip olduğu ortaya çıkmıştır (Kousalyavd 2013).



Şekil 2.5 Karbon atomunun allotropları.

2.1.4 Grafen Oksit (GO)

Grafen oksit (GO) 1840'da Schafhaeutl (Schafhaeutl 1840) ve 1859'da Brodie (Brodie 1859) aracılığıyla araştırılmıştır. Grafen oksit sentez yöntemleri tarihçesi, kimyasal yapısı (Dreyervd 2010) Compton ve Nyugen (Comptonvd 2010) tarafından detaylı şekilde incelenip, araştırılmıştır. Şu anda, GO esas olarak Hummars ve Offaman (Hummersvd 1958) aracılığıyla önerilmiş, derişik, NaNO_3 , H_2SO_4 , KMnO_4 hazırlamasına yol gösterilmiştir. Oksitlenme yöntemiyle yerine getirilerek, hazırlanmıştır. Yapısında farklı oranda C, oksijen (O) ve hidrojen (H) bulunan (Park vd 2009, Botasvd 2013). 19yy itibaren Brodie, Staundenmaiar, Offaman ve Hummars yöntemleriyle sağlanmıştır. Böyle yöntemler, asitler ile oksitleyicilerle grafitteki yükseltgenme işlemiyle elde edilir. Yükseltgenme derecesinde kullanılmakta olan yöntemler, tepki kayıtları ve grafitin özelliklerine kıyasla tadil gösterir (Park vd 2009, Kim vd 2010, Menchaca-Campos 2013). GO imalat yönteminde zararlı kimyacılar tepkimeye işlem sırasında zararlı, öldürücü gazlar meydana çıkmakta. Yöntem Hummera göre grafitte, KMnO_4 benzer güçlü yükseltgenme temsilcisi, büyük seyreltik

olan H_2SO_4 ile kimyasal reaksiyona sebep olmakta (Topçu 2012, Marcanovd 2010, Arbuzovvd 2012). Hummers yöntemiyle yükseltgenme sonrası hidroksil ve epoksi fonksiyonel gruplar grafit yapısı içinde bulunmaktadır. H_2O ve O bulunan gruplar, karışma sırasında katman aralarına girerek daha güçlü etkileşimlenmiş olur. Böylece katmanlar birbirine yabancılaşmış olur. Hidrofobik (sudan kaçınma) grafitin bünyesi, hidrofilik(suyu seven) dağılıma sebep olan GO'ya dönüşmüş olur(Topçu 2012, Wangvd 2013, Ke vd 2014). GO'nun çözücülerde kolaylıkla dağılmasının sebebi, üstün mekanik özellikleri, elektronik özellikleri ayarlanabilmesi, dielektrik özelliği ve şeffaf olmasıdır. Böylece kullanım alanları her geçen gün artmaktadır. Hidrofilik özellikte olan GO sp^2 bağların bozulmasıyla elektriksel iletkenliğin yalıtkan hale gelmiş olması (Park vd 2009, Marcanovd 2010). Grafitteki C atomlarının, üst üste toplanmış yayvan ve geniş levhalardan oluşmuş, 2D düzlemde birbirlerine bağlanmıştır. Düzlemlerin arasında bağlar zayıf,C atomlardan oluşan düzlem içindeki bağlar kuvvetlidir. Enli yüzey alanına sahip grafit tozları oksidasyonla ekzotermik tepkimeye girer,zararlı gazlar ortaya çıkar ve beklenmedik ısıların oluşmasına neden olur.Tehlikeli işlemleri doğuran Hummars yöntemi; düzenleme işlemleriyle dayanıklı bileşim metotlarına çevrilebilir (Yuanvd 2014, Hanifahvd 2015). Modifiye işlemleri, reaksiyon süresindeki değişiklik,kullanılan kimyasalların miktarındaki değişiklik, grafitin boyutlarında küçültme ve farklı türde kimyasallar kullanılarak yapılan değişikliklerdir.

2.1.5 İndirgenmiş Grafen Oksit (rGO)

C allotropları temel yapıtaşı olarak bildiğimiz tek tabakalı bir atom kalınlığındakinano boyutta parçacıkları hekzagonal yapıda C atomlarının sp^2 hibritleşmesiyle meydana gelir. Şu anda incelenmekte olan malzemeden biri haline gelmiştir, potansiyel uygulama alanları sayesinde (Topçu 2012, Senguptavd 2011). rGO benzersiz molekül yapısı, bağ yapısının kuvvetliliği,tek atom kalınlığı,ve iki boyutlu olmasına sahip yapıdadır.130 GPa çekme mukavemete sahip,bir katmanlı ve ortalama 1100 GPa Young modulüne sahip olduğu yapılan araştırmalar sonucu ortaya çıkmıştır. Mekanik, termal,optik, elektrokimyasal özellikleri vardır ve elektriği iyi iletir. Ortam serinliğinde $15000\text{ cm}^2\text{ V}^{-1}\text{ s}^{-1}$ iletkenlik, ortalama $2675\text{ m}^2\text{ g}^{-1}$ büyük alan vardır.rGO, $5000\text{ W m}^{-1}\text{ K}^{-1}$ termal iletkenliğiyle gümüşten (Ag),altından (Au),bakırdan (Cu) karbon nanotüplerle

daha iyi bir iletkenidir. Optik geçirgenlik % 97,7 tek katmanlı rGO'da(Topçu 2012, Ersoy vd 2015). Nanoelektronik, şeffaf dokunmatik ekran, ışık paneli, hidrojen depolama aygıtları,ultra ince C filmler, sensörler (kimyasal ve biyosensör), nano kompozitleri güçlendirme, elektrik ve termal iletkenliği,enerji depolama,ilaç ve gen salınım aracı,saydam iletken filmler,gaz sensörü, ekranlar için saydam ve esnek elektrotlar, Li iyon bataryaları gibi C tabanlı malzeme,kompozit malzemeler,alan etkili transistörler, metalleri ayırıştırma,elektronik devreler vb. indirgenmiş grafen oksit uygulama alanlarına örnek verebiliriz (Park vd 2009, Wangvd 2013, Ersoy vd 2015, Jivd 2015). Son dönemde bilgisayar teknolojisinde kullanılmaya başlamaktadır.Kompozit alanında kullanımı malzemelerin iyileştirilmesine bağlı olarak artma göstermiştir. Tekstil alanında kullanılabilirliğini esneklikten, liflerde ipliklerden,elastikliğinden, iletkenlik özelliğinden göstermektedir (Yunvd 2013, Shanmugharajvd 2013, Javedvd 2014). Esnek ekranlı cep telefonları grafen esasludur ve günümüzde üretilmeye başlanmıştır(Anonim, 2014). Kullanım alanları, esnek yüzeyleri gördüğümüzde iletkenlik içinde oldukça geniş yüzeyde kullanıldığı görünmektedir.Daha çok bu alan etkiye tepki,elektronik cihazlarda elektromanyetik dalga,ısıtmada, belirli bir görevi yerine getirmede, elektrostatik boşalma, iletişim sağlama amaçlı ürünlerde kullanılır. Optik, mekanik özellikler iyi olduğunda diğer ürünleri de etkisi altına alır. rGO alternatif bir malzemedir. Örneğin; medikal tekstillerde,giyilebilir elektronik tekstiller için ve çoğu amaçlı kumaşların eldesinde alternatiftir (Dongvd 2012, Mavd 2013). rGO ve türevler, polimerde kullanılmasıyla elde edilen ipliklerin, kumaşların ya da liflerin mukavemetleri ve iletkenlik özellikleri artırmaktadır (Shinvd 2012). İletken nano tekstiller nano-optik elektronik alanında kullanıma sahiptir (Livd 2012). Bunla birlikte ihtiyaç rGO' ya artmaktadır. Ve üretimi az maliyetle büyük oranlarda önem taşımaktadır (Yuanvd 2014, Songvd 2014).

2.1.6 Grafen'in Kullanım Alanları



Şekil 2.6 Grafen'in kullanım alanları.

2.2 Kompozit

Kompozit malzeme, birbirinden farklı en az iki malzemenin makro boyutlarda bir araya gelmesiyle meydana sürülen malzemeler topluluğudur. Bu malzemelerin üretimindeki amaç, çoğu özelliği tek başına uygun olmayan birbiri içinde çözünemeyen ve uygulama alanına uygun özellikleri verebilecek durumda olan malzemeler topluluğudur. (Maliyet, hafiflik, dayanım vb). Kompozitler, rijitlik ve dayanımı yüksek malzemelerin başka bir malzeme aracılığıyla çevrilip elde edilen yeni malzeme olarak tanımlanır. İki bileşenden oluşur: takviye ve matris malzemeler. Takviye malzeme kompozit malzemede yük taşıma, mukavemet özelliğini oluşturmakta, matris malzeme de plastik deformasyona geçiş sırasında oluşacak çatlak ilerlemesini önler ya da kompozit malzemede kopmayı geciktirir diyebiliriz. Matris malzemede diğer bir amaç, takviye malzemesini yük altında bir arada tutmak veya yükü takviyeler arasına dağıtmaktır, homojen olarak (Ürkmez 2004).

2.3 Polimer

Yüksek makro moleküller varlığı ilk defa 20li yıllarda Hermann Staudinger aracılığıyla

ortaya çıkmış ve geçen 80 senede polimerler günlük yaşamımızda her safhaya etkisini bırakmıştır. Kullanım alanları giderek yaygınlaşıyor ve bir çok üstün özellikleri sayesinde kullanılabilir hale geliyor. Korozyona dayanıklı, kolay işlenebilir, hafif olması polimerin avantajlarından birkaçıdır. Yapı malzemeleri olarak oldukça geniş önemi vardır. Yapı endüstrisi, inşaat mühendisliğinde polimerin yaklaşık %30'u kullanılmaktadır her sene. Monomer denilen ve birçok birimleri oluşturan moleküllerin art arda dizilmesiyle oluşan uzun zincirli moleküllerdir. Bir tek polimer zinciri üzerinde binlerce, milyonlarca monomer bulunmaktadır. Polimer özelliklerinde belirleyicisi zincirlerin birbirleriyle etkileşimlerdir aynı zamanda zincirini oluşturan monomer özellikleridir. Organik polimerler ve inorganik polimerler olarak iki çeşidi de yaygındır.

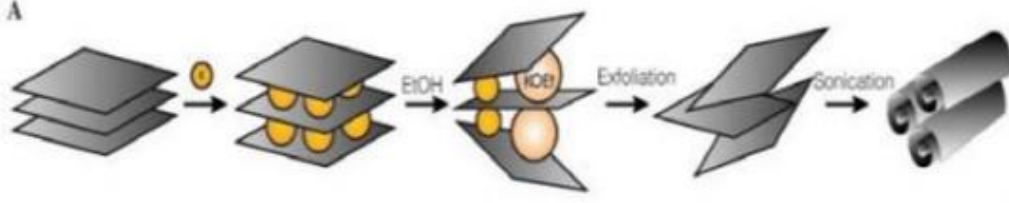
2.4 Grafenin Karakterizasyon Yöntemleri

2.4.1 Modifiye Hummers Yöntemi

İşlem basamakları açısından yazında bilinen yöntemlere nazaran düşük maliyetli ve basittir. Buna ek olarak Hummers yöntemine oranla çevre dostu ve tehlikesiz ve bir yöntem olmaktadır..

2.4.2 Eksfoliasyon

Grafit, grafen tabakalarında paketlenmiş şekilde vander Waals bağlarıyla birbirine bağlanmış olarak bir arada bulunan hali (Bianco vd 2013). Grafen eldesi; yüksek oranda saf olan grafitte olan zayıf bağlar kırılır ve grafitten grafen ortaya çıkar (Cho vd 2010). Kimyasal ya da mekanik enerji bağların kırılmasında kullanılır. Viculis ve arkadaşları 2003 yılında bu konu ilk çalışmayı gerçekleştirmiştir. Arkadaşları ve Viculis potasyum ve grafiti steometrik kurda hazırlanarak hareketsiz atmde 200⁰ de prosedüre göre işlenmiştir. potasyum atomları grafenin tabakaları ara yerinde bulunan KC8 malzemesi elde edilmiştir. Sentezlenmiş olan malzeme etanol içerisinde potasyum, etanol aralığında oluşan tepki sonunda grafen tabakaları beraber ayırmaya çalışıldığı gözlenmektedir. Proses çizimsel görünüm şekil 2'7de gösterilmiştir. Viculis, arkadaşı grafen tabakaları eldesinin ardından sonikasyon işlemi gerçekleştirerek nanoscrollar üretmişlerdir (Viculis vd 2003).

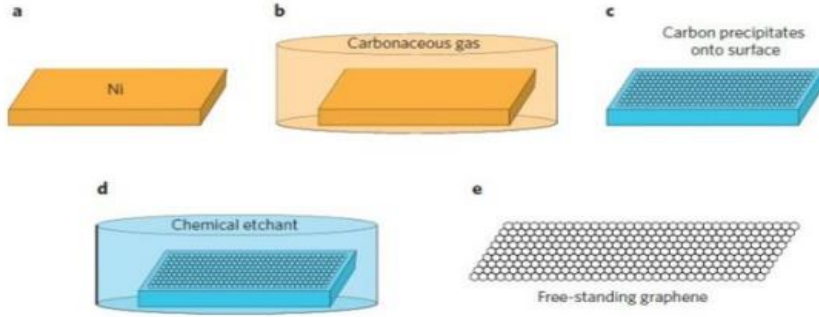


Şekil 2.7 Vicuiis, arkadaşının nanoscroll üretim prosesi.

Novoselev, arkadaşları 2004'de yüksek oryantasyon grafit ile yapışkanlı bant kullanılmıştır. Atom inceliğinde grafen üretmeyi şu şekilde başarmışlardır. Grafit bant arasında bloklara ayrılmış, ayrılmış olan blokların tekrar aynı işlemlerden geçirilmesiyle işlem tamamlanmıştır (Novoselov vd 2004). Kaliteli atomsal incelikte grafen katmanları elde edilmekte ve metod geniş yüzey alanı sahiptir. Ancak bu yöntem büyük oranda üretim gerçekleştirmeye imkan yaratmamaktadır (Obraztsov vd 2009, Zhuvd 2010). Buna ek üretilmiş olan katman büyüklüğü aynı zamanda narinliği kontrole alınamamıştır. Yapısal bozuklukları yetersizdir, öbür metotlara rağmen (Mattevi vd 2011).

2.4.3 Kimyasal Buhar Biriktirme Yöntemi

(CVD) grafen üretiminde kaliteli, tekrarlanabilir, verimli, ucuz bir metottur (Mattevi vd 2011). Üretim ve indirgenme yoluyla elde edilmekte olan grafen katmanları kusurlar içermektedir. Böylece metod aşağıdan-yukarıya imal yöntemidir. Hatasız olan grafen katmanlarını imal etmekte epey elverişlidir. Ancak üretiminde lazım olan ekipman ve cihazlar öbür yöntemlerden daha pahalıdır. CVD tekniğiyle yapılan ilk deneyde tabakalar Nikel üzerine biriktirilmiştir (Mattevi vd 2011). Şu anda yöntemde biriktirme işlemi Nikel (Kim vd 2009) Paladyum (Kwon vd 2009) iridyum (Coraux vd 2008) bakırla geçiş metalleri üzerinde gerçekleşmektedir. Metod temelde, şekil 2.8' de gösterilmiştir, geçiş metallerine buhar fazında olan karbon atomları biriktirilir ardından ayırıcı ajanla yüzeyden alınır (Obraztsov vd 2009).



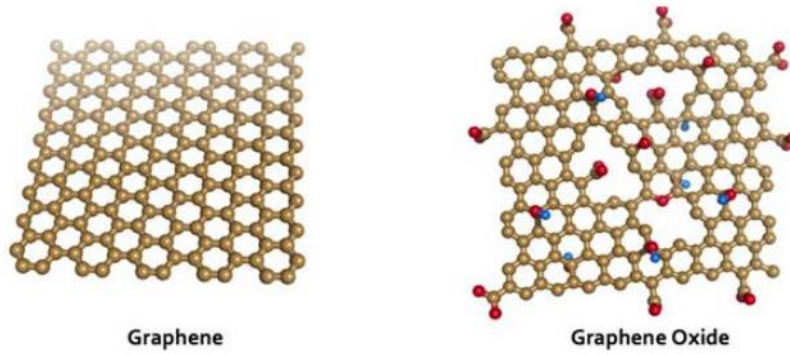
Şekil 2.8 CVD yöntemi ile grafen tabakalarının üretimi.

Karbon kaynağıyla az ağırlıkta, hidrokarbon(metan) kullanılabilir. Kullanılan yüzey epitaksiyel olarak grafende uyumlu olmalı. Böylece epitaksiyel büyüme sağlanır (De Arcovd 2009).

2.4.4 Grafen oksitin indirgenmesi

Grafit tabakaları oksitlenip birbirinden ayrılan grafen oksitin tek katmanlı hali (Biancovd 2013). GO C: O oranı 3ten az, özgünce 2ye daha benzer diye kümelendirilmiştir (Biancovd 2013). Kimyasal proseslerle üretilmiş grafen oksit çeşitli yöntemler kullanılıp indirgenmesi, grafenin yüksek oranda üretimiyle öne çıkan yöntemlerindendir (Eda vd 2008). Üretilmiş olan grafitin hidrofilik olması sebebiyle stabil çözeltiler hazırlanması, uygun grafit hammadde kullanılıp bol verimli üretim sağlamak. Bu yöntemin temel avantajıdır (Peivd 2012).

Grafene, GO dair görünüm Şekil 2.9’da verilmektedir.



Şekil 2.9 GO ve Grafen yapısal görüntüleri.

1859'da bilim adamı Brodie, grafitin toza konsantre Potasyum Klorat ve nitrikasit ekleyip gerçekleştirdiği deney sonunda toplamca ağırlığın yükseldiği sonucu elde edilmiştir. Artıştaki nedeni grafit kimyevi bünyede ortaya çıkan değişimler kaynaklıdır. Temin etmiş olduğu gereç ayırıcı özelliğini ortaya koyduğunda, en başta %96 karbon ihtiva eden grafitte, deney sona erdiğindeki bileşimde ortalama %38oksijen, %60karbon, %2hidrojen belirlenmiştir. Sonuçta grafit oksitlenir olduğunu gün yüzüne çıkarmıştır (Brodie 1859). Brodie grafin oksitlenmesini keşfettikten 40 yıl ardından Staudenmaier edilen tecrübeyle gelişmeye yol açmak için kullanmıştır. Böylece Brodie daha ayrımlı potasyum klorat ve nitrik asitle reaksiyon sırasında aşamalı ekleyerek deneyi tamamlamış bulunur (Staudenmaier 1898, Viculisvd 2003). Bununla birlikte Brodie dan ayrı H_2SO_4 ilave etmiş, kaynaşarak asitlik daha yükselmiştir. Sonuçta Staudenmaier Brodia ulaştığı sonuçlara benzerlik olmuştur. Ancak reaksiyon bir tepkirde gerçekleştirmiş ve uygulamalı yöntem geliştirilmiştir (Staudenmaier 1898, Viculisvd 2003, Dreyervd 2010). Staudenmaier deneyinden yaklaşık 60yıl sonrada Hummers ve Offeman grafitin oksitlenmesinden daha ayrı yol ortaya koydu. Bu yöntemle oksitlenme derişik sülfirik asit(H_2SO_4) ve Potayum permanganat ($KMnO_4$) ile sağlanıyordu. Brodie ve Staudenmaier deneyleriyle varılan seviyelerde grafit oksitlendiği belirlendi. Yıl 2013'de metotlarda kullanılmış olan konsantre sülfürikasit çıkarılıp,Sülfürik aşit ve fosfarık asit karışımı iyi olduğu Chen ve Arkadaşları tarafından ortaya atıldı. Geliştirilmiş hummers metodu böylece ortaya çıkmış oldu (Dreyervd 2010, Chenvd2013). Zamanla değişiklikler olsa da, bu metotlar grafen oksit hazırlamada temel oluşturmaktadır. Üç deneyde de ana kural oksidasyon seviyelerinin sadece kullanılan oksidantla olmaz, tepki şartlarıyla, kullanılmış olan kaynağına tabi çeşitleme gösterdiğini elde etmiştir (Dreyervd 2010).

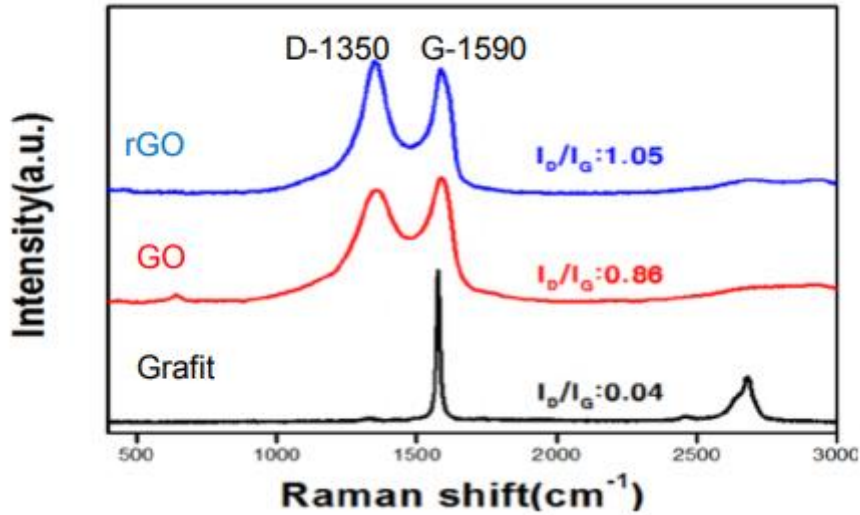
2.5 Raman Spektroskopisi

Raman spektroskopisi, verilen numunenin örgü yapısındaki titreşimlerini gösterir. Raman spektroskopisini kullanarak GO'nun oksidasyon derecesini fikir sahibi olmak mümkündür. Malzemenin titreşim sıklığı, atomların kendilerine ve bağlanma gücüne bağlıdır. Raman spektroskopisi iki zirve piki ortaya çıkarır. G piki ($1593cm^{-1}$), tüm sp^2 hibridize karbonat ağlarının karakteristiği ve zincirdeki sp^2 karbon çiftlerinin bağ gerilmesinden kaynaklanan birinci dereceden saçılmasıdır. D piki ise ($1357cm^{-1}$),

oksijen fonksiyonelliklerinin karbonun bazal düzlemine eklenmesiyle oluşan yapısal kusurun bir sonucudur (Shahriary and Athawale 2014).

D-tepe piki, derecenin derecesini ölçmek için kullanılır. Yapısal kusur hakkında bize bilgiyi, D ve G-bandının (I_D/I_G) yoğunluk oranı verebilir. Grafitin oksidasyonu sırasında, G bandı düşükten daha yüksek bir dalga boyuna kayar ve D grubu, kusur oluşumlarına işaret gösterir. 2D piki, D'nin tepe noktası olan 2680 cm^{-1} 'de bulunur. D tepe noktası, sadece Raman için kusurun varlığından dolayı aktiftir, ancak 2D pik ise sürekli etkindir, sadece şiddeti kusurlarla azalır. 2D piki yoğunluğunun G piki yoğunluğundan fazla olması elde edilen grafenin tek tabakalı olduğunu göstermektedir (Gupta et al 2017).

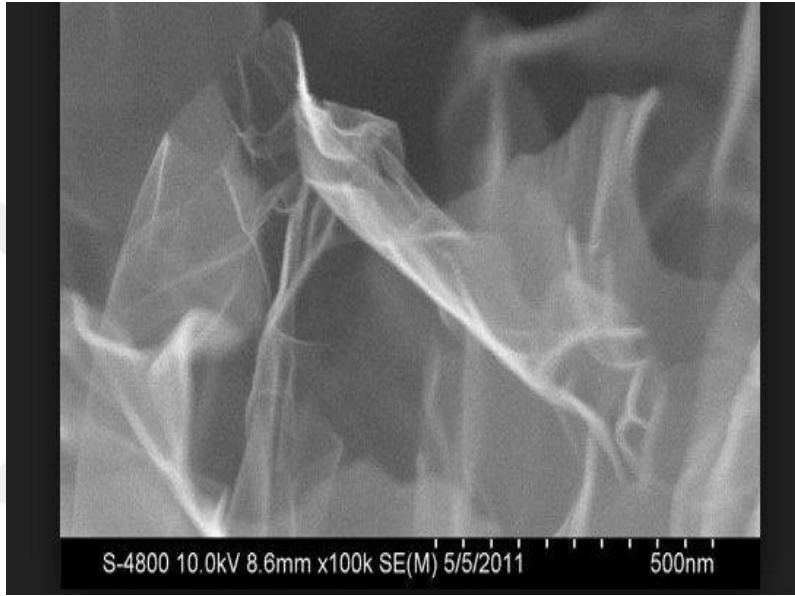
Grafen oksit için D grubu piki grafitte nazaran daha geniş ve belirgin hale gelir ve daha düşük dalga boyuna geçer. Bu grafen oksit yapısındaki oksijen grupların ve diğer yapısal kusurların oluşmasından kaynaklanabilir. D bandının yoğunluğu, düzlem içi sp^2 alanlarının büyüklüğü ile ilgilidir. D pik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



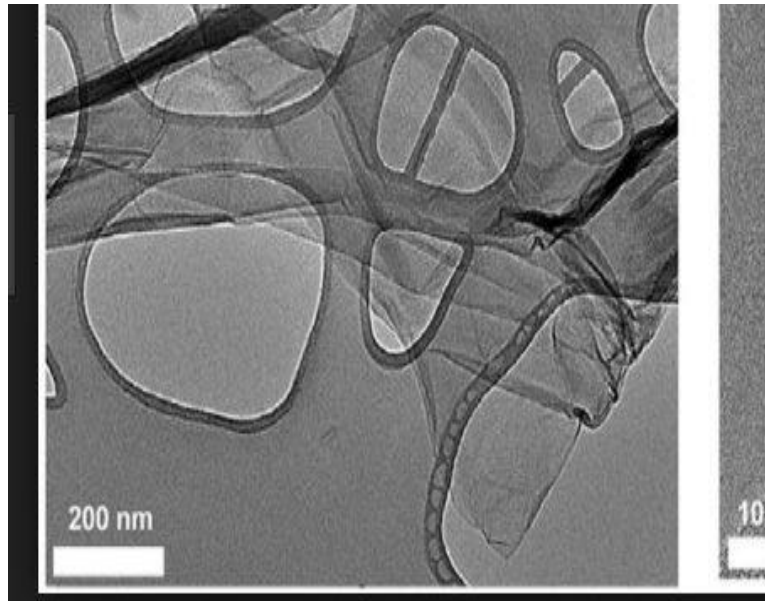
Şekil 2.10 Grafit, grafen oksit (GO) ve indirgenmiş grafen oksite (rGO) ait Raman desenleri (Kim et al 2013).

Şekil 2.10da incelediğinde grafitte ait D pik yoğunluğu çok düşük olup, G bandında ise

ince bir pik gözlenmiştir. Oksidasyon işlemi sonrası GO örneğinde ise yapıdaki kusuru belirten D pikinin yoğunluğu artmış olup, G bandında pik ise yayvanlaşmış ve geniş bir alana yayılmıştır. G bandındaki pikteki değişme grafen oksite ait sp² karbon çiftlerinin bağlarının oluştuğunu gösterir. GO'ya ait indirgeme işlemi sonrasında epoksi, karboksil ve hidroksil gibi fonksiyonel grupların uzaklaştırılması ile rGO'nun yapısındaki kusur artmış, D pikinin şiddeti ve genişliği artmıştır. D/G oranı şiddetinin artması indirgenmeye bağlı olarak yapıdaki kusurun bir göstergesidir (Topaç 2014).



Şekil 2.11 Grafenin SEM görüntüsü.



Şekil 2.12 Grafenin TEM görüntüsü.

3. MATERYAL ve METOT

3.1 Deneyde Kullanılan Malzemeler

Deneyisel çalışmada anatlilik saflıkta kimyasallar kullanılmıştır ve kimyasallara herhangi bir ön işlem uygulanmamıştır. NaNO_2 , H_2SO_4 , KMnO_4 , H_2O_2 , HCl , NaOH ve Nanokar firmasından temin edilen Grafit kullanılmıştır.

3.2 Deneyisel Çalışmalarda Kullanılan Cihazlar

3.2.1 Etüv

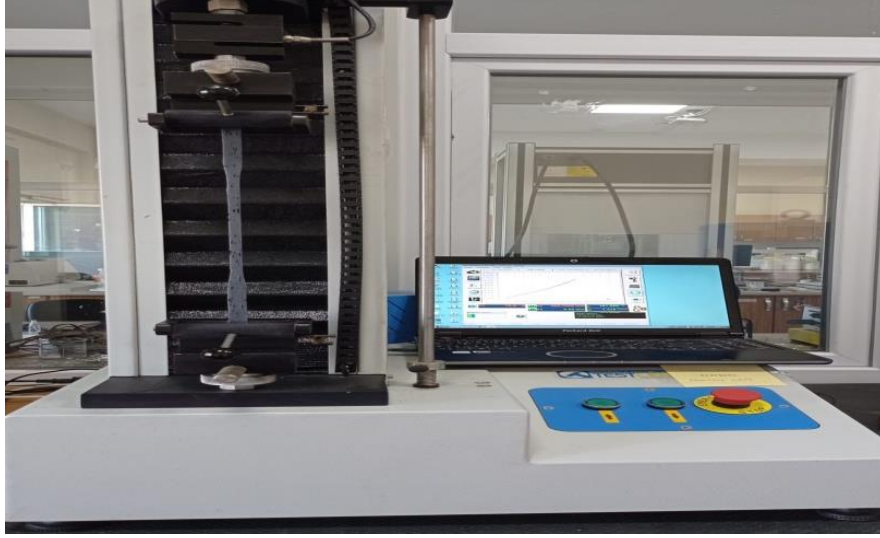
Kurutma aşaması için Afyon Kocatepe Üniversitesi Mühendislik Fakültesi Polimer-Kompozit Malzemeler Laboratuvarında bulunan etüv cihazı kullanılmıştır.



Resim 3.1 Etüv.

3.2.2 Çekme Test Cihazı

Malzemelerin mekanik özelliklerini belirlemek amacıyla Afyon Kocatepe Üniversitesi Mühendislik Fakültesi Mekanik Testler ve Isıl İşlemler Laboratuvarında bulunan çekme test cihazı kullanılmıştır.



Resim 3.2 Çekme Test Cihazı.

3.2.3 Hassas Terazi

Numune ağırlık tartımları ve toz ağırlıkları için Afyon Kocatepe Üniversitesi Mühendislik Fakültesi Polimer-Kompozit Malzemeler laboratuvarında bulunan Kern marka 0,001g hassasiyetli ve maksimum 620g tartım kapasiteli hassas terazi kullanılmıştır.



Resim 3.3 Hassas terazi.

3.2.4 SEM

SEM-EDX incelemeleri yapabilmek için numunelerin mikroyapı analizleri Afyon Kocatepe Üniversitesi Teknoloji Uygulama ve Araştırma Merkezinde bulunan LEO 1430 VP markalı SEM cihazında yapılmıştır.



Resim 3.4 SEM cihazı.

3.2.5 XRD

X-ışını difraksiyonu, malzemelerin kristallografik özelliklerinin ve içerdikleri fazların belirlenmesini sağlayan hasarsız analiz yöntemidir. Toz numunelere uygulanan X-ışını difraksiyonu sonucu kristal yapısının yanı sıra, tane boyutu ve tercihli yönlenme gibi özellikler belirlenebilir. Afyon Kocatepe Üniversitesi Teknoloji Uygulama ve Araştırma Merkezinde bulunan Bruker Marka D8 Advance Model Xrd cihazında yapılmıştır.

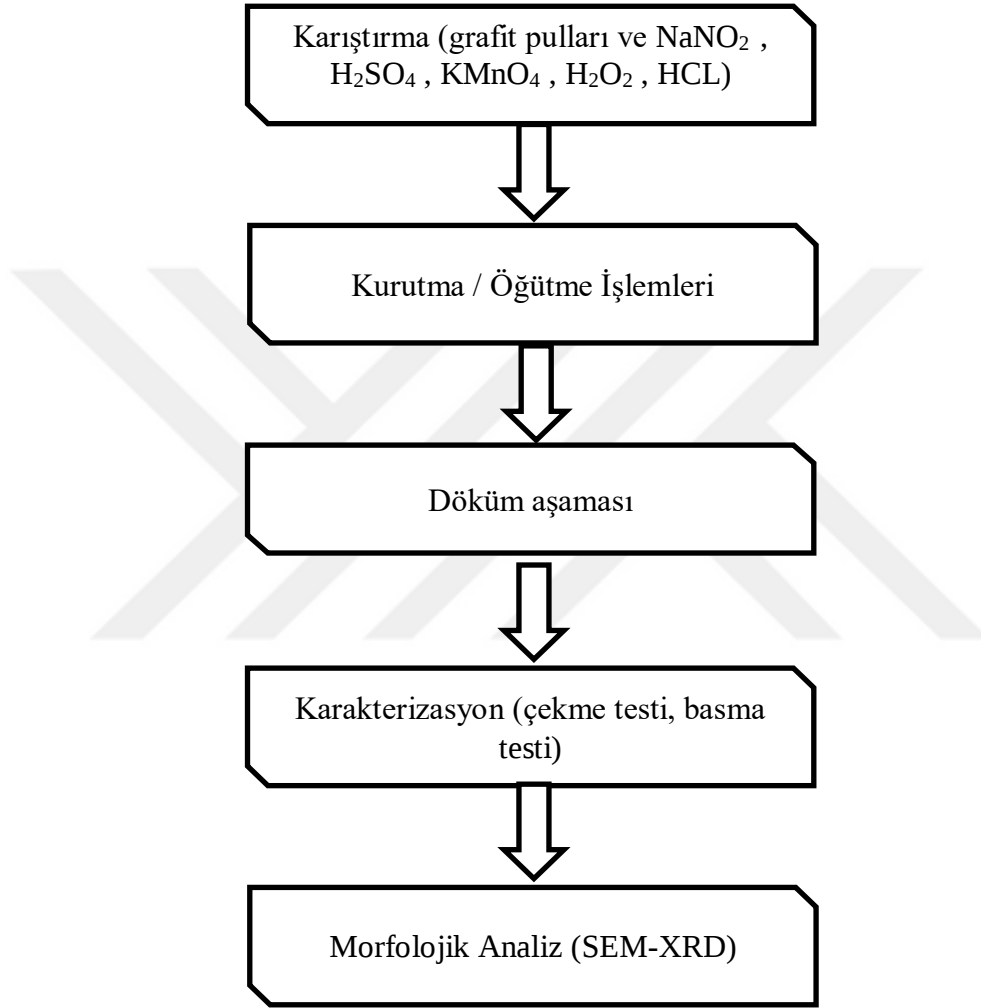


Resim 3.5 XRD cihazı.

3.3 Deneysel Çalışmalar

Toz halindeki grafen, grafen oksit belirli oranlarda kalıp silikonu ve polyester reçine ile karıştırılıp, üretilmiş olduğumuz seramik kompozitler çeşitli özellikleri araştırıldı.

Silikon ve polyestere grafen ilavesi % 0,5, 1 oranlarında yapıldı..



Şekil 3.1 Deneysel çalışmalar akım şeması.

3.3.1 Karışım Düzenleme Aşaması

1. Karışım düzenleme aşamasında 14 gram grafit pulları ve 14 gram NaNO_2 ve 630 ml H_2SO_4 (%98) sürekli karıştırılan ve sıcaklığı $0-5^\circ\text{C}$ arasında olan 5 litrelik reaktörde 4 saat karıştırılır.
2. Karışıma 84 gram KMnO_4 çok yavaş şekilde eklenir. Ekleme hızı, reaksiyon sıcaklığını 15°C 'nin altında tutmak için dikkatlice kontrol edilir.



Resim 3.6 Reaktör.

3. Karışıma çok yavaş 1,288 litre deiyonize su ilave edilerek seyreltilir ve 2 saat karıştırılır. Reaktör sıcaklığı 35⁰C'ye arttırılır, 2 saat karıştırılır.
4. Karışım geri akış sisteminde 98⁰C'de 10-15 dakika tutulur ve karıştırılmaya devam edilir. 10-15 dakika sonra karışımın rengi kahverengiye döner. Süre sonunda sıcaklık 30⁰C'ye ayarlanır.



Resim 3.7 Karışım (kahverengi).

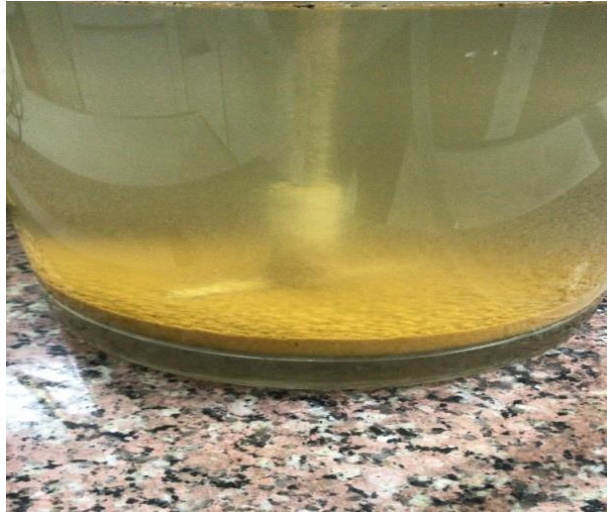
5. 30⁰C'de 10 dakika tutulduktan sonra karışım sıcaklığı 25⁰C'ye ayarlanır ve bu sıcaklıkta karışım 2 saat karıştırılır.
6. Daha sonra karışıma 280ml H₂O₂ yavaş yavaş ilave edilir. Ekleme sonunda renk parlak sarıya döner.



Resim 3.8 Karışım (sarı).

7. Karışıma son olarak 2,8 litre su eklenir ve 1 saat karıştırılır.

8. Elde edilen karışımda grafen oksit parçacıklarını dibe çöktürmek için 3-4 saat işlem yapılmaz. Burada grafen oksit parçacıkları dibe çöker ve üstte kalan su dökülür.



Resim 3.9 Grafen oksit parçalarını çöktürme işlemi.

9. Elde edilen karışım vakum altında %10 HCL ile tekrar yıkanır ve süzülür. Ardından karışım iyonşuzlaşan sıvıyla yıkama, süzme işlemi yapılır. Bu işlemde sonra karışım karamel rengine döner.



Resim 3.10 Saf suyla yıkama işlemi.

10. pH'ı nötr yapabilmek için karışım bir miktar deiyonize su ile seyreltildikten sonra NaOH ile pH ayarlanır. Elde edilen nötr karışım santrifüj edilir.

11. Santrifüj işleminden sonra jel benzeri madde oluşur ve bu madde 105⁰C'de kurutulur. Kurutulan madde değirmende öğütülerek toz haline getirilir..

3.3.2 Kurutma Aşaması

Santrifüj işleminden sonra jel benzeri madde oluşur ve bu madde 105⁰C'de kurutulur. Kurutulan madde değirmende öğütülerek toz haline getirilir..



Resim 3.11 Kurutma aşaması.

3.3.3 Kalıplama Aşaması

Toz haline getirilen numuneler belirli oranlarda RTV2 kalıp silikonu ve Verpol ultra şeffaf polyester reçine ile karıştırılıp polimer kabına dökülür, kuruması için bırakılır.



Resim 3.12 Kalıplanan numune görüntüsü (GO,rGO,Silikon).

Çizelge 3.1 Karışım oranları (GO, rGO, Silikon).

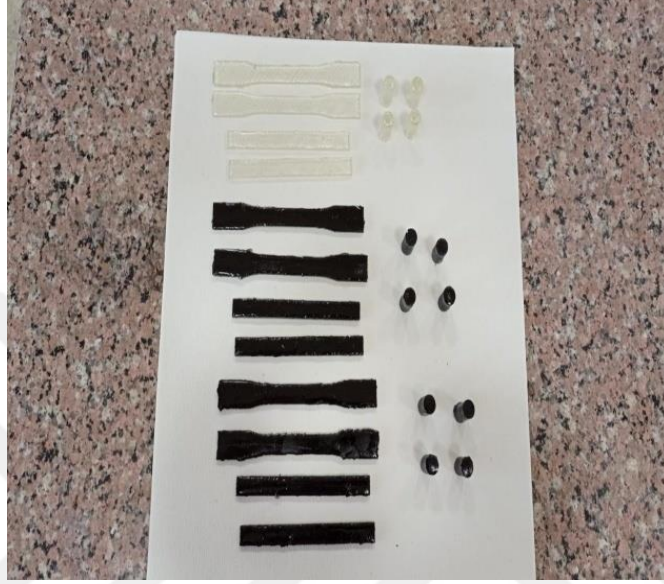
Kod	Açılım
1.numune	% 100 silikon
2.numune	% 0,5 GO/ silikon
3.numune	% 1 GO/ silikon
4.numune	%0,5 rGO - silikon
5.numune	%1 rGO - silikon



Resim 3.13 Kalıplanan numune görüntüsü (GO, Polyester).

Çizelge 3.2 Karışım oranları (GO,Polyester)

Kod	Açılım
1.numune	% 100 polyester
2.numune	% 0,5 GO/ polyester
3.numune	% 1 GO/ polyester



Resim 3.14 Kalıplanan numune görüntüsü (rGO,Polyester).

Çizelge 3.3 Karışım oranları (rGO,polyester)

Kod	Açılım
1.numune	% 100 polyester
2.numune	% 0,5 rGO/ polyester
3.numune	% 1 rGO/ polyester

4. BULGULAR

4.1 Çekme Testi

Çekme testi sonuçları Çizelge 4.1 'de verilmiştir.

Çizelge 4.1 Çekme test sonuçları

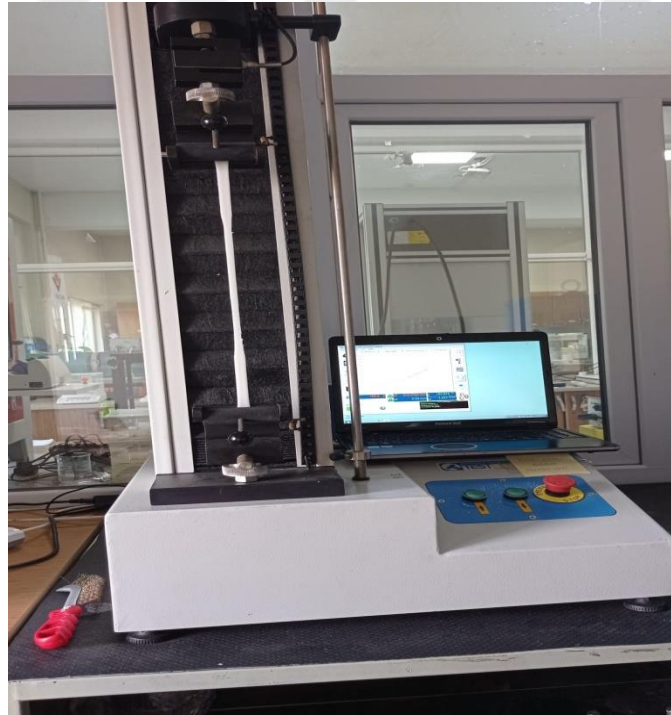
Numuneler	Gerilme(σ)MPa	Gerinim(ϵ)	Elastik Modülü(E)MPa
P ₀	62,79	0,94	66,72
P ₁	66,11	0,97	68,24
P ₂	67,37	0,95	70,99
P ₃	71,28	0,95	74,66
P ₄	72,83	0,95	76,57
S ₀	2,22	0,43	5,21
S ₁	3,05	0,46	6,70
S ₂	4,28	0,59	7,27
S ₃	5,08	0,56	9,06
S ₄	6,29	0,60	10,48

Çizelge 4.2 Kod açıklamaları

Kod	Açılım
P ₀	% 100 polyester
P ₁	% 0,5 GO/polyester
P ₂	% 1 GO/polyester
P ₃	% 0,5 rGO/polyester
P ₄	% 1 rGO/polyester
S ₀	% 100 silikon
S ₁	% 0,5 GO/silikon
S ₂	% 1 GO/silikon
S ₃	% 0,5 rGO/silikon
S ₄	% 1 rGO/silikon



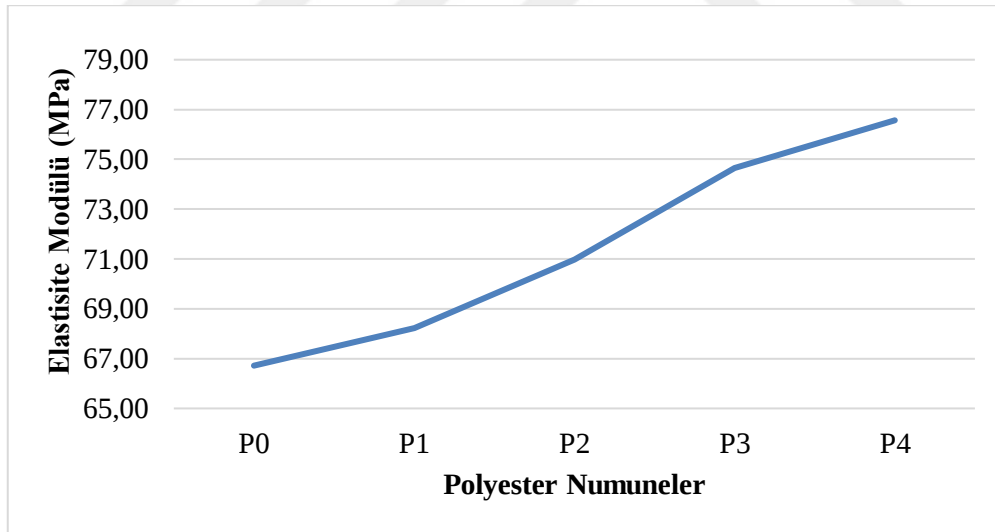
Resim 4.1 Çekme testi örneği (saf silikon).



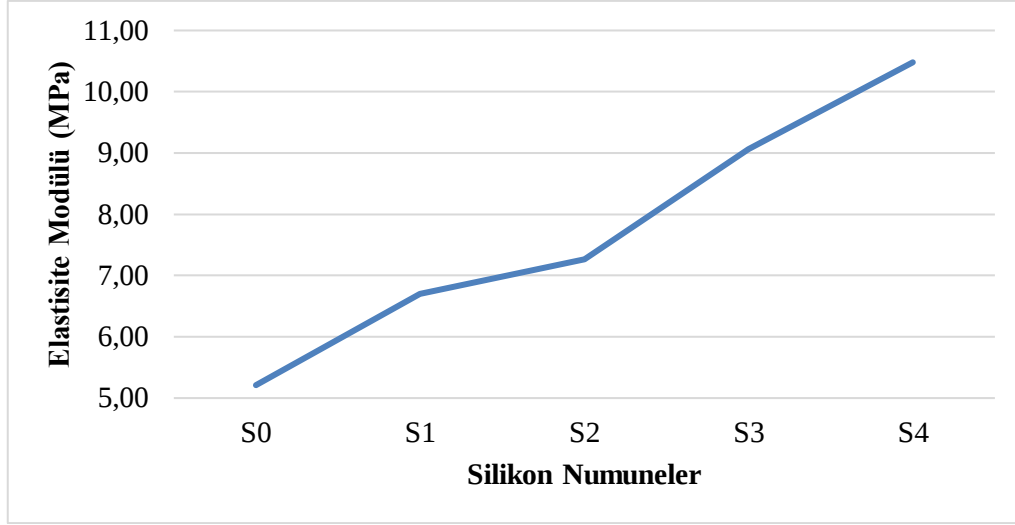
Resim 4.2 Çekme testi örneği (saf silikon uzama oranı).



Resim 4.3 Çekme testi örneği (saf silikon kopmuş hali).

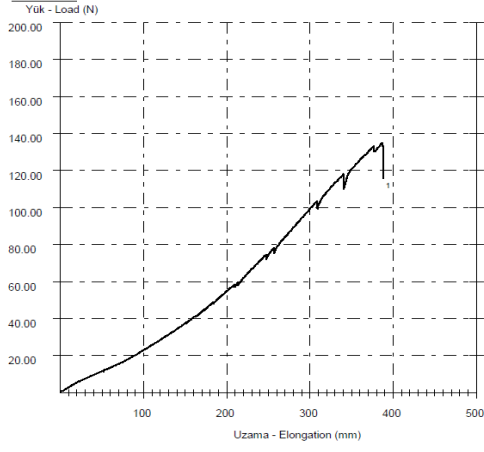


Şekil 4.1 Polyester kompozit elastisite modül grafiği.

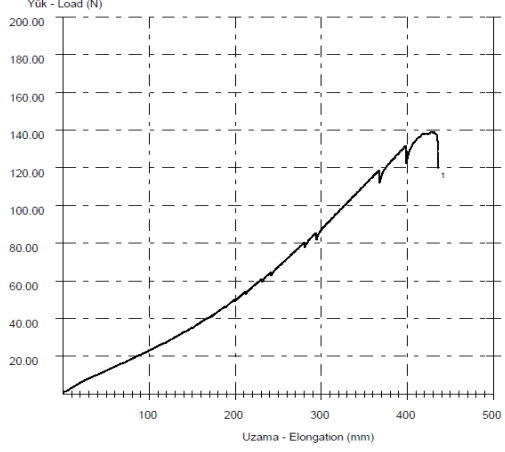


Şekil 4.2 Silikon kompozit elastisite modül grafiği.

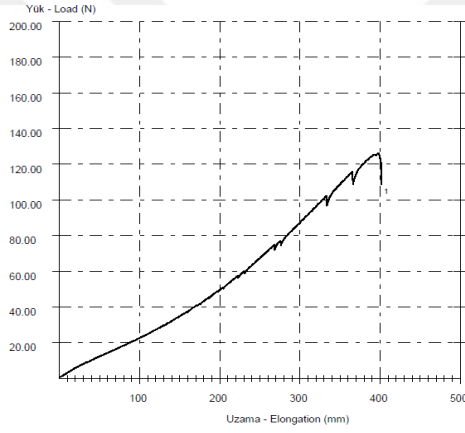
Yapıya ilave edilen grafen ve grafen oksit arttıkça silikonda elastisite modül değerinde artışlar olmuştur. Yapıya ilave edilen grafen ve grafen oksit arttıkça polyesterde ise elastisite modül değerinde azalmalar olmuştur. Elastiklik modülü sonuçlarına göre polyesterde en yüksek değer %1rGO/polyester numunesinde görülmüştür. Elastiklik modülü sonuçlarına göre silikonda en yüksek değer %1 rGO/silikon numunesinde görülmüştür. Literatürde epoksi içerisine farklı oranlarda katılan grafen oksitin elastisite modülü yükselttiği görülmüştür (Abdullah 2014, Bora 2013).



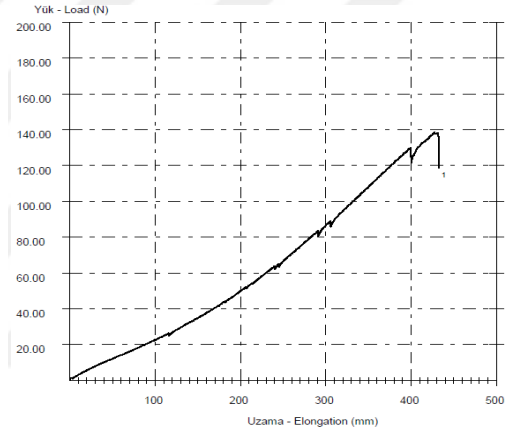
%100 silikon



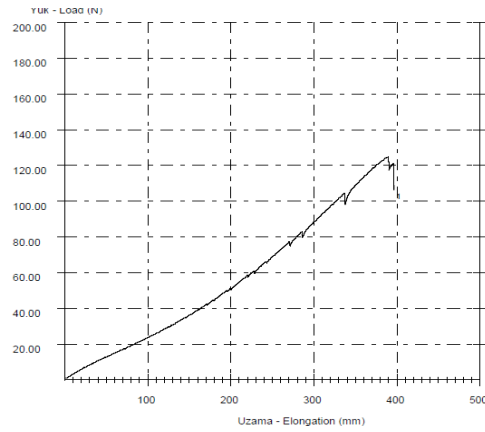
%0,5 GO- silikon



%0,5 rGO- silikon

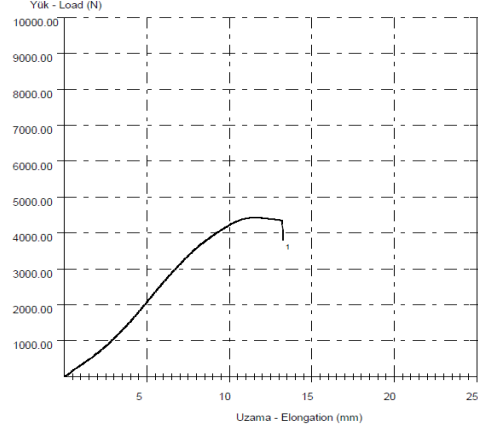
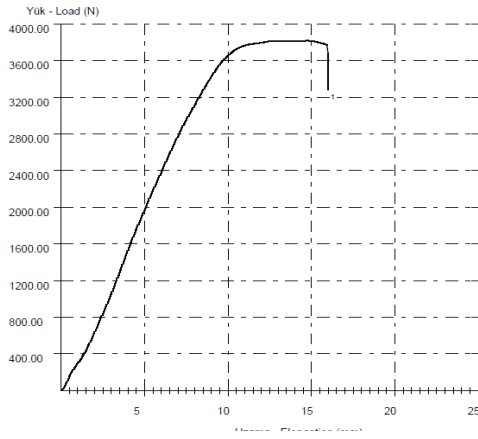


%1 GO- silikon

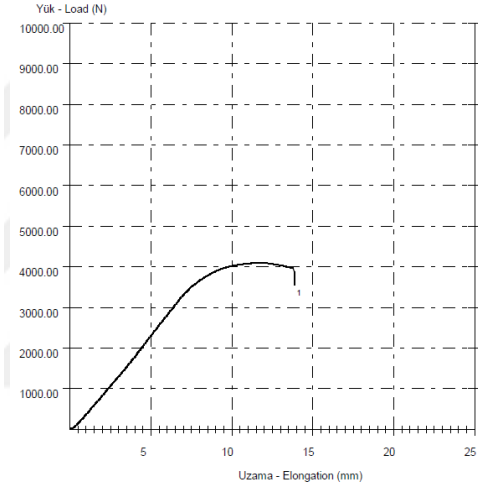
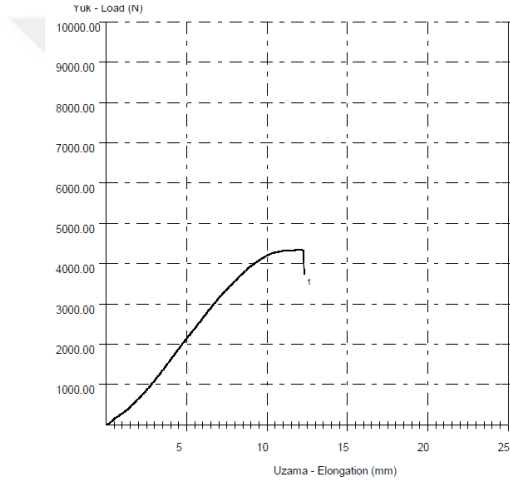


%1 rGO- silikon

Şekil 4.3 Silikon içeren kompozitlerin çekme testi grafikleri

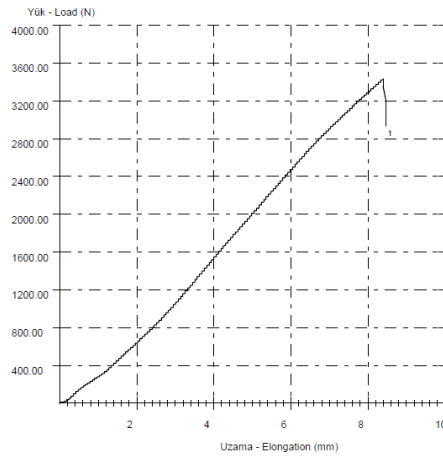


%100 polyester%0,5 GO- polyester



%0,5 rGO- polyester

%1 GO- polyester



%1 rGO- polyester

Şekil 4.4 Polyester içeren kompozitlerin çekme testi grafikleri.

4.2 Basma Testi



Basma test öncesi

Basma test sonrası

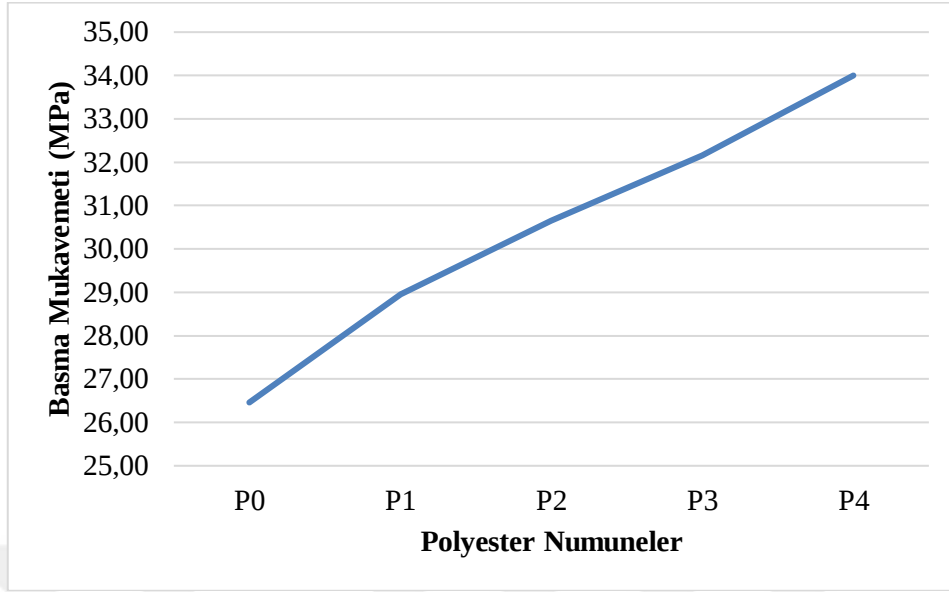
Resim 4.4 Basma testi numunelerinin görüntüsü.

Çizelge 4.3 Basma mukavemeti değerleri.

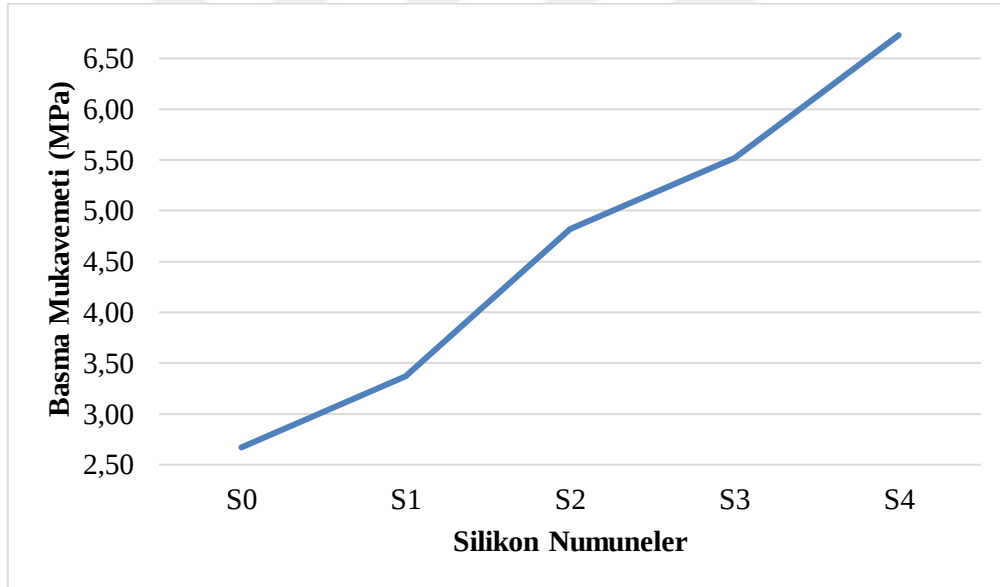
Numuneler	Basma Mukavemeti (MPa)
P ₀	26,46
P ₁	28,95
P ₂	30,65
P ₃	32,16
P ₄	34,00
S ₀	2,67
S ₁	3,37
S ₂	4,82
S ₃	5,52
S ₄	6,73

Çizelge 4.4 Sertlik değerleri.

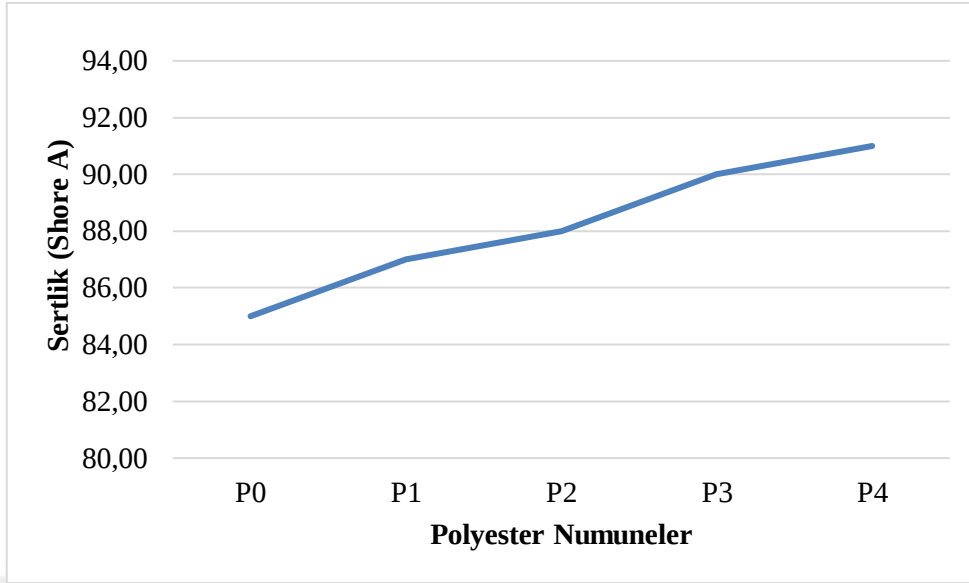
Numuneler	Sertlik Değerleri (Shore A)
P ₀	85,00
P ₁	87,00
P ₂	88,00
P ₃	90,00
P ₄	91,00
S ₀	25,00
S ₁	26,00
S ₂	27,00
S ₃	28,00
S ₄	29,00



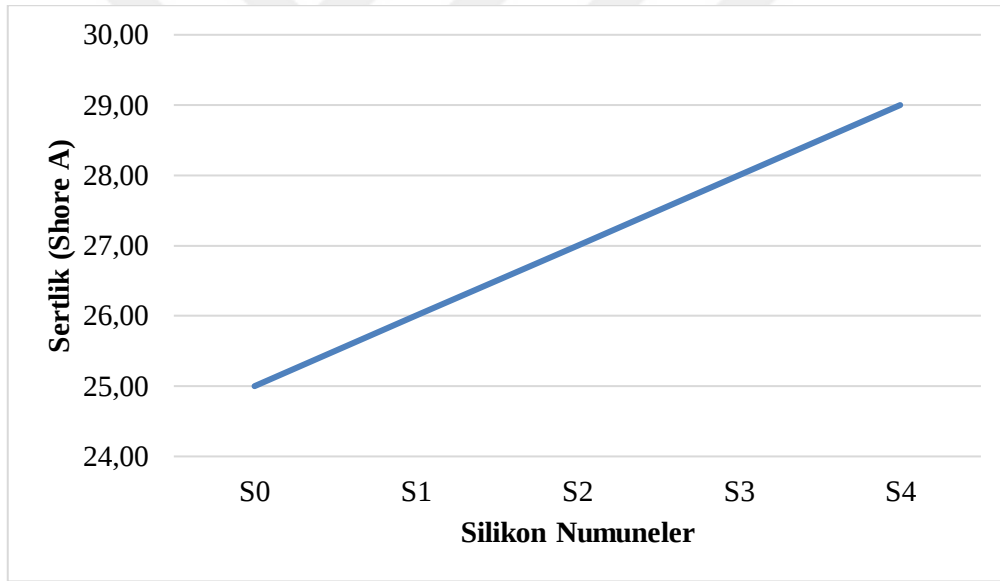
Şekil 4.5 Polyester kompozit basma mukavemeti grafiği.



Şekil 4.6 Silikon kompozit basma mukavemeti grafiği.



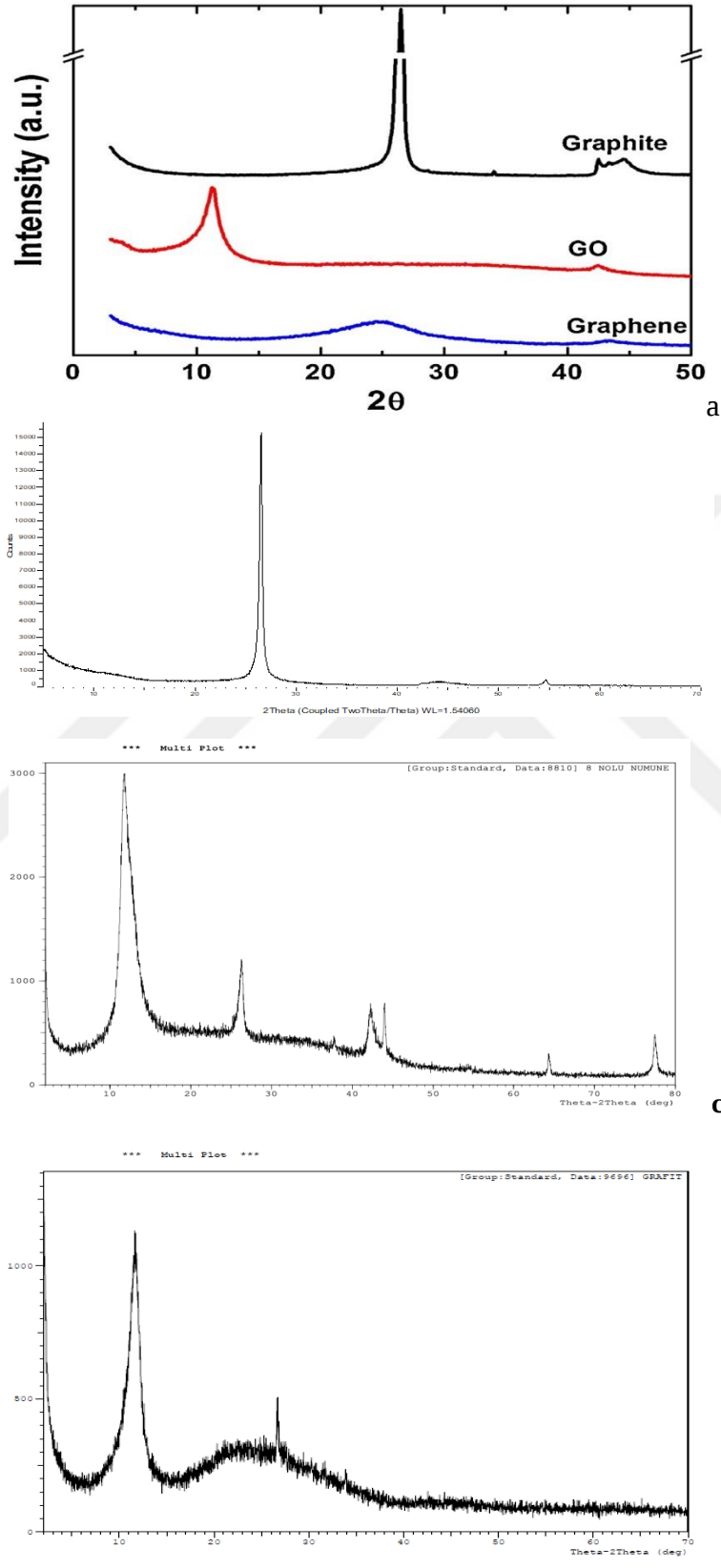
Şekil 4.7 Polyester kompozit sertlik grafiği.



Şekil 4.8 Silikon kompozit sertlik grafiği.

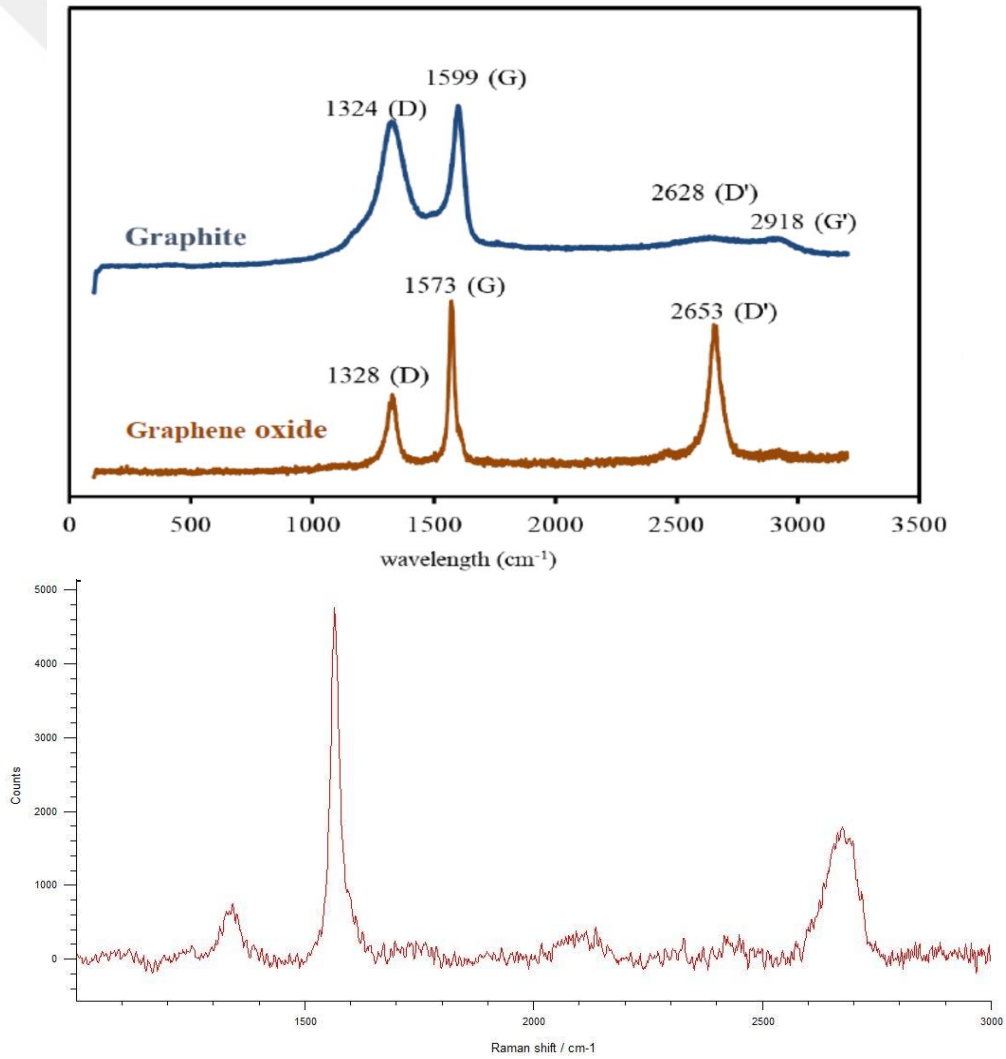
Şekil 4.7 ve 4.8 de Polyester ve Silikon matris Grafen oksit ve indirgenmiş grafen oksit dolgulu kompozitlerin shore A sertlik değerleri verilmiştir. Literatürde de yapılan yakın çalışmalarda hibrit nano kompozitler için 72'den 77'ye artan sertlik değerleri görülmüştür. Nano kompozitler için sertlikteki bu genişleme, çapraz bağlama yoğunluğunun sertlikte iyileşmeyi desteklemesinden kaynaklanmaktadır (Shivakumar 2020, Hussein 2018).

4.3 XRD Analizleri



Şekil 4.9 Numunelerin XRD analiz sonucu (a: Literatürden b: Grafit. c:Grafen d: Grafenoksit).

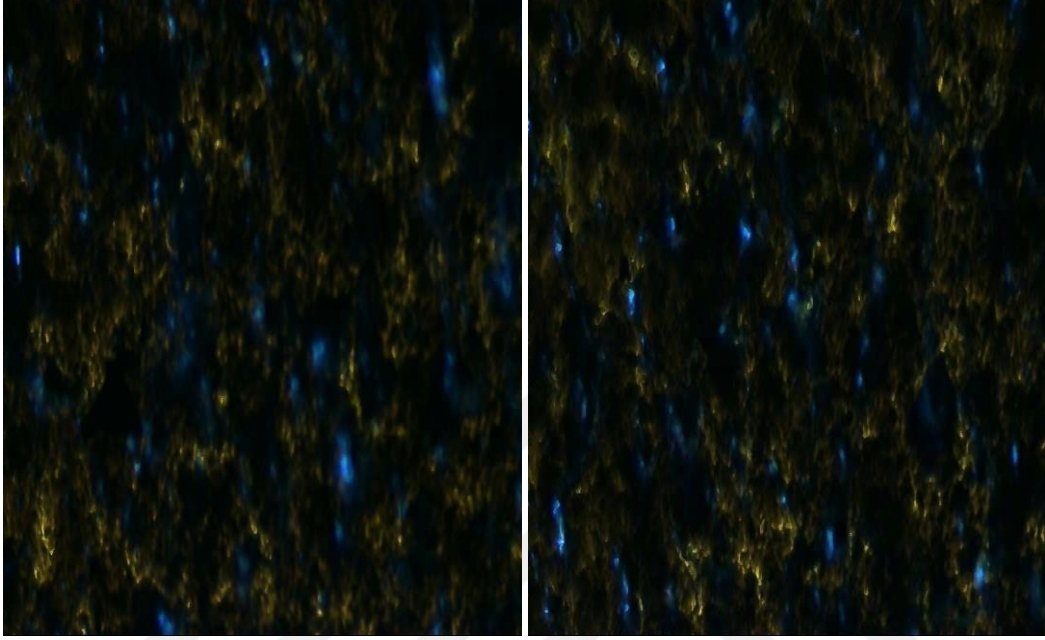
Şekil 4.9 'da görüldüğü gibi literatürdeki çalışmalarla tarafımızdan üretilen nano tozların XRD paternlerine tam uyum sağlamaktadır. Saf grafit XRD paterninde, sırasıyla 3.5 Å ve 1.9 Å aralıklı (002) ve (004) düzlemlerine özgü $2\theta = 26.5^\circ$ 'de güçlü bir XRD zirvesi ve $2\theta = 54.5^\circ$ 'de hafif bir tepe gözlemlendi. Grafen oksit, düzlemi arasındaki boşluk 7.5 Å olan $2\theta = 11.6^\circ$ 'de geniş bir kırınım zirvesi gösterir. GO tabakaları için karbon pik noktasının (001) özellikleri, 0.8 nm'lik kesin d-aralığına karşılık gelen açıda görüldü. Yaklaşık 0,4 nm katmanlar arası mesafeye karşılık gelen $22\theta = 25,4^\circ$ 'te yeni pik noktası (002) gözlemlendi (Siburian 2018, Yul ain 2019, Yasin 2017).



Şekil 4.10 Elde edilen Grafen oxide raman analizi.

Raman spektrumunda beklendiği gibi D piki 1340 cm⁻¹ ve G piki de 1580 cm⁻¹ de

görülmektedir. D pikinin şiddeti düzensiz yapıların derecesini, G pikinin şiddeti düzenli yapıların şiddet değerini vermektedir. Sp2 bağ yapısına sahip karbon malzemelerde 2680 cm⁻¹ de 2D bandı gözlemlenir (Mohdranoor 2018, Scardaci 2021).



Şekil 4.11 Dijital kamera görüntüsü.

Şekil 4.11 ‘de verilen dijital kamera görüntüsünde polimer matris içerisinde yayılmış grafen oksit parçacıkları farklı renkte görünmektedir.

5. TARTIŞMA ve SONUÇ

Birçok uygulama alanına giren girmekte olan Grafen'in kullanım alanı genişlemekte olan nanomateryaldir.

Gerçekleştirilen tez çalışmasında grafen oksit nano tanecikleri silikon ve poliestere katkılanarak silikon kompozit ve polyester kompozit üretimi amaçlanmıştır. Bu doğrultuda üretilen grafen oksit nano tanecikleri% 0,5 ve 1 oranlarında silikon ve polyester katkılama yapılmıştır. Silikon/polyester kompozit üretiminin yapılmasını takiben çekme,basma testlerinin yanı sıra SEM, XRD ve Raman analizi gibi metalografik analizler uygulanmıştır.

Çekme testi sonuçlarını kontrol ettiğimizde yapıya ilave edilen grafen oksit nano tanecikleri katkısı arttıkça elastisite modül değerinde artma meydana gelmiştir.

Basma testi sonuçlarına bakıldığında en yüksek değerler %1rGO katkılı numunelerde görülmüştür. Polyesterde 34 MPa , silikonda 6,73 MPa olarak bulunmuştur.

Grafitteki 20:27°'de karakteristik keskin pikin, kimyasal oksidasyon sonrası kaybolması ve 20:12°'de GO için yeni bir pikin oluşması sentezlerin başarılı bir şekilde gerçekleştiğinin göstergesidir. Grafen oksite ait indirgeme işleminin yapılmasının ardından oksijen gruplarının azalması sebebiyle grafen oksite ait pik kaybolur, 20 = 27° 'de yeni geniş bir pik görünür.

Raman spektrumunda beklendiği gibi D piki 1340 cm⁻¹ ve G piki de 1580 cm⁻¹ de görülmektedir. D pikinin şiddeti düzensiz yapıların derecesini, G pikinin şiddeti düzenli yapıların şiddet değerini vermektedir. Tepe noktasına ait pikteki meydana gelen genişleme, grafenin yapısında düzensizliğe işaret etmektedir. Düzensizlik arttıkça düzlemler arası mesafesi artmakta ve pik genişlemektedir. Genişleyen pikin şiddeti düşmekte ve kristal boyutunda da azalma gerçekleşir.

6. KAYNAKLAR

- Abdullah M N M 2014, Mechanical Properties of graphene oxide GO/epoxy composites, H B R C Journal, 287.
- Arbuzov A A, Tarasov B P, Muradyan V E, 2012, Synthesis of few layer graphene sheets via chemical and thermal reduction of graphite oxide, Proceedings of the International Conference Nano materials, Applications and Properties, Sumy State University Publishing, Sumy, Ukraine.
- Balandin, Alexander A, Suchismita G, Wenzhong B, Irene, Desalegne T, Feng M and Chun N L, 2008, Superior Thermal Conductivity Of Single-Layer Graphene, Nano Letters 80, 902–7.
- Bianco A, Cheng H M, Enoki T, Gogotsi Y, Hurt R H, Koratkar N, Zhang J, 2013, All in the graphene family, A recommended arası nomenclature for two, dimensional carbon materials, Carbon, 65, 1-6.
- Bobet J L, Grigorova E, Khrussanova M, Khristov M, Stefanov P, Peshev P, Radev D, 2003, Hydrogen Sorption Properties of graphite-modified magnesium.
- Bora C, Gogoi P, Baglari S, Dolu S K 2013, Preparation of polyester resin/graphene oxide nano composites with improved mechanical strength. Journal of Applied Polymer Science, 129, 3432–3438.
- Botas C, Lvarez P A, Blanco P, Granda M, Blanco C, Santamarı R A, Romasanta L J, Verdejo R, Lo Pez, Manchado M A, Menendez R, 2013.
- Brodie B C, 1859, On the Atomic Weight of Graphite. Philosophical Transactions of the Royal Society of London, 149, 249-259.
- Chen J, Yao B W, Li C, Shi G Q, 2013, An improved Hummers method for eco-friendly synthesis of graphene oxide.
- Choi H J, Jung S M, Seo J M, Chang D W, Daic L, Baek L Bi 2012, Graphene for energy Conversion and storage infuel cells and super capacitors, Nano Energy.

- Choi W, Lahiri I, Seelaboyina R, Kang Y S, 2010, Synthesis of Graphene and Its Applications: A Review Critical Reviews in Solid State and Materials Sciences.
- Cobos M, Gonzalez B, Fernandez J and Fernandez M D, 2018, Study on the effect of graphene and glycerol plasticizer on the properties of chitosan-graphene nano composites via in situ green chemical reduction of graphene oxide. *International Journal of Biological Macro molecules* 114,599-613.
- Compton O C, Nguyen S T, 2010. Graphene oxide highly reduced graphene oxide, and graphene versatile building blocks for carbon-based materials.
- Coraux, J N, Diaye A T, Busse C, Michely T, 2008, Structural Coherence of graphene on Ir, *Nano Letters*.
- De Arco L G, Zhang Y, Kumar A, Zhou C W, 2009, Synthesis, Transfer, and Devices of Single and Few-Layer Graphene by Chemical Vapor Deposition, *Ieee Transactions on Nano technology*, 8, 135-138.
- Dong Z, Jiang C, Cheng H, Zhao Y, Shi G, Jiang L, Qu L, 2012, Facile fabrication of light, flexible and multifunctional graphene fibers, *Advanced Materials*, 24, 1856-1861.
- Dreyer D R, Park S, Bielawski, C W, Ruoff R S, 2010, The chemistry of graphene oxide, *Chemical Society Reviews*, 39, 228-240.
- Eda G, Fanchini G, Chhowalla M, 2008. Large-area ultrathin films of reduced graphene oxide as a transparent and flexible electronic material, *Nature Nanotechnology*, 5, 270-274.
- Ersoy M S, Dönmez U, Yıldız K, Salan T, Yazıcı M, Tiyek İ, Alma M H, Graphene Applied Textile Materials For Wearable e-textiles, 5th International İstanbul Textile Congress 2015, Innovative Technologies, Inspire To Innovate, İstanbul Technical University, İstanbul, Turkey.
- Graphene Materials With Different Structures Prepared from the same graphite by the hummers and brodie methods, *Carbon*, 65: 156 –164.

- Gupta V, Sharma N, Singh U, Arif M, Singh A, 2017, Higher Oxidation Level in graphene oxide, *Optik* 143,115-124.
- Hanifah M F R, Jaafar J, Aziz M, Ismail A F, Rahman MA, Othman, M H D, 2015, Synthesis of graphene oxide nano sheets via modified hummers method and its physico chemical properties *Jurnal Teknologi*, 74, 189-192.
- Hummers W S, Offeman, R E, 1958, Preparation of graphite oxide., *Journal of The American Chemical Society*, 80, 1339-1339.
- Hussein S I, 2018, On Mechanical and Thermal Properties of Epoxy/ Graphene Nano composites. *Nano Hybrids and Composites*, 22, 23–33.
- Javed K, Galiba C M A, Yanga F, Chen C M, Wanga C, 2014, A new approach fabricate graphene electro conductive networks on natural fibers by curing method. *Synthetic Metals*, 193, 41-47.
- Jiayan, Xu, Yuan, Hu, Lei, Song, Qingan, Wang, Weicheng, Fan, Zuyao, Chen, 2002, Preparation And Characterization of poly vinylalcohol graphite, 40, 445-467.
- Ji X, Cui L, Xu Y, Liu J, 2015, Non-covalent interactions for synthesis is of new graphene based composites, *Composites Science And Technology*, 106:25-31.
- Karaduman I, 2013, grafen Yapıların Karbon Oksit Ortamında Elektriksel Karakterizasyonu. Gazi Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Yüksek Lisans Tezi, Fizik, Ankara.
- Ke H, Pang Z, Xu Y, Chen X, Fu J, Cai Y, Huang F, Wei Q, 2014, Graphene oxide improved thermal and mechanical properties of electrospun methyl stearate /polyacrylo nitrile from stable phase change composite nanofibers, *Journal of Thermal Analysis and Calorimetry*.
- Kim H, Abdala A A, Macosko C W, 2010, Graphene/ Polymer nano composites, *Macro molecules*, 43 16: 6515–6530.
- Kim K S, Hong B H, 2009, Large-scale pattern growth of graphene film for stretchable transparent electrodes nature.

- Kim S G, Park O K, Hee, Lee J, Cheol, Ku B, 2013, Layer-by-layer assembled graphene oxide films and barrier, carbon Letters 14:4,247-250.
- Kousalya A S, Anurag K, Rajib P D Z, Timothy S, 2013, Graphene, An Effective Oxidation Barrier Coating For Liquid And Two-Phase Cooling Systems” Corrosion Science.
- Korçak M, 2005, “Seramik Takviyeli Çinko Metal Matrisli Kompozit Malzeme Üretimi ve Karakterizasyonu” Yüksek Lisans Tezi, Gazi Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Ankara.
- Kozal B, 2012, Karbon tabanlı petek örgülerin elektronik özellikleri, Ankara Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Doktora Tezi, Ankara.
- Kwon S Y, Ciobanu C V, Petrova V, Shenoy V B, Bareno J, Gambin V, Kodambaka S, 2009, Growth of Semiconducting Graphene on Palladium, Nano Letters.
- Lee, Changgu, Xiaoding W, Jeffrey W Kysar, James Hone, 2008, Measurement Of The Elastic Properties And Intrinsic Strength Of Monolayer Graphene, Science 321,385.
- Li J L, Peng, Q S, Bai G Z, Jiang, W, 2005, Carbon scrolls produced by high energy ball milling of graphite, 43, 2817-2833.
- Li X, Sun P, Fan L, Zhu M, Wang K, Zhong M, Wei J, Wu D, Cheng Y, Zhu H, 2012, Multi functional graphene woven fabrics. Scientific Reports, 2, 395.
- Ma F, Yuan N, Ding J, 2013, The conductive network made up by the reduced graphene nanosheet /polyaniline polyvinyl chloride, Journal of Applied Polymer Science, 128, 6, 3870-3875.
- Marcano D C, Kosynkin D V, Berlin J M, Sinitski A, Sun Z, Slesarev A, Alemany L B, Lu, W, Tour J M, 2010, Improved Synthesis of graphene oxide. American Chemical Society ACS Nano, 4 8: 4806-4814.
- Mattevi C, Kim H, Chhowalla M, 2011, A review of chemical vapour deposition of

- graphene on copper, *Journal of Materials Chemistry*, 21 10, 3324-3334.
- Mcallister J M, Li L J, Adomson, H D, Schniepp CH, Abdala A A, Liu J, Alonso M, Milius L D, Car R, Aksay A İ, 2007, Single Sheet Functionalized Graphene By oxidation and thermal expansion of graphite, 19, 4396- 4404.
- Menchaca-Campos C, García-Pérez C, Castañeda I, García-Sánchez, M A, Guardián R, Uruchurtu J, 2013. Nylon/ Graphene oxide electrospun composite coating. Hindawi Publishing Corporation International Journal of Polymer Science.
- Mohdnoor, Noor Kamarudin, S K, Murizam, Darus Diyana N, Mohd Yunus, Nur Farhana Diyana Idris, Asri, 2018, Photocatalytic Properties and Graphene Oxide Additional Effects in TiO₂, *Solid State Phenomena*.
- Novoselov K S, Geim A K, Morozov S V, Jiang D, Zhang Y, Dubonos S V, Firsov A A, 2004, Electric Field Effect in atomically thin carbon film science.
- Novoselov K S, Jiang D, Schedin F, Booth T J, Khotkevich V V, Morozov S V, Geim A K, 2005, Two-Dimensional Atomic Crystals, *Proceedings Of The National Academy Of Sciences Of The United States Of America*, 102.
- Obraztsov A N, 2009, chemical vapour deposition Making Graphene on a large scale *Nature Nanotechnology*.
- Park S, Ruoff R, 2009, Chemical methods for the production of graphene, *Nature Nanotechnology*, 217-224.
- Pei S F, Cheng H M, 2012, the reduction of graphene oxide, carbon.
- Peng J C, Li W Z, 2000, Generation of curved or closed shell carbon nanostructures by ball milling of graphite, 218, 57-61.
- Scardaci V, Compagnini G. Raman Spectroscopic Investigation of Graphene Oxide Reduction by Laser Scribing, C, 2021, 48.
- Schaffhaeuti C, 1840, On the combination of carbon with silicone and iron, and the metals, forming the different species of cast iron, steel, and malleable iron.

Philosophical Magazine.

Sengupta R, Bhattacharya M., Bandyopadhyay S., Bhowmick A K, “A review on the mechanical and electrical properties of graphite and modified graphite resin forced polymer composites” Progress in Polymer Science, 36, 638–670, 2011.

Shin M K, Lee B, Kim S H, Lee J A, Spinks G M, Gambhir S, Wallace G, Kozlov M E, Baughman R H, Kim S J, 2012, Synergistic toughening of composite fibres by self-alignment of reduced graphene oxide and carbon nanotubes. Nature Communications, 3, 650.

Shivakumar, Hadimani Renukappa, N, Shivakumar, Kunigal Bheemappa, Suresha. 2020, The Reinforcing Effect of Graphene on the Mechanical Properties of Carbon-Epoxy Composites, Open Journal of Composite Materials, 10, 27-44.

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

Shanmugharaj A M, Yoon J H, Yang W, Ryu S H, 2013, Synthesis characterization and surface wettability properties of amine functionalized graphene oxide films with varying amine chain lengths. Journal of Colloid and Interface Science, 401.

Siburian, Rikson Sihotang, Hotmaulina R S, Supeno M, Simanjuntak, Crystina, 2018, New Route to Synthesize of Graphene Nano Sheets. Oriental Journal of Chemistry.

Song N, Yang J, Ding P, Tang S, Liu Y, Shi L, 2014. Effect of covalent functionalized graphene oxide with polymer attractive compatibilization on thermal properties of maleic anhydride grafted polypropylene. Industrial Engineering Chemistry Research.

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

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

- Topçu A A, 2012, A green pathway for the production of chemically exfoliated graphene sheets with the assistance of microwave irradiation. Koç University, Master of Science, Material Science and Engineering, 15, İstanbul.
- Tul Ain, Qura Haq, Samina Alshammari, Abeer Al-Mutlaq, Moudhi Anjum, Muhammad 2019, The systemic effect of PEG-GO-induced oxidative stress in vivo in a rodent model, Beilstein Journal of Nanotechnology.
- Tuz, Johra, Fatima Lee, Jee Jung, Woo-Gwang 2014, Facile And Safe Graphene Preparation on solution based platform. Journal of Industrial and Engineering Chemistry.
- Ürkmez N, 2004, “AlMg3/SiCp Kompozitlerinin Üretimi ve Mekanik Özelliklerdeki Değişimlerin İncelenmesi” Doktora Tezi, Yıldız Teknik Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul.
- Viculis L M, Mack J J, Kaner R B, 2003, A chemical route to carbon nano scrolls. Science.
- Wang Q, Du Y, Feng, Q, Huang F, Lu K, Lui J, Wei Q, 2013, Nanostructures and surface nano mechanical properties of polyacrylonitrile/ graphene oxide composite nanofibers by electrospinning. Journal of Applied Polymer Science.
- William D, Callister Jr, 2002, Materials Science and Engineering An Introduction, New York, Willey&Sons.
- Wu J M, Li Z Z, 2000, Nanostructured composite obtained by mechanically driven reduction.
- Yasin, Ghulam Arif, Muhammad Shakeel, Muhammad Dun, Yuchao Zuo, Yu Khan, Waheed Tang, Yuming Khan, Ajmal Nadeem, Muhammad, 2017, Exploring the Nickel–Graphene Nanocomposite Coatings for Superior Corrosion Resistance: Manipulating the Effect of Deposition Current Density on its Morphology, Mechanical Properties, and Erosion. Corrosion Performance, Advanced Engineering Materials.

- Yuan B, Bao C, Song L, Hong N, Liew K M, Hu Y, 2014, Preparation of functionalized graphene oxide/ polypropylene nano composite with significantly improved thermal stability and studies on the crystallization behaviour and mechanical properties, Chemical Engineering Journal.
- Yun Y J, Hong W G, Kim W J, Yun Y, Kim B H, 2013, A Novel method for applying reduced graphene oxide directly to electronic textiles from yarn to fabric. Advanced Materials.
- Zhu Y W, Murali S, Stoller M D, Velamakanni A, Piner R D, Ruoff R S, 2010, Microwave Assisted Exfoliation And Reduction of graphene oxide for ultracapacitors, Carbon, 48, 2118 -2122.

