



## Termoplastik Elastomer Esaslı Giyilebilir Sensörler

**Program Kodu: 1003**

**Proje No: 115E016**

Proje Yürütücüsü:

**Dr. Öğr. Üy. Hatice Aylın KARAHAN TOPRAKÇI**

Araştırmacılar:

Dr. Öğr. Üy. Ozan TOPRAKÇI

Prof. Dr. Hüseyin YILDIRIM

Prof. Dr. Sinan ŞEN

Bursiyerler:

İdil Kuruğaç

Eren Aydemir

Anıl KARTAL

Kevser ÖZDEMİR

Derya MUTLU

Ayşe TURGUT

NİSAN 2018

ANKARA



## İÇİNDEKİLER DİZİNİ

İÇİNDEKİLER DİZİNİ .....	i
ŞEKİLLER DİZİNİ.....	iv
TABLolar DİZİNİ .....	xiv
ÖNSÖZ.....	xvi
ÖZET .....	xvii
ABSTRACT.....	xviii
1. GİRİŞ .....	1
2. LİTERATÜR ÖZETİ.....	2
2.1 Termoplastik Elastomerler .....	2
2.1.1 Termoplastik Elastomer Çeşitleri.....	2
2.1.1.1 Termoplastik Vulkanizeler (TPV) .....	2
2.1.1.2 Kauçuk/Plastik Karışımları.....	3
2.1.1.3 Blok Kopolimerler .....	4
2.1.1.3.1 Poliolenin Esaslı Blok Kopolimerler .....	6
2.1.1.3.2 Poliüretan Esaslı Blok Kopolimerler .....	6
2.1.1.3.3 Poliester Esaslı Blok Kopolimerler.....	7
2.1.1.3.4 Poliamid Esaslı Blok Kopolimerler .....	7
2.1.1.3.5 Polistiren Esaslı Blok Kopolimerler .....	7
2.1.2 Termoplastik Elastomerlerin Isıl ve Mekanik Özellikleri.....	9
2.1.3 Termoplastik Elastomerlerin Elektriksel Özellikleri .....	10
2.2 İletken Kompozitler .....	11
2.3 İletken Dolgu Maddeleri .....	15
2.3.1 Grafit .....	16
2.3.2 Grafen .....	17
2.3.2.1 Grafen Oksit/İndirgenmiş Grafen Oksit Sentezi .....	20
2.4 Termoplastik Elastomer Esaslı İletken Kompozitler ve Piezorezistif Sensör Uygulamaları .....	22
2.4.1 Sensörler.....	22
2.4.2 Piezorezistif Sensörler.....	22
2.4.3 Karbon Siyahı, Grafit, Karbon Nanotüpleri, Grafen ve Türevlerini İçeren Termoplastik Elastomer Esaslı İletken Kompozitler ve Piezorezistif Sensör Uygulamaları.....	28
2.4.4 Termoplastik Elastomer Esaslı Piezorezistif Tekstil Sensörleri.....	31
2.5 Sonuç .....	34
3. GEREÇ ve YÖNTEM .....	36
3.1 Grafen Oksit/İndirgenmiş Grafen Oksit Üretimi .....	36
3.2 Grafen Oksit ve İndirgenmiş Grafen Oksit Karakterizasyonu .....	38

3.3	Kompozitlerin Üretimi .....	39
3.4	Polimerlerin ve Kompozit Filmlerin Karakterizasyonu .....	43
3.5	Sensörlerin Hazırlanması.....	47
3.6	Sensörlerin Karakterizasyonu .....	48
3.7	Tekstil Sensörlerinin Hazırlanması .....	49
3.8	Tekstil Sensörlerinin Karakterizasyonu .....	51
3.9	Tekstil Sensörlerinin Geri Dönüştürülmesi .....	53
3.10	Geri Dönüştürülmüş Tekstil Sensörlerinin Karakterizasyonu .....	53
4.	BULGULAR ve TARTIŞMA.....	55
4.1	GO/iGO Üretimi ve Karakterizasyonu.....	55
4.2	İletken SEBS-iGO Kompozit Filmlerin Üretilmesi ve Karakterizasyonu.....	66
4.3	SEBS-iGO İletken Kompozit Filmlerin Mekanik Özelliklerinin Ölçülmesi.....	78
4.3.1	Gerilim, Gerinim, Elastik Modül ve Sekant Modülünün Belirlenmesi.....	78
4.3.2	Sünme Davranışlarının Belirlenmesi.....	89
4.3.3	Çevrimsel Uzama Davranışlarının Belirlenmesi.....	90
4.3.4	Çevrimsel Basma Davranışlarının Belirlenmesi.....	100
4.4	SEBS-iGO İletken Kompozit Filmlerin Elektriksel Özelliklerin Ölçülmesi.....	108
4.4.1	iGO/SEBS-1 Kompozitler .....	108
4.4.1.1	iGO/SEBS-1 Basınç Sensörleri .....	108
4.4.1.2	iGO/SEBS-1 Uzama Sensörleri.....	115
4.4.2	iGO/SEBS-2 Kompozitler .....	117
4.4.2.1	iGO/SEBS-2 Basınç Sensörleri .....	117
4.4.2.2	iGO/SEBS-2 Uzama Sensörleri.....	118
4.4.3	iGO/SEBS-4 Kompozitler .....	120
4.4.3.1	iGO/SEBS-4 Basınç Sensörleri .....	120
4.4.3.2	iGO/SEBS-4 Uzama Sensörleri.....	121
4.4.4	iGO/SEBS-5 Kompozitler .....	125
4.4.4.1	iGO/SEBS-5 Basınç Sensörleri .....	125
4.4.4.2	iGO/SEBS-5 Uzama Sensörleri.....	128
4.5	SEBS-iGO İletken Kompozit Filmlerin Kumaşa Aktarılması İle Tekstil Sensörün Hazırlanması ve Morfolojik, Mekanik ve Elektriksel Özelliklerinin İncelenmesi.....	132
4.5.1	Uygun Tekstil Malzemesinin Seçilmesi, Yapısal (gramajı, kalınlığı, yapısı vb.) ve Mekanik Özelliklerinin Analizi .....	132
4.5.2	Optimum Mekanik ve Elektriksel Özellik Gösteren İletken SEBS Kompozitlerin Çözelti Formlarının Viskozite Değerlerinin Rotasyonel Viskozimetre ile Saptanması	134
4.5.3	Tekstil Sensörlerinin Morfolojik Analizi.....	136
4.5.4	Tekstil Sensörlerinin Elektro-Mekanik Karakterizasyonu.....	137
4.5.4.1	iGO/SEBS-1 Kaplanmış Tekstil Sensörlerinin Basınç Etkisi Altındaki Piezorezistif Davranışı.....	137

4.5.4.2	iGO/SEBS-1 Kaplanmış Tekstil Sensörlerinin Uzama Etkisi Altındaki Piezorezistif Davranışı.....	145
4.5.5	Tekstil Sensörlerinin Yaşlanma Davranışının Araştırılması.....	152
4.5.5.1	iGO/SEBS-1 Kaplanmış Tekstil Sensörlerinin Yaşlanma Davranışının Belirlenmesi-Morfolojik Analiz .....	152
4.5.5.2	iGO/SEBS-1 Kaplanmış Tekstil Sensörlerinin Yaşlanma Davranışının Belirlenmesi-Basınç Etkisi Altındaki Piezorezistif Karakter .....	153
4.5.5.3	iGO/SEBS-1 Kaplanmış Tekstil Sensörlerinin Yaşlanma Davranışının Belirlenmesi-Uzama Etkisi Altındaki Piezorezistif Karakter .....	159
4.5.6	Tekstil Sensörlerinin Yıkama Sonrası Elektro-Mekanik Karakterizasyonu..	164
4.5.6.1	iGO/SEBS-1 Kaplanmış Tekstil Sensörlerinin Yıkama Sonrası Karakterizasyonu -Morfolojik Analiz .....	164
4.5.6.2	iGO/SEBS-1 Kaplanmış Tekstil Sensörlerinin Yıkama Sonrası Karakterizasyonu -Basınç Etkisi Altındaki Piezorezistif Karakter .....	165
4.5.6.3	iGO/SEBS-1 Kaplanmış Tekstil Sensörlerinin Yıkama Sonrası Karakterizasyonu-Uzama Etkisi Altındaki Piezorezistif Karakter.....	168
4.5.7	Tekstil Sensörlerinin Geri Dönüştürülmesi ve Elektro-Mekanik Karakterizasyonu.....	171
4.5.7.1	iGO/SEBS-1 Kaplanmış Tekstil Sensörlerinin Geri Dönüştürülmesi ve Karakterizasyonu-Morfolojik Analiz .....	171
4.5.7.2	iGO/SEBS-1 Kaplanmış Tekstil Sensörlerinin Geri Dönüştürülmesi ve Karakterizasyonu -Basınç Etkisi Altındaki Piezorezistif Karakter .....	171
4.5.7.3	iGO/SEBS-1 Kaplanmış Tekstil Sensörlerinin Geri Dönüştürülmesi ve Karakterizasyonu-Uzama Etkisi Altındaki Piezorezistif Karakter.....	174
4.5.8	Tekstil Sensörlerinin Çevrimsel Mekanik Karakterizasyonu .....	176
5.	SONUÇ ve ÖNERİLER .....	177
	Referanslar .....	179

## ŞEKİLLER LİSTESİ

Şekil 2.1. Blok kopolimer yapısına sahip TPE'lerin genel morfolojisi .....	5
Şekil 2.2. Blok kopolimer yapısına sahip TPE ve TPE'nin deformasyon sırasındaki davranışı	5
Şekil 2.3. TPE sınıflandırması şematik gösterimi .....	6
Şekil 2.4. Stiren blok kopolimerlerin kimyasal yapısı a) SBS b) SIS c) SEBS .....	8
Şekil 2.5. SEBS polimerine ait TEM görüntüsü .....	9
Şekil 2.6. İletken kompozitlerdeki perkolasyon davranışı .....	13
Şekil 2.7. Grafit kristallerinin yapısı .....	16
Şekil 2.8. Grafitin grafen tabakalarından oluşan 3 boyutlu (3D) yapısı .....	18
Şekil 2.9. Grafitin kimyasal modifikasyonu .....	20
Şekil 2.10. GO yapısı .....	20
Şekil 2.11. Boyutsal değişimden kaynaklanan piezorezistif etki .....	23
Şekil 2.12. Karbon nanolifi/ Polidimetilsiloksan kompozitlerine ait a) elektriksel direnç-dolgu maddesi konsantrasyonu grafiği ve b) perkolasyon eşiğindeki numunenin taramalı elektron mikroskobu görüntüsü .....	25
Şekil 2.13. Gerilim altında oluşan a) pozitif ve b) negatif piezorezistans .....	26
Şekil 2.14. Elastomer yapısı: a) çapraz bağlanma öncesi kauçuk formu b) çapraz bağlanma sonrası elastomer formu c) çapraz bağlı ve gerilim altında elastomer yapı .....	27
Şekil 2.15. İletken tekstillerin elde edilme yöntemleri .....	32
Şekil 2.16. a) Tekstil karbon siyahı/SBS kaplanmış tekstil sensörü b) Paraşüte entegre edilmiş tekstil sensörü .....	33
Şekil 2.17. a) Karbon siyahı/SEBS monofilament b) silikon yapıştırıcı ile tekstil yüzeyine yapıştırılmış sensör .....	34
Şekil 3.1. İndirgenmiş GO eldesi .....	36
Şekil 3.2. Modifiye Hummers yöntemi ile indirgenmiş GO eldesi .....	37
Şekil 3.3. Kompozit film üretim aşamaları .....	41
Şekil 3.4 Yüksek deformasyonlu planetary çalkalama ve karıştırma cihazı .....	42
Şekil 3.5. Sıcaklık ve basınç kontrollü manuel pres cihazı .....	43
Şekil 3.6. Basma numuneleri için kullanılan kalıp .....	43
Şekil 3.7. Dijital kalınlık ölçme cihazı .....	44
Şekil 3.8. Yüksek direnç ölçüm cihazı ve test istasyonu .....	45
Şekil 3.9. Basma-çekme cihazı .....	46
Şekil 3.10. Çevrimsel uzama testi .....	47
Şekil 3.11. Çevrimsel basma testi .....	47
Şekil 3.12. Uzama sensörünün görünüşü .....	47
Şekil 3.13. Basınç sensörünün görünüşü .....	48
Şekil 3.14. DC Delta Mode ölçüm sistemi ve 4-Probe sistemi adaptör kutusu .....	49
Şekil 3.15. Tekstil esaslı uzama sensörü .....	50
Şekil 3.16. Tekstil esaslı basınç sensörü .....	51
Şekil 3.17. Tekstil esaslı uzama sensörünün piezoresistif davranışının ölçülmesi .....	51
Şekil 3.18. Tekstil esaslı basınç sensörünün piezoresistif davranışının ölçülmesi .....	52
Şekil 3.19. Geri dönüştürülmüş tekstil esaslı uzama sensörü .....	52
Şekil 3.20. Geri dönüştürülmüş tekstil esaslı basınç sensörü .....	53
Şekil 4.1. Grafite ait SEM görüntüleri .....	55
Şekil 4.2. Grafite ait parçacık boyut dağılımı .....	56
Şekil 4.3. GO'ya ait SEM görüntüleri .....	56
Şekil 4.4. iGO'ya ait FESEM görüntüleri .....	56
Şekil 4.5. iGO'ya ait FESEM görüntüleri .....	57
Şekil 4.6. GO'ya ait TEM görüntüleri .....	57
Şekil 4.7. iGO'ya ait TEM görüntüleri .....	58
Şekil 4.8. Grafit, GO ve iGO'ya ait TGA grafiği .....	59
Şekil 4.9. GO ve iGO'ya ait UV-Vis spektrumları .....	59

Şekil 4.10. a) iGO, b) GO ve c) grafitte ait XRD grafikleri. d) Grafit için referans deseni ICDD-98-007-6767 .....	60
Şekil 4.11. Karakteristik XRD piklerinin yakınlaştırılmış görüntüleri. a) 8-14° arası, b) 22-30° arası, c) 16-30° arası ve d) 40-48° arası bölgeye ilişkin XRD desenleri. ....	61
Şekil 4.12. a) Grafit, GO ve iGO'ya ait XPS grafikleri. b) C <sub>1s</sub> ve c) O <sub>1s</sub> bölgelerinin yakınlaştırılmış görüntüleri .....	63
Şekil 4.13. a) Grafit, GO ve iGO'ya ait FTIR spektrumu b) Grafitten indirgenmiş grafen üretimi prosesinde grafitin yapısal değişikliklerinin şematik gösterimi .....	64
Şekil 4.14. a) Grafit, GO ve iGO'ya ait Raman spektroskopisi grafikleri. b) D, G ve c) 2D bölgelerinin yakınlaştırılmış görüntüleri.....	65
Şekil 4.15. Polimerlere ait ATR-FTIR spektrumu.....	67
Şekil 4.16. Polimerlere ait TGA grafiği .....	68
Şekil 4.17. Kullanılan çözgen cinsinin Grafit/SEBS-1 polimer kompozitinin elektriksel özelliklerine olan etkisi.....	69
Şekil 4.18. Kullanılan çözgen cinsinin iGO/SEBS-1 polimer kompozitinin elektriksel özelliklerine olan etkisi.....	70
Şekil 4.19. Grafit ve iGO'nun yüzey alanı/hacim oranının kompozitin içinde oluşturduğu iletken ağı yapısına olan etkisinin şematik olarak gösterimi .....	70
Şekil 4.20. a) Kullanılan çözgen cinsinin Grafit/SEBS-2 polimer kompozitinin elektriksel özelliklerine olan etkisi ve b) polimer moleküler ağırlığın kompozit içinde oluşan iletken ağı yapısına olan etkisinin şematik gösterimi .....	71
Şekil 4.21. Kullanılan çözgen cinsinin iGO/SEBS-2 polimer kompozitinin elektriksel özelliklerine olan etkisi.....	72
Şekil 4.22. Kullanılan dolgu maddesinin SEBS-3 polimer kompozitinin elektriksel özelliklerine olan etkisi.....	73
Şekil 4.23. Kullanılan dolgu maddesinin SEBS-4 polimer kompozitinin elektriksel özelliklerine olan etkisi.....	73
Şekil 4.24. Kullanılan dolgu maddesinin SEBS-5 polimer kompozitinin elektriksel özelliklerine olan etkisi.....	74
Şekil 4.25. %2 iGO içeren kloroform ile hazırlanmış iGO/SEBS-1 kompozit.....	75
Şekil 4.26. %2 iGO içeren THF ile hazırlanmış iGO/SEBS-1 kompozit.....	76
Şekil 4.27. %2 iGO içeren toluen ile hazırlanmış iGO/SEBS-1 kompozit.....	76
Şekil 4.28. %15 iGO içeren kloroform ile hazırlanmış iGO/SEBS-1 kompozit.....	76
Şekil 4.29. %15 iGO içeren THF ile hazırlanmış iGO/SEBS-1 kompozit.....	77
Şekil 4.30. %15 iGO içeren toluen ile hazırlanmış iGO/SEBS-1 kompozit.....	77
Şekil 4.31. %25 iGO içeren kloroform ile hazırlanmış iGO/SEBS-1 kompozit.....	77
Şekil 4.32. %25 iGO içeren THF ile hazırlanmış iGO/SEBS-1 kompozit.....	78
Şekil 4.33. %25 iGO içeren toluen ile hazırlanmış iGO/SEBS-1 kompozit.....	78
Şekil 4.34. a) SEBS-1 polimerini içeren kompozite ait % 600 uzamaya kadar dolgu maddesi konsantrasyonuna bağlı gerilim-gerinim grafiği b) SEBS-1 polimerini içeren kompozite ait % 100, 300 ve 600 gerinimlerde dolgu maddesi konsantrasyonuna bağlı gerilim değerleri .....	79
Şekil 4.35. a) SEBS-1 polimerini içeren kompozite ait dolgu maddesi konsantrasyonuna bağlı elastik modül değerleri b) SEBS-1 polimerini içeren kompozite ait dolgu maddesi konsantrasyonuna bağlı sekant modül değerleri .....	80
Şekil 4.36. a) SEBS-2 polimerini içeren kompozite ait %600 uzamaya kadar dolgu maddesi konsantrasyonuna bağlı gerilim-gerinim grafiği b) SEBS-2 polimerini içeren kompozite ait % 100, 300 ve 600 gerinimlerde dolgu maddesi konsantrasyonuna bağlı gerilim değerleri .....	81
Şekil 4.37. Polimerlerde yük altında meydana gelen deformasyonun mekanizması.....	82
Şekil 4.38. Moleküler ağırlığın mekanik özelliklere olan etkisi .....	83
Şekil 4.39. a)SEBS-2 polimerini içeren kompozite ait dolgu maddesi konsantrasyonuna bağlı elastik modül değerleri b) SEBS-2 polimerini içeren kompozite ait dolgu maddesi konsantrasyonuna bağlı sekant modül değerleri .....	83

Şekil 4.40. a) SEBS-3 polimerini içeren kompozite ait % 600 uzamaya kadar dolgu maddesi konsantrasyonuna bağlı gerilim-gerinim grafiği b) SEBS-3 polimerini içeren kompozite ait % 100, 300 ve 600 gerinimlerde dolgu maddesi konsantrasyonuna bağlı gerilim değerleri.....	84
Şekil 4.41. a) SEBS-3 polimerini içeren kompozite ait dolgu maddesi konsantrasyonuna bağlı elastik modül ve b) sekant modül değerleri .....	85
Şekil 4.42. a) SEBS-4 polimerini içeren kompozite ait % 600 uzamaya kadar dolgu maddesi konsantrasyonuna bağlı gerilim-gerinim grafiği b) SEBS-4 polimerini içeren kompozite ait % 100, 300 ve 600 gerinimlerde dolgu maddesi konsantrasyonuna bağlı gerilim değerleri.....	86
Şekil 4.43. a) SEBS-4 polimerini içeren kompozite ait dolgu maddesi konsantrasyonuna bağlı elastik modül değerleri ve b) sekant modül değerleri .....	86
Şekil 4.44. a) SEBS-5 polimerini içeren kompozite ait % 600 uzamaya kadar dolgu maddesi konsantrasyonuna bağlı gerilim-gerinim grafiği b) SEBS-5 polimerini içeren kompozite ait % 100, 300 ve 600 gerinimlerde dolgu maddesi konsantrasyonuna bağlı gerilim değerleri.....	87
Şekil 4.45. a)SEBS-5 polimerini içeren kompozite ait dolgu maddesi konsantrasyonuna bağlı elastik modül değerleri ve b) sekant modül değerleri .....	88
Şekil 4.46. a) SEBS-1,b) SEBS-2, c) SEBS-4ve d) SEBS-5 polimerlerini içeren %25 ve 30 iGO konsantrasyonuna sahip kompozitlere ait sünme grafikleri.....	90
Şekil 4.47. %25iGO/SEBS-1kompozitinin %20, %30, %40 ve %50 uzama oranlarındaki davranışı.....	91
Şekil 4.48. %30 iGO/SEBS-1 kompozitinin %20, %30, %40 ve %50 uzama oranlarındaki davranışı.....	92
Şekil 4.49. %25i GO/SEBS-2kompozitinin %2, %3, %4 ve %5 uzama oranlarındaki davranışı .....	93
Şekil 4.50. %30 iGO/SEBS-2 kompozitinin %20, %30, %40 ve %50 uzama oranlarındaki davranışı.....	94
Şekil 4.51. %25 iGO/SEBS-4 kompozitinin %20, %30, %40 ve %50 uzama oranlarındaki davranışı.....	95
Şekil 4.52. %30 iGO/SEBS-4 kompozitinin %20, %30, %40 ve %50 uzama oranlarındaki davranışı.....	96
Şekil 4.53. %25 iGO/SEBS-5 kompozitinin %20, %30, %40 ve %50 uzama oranlarındaki davranışı.....	97
Şekil 4.54. %30 iGO/SEBS-5 kompozitinin %20, %30, %40 ve %50 uzama oranlarındaki davranışı.....	98
Şekil 4.55. Uzama sırasında meydana gelen deformasyonun “Mullins Etkisi”ne göre açıklanması.....	99
Şekil 4.56. %25 iGO/SEBS-1 kompozitinin %20, %30, %40 ve %50 basma oranlarındaki davranışı.....	100
Şekil 4.57. %30 iGO/SEBS-1 kompozitinin %20, %30, %40 ve %50 basma oranlarındaki davranışı.....	101
Şekil 4.58. %25 iGO/SEBS-2 kompozitinin %20, %30, %40 ve %50 basma oranlarındaki davranışı.....	102
Şekil 4.59. %30 iGO/SEBS-2 kompozitinin %20, %30, %40 ve %50 basma oranlarındaki davranışı.....	103
Şekil 4.60. %25 iGO/SEBS-4 kompozitinin %20, %30, %40 ve %50 basma oranlarındaki davranışı.....	104
Şekil 4.61. %30 iGO/SEBS-4 kompozitinin %20, %30, %40 ve %50 basma oranlarındaki davranışı.....	105
Şekil 4.62. %25 iGO/SEBS-5 kompozitinin %20, %30, %40 ve %50 basma oranlarındaki davranışı.....	106
Şekil 4.63. %30 iGO/SEBS-5 kompozitinin %20, %30, %40 ve %50 basma oranlarındaki davranışı.....	107
Şekil 4.64. %30 iGO/SEBS-1 kompozitinin 10 mm/dk hızında %20 deformasyon oranında a) 50 çevrimdeki direnç değişimi b) 10 çevrimdeki direnç değişimi c) 50 çevrimdeki R/R <sub>0</sub> 'da meydana gelen değişim d) 10 çevrimdeki R/R <sub>0</sub> 'da meydana gelen değişim .....	109

Şekil 4.65. %30 iGO/SEBS-1 kompozitinin 20 mm/dk hızında %20 deformasyon oranında a) 50 çevrimdeki direnç değişimi b) 10 çevrimdeki direnç değişimi c) 50 çevrimdeki R/R <sub>o</sub> 'da meydana gelen değişim d) 10 çevrimdeki R/R <sub>o</sub> 'da meydana gelen değişim .....	109
Şekil 4.66. %30 iGO/SEBS-1 kompozitinin 30 mm/dk hızında %20 deformasyon oranında a) 50 çevrimdeki direnç değişimi b) 10 çevrimdeki direnç değişimi c) 50 çevrimdeki R/R <sub>o</sub> 'da meydana gelen değişim d) 10 çevrimdeki R/R <sub>o</sub> 'da meydana gelen değişim .....	110
Şekil 4.67. %30 iGO/SEBS-1 kompozitinin 40 mm/dk hızında %20 deformasyon oranında a) 50 çevrimdeki direnç değişimi b) 10 çevrimdeki direnç değişimi c) 50 çevrimdeki R/R <sub>o</sub> 'da meydana gelen değişim d) 10 çevrimdeki R/R <sub>o</sub> 'da meydana gelen değişim .....	110
Şekil 4.68. %30 iGO/SEBS-1 kompozitinin 50 mm/dk hızında %20 deformasyon oranında a) 50 çevrimdeki direnç değişimi b) 10 çevrimdeki direnç değişimi c) 50 çevrimdeki R/R <sub>o</sub> 'da meydana gelen değişim d) 10 çevrimdeki R/R <sub>o</sub> 'da meydana gelen değişim .....	111
Şekil 4.69. Basınç etkisi altında iletken kompozitlerde meydana gelen negatif piezorezistansın mekanizması.....	111
Şekil 4.70. %30 iGO/SEBS-1 kompozitinin 10 mm/dk hızında %50 deformasyon oranında a) 50 çevrimdeki direnç değişimi b) 10 çevrimdeki direnç değişimi c) 50 çevrimdeki R/R <sub>o</sub> 'da meydana gelen değişim d) 10 çevrimdeki R/R <sub>o</sub> 'da meydana gelen değişim .....	113
Şekil 4.71. %30 iGO/SEBS-1 kompozitinin 20 mm/dk hızında %50 deformasyon oranında a) 50 çevrimdeki direnç değişimi b) 10 çevrimdeki direnç değişimi c) 50 çevrimdeki R/R <sub>o</sub> 'da meydana gelen değişim d) 10 çevrimdeki R/R <sub>o</sub> 'da meydana gelen değişim .....	113
Şekil 4.72. %30 iGO/SEBS-1 kompozitinin 30 mm/dk hızında %50 deformasyon oranında a) 50 çevrimdeki direnç değişimi b) 10 çevrimdeki direnç değişimi c) 50 çevrimdeki R/R <sub>o</sub> 'da meydana gelen değişim d) 10 çevrimdeki R/R <sub>o</sub> 'da meydana gelen değişim .....	114
Şekil 4.73. %30 iGO/SEBS-1 kompozitinin 40 mm/dk hızında %50 deformasyon oranında a) 50 çevrimdeki direnç değişimi b) 10 çevrimdeki direnç değişimi c) 50 çevrimdeki R/R <sub>o</sub> 'da meydana gelen değişim d) 10 çevrimdeki R/R <sub>o</sub> 'da meydana gelen değişim .....	114
Şekil 4.74. %30 iGO/SEBS-1 kompozitinin 50 mm/dk hızında %50 deformasyon oranında a) 50 çevrimdeki direnç değişimi b) 10 çevrimdeki direnç değişimi c) 50 çevrimdeki R/R <sub>o</sub> 'da meydana gelen değişim d) 10 çevrimdeki R/R <sub>o</sub> 'da meydana gelen değişim .....	115
Şekil 4.75. %30 iGO/SEBS-1 kompozitinin 50 mm/dk hızında %20 (a, c,e) ve %50 (b, d, f) uzama oranında elektriksel direncinde meydana gelen değişim.....	116
Şekil 4.76. %30 iGO/SEBS-2 kompozitinin 50 mm/dk hızında %20 deformasyon oranında a) 50 çevrimdeki direnç değişimi b) 10 çevrimdeki direnç değişimi %50 deformasyon oranında c) 50 çevrimdeki R/R <sub>o</sub> 'da meydana gelen değişim d) 10 çevrimdeki R/R <sub>o</sub> 'da meydana gelen değişim .....	117
Şekil 4.77. %30 iGO/SEBS-2 kompozitinin 20 mm/dk hızında %2 deformasyon oranında a) 50 çevrimdeki direnç değişimi b) 10 çevrimdeki direnç değişimi c) 50 çevrimdeki R/R <sub>o</sub> 'da meydana gelen değişim d) 10 çevrimdeki R/R <sub>o</sub> 'da meydana gelen değişim .....	118
Şekil 4.78. %30 iGO/SEBS-2 kompozitinin 50 mm/dk hızında %2 deformasyon oranında a) 50 çevrimdeki direnç değişimi b) 10 çevrimdeki direnç değişimi c) 50 çevrimdeki R/R <sub>o</sub> 'da meydana gelen değişim d) 10 çevrimdeki R/R <sub>o</sub> 'da meydana gelen değişim .....	119
Şekil 4.79. %30 iGO/SEBS-2 kompozitinin 20 mm/dk hızında %5 deformasyon oranında a) 50 çevrimdeki direnç değişimi b) 10 çevrimdeki direnç değişimi c) 50 çevrimdeki R/R <sub>o</sub> 'da meydana gelen değişim d) 10 çevrimdeki R/R <sub>o</sub> 'da meydana gelen değişim .....	119
Şekil 4.80. %30 iGO/SEBS-2 kompozitinin 50 mm/dk hızında %5 deformasyon oranında a) 50 çevrimdeki direnç değişimi b) 10 çevrimdeki direnç değişimi c) 50 çevrimdeki R/R <sub>o</sub> 'da meydana gelen değişim d) 10 çevrimdeki R/R <sub>o</sub> 'da meydana gelen değişim .....	120
Şekil 4.81. %30 iGO/SEBS-4 kompozitinin %50 deformasyon oranında a) 30 mm/dk hızdaki direnç değişimi b) 30 mm/dk hızdaki R/R <sub>o</sub> 'da meydana gelen değişim c) 40 mm/dk hızdaki direnç değişimi d) 40 mm/dk hızdaki R/R <sub>o</sub> 'da meydana gelen değişim e) 50 mm/dk hızdaki direnç değişimi f) 50 mm/dk hızdaki R/R <sub>o</sub> 'da meydana gelen değişim .....	121
Şekil 4.82. %30 iGO/SEBS-4 kompozitinin 10 mm/dk hızında %50 deformasyon oranında a) 5 çevrimdeki direnç değişimi b) 1 çevrimdeki direnç değişimi c) 5 çevrimdeki R/R <sub>o</sub> 'da meydana gelen değişim d) 1 çevrimdeki R/R <sub>o</sub> 'da meydana gelen değişim .....	122



Şekil 4.83. %30 iGO/SEBS-4 kompozitinin 20 mm/dk hızında %50 deformasyon oranında a) 5 çevrimdeki direnç değişimi b) 1 çevrimdeki direnç değişimi c) 5 çevrimdeki R/R <sub>o</sub> 'da meydana gelen değişim d) 1 çevrimdeki R/R <sub>o</sub> 'da meydana gelen değişim .....	122
Şekil 4.84. %30 iGO/SEBS-4 kompozitinin 30 mm/dk hızında %50 deformasyon oranında a) 5 çevrimdeki direnç değişimi b) 1 çevrimdeki direnç değişimi c) 5 çevrimdeki R/R <sub>o</sub> 'da meydana gelen değişim d) 1 çevrimdeki R/R <sub>o</sub> 'da meydana gelen değişim .....	123
Şekil 4.85. %30 iGO/SEBS-4 kompozitinin 40 mm/dk hızında %50 deformasyon oranında a) 21 çevrimdeki direnç değişimi b) 1 çevrimdeki direnç değişimi c) 21 çevrimdeki R/R <sub>o</sub> 'da meydana gelen değişim d) 1 çevrimdeki R/R <sub>o</sub> 'da meydana gelen değişim .....	123
Şekil 4.86. %30 iGO/SEBS-4 kompozitinin 20 mm/dk hızında %50 deformasyon oranında a) 25 çevrimdeki direnç değişimi b) 1 çevrimdeki direnç değişimi c) 25 çevrimdeki R/R <sub>o</sub> 'da meydana gelen değişim d) 1 çevrimdeki R/R <sub>o</sub> 'da meydana gelen değişim .....	124
Şekil 4.87. %30 iGO/SEBS-5 kompozitinin 10 mm/dk hızında %20 deformasyon oranında a) 50 çevrimdeki direnç değişimi b) 10 çevrimdeki direnç değişimi c) 50 çevrimdeki R/R <sub>o</sub> 'da meydana gelen değişim d) 10 çevrimdeki R/R <sub>o</sub> 'da meydana gelen değişim .....	125
Şekil 4.88. %30 iGO/SEBS-5 kompozitinin 20 mm/dk hızında %20 deformasyon oranında a) 50 çevrimdeki direnç değişimi b) 10 çevrimdeki direnç değişimi c) 50 çevrimdeki R/R <sub>o</sub> 'da meydana gelen değişim d) 10 çevrimdeki R/R <sub>o</sub> 'da meydana gelen değişim .....	126
Şekil 4.89. %30 iGO/SEBS-5 kompozitinin 30 mm/dk hızında %20 deformasyon oranında a) 50 çevrimdeki direnç değişimi b) 10 çevrimdeki direnç değişimi c) 50 çevrimdeki R/R <sub>o</sub> 'da meydana gelen değişim d) 10 çevrimdeki R/R <sub>o</sub> 'da meydana gelen değişim .....	126
Şekil 4.90. %30 iGO/SEBS-5 kompozitinin 40 mm/dk hızında %20 deformasyon oranında a) 50 çevrimdeki direnç değişimi b) 10 çevrimdeki direnç değişimi c) 50 çevrimdeki R/R <sub>o</sub> 'da meydana gelen değişim d) 10 çevrimdeki R/R <sub>o</sub> 'da meydana gelen değişim .....	127
Şekil 4.91. %30 iGO/SEBS-5 kompozitinin 50 mm/dk hızında %20 deformasyon oranında a) 50 çevrimdeki direnç değişimi b) 10 çevrimdeki direnç değişimi c) 50 çevrimdeki R/R <sub>o</sub> 'da meydana gelen değişim d) 10 çevrimdeki R/R <sub>o</sub> 'da meydana gelen değişim .....	127
Şekil 4.92. %30 iGO/SEBS-5 kompozitinin 10 mm/dk hızında %10 deformasyon oranında a) 50 çevrimdeki direnç değişimi b) 10 çevrimdeki direnç değişimi c) 50 çevrimdeki R/R <sub>o</sub> 'da meydana gelen değişim d) 10 çevrimdeki R/R <sub>o</sub> 'da meydana gelen değişim .....	129
Şekil 4.93. %30 iGO/SEBS-5 kompozitinin 20 mm/dk hızında %10 deformasyon oranında a) 50 çevrimdeki direnç değişimi b) 10 çevrimdeki direnç değişimi c) 50 çevrimdeki R/R <sub>o</sub> 'da meydana gelen değişim d) 10 çevrimdeki R/R <sub>o</sub> 'da meydana gelen değişim .....	129
Şekil 4.94. %30 iGO/SEBS-5 kompozitinin 30 mm/dk hızında %10 deformasyon oranında a) 50 çevrimdeki direnç değişimi b) 10 çevrimdeki direnç değişimi c) 50 çevrimdeki R/R <sub>o</sub> 'da meydana gelen değişim d) 10 çevrimdeki R/R <sub>o</sub> 'da meydana gelen değişim .....	130
Şekil 4.95. %30 iGO/SEBS-5 kompozitinin 40 mm/dk hızında %10 deformasyon oranında a) 50 çevrimdeki direnç değişimi b) 10 çevrimdeki direnç değişimi c) 50 çevrimdeki R/R <sub>o</sub> 'da meydana gelen değişim d) 10 çevrimdeki R/R <sub>o</sub> 'da meydana gelen değişim .....	130
Şekil 4.96. %30 iGO/SEBS-5 kompozitinin 50 mm/dk hızında %10 deformasyon oranında a) 50 çevrimdeki direnç değişimi b) 10 çevrimdeki direnç değişimi c) 50 çevrimdeki R/R <sub>o</sub> 'da meydana gelen değişim d) 10 çevrimdeki R/R <sub>o</sub> 'da meydana gelen değişim .....	131
Şekil 4.97. a) Kumaş-1, b) kumaş-2 ve c) kumaş-3'e ait görüntüler .....	132
Şekil 4.98. Kumaş-1'in %50 uzama altındaki çevrimsel davranışı .....	133
Şekil 4.99. Kumaş-2'nin %50 uzama altındaki çevrimsel davranışı .....	133
Şekil 4.100. Kumaş-3'ün %50 uzama altındaki çevrimsel davranışı .....	133
Şekil 4.101. Kumaş-2'ye ait SEM görüntüsü .....	134
Şekil 4.102. İletken özellikteki kompozitlerin çözelti formundaki viskozite değerleri .....	135
Şekil 4.103. %30 iGO/SEBS-1 ile kaplanan tekstil sensörünün ait SEM görüntüleri a) 1000x b) 5000x c) 10000x d) 20000x .....	136
Şekil 4.104. Deformasyon hızının R/R <sub>o</sub> oranına olan etki mekanizması .....	138
Şekil 4.105. Deformasyon oranının R/R <sub>o</sub> oranına olan etki mekanizması .....	138
Şekil 4.106. %30 iGO/SEBS-1 ile kaplanan tekstil sensörünün 20 mm/dk hızında %10 deformasyon oranında a) 50 çevrimdeki direnç değişimi b) 10 çevrimdeki direnç değişimi c) 50	



Şekil 4.120. %30 iGO/SEBS-1 ile kaplanan tekstil sensörünün 100 mm/dk hızında %5 deformasyon oranında a) 50 çevrimdeki direnç değişimi b) 10 çevrimdeki direnç değişimi c) 50 çevrimdeki R/R <sub>o</sub> 'da meydana gelen değişim d) 10 çevrimdeki R/R <sub>o</sub> 'da meydana gelen değişim	148
Şekil 4.121. %30 iGO/SEBS-1 ile kaplanan tekstil sensörünün 20 mm/dk hızında %10 deformasyon oranında a) 50 çevrimdeki direnç değişimi b) 10 çevrimdeki direnç değişimi c) 50 çevrimdeki R/R <sub>o</sub> 'da meydana gelen değişim d) 10 çevrimdeki R/R <sub>o</sub> 'da meydana gelen değişim	148
Şekil 4.122. %30 iGO/SEBS-1 ile kaplanan tekstil sensörünün 50 mm/dk hızında %10 deformasyon oranında a) 50 çevrimdeki direnç değişimi b) 10 çevrimdeki direnç değişimi c) 50 çevrimdeki R/R <sub>o</sub> 'da meydana gelen değişim d) 10 çevrimdeki R/R <sub>o</sub> 'da meydana gelen değişim	149
Şekil 4.123. %30 iGO/SEBS-1 ile kaplanan tekstil sensörünün 100 mm/dk hızında %10 deformasyon oranında a) 50 çevrimdeki direnç değişimi b) 10 çevrimdeki direnç değişimi c) 50 çevrimdeki R/R <sub>o</sub> 'da meydana gelen değişim d) 10 çevrimdeki R/R <sub>o</sub> 'da meydana gelen değişim	149
Şekil 4.124. %30 iGO/SEBS-1 ile kaplanan tekstil sensörünün 20 mm/dk hızında %15 deformasyon oranında a) 50 çevrimdeki direnç değişimi b) 10 çevrimdeki direnç değişimi c) 50 çevrimdeki R/R <sub>o</sub> 'da meydana gelen değişim d) 10 çevrimdeki R/R <sub>o</sub> 'da meydana gelen değişim	150
Şekil 4.125. %30 iGO/SEBS-1 ile kaplanan tekstil sensörünün 50 mm/dk hızında %15 deformasyon oranında a) 50 çevrimdeki direnç değişimi b) 10 çevrimdeki direnç değişimi c) 50 çevrimdeki R/R <sub>o</sub> 'da meydana gelen değişim d) 10 çevrimdeki R/R <sub>o</sub> 'da meydana gelen değişim	150
Şekil 4.126. %30 iGO/SEBS-1 ile kaplanan tekstil sensörünün 100 mm/dk hızında %15 deformasyon oranında a) 50 çevrimdeki direnç değişimi b) 10 çevrimdeki direnç değişimi c) 50 çevrimdeki R/R <sub>o</sub> 'da meydana gelen değişim d) 10 çevrimdeki R/R <sub>o</sub> 'da meydana gelen değişim	151
Şekil 4.127. %30 iGO/SEBS-1 ile kaplanan tekstil sensörünün 20 mm/dk hızında %20 deformasyon oranında a) 50 çevrimdeki direnç değişimi b) 10 çevrimdeki direnç değişimi c) 50 çevrimdeki R/R <sub>o</sub> 'da meydana gelen değişim d) 10 çevrimdeki R/R <sub>o</sub> 'da meydana gelen değişim	151
Şekil 4.128. %30 iGO/SEBS-1 ile kaplanan tekstil sensörünün 50 mm/dk hızında %20 deformasyon oranında a) 50 çevrimdeki direnç değişimi b) 10 çevrimdeki direnç değişimi c) 50 çevrimdeki R/R <sub>o</sub> 'da meydana gelen değişim d) 10 çevrimdeki R/R <sub>o</sub> 'da meydana gelen değişim	152
Şekil 4.129. %30 iGO/SEBS kompoziti ile kaplanmış kumaşın üretiminden bir ay sonraki SEM görüntüleri a) 2500x b) 10000x	153
Şekil 4.130. %30 iGO/SEBS kompoziti ile kaplanmış kumaşın üretiminden beş ay sonraki SEM görüntüleri a) 2500x b) 10000x	153
Şekil 4.131. Üç ay sonunda %30 iGO/SEBS-1 ile kaplanan tekstil sensörünün 20 mm/dk hızında %10 deformasyon oranında a) 50 çevrimdeki direnç değişimi b) 10 çevrimdeki direnç değişimi c) 50 çevrimdeki R/R <sub>o</sub> 'da meydana gelen değişim d) 10 çevrimdeki R/R <sub>o</sub> 'da meydana gelen değişim	155
Şekil 4.132. Altı ay sonunda %30 iGO/SEBS-1 ile kaplanan tekstil sensörünün 20 mm/dk hızında %10 deformasyon oranında a) 50 çevrimdeki direnç değişimi b) 10 çevrimdeki direnç değişimi c) 50 çevrimdeki R/R <sub>o</sub> 'da meydana gelen değişim d) 10 çevrimdeki R/R <sub>o</sub> 'da meydana gelen değişim	155
Şekil 4.133. Üç ay sonunda %30 iGO/SEBS-1 ile kaplanan tekstil sensörünün 100 mm/dk hızında %10 deformasyon oranında a) 50 çevrimdeki direnç değişimi b) 10 çevrimdeki direnç değişimi c) 50 çevrimdeki R/R <sub>o</sub> 'da meydana gelen değişim d) 10 çevrimdeki R/R <sub>o</sub> 'da meydana gelen değişim	156
Şekil 4.134. Altı ay sonunda %30 iGO/SEBS-1 ile kaplanan tekstil sensörünün 100 mm/dk hızında %10 deformasyon oranında a) 50 çevrimdeki direnç değişimi b) 10 çevrimdeki direnç	

değişimi c) 50 çevrimdeki R/R <sub>o</sub> 'da meydana gelen değişim d) 10 çevrimdeki R/R <sub>o</sub> 'da meydana gelen değişim .....	156
Şekil 4.135. Üç ay sonunda %30 iGO/SEBS-1 ile kaplanan tekstil sensörünün 20 mm/dk hızında %40 deformasyon oranında a) 50 çevrimdeki direnç değişimi b) 10 çevrimdeki direnç değişimi c) 50 çevrimdeki R/R <sub>o</sub> 'da meydana gelen değişim d) 10 çevrimdeki R/R <sub>o</sub> 'da meydana gelen değişim .....	157
Şekil 4.136. Altı ay sonunda %30 iGO/SEBS-1 ile kaplanan tekstil sensörünün 20 mm/dk hızında %40 deformasyon oranında a) 50 çevrimdeki direnç değişimi b) 10 çevrimdeki direnç değişimi c) 50 çevrimdeki R/R <sub>o</sub> 'da meydana gelen değişim d) 10 çevrimdeki R/R <sub>o</sub> 'da meydana gelen değişim .....	157
Şekil 4.137. Üç ay sonunda %30 iGO/SEBS-1 ile kaplanan tekstil sensörünün 100 mm/dk hızında %40 deformasyon oranında a) 50 çevrimdeki direnç değişimi b) 10 çevrimdeki direnç değişimi c) 50 çevrimdeki R/R <sub>o</sub> 'da meydana gelen değişim d) 10 çevrimdeki R/R <sub>o</sub> 'da meydana gelen değişim .....	158
Şekil 4.138. Altı ay sonunda %30 iGO/SEBS-1 ile kaplanan tekstil sensörünün 100 mm/dk hızında %40 deformasyon oranında a) 50 çevrimdeki direnç değişimi b) 10 çevrimdeki direnç değişimi c) 50 çevrimdeki R/R <sub>o</sub> 'da meydana gelen değişim d) 10 çevrimdeki R/R <sub>o</sub> 'da meydana gelen değişim .....	158
Şekil 4.139. Üç ay sonunda %30 iGO/SEBS-1 ile kaplanan tekstil sensörünün 20 mm/dk hızında %5 deformasyon oranında a) 50 çevrimdeki direnç değişimi b) 10 çevrimdeki direnç değişimi c) 50 çevrimdeki R/R <sub>o</sub> 'da meydana gelen değişim d) 10 çevrimdeki R/R <sub>o</sub> 'da meydana gelen değişim .....	160
Şekil 4.140. Altı ay sonunda %30 iGO/SEBS-1 ile kaplanan tekstil sensörünün 20 mm/dk hızında %5 deformasyon oranında a) 50 çevrimdeki direnç değişimi b) 10 çevrimdeki direnç değişimi c) 50 çevrimdeki R/R <sub>o</sub> 'da meydana gelen değişim d) 10 çevrimdeki R/R <sub>o</sub> 'da meydana gelen değişim .....	161
Şekil 4.141. Üç ay sonunda %30 iGO/SEBS-1 ile kaplanan tekstil sensörünün 100 mm/dk hızında %5 deformasyon oranında a) 50 çevrimdeki direnç değişimi b) 10 çevrimdeki direnç değişimi c) 50 çevrimdeki R/R <sub>o</sub> 'da meydana gelen değişim d) 10 çevrimdeki R/R <sub>o</sub> 'da meydana gelen değişim .....	161
Şekil 4.142. Altı ay sonunda %30 iGO/SEBS-1 ile kaplanan tekstil sensörünün 100 mm/dk hızında %5 deformasyon oranında a) 50 çevrimdeki direnç değişimi b) 10 çevrimdeki direnç değişimi c) 50 çevrimdeki R/R <sub>o</sub> 'da meydana gelen değişim d) 10 çevrimdeki R/R <sub>o</sub> 'da meydana gelen değişim .....	162
Şekil 4.143. Üç ay sonunda %30 iGO/SEBS-1 ile kaplanan tekstil sensörünün 20 mm/dk hızında %15 deformasyon oranında a) 50 çevrimdeki direnç değişimi b) 10 çevrimdeki direnç değişimi c) 50 çevrimdeki R/R <sub>o</sub> 'da meydana gelen değişim d) 10 çevrimdeki R/R <sub>o</sub> 'da meydana gelen değişim .....	162
Şekil 4.144. Altı ay sonunda %30 iGO/SEBS-1 ile kaplanan tekstil sensörünün 20 mm/dk hızında %15 deformasyon oranında a) 50 çevrimdeki direnç değişimi b) 10 çevrimdeki direnç değişimi c) 50 çevrimdeki R/R <sub>o</sub> 'da meydana gelen değişim d) 10 çevrimdeki R/R <sub>o</sub> 'da meydana gelen değişim .....	163
Şekil 4.145. Üç ay sonunda %30 iGO/SEBS-1 ile kaplanan tekstil sensörünün 100 mm/dk hızında %15 deformasyon oranında a) 50 çevrimdeki direnç değişimi b) 10 çevrimdeki direnç değişimi c) 50 çevrimdeki R/R <sub>o</sub> 'da meydana gelen değişim d) 10 çevrimdeki R/R <sub>o</sub> 'da meydana gelen değişim .....	163
Şekil 4.146. Altı ay sonunda %30 iGO/SEBS-1 ile kaplanan tekstil sensörünün 100 mm/dk hızında %15 deformasyon oranında a) 50 çevrimdeki direnç değişimi b) 10 çevrimdeki direnç değişimi c) 50 çevrimdeki R/R <sub>o</sub> 'da meydana gelen değişim d) 10 çevrimdeki R/R <sub>o</sub> 'da meydana gelen değişim .....	164
Şekil 4.147. %30 iGO/SEBS-1 ile kaplanan tekstil sensörünün yıkama sonundaki SEM görüntüleri a) 2500x ve b) 20000x .....	165
Şekil 4.148. %30 iGO/SEBS-1 ile kaplanan tekstil sensörünün yıkama sonunda 20 mm/dk hızında %10 deformasyon oranında a) 50 çevrimdeki direnç değişimi b) 10 çevrimdeki direnç	

değişimi c) 50 çevrimdeki R/R <sub>o</sub> 'da meydana gelen değişim d) 10 çevrimdeki R/R <sub>o</sub> 'da meydana gelen değişim .....	166
Şekil 4.149. %30 iGO/SEBS-1 ile kaplanan tekstil sensörünün yıkama sonunda 100 mm/dk hızında %10 deformasyon oranında a) 50 çevrimdeki direnç değişimi b) 10 çevrimdeki direnç değişimi c) 50 çevrimdeki R/R <sub>o</sub> 'da meydana gelen değişim d) 10 çevrimdeki R/R <sub>o</sub> 'da meydana gelen değişim .....	166
Şekil 4.150. %30 iGO/SEBS-1 ile kaplanan tekstil sensörünün yıkama sonunda 20 mm/dk hızında %40 deformasyon oranında a) 50 çevrimdeki direnç değişimi b) 10 çevrimdeki direnç değişimi c) 50 çevrimdeki R/R <sub>o</sub> 'da meydana gelen değişim d) 10 çevrimdeki R/R <sub>o</sub> 'da meydana gelen değişim .....	167
Şekil 4.151. %30 iGO/SEBS-1 ile kaplanan tekstil sensörünün yıkama sonunda 100 mm/dk hızında %40 deformasyon oranında a) 50 çevrimdeki direnç değişimi b) 10 çevrimdeki direnç değişimi c) 50 çevrimdeki R/R <sub>o</sub> 'da meydana gelen değişim d) 10 çevrimdeki R/R <sub>o</sub> 'da meydana gelen değişim .....	167
Şekil 4.152. %30 iGO/SEBS-1 ile kaplanan tekstil sensörünün yıkama sonunda 20 mm/dk hızında %5 deformasyon oranında a) 50 çevrimdeki direnç değişimi b) 10 çevrimdeki direnç değişimi c) 50 çevrimdeki R/R <sub>o</sub> 'da meydana gelen değişim d) 10 çevrimdeki R/R <sub>o</sub> 'da meydana gelen değişim .....	169
Şekil 4.153. %30 iGO/SEBS-1 ile kaplanan tekstil sensörünün yıkama sonunda 100 mm/dk hızında %5 deformasyon oranında a) 50 çevrimdeki direnç değişimi b) 10 çevrimdeki direnç değişimi c) 50 çevrimdeki R/R <sub>o</sub> 'da meydana gelen değişim d) 10 çevrimdeki R/R <sub>o</sub> 'da meydana gelen değişim .....	169
Şekil 4.154. %30 iGO/SEBS-1 ile kaplanan tekstil sensörünün yıkama sonunda 20 mm/dk hızında %15 deformasyon oranında a) 50 çevrimdeki direnç değişimi b) 10 çevrimdeki direnç değişimi c) 50 çevrimdeki R/R <sub>o</sub> 'da meydana gelen değişim d) 10 çevrimdeki R/R <sub>o</sub> 'da meydana gelen değişim .....	170
Şekil 4.155. %30 iGO/SEBS-1 ile kaplanan tekstil sensörünün yıkama sonunda 100 mm/dk hızında %15 deformasyon oranında a) 50 çevrimdeki direnç değişimi b) 10 çevrimdeki direnç değişimi c) 50 çevrimdeki R/R <sub>o</sub> 'da meydana gelen değişim d) 10 çevrimdeki R/R <sub>o</sub> 'da meydana gelen değişim .....	170
Şekil 4.156. Geri dönüştürülmüş %30 iGO/SEBS kompozit ile kaplanmış kumaşa ait SEM görüntüleri a) 500x b)10000x .....	171
Şekil 4.157. Geri dönüştürülmüş %30 iGO/SEBS-1 ile kaplanan tekstil sensörünün 20 mm/dk hızında %20 deformasyon oranında a) 50 çevrimdeki direnç değişimi b) 10 çevrimdeki direnç değişimi c) 50 çevrimdeki R/R <sub>o</sub> 'da meydana gelen değişim d) 10 çevrimdeki R/R <sub>o</sub> 'da meydana gelen değişim .....	172
Şekil 4.158. Geri dönüştürülmüş %30 iGO/SEBS-1 ile kaplanan tekstil sensörünün 50 mm/dk hızında %20 deformasyon oranında a) 50 çevrimdeki direnç değişimi b) 10 çevrimdeki direnç değişimi c) 50 çevrimdeki R/R <sub>o</sub> 'da meydana gelen değişim d) 10 çevrimdeki R/R <sub>o</sub> 'da meydana gelen değişim .....	173
Şekil 4.159. Geri dönüştürülmüş %30 iGO/SEBS-1 ile kaplanan tekstil sensörünün 100 mm/dk hızında %20 deformasyon oranında a) 50 çevrimdeki direnç değişimi b) 10 çevrimdeki direnç değişimi c) 50 çevrimdeki R/R <sub>o</sub> 'da meydana gelen değişim d) 10 çevrimdeki R/R <sub>o</sub> 'da meydana gelen değişim .....	173
Şekil 4.160. Geri dönüştürülmüş %30 iGO/SEBS-1 ile kaplanan tekstil sensörünün 100 mm/dk hızında %5 deformasyon oranında a) 50 çevrimdeki direnç değişimi b) 10 çevrimdeki direnç değişimi c) 50 çevrimdeki R/R <sub>o</sub> 'da meydana gelen değişim d) 10 çevrimdeki R/R <sub>o</sub> 'da meydana gelen değişim .....	174
Şekil 4.161. Geri dönüştürülmüş %30 iGO/SEBS-1 ile kaplanan tekstil sensörünün 100 mm/dk hızında %10 deformasyon oranında a) 50 çevrimdeki direnç değişimi b) 10 çevrimdeki direnç değişimi c) 50 çevrimdeki R/R <sub>o</sub> 'da meydana gelen değişim d) 10 çevrimdeki R/R <sub>o</sub> 'da meydana gelen değişim .....	175
Şekil 4.162. Geri dönüştürülmüş %30 iGO/SEBS-1 ile kaplanan tekstil sensörünün 100 mm/dk hızında %15 deformasyon oranında a) 50 çevrimdeki direnç değişimi b) 10 çevrimdeki direnç	



değişimi c) 50 çevrimdeki R/R.'da meydana gelen değişim d) 10 çevrimdeki R/R.'da meydana gelen değişim ..... 175  
Şekil 4.163. %30 iGO/SEBS-1 ile kaplanmış tekstil sensörünün a) 100 mm/dk hızında %10, %20, %30, %40 oranındaki deformasyon altındaki çevrimsel mekanik davranışı b) 100 mm/dk hızında %5, %10, %15, %20 oranındaki uzama altındaki çevrimsel mekanik davranışı ... 176

## TABLolar DİZİNİ

Tablo 3.1. Grafen oksit üretimi sırasında kullanılan malzemeler ve cihazlar .....	37
Tablo 3.2. Kompozit üretimi sırasında kullanılan malzemeler ve cihazlar .....	40
Tablo 3.3. Kompozit filmlerin üretim koşulları .....	42
Tablo 3.4. Giyilebilir sensör üretimi sırasında kullanılan malzemeler ve cihazlar .....	50
Tablo 4.1. Grafit, grafen oksit ve indirgenmiş grafenoksite ait XRD verileri .....	61
Tablo 4.2. Grafit, GO, iGO'ya ait XPS verileri .....	62
Tablo 4.3. Grafit, GO ve iGO'ya ait Raman analizi verileri .....	66
Tablo 4.4. Grafit, GO ve iGO'ya ait BET yüzey alanı ve gözenek hacmi verileri .....	66
Tablo 4.5. Polimerlerin T <sub>g</sub> değerleri .....	67
Tablo 4.6. Polimerlerin moleküler ağırlıkları .....	68
Tablo 4.7. SEBS-1 polimerini içeren kompozite ait elastik modül, sekant modülü ve %100, 300 ve 600 uzama değerlerindeki gerilim değerleri .....	80
Tablo 4.8. SEBS-2 polimerini içeren kompozite ait elastik modül, sekant modülü ve %100, 300 ve 600 uzama değerlerindeki gerilim değerleri .....	84
Tablo 4.9. SEBS-3 polimerini içeren kompozite ait elastik modül ve %100, 300 ve 600 uzama değerlerindeki gerilim değerleri .....	85
Tablo 4.10. SEBS-4 polimerini içeren kompozite ait elastik modül ve %100, 300 ve 600 uzama değerlerindeki gerilim değerleri .....	87
Tablo 4.11. SEBS-5 polimerini içeren kompozite ait elastik modül ve %100, 300 ve 600 uzama değerlerindeki gerilim değerleri .....	88
Tablo 4.12. Kompozitlerin sabit gerinim altında 10 dakika bekletilmeleri sonunda gerilimdeki % azalma değerleri .....	90
Tablo 4.13. %25 iGO/SEBS-1kompozitinin %20, %30, %40 ve %50 uzama oranlarında 1., 5., 10. ve 50. çevrim sonundaki deformasyon değerleri .....	91
Tablo 4.14. %30iGO/SEBS-1 kompozitinin %20, %30, %40 ve %50 uzama oranlarında 1., 5., 10. ve 50. çevrim sonundaki deformasyon değerleri .....	92
Tablo 4.15. %25 iGO/SEBS-2 kompozitinin %2, %3, %4 ve %5 uzama oranlarında 1., 5., 10. ve 50. çevrim sonundaki deformasyon değerleri .....	93
Tablo 4.16. %30 iGO/SEBS-2 kompozitinin %20, %30, %40 ve %50 uzama oranlarında 1., 5., 10. ve 50. çevrim sonundaki deformasyon değerleri .....	94
Tablo 4.17. %25 iGO/SEBS-4 kompozitinin %20, %30, %40 ve %50 uzama oranlarında 1., 5., 10. ve 50. çevrim sonundaki deformasyon değerleri .....	95
Tablo 4.18. %30 iGO/SEBS-4 kompozitinin %20, %30, %40 ve %50 uzama oranlarında 1., 5., 10. ve 50. çevrim sonundaki deformasyon değerleri .....	96
Tablo 4.19. %25 iGO/SEBS-5 kompozitinin %20, %30, %40 ve %50 uzama oranlarında 1., 5., 10. ve 50. çevrim sonundaki deformasyon değerleri .....	97
Tablo 4.20. %30 iGO/SEBS-5kompozitinin %20, %30, %40 ve %50 uzama oranlarında 1., 5., 10. ve 50. çevrim sonundaki deformasyon değerleri .....	98
Tablo 4.21. %25iGO/SEBS-1 kompozitinin %20, %30, %40 ve %50 basma oranlarında 1., 5., 10. ve 50. çevrim sonundaki deformasyon değerleri .....	101
Tablo 4.22. %30 iGO/SEBS-1kompozitinin %20, %30, %40 ve %50 basma oranlarında 1., 5., 10. ve 50. çevrim sonundaki deformasyon değerleri .....	101
Tablo 4.23. %25iGO/SEBS-2 kompozitinin %20, %30, %40 ve %50 basma oranlarında 1., 5., 10. ve 50. çevrim sonundaki deformasyon değerleri .....	102
Tablo 4.24. %30 iGO/SEBS-2kompozitinin %20, %30, %40 ve %50 basma oranlarında 1., 5., 10. ve 50. çevrim sonundaki deformasyon değerleri .....	103
Tablo 4.25. %25 iGO/SEBS-4 kompozitinin %20, %30, %40 ve %50 basma oranlarında 1., 5., 10. ve 50. çevrim sonundaki deformasyon değerleri .....	104
Tablo 4.26. %30 iGO/SEBS-4 kompozitinin %20, %30, %40 ve %50 basma oranlarında 1., 5., 10. ve 50. çevrim sonundaki deformasyon değerleri .....	105

Tablo 4.27. %25 iGO/SEBS-5 kompozitinin %20, %30, %40 ve %50 basma oranlarında 1., 5., 10. ve 50. çevrim sonundaki deformasyon değerleri .....	106
Tablo 4.28. %30 iGO/SEBS-5 kompozitinin %20, %30, %40 ve %50 basma oranlarında 1., 5., 10. ve 50. çevrim sonundaki deformasyon değerleri .....	107
Tablo 4.29. Kompozit üretimi sırasında kullanılan kumaşların gramaj ve kalınlık değerleri .	132
Tablo 4.30. Kumaş-1, kumaş-2 ve kumaş-3'e ait %50 uzama oranındaki 1., 5., 10. ve 50. çevrim sonundaki deformasyon değerleri .....	134
Tablo 4.31. Tekstil sensörünün farklı deformasyon oranı ve hızlarındaki basınç altında $R/R_0$ ve GF değerleri.....	139
Tablo 4.32. Tekstil sensörünün farklı deformasyon oranı ve hızlarındaki uzama altında $R/R_0$ ve GF değerleri.....	146
Tablo 4.33. Tekstil sensörünün üç ay sonunda, 100 mm/dk hızında farklı deformasyon oranlarındaki basınç altında $R/R_0$ değerleri .....	154
Tablo 4.34. Tekstil sensörünün altı ay sonunda, 20 ve 100 mm/dk hızında farklı deformasyon oranlarındaki basınç altında $R/R_0$ değerleri .....	154
Tablo 4.35. Tekstil sensörünün üç ay sonunda, farklı deformasyon oranlarında ve hızlarındaki uzama altında $R/R_0$ değerleri .....	159
Tablo 4.36. Tekstil sensörünün altı ay sonunda, farklı deformasyon oranlarında ve hızlarındaki uzama altında $R/R_0$ değerleri .....	159
Tablo 4.37. Yıkanmış tekstil sensörünün 20 ve 100 mm/dk hızında farklı deformasyon oranlarındaki basınç altında $R/R_0$ değerleri .....	165
Tablo 4.38. Yıkanmış tekstil sensörünün 20 ve 100 mm/dk hızında farklı deformasyon oranlarındaki uzama altında $R/R_0$ değerleri.....	168
Tablo 4.39. Geri dönüştürülmüş tekstil sensörünün %20 deformasyon oranında 20, 50 ve 100 mm/dk hızlarında $R/R_0$ değerlerindeki değişim.....	172
Tablo 4.40. Geri dönüştürülmüş tekstil sensörünün %5, 10 ve 15 deformasyon oranlarında 100 mm/dk hızlarında $R/R_0$ değerlerindeki değişim.....	174





## ÖNSÖZ

Giyilebilir elektronikler sağlık takip sistemlerinden, gözetleme ve güvenlik gibi birçok alanda uygulama potansiyeline sahip oldukları için, son yıllarda hem bilimsel hem de ticari anlamda en çok ilgi çeken konulardan birisi haline gelmiştir. Bu kapsamda farklı türde yapılar kullanılabilmesine rağmen, yüzeyi iletken elastomer kompozit ile kaplanmış/basılmış tekstil sensörleri en uygun adaylardan birisi olarak görülmektedir. Bunun en önemli sebepleri esnek yapıları ve gerilim, basınç gibi dış etkenlere karşı hassas elektriksel özellikler sergileyebilmeleridir. Bu projede iletken termoplastik elastomerlerden esnek, konforlu, hafif, kompozit piezorezistif tekstil sensörleri tasarlanmış, üretimi gerçekleştirilmiş ve bu yapıların uzama ve/veya basınç sensörü olarak kullanılabilirliği ve geri dönüştürülebilirliği araştırılmıştır.

Bu proje, 1003 Öncelikli Alanlar Ar-Ge Projeleri Destekleme Programı kapsamında açılan SB0204 Biyomedikal Sensör Teknolojileri çağrısı kapsamında desteklenen 115E016 Numaralı Termoplastik Elastomer Esaslı Giyilebilir Sensörler isimli projedir. Projenin gerçekleşmesini sağlayan TÜBİTAK'a, EEEAG'ye ve projemiz boyunca bize her aşamada yardımcı olan TÜBİTAK çalışanlarına sonsuz teşekkürlerimizi sunarız.



## ÖZET

Bu projede iletken termoplastik elastomer kompozitlerden esnek, konforlu, hafif, kompozit piezorezistif tekstil sensörleri tasarlanmış, üretimi gerçekleştirilmiş ve bu yapıların uzama ve/veya basınç sensörü olarak kullanılabilirliği ve geri dönüştürülebilirliği araştırılmıştır. Proje kapsamında, polimer matris olarak triblok kopolimer olan poli[stiren(etilen-bütülen)-stiren] (SEBS), iletken dolgu maddesi olarak ise indirgenmiş grafen oksit (iGO) kullanılmıştır. İlk aşamada modifiye Hummers yöntemi kullanılarak iGO üretimi gerçekleştirilmiş; iGO'nun morfolojik ve yapısal karakterizasyonu gerçekleştirilmiştir. İkinci adımda iGO'nun SEBS matris içinde homojen bir şekilde dağılması için gerekli karıştırma koşulları belirlenmiştir. Bu işlemde yüksek kayma kuvveti uygulayan özel bir karıştırıcı kullanılmıştır. Üçüncü adımda farklı iGO/SEBS oranlarında kompozit filmlerin üretilmiş; bu filmlerin morfolojik, ısıl, mekanik, elektriksel ve piezorezistif özellikleri karakterize edilmiştir. Dördüncü adımda kaplama malzemesi ve/veya baskı patı olarak kullanılacak olan iGO/SEBS karışımlarının reolojik özellikleri incelenmiştir. Beşinci adımda reolojik açıdan en uygun bileşimlerin kaplama ve/veya baskı ile tekstil yüzeyine aktarılmış ve bu yapıların morfolojik, mekanik, elektriksel ve piezorezistif özellikleri karakterize edilmiştir. Son adımda ise tekstil sensörünün geri dönüştürülebilirliğinin incelenmiştir.

Yapılan bu çalışmalar sonunda iGO/SEBS esnek polimer kompozitlerin hem film hem de giyilebilir elektronik formunda uzama ve/veya basınç sensörü olarak kullanılabilirliği gösterilmiştir. Bunların yanında sensör malzemesinin piezorezistif davranışına polimer cinsi, dolgu maddesi miktarı, uygulanan dış etkinin türü ve büyüklüğü gibi faktörlerin etkili olduğu sonucuna varılmıştır.

**Anahtar Kelimeler:** Piezorezistif sensör malzemeleri, giyilebilir elektronikler, esnek elektronikler, piezorezistif sensörler, tekstil sensörleri, biyomedikal uzama sensörleri, basınç sensörleri



## ABSTRACT

In this project, flexible, comfortable, lightweight piezoresistive textile sensors were designed, fabricated from conductive thermoplastic elastomer composites, and their applicability as strain and/or pressure sensors with their recycling ability were investigated. Within the scope of the project poly [styrene-(ethylene-butylene)-styrene] (SEBS) triblock copolymer was used as polymer matrix and reduced graphene oxide (rGO) was used as conductive filler. In the first step, production of rGO by modified Hummers method and morphological, structural characterization of rGO were carried out. In the second step, optimum mixing conditions for homogeneous dispersion of rGO in SEBS were determined. In this process special high shear mixer was used. In the third step, composite films at different rGO/SEBS ratio were fabricated and their morphological, thermal, mechanical, electrical and piezoresistive properties were characterized. In the fourth step, coating/printing medium (rGO/SEBS) were characterized in terms of their rheological behavior. In the fifth step, the most appropriate compositions were coated/printed on the textile substrates and their morphological, mechanical, electrical and piezoresistive properties were characterized. In the last step, recycling ability of textile sensors was investigated.

At the end of these studies, it was shown that flexible rGO/SEBS composites could be used as pressure and strain sensors in the form of film and wearable electronics. In addition to these, it was also concluded that, polymer type, amount of filler, type and magnitude of the external effect were found to be effective on piezoresistive response of the sensor material.

**Keywords:** Piezoresistive sensor materials, wearable electronics, flexible electronics, piezoresistive sensors, textile sensors, biomedical strain sensors, pressure sensors



## 1. GİRİŞ

Son zamanlarda yapılan çalışmalarda elektriksel açıdan yalıtkan olan polimerlere iletken dolgu maddeleri eklenerek üretilen kompozitlerin birçok farklı alanda kullanıldığı görülmektedir. Bir polimer çeşidi olan termoplastik elastomerler ise yapısında bulundurduğu hem sert hem de elastik bloklar sayesinde yüksek mekanik dayanım ve elastikiyet özelliklerini bir arada taşımaktadır. Bu projede, iletken dolgu maddesi indirgenmiş grafen oksit (iGO); matris olarak da termoplastik elastomer sınıfından poli(stiren-etilen-bütülen-stiren) (SEBS) kullanılmıştır. Böylece iletken, esnek ve mekanik dayanımı yüksek bir kompozit elde edilmiştir. Üretilen kompozit malzemenin elektromekanik özellikleri ve piezorezistif basınç ve uzama sensörlerinde kullanılabilirliği incelenmiştir. Uygun numunelerin belirlenmesinin ardından sensör malzemeleri kumaş üzerine aktarılmış ve piezorezistif özellikleri ve geri dönüştürülebilirlikleri incelenmiştir.

## 2. LİTERATÜR ÖZETİ

Bu projede termoplastik elastomer esaslı iletken kompozitler geliştirilmiş ve bu kompozitlerin piezorezistif özellikleri incelendiği için, literatür özeti aşağıdaki ana başlıklar altında ele alınacaktır.

- Termoplastik Elastomerler
- İletken Kompozitler
- İletken Dolgu Maddeleri, (Grafit, Grafen ve Türevleri)
- Grafen ve Türevlerini İçeren Termoplastik Elastomer Esaslı İletken Kompozitler ve Piezorezistif Sensör Uygulamaları

### 2.1 Termoplastik Elastomerler

1960'lı yıllarda hayatımıza girmeye başlayan termoplastik elastomerler (TPE), hem kauçuk hem de termoplastiklerin özelliklerine sahip olan polimerlerdir. TPE'ler kauçuk gibi elastikiyet gösteren; termoplastikler gibi ısı ile işlenebilen polimerik malzemelerdir. Klasik bir TPE erime sıcaklığının altında kauçuk gibi elastiktir. Bu davranışın nedeni TPE'lerin sahip oldukları kimyasal yapısı ve morfolojisidir. Bunun yanında TPE'ler yeniden işlenebilme özelliğine de sahiptir. Yeniden işlenebildiği için termoset kauçukların aksine defalarca kullanılabilir. Bu yüzden hem ekonomik hem de çevresel açıdan önemli avantajlar sağlamaktadır ve termoset kauçuklara kıyasla tüketim açısından endüstride daha yüksek bir büyüme hızına sahiptir (Drobny, 2007).

#### 2.1.1 Termoplastik Elastomer Çeşitleri

Üç temel TPE çeşidi bulunmaktadır (Drobny, 2007):

- Termoplastik vulkanizeler olarak adlandırılan vulkanize kauçuk/plastik karışımları
- Kauçuk/plastik karışımları ve
- Blok kopolimerler

##### 2.1.1.1 Termoplastik Vulkanizeler (TPV)

TPV ilk olarak Fisher tarafından gerçekleştirilen dinamik vulkanizasyon işlemi ile hazırlanmıştır fakat Fisher etilen propilen dien monomer (EPDM) kauçuk fazını tam kürleştirememiştir. Coran ve Patel, polipropilen (PP) kullanarak tam olarak kürleşmiş EPDM/PP TPV elde etmeyi başarmıştır. TPV, bir termoplastik ile tam olarak çapraz bağlanmış kauçuğun (örneğin vulkanize) karışımından oluşmaktadır. Burada termoplastik sürekli faz olup çapraz bağlı kauçuk onun içinde dağıtılmış fazdır. TPV eldesinde kullanılan dinamik vulkanizasyon yönteminde kauçuk, termoplastik faz ile karıştırma işlemi süresince çapraz bağlanma işlemi gerçekleştirilmektedir. Kauçuk fazın çapraz bağlanma oranı hemen hemen %100 olup bu yüzdelik değer 95'in üzerinde olması gerekmektedir. Böylece iyi bir akma direnci ve eski

haline dönme (rezilyans) özellikleri gözlenmektedir. Vulkanizasyon işleminden ötürü TPV'lerin özellikleri termoset kauçuklara benzemektedir. TPV esaslı ürünler ekstrüzyon veya enjeksiyonla kalıplama yöntemleriyle üretilmektedirler ve genellikle elastomerik eşyalar, polipropilen ve polietilen (PE) plastiklerde darbe mukavemeti artırıcı olarak kullanılmaktadır. Bunların yanında otomotiv endüstrisinde hortum kaplamaları, contalar, bagaj ve pencere contaları, vibrasyon emiciler, ateşleme tertibatı bileşenlerinde; inşaat uygulamalarında tavan ve yer dekorasyonu, pencere profillerinde; elektrik-elektronik alanında ise; kablo izolasyonunda yaygın bir şekilde kullanılmaktadır (Drobny, 2007). TPV'ler çapraz bağlanma sonucu rijit bir yapıya büründükleri için piezorezistif sensör uygulamalarında beklenen rezilyans özelliklerini sergilemeyebilirler. Bu yüzden bu amaçla kullanıma çok sık rastlanmamaktadır.

### **2.1.1.2 Kauçuk/Plastik Karışımları**

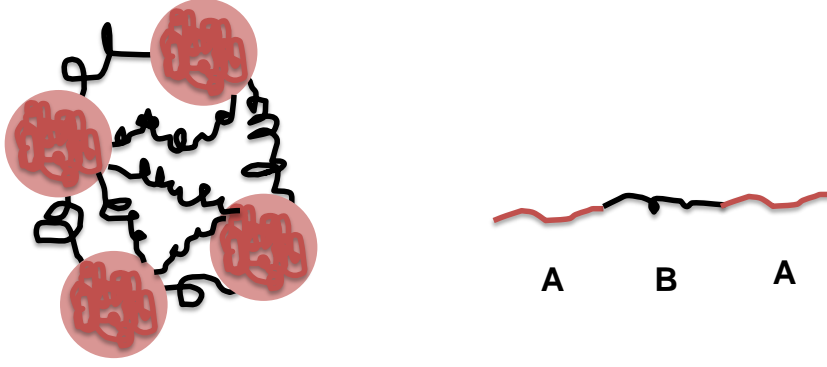
Termoplastik elastomer eldesinde kullanılan ilk malzemelerden biridir. Bu tür yapılarda termoplastik faz sürekli fazdır. Kauçuk ve polimer birbirleriyle uyumsuz olduğu için faz ayrılması meydana gelmektedir. En çok bilinen kauçuk/polimer karışımı, polipropilen (PP) ile etilen propilen dien monomer (EPDM) veya PP ile etilen-propilenkopolimer (EP) kauçuğu karışımı olup termoplastik olefin (TPO) olarak adlandırılmaktadır. Bu polimerler uyumsuz oldukları için faz ayrışması birçok durumda kaçınılmazdır. Bu yüzden bazı TPO çeşitlerinde EPDM kauçuğu kısmen ya da az oranda çapraz bağ içermektedir. Burada dikkat edilmesi gereken nokta TPO'nun kauçuk faz morfolojisinin kolaylıkla ayarlanamamasıdır. Kauçuk faz tam olarak çapraz bağlanmadığı için yer yer yığılmalar, faz ayrışmaları gözlenmekte veya yüksek kayma hızında gerçekleşen proses sırasında parçalanmalar meydana gelmektedir. Kauçuk parçacıklarının şekli de değişime uğrayabilmektedir. Bu da TPO'ya kolayca akma ve işlenebilme özelliği sağlamaktadır. Enjeksiyonla kalıplama ve ekstrüzyon ile pürüzsüz yüzeyli ürünler elde edilebilmektedir (Drobny, 2007). Kauçuk/plastik karışımları (özellikle TPO'lar) düşük fiyatlı malzemelerdir. Sıcaklıkların çok yüksek olmadığı kullanım alanlarında rahatlıkla kullanılabilirler. Karışımların eldesinde kullanılan polimerler kendi aralarında uyumsuz ise hidrokarbon esaslı yağlar kullanılarak uyumlaştırma yapılabilmektedir (Shukla ve Mathur, 2000). Kauçuk plastik karışımlarının piezorezistif sensör malzemesi olarak yaygın bir şekilde kullanılmamasının sebebi proses sırasında meydana gelen faz ayrışmaları ve bunu önlemek için kullanılan çapraz bağ oluşturma prosesidir. Faz ayrışması dolgu maddesinin yapıda homojen bir şekilde dağılmasını olumsuz bir şekilde etkileyebilmekte ve prosesin tekrar edilebilirlik oranını düşürebilmektedir. Çapraz bağların oluşturulması prosesi ise, hem rijitliği artırabilmekte hem de rezilyansı düşürebilmektedir.

### 2.1.1.3 Blok Kopolimerler

Blok kopolimer yapısındaki TPE'ler hem TPV hem de kauçuk/plastik karışımlarının dezavantajlarını minimize etmek amacıyla kullanılabilir. Üretilen ilk TPE'lerde kullanılan kopolimer molekülleri multi veya üçlü kopolimerik yapıya sahip idi. Bu yapıya sahip kopolimerin uç bloğu kristalleşmekte ve erime sıcaklığının altında kopolimer molekülleri birbirlerine bağlanmaktadır. Böylece çapraz bağlı bir ağ elde edilir. Kristalleşen bloklar arasında amorf ve oda sıcaklığında kauçuğumsu özellikler gösteren merkez blok bulunmaktadır. Bu kauçuğumsu blok kristalleşmez ve daha yumuşak olan sürekli fazı oluşturur. Kauçuğumsu zincirler ve bunların oluşturduğu faz, kristalin alanlar sayesinde bir arada bulunmaktadır. Böylece kopolimer zincirlerinin kristalin kısımları bir nevi sabit, rijit merkezleri oluşturmaktadır. TPE kopolimer deforme olduğunda sert bölgeler özelliklerini büyük oranda korurken yumuşak kauçuğumsu bölgeler kolayca deforme olmaktadır. Bu alanlar çok fazla deformasyona maruz kalmadığı sürece malzeme eski özelliğine kolayca geri dönebilmektedir. Erime sıcaklığının üzerine çıktığında termoplastik bloklar akmaya başlamaktadır. Bu sayede erime sıcaklığında TPE'ler rahatlıkla işlenebilmektedir (Drobny, 2007).

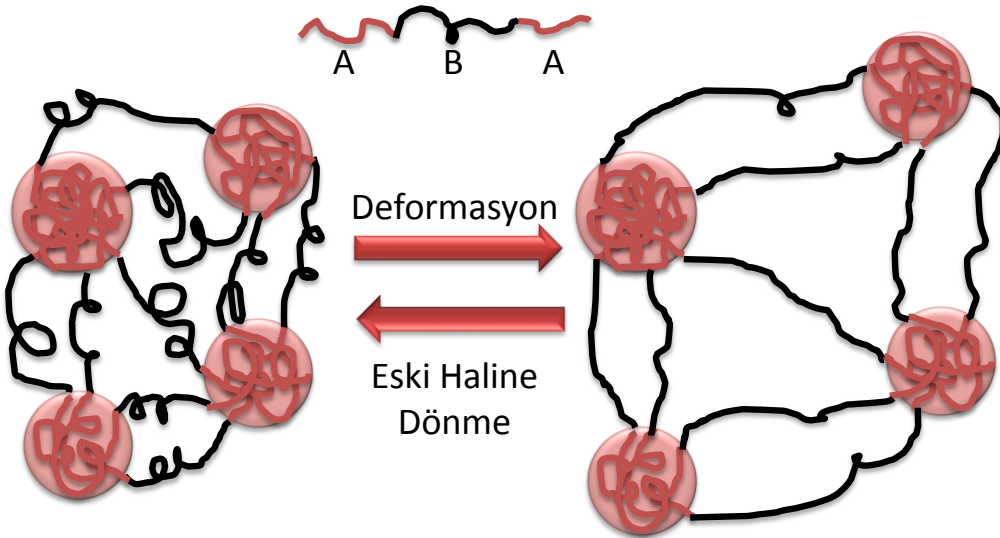
En basit şekliyle TPE malzemeleri X-Y-X blok kopolimer şeklinde gösterilmektedir. Burada X, oda koşullarında sert termoplastiği temsil etmekte olup yüksek sıcaklıklara çıktıkça yumuşamaya başlarken Y de elastomerik fazdır. X'e polistiren, polietilen, polipropilen Y'ye ise polidimetilsiloksan, polibütadien, poliizopren ve poli (etilen-propilen) örnek olarak verilebilir. Birçok polimer çifti farklı yüzey enerjilerine sahip olmalarından dolayı termodinamik açıdan birbirleriyle uyumsuzdur ve sıcaklık artırıldığında faz ayrılması gözlenmektedir. Bu yüzden TPE'ler belli sıcaklık değerinden sonra ısıya karşı direnç gösterememeye başlamaktadır (Drobny, 2007).

X-Y, Y-X-Y (X sert termoplastik; Y ise yumuşak elastomerik faz) gibi yapıya sahip kopolimerler termoplastik elastomer olarak adlandırılmaz. Çünkü TPE'ler belli sıcaklık değerlerinde kararlı yapıda olmalıdır ve elastomer bloğun uçları sert blok tarafından hapsedilmelidir. Bu yüzden Y-X-Y yapısı ile oluşturulan malzemeler vulkanize olmamış sentetik kauçuklar gibi çok zayıf mekanik özellikler göstermektedirler (Drobny, 2007). TPE blok kopolimerin basit bir gösterimi Şekil 2.1'de verilmiştir. Birbiriyle uyumsuz olan termoplastik ve elastomer bloklar arasında mikro faz ayrılması gözlenmekte ve bu yüzden termoplastik zincirler, fiziksel çapraz bağlar oluşturup küre-misel şeklindeki sert kısımları oluşturmaktadır. Her elastomer zinciri amorf halde bu rijit termoplastik kümelerle birbirine bağlıdır, yani bu sert bloklar, orta elastomerik blok için adeta bir çapraz bağ görevi görmektedir. Tüm TPE blok kopolimerler bu davranışı göstermektedir.



**Şekil 2.1.** Blok kopolimer yapısına sahip TPE'lerin genel morfolojisi (Drobny, 2007)

TPE'ler yapılarında kimyasal çapraz bağlar yerine fiziksel çapraz bağlar bulunmaktadır ve bu nedenle geri dönüşümü yani eritilebilir ve çözünür olduğundan tekrar şekillendirilmesi mümkündür. Fiziksel çapraz-bağlar esnek molekülleri birbirine kenetleyerek ağı yapıyı oluşturmakta ve zincirlerin birbirleri üzerinden kaymasını engellemektedir (Şekil 2.2) (Shanks ve Kong, 2012b; Shanks, 2013).



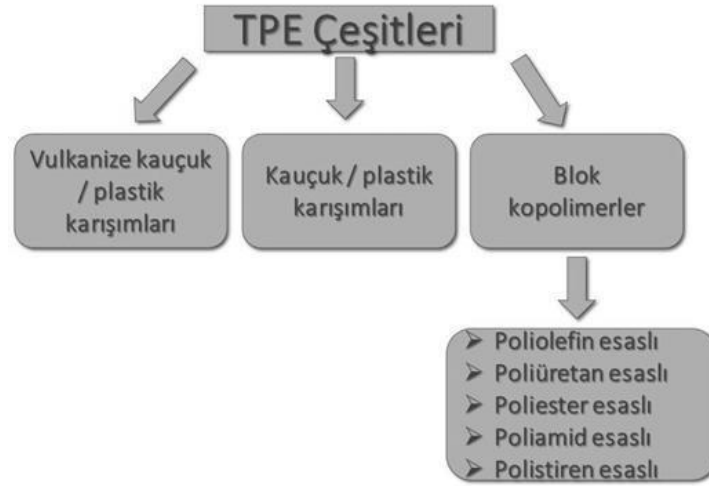
**Şekil 2.2.** Blok kopolimer yapısına sahip TPE ve TPE'nin deformasyon sırasındaki davranışı (Drobny, 2007)

Bu bağların oluşması için iki farklı yapıdan oluşan, iki fazlı bir yapı gerekmektedir. Bunlardan birisi elastomerik bileşen diğeri de elastomerin hareketini sınırlandıran ve fiziksel çapraz bağlanmaların oluşmasını sağlayan termoplastik, rijit (sert) fazdır. TPE'ler oda sıcaklığında rijit haldedir. Termoplastik fazların erimeleri veya herhangi bir çözücünde çözünmeleri durumunda polimer rijit yapısını kaybetmekte ve akışkan hale geçmektedir. Sıcaklık düşürüldüğünde veya çözücü uzaklaştırıldığında termoplastik zincirler arasında yeniden fiziksel çapraz bağlar



oluşmakta ve bu kısımlar yeniden rijit bir hal almaktadır. Termoplastik davranıştan elastomerik davranışa geçiş tamamen tersinirdir, yani konvansiyonel elastomerlerin aksine, termoplastik elastomerler ısıtılarak ve çözülerek termoplastikler gibi defalarca işlenebilir, bir başka deyişle kolaylıkla geri-dönüştürülebilirler (Shanks ve Kong, 2012b; Shanks, 2013).

Şekil 2.3'de gösterildiği gibi, blok kopolimerler sahip oldukları kimyasal yapıya göre farklı sınıflara ayrılmaktadır (Drobny, 2007).



**Şekil 2.3.** TPE sınıflandırması şematik gösterimi (Drobny, 2007)

#### 2.1.1.3.1 Poliolefin Esaslı Blok Kopolimerler

Bu TPE grubu oldukça yenidir. Genellikle bu grup polialkenler olarak da adlandırılmaktadır. Poliolefinler uzun hidrokarbon zincirlerine sahiptir. Genel formülü  $C_nH_{2n}$  olan alken monomerinin reaksiyonuyla elde edilmektedir. En sık kullanılan çeşitleri ise düşük ve yüksek yoğunluklu polietilen, polipropilen ve polimetilpentendir (Amin ve Amin, 2011).

Poliolefin blok kopolimerleri şeffaf ve amorfudur. Kimyasal olarak inert, aşırı esnek, toksik değil ve çok hafiftir. Tüm çözücülere karşı dirençlidir. Camı geçiş sıcaklıkları  $140^\circ\text{C}$ 'nin üzerinde olabilmektedir. Şekillendirme için genellikle enjeksiyonla kalıplama yöntemi kullanılmakta olup film veya kablo gibi malzemeler üretilebilmektedir. Filmler genellikle gıdaların ve ilaçların blister formunda ambalajlanmasında kullanılmaktadır. Ayrıca kamera lensleri, projektör, LCD monitörleri, kontakt lens ve sağlık alanında kullanılan takviyelendirilmiş tüp veya borularda da kendine yer bulmaktadır (Amin ve Amin, 2011).

#### 2.1.1.3.2 Poliüretan Esaslı Blok Kopolimerler

Amorf polimerlerdir. Yüksek ve düşük sıcaklıklarda performansları oldukça iyi olup elastik ve şeffaftırlar. Camı geçiş sıcaklıkları  $190^\circ\text{C}$ 'nin üzerinde olabilmektedir. Sert ve yumuşak

segmentler birbirlerine kovalent bağlarla bağlanmıştır. TPE'lerin bu çeşidi mekanik darbe, yağ, makine yağı ve aşınmaya karşı çok iyi dayanıma sahiptir (Amin ve Amin, 2011).

### **2.1.1.3.3 Poliester Esaslı Blok Kopolimerler**

Poliester isimlerini sahip oldukları ester grubundan almaktadır. Kopolimerler şeffaf ve kristalindir. Camı geçiş sıcaklıkları 185-220°C'yi geçebilmektedir. Mekanik ve çekme dayanımları çok iyidir. Hemen hemen tüm çözücü ve kimyasallara karşı dayanıklıdır. Ucuz olmakla beraber büyük hacimde üretilebilmektedirler. Maliyetleri düşüktür ve endüstriyel, ticari, medikal alanlar ve içecek sektöründe sıklıkla kullanılmaktadırlar (Amin ve Amin, 2011).

### **2.1.1.3.4 Poliamid Esaslı Blok Kopolimerler**

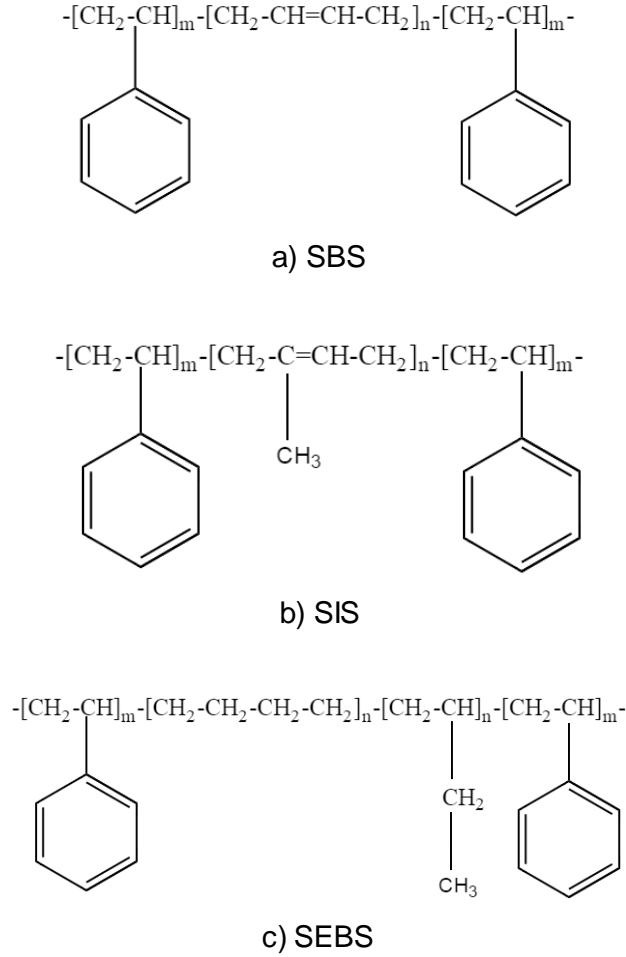
Tekrarlanan amid birimlerinden oluşmakta olup her biri farklı elastomere bağlanmaktadır. Amid grubunun genel formülü  $\text{CONH}_2$  şeklindedir. Poliamidler (PA) amorf ve opaklardır. Sıcaklık, elektriksel ve mekanik gerilim, ateş ve kimyasallara karşı çok iyi dayanım gösterirler. Camı geçiş sıcaklıkları 220-275°C'yi geçebilmektedir. En sık kullanılan poliamid çeşitleri PA6, PA 6.6 (ya da Naylon) ve PA 4.6'dır. PA'lar yüksek sıcaklıklarda yüksek akışkanlık özelliği gösterirler ve bu sebeple de ince parçaların kalıplanması için en iyi yöntem enjeksiyonla kalıplama yöntemidir (Amin ve Amin, 2011).

### **2.1.1.3.5 Polistiren Esaslı Blok Kopolimerler**

Polistirenler, TPE'lerin en geniş sınıfıdır. Farklı sertlik değer aralıklarında üretilebilmektedir. Stirenik blok kopolimerler opak ve amorfur. Sahip oldukları elastomerik segmentler kısa zincirlerden oluşmaktadır. Çok ucuz olmakla birlikte köpük ve ambalaj sektöründe kullanılmaktadırlar. Polimerin camı geçiş sıcaklığı yapısına bağlı olarak 95°C'nin üzerinde olabilmektedir. Polar çözücülere karşı dayanım gösterirken polar olmayan çözücülerde çözünmektedirler. Stiren ile bütadien, izopren ile de etilen-bütülen sıklıkla kullanılmaktadır. Bu yapılar da Şekil 2.4'de verilmiştir (Amin ve Amin, 2011).

Polistiren bloğuna farklı yapıdaki elastomerler bağlanabilmekte ve blokların özelliklerine göre farklı yapılar elde edilmektedir. Stiren bloğu ile genellikle bütadien (SBS), izopren (SIS) ve etilen-bütülen (SEBS) kullanılmaktadır. Bunlardan en çok kullanılanlar bütadien elastomer orta bloğu içeren stiren-bütadien-stiren (SBS) ve etilen-bütülen elastomerik orta bloğunu içeren SEBS'tir. SEBS'in SBS'ye göre önemli avantajları bulunmaktadır. SBS'de bulunan doymamış (çift bağ içeren) bütadien blokları oksidasyon, ultraviyole ışık ve ozon gibi dış etkilere karşı hassastır bu yüzden teknik ürünlerde çok tercih edilmemektedir. SEBS ise doymuş yapıda (çift bağ içermeyen) etilen-butilen (EB) elastomerik orta bloğunu içerir ve yapısındaki EB blokları

yüzünden SBS'ye kıyasla daha zorlu koşullara ve yüksek sıcaklıklara dayanabildiği için, daha özel uygulamalarda kullanılmaktadır (Shanks ve Kong, 2012b; Shanks, 2013).

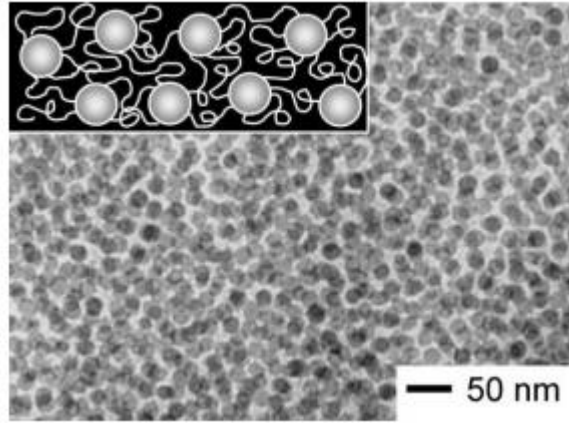


**Şekil 2.4.** Stiren blok kopolimerlerin kimyasal yapısı a) SBS b) SIS c) SEBS (Kear, 2003)

Bu projede stiren içeren blok kopolimerlerden SEBS kullanıldığı için, SEBS polimeri ile ilgili daha ayrıntılı bilgi verilmiştir.

Sertlik, aşınma dayanımı, çekme mukavemeti, yüksek oranlarda uzayabilme, basınç altında parçalanmadan deforme olabilme gibi özelliklerinin iyi olmasından dolayı SEBS'ler sıkça kullanılan TPE çeşitlerinden biridir (Kear, 2003). SEBS (stiren-etilen-bütülen-stiren) ısı bozunma ve ultraviyole ışınlarına karşı mükemmel direnç gösteren üç bloklu kopolimer olan termoplastik bir elastomerdir. Şekil 2.4'de görüldüğü gibi stiren ve etilen-bütülen bloklarından oluşmaktadır. Yapısında bulunan etilen-bütülen blokları elastomerik özellik kazandırırken, stiren blokları birbirleri arasında oluşturdukları fiziksel çapraz bağlar sayesinde sert fazı oluşturmakta ve malzemeye mekanik dayanım sağlamaktadır. SEBS yaygın olarak biyomimetik jellerde, darbe absorlayıcı ürünlerde, yapıştırıcılarda, sensörlerde, kaplama ve

kablo yalıtımı gibi birçok alanda kullanılmaktadır. Bu uygulamaların yanında çeşitli yapısal modifikasyonlar ve/veya karışımlar ile performansı geliştirilebilmektedir (Niu vd., 2013). Stiren esaslı termoplastik elastomerlerde, bloklar termodinamik olarak uyumsuzdur ve birbirleriyle karışmadıkları için farklı fazlar oluşmaktadır. Stiren-etilen-bütülen-stiren kopolimerindeki elastomer toplam hacmin  $\sim 2/3$ 'ünden fazla ise Şekil 2.5'deki gibi bir yapı ortaya çıkmaktadır. Buradaki polistiren uç segmentleri ayrık küresel alanlar oluşturup, sürekli faz olan elastomer içerisinde dağılmaktadır. Bu grupta birçok polimer molekülünün uç grupları polistirendir ve oda sıcaklığında, polistirenli alanlar serttir. Bu kısımlar fiziksel çapraz bağ gibi davranıp elastomerik zincirleri üç boyutlu ağda birarada tutmaktadır. Bu yapı sülfür ile çapraz bağlanmış vulkanize kauçuklarla oluşturulan ağ ile benzerlik göstermektedir. Temel fark, vulkanize kauçuklarda kimyasal çapraz bağlar varken, TPE'deki çapraz bağların fiziksel olmasıdır. Bu yüzden TPE malzeme ısıtıldığında ya da çözücü içerisinde çözündürüldüğünde dayanım kaybı meydana gelmektedir. Malzeme soğutulduğunda ya da çözücü uçurulduğunda stiren içiren kısımlar sertleşmekte ve ağ orijinal bütünlüğünü geri kazanmaktadır (Kear, 2003; Shankar vd., 2007).



**Şekil 2.5.** SEBS polimerine ait TEM görüntüsü (Shankar vd., 2007)

Özetlemek gerekirse, termoplastik elastomerlerin kolayca işlenebilmeleri, üstün mekanik özellikleri, yüksek uzama yetenekleri, esneme sonrası eski hallerine kolayca geri dönebilmeleri, yüksek rezilyansa (uzun süre elastikiyet özelliğini koruması) sahip olmaları, çevre dostu olmaları ve konvansiyonel elastomerlerden farklı olarak kolaylıkla geri dönüştürülebilme yani tekrar işlenebilme gibi avantajları yüzünden kullanımları her geçen gün artmaktadır. İstenilen uygulamaya göre termoplastik elastomerlerde farklı polimer mimarisinin (termoplastik blok/elastomer blok oranı, ve molekül ağırlığı) oluşturulabilmesi de diğer avantajlarındandır.

### 2.1.2 Termoplastik Elastomerlerin Isıl ve Mekanik Özellikleri

TPE'ler yapılarına, barındırdıkları polimer bileşenlerine ve bunların oranına bağlı olarak farklı özellikler göstermektedir. Bilindiği gibi, her polimerin camsı geçiş ve erime sıcaklığı gibi ısı özellikleri farklıdır ve bu durum TPE'nin hangi sıcaklık değerinde eridiğini, işlendiğini belirlemektedir. Yine benzer şekilde her bileşenin mekanik özellikleri farklı olduğu için TPE'nin nihai mekanik özelliği birçok değişkene bağlı olmaktadır (Amin ve Amin, 2011).

Aynı molekül ağırlıklara sahip homopolimerlere kıyasla TPE'ler daha yüksek erime noktası ve çekme dayanımına sahiptir. Bunun sebebi, daha önce açıklanmış olan iki fazın bulunmasıdır. Termoplastik içeriği ve moleküler ağırlığı sabit tutulup elastomer oranı değiştirilirse termoplastiğin çekme dayanımında önemli bir değişme gözlenmemektedir. Bu da çekme dayanımının kullanılan elastomer içeriğinden bağımsız olduğunu göstermektedir. Çekme dayanımı kullanılan elastomerin bileşimi, sert fazın oranı ve fazların birbiri ile olan etkileşimleri ile ilişkilidir. Sert faz arttırıldıkça ürün ilk önce kuvvetli elastomer daha sonra daha rijit bir elastomer ve son olarak da sert esnek plastik hale dönüşmektedir (Amin ve Amin, 2011). Sert fazın oranı ayrıca TPE'nin erime noktası ve ısı kararlılığını da etkilemektedir. TPE yapısında bulunan elastomerin miktarı ve çeşidi kimyasal dayanımında önemli rol oynamaktadır. Etilen gibi polar elastomerler de yağ direncini arttırmaktadır (Drobny, 2007).

Her malzemede olduğu gibi TPE'ler arasında da özellikler bakımından farklılıklar bulunmaktadır. Bazıları çok yumuşak ve kauçuğumsu iken bazıları daha sert ve toktur. Bu farklılığın temel sebebi, TPE'nin yapısında bulunan blokların cinsi ve oranıdır. Bu yüzden bir TPE'nin belirli sıcaklık aralığında modülü incelendiğinde üç farklı bölge ile karşılaşmaktadır. Çok düşük sıcaklıklarda her iki faz da serttir ve bu yüzden malzeme kırılmalıdır. Daha yüksek sıcaklıklarda elastomer faz yumuşamaya başlamakta ve TPE klasik vulkanize kauçuğa benzemektedir. Sıcaklık biraz daha arttırıldığında, modül sabitlenmekte ve TPE akışkan hale gelmektedir. Bu sebepten TPE'lerde işlenebilirlik açısından iki önemli sıcaklık vardır. Düşük servis sıcaklığı elastomer fazın camsı geçiş sıcaklığı ( $T_g$ )'sine, daha yüksek servis sıcaklığı ise sert fazın  $T_g$  ve erime sıcaklığına ( $T_m$ ) bağlıdır (Drobny, 2007).

### 2.1.3 Termoplastik Elastomerlerin Elektriksel Özellikleri

Termoplastik elastomerler elektriksel açıdan yalıtkan polimerlerdir. Bu yüzden elektriksel uygulamalarda yalıtkan malzeme olarak kullanılmaktadır. Elektriksel açıdan yalıtkan olan bir malzemenin performansı dielektrik bozunma dayanımı ile belirlenmektedir. Bu bozunma dayanımı frekans, uygulanan voltajın dalga şekli, nem miktarı, sıcaklık, kısmi yükler, malzemenin safsızlığı, kalınlığı, dielektrik sabiti ve hacimsel öz direncine bağlı olarak değişmektedir. Bir malzemenin elektriksel yalıtım amaçlı kullanılabilmesi için düşük öz ağırlık, iyi mekanik, kimyasal ve ısı dayanımlı, yüzey sızdırma direnci yüksek, hidrofobik, kolay işlenebilme gibi özelliklere sahip olması gerekmektedir. Bu özelliklerin hepsi TPE'lerde

bulunabilmektedir. 1990'lı yılların sonuna doğru da TPE'ler ilgi görmeye başlamıştır. Bu malzemeler özellikle iç ve dış uygulamalar, makine ve kablo yalıtımlarında sıklıkla kullanılmaktadır. Bu uygulamalarda genellikle olefinik blok kopolimerler büyük rağbet görmektedir. Bunlar arasında PE esaslı olanlar, yüksek ve orta voltajlı yeraltı kablolarının yalıtımında kullanılmaktadır. Poliester ve poliamidler genellikle bobinlerin iletken kablolarının dışlarının kaplanmasında ve elektrikli cihazlarda kullanılmaktadır. Motor üretiminde cam takviyeli poliamid ve poliester esaslı TPE'ler kullanılabilir. Poliester esaslı TPE'lerin boyutsal kararlılıkları iyi olmakla beraber ısı deformasyonuna sebep olan etkenlere karşı da yüksek direnç göstermektedirler (Amin ve Amin, 2011).

TPE'lerin elektriksel iletkenlik sergilemeleri için, iletken bir malzeme ile karıştırılıp, kompozitlerinin üretilmesi gerekmektedir. Literatür incelendiğinde iletken TPE kompozitlerde dolgu maddesi olarak genellikle karbon esaslı dolgu maddeleri kullanılmıştır. Bu kompozitlerle ilgili ayrıntılı bilgi sonraki kısımlarda verilecektir.

## 2.2 İletken Kompozitler

Elektriksel direnç bir malzemenin elektron akımına karşı göstermiş olduğu dirençtir. Bir başka deyişle akımın malzemenin yapısından geçmemesi için ortaya çıkan negatif bir etkidir. SI birimi ohm ( $\Omega$ )'dur. Düşük elektriksel dirence sahip bir malzemenin elektriksel iletkenliğinin iyi olduğu sonucuna varılmaktadır. Elektriksel iletkenlik ise direncin tam tersidir ve akımın bir malzemenin içinden ne kadar kolay bir şekilde ilerleyebildiğinin göstergesidir. SI birimi ise Siemens (S)'dir. Polimer esaslı malzemelerde elektriksel iletkenlik temelde iki şekilde gerçekleşmektedir. Birincisi; **iletken polimerler**, ikincisi ise; **iletken polimer kompozitlerdir**. İletken polimerler hem polimer hem de yarı iletken veya metal özelliklerine sahip olan malzemelerdir. Kimyasal, fiziksel ve mekanik açıdan polimer gibi davranırken (esneklik, elastisite, tokluk, işlenebilirlik), elektriksel bakımdan yarı iletken veya metal gibi davranmaktadırlar. İletken polimerler konjuge yapı iskeletine sahip olup,  $sp^2$  hibritleşmesi gösteren karbonlardan oluşan bir yapıya sahiplerdir. En basit konjuge yapıya sahip olan polimer poliasetilendir  $(-CH=)_x$ . Asetilende düzlemde  $sp^2$  hibritleşmesi gerçekleşmekte ve üç sigma orbitali bulunmaktadır. Bunlardan ikisi komşu karbonlara bağlanırken, üçüncü sigma orbitali bir hidrojen atomuna bağlanmaktadır. Dördüncü elektron da p orbitalinde yer almaktadır. Yapıdaki elektronlardan ayrı duran tek elektron polimere bazı elektriksel özellikler kazandırmaktadır. İletken polimerdeki, akımın yapıdan ilerlemesi konjuge çift bağlar sayesinde olmaktadır.

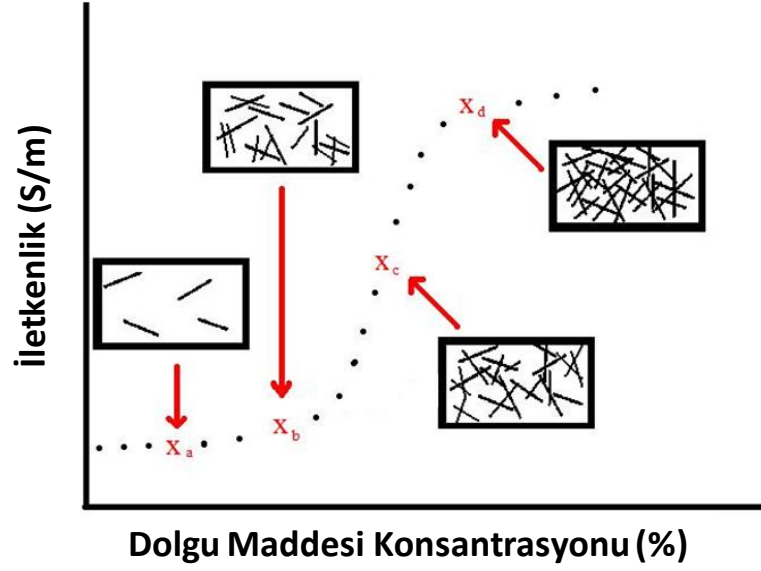
İletken polimer kompozitlerde (İPK) durum daha farklıdır. Polimerik yapıya iletken faz ilavesi ile akımın ilerleyebileceği bir ağ yapısı oluşturulmaktadır. İPK'ler en az bir tane polimer matris ve iletken fazdan (organik/inorganik dolgular) oluşmaktadır. Polimerler iletken malzemelerle karşılaştırıldığında hem kolay işlenebilir, ucuz ve hafif hem de çok iyi fiziksel ve kimyasal

özelliklere sahip kompozitler elde edilmektedir. İletken polimer kompozitler anti-statik kaplamalarda, elektromanyetik kalkanlama uygulamalarında, iletken yapıştırıcılarda ve piezorezistif sensörler gibi birçok farklı alanda kullanılmaktadır. Elektriksel iletkenlik içerisinde belirli oranda iletken parçacık içeren her malzemede belirli düzeyde gözlenmektedir. Bileşenlerine bağlı olarak her kompozit farklı elektriksel özellikler sergilemektedir. Dolgu ve polimer matris özellikleri, işleme koşulları ve diğer önemli faktörler iletkenliğin derecesini ve mekanizmasını etkilemektedir (Toprakci, 2012).

Kompozitler fiziksel veya kimyasal olarak birbirinden farklı iki veya daha fazla malzemenin birleşiminden oluşmaktadır. Bileşenler bir arada olsalar bile birbirlerinin yapılarına tam olarak katılmayıp veya birbiri içinde tamamen çözünmeyip belirli seviyede ayrı kalmaktadırlar. Temelde farklı boyutlarda (makro, mikro, nano faz ayrışması) da olsa en az iki faz ortaya çıkmaktadır. Dolgular sistemde yük taşıyıcı görevi görüp elektriksel özellikleri etkilemektedirler. Dolgunun türü, aspek oranı, matris içindeki dağılımı, konsantrasyonu, yüzey özellikleri gibi faktörler İPK'lerin elektriksel karakterini önemli derecede etkilemektedir. Bunlardan en önemlisi dolgu maddesi konsantrasyonudur. Dolgu konsantrasyonu kompozitteki dolgu miktarının bir ölçüsü olup yüzdesel ağırlık, yüzdesel hacim veya yüzde parça olarak ifade edilmektedir. Dolgu konsantrasyonu da polimerik kompozitin özelliklerini etkilemektedir. Bu faktör dolgu-dolgu ve dolgu/polimer etkileşimine yön vermektedir. İletkenlik-konsantrasyon arasındaki ilişki üç temel bölge ile anlatılmaktadır (Mullins, 1948). Bu durum Şekil' 2.6'da verilmektedir.

- 1) Saf polimer ve eşik değeri konsantrasyonu arasındaki bölge
- 2) Yalıtıktan iletkenliğe geçilen geçiş bölgesi
- 3) İletkenlik bölgesi

İlk bölgede ( $x_a$ ) dolgu maddeleri kümelenmiş halde ve rastgele dağılmışlardır. Bu konsantrasyonda dolgular birbirlerine yeterince yakın değildir, iletkenlikteki değişiklik önemsizdir. İkinci bölgede artan konsantrasyonla birlikte, kompozit iletkenliğinde ani bir değişim olmaktadır. Bu bölgede dolgu maddesi konsantrasyonu arttığı için, dolgular birbirlerine yaklaşmaya başlamaktadır ( $x_b$ ). Bunun akabinde kompozit iletkenliğinde önemli bir artış meydana gelmektedir ( $x_b-x_c$ ). Bu ciddi artışın meydana geldiği konsantrasyon aralığına perkolasyon konsantrasyonu (iletkenliğe geçiş konsantrasyonu, eşiği) Üçüncü bölgede ( $x_d$ ) kompozit iletkenliğinde önemli ölçüde değişim olmaz. Birbirinden farklı İPK'ler farklı perkolasyon eşik değerlerine sahip olmalarına rağmen iletkenlik davranışları benzerlik göstermektedir (Toprakci, 2012).



**Şekil 2.6.** İletken kompozitlerdeki perkolasyon davranışı (Toprakci, 2012)

Polimer çeşidi İPK iletkenliğini etkileyen bir diğer önemli bir faktördür. Bu konu hakkında literatürde polimer karışımları, elastomerik, amorf, yarı kristalin, sıvı kristalin, termoplastik ve termoset polimerler kullanılarak birçok çalışma yapılmıştır. Polimer türüne bağlı olarak, dolgu-matris etkileşimi iletkenlikte önemli bir yer tutmaktadır. Bu etkileşimde dolgunun matris içerisindeki dağılımının yanında, matrisin molekül ağırlığı (Wessling, 1991; Du vd., 2004) ve kristalinitesi (Wessling, 1991) de etkili olmaktadır. Buna ilaveten polimer matrisin polarite ve yüzey gerilimi de kompozitin iletkenliğini etkileyen önemli etmenlerdendir (De ve White, 1996; Huang ve Wu, 2000; Al-Saleh ve Sundararaj, 2009; Toprakci, 2012).

Polimerin molekül ağırlığı, polimer zincirindeki tekrarlanan birim sayısına bağlıdır ve bu özellik, camsı geçiş sıcaklığı ( $T_g$ ), erime sıcaklığı ( $T_m$ ), zincir hareketliliği, eriyik viskozitesi, makromoleküler zincirlerin dolaşıklık oranı, mekanik özellikler gibi fiziksel özellikleri belirlemektedir (Du vd., 2004). Literatür incelendiğinde, tam bir genelleme olmasa da, yüksek molekül ağırlıklı polimerlerde genellikle daha yüksek perkolasyon eşik değeri gözlenmiştir. Bunun sebebi zincir dolaşıklığının fazla olup zincir hareketliliğinin düşük olmasıdır. Dolgu maddeleri matris içerisinde homojen bir şekilde dağılmakta zorlanmakta ve böylece iletken ağ oluşum olasılığı düşmektedir. Polimer kristalinitesi de fiziksel, mekanik ve elektriksel özellikleri etkilemektedir (Tjong vd., 2008). Benzer şekilde tam bir genelleme yapılamasa da, yüksek kristaliniteye sahip polimerlerde genellikle daha düşük perkolasyon eşik değeri gözlenmiştir. Bu da şu şekilde yorumlanabilir: kristalin polimerler dolgu maddelerinin amorf bölgeler arasındaki dağılımını kısıtlamakta ve temas oranını arttırmaktadır (Toprakci, 2012).

Elektrik iletkenliğini etkileyen diğer faktörler arasında polimerin polarite ve yüzey enerjisidir. Bu iki özellik kimyasal yapı, uç grup sayısı, yoğunluk, molekül ağırlık, polimer morfolojisi,



sistemdeki bileşenler, işleme sıcaklığı gibi faktörlere bağlıdır. Polimer adhezyonu, dolgu maddesinin dağılımı, dolgu-dolgu mesafesi ve arayüzey tabakasını etkilemektedir (Sau vd., 1998; Toprakci, 2012).

Polimer işleme yöntemi, kompozitin nihai özellikleri açısından çok önemli bir parametredir. Proses tipi ve koşulları dolgu maddesinin matris içinde dağılımını, oryantasyonunu, aspekt oranını (işlem sırasında parçalanma-kırılma vs. olabilir), dolgu-dolgu mesafesini, dolgu konsantrasyonunu ve kompozit homojenitesini etkilemektedir. İPK'nin son kullanım alanına göre işleme çeşidine karar verilmelidir. Eğer kompozit elektriksel bir uygulama alanında kullanılacaksa işlemede perkolasyon davranışını optimize etmek ve eşik konsantrasyon değerini düşürmek amaçlanmalıdır. Optimizasyon yapılırken iyi bir dağılım elde etmek için sert işleme koşulları ve uzun süreye ihtiyaç duyulabilmektedir. Bununla birlikte dağılım mekanizmasına etki eden tek faktör işleme yöntemi ve koşulları değildir. Bu aşamada bileşenlerin cinsi ve fiziksel özellikleri de önemlidir. Eğer Van der Waals kuvveti ve yüksek fiziksel veya elektriksel etkileşimden dolayı dolgu malzemesi agregatlar oluşturuyor ise, iyi bir dağılım elde etmek zorlaşmaktadır (Buschow vd., 2001; Zhang vd., 2007; Pegel vd., 2008; Al-Saleh ve Sundararaj, 2009; Toprakci, 2012).

İPK üretiminde eriyik karıştırma, in-situ polimerizasyon, çözültiden dökme, ısı ve basınç altında kalıplama ve bunların farklı kombinasyonları gibi çeşitli metotlardan yararlanılabilmektedir. Dolgu konsantrasyonuna, karışımın viskozitesi ve polimer işleme koşullarına bağlı olarak karıştırma, yüksek kayma kuvveti altında (high-shear) karıştırma, ultrasonik karıştırma, eriyik karıştırma ve kaotik karıştırma yöntemleri kullanılabilmektedir. Bu prosesler enjeksiyonla kalıplama, ekstrüzyon veya sıcak baskılama gibi işleme yöntemleri ile birleştirilebilmektedir (Buschow vd., 2001; Zhang vd., 2007; Arlen vd., 2008; Pegel vd., 2008; Al-Saleh ve Sundararaj, 2009; Sharma vd., 2009; Balogun ve Buchanan, 2010; Toprakci, 2012).

Dolgu maddesinin özellikleri, matrisin özellikleri ve proses cinsi ve parametrelerinin dışında etki eden faktörler de bulunmaktadır. Bunlar kompozitte elektriksel iletken malzeme dışında kullanılan katkı maddeleri ve çevresel faktörlerdir. Dolgu maddesinin dağılımı, dolgu-matris etkileşimi ve dolgu-dolgu mesafesi değiştirilerek kompozit iletkenliği değiştirilebilmektedir. Bazı sistemlerin istenilen morfoloji ve özelliklerde olması için katkı maddesinin kullanılması gerekmektedir. Katkı maddeleri plastikleştirici (Toprakci, 2012), şişirme ajanı (Motlagh vd., 2008), yüzey aktif madde (Geng vd., 2008), çapraz bağlayıcı, başlatıcı (Tang vd., 2008) gibi farklı yapıda ve fonksiyonda bulunabilmektedir. Bu malzemeler kompozitin fiziksel ve kimyasal bileşimini değiştirdiği için, katkı maddesinin miktarına bağlı olarak iletkenlikte de değişme gözlenmektedir. Katkı maddeleri haricinde çevreden gelen mekanik etkiler (uzama, basınç, vs.) ve çevresel şartlar (sıcaklık % nem vs.) da iletkenliği etkilemektedir (Toprakci, 2012).

### 2.3 İletken Dolgu Maddeleri

İletken dolgular sistemde elektriksel yük taşıyıcı görevini görüp elektriksel özellikleri etkilemektedirler. Literatürde yaygın olarak metalik, organik ve inorganik iletken dolgulardan bahsedilmektedir. Bu dolgulara örnek olarak gümüş (Smith, 1954), nikel, bakır, karbon lifi (KL) (Zheng vd., 2004), karbon siyahı (KS) (Munro vd., 2008), grafit, grafit nanolevha (GN), karbon nanolifler (KNL), karbon nanotüpler (KNT) verilebilmektedir. **Düşük maliyet, işleme kolaylığı, hafiflik, kimyasal ve korozyon direncine sahip olması yönünden karbon esaslı dolgular yaygın olarak kullanılmaktadır.** İletken polimer kompozitlerdeki (İPK) temel farklılık dolgunun elektriksel özellikleridir. Karbon esaslı dolgular grafit dışında genellikle doğal malzemelerin proses edilmesinden (grafitten indirgenmiş grafen eldesi) veya yapay malzemelerden (grafen, karbon nanolif, karbon nanotüp) üretilmektedir. Sahip oldukları özellikler hammaddesinin yapısal hata oranından, duvar kalınlığından, dolgu çapı ve boyundan, işleme koşullarından doğrudan etkilenmektedir. Bu gibi etmenler karbon tabakalarının büyüme mekanizmasını etkilemektedir (Toprakci, 2012).

Karbon atom numarası 6, atom kütlesi 12.011 akb olan ve periyodik tablonun IV-A grubunda bulunan bir elementtir. Karbon elementi evrende, güneşte, yıldızlarda ve atmosferde bolca bulunmaktadır. Güneş sisteminde ise hidrojen, helyum ve oksijenden sonra en çok miktarda bulunan dördüncü element olma özelliğine sahiptir (Pierson, 1993).

Karbon tarih öncesinde keşfedilen bir element olup ilk olarak kömür formunda bulunmuştur. Bu uzun geçmişinden ötürü de eski birçok medeniyet tarafından bilinmektedir. Bu elementin dünyanın yer kabuğundaki bulunma oranı 180 ppm olup genellikle bileşik formlarında karşımıza çıkmaktadır. Bu doğal bileşikler farklı kömür çeşitleri (maden kömürü), hidrokarbonlar (asfalt, petrol) gibi sentetik karbon malzemelerinin eldesinde büyük önem taşımaktadır. Doğada polimorf halde bulunan yalnızca iki karbon minerali bulunmaktadır. Bunlar doğal grafit ve elmadır. Karbon, farklı yöntemlerle birçok kimyasal elementle birleşerek farklı özellikler kazanabilmektedir. Doğal grafit ve elmasın yanında farklı yüzey özelliklerine, boyutlara ve aspek oranına sahip olan, amorf karbon, fuleren, karbon nanotüpleri, karbon nano lifleri ve grafen gibi farklı formlarda üretilebilmektedir (Pierson, 1993).

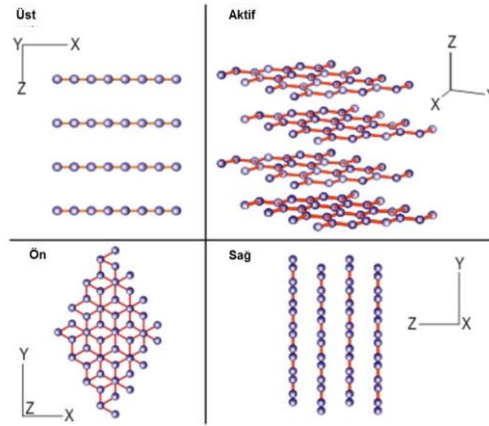
Diğer elementlere kıyasla karbonun polimorf (ya da allotrop) gibi birçok farklı formda bulunmasından ötürü terminolojisinde hala bir karışıklık mevcuttur. Bu yapılar tamamen karbondan oluşmakta olup farklı fiziksel özelliklere sahiptir. Bu sebeple karbon birçok farklı isme sahiptir: grafit, elmas ve elmasa benzeyen bir form olan lonsdaleite, fuleren gibi. Karbon terimi sadece elementi ifade etmektedir. Karbon malzeme dendiği zaman ise bir niteleyici kullanılmaktadır (ör: karbon lifi, pirolitik karbon, amorf karbon...gibi). Bu malzemeler  $sp^2$  atomik yapısına sahiptir. Bu yapıya sahip en önemli formlardan biri de grafitir. Elmas, lonsdaleit gibi

atomik yapısı  $sp^3$  olan malzemeler ise allotropik form olarak adlandırılmakta olup karbon malzeme olarak atfedilmemektedir (Pierson, 1993).

### 2.3.1 Grafit

Grafit kelimesi köken olarak Yunancadan “graphein” kelimesinden gelmektedir ve anlamı yazmaktır. Grafit ilk olarak birşeyler yazabilmek için kullanıldığından böyle bir anlama sahiptir. İlk olarak İngilterede 15. yüzyılda (yy) grafit uçlu kalemler üretilmiştir. 18. yy’de ise karbonun bir allotropu olduğu anlaşılmıştır. Grafitin kullanım alanları oldukça geniştir. Elyaf eldesi, gaz bariyerleri, elektrot yapımı bunlardan sadece birkaçıdır. Grafit terimi, hiçbir kusur barındırmayan, karbon atomlarının trigonal  $sp^2$  hibritleşmesinden oluşmuş, ideal malzeme anlamında kullanılmaktadır. Grafit, birbirlerine paralel olarak istiflenmiş tabakalardan oluşmaktadır. Yapısı ise Şekil 2.7’de verilmiştir. Karbon atomlarının yerini gösteren daireler gerçek atom boyutunu göstermemektedir. Her bir atom kendi komşu atomu ile temas halindedir (Pierson, 1993).

Her bir katmanda karbon atomu diğer üç atoma bağlı halde bulunmaktadır. Böylece iki boyutlu molekül gibi kabul edilen hekzagonal yapı oluşmaktadır. Atomlar arasındaki bağ kovalenttir (sigma), bağın boyu kısa olup (0.141 nm) yüksek dayanıma (524 kJ/mol) sahiptir. Hibritleşmiş dördüncü valens elektron, yanındaki düzlemde yer alan lokalize olmuş elektronla çift haline gelmektedir ve aralarında zayıf Van der Waals bağı vardır. Karbon, katmanlı hekzagonal yapıya sahip olan tek elementtir. Katmanlar arasındaki mesafe, düzlemlerde yer alan atomlar arasındaki mesafenin iki katından da fazladır. İstiflenmiş katmanlı düzlemler hekzagonal ve rombohedral olarak iki farklı şekilde oluşmaktadır (Pierson, 1993).



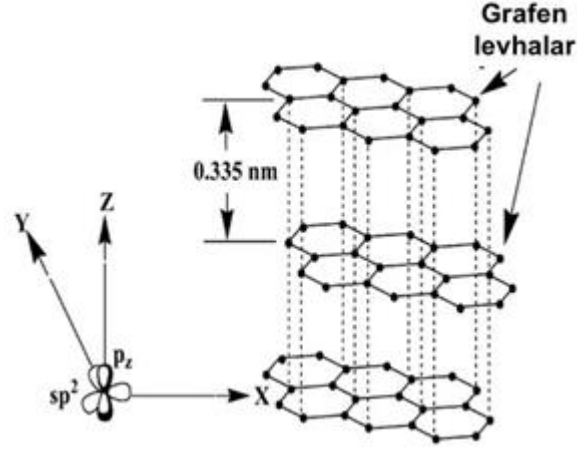
Şekil 2.7. Grafit kristallerinin yapısı (Pierson, 1993)

Elektriksel açıdan grafit yarı iletken olarak kabul edilmektedir. Metaller gibi elektriksel açıdan iletken olan elementlerde dış orbitaldeki elektronlar ve atom çekirdeği arasındaki çekim oldukça zayıftır. Bu sebeple dış orbitaldeki elektronlar kolayca hareket edebilmekte ve elektrik akımı iletebilmektedir. Yalıtkan yani dielektrik malzemelerde elektronlar ile çekirdek

arasındaki bağ oldukça kuvvetlidir ve elektronlar kolayca hareket edemezler. Grafit, bazal düzlemde iletken, bazal düzlemin normalinde yalıtkandır. Kendi atomik yapısında en yüksek-dolu valens aralığı ve en düşük-boş iletken aralığına sahiptir. Sonuç olarak grafitin bazal düzlemine paralel düzlemlerde (ab yönü) elektriksel öz direnç düşükken c yönünde düzlemler arası çok geniş olup elektronların hareket etmesi gibi bir durum söz konusu değildir. Saf grafit kimyasal açıdan inert bir malzemedir. Birçok asit, alkali ve aşındırıcı gazlara karşı dirençlidir. Bununla birlikte hem doğal hem de sentetik grafitte farklı derecelerde safsızlık bulunmaktadır. Bu özellik katalitik etki göstererek kimyasal reaktiviteyi artırır. Grafit kristalinin anizotropik davranışı kimyasal özelliklerini de etkilemektedir. Gaz ve buhar ile olan reaksiyonlarının gerçekleştiği yerler aktif kısımlar ve kusurlu yerlerdir. Büyük kristalli ve birkaç kusuru olan grafit en iyi kimyasal dirence sahip olanıdır. Kimyasal reaktivite gözeneklilik oranından da etkilenmektedir. Yüksek derecede gözeneklilik yüzey alanını arttıracığından reaktivite de artmaktadır. Örneğin, grafit türevi olan yüksek yüzey alanına sahip aktif karbon gözeneksiz amorf karbona kıyasla daha reaktiftir (Pierson, 1993).

### 2.3.2 Grafen

Grafit, karbon nanotüp (KNT), fulleren gibi karbon allotroplarının temel yapısal elementi grafendir ve grafitteki tabakalı yapının her bir tabakasına verilen isimdir. Şekil 2.8'de üç boyutlu grafit tabakası gösterilmiştir. Bu yapıya bal peteği örgüsü de denilmektedir. Grafen 2004 yılında Manchester Üniversitesi'nde çalışan fizikçiler Sir Andre Geim ve Sir Konstantin Novoselov tarafından yapıştırıcı bant kullanarak elde edilmiş ve karakterize edilmiştir. Bu çalışma onlara 2010 yılında nobel fizik ödülünü almalarını sağlamıştır. Nobel ödülü ile bilim dünyasında popüler hale gelen grafenin ticarileşmesi için birçok çalışma yapılmaya başlanılmıştır. Tek tabakalı levhadan oluşan grafende karbon atomları  $sp^2$  ile birbirine bağlanmaktadır ve bal peteği şeklinde bir kristal yapıya sahiptir. Yüksek yüzey alanı, çok iyi elektriksel, ısı iletkenlik gibi özellikleri grafeni önemli kılmaktadır. Bu malzeme kompozitlerde de yoğun olarak kullanılmaktadır (Ray, 2015).



**Şekil 2.8.** Grafitin grafen tabakalarından oluşan 3 boyutlu (3D) yapısı (Sengupta vd., 2011) Grafendeki C-C bağ uzunluğu yaklaşık 1.42 Å'dır. Tabaka içerisinde bağ kuvvetli iken tabakalar arası zayıftır. Grafen, yüksek değerde elastik modülü (~1100 GPa), kırılma dayanımı (125 GPa), ısı iletkenliği (~5000 Wm<sup>-1</sup>K<sup>-1</sup>), yük taşıyıcıların hareketliliği (200000 cm<sup>2</sup>V<sup>-1</sup>s<sup>-1</sup>) ve spesifik yüzey alanı (hesaplanan değer, 2630 m<sup>2</sup>g<sup>-1</sup>) ve bunlara ek olarak kuantum Hall etkisine sahip olması gibi çok iyi özelliklere sahiptir. Optik özellikler açısından % 97.7 geçirgenliğe sahiptir. Band aralık değeri ~ 0 – 0.25 eV'dir. Ayrıca elektron taşıma kapasitesi (~ 200000 cm<sup>2</sup>V<sup>-1</sup>s<sup>-1</sup>) ve elastik modülü de (1 TPa) yüksektir. Grafen ve grafen içeren kompozitler yarı iletken malzeme olarak kullanılabilir. Grafenin sahip olduğu bazı özellikler şu şekildedir (Ray, 2015).

- Yüksek elastik modül ~ 1000 GPa,
- Yüksek nem bariyeri,
- Yüksek elektriksel iletkenlik (bakıra yakın),
- Düşük yoğunluk (Bakıra kıyasla yoğunluğu dört kat daha düşük),
- Yüksek ısı iletkenlik (Bakıra kıyasla beş kat yüksek),
- Yüksek yüzey alanı (~2500 m<sup>2</sup>/g)
- Hafiflik
- Yüksek performans (Çeliğe kıyasla yoğunluğu daha az fakat yaklaşık 50 kat daha dayanıklı).

Buna karşın grafen sentez yöntemine bağlı olarak bazı avantaj-dezavantajlar bulunmaktadır. Grafen ve kimyasal olarak modifiye edilmiş grafen (KMG) enerji depolayan malzemeler, kağıt malzemeler, polimer kompozitler, sıvı kristal cihazlar ve mekanik rezonatör gibi birçok uygulama alanının bileşeni olmaktadır (Ray, 2015).

Farklı özelliklerde grafen elde edebilmek amacıyla değişik metotlara başvurulmuştur (Ray, 2015):

- Mikromekaniksel katmanlara ayırma

- Kimyasal buhar biriktirme (KBB)
- Epitaksiyal büyüme
- Ark boşalması
- Grafit interkalasyonu
- Karbon nanotüp yapısının açılması
- Diğer kimyasal ve elektrokimyasal yöntemler

Kimyasal yöntemler grafitin oksidasyonu ve indirgenme ajanlarıyla grafene indirgenme adımlarını içermektedir. Son zamanlarda grafitin hazırlanmasında indirgenme ajanı olarak hidrazin kullanılmaktadır (Ray, 2015).

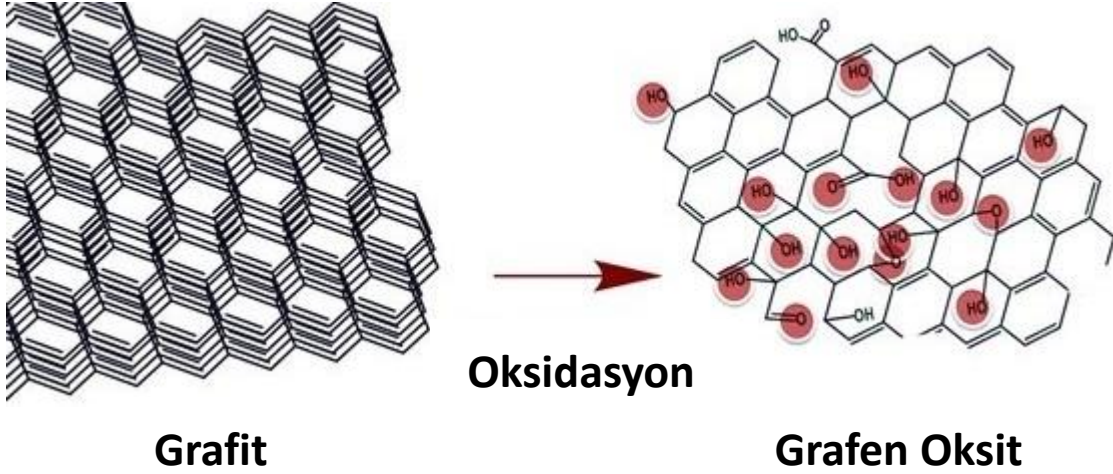
Bu çalışmada iletken dolgu maddesi olarak indirgenmiş grafit oksit (iGO) kullanıldığı için grafit oksit (GO) ve iGO'nun üretimine ilişkin literatüre yer verilmiştir.

GO Şekil 2.9'da gösterildiği gibi karbon, hidrojen ve oksijenden oluşmaktadır ve tek atomik tabakalı bir yapıya sahiptir. Suda dağılılabılır ve kolay proses edilebilir. GO'daki oksijenli grupların yok edilmesiyle indirgenmiş GO (iGO) elde edilmektedir. iGO'lar grafitin kimyasal açıdan türevleri olarak kabul edilmektedir. iGO'ya fonksiyonel grafitin, kimyasal olarak modifiye edilmiş grafitin de denmektedir. GO'nun iki önemli özelliği vardır:

- (i) hammaddesi ucuz olan ve doğada bol miktarda bulunan grafitir,
- (ii) hidrofilik olup suda kolay dağılabilmektedir.

Bu iki avantaj sayesinde daha temiz ve düşük maliyetli proseslerle koloidal ve makroskopik yapıda malzemeler elde edilebilmektedir (Ray, 2015).

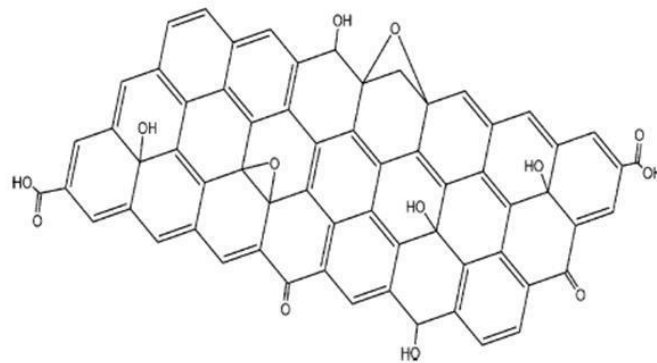
Grafitin tabakaları birbirlerine trigonal olarak  $sp^2$  bağlı karbon atomlarından oluşmaktadır. Mikroskopik hatalar dikkate alınmazsa yüzeyi oldukça pürüzsüzdür. GO ise kısmen tetrahedral olarak bağlanmış  $sp^3$ 'lerden oluşmaktadır ve bunlar grafitin düzleminin biraz altında veya üstünde yer almaktadır. GO levhaları yapısal deformasyon ve yüzeyde bulunan kovalent bağlı fonksiyonel gruplardan dolayı GO yüzeyi pürüzlüdür. GO yüzeyi ile yapılan çalışmalarda yapısal ve yüzeyel kusurlara ve bazal düzlemden kaymalara rastlanmıştır. Buna rağmen GO'daki grafitimsi bal peteği kafes yapısı korunmaktadır ve birim hücrelerin toplam boyutu grafitinle aynıdır. Bu yüzden GO, oksijen içeren ve içermeyen okside olmuş bölgelerin geliştiği güzel bir şekilde dağıldığı ve karbon atomlarının birçoğunun  $sp^2$  hibritleşmesi gösterdiği yapılar olarak tanımlanabilmektedir. Şekil 2.30'da grafitin ve grafitin kimyasal modifikasyonu gösterilmiştir (Ray, 2015).



**Şekil 2.9.** Grafite kimyasal modifikasyonu (He vd., 1998)

### 2.3.2.1 Grafen Oksit/İndirgenmiş Grafen Oksit Sentezi

Grafite, üç boyutlu karbon esaslı malzemedir ve yüzbinlerce grafen tabakasından oluşmaktadır. Grafen oksit (GO), okside edici ajanlarla grafite işlem görmesi sonucu elde edilmektedir. Bu işlemin yapıma sebebi grafite yapısındaki tabakaların arasındaki boşluğu arttırmak ve yüzeyi üzerindeki polar grupları ortaya çıkarmaktır (Jacob ve diğ, 2008). Grafite oksit ve GO sentezine ilişkin ilk çalışmalar, ilk olarak 1859 yılında Brodie tarafından yapılmıştır (Brodie, 1859). Bu proses grafite ile potasyum klorat ve nitrik asidin reaksiyonunu içermektedir. Hummers ve Offeman daha hızlı ve güvenli bir yöntem geliştirmiştir. Bu metotta susuz sülfürik asit, sodyum nitrat ve potasyum permanganat kullanılmış olup günümüzde hala uygulanmaktadır (Hummers ve Offeman, 1958). İşlem sonunda grafen katmanlarında oluşan epoksi, hidroksil ve karbonil grupları içeren GO'nun yapısı Şekil 2.10'da verilmiştir (Sengupta vd., 2011).



**Şekil 2.10.** GO yapısı (Sengupta vd., 2011)

Grafite oksidasyonu sonunda kullanılan kimyasallara, işlem koşulları ve süresine bağlı olarak grafite oksit ve/veya grafen oksit elde edilmektedir. Grafite oksit ve GO kimyasal olarak birbirlerine benzemelerine karşın yapısal açıdan bazı farklılıklara sahiplerdir. İkisi arasındaki temel fark ise tabaka sayısı ve tabakaların arasındaki mesafedir. GO bir veya birkaç tabakadan

oluşurken, grafit oksit birçok GO tabakasından oluşmaktadır. Her iki durumda da oksidasyon etkisi ile tabakalar arasındaki mesafe artmakta ve  $sp^2$  hibritleşmesi bozulmaktadır (Ray, 2015). Grafitten GO eldesinde günümüzde de yaygın bir şekilde kullanılan GO modifiye Hummers metodu aşağıdaki şekildedir (Hummers ve Offeman, 1958):

Modifiye Hummers metodunda grafit konsantre sülfürik asit ( $H_2SO_4$ ), sodyum nitrat ( $NaNO_3$ ) ve potasyum permanganattan ( $KMnO_4$ ) oluşan susuz karışım ile işlem görmektedir. Tüm proses  $45^\circ C$ 'nin altında olacak şekilde iki saatten daha az bir zamanda tamamlanmaktadır. 100 gram toz haldeki grafit ve 50 gram sodyum nitrat, 2.3 litre teknik sülfürik asit içerisine alınmaktadır. İlave edilen kimyasallar 15 litrelik kavanoz içerisinde karıştırılmakta ve güvenlik sebebi ile buz banyosunda  $0^\circ C$ 'ye soğutulmaktadır. Karıştırma etkin bir şekilde devam ederken süspansiyona 300 gram potasyum permanganat ilave edilmekte ve ekleme hızı  $20^\circ C$ 'yi aşmayacak şekilde kontrol altına alınmaktadır. Daha sonra buz banyosu kaldırılıp süspansiyon sıcaklığı  $35 \pm 3^\circ C$ 'ye getirilerek yaklaşık olarak 30 dakika boyunca sabitlenmektedir. Reaksiyon devam ederken karışım gitgide kıvam alarak kalınlaşmaya başlamakta ve yaklaşık olarak 20 dakikanın sonunda küçük miktarda gaz çıkışı olarak macun kıvamını almaktadır. Renk olarak da kahverengimsi griye dönmektedir. 30 dakikanın sonunda macun kıvamındaki karışıma 4.6 litre su yavaşça eklenmekte ve bunun sonucunda sıcaklık  $98^\circ C$ 'ye yükselmekte, morumsu köpürmeler oluşmaktadır. Kahverengiye dönen seyreltik süspansiyon 15 dakika boyunca bu sıcaklıkta tutulmaktadır. Süspansiyona yaklaşık 14 litre ılık su ilavesi yapılarak biraz daha seyreltilmiştir. Permanganat ve manganez dioksit kalıntılarını azaltmak amacı ile de % 3 hidrojen peroksit ile işleminden sonra, uygulanan peroksit işlemi ile renk parlak sarıya dönmektedir. Filtreleme yapılırken yan reaksiyon olarak oluşturulan mellitik asitin çözünebilir tuzunun çökmesini engellemek için süspansiyon hala ılık olacak şekilde muhafaza edilmektedir. Sarımsı - kahverengi filtre keki toplamda 14 litre ılık su ile üç kez yıkandıktan sonra grafit oksit süzgeç artığı yaklaşık % 0.5'i katı olacak şekilde 32 litre su içerisinde dağıtılmaktadır.  $40^\circ C$  fosfor pentoksit ile vakum altında dehidrasyon yapıldıktan sonra santrifüj yöntemi ile kuru grafit oksit elde edilmektedir (Hummers ve Offeman, 1958).

Grafitin oksidasyonu sonucunda tabakaların arasındaki mesafe artmakta ve  $sp^2$  hibritleşmesi bozulmaktadır. Bu da GO'nun elektriksel açıdan yalıtkan bir forma dönüşmesine sebep olmaktadır. GO'nun elektriksel açıdan iletken olabilmesi için indirgenmesi gerekmektedir. İndirgenme işlemi sırasında GO yüzeyinde bulunan fonksiyonel gruplar ortadan kaldırılmakta veya minimize edilmektedir. GO'nun indirgenmesi yani oksijen içeren fonksiyonel grupların elimine edilmesinde göz önünde bulundurulması gereken en önemli nokta, bu yapının suda dağılmasının çok daha zor olması ve agregat oluşturma eğiliminin yüksek olmasıdır. Bunun temel sebebi, fonksiyonel grupların uzaklaştırılması ile tabakalar arası mesafe azalması ve



tabakalar arası ikincil çekim kuvvetlerinin etkinliğinin artmasıdır. GO'nun indirgenmesinde birçok farklı teknik kullanılmaktadır (Ray, 2015):

- GO hidrazin hidrat ile işlem görmesi ve çözeltinin içinde karıştırılmaya bırakılması,
- GO'nun, hidrojen plazma işlemine maruz bırakılması,
- GO'nun ksenon ışımaya maruz bırakılması,
- GO'nun saf su içerisinde ısıtılması,
- GO'ya genleşme ve indirgenme ajanının ilave edilmesi ve indirgeyici gaz salınımını sağlamak amacıyla ısıtılması ve soğutulması,
- GO'nun yüksek dereceli fırında ısıtılması,

## **2.4 Termoplastik Elastomer Esaslı İletken Kompozitler ve Piezorezistif Sensör Uygulamaları**

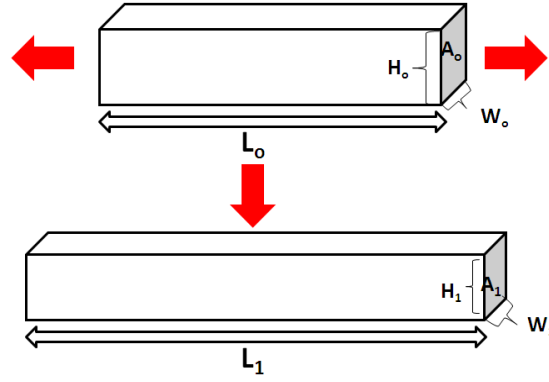
Bu kısımda grafen ve türevlerini içeren termoplastik elastomerler kullanılarak geliştirilen iletken kompozitler ve bu kompozitlerin piezorezistif davranışı incelenmiştir.

### **2.4.1 Sensörler**

Sensörler mekanik, kimyasal, optik ya da diğer formdaki fiziksel ya da kimyasal büyüklükleri, anlamlı elektriksel sinyallere çevirebilen sistemlerdir. Sensörler birçok elektronik ve mekanik sistemde kuvvet, sıcaklık, uzama veya basıncın belirlenmesi amacıyla kullanılmaktadır (Fraden, 2004). Bu sistemler esnek ve giyilebilir elektronikler olduğunda ise önemli gereksinimler gündeme gelmektedir. Her şeyden önce bu sensörler elektronik donanımlarda kullanıldığı gibi sert, hantal, kırılman olmalıdır. Esnek, hafif, insanı rahatsız etmeyen ve ölçüm yapılacak ilgili konuma kolaylıkla yerleştirilebilen ve ölçüm süresince orada sabit bir şekilde kalabilecek formda olmalıdır. Bu açıdan tekstil malzemeleri, vücudu kolay bir şekilde sarabilmeleri, hafif ve konforlu yapıları sayesinde sensörlerin yerleştirilebileceği en önemli alternatiflerdendir. Tekstil sensörleri kullanıcı ve sensör arasında bir ara yüzey oluşturup fizyolojik ve/veya çevresel sinyalleri ölçebilmekte, elektriksel sinyale dönüştürebilmektedir (Sergio vd., 2004; Paradiso vd., 2005).

### **2.4.2 Piezorezistif Sensörler**

Sensörler, çalışma mekanizması açısından değerlendirildiğinde, geleneksel sensörler gibi kapasitif, optik, piezoelektrik ve piezorezistif esaslı olabilmektedir. Bunlardan yaygın bir şekilde araştırılan piezorezistif sensörlerin çalışma prensibi Şekil 2.11'de gösterilmiştir.



**Şekil 2.11.** Boyutsal değişimden kaynaklanan piezorezistif etki (Sun vd., 2009)

Piezorezistif etki, malzemenin boyutlarında meydana gelen değişime bağlı olarak direncinin değişmesi esasına dayanmaktadır. Bu etki sayesinde malzemelerin mekanik ve elektriksel özellikleri arasında bağlantı kurulabilmekte ve malzemenin elektro-mekanik davranışı kontrol edilebilmektedir. Piezorezistif etki ilk olarak, Lord Kelvin tarafından demir ve bakır malzemelerin boyutlarının değiştirilmesi üzerine dirençlerinde meydana gelen değişim ile gündeme gelmiş bir kavramdır. Piezorezistiviteyi basitçe Şekil 2.11'deki gibi dikdörtgen kesite sahip bir prizmayı ele alarak açıklayabiliriz. Bu iletken malzemenin direnci denklem 2.1'de belirtildiği gibidir. R, direnç ( $\Omega$ ),  $\rho$  öz direnç ( $\Omega \text{ m}$ ), L uzunluk (m) ve A ( $\text{m}^2$ ) kesit alanıdır (Sun vd., 2009).

$$R = \frac{\rho L}{A} \quad (2.1)$$

Dirençte meydana gelen değişim, boyutsal değişim ve direnç cinsinden yazılacak olursa aşağıdaki 2.2 numaralı bağıntı elde edilmektedir.

$$\frac{\Delta R}{R} = (1 + 2\nu) \frac{\Delta L}{L} + \frac{\Delta \rho}{\rho} \quad (2.2)$$

R direnç,  $\Delta R$  dirençte meydana gelen değişim, L başlangıçtaki uzunluk,  $\Delta L$  uzunlukta meydana gelen değişim,  $\rho$  öz direnç,  $\Delta \rho$  öz dirençte meydana gelen değişim,  $\nu$  ise Poisson oranıdır. Poisson oranı, bir malzemede kuvvet uygulanan yöndeki uzama miktarı ile ona dik yöndeki daralma miktarı arasındaki bağıntıdır. Başka bir deyişle cisimlerdeki enine daralmanın boyuna uzamaya oranıdır ( $\nu = -\varepsilon_E/\varepsilon_B$ ,  $\varepsilon_E$ =Enine daralma oranı,  $\varepsilon_B$ =Boyuna uzama oranı,  $\varepsilon = \Delta L/L$ ). Denklem 2.2'de görüldüğü gibi, dirençte meydana gelen değişim geometrik ve elektronik olmak üzere iki bileşene bağlıdır.  $(1 + 2\nu)\Delta L/L$  boyutsal değişimi ifade ederken,  $\Delta \rho/\rho$  ise malzemenin cinsine bağlı olan öz direncindeki değişimi ifade etmektedir. Malzemenin türüne göre bu iki bileşenden birisinin etkisi daha baskın olabilmektedir. Yani bazı malzemelerde boyutsal değişim sonucu; bazı malzemelerde ise öz dirençteki değişim sonucu dirençte değişim meydana gelmektedir (Sun vd., 2009).

Piezorezistif bir malzemenin etkinliği yani belli bir dış etki altında direncinde meydana gelen değişim, gösterge faktörü (Gauge Factor, GF) ile ifade edilmektedir. GF, dirençte meydana gelen değişimin ( $\Delta R/R$ ) birim uzamaya ( $\epsilon$ ,  $\Delta L/L$ ) olan oranını vermektedir. Denklem 2.2, birim uzamaya ( $\epsilon$ ) bölünecek olursa denklem 2.3 elde edilmektedir (Sun vd., 2009).

$$GF = \frac{\left(\frac{\Delta R}{R}\right)}{\epsilon} = (1 + 2\nu) + \frac{\Delta\rho}{\rho} \quad (2.3)$$

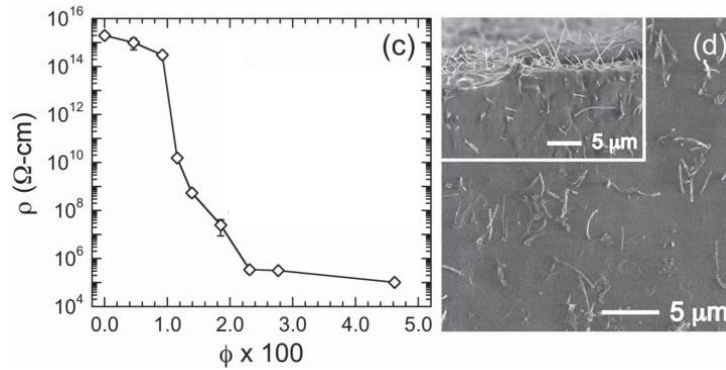
GF malzemenin cinsine göre değişmektedir ve yüksek GF değerleri piezorezistif sensörlerin hassasiyetinin yüksek olduğunu göstermektedir. Piezorezistif sensörler için akla üç temel malzeme gelmektedir. Bunlar metaller, yarı iletkenler ve iletken polimer kompozitlerdir. Bu malzemelerin piezorezistif sensör olarak kullanılabilirliği hem GF değerlerine hem de ölçüm yapılacak olan sistemlere adapte edilebilirliğine bağlıdır (Sun vd., 2009).

Metallerde Poisson oranı genellikle 0.3-0.4 arasında olduğu için ve dirençte meydana gelen değişim temelde boyutsal değişime ( $1 + 2\nu$ ) bağlı olduğundan, GF hesaplamalarında  $\Delta\rho/\rho$  ihmal edilebilir ve GF değeri 2 civarında bulunur. Düşük GF değerleri ve sert yapıları nedeniyle metaller esnek-giyilebilir sensörler için uygun değildir (Sun vd., 2009).

Yarı iletken malzemelerde (silikon, germanyum) ise, piezorezistif davranışın temel sebebi, öz dirençte meydana gelen değişimdir ( $\Delta\rho/\rho$ ) ve poisson oranı genelde düşük olduğu için ( $\nu \approx 0.28$ ), GF hesaplamalarında  $1 + 2\nu$  ihmal edilebilir. Silikon gibi yarı iletkenler gerilime maruz kaldıklarında kristal kafes yapıları bozulmakta ve buna bağlı olarak dirençleri yüksek oranda değişmektedir. Atomik boyuttaki elektriksel hassasiyetleri ve yüksek direnç değişimi göstermeleri (yüksek GF) yarı iletkenleri piezorezistif sensörler için uygun malzemeler haline getirmektedir. Yarı iletken malzemenin cinsine göre GF değeri 200'e kadar çıkabilmektedir. Yarı iletkenler yüksek GF değerlerine, lineer ve hızlı tepkilerine rağmen rijit ve kırılabilir yapıları yüzünden esnek-giyilebilir sensörler için uygun bulunmamaktadır. Ayrıca, eğer rijit yarı iletken malzeme, düz olmayan kıvrımlı bir yüzeye adapte edilmeye çalışılırsa, yüzeyi tam olarak kaplayamaz ve meydana gelen uzama gerçekçi bir şekilde belirlenemez. Buna benzer şekilde uzama miktarı belirlenecek olan yüzey çok yumuşaksa, rijit yarı iletken malzeme, yumuşak malzemenin hareketine ve boyutsal deformasyonuna engel olabilmekte ve gerçek değerler altında bir hesaplama yapılmasına sebep olmaktadır. Eğer boyutsal değişimi belirlenecek olan malzeme çok kolay bir şekilde deforme oluyorsa yarı iletken malzeme parçalanabilir. İşte tüm bu sebepler yüzünden yarı iletkenler sert sensörler olarak tanımlanmakta ve genellikle kendileri gibi rijit ve düz yapılara adapte edilerek düşük uzama ölçümlerinde kullanılabilir (Smith, 1954; Sun vd., 2009).

İletken polimer kompozitlerde piezorezistif etkinin mekanizması farklıdır. Polimerler yalıtkan malzemelerdir ve elektrik iletilemeleri için belli oranda iletken dolgu malzemesi ile karıştırılmaları gerekmektedir. İletken dolgu malzemelerinin polimer matris içinde

oluşturdukları ağ yapı sayesinde kompozit malzeme elektriği iletebilir duruma gelmektedir. Bu yüzden ilave edilecek dolgu maddesi miktarı iletkenlik açısından oldukça önemlidir. Şekil 2.12, karbon nanolifi/polidimetilsiloksan kompozitlerine ait, elektriksel direncin, dolgu maddesi konsantrasyonunun bir fonksiyonu olarak değiştiği grafiği ve karbon nanolifi içeren kompozite ait taramalı elektron mikroskobu görüntüsünü göstermektedir. Şekil 2.12'den de görüldüğü gibi perkolasyon eşiği veya iletkenlik eşik değeri (percolation threshold) olarak bilinen bölgeye ulaşıldığında, kompozit yapısında iletken ağlar (conductive networks) oluşmakta, direnç büyük oranda düşmekte ve yapı iletken bir hale dönüşmektedir. Bu eşik değeri, polimer matrisin ve dolgu maddesinin elektriksel, morfolojik özelliklerine ve işlem koşullarına göre değişmektedir (Flandin vd., 2000).

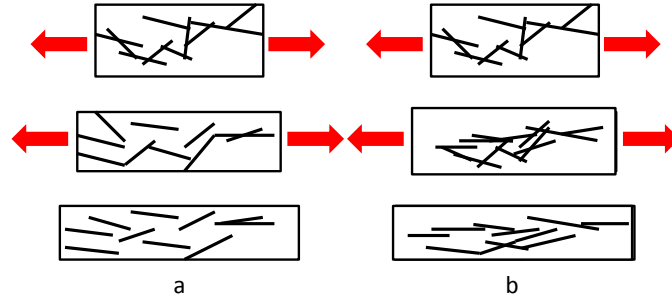


**Şekil 2.12.** Karbon nanolifi/ Polidimetilsiloksan kompozitlerine ait a) elektriksel direnç-dolgu maddesi konsantrasyonu grafiği ve b) perkolasyon eşiğindeki numunenin taramalı elektron mikroskobu görüntüsü (Toprakci vd., 2013)

İletken polimer kompozitlerde dirençte meydana gelen değişim genellikle mekanik (gerilme, bükülme, basınç), ısı (sıcaklık değişimi) ya da diğer dış faktörlere (atmosfer bileşimi, ortamdaki gaz, çözücü konsantrasyonu) bağlıdır. Polimer kompozitlerde iletkenlik, dolgu maddelerinin oluşturduğu iletken ağ sayesinde elde edildiğinden, dirençte meydana gelen değişim iletken malzemelerin arasındaki mesafeye, iletken malzemelerin birbirleri ile olan temas sayısına ya da temas yoğunluğuna bağlıdır. Yukarıda belirtilen herhangi bir dış faktör ya da uyarıcı uygulandığında, hem yapıda mevcut bulunan iletken ağ parçalanabilir hem de iletken dolgu maddelerinin oryantasyonunun değişmesi ile yeni iletken ağlar oluşabilmektedir (Flandin vd., 2000; Toprakci vd., 2013).

Dolgu maddelerinin birbirinden uzaklaşması daha baskın bir şekilde gözleniyorsa, direnç artmakta yani iletkenlik azalmaktadır ve bu durum pozitif piezorezistans olarak adlandırılmaktadır (Şekil.2.13a). Eğer iletken dolgu maddelerinin uzaysal yerleşimi değişirken yeni iletken ağların oluşması daha baskın ise, direnç azalmakta yani iletkenlik artmaktadır ve bu durum da negatif piezoresistans olarak adlandırılmaktadır (Şekil 2.13b). İletken polimer

kompozitlerde baskın olan mekanizma; GF, polimer matris ve dolgu maddesinin özellikleri yanında dolgu maddesinin konsantrasyonuna, matris içinde dağılımına, dış faktörün (gerilim, basınç, sıcaklık vs.) uygulanma şekli, yönü, büyüklüğü, hızı, frekansı gibi değişkenlere de bağlıdır (Flandin vd., 2000; Toprakci, 2012; Toprakci vd., 2013).



**Şekil 2.13.** Gerilim altında oluşan a) pozitif ve b) negatif piezorezistans

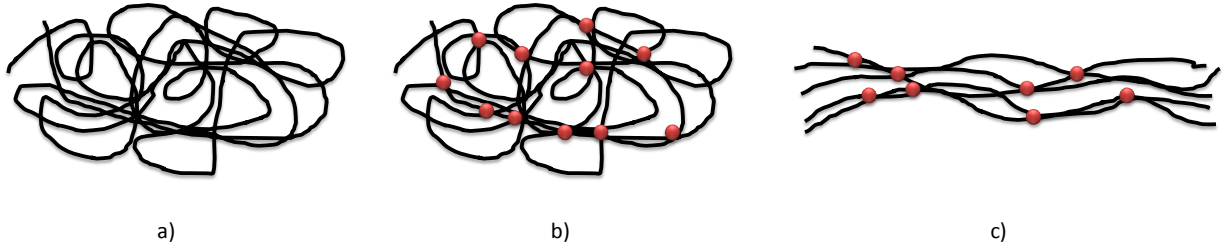
İletken polimer kompozitler farklı türdeki matris ve dolgu maddelerinden elde edilebildikleri için istenilen elektro-mekanik özelliklere sahip piezorezistif sensörler üretilebilmektedir. Rijit polimerler kullanarak rijit yapılar elde edilirken, elastomer davranışı gösteren polimerler kullanılarak esnek piezorezistif kompozitler üretilebilmektedir. Esnek piezorezistif sensörlerde polimer olarak karşımıza temelde üç grup çıkmaktadır. Bunlar elastomer özelliği gösteren plastikleştirilmiş termoplastikler, geleneksel elastomerler ve termoplastik elastomerlerdir (Toprakci, 2012; Toprakci vd., 2013).

Plastikleştirilmiş polimerle ilgili yapılan çalışmalarda amaç, termoplastik polimerlere, plastikleştirici malzemelerle esnek bir yapı kazandırılması esasına dayanmaktadır. Polivinil klorür (PVC) polimerine plastikleştirici katılması ile elde edilen plastisoller tekstil baskıcılığında yaygın olarak kullanılan sentetik malzemelerdendir. Toprakçı ve çalışma grubu, karbon nanolifleri içeren iletken plastikleştirilmiş PVC kompozitlerin piezorezistif özelliklerini incelemiş ve bu yapıların giyilebilir esnek piezorezistif uzama sensörü olarak kullanılabileceğini rapor etmişlerdir (Toprakci, 2012; Toprakci vd., 2013). Plastikleştirici malzeme ile esnek hale getirildikleri için, iletken PVC kompozitlerin GF değeri, maksimum uzama kapasiteleri ve eski hallerine dönebilme yetenekleri elastomerlere göre sınırlıdır.

Sensör hazırlamada kullanılan diğer malzeme grubu ise, yaygın olarak çalışılan elastomerlerdir. Elastomerler herhangi bir gerilim altında termoplastik ve termoset polimerlere göre daha yüksek oranda esneyebildikleri için özellikle esnek iletken polimer kompozitlerde tercih edilmektedirler (Flandin vd., 2000). Elastomerler, çekme kuvveti uygulandığı zaman, yüksek oranda uzayabilen ve çekme kuvveti kalktığında hızlı bir şekilde büyük oranda ilk hallerine geri dönebilen polimerlerdir. Elastomerlerin uygulanan kuvvete karşı koyabilmeleri ve kalıcı deformasyona uğramalarını engellemek için polimer molekülleri arasında az oranda çapraz bağlar oluşturulmaktadır. Elastomerlerde bulunan kimyasal çapraz bağlar,

deformasyon sırasında polimer zincirlerinin birbirleri üzerinden kaymasını engelleyen merkezlerdir (Şekil 2.14). Bir kauçuk polimerin (Şekil 2.14a) elastomer özellik ya da elastikiyet özelliği (kuvvet altında boyutsal değişim ve kuvvet kalktığında orjinal pozisyonuna tekrar dönebilme) gösterebilmesi için molekülleri arasında az oranda kimyasal çapraz bağ olması gerekmektedir. Konvansiyonel elastomerlerde çapraz bağlar, polimer moleküllerini birbirine bağlayan kimyasal kovalent bağlardır (Shanks ve Kong, 2012b; Shanks, 2013).

Elastomerlerin kuvvet uygulandığında, yüksek oranda uzayabilmeleri, polimer moleküllerinin kararlı halde iken amorf yapıda ve düzensiz olması (Şekil 2.14b) ve kuvvet uygulandığında düzensiz halde bulunan esnek molekül zincirlerinin açılması ve daha doğrusal veya uzamış bir konformasyona geçmesi (Şekil 2.14c) ile ilgilidir. Malzemeye uygulanan kuvvet kaldırıldığında ise, moleküllerin eski düzensiz hallerine çok kısa bir sürede dönebilmeleri, yine moleküller arasında bulunan az orandaki çapraz bağlardan kaynaklanmaktadır (Shanks ve Kong, 2012b; Shanks, 2013).



**Şekil 2.14.** Elastomer yapısı: a) çapraz bağlanma öncesi kauçuk formu b) çapraz bağlanma sonrası elastomer formu c) çapraz bağlı ve gerilim altında elastomer yapı

Molekülleri kimyasal kovalent bağlarla çapraz bağlı olan konvansiyonel elastomerler erimez ve çözünmez oldukları için, konvansiyonel yöntemlerle geri dönüşüm prosesi mümkün olmamaktadır. Çapraz bağlar mekanik özellikleri direk etkilediği için, elektromekanik özellikleri de etkilemektedir. Standart özelliklere sahip sensörler üretebilmek için en çok dikkat edilmesi gereken nokta çapraz bağ yoğunluğu ve çapraz bağların mekanik özelliklere olan etkisidir. Konvansiyonel elastomerden iletken kompozit üretimine dair pekçok yayın bulunmaktadır (Flandin vd., 2000; Das vd., 2002).

Bir diğer elastomer grubu olan termoplastik elastomerler (TPE) yukarıda konvansiyonel elastomerler için anlatılan tüm özellikleri sergilemektedir. Projenin ilk kısmında ayrıntılı bir şekilde ele alınan TPE'ler ile ilgili sensör uygulamalarına ilişkin literatürde yapılan çalışmalardan ilerleyen bölümlerde bahsedilmektedir.

### 2.4.3 Karbon Siyahı, Grafit, Karbon Nanotüpleri, Grafen ve Türevlerini İçeren Termoplastik Elastomer Esaslı İletken Kompozitler ve Piezorezistif Sensör Uygulamaları

Bu projede iletken kompozit matrisi olarak SEBS elastomeri kullanılmıştır. SEBS elastomerlerinden hazırlanan iletken kompozitlerin piezorezistif sensör olarak kullanımı ile ilgili literatürde, konvansiyonel elastomere kıyasla az sayıda yayın bulunmaktadır. İletken SEBS kompozitlerin hem basınç hem de uzamaya bağlı piezorezistif özelliklerinin bildirildiği bir tek çalışmaya ulaşılmıştır. Bu çalışmada iletken dolgu maddesi olarak karbon siyahı ve grafit, matris olarak da SEBS kullanılmış ve Brabenderde karıştırılmış sonrasında sıcaklık ve basınç altında pres ile kalıplanarak, kompozit filmler elde edilmiştir. Piezorezistif özelliklerin dinamik bir şekilde ölçülmesine rağmen bu çalışmadaki en büyük eksiklik tekrarlı ölçümlerin yapılmamasıdır. Yani sensörün defalarca kullanılması sonunda yapısında meydana gelen yapısal ve elektriksel özellikleri hakkında bir bilgi verilmemektedir. Ayrıca sensör karakterizasyonu açısından önemli eksiklikler bulunmaktadır. Deformasyon oranı, eski haline geri dönebilme, test koşullarının piezorezistif davranışa etkileri, histerezis gibi önemli özellikler belirtilmemiştir (Estrada Moreno vd., 2009).

İletken SEBS kompozitlerle ilgili yapılan en kapsamlı çalışmalardan birisi Pavlovsky ve Siegmann tarafından gerçekleştirilmiştir. Çalışmada, stiren/etilen-butilen (S/EB) oranı ve eriyik viskozitesi açısından farklılık gösteren SEBS'ler ile karbon siyahı kullanılarak iletken kompozitler üretilmiştir. Malzemeler Brabender cihazında farklı sıcaklıklarda karıştırılmış ve elde edilen karışımlar basınçla kalıpma yöntemi ile film haline getirilmiştir. Elde edilen sonuçlar iletken SEBS kompozit üretiminde oldukça önemlidir. Farklı bileşimlerdeki SEBS matrislerden oluşan kompozitlerin iletkenliğe geçiş konsantrasyonlarının (perkolasyon eşiği) farklı olduğu belirtilmiştir. EB oranı daha yüksek olan SEBS'lerde özdirencin daha yüksek olduğu gözlenmiştir. S/EB oranı hangi fazın dispers ve hangi fazın sürekli olacağını doğrudan etkilemektedir. EB faz oranının yüksek olduğu SEBS'lerde iletken dolgu maddesinin dağıldığı fazın EB fazı olduğu bulunmuştur. Poli stiren (PS) fazının, boyut olarak 10-30 nm arasında olduğu ve bunun da çalışmada kullanılan karbon siyahı parçacıkların boyutuna yakın olduğu rapor edilmiştir. Yani karbon siyahının yüksek oranda EB fazında dağıldığı ve EB oranı arttığı zamanda birim EB başına düşen karbon siyahının azalması ile kompozitin özdirencinin arttığı görülmüştür. İncelenen bir diğer faktör de karıştırma koşullarının öz dirence olan etkisidir. 140-260°C arasında gerçekleştirilen işlemler sonunda yüksek sıcaklıkta eriyik viskozitesinin düştüğü ve karbon siyahı agregatlarının daha etkin bir şekilde dağıtılması ile elektriksel iletkenliği daha yüksek olan yapıların elde edildiği rapor edilmiştir. İletken kompozitler yukarıda belirtildiği gibi basınç ve uzama gibi mekanik etkiler dışında ortam koşulları (çözücü etkisi, sıcaklık gibi) sebebiyle de piezorezistif etki gösterebilmektedir. Bu grup sensörler piezorezistif

kimyasal sensörler olarak adlandırılmaktadır. İletken kompozit, polimer matris ile uyumlu olan çözücülerin bulunduğu ortama maruz bırakıldığında, matris ile çözücü etkileşime geçmekte ve matris şişmektedir. Bunun sonucunda iletken dolgu maddelerinin uzaysal yerleşimi değişmekte ve iletken kompozitin direnci değişmekte ve piezorezistif davranış gözlenmektedir. Pavlovsky ve Siegmann tarafından hazırlanmış farklı EB/S oranına sahip SEBS'lerden oluşan iletken kompozitler aseton ve n-heptan çözücülerinde 3 dakika bekletilmiş, daha sonra 3 dakika oda koşullarında kurutulmaya bırakılmış ve bu döngü 3 defa tekrarlanmıştır. Her işlem öncesi ve sonrası direnç ölçülmüş ve dirençte meydana gelen değişim hesaplanmıştır. Çözücü türü ve/veya EB/S oranının piezorezistif davranışta etkili olduğu bulunmuştur. EB oranı yüksek olan SEBS'lerde dirençte meydana gelen değişim daha düşük bulunmuştur (Pavlovsky ve Siegmann, 2009). Çalışmanın devamında ise, SEBS molekülleri peroksit ile çapraz bağlanmış ve karbon siyahı/SEBS kompozitleri üretilmiştir. Kimyasal olarak çapraz bağlı bu SEBS elastomer kompozitlerin piezorezistif özelliklerine, farklı polarlıktaki çözücülerin etkisi incelenmiştir. Bir önceki çalışma ile kıyaslanacak olursa, kimyasal çapraz bağlanma sonrasında SEBS yapısı daha dayanıklı ve çözünmez/erimez bir forma dönüşmüş ve farklı özelliklerdeki çözücülerde sensör uygulamaları için kullanılabilmiştir. Çalışmada polimer ve çözücü yapısı, polimer-çözücü etkileşimi, çapraz bağlanma ve iletken dolgu maddesi konsantrasyonunun da piezorezistif davranışta etkili olduğu belirtilmiştir (Pavlovsky ve Siegmann, 2009).

Li ve Shimizu tarafından yapılan çalışmada S/EB oranı 30/70 olan SEBS ve çok duvarlı karbon nanotüpleri (MWCNTs) kullanılmıştır. Karıştırma işlemi yüksek kayma kuvveti uygulayan ekstruder ile yapılmıştır. Elde edilen kompozitlerin iletkenliğe geçişi %2.5-5 MWCNT konsantrasyonu arasındadır. Çalışmada %5 ve %15 MWCNT içeren kompozit filmler piezorezistif davranışları açısından değerlendirilmiştir. SEBS'lerin en önemli avantajı olan yüksek oranlarda esneyebilme özelliğinden faydalanarak % 300 uzama değerlerine kadar iletkenlikte meydana gelen değişim incelenmiştir. % 5 MWCNT içeren kompozitin % 300 uzama sonunda iletkenliğinde  $10^{-6}$  oranında bir değişim gözlenirken, % 15'lik kompozitte  $10^{-4}$  civarı bir değişim gözlenmiştir. Bu beklenen bir durumdur ve iletkenliğe geçiş konsantrasyonunun üzerinde kompozit doymuş hale geleceği için iletken ağına parçalanması daha zor olmaktadır (Li ve Shimizu, 2009). Bu çalışmada her ne kadar piezorezistif davranış incelenmiş olsa da dinamik bir ölçüm yapılmamıştır. Numune kademeli olarak gerdirilmiş ve sadece belli uzama değerlerinde ölçüm alınmıştır. Uzama sırasında sürekli bir ölçüm yapılmamıştır. Eğer herhangi bir etkinin sürekli olarak takip edilmesi gerekiyorsa dinamik ölçüm yapılmalıdır. Çalışmanın önemli bir diğer eksikliği de dinamik olarak tekrarlı (cyclic) elektriksel iletkenlik ölçümlerinin yapılmamasıdır. Çünkü sensör malzemesinde meydana gelen kalıcı-geçici deformasyon elektro-mekanik özellikler açısından çok önemlidir.



Melnykowycz ve ekibi, ticari olarak piyasada bulunan iletken monofilament sensörleri ve hazırladıkları karbon siyahı/SEBS'den oluşan farklı boyutlardaki monofilamentleri, sensör performansları açısından karşılaştırmıştır. Monofilamentler eriyikten eğirme yöntemi ile iletken kompozit monofilamentler yapılmıştır. Üretilen monofilamentlerden ince olan karbon siyahı/SEBS esaslı iletken monofilamentlerin ticari olarak piyasada bulunan karbon siyahı/doğal kauçuk ve iletken silikon elastomerlerden daha iyi özellikler sergiledikleri bildirilmiştir (Melnykowycz vd., 2014). Çalışma termoplastik elastomer esaslı sensörler için önemlidir fakat çalışmanın en önemli eksiklikleri deneysel çalışma ve malzemelerin içeriği hakkında ayrıntılı bilgi verilmemesidir. Özellikle iletken kompozitler için çok önemli olan iletkenliğe geçiş konsantrasyonunun (perkolasyon eşiği) ve iletken-dolgu maddesi konsantrasyonu ilişkisi hakkında bilgi verilmemesi diğer sistemlerle kıyaslamayı zorlaştırmaktadır. Ayrıca sensörlerin fiziksel görünüşlerinin ya da taramalı elektron mikroskop (SEM) görüntülerinin verilmemesi en önemli eksikliklerdendir. Diğer karbon siyahı/SEBS esaslı iletken kompozitlerde daha yüksek uzama değerlerine ulaşılmasına rağmen, bu çalışmada yüksek değerlere çıkılamaması sensörün kullanım alanını kısıtlamaktadır.

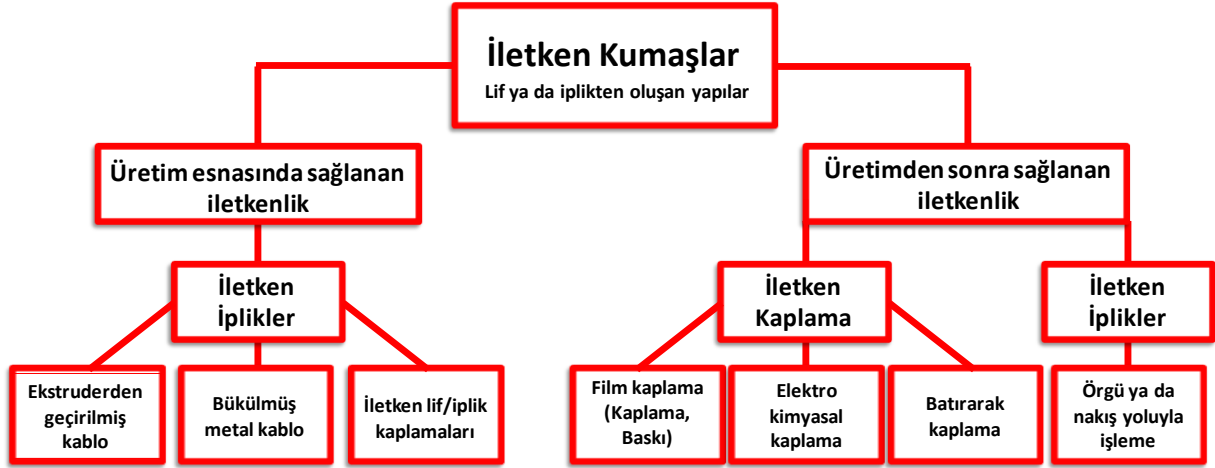
Grafen ve türevlerini (grafen, grafen oksit, indirgenmiş grafen oksit) içeren SEBS kompozitlerine ilişkin literatürde çok az çalışma bulunmaktadır. Bunlardan bir tanesi Cao ve arkadaşları tarafından gerçekleştirilmiştir. Çalışmada “click kimyası” kullanılarak, grafen oksitler triblok SEBS kopolimerine kovalent bağlarla bağlanmıştır. Elde edilen SEBS-c-GO ağırlıkça %35 oranında SEBS polimerini içermektedir. Çalışmada detaylı olarak “click kimyası”reaksiyonunun nasıl gerçekleştirildiği ve % 0.5, 1 ve 2 SEBS-c-GO içeren polistiren kompozitlerin ısı ve mekanik özellikleri değerlendirilmiştir ve GO kullanımı ile hem kopma dayanımında hem de elastik modülünde yaklaşık %75 civarı bir artış olduğu ve ısı kararlılığının arttığı bildirilmiştir (Cao vd., 2011). Ancak, hazırlanan kompozitlerin elektriksel iletkenliği ve piezorezistif davranışı hakkında herhangi bir çalışma yapılmamıştır.

Bir başka çalışmada ise, grafen dolgu malzemesi, oktadesilamin ile modifiye edilmiş ve Maleik asit ile aşılınmış SEBS (SEBS-g-MAH) ile çözücü ortamında karıştırılmıştır. Bu çalışmada, GO yüzeyinde bulunan amin bileşiğinin SEBS elastomerine bağlı maleik asit ile reaksiyona gireceği ve amit bağları ile bağlanması sonucu, SEBS ile dolgu maddesi arasında daha güçlü bir matris-dolgu arafazı elde edileceği düşünülmüştür. Ağırlıkça % 0.5, 1.0, 2.0 ve 4.0 oranında modifiye edilmiş grafen içeren kompozitlerin mekanik ve elektriksel özellikleri incelenmiştir. Kopma dayanımı yaklaşık olarak %70 artarken, AC (1 Hz) iletkenliği ise  $2.5 \times 10^{-16}$ 'den  $1.2 \times 10^{-11}$  S/cm'ye yükselmiştir (Shi vd., 2014). Çalışmada kompozitin DC iletkenliği ve piezorezistif davranışı hakkında herhangi bir bilgi verilmemiştir.

#### 2.4.4 Termoplastik Elastomer Esaslı Piezorezistif Tekstil Sensörleri

Giyilebilir elektronikler, geleneksel bir tekstil ürününün üzerine elektronik uygulamalarda kullanılan geleneksel bir sensörün adapte edilmesi ya da tekstil sensörlerinin kullanılmasıyla elde edilmektedir. İlk gruptaki ürünler sert, konforsuz, bakımı ve kullanımı zor olan sistemler olduğu için son yıllarda tekstil sensörleri alanındaki çalışmalar artmıştır. Bu noktada asıl amaç, hafif, konforlu, insan ve çevresi ile ilgili bilgileri kolaylıkla ve hassas bir şekilde aktarabilecek giyilebilir sistemler geliştirilmesidir. Tekstil sensörleri de klasik sensörler gibi, kapasitif, optik, piezoelektrik ya da piezorezistif esaslı olabilmektedir. Piezorezistif tekstil sensörleri uzama sensörleri (De Rossi vd., 1999; Toprakci, 2012; Atalay vd., 2013; Toprakci vd., 2013), gaz sensörleri (kimyasal sensör) (Kincal vd., 1998), sıcaklık sensörleri (De Rossi vd., 1999), basınç sensörleri (De Rossi vd., 1999; Shu vd., 2010) olarak, sağlık takibinde (health monitoring) (Huang vd., 2008), rehabilitasyonda ve vücut duruşunun izlenmesinde, eldiven (De Rossi vd., 1999), ayak bandajı (Munro vd., 2008), mayo (Tesconi vd., 2007), ayakkabı tabanı (Shu vd., 2010), ve iç çamaşırı (Campbell vd., 2007) gibi farklı formlarda kullanılmıştır.

Piezorezistif tekstil sensörleri için en önemli öncelik tekstil malzemesinin tümünün ya da bir kısmının iletken olmasıdır. Şekil 2.15'de özetle verildiği gibi iletken kumaşlar farklı yöntemlerle elde edilebilmektedir. Temelde iletken tekstil mamulleri ya üretim sırasında iletken olarak üretilmekte ya da tekstil mamülüne üretimden sonra farklı yöntemlerle iletkenlik kazandırılmaktadır. İlk yöntemde, üretim sırasında iletkenlik kazandırılması, iletken ipliklerin ya da monofilamentlerin dokuma veya örme sırasında kumaşların yapısına dahil edilmesiyle elde edilmektedir. Bu amaçla iletken iplik olarak metal iplikler, karbon lifleri, yüzeyi metal ya da karbon ile kaplanmış lifler ya da iletken polimer kompozit lifler kullanılabilir. İletken liflerin dokuma ya da örme kumaşların yapısına dahil edilmesi işleminin en önemli dezavantajı kumaş dokusunun oluşumu sırasında iletken ipliklerin çeşitli mekanik etkilere maruz kalması ve zarar görmesidir. Bir diğer dezavantaj da kumaş dokusunun içinde ipliklerin bükülmesi ve hassasiyetlerini yitirebilmesidir. Dokuma veya örme kumaşlarda uygulanan gerilimin her bileşene aktarılması iplik ya da monofilament yapısına göre değişmektedir. Kumaşta meydana gelen gerilimin eşit olarak her bileşene aktarılması yani kullanılan sensör elamanının gerçek gerilimi ya da uzamayı yansıtabilmesi açısından çok önemlidir. Ayrıca bu yöntem maliyet açısından da çok avantajlı değildir. Genellikle iletken ipliklerin üretimi geleneksel ürünlere göre oldukça pahalıdır. Dokuma-örme sırasında da iletken yapılar zarar vermemek için üretim hızları oldukça düşük tutulmakta bu da üretim maliyetini artırmaktadır (Castano ve Flatau, 2014).



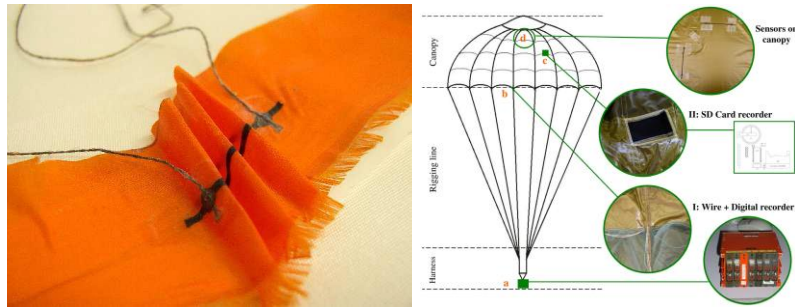
Şekil 2.15. İletken tekstillerin elde edilme yöntemleri (Castano ve Flatau, 2014)

İkinci yöntem ise, tekstil mamulünün üretiminden sonra fonksiyonelleştirilmesidir. Bu yöntemde, tekstil ürünlerinin üzerine iletken iplikler ya da monofilamentler, yapıştırma, işleme, dikme ya da nakış gibi yöntemlerle adapte edilmektedir (Cho vd., 2011). Bu işlemlerin amacı dokuma ya da örme gibi işlemlerin dezavantajlarını minimize etmektir. Yani iletken yapıların daha az zarar görmesi ve üretim maliyetlerinin azaltılması en önemli hedeflerdendir. Bu yöntemler her ne kadar diğerlerinden daha uygun gibi görünse de iletken yapılar işleme ve nakış sırasında zarar görebilmektedir ya da bu işlemler için özel donanım gerekebilmektedir. İletken yapıların yapıştırılması işlemi sırasında ise malzemeye çok zarar verilmese de monofilamentler belirli bir kalınlığa ve sınırlı dayanıma sahip olduğundan, kıvrımlı bir yapıya sahip olan insan vücudunda meydana gelen tüm hareketleri tam olarak yansıtmakta yeterli olmayabilir. Bu yüzden genellikle tekstil mamulünün yüzeyinin kaplanması işlemi tercih edilmektedir. Kaplama işlemi Şekil 2.15’de görüldüğü gibi elektrokimyasal (Jin vd., 2004) (kimyasal buhar çöktürme (chemical vapor deposition, vapor coating) ya da püskürtme (sputtering) (Cho vd., 2011)) yöntemlerle yapılabildiği gibi geleneksel endüstriyel kaplama ve baskı yöntemleri ile de yapılabilmektedir (Toprakci vd., 2013). Elektrokimyasal yöntemler geleneksel baskı ve kaplamaya göre daha hassas olmalarına rağmen donanım gereksinimi, maliyet ve sürekli üretim kapasitesi açısından önemli dezavantajlara sahiptir. Bu yüzden geleneksel olarak endüstride yıllardır kullanılan baskı ve kaplama işlemleri tekstil sensörlerinin üretilmesi için en uygun, en kolay ve en ucuz yöntemlerdir. Bu yöntemlerde temel olarak iletken baskı patı ya da kaplama malzemesi hazırlanmakta, kumaşın yüzeyi kaplanmakta ve ürün kurutulmaktadır. Bu alandaki çalışmalar ilk olarak De Rossi ve grubu tarafından başlatılmıştır (De Rossi vd., 1999). İletken malzeme olarak iletken polimerler (Inherently Conducting Polymer, ICP) (De Rossi vd., 1999; Munro vd., 2008) ya da iletken elastomer kompozitler (Tognetti vd., 2005; Tesconi vd., 2006; Toprakci vd., 2013) kullanılmıştır. İletken elastomer

kompozitler daha yüksek esneme yetenekleri, stabiliteleri ve daha kolay bir şekilde yüzeye kaplanmaları, hammadde açısından daha yaygın bir şekilde bulunma gibi özellikleri sayesinde iletken polimerlere göre daha avantajlıdır.

İletken elastomer kaplamalarla elde edilen piezorezistif tekstil sensörlerin hazırlanmasında genellikle karşımıza plastikleştirilmiş termoplastikler (Toprakci vd., 2013) konvansiyonel elastomerler (Flandin vd., 2000; Das vd., 2002) silikon esaslı elastomerler (Lorussi vd., 2005; Tognetti vd., 2005; Tesconi vd., 2007; Shu vd., 2010; Toprakci vd., 2013) ve TPE'ler çıkmaktadır (Cochrane vd., 2007; Mattmann vd., 2008; Cochrane vd., 2010).

TPE'ler kullanılarak hazırlanan tekstil sensörleri hakkında yapılan çalışmalar oldukça sınırlıdır. Bu çalışmalardan birinde, Cochrane ve ekibi, karbon siyahı/SBS kullanarak iletken kompozit elde etmişlerdir. Bu kompozitlerin elektriksel özellikleri incelenmiş ve I-V davranışı açısından lineer bir davranış gösteren, özdirenci 100  $\Omega$ m'nin altında olan ve %27 karbon siyahı içeren kompozitin sensör olarak en uygun kompozisyon olduğu belirlenmiştir. Karbon siyahı/SBS/kloroform içeren çözelti kumaşın üzerine kaplanmıştır (Şekil 2.16), üzerindeki çözücü buharlaştırılmış ve piezorezistif özellikleri incelenmiştir. Bu tekstil sensörünün GF değeri 80 olarak belirlenmiştir (Cochrane vd., 2007).

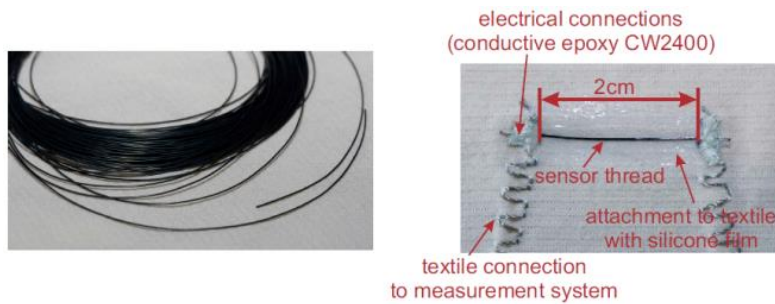


**Şekil 2.16.** a) Tekstil karbon siyahı/SBS kaplanmış tekstil sensörü (Cochrane vd., 2007) b) Paraşüte entegre edilmiş tekstil sensörü (Cochrane vd., 2010)

Ayrıca, Cochrane ve çalışma grubunun yaptığı bu çalışmada, sıcaklık ve nem gibi ortam koşullarının sensör davranışına etkisi de incelenmiştir. Bu aşama iki kısımda incelenmiştir. Bunlardan birisi sıcaklık sabitken, nem (RH) oranlarının değiştirilmesi bir diğeri de nem sabitken sıcaklık değerlerinin değiştirilmesidir. Hazırlanan tekstil sensörlerinin ortamdaki nemden, sıcaklığa kıyasla daha fazla etkilendiği ve nem oranına bağlı olarak direncinde değişim gözlemlendiği ifade edilmiştir. Bunun sebebi ise, SBS'nin saf halde bulunmayıp içinde %27 oranda nem çekme özelliği olan kalsiyum karbonatı içermesi ve böylece karbon siyahının nem tutabilmesi ile ilişkilendirilmiştir (Cochrane vd., 2007). Çalışmanın devamında üretilen sensörler farklı uzama oranlarında esnetilmiş fakat çok büyük farklılar gözlenmemiştir. Geleneksel elastomerlerle yapılan çalışmalarda uzama hızının piezorezistif davranışa önemli

etkisi olduğu rapor edilmiştir (Das vd., 2002). Bu yüzden bu davranış TPE'lerin piezorezistif davranışları açısından önemli bir bulgudur. Fakat bu çalışma tekrarlı şekilde yapılmamıştır ve tekstil sensöründe meydana gelen toplam deformasyon hakkında bilgi verilmemiştir. Çalışmanın sonunda ise paraşüte entegre edilen tekstil sensörleri gerçek uçuş testine maruz bırakılmış ve uçuş sırasında yapıda meydana gelen deformasyonun doğru bir şekilde ölçüldüğü rapor edilmiştir (Cochrane vd., 2010). Bu çalışma TPE'lerin sensör uygulamaları açısından önem taşımaktadır.

TPE esaslı tekstil sensörleri ile yapılan bir diğer çalışma ise, Mattman ve ekibi tarafından gerçekleştirilmiştir. Bu çalışmada karbon siyahı/ SEBS kompozit monofilamentleri üretilmiş ve kıyafetlere silikon ile yapıştırılmıştır (Şekil 2.17). Monofilamentler %50 oranında karbon siyahı içermektedir. Hazırlanan tekstil sensöründe, histerezis (hysteresis), sensörün relaksasyon davranışı, çalışma aralığı, test hızının etkisi, gerilimin uzun süreli çevrim şeklinde uygulanması (long term cycling), yaşlanma ve yıkanabilirlik gibi faktörler incelenmiştir ve literatüre en çok katkısı olan çalışmalardandır. Yapılan çalışma sonunda 0-80% uzama sırasında lineer bir piezorezistif davranış gözlenmiş, farklı hızlarda uzama işlemi gerçekleştirildiğinde ve işlem 3800 kez tekrar edildiğinde elde edilen değerlerde önemli bir fark gözlenmemiştir. Yaşlanma oranını belirlemek için 9 haftalık süre zarfında ölçümler yapılmış, yıkama dayanımı için de 2 ay boyunca geleneksel yıkama deterjanı ile 30°C'de yıkanmıştır. Her iki durumda da sensör davranışında önemli değişiklikler gözlenmemiştir. Bu çalışmanın sonunda sensörler vücuda yapışan bir kıyafetin farklı bölgelerine yerleştirilmiş ve farklı hareketler ile dirençte meydana gelen değişimler izlenmiştir (Mattmann vd., 2008). Bu çalışma tekstil sensörleri alanında yapılan en kapsamlı çalışmalardan birisi olmasına rağmen, kullanılan karbon siyahı oranı (% 50) oldukça yüksektir.



**Şekil 2.17.** a) Karbon siyahı/SEBS monofilament b) silikon yapıştırıcı ile tekstil yüzeyine yapıştırılmış sensör (Mattmann vd., 2008)

## 2.5 Sonuç

Özetlemek gerekirse, esnek konforlu giyilebilir piezorezistif tekstil sensörleri üretmek için esneme yeteneği olan iletken kompozitler gerekmektedir. Bu tür polimer kompozitlerde iletkenliği sağlamak amacıyla karbon siyahı, karbon lifleri, grafit gibi mikro boyutlara sahip

malzemeler kullanılabildiği gibi, karbon nanolifleri, karbon nanotüpleri ve grafen, grafen oksit gibi nano malzemeler de kullanılabilmektedir. İlave edilen iletken dolgu maddeleri rijit malzemeler olduğu için, bir taraftan iletkenliği artırmakta diğer taraftan da yapının daha rijit bir hal almasına yani esnekliğinin azalmasına sebep olmakta aynı zamanda karıştırma işlemlerini de zorlaştırmaktadır. Bu yüzden aspek oranı yüksek olan karbon esaslı nano dolgu malzemeleri ve türevleri, kimyasal, elektriksel ve mekanik özellikleri nedeniyle son yıllarda nano-dolgu olarak iletken kompozit yapımında tercih edilmektedir.

Bunların yanında uzama ve basınç sensörlerinde, yük altında esneyebilen ve yük kaldırıldığında orijinal boyutuna geri dönebilen (yüksek elastikiyet) dayanıklı iletken malzemelere ihtiyaç duyulmaktadır. İletken partikül içeren elastomerler, sahip oldukları elektro-mekanik özellikleri dolayısıyla bir çok uygulamada yer bulmuştur. Fakat üstün mekanik özelliklere sahip termoplastik elastomerlerden özellikle hem basınç hem de uzamaya bağlı piezorezistif özelliklerinin bildirildiği bir tek çalışmaya ulaşılmıştır (Estrada Moreno vd., 2009). Bu yüzden bu alanda yapılacak çalışmalar hem bilimsel hem de endüstriyel açıdan önem taşımaktadır.

### 3. GEREÇ ve YÖNTEM

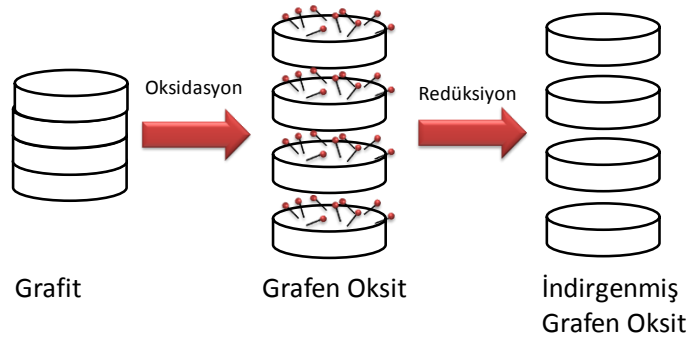
Proje temelde aşağıdaki adımlardan oluşmaktadır:

- IP 1: Projede üretilecek grafen oksit, indirgenmiş grafen oksit ve iletken kompozit filmlerin tasarımı ve gerekli kimyasal ve cihazların alınması ve çalıştırılması
- IP 2: GO/iGO üretimi ve karakterizasyonu
- IP 3: İletken SEBS-iGO kompozit filmlerin üretilmesi ve karakterizasyonu
- IP 4: SEBS-iGO iletken kompozit filmlerin mekanik özelliklerinin ölçülmesi
- IP 5: SEBS-iGO iletken kompozit filmlerin elektriksel özelliklerin ölçülmesi
- IP 6: SEBS-iGO iletken kompozit filmlerin kumaşa aktarılması ile tekstil sensörün hazırlanması ve morfolojik, mekanik ve elektriksel özelliklerinin incelenmesi

Bu aşamalarda kullanılan tüm cihaz, kimyasal ve yöntemler aşağıda verilmektedir.

#### 3.1 Grafen Oksit/İndirgenmiş Grafen Oksit Üretimi

Grafen oksit üretimi modifiye edilmiş Hummers yöntemi ile gerçekleştirilmiştir. Buna göre bu işlemdeki temel amaç, Şekil 3.1'de gösterildiği gibi, grafitin yapısında bulunan tabakaların aralarının açılması, yüzey alanı/hacim oranının artırılması ile grafen oksit eldesi ve grafen oksidin elektriksel iletkenliğinin artırılması için indirgeme işleminin gerçekleştirilmesidir.



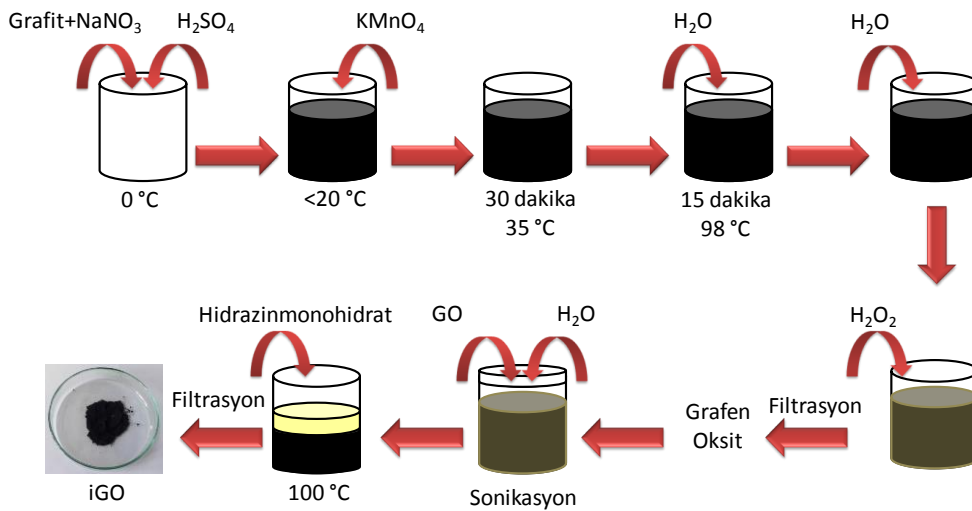
**Şekil 3.1.** İndirgenmiş GO eldesi

1 g grafit 0.5 g sodyum nitrat ( $\text{NaNO}_3$ ) ile karıştırılmış, daha sonra 23 ml sülfürik asit ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ ) ilave edilmiştir. Karışım buz banyosu içerisinde  $0^\circ\text{C}$ 'ye soğutulmuştur ve bu karışıma 3 g potasyum permanganat ( $\text{KMnO}_4$ ) yavaşça eklenmiştir. Bu esnada sıcaklığın  $20^\circ\text{C}$ 'nin üzerine çıkmamasına özen gösterilmiştir. Daha sonra karışım buz banyosundan çıkarılarak karıştırıcıda  $35^\circ\text{C}$ 'ye kadar ısıtılmış ve bu sıcaklıkta 30 dk bekletilmiştir. Bu süre sonunda 46 ml saf su karışıma yavaşça ilave edilmiştir. Bu esnada sıcaklık  $98^\circ\text{C}$ 'ye kadar yükselmiştir. Bu sıcaklıkta 15 dk bekletilen karışıma 140 mL  $80^\circ\text{C}$ 'de ısıtılmış saf su ilave edilmiştir. Daha sonra %3'lük hidrojen peroksit ( $\text{H}_2\text{O}_2$ ) ilave edilmiştir ve açık sarı-kahverengi renkli karışım filtrelenmiş ve saf su ile yıkanmıştır. (Hummers ve Offeman, 1958) Hummers metodu ile elde edilen 100 mg grafen oksit (GO), 100 ml saf su içerisinde sarı-yeşil-kahverengi renkli homojen

bir karışım elde edilene kadar ultrasonik karıştırıcıda bekletilmiştir. Homojen karışıma 1 ml hidrazinmonohidrat eklenmiş ve siyah renkli bir çökelti oluşana kadar 100°C'de reflüksde bekletilmiştir. Bu adım ile indirgenmiş grafen oksit elde edilmiştir. Elde edilen indirgenmiş grafen oksit, cam filtre ile süzülüp, sırasıyla saf su ve metanol ile yıkanmış ve vakum etüvde kurutulmuştur (Stankovich vd., 2006a; Stankovich vd., 2006b; Stankovich vd., 2006c; Stankovich vd., 2007) Şekil 3.2'de indirgenmiş grafenoksitin (iGO) eldesi şematik olarak gösterilmiştir.

**Tablo 3.1.** Grafen oksit üretimi sırasında kullanılan malzemeler ve cihazlar

Malzeme/Cihaz	Marka/ CAS numarası
Grafit	Merck/ 7782-42-5
H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	Merck/ 7664-93-9 (%95-97 Saflık)
KMnO <sub>4</sub>	Merck/ 77-22-64-7
NaNO <sub>3</sub>	Merck/ 7631-99-4
Hidrazinmonohidrat	Merck/ (%80)
H <sub>2</sub> O <sub>2</sub>	Merck/ (%30)
HCl	Merck (%37)
Hassas Terazı	Sartorius CP 2250
Isıtıcılı Manyetik Karıştırıcı	Stuart SB-162
Ultrasonik Banyo	Bandelin RK-100
Distile su cihazı	STUART W-4000 model, cam su distilasyon seti
Vakum Etüv	Binder



**Şekil 3.2.** Modifiye Hummers yöntemi ile indirgenmiş GO eldesi (Hummers ve Offeman, 1958; Stankovich vd., 2006a; Stankovich vd., 2006b; Stankovich vd., 2006c; Stankovich vd., 2007)



### 3.2 Grafen Oksit ve İndirgenmiş Grafen Oksit Karakterizasyonu

Grafit, GO ve iGO'nun karşılaştırılması için morfolojik karakterizasyon TEM ve SEM ile; optik absorpsiyon özellikleri UV spektrofotometre (UV-VIS) ile, kristal yapının ve grafen tabakaları arasındaki mesafenin saptanması X-ışınları Difraksiyonu (Kırınımı) (XRD) analizleri ile kimyasal yapı, X-ışınları fotoelektron (XPS), Fourier Transform Infrared (FTIR) ve Raman spektroskopisi ile gerçekleştirilmiştir. Bu analizlerin hangi cihazlarla hangi koşullar altında gerçekleştirildiği aşağıda verilmektedir.

**SEM:** Grafit, GO ve iGO'nun morfolojisi alan emisyon taramalı elektron mikroskobu (FESEM) ile gerçekleştirilmiştir. Bu analiz, Orta Doğu Teknik Üniversitesi Merkezi Araştırma Laboratuvarı'nda bulunan JEOL JSM-6400 marka cihaz ile gerçekleştirilmiştir. Analiz 20 kV'de 500x - 200.000x arasındaki büyütme oranlarında yapılmıştır. Numuneler iletken olduğu için kaplama yapılmamıştır. 0.01 gr ağırlığındaki toz numuneler 10 ml etanol içinde yaklaşık 5 dk çalkalandıktan sonra plastik pipet ile ölçüm yapılacak stubların üzerine aktarılmış ve etanolün buharlaşmasından sonra ölçüm gerçekleştirilmiştir.

**TEM:** Çalışmalarda kullanılan grafit mikron boyutunda olduğu ve bir sürü tabakadan oluştuğu için TEM ile analiz yapılmamıştır. Elektronların o kalınlıktaki bir numuneden geçmeansı yoktur. GO ve iGO'ya ilişkin TEM analizleri, Eskişehir Osmangazi Üniversitesi Merkezi Araştırma Laboratuvarı Uygulama ve Araştırma Merkezi'nde bulunan JEOL JEM 1220 marka ve Orta Doğu Teknik Üniversitesi Merkezi Araştırma Laboratuvarı'nda bulunan Jeol 2100 F 200kV RTEM, FEI 120 kV CTEM marka geçirimli elektron mikroskobu ile yapılmıştır. Analiz 80 kV'de 20.000x-150.000x arasındaki büyütme oranlarında yapılmıştır. 0.01 gr ağırlığındaki toz numuneler 10 ml etanol içinde yaklaşık 5 dk kadar çalkalandıktan sonra plastik damlalıklı ölçüm yapılacak gridlerin üzerine aktarılmış ve etanolün buharlaşmasından sonra ölçüm gerçekleştirilmiştir.

**TGA:** Grafit, GO ve iGO'nun termal gravimetrik analizleri Yalova Üniversitesi Araştırma Laboratuvarları'nda bulunan Seiko, TG/DTA 6300 marka cihaz ile azot atmosferi altında 30-650°C arasında 20°C/dk ısıtma hızı gerçekleştirilmiştir. Ölçümlerden önce numuneler 60°C'de vakum etüvde 12 saat kurutulmuştur.

**UV-Vis:** GO ve iGO'nun ultraviyole ve görünür ışık (UV-Vis) absorpsiyon spektroskopisi Yalova Üniversitesi Araştırma Laboratuvarları'nda bulunan Shimadzu, UV 1800 marka cihazı ile gerçekleştirilmiştir. Distile su ile hazırlanmış 0.05 mg/ml numune içeren çözeltiler 30 dk

boyunca sonikasyona tabi tutulmuş ve hemen ardından kuartz küvetlere doldurulmuş ve 200-600 nm arasında genel tarama yapılmıştır.

**XRD:** Grafit, GO ve iGO'nun mikro-yapıları XRD analizi ile gerçekleştirilmiştir. Bu analiz, Eskişehir Osmangazi Üniversitesi Merkezi Araştırma Laboratuvarı Uygulama ve Araştırma Merkezi'nde bulunan Panalytical Emperian marka ve Orta Doğu Teknik Üniversitesi Merkezi Araştırma Laboratuvarı'nda bulunan Rigaku Ultima-IV marka cihaz ile gerçekleştirilmiştir. XRD ölçümleri 5-60° arasında 0.01°/sn tarama hızı ile Cu K $\alpha$  radyasyonu (0.154 nm) kullanılarak yapılmıştır.

**XPS:** Grafit, GO ve iGO'nun yüzey bileşimleri XPS analizi ile gerçekleştirilmiştir. Bu analiz, Orta Doğu Teknik Üniversitesi Merkezi Araştırma Laboratuvarı'nda bulunan PHI-5000 Versaprobe marka cihaz ile gerçekleştirilmiştir.

**FT-IR:** Grafit, GO ve iGO'nun kimyasal yapıları Fourier Transform Infrared (FTIR) Spektroskopisi ile gerçekleştirilmiştir. Bu analiz, Yalova Üniversitesi Araştırma Laboratuvarları'nda bulunan Perkin Elmer, Spectrum 100 marka cihaz ile gerçekleştirilmiştir.

**Raman:** Grafit, GO ve iGO'nun mikro-yapıları Raman analizi ile gerçekleştirilmiştir. Bu analiz, Orta Doğu Teknik Üniversitesi Merkezi Araştırma Laboratuvarı'nda bulunan Reinshaw inVia marka cihaz ile gerçekleştirilmiştir. Ölçümler, 532 nm lazer kullanılarak yapılmıştır. Ölçümlerden önce numuneler 25°C'de 12 saat vakum altında bekletilmiştir.

**BET:** Grafit, GO ve iGO'nun çok noktalı Brunauer–Emmett–Teller (BET) yüzey alanı analizi Orta Doğu Teknik Üniversitesi Merkezi Araştırma Laboratuvarı'nda bulunan QuantaChrome Autosorb 6B marka cihaz ile gerçekleştirilmiştir. Ölçümden önce numuneler bir gece vakum altında 30°C'de degassing işlemine tabi tutulmuştur.

### 3.3 Kompozitlerin Üretimi

Kompozitler hem film hem de silindir formunda üretilmiştir.

**Kompozit filmler** hem grafit hem de iGO ile hazırlanmıştır. Bunun sebebi laboratuvarda üretilen iGO'nun kompozitin elektriksel özelliklerde nasıl bir değişime sebep olduğunun gözlenmesidir. Her iki grup kompozit de aynı yöntemlerle hazırlanmış ve karakterize edilmiştir. Bunun yanında farklı yapıdaki SEBS polimerleri ve farklı çözügenlerin kompozitlerin morfolojik ve elektriksel özelliklerine olan etkisinin incelenmiştir. Polimer ve dolgu maddeleri vakum etüvde 40°C'de bir gün kurutulduktan sonra kullanılmıştır. Kompozit filmler Şekil 3.3'de görüldüğü gibi ve Tablo

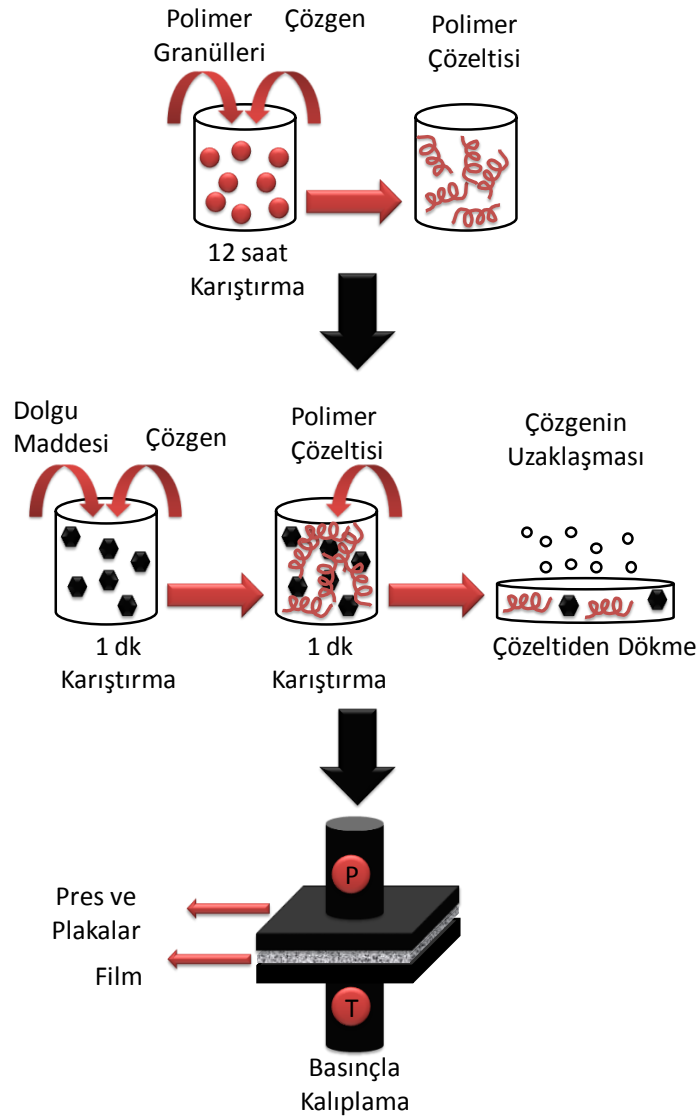
3.2’de verilen malzeme ve donanım ile üç adımda hazırlanmıştır. İlk adımda polimerler farklı çözümler ile manyetik karıştırıcıda bir gece karıştırılarak polimerlerin tamamen çözünmesi sağlanmış ve stok çözeltiler hazırlanmıştır. Bunun amacı dolgu maddesinin polimer içinde homojen bir şekilde dağılmasının sağlanmasıdır. İkinci adımda, dolgu maddesine bir miktar çözümler eklenmiş ve yüksek kayma hızında çalışan ve proje kapsamında alınan karıştırıcının (Şekil 3.4) içinde 1dk süreyle karıştırılmıştır. Bu karışıma hazırlanan stok çözeltilerden kompozisyona uygun miktarda polimer çözeltisi ilave edilmiş ve 1 dk daha karıştırılmıştır. Elde edilen dolgu maddesi-polimer-çözümler karışımı petri kaplarına dökülmüş ve çeker ocağa bırakılıp, çözümlerin buharlaşması beklenmiştir. Bunun ardından petri kapları vakum etüvde 40°C’de bir gece bekletilmiş ve yapıda kalan çözümlerin uzaklaştırılması sağlanmıştır.

**Tablo 3.2.** Kompozit üretimi sırasında kullanılan malzemeler ve cihazlar

Malzeme/Cihaz	Marka/ CAS numarası
Grafit	Merck/7782-42-5
iGO	Laboratuvarda sentezlendi
Toluene	Merck/108-88-3 (%99,9 saflık)
Tetrahydrofuran (THF)	Merck/109-99-9 (%99,9 saflık)
Kloroform	Merck/67-66-3 (%99,9 saflık)
SEBS-1	20/80 S/EB, Taipol
SEBS-2	20/80 S/EB , Taipol
SEBS-3	30/70 S/EB, Taipol
SEBS-4	30/70 S/EB, Taipol
SEBS-5	30/70 S/EB, Taipol
Plastikleştirici	Merlot 261-1, Petroyağ
Hassas Terazisi	Sartorius CP 2250
Isıtıcı Manyetik Karıştırıcı	Stuart SB-162
High Shear Karıştırıcı	Mezerustar
Vakum Etüv	Binder
Etüv	Elektromag, M420 P
Sıcak Pres	(Çince olduğu için okunmuyor)
Distile su cihazı	STUART W-4000 model, cam su distilasyon seti

Üçüncü ve son adımda ise çözümlerden dökme yöntemi ile elde edilen bu filmler, teflonla kaplanmış kare metal plakalar arasına yerleştirilerek proje kapsamında alınan sıcak pres altında (Şekil 3.5) belirli sıcaklıkta, belirli basınç altında belirli süre bekletilmiştir.

İşlem sırasındaki koşullar MFI, DSC ve TGA verileri dikkate alınarak deneme yanılma yoluyla belirlenmiştir. Bunun yanında SEBS-3, SEBS-4 ve SEBS-5 koduna sahip 30/70 blok oranındaki polimer plastikleştirici ve ısıl stabilizatör ile karıştırılmış ve işlenebilirlikleri kolaylaştırılmıştır. SEBS-3 en yüksek moleküler ağırlığa sahip olduğu için 20/80 oranında plastikleştirici, SEBS-4 orta moleküler ağırlığa sahip olduğu için 30/70, SEBS-5 ise bu gruptaki en düşük moleküler ağırlığa sahip olduğu için 40/60 oranında plastikleştirici içermektedir. Her polimer için farklı oranlar denenmiş ve işlenebilirlik için en uygun oran bu şekilde belirlenmiştir. Tablo 3.3'de kompozit filmlerin basınçla kalıplama koşulları verilmektedir.



**Şekil 3.3.** Kompozit film üretim aşamaları



**Şekil 3.4** Yüksek deformasyonlu planetary çalkalama ve karıştırma cihazı

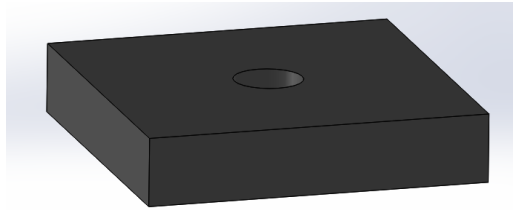
**Tablo 3.3.** Kompozit filmlerin üretim koşulları

Polimer	Dolgu Maddesi	Çözgen	Basınçla Kalıplama Koşulları
SEBS-1	Grafit	THF	T: 180°C P: 2.5 MPa Süre: 2 dk.
SEBS-1	Grafit	Toluen	T: 180°C P: 2.5 MPa Süre: 2 dk.
SEBS-1	Grafit	Kloroform	T: 180°C P: 2.5 MPa Süre: 2 dk.
SEBS-1	iGO	THF	T: 180°C P: 2.5 MPa Süre: 2 dk.
SEBS-1	iGO	Toluen	T: 180°C P: 2.5 MPa Süre: 2 dk.
SEBS-1	iGO	Kloroform	T: 180°C P: 2.5 MPa Süre: 2 dk.
SEBS-2	Grafit	THF	T: 180°C P: 3.5 MPa Süre: 5 dk.
SEBS-2	Grafit	Toluen	T: 180°C P: 3.5 MPa Süre: 5 dk.
SEBS-2	Grafit	Kloroform	T: 180°C P: 3.5 MPa Süre: 5 dk.
SEBS-2	iGO	THF	T: 180°C P: 3.5 MPa Süre: 5 dk.
SEBS-2	iGO	Toluen	T: 180°C P: 3.5 MPa Süre: 5 dk.
SEBS-2	iGO	Kloroform	T: 180°C P: 3.5 MPa Süre: 5 dk.
SEBS-3	Grafit	Toluen	T: 190°C P: 0.1MPa Süre: 6 dk.
SEBS-3	iGO	Toluen	T: 190°C P: 0.1MPa Süre: 6 dk.
SEBS-4	Grafit	Toluen	T: 190°C P: 0.1MPa Süre: 5 dk.
SEBS-4	iGO	Toluen	T: 190°C P: 0.1MPa Süre: 5 dk.
SEBS-5	Grafit	Toluen	T: 190°C P: 0.1MPa Süre: 4 dk.
SEBS-5	iGO	Toluen	T: 190°C P: 0.1MPa Süre: 4 dk.



**Şekil 3.5.** Sıcaklık ve basınç kontrollü manuel pres cihazı

**Silindir formundaki kompozit** üretiminde polimerin çözügen içinde çözünüp, iGO ile karıştırılması ve çözeltiden dökme yöntemine göre hazırlanması ve bunun ardından vakum etüvde bekletilmesi aynen film üretiminde olduğu gibi üretilmiştir. Tek farklılık vakum etüvden alınan numune, Şekil 3.6'da verilen çapı 10 mm, yüksekliği 10 mm olan silindir şeklindeki kalıbın içine doldurulmuş ve ısı etkisiyle basınçta kalıplama yöntemine göre elde edilmiştir. Kullanılan sıcaklık değerleri (Tablo 3.3) filmlerde kullanılan değerlerle aynıdır.



**Şekil 3.6.** Basma numuneleri için kullanılan kalıp

### 3.4 Polimerlerin ve Kompozit Filmlerin Karakterizasyonu

**ATR-FTIR:** Polimerlerin kimyasal yapıları Yalova Üniversitesi Araştırma Laboratuvarları'nda bulunan Perkin Elmer Spectrum 100 model FT-IR cihazının ATR modülü ile analiz edilmiştir. Spektrumlar  $500\text{ cm}^{-1}$  ile  $4000\text{ cm}^{-1}$  aralığında 50 tarama yapılarak elde edilmiştir.

**DSC:** Polimerlerin ısı geçiş özelliklerinin ( $T_g$ ,  $T_m$ ) belirlenmesi için Yalova Üniversitesi'nde Seiko, DSC 7020 ve Orta Doğu Teknik Üniversitesi Merkezi Araştırma Laboratuvarı'nda bulunan Perkin Elmer Diamond marka Diferansiyel Taramalı Kalorimetre (DSC) kullanılmıştır. İlk ısıtma azot atmosferinde  $30\text{-}170^\circ\text{C}$ 'de  $10^\circ\text{C}/\text{dk}$  ısıtma hızında yapılmıştır. Daha sonra

numuneler 170°C'den -100°C'ye 10°C/dk hızında soğutulmuştur. İkinci ısıtma ise, azot ortamında -100-270°C arasında 10°C/dk ısıtma hızında gerçekleştirilmiştir.

**TGA:** SEBS polimerlerinin termal gravimetrik analizleri Yalova Üniversitesi Araştırma Laboratuvarları'nda bulunan Seiko, TG/DTA 6300 marka cihaz ile azot atmosferi altında 30-500°C arasında 20°C/dk ısıtma hızında gerçekleştirilmiştir. Ölçümlerden önce numuneler 60°C'de vakum etüvde 12 saat kurutulmuştur.

**GPC:** Polimerlerin moleküler ağırlıkları ile Yalova Üniversitesi Araştırma Laboratuvarları'nda bulunan Viscotek jel geçirgenlik kromatografisi cihazı ile belirlenmiştir. Analiz için, HPLC grade THF ile 3mg/ml oranında çözeltiler hazırlanmış ve cihazın içine yerleştirilmiştir.

**SEM:** Üretilen kompozitlerin morfolojileri alan emisyon taramalı elektron mikroskobu (FESEM) ile gerçekleştirilmiştir. Bu analiz, Orta Doğu Teknik Üniversitesi Merkezi Araştırma Laboratuvarı'nda bulunan JEOL JSM-6400 marka cihaz ile gerçekleştirilmiştir. Analiz 5-20 kV'de 500x-200000x arasındaki büyütme oranlarında yapılmıştır. Numuneler, analizden önce Au/Pd alaşımı ile sputter kaplama tekniği ile 3-6 nm kalınlığında kaplanmıştır.

**Film Kalınlığının Ölçülmesi:** Hem elektriksel hem de mekanik karakterizasyon öncesi numunelerin kalınlığı proje kapsamında alınan Asimeto (Şekil 3.7) ve Mitutoyo marka dijital kalınlık ölçerler kullanılarak belirlenmiştir. 10 farklı yerden ölçüm yapıp, ortalaması alınmıştır.



**Şekil 3.7.** Dijital kalınlık ölçme cihazı

**Elektriksel Karakterizasyon:** Kompozit filmlerin hacimsel öz direnci Şekil 3.8'de verilen ve proje kapsamında alınan Keithley 6517B Elektrometre ve 8009 Direnç Ölçüm Kiti ile belirlenmiştir. Ölçümler ASTM D-257 esas alınarak yapılmıştır. Filmler iki elektrot arasına yerleştirilmiş ve farklı gerilimler altında gösterdiği hacimsel öz dirençler kaydedilmiştir. En az dört ölçüm yapıp ortalaması alınmıştır.



**Şekil 3.8.** Yüksek direnç ölçüm cihazı ve test istasyonu

**Mekanik Karakterizasyon:** Mekanik karakterizasyon çekme, sünme, çevrimsel uzama ve çevrimsel basma testlerinden oluşmaktadır.

**Çekme testi:** Çekme testi film formundaki kompozitlere uygulanmıştır. Çekme testi yapılmadan önce numune hazırlanmaktadır. Belirli standarda göre hazırlanan numune, cihaza yerleştirilir ve yine standarda bağlı olarak istenilen çekme hızında istenilen mesafeye kadar çekme testi uygulanmaktadır. Test sonrası elde edilen grafikte yatay eksen (X eksen) uzamaya bağlı (uzama mm/mm, % uzama vb.) değerleri içerirken, dikey eksen (Y eksen) mukavemete bağlı (kuvvet, gerilim vb.) değerleri içermektedir.

Kullanılmış olan test cihazı, proje kapsamında alınan Devotrans basma/çekme cihazıdır (Şekil 3.9). Çekme testlerinde film formunda kullanılan numunelerin genişliği 5 mm, kalınlığı 0.3 mm – 0.6 mm aralığında ve numunenin sıkıştırıldığı çeneler arası mesafe 22.3 mm'dir. Test 50 mm/dk çekme hızında gerçekleştirilmiştir. Bu test hızının seçilmesinin sebebi, termoplastik elastomerlerin bazı durumlarda %800-%1200 gibi çok yüksek kopma uzamalarına ulaşmasıdır. Bu durumda test hızının yavaş olması ile bir numuneye ait analiz süresi saatlerce olabilmektedir. Bu boyutların seçilmesinin sebebi ise, yüksek kopma uzamasında daha büyük numunelerin cihazın kapasitesinin dışında bir uzunluğa ulaşabilme riskidir.

Başlangıçta numuneye 0.1 N değerinde ön yük uygulanmış ve sonrasında 50 mm/dk hızda, numune kopana kadar çekme işlemi uygulanmıştır. Test sonrası “gerinim (%) – kuvvet (N) grafiği” elde edilmiştir. Kuvvet verileri, numunenin kesit alanına bölünerek (genişlik x kalınlık), gerilim verileri elde edilmiş ve “gerinim (%) – gerilim (kPa)” grafiği çizilmiştir. Elde edilen gerilim değeri mühendislik gerilimidir (engineering stress). Bu grafiğin analiz edilmesi ile numunelerin elastik modülü, %100-300-600 uzamalarda gerilim değerleri ve sekant modülleri belirlenmiştir. Testler 3 defa tekrarlanmış ve ortalaması alınmıştır.

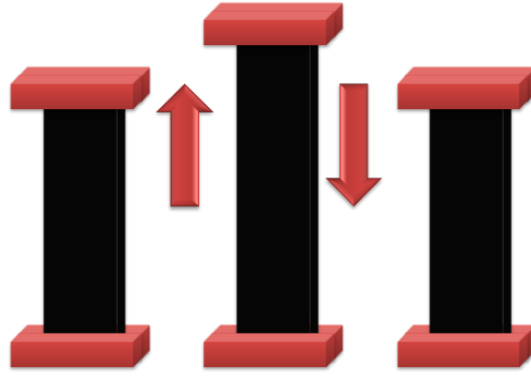




**Şekil 3.9.** Basma-çekme cihazı

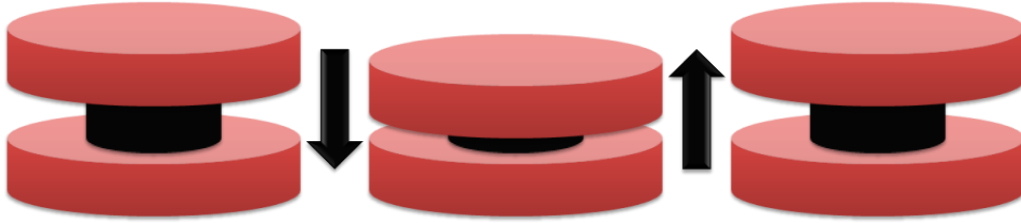
**Sünme (creep) testi:** Sünme testlerinde film formunda kullanılan numunelerin genişliği 5 mm, kalınlığı 0.3 mm – 0.6 mm aralığında ve numunenin sıkıştırıldığı çeneler arası mesafe 22.3 mm'dir. Numuneler %50 uzama değerine kadar deforme edilmiş ve o boyutta 10 dk tutulmuşlardır. Test 50 mm/dk çekme hızında gerçekleştirilmiştir. Sünme testleri sadece sensör olarak kullanılabilen numunelere yapılmıştır.

**Çevrimsel uzama testi:** 25 mm genişliğinde, 0.3 mm – 0.6 mm kalınlığında ve 50 mm çene mesafesine uygun olacak şekilde numuneler hazırlanmış ve cihaza sabitlenmiştir (Şekil 3.10). Numuneler %20, 30, 40, 50 uzama oranlarında 50 mm/dk hızında 50 çevrim işleme tabi tutulmuş ve 1, 5, 10, 50. çevrimlere ait veriler ilgili grafiklerde verilmiştir. Bazı numunelerde ise elektriksel karakterizasyon sırasında verilen uzama değerlerinde anlamlı sensör verisi elde edilmediği için, daha düşük uzama oranlarında (%2, 3, 4, 5) gibi çevrimsel testler yapılmış ve bunlara ait sonuçlar verilmiştir.



**Şekil 3.10.** Çevrimsel uzama testi

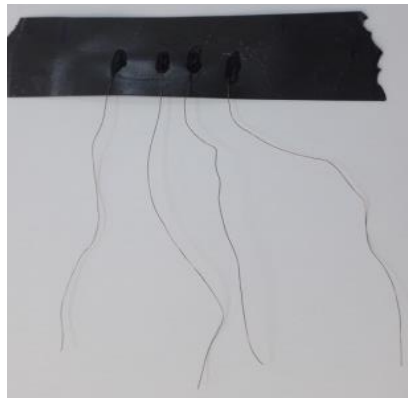
**Çevrimsel basma testi:** 10 mm çapında ve 10 mm yüksekliğinde silindir şeklindeki numuneler basma kafalarının arasına yerleştirilmiş ve %20, 30, 40, 50 basma oranlarında 50 mm/dk hızında 50 çevrim işleme tabi tutulmuş (Şekil 3.11) ve 1, 5, 10, 50. çevrimlere ait veriler ilgili grafiklerde verilmiştir.



**Şekil 3.11.** Çevrimsel basma testi

### 3.5 Sensörlerin Hazırlanması

**Uzama sensörlerinin hazırlanması:** 25 mm genişliğinde, 0.3 mm – 0.6 mm kalınlığında ve 50 mm çene mesafesine uygun olacak şekilde hazırlanan numuneler Şekil 3.12'de görüldüğü gibi bakır teller (4-probe) ileten yapıştırıcı yardımıyla numuneye yapıştırılmıştır. Problar arası mesafe 10 mm olarak ayarlanmıştır. 4-probe kullanılmasının amacı, daha hassas ölçüm elde edilmesidir.



**Şekil 3.12.** Uzama sensörünün görünüşü

**Basınç sensörlerinin hazırlanması:** 10 mm çapında ve 10 mm yüksekliğinde silindir şeklindeki numunelere Şekil 3.13’de görüldüğü gibi iğne yardımıyla küçük delikler açılmış ve bakır teller (4-probe) iletken yapıştırıcı yardımıyla bu deliklere yapıştırılmıştır. Problar arası mesafe yaklaşık 4 mm olarak ayarlanmıştır. 4-probe kullanılmasının amacı, daha hassas ölçüm elde edilmesidir.



**Şekil 3.13.** Basınç sensörünün görünüşü

### 3.6 Sensörlerin Karakterizasyonu

**Uzama etkisi altında elektriksel direncin ölçülmesi (Piezoresistansın ölçülmesi):** Uzama etkisi altında dirençte meydana gelen değişimlerin belirlenmesi için numuneler Şekil 3.12’de görüldüğü gibi hazırlanmış, Şekil 3.10’da görüldüğü gibi basma-çekme cihazının çeneleri arasına yerleştirilmiş ve bakır teller 4-probe mekanizmasına göre, proje kapsamında alınan, akım kaynağına (Keithley 6221) ve nano-voltmetreye (Keithley 2182A) bağlanmıştır (Şekil 3.14). Ölçüme hazır olan numuneler, farklı deformasyon oranları ve hızlarında çevrimsel testlere tabi tutulmuştur. İşlem sırasında elde edilen veriler Excel verisi şeklinde kaydedilmiş ve analiz edilmiştir.

**Basınç etkisi altında elektriksel direncin ölçülmesi (Piezoresistansın ölçülmesi):** Basınç etkisi altında dirençte meydana gelen değişimlerin belirlenmesi için numuneler Şekil 3.13’de görüldüğü gibi hazırlanmış, Şekil 3.11’de basma-çekme cihazının kafaları arasına yerleştirilmiş ve bakır teller 4-probe mekanizmasına göre, proje kapsamında alınan, akım kaynağına (Keithley 6221) ve nano-voltmetreye (Keithley 2182A) bağlanmıştır (Şekil 3.14). Ölçüme hazır olan numuneler, farklı deformasyon oranları ve hızlarında çevrimsel testlere tabi tutulmuştur. İşlem sırasında elde edilen veriler Excel verisi şeklinde kaydedilmiş ve analiz edilmiştir.



**Şekil 3.14.** DC Delta Mode ölçüm sistemi ve 4-Probe sistemi adaptör kutusu

### 3.7 Tekstil Sensörlerinin Hazırlanması

**Uygun tekstil malzemesinin seçilmesi, yapısal (gramajı, kalınlığı, yapısı vb.) ve mekanik özelliklerinin analizi:** Daha önceki çalışmalarımızda olduğu gibi yüksek oranda spandex içeren esnek kumaşlar temin edilmiştir. Kumaşların farklı yerlerinden 30 mm x 30 mm boyutunda kesilen 3 numunenin ağırlığı ölçülmüş ve kumaşların  $gr/m^2$  değerleri hesaplanmıştır. Kumaşların kalınlığı proje kapsamında alınan Asimeto (Şekil 3.7) dijital kalınlık ölçer kullanılarak belirlenmiştir. 10 farklı yerden ölçüm yapıp, ortalaması alınmıştır. Bunların yanında kumaşların çevrimsel davranışını analiz etmek için, kompozit filmlerde olduğu gibi, 25 mm genişliğinde, yaklaşık 1mm kalınlığında ve 50 mm çene mesafesine uygun olacak şekilde numuneler hazırlanmış ve cihaza sabitlenmiştir (Şekil 3.10). Numunler %50 uzama oranlarında 50 mm/dk hızında 50 çevrim işleme tabi tutulmuş ve 1, 5, 10, 50. çevrimlere ait veriler analiz edilmiştir. Bu sayede en uygun kumaş belirlenmiştir.

**Optimum mekanik ve elektriksel özellik gösteren iletken SEBS kompozitlerin çözelti formlarının viskozite değerlerinin rotasyonel viskozimetre ile saptanması:** Hazırlanan karışımın viskozitesi, Brookfield DV2T marka viskozimetre ile 100 rpm hızında, 7 numaralı spindel ile belirlenmiştir. Elde edilen sonuçlar doğrultusunda hazırlanan karışımın kumaş üzerine kaplanmaya uygun olduğu sonucuna varılmıştır.

**Tablo 3.4.** Giyilebilir sensör üretimi sırasında kullanılan malzemeler ve cihazlar

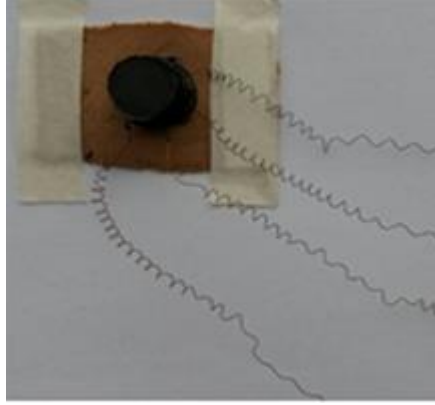
Malzeme/Cihaz	Marka/ CAS numarası
iGO	Laboratuvarda sentezlenmiştir
Toluen	Merck/108-88-3 (%99,9 saflık)
SEBS-1	20/80 S/EB
Kumaş-1	Yüksek oranda Spandex içeren kumaş
Kumaş-2	Yüksek oranda Spandex içeren kumaş
Kumaş-3	Yüksek oranda Spandex içeren kumaş
Hassas Terazi	Sartorius CP 2250
Isıtıcıli Manyetik Karıştırıcı	Stuart SB-162
High Shear Karıştırıcı	Mazerustar
Vakum Etüv	Binder
Etüv	Elektromag, M420 P
Viskozimetre	Brookfield, DV2T

**Uzama sensörlerinin hazırlanması:** 25 mm genişliğinde, 80 mm uzunluğunda kesilen kumaş üzerine iGO/SEBS/çözgen karışımı bıçak yardımıyla kaplanmıştır. Numuneler oda koşullarında bir gün kurumaya bırakılmıştır. Bunu takiben Şekil 3.15'de görüldüğü gibi bakır teller (4-probe) iletken yapıştırıcı yardımıyla numuneye yapıştırılmıştır. Problar arası mesafe 10 mm olarak ayarlanmıştır.



**Şekil 3.15.** Tekstil esaslı uzama sensörü

**Basınç sensörlerinin hazırlanması:** 30 mm genişliğinde, 50 mm uzunluğunda kesilen kumaş üzerine 10 mm çapında ve 10 mm yüksekliğindeki sensörler, sıcak pres ve kalıp yardımıyla yüzeye yapıştırılmıştır. Bunu takiben Şekil 3.16'da görüldüğü gibi bakır teller (4-probe) iletken yapıştırıcı yardımıyla numuneye yapıştırılmıştır. Problar arası mesafe 4 mm olarak ayarlanmıştır.

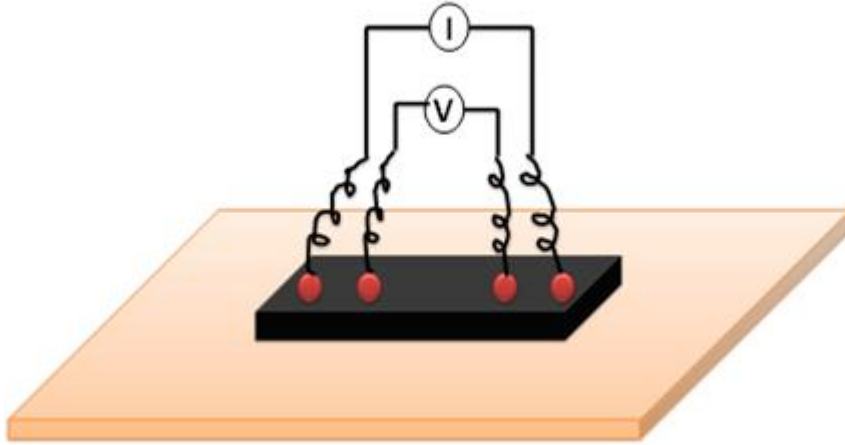


**Şekil 3.16.** Tekstil esaslı basınç sensörü

**Uzama ve basınç tekstil sensörlerinin yıkanması:** Sensör numuneleri makineye koyulmuş, bunlarla birlikte toplam  $2\pm 0.1$  kg kütleye tamamlanmıştır. Yıkama işlemi  $30\pm 3^\circ\text{C}$ 'de ev tipi standart deterjan ile 30 dakika gerçekleştirilmiştir.

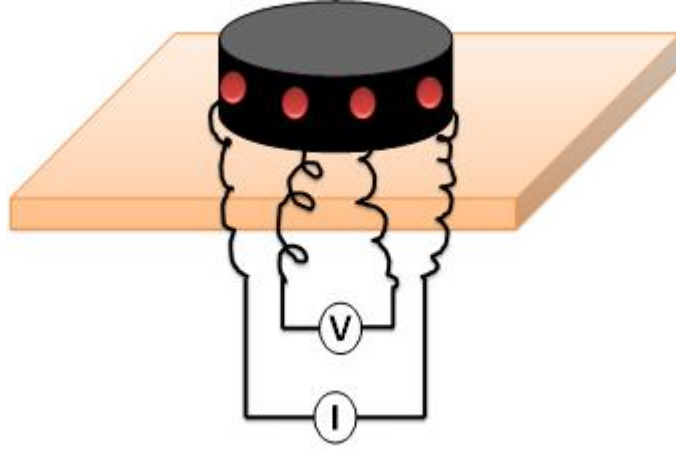
### 3.8 Tekstil Sensörlerinin Karakterizasyonu

**Uzama etkisi altında elektriksel direncin ölçülmesi (Piezoresistansın ölçülmesi):** Bu testler aynen kompozit filmlere yapıldığı gibi, Şekil 3.17'de gösterildiği şekilde yapılmış ve hem yıkanmamış hem de yıkanmış sensörlere uygulanmıştır.

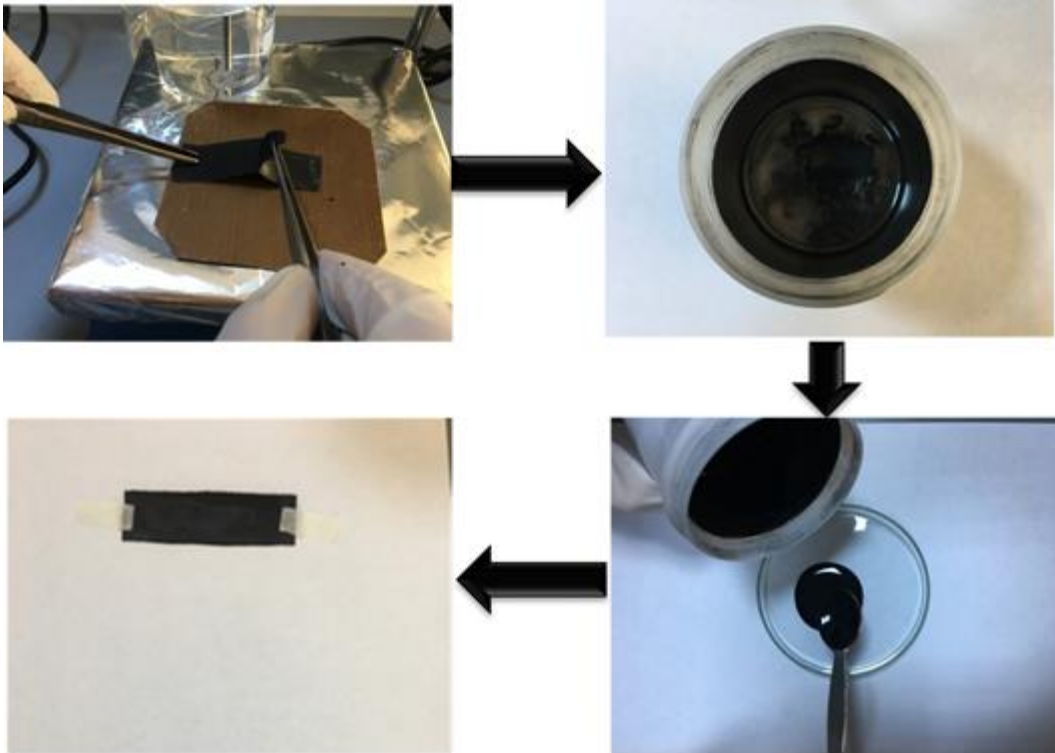


**Şekil 3.17.** Tekstil esaslı uzama sensörünün piezoresistif davranışının ölçülmesi

**Basınç etkisi altında elektriksel direncin ölçülmesi (Piezoresistansın ölçülmesi):** Bu testler aynen kompozit silindirlere yapıldığı gibi, Şekil 3.18'de gösterildiği şekilde yapılmış ve hem yıkanmamış hem de yıkanmış sensörlere uygulanmıştır.



**Şekil 3.18.** Tekstil esaslı basınç sensörünün piezoresistif davranışının ölçülmesi



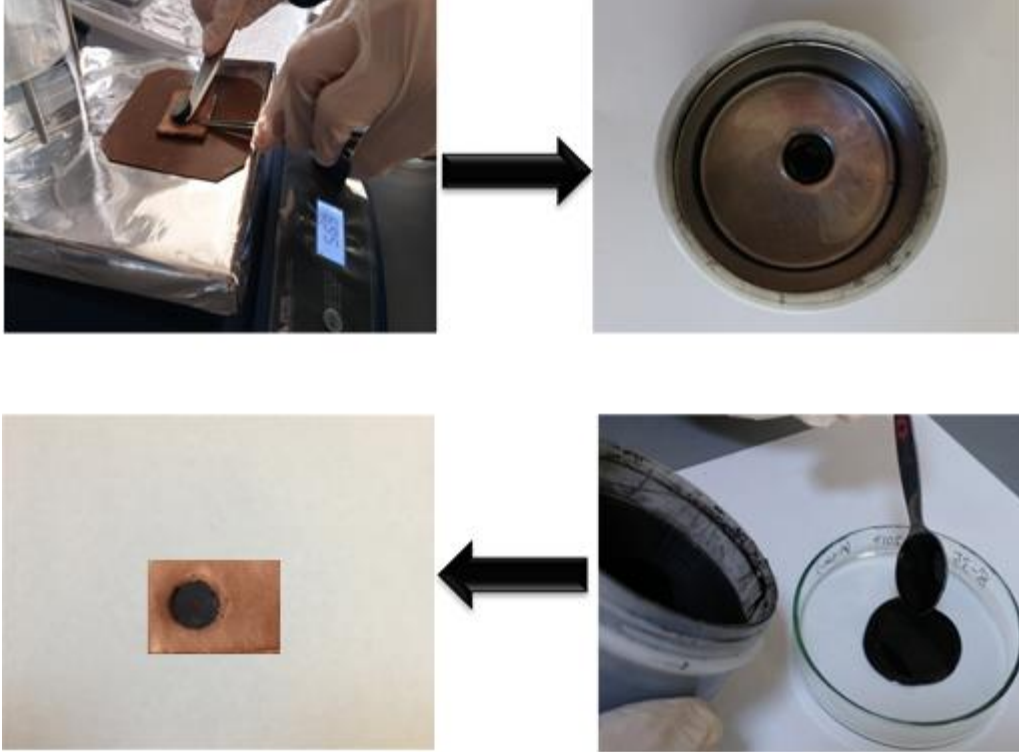
**Şekil 3.19.** Geri dönüştürülmüş tekstil esaslı uzama sensörü

**SEM:** Üretilen sensörlerin morfolojileri alan emisyon taramalı elektron mikroskobu (FESEM) ile gerçekleştirilmiştir. Bu analiz, Orta Doğu Teknik Üniversitesi Merkezi Araştırma Laboratuvarı'nda bulunan JEOL JSM-6400 marka cihaz ile gerçekleştirilmiştir. Analiz 5-20 kV'de 500x-200.000x arasındaki büyütme oranlarında yapılmıştır. Numuneler, analizden önce Au/Pd alaşımı ile sputter kaplama tekniği ile 3-6 nm kalınlığında kaplanmıştır.

### 3.9 Tekstil Sensörlerinin Geri Dönüştürülmesi

**Uzama sensörlerinin geri dönüştürülmesi:** Farklı koşullar altında test edilen sensörler, ısıtılmalı manyetik karıştırıcının üzerinde yumuşama sıcaklığına kadar ısıtılmış ve bıçak yardımıyla yüzeyden kazınmıştır. Daha sonra elde edilen kompozit daha önce yapıldığı gibi çözgen ile karıştırılıp yeni bir kumaş yüzeyine kaplanmıştır (Şekil 3.19).

**Basınç sensörlerinin geri dönüştürülmesi:** Farklı koşullar altında test edilen sensörler, ısıtılmalı manyetik karıştırıcının üzerinde yumuşama sıcaklığına kadar ısıtılmış ve bıçak yardımıyla yüzeyden kazınmıştır. Daha sonra elde edilen kompozit daha önce yapıldığı gibi çözgen ile karıştırılıp film haline getirilmiş daha sonra bu film kalıbın içine doldurulmuş ve sıcak pres yardımıyla yüzeye yapıştırılmıştır (Şekil 3.20).



**Şekil 3.20.** Geri dönüştürülmüş tekstil esaslı basınç sensörü

### 3.10 Geri Dönüştürülmüş Tekstil Sensörlerinin Karakterizasyonu

**Uzama etkisi altında elektriksel direncin ölçülmesi (Piezoresistansın ölçülmesi):** Bu testler aynen geri dönüşüm öncesi yapıldığı gibi, Şekil 3.17'de gösterildiği şekilde yapılmıştır.

**Basınç etkisi altında elektriksel direncin ölçülmesi (Piezoresistansın ölçülmesi):** Bu testler aynen geri dönüşüm öncesi yapıldığı gibi, Şekil 3.18'de gösterildiği şekilde yapılmıştır.





**SEM:** Üretilen geri dönüştürülmüş sensörlerin morfolojileri alan emisyon taramalı elektron mikroskobu (FESEM) ile gerçekleştirilmiştir. Bu analiz, Orta Doğu Teknik Üniversitesi Merkezî Araştırma Laboratuvarı'nda bulunan JEOL JSM-6400 marka cihaz ile gerçekleştirilmiştir. Analiz 5-20 kV'de 500x-200000x arasındaki büyütme oranlarında yapılmıştır. Numuneler, analizden önce Au/Pd alaşımı ile sputter kaplama tekniği ile 3-6 nm kalınlığında kaplanmıştır.

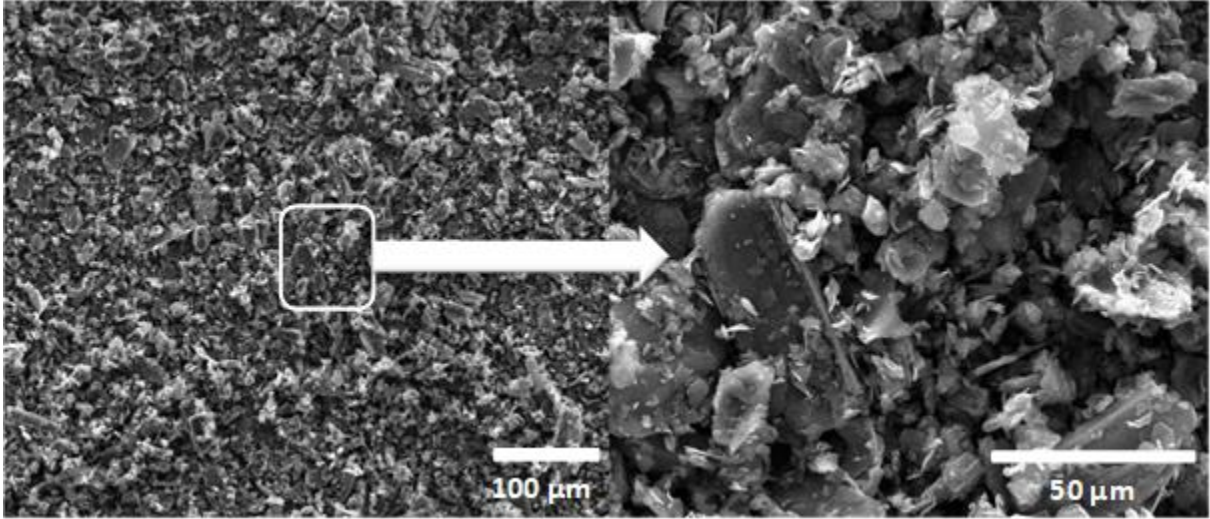
#### 4. BULGULAR ve TARTIŞMA

Bu kısımda aşağıdaki iş paketleri sonunda elde edilmiş bulgular verilecektir.

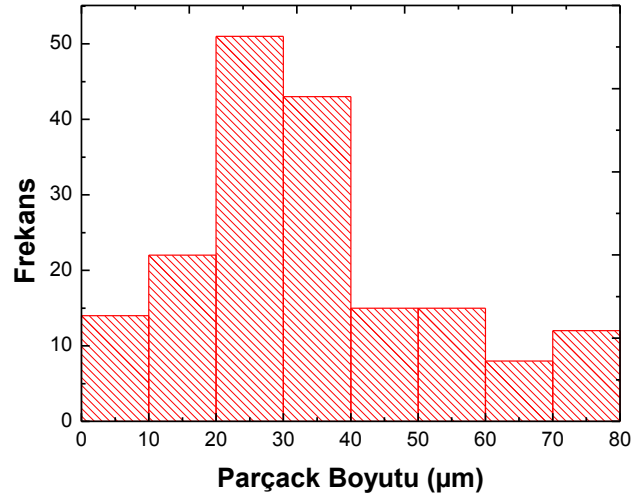
- IP 2: GO/iGO üretimi ve karakterizasyonu
- IP 3: İletken SEBS-iGO kompozit filmlerin üretilmesi ve karakterizasyonu
- IP 4: SEBS-iGO iletken kompozit filmlerin mekanik özelliklerinin ölçülmesi
- IP 5: SEBS-iGO iletken kompozit filmlerin elektriksel özelliklerin ölçülmesi
- IP 6: SEBS-iGO iletken kompozit filmlerin kumaşa aktarılması ile tekstil sensörün hazırlanması ve morfolojik, mekanik ve elektriksel özelliklerinin incelenmesi

##### 4.1 GO/iGO Üretimi ve Karakterizasyonu

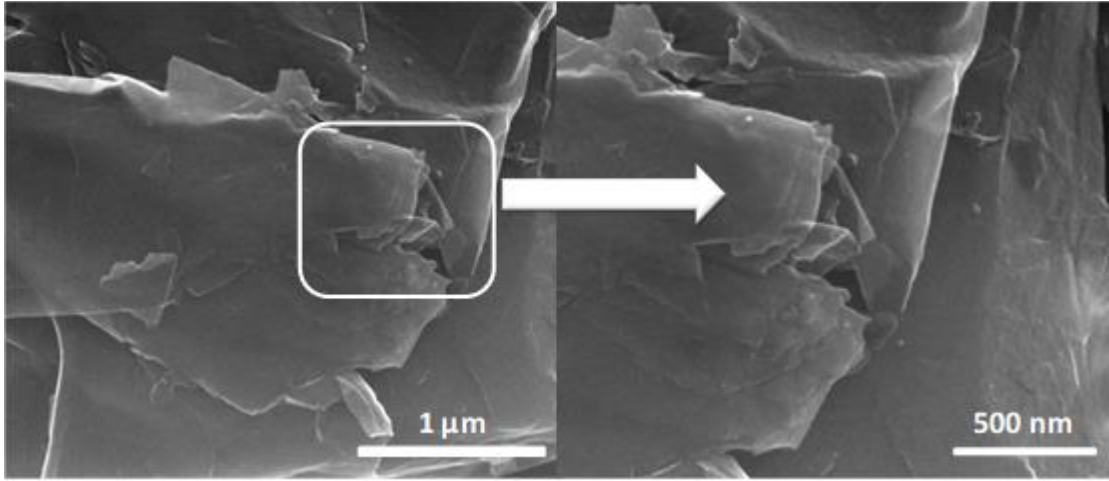
**SEM:** Yüzey morfolojisinin incelenmesinde hem grafit, hem GO hem de iGO'nun SEM analizleri yapılmıştır. Şekil 4.1'de görüldüğü gibi iGO eldesinde kullanılan grafit, 5-75 µm arasında boyuta sahip parçacıklarından oluşmaktadır. Grafite ait parçacık boyut dağılımı Şekil 4.2'de verilmektedir. Şekil 4.1-4.5'de GO ve iGO'ya ait FESEM görüntüleri verilmektedir. Hem GO hem de iGO numuneleri birçok tabakadan oluşmaktadır. Daha önceki çalışmalarda da rapor edildiği gibi, iGO parçacıklarının kenarları bükülmüş, katlanmış eşarp şeklindedir. Ayrıca, Şekil 4.4'de indirgenmiş grafen oksit parçacığının enine kesiti görülmektedir. Bu görüntüde de grafit tabakalarının ayrılarak nanometrik bir boyuta indirildiği açık bir şekilde görülmektedir (Sobon vd., 2012).



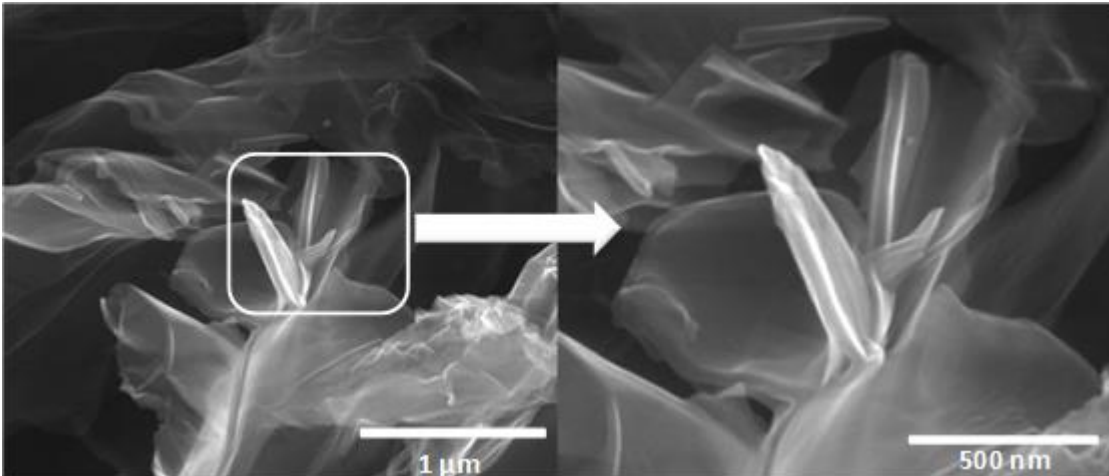
Şekil 4.1. Grafite ait SEM görüntüleri



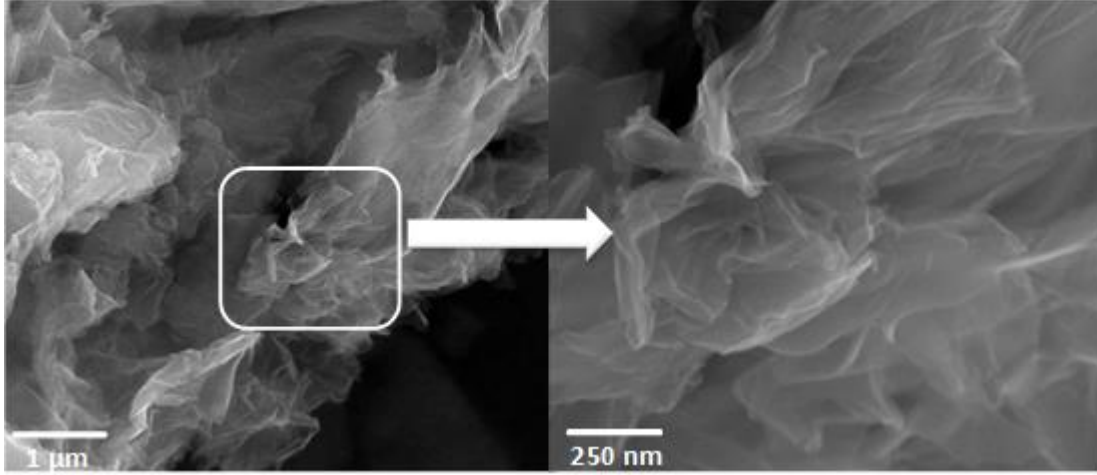
Şekil 4.2. Grafite ait parçack boyut dağılımı



Şekil 4.3. GO'ya ait SEM görüntüleri

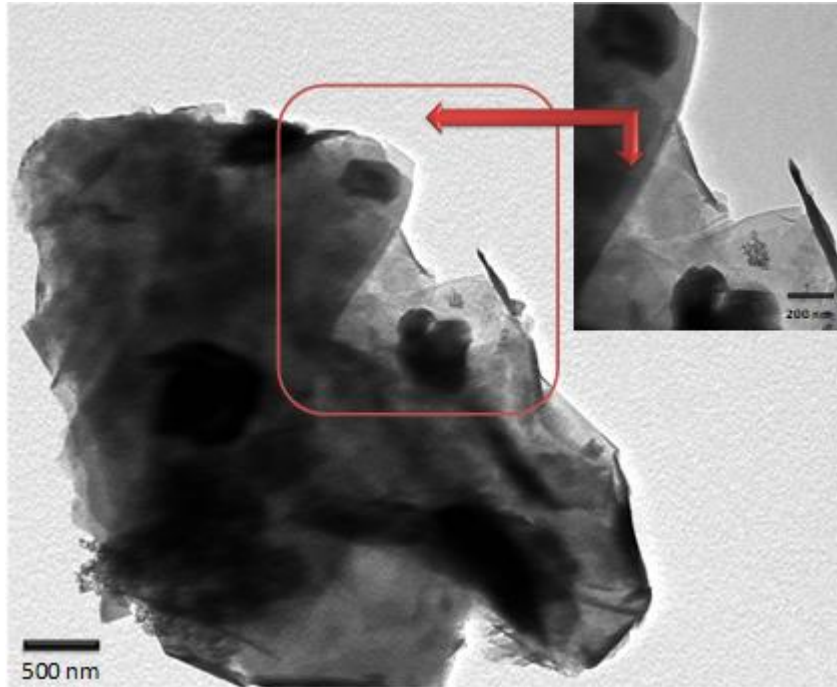


Şekil 4.4. iGO'ya ait FESEM görüntüleri

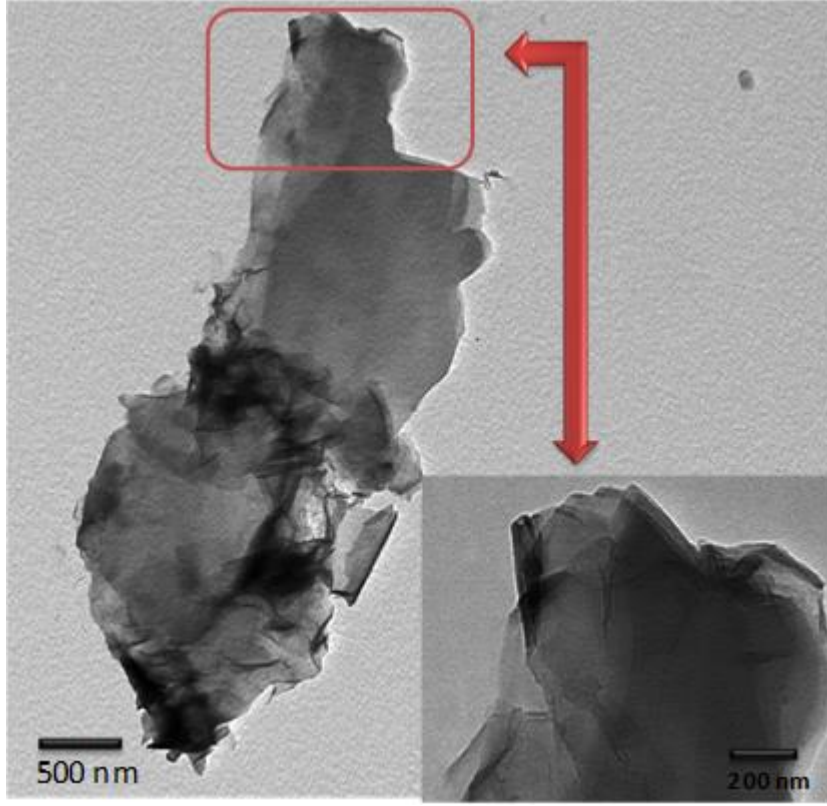


**Şekil 4.5.** iGO'ya ait FESEM görüntüleri

**TEM:** Şekil 4.6 ve 4.7'te GO ve iGO'ya ait TEM görüntüleri sırasıyla verilmiştir. Her iki şekilde de görüldüğü gibi ürettiğimiz GO ve iGO'ların morfolojisi daha önce yapılan araştırmalarda rapor edilen morfoloji ile benzerlikler göstermektedir. Grafen oksit ve indirgenmiş grafen oksit numunelerinde üst üste yerleşmiş tabakalar görülmektedir. Sonuç olarak modifiye Hummers yöntemi ile grafit tabakalarının arası açılmış ve parçacıkların yüzey alanı/hacim oranı artırılmıştır (Nilsson vd., 2017).

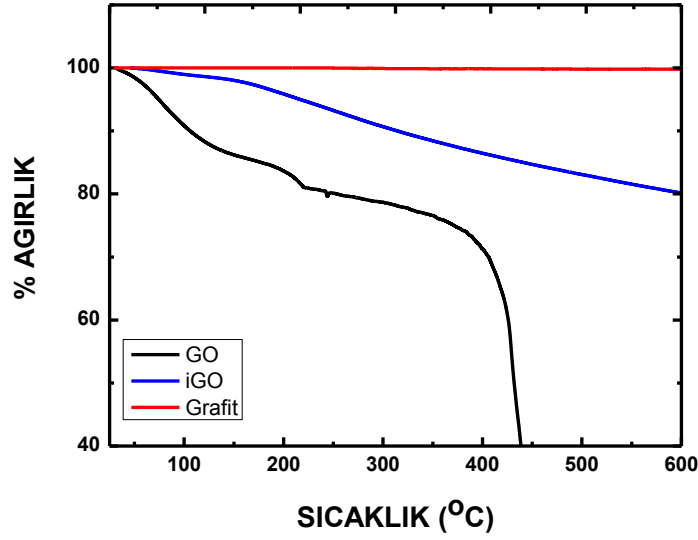


**Şekil 4.6.** GO'ya ait TEM görüntüleri



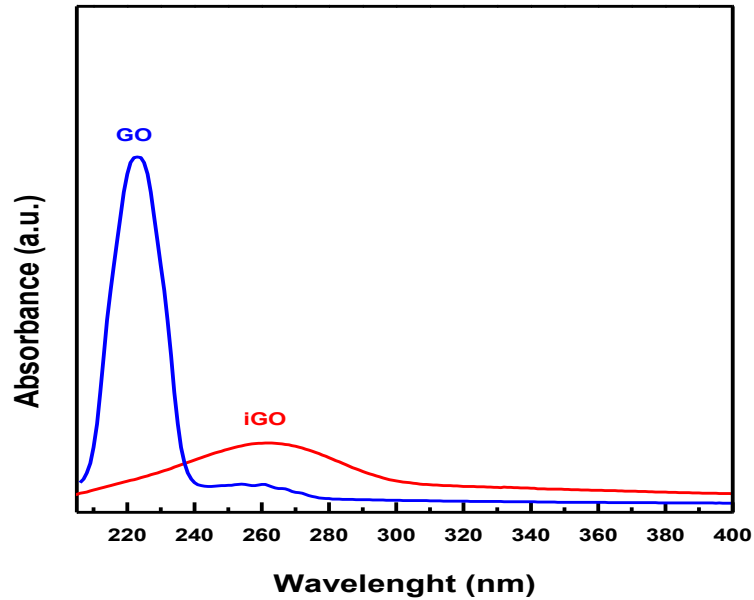
**Şekil 4.7.** iGO'ya ait TEM görüntüleri

**TGA:** Grafit, GO ve iGO'nun ısıl stabiliteleri Şekil 4.8'de verilmektedir. Grafitte oda sıcaklığı ile 600°C arasında herhangi bir kütle kaybı gözlenmemiştir. Bunun sebebi grafitin stabil bir yapıya sahip binlerce tabakadan oluşmasıdır. GO'nun ısıl degradasyonu 3 adımda gerçekleşmektedir. Oda sıcaklığı ile 120°C arasında meydana gelen kütle kaybı yapıdaki suyun uzaklaşmasına bağlı iken, 120-400°C arasındaki kütle kaybı oksijen içeren fonksiyonel grupların uzaklaşmasına bağlıdır. 400°C'den sonraki bozunma ise, yapıdaki stabil olmayan karbonun bozunmasına bağlıdır. GO'nun oransal bozunmasına bakılırsa, 200°C'de yaklaşık %20'lik, 400°C'de ise yaklaşık %30'luk bir kütle kaybı meydana gelmiş ve 410°C'den sonra ani bir şekilde ısıl bozunma gözlenmiş ve malzemenin 470°C'de tamamen bozunduğu gözlenmiştir. iGO incelendiğinde GO'ya göre daha düşük bir kütle kaybı gözlenmiştir. 120°C'ye kadar olan kayıp yapıdaki suyun uzaklaşmasına bağlı iken, 120-400°C arasındaki kütle kaybı ise oksijen içeren grupların uzaklaşmasını ifade etmektedir. iGO'nun daha az kütle kaybının olması, yapıda bulunan oksijen içeren fonksiyonel grup sayısının indirgenme işlemi ile azaltılmasından kaynaklanmaktadır. Bu durum ayrıca yapılan indirgenme işleminin etkinliğini de göstermektedir (Wu vd., 2012).



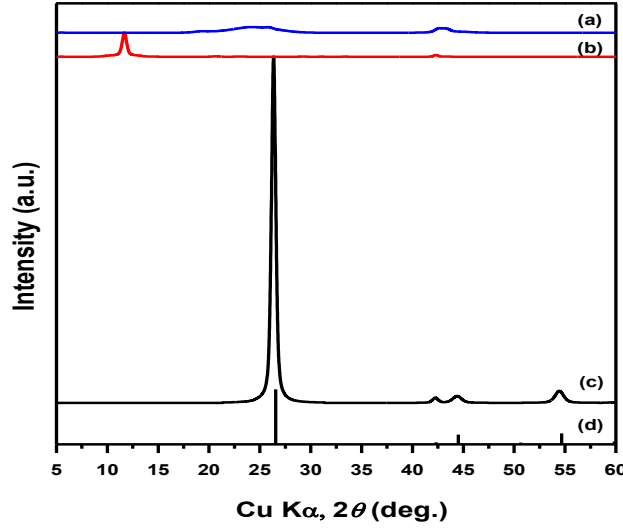
Şekil 4.8. Grafit, GO ve iGO'ya ait TGA grafiği

**UV-Vis:** GO ve iGO'ya ait ultraviyole ve görünür ışık (UV-Vis) absorpsiyon spektrumları Şekil 4.9'da verilmektedir. Şekil 4.9'dan açık bir şekilde görüldüğü gibi GO 220 nm'de maksimum absorpsiyon vermektedir. Bu pik, ( $\pi-\pi^*$ ) plasmon pikidir ve  $-C=O$  ve  $-C-O-$  gruplarına ait nanometrik  $sp^2$  kümelerine ve ilgili kromofor gruplarının konjugatif etkisinden kaynaklanmaktadır. iGO'da ise bu pik 270 nm civarına kaymıştır. Bu durum literatürde daha önce bildirildiği gibi GO'nun indirgenmiş olduğunu ve nanografen tabakalarının oluştuğunu ifade etmektedir (Lai vd., 2012; Yang vd., 2012; Senthilnathan vd., 2014).



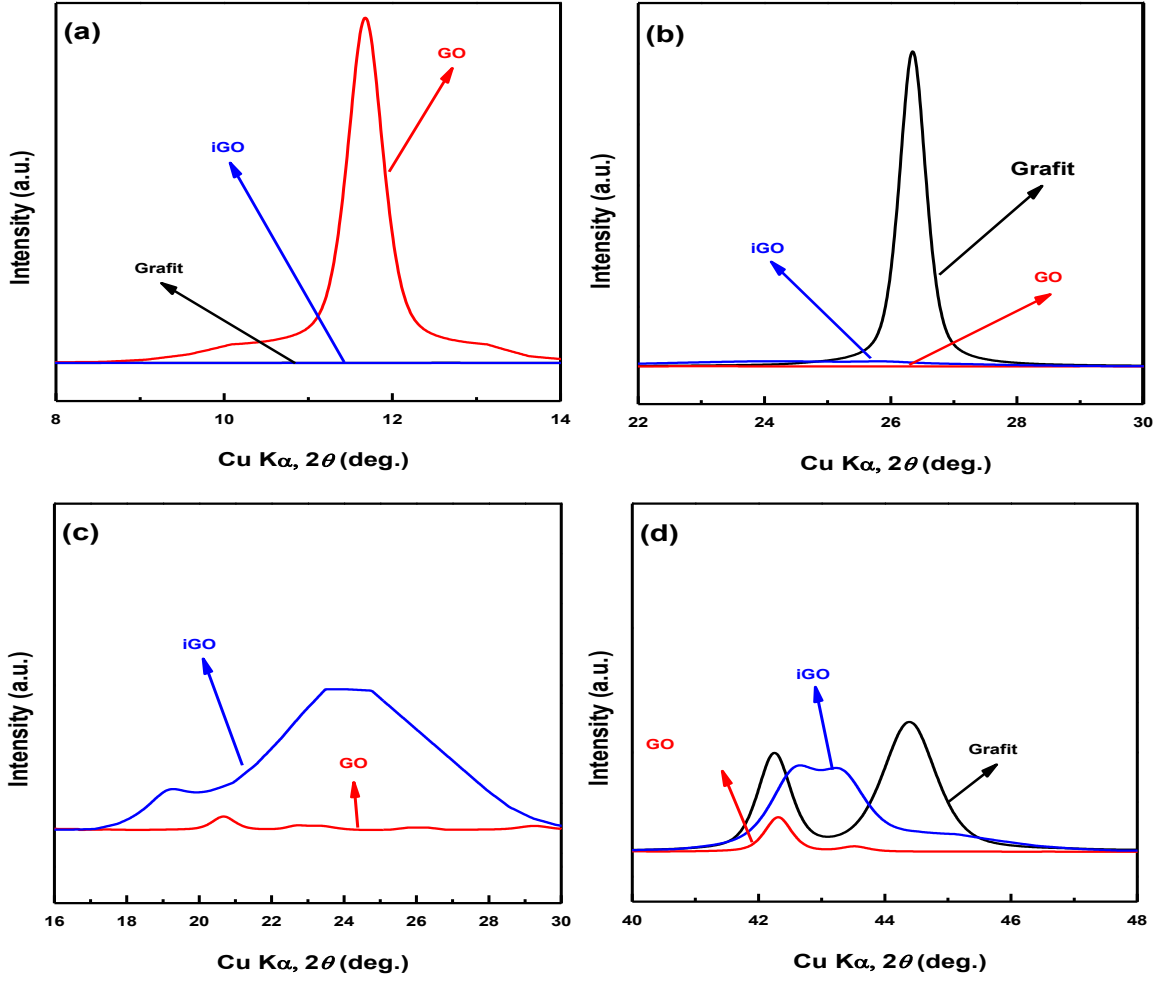
Şekil 4.9. GO ve iGO'ya ait UV-Vis spektrumları

**XRD:** Grafit, GO ve iGO'ya ait XRD grafikleri Şekil 4.10'da verilmektedir. Literatürde daha önce bildirilen, grafitte ait 26.34°'de (002) düzleminde yüksek yoğunlukta bir pik gözlenmiştir (Jiang vd., 2012).



**Şekil 4.10.** a) iGO, b) GO ve c) grafitte ait XRD grafikleri. d) Grafit için referans deseni ICDD-98-007-6767 (Gamlen ve White, 1976)

Karakteristik piklerin daha belirgin gözlenebilmesi için Şekil 4.11'de belirli bölgelerde yakınlaştırılmış görseller sunulmuştur. Buna göre Şekil 4.11 a'da, 11.68°'de (001) düzleminde GO'ya ait bir pik gözlenirken grafit ve iGO'ya ait herhangi bir pik görülmemiştir. Buna göre oksidasyon sonrası karakteristik grafit pikinin (26.34°) kaybolduğu ve GO'nun sentezlendiği söylenebilir. Bu bölgede GO'ya ait düzlemler arası mesafe (d-açıklığı) de 7.56 Å olarak hesaplanmıştır. Bu değer grafit için hesaplanan değerden 2.24 kat daha yüksektir. Tabakalar arası mesafenin yüksek olması, tabakaların arasında epoksi, karboksil, hidroksil gibi oksijen ihtiva eden fonksiyonel grupların varlığından kaynaklandığı düşünülmektedir (Dreyer vd., 2010). iGO'ya ait XRD grafiği incelendiğinde (002) düzlemindeki karakteristik grafit piki 26.34°'den 24.20°'ye kaydı ve pikin daha genişlediği görülmektedir. Bu durumun grafen tabakalarının yeniden düzenlenmesi ile alakalı olduğu düşünülmektedir (Pei ve Cheng, 2012). İndirgenmiş grafen oksitteki tabakalar arası açıklık 3.67 Å olarak hesaplanmıştır. Bu değer grafit için hesaplanan değerden bir miktar daha yüksektir. Bu durum iGO'nun yapısında hala oksijen içeren fonksiyonel grupların ya da yapısal düzensizliklerin varlığını göstermektedir (Gao vd., 2009).



**Şekil 4.11.** Karakteristik XRD piklerinin yakınlaştırılmış görüntüleri. a) 8-14° arası, b) 22-30° arası, c) 16-30° arası ve d) 40-48° arası bölgeye ilişkin XRD desenleri.

Kristalit büyüklüğü (L), Sherrer denklemi kullanılarak hesaplanmıştır.

$$L = \frac{0.89 * \lambda}{\beta * \cos \theta} \quad (4.1)$$

Buna göre pikin yarısındaki maksimum genişlik (FWHM,  $\beta$ ), x-ışını dalgaboyu ( $\lambda$ : 0.15405 nm) ve Bragg açısı ( $\theta$ ) kullanılarak kristalit büyüklüğü (L) hesaplanmıştır. Hesaplanan değerler Tablo 4.1'de gösterilmiştir. İndirgenmiş grafen oksit için kristalit büyüklüğü 162 nm'den 16 nm'ye düşmüştür.

**Tablo 4.1.** Grafit, grafen oksit ve indirgenmiş grafenoksite ait XRD verileri

Numune	2 $\theta$ Açısı	d-açıklığı	Kristalit Büyüklüğü (nm)
Grafit	26.3461	3.3801	162
GO	11.6821	7.5691	158
iGO	24.2011	3.6746	16

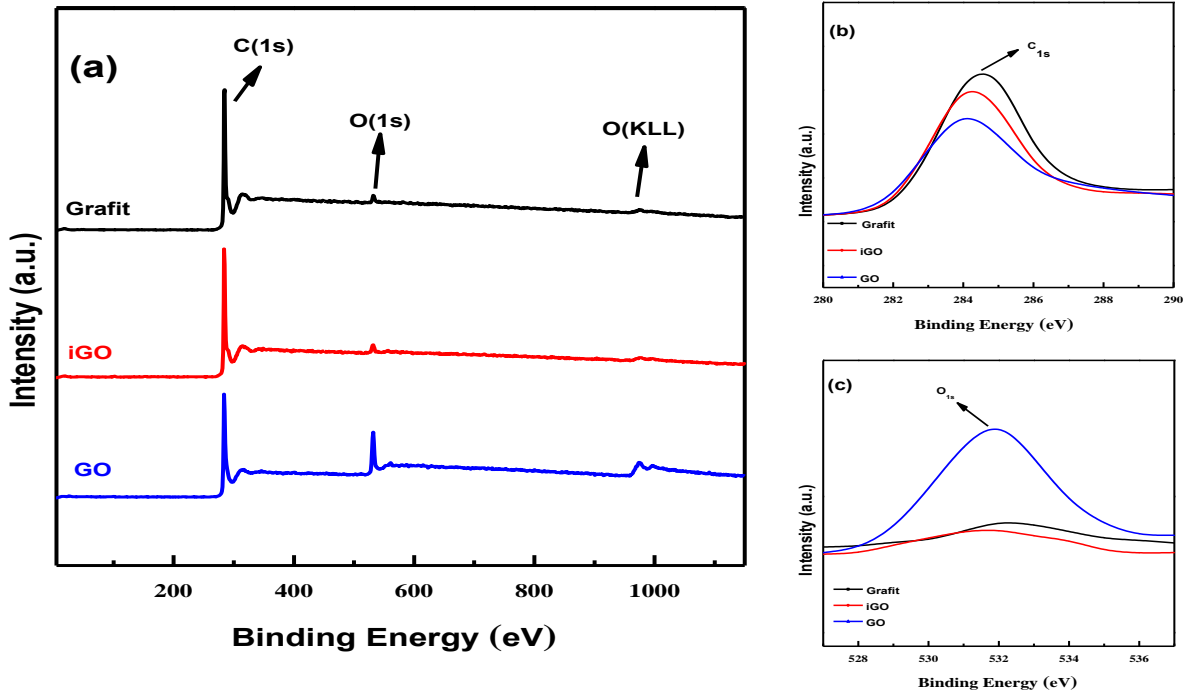


**XPS:** X-ışını fotoelektron spektroskopisi (XPS) için AlK $\alpha$  radyasyonu kullanılmıştır. Şekil 4.12'de 3 farklı numuneye ait XPS grafikleri verilmiştir. Buna göre Şekil 4.12 b'de 284 eV ve 285 eV'de görülen pikler sırasıyla karbon atomlarının sp<sup>2</sup> ve sp<sup>3</sup> hibritleşmesi ile ilişkilendirilmektedir (Akhavan ve Ghaderi, 2009; Ganguly vd., 2011). Grafitin oksidasyonu ile 284 – 284.5 eV arasındaki piklerin şiddeti azalmakta iken 284.5 – 285 eV arasındaki piklerin şiddeti artmaktadır. GO'nun indirgenmesi ile bu durumun tersine döndüğü görülmüştür. İndirgenme işlemi sonrası sp<sup>3</sup> bağların sayısı azalarak yerine sp<sup>2</sup> bağları oluşmuştur. Yine de oksidasyon esnasında kaybedilen sp<sup>2</sup> bağlarının hepsi geri kazanılamamıştır.

Grafit, GO ve iGO'nun yapısında bulunan karbon ile oksijen arasındaki oran (C/O) indirgeme işleminin belirlenmesinde önemli bir kriterdir. Tablo 4.2'de üç farklı numuneye ait XPS verileri gösterilmiştir. Numunelerin yapısında karbon ve oksijen haricinde başka bir elemente rastlanılmamıştır. Prensipde XPS ile bütün elementler gözlenebilmesine rağmen, atom numarası 3'ün altındaki elementlerin (hidrojen ve helyum) gözlenmesinde zorluklar yaşanmaktadır. Bu sebeple, XPS sonucundan hareketle numunelerin yapısında Mn gibi ağır metallerin bulunmadığı filtrasyonun iyi yapıldığı söylenebilir. Oksidasyon işlemi sonrası grafitin yapısındaki oksijen miktarı ağırlıkça %2.3'den %15.1'e yükselmiş ve C/O oranı ise 42.47'den 5.135'e gerilemiştir. Bu da oksidasyon işlemi esnasında grafitin tabakalarında karboksil (C=O), hidroksil (C-OH), epoksi (C-O) vb. fonksiyonel grupların oluşabileceğini göstermektedir (Valles vd., 2016). GO'nun daha sonra indirgenmesi ile C/O oranı 5.135'den 32.33'e yükselmiştir. Bu da oksidasyon adımıyla oluşturulan oksijen içeren fonksiyonel grupların bir kısmının uzaklaştırıldığını göstermektedir.

**Tablo 4.2.** Grafit, GO, iGO'ya ait XPS verileri

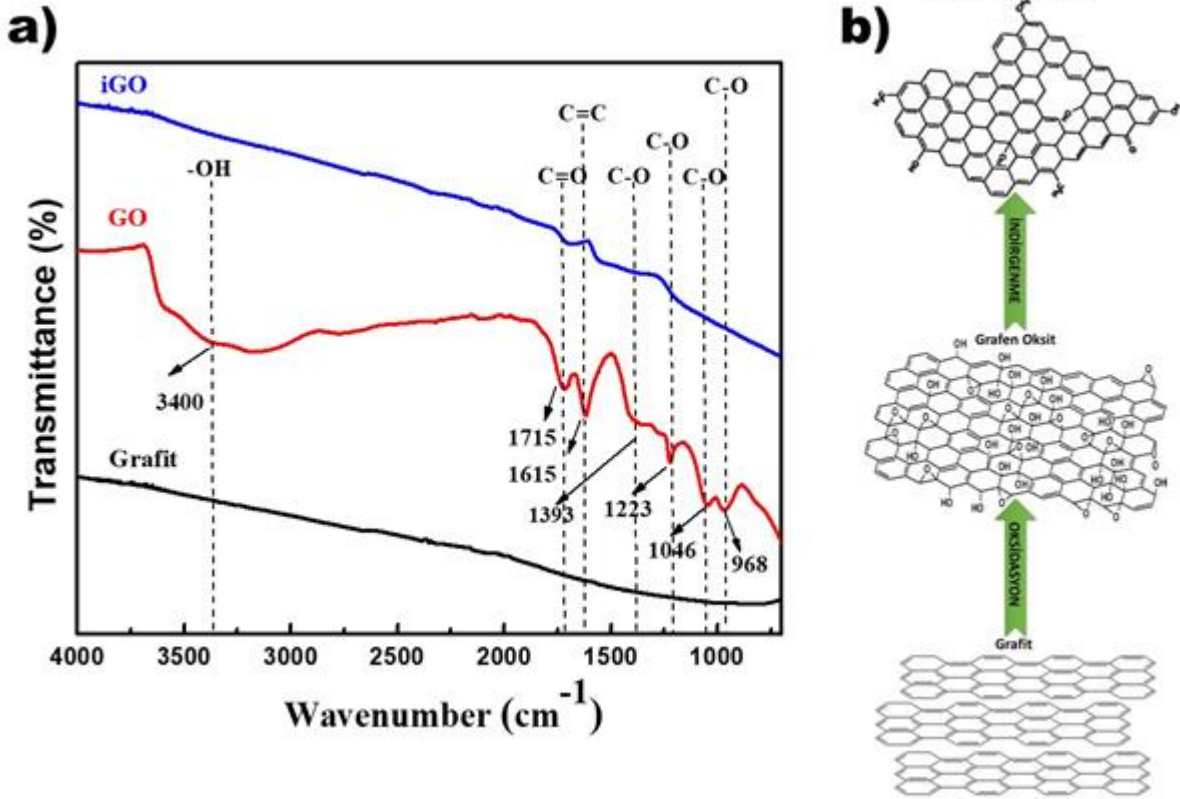
Numune	C (ağ.%)	O (ağ.%)	C/O
Grafit	97.7	2.3	42.47
GO	84.9	15.1	5.135
iGO	97.0	3.0	32.33



**Şekil 4.12.** a) Grafit, GO ve iGO'ya ait XPS grafikleri. b) C<sub>1s</sub> ve c) O<sub>1s</sub> bölgelerinin yakınlaştırılmış görüntüleri

**FTIR:** Grafit, grafen oksit ve indirgenmiş grafen oksite ait FTIR grafiği (veya spektrumu) Şekil 4.13'de verilmiştir. Her üç numune için de ayrıca herhangi bir saflaştırma işlemi yapılmamıştır. Toz formundaki grafit, grafen oksit ve indirgenmiş grafen oksit KBr ile havanda karıştırılmış ve yüksek basınçta pelet haline getirilmiştir. Ölçüm 700–4000 cm<sup>-1</sup> aralığında gerçekleştirilmiştir. Şekil 4.13 incelendiğinde grafit için herhangi güçlü bir pik gözlenmezken, modifiye edilmiş Hummers metodu kullanılarak elde edilen grafen oksitte çeşitli karakteristik pikler (hidroksi, alkoksi, epoksi, karboksi vb.) gözlenmiştir. Buna göre sırasıyla, geniş bir pik olarak 3000-3500 cm<sup>-1</sup> arasında hidroksil gruplarına (-OH) ait gerilme titreşimi; 1713 cm<sup>-1</sup>'de karbonil grubuna ait (C=O) gerilme titreşimi; 1615 cm<sup>-1</sup>'de aromatik gruplara (C=C) ait; 1393 cm<sup>-1</sup>'de karboksi gruplarına (C-O) ait; 1223 cm<sup>-1</sup>'de epoksi gruplarına (C-O) ait gerilme titreşimi; 1046 cm<sup>-1</sup>'de alkoksi gruplarına ait (C-O) gerilme titreşimi ve 968 cm<sup>-1</sup>'de epoksi ya da peroksit gruplarına ait pikler gözlenmiştir (Shimanouchi vd., 1980; Mermoux vd., 1991; Stankovich vd., 2006c; Xu vd., 2008). Bu oksidasyon pikleri ile, grafitin konjüge orbital sisteminin konsantre sülfürik asit içinde KMnO<sub>4</sub> ile oksidasyonu prosesinde bozulduğu ve karbon iskeleti üzerinde oksijen içeren fonksiyonel grupların oluştuğu gözlenmektedir (Lian vd., 2010; Song vd., 2014). Şekil 4.13 b'de Lerf-Klinowski modeline göre grafitin oksidasyonu ile oluşan grafen oksit tabakası üzerindeki çeşitli gruplar (karbonil, karboksil, hidorksi, epoksi vb.) şematik olarak gösterilmiştir. Hidrazin hidrat ile indirgenme işleminden sonra elde edilen indirgenmiş grafen oksitte, 1615-1630 cm<sup>-1</sup>'deki aromatik gruplara ait (C=C) oksitlenmemiş grafit piklerinin haricindeki diğer

pikler önemli derecede ortadan kalkmıştır.  $1715\text{ cm}^{-1}$ 'de gözlenen  $>\text{C}=\text{O}/\text{COOH}$  grubuna ait güçlü pik önemli derecede azaltılmıştır. Bu da indirgenme işleminin başarı ile gerçekleştirildiğini ve grafit oksitin önemli derecede indirgenmiş grafit oksite dönüştüğünü göstermektedir (Kellici vd., 2014; He vd., 2015; Valles vd., 2016).



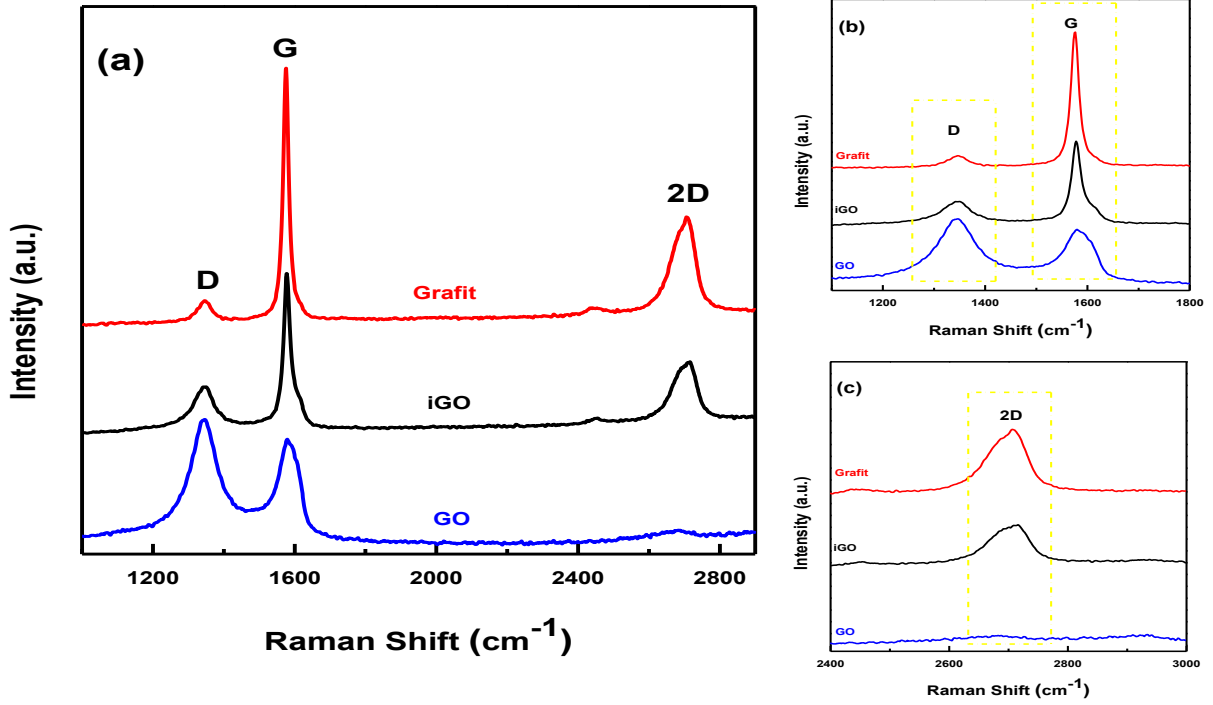
**Şekil 4.13.** a) Grafit, GO ve iGO'ya ait FTIR spektrumu b) Grafitten indirgenmiş grafit oksit üretimi prosesinde grafitin yapısal değişikliklerinin şematik gösterimi (He vd., 1998; Lorf vd., 1998)

**Raman:** Grafit, GO, iGO'ya ait D, G ve 2D bölgesinin gözlenmesi için Raman spektroskopisi yapılmıştır. Raman spektrası Reinshaw inVia mikroskop sistemi ( $514\text{ nm}$ ) kullanılarak  $500 - 3000\text{ cm}^{-1}$  aralığında  $1\text{ cm}^{-1}/\text{s}$  tarama hızı ile elde edilmiştir. (Şekil 4.14 a)

Raman spektroskopisi grafit, fuleren, grafen, elmas vb. karbon içeren malzemelerin yapısal karakterizasyonunda kullanılan en önemli yöntemlerden birisidir.  $\sim 1350\text{ cm}^{-1}$  (G bandı),  $\sim 1580\text{ cm}^{-1}$  (D) ve  $\sim 2700\text{ cm}^{-1}$ 'de (2D bandı) gözlenen pikler grafit için karakteristik Raman pikleridir. Şekil 4.14 b'de  $\sim 1350\text{ cm}^{-1}$ 'de her numuneye ait pikler gözlenmiştir. Bu bölge (D),  $\text{sp}^2$  bağlı karbon atomlarının yapısal bozukluklarına bağlı düzlem dışı modu (out-of-plane breathing mode) olarak adlandırılmaktadır.  $\sim 1580\text{ cm}^{-1}$  bölgesinde (G) gözlenen pikler ise  $\text{sp}^2$  bağlı karbon atomlarının düzlem içi titreşimlerinden kaynaklanmakta ve Brillouin bölgesinin

merkezindeki E2g fonon modu olarak da adlandırılmaktadır.(Tuinstra ve Koenig, 1970; Hafiz vd., 2014)

Grafit için  $1350\text{ cm}^{-1}$ 'de (D),  $1587\text{ cm}^{-1}$ 'de (G) ve  $2710\text{ cm}^{-1}$ 'de (2D) olmak üzere 3 adet pik gözlenmiştir. D ve G bölgelerine ait intensite oranlarındaki (ID/IG) değişim grafitin tabakalarının düzenliliği ile ilgili bilgi vermektedir. Grafit için bu oran 0.2188 olarak hesaplanmıştır. Hummers metodu ile elde edilen grafen oksit için ise bu oran 1.1873'e kadar yükselmiştir. Bu ani yükselme düzlemdeki  $sp^2$  bağlı karbon atomlarından oluşan kristal büyüklüğünde düşüşe işaret etmektedir.(Tuinstra ve Koenig, 1970)



**Şekil 4.14.** a) Grafit, GO ve iGO'ya ait Raman spektroskopisi grafikleri. b) D, G ve c) 2D bölgelerinin yakınlaştırılmış görüntüleri

Hesaplanan kristalit büyüklüğü değeri de  $\sim 20.01\text{ nm}$ 'den (grafit)  $\sim 3.71\text{ nm}$ 'ye düşmüştür. Aynı zamanda düzensiz kristal gruplarının miktarı da artmıştır.(Stankovich vd., 2007) Şekil 4.14 b'de GO'nun D bandının G bandından daha yüksek intensiteye sahip olduğu görülmektedir. Ayrıca grafen oksit için gözlenen G bandı grafitte göre daha yüksek dalga boyuna kaymıştır ( $\sim 1598\text{ cm}^{-1}$ ). Bu değer literatürde daha önce elde edilmiş olan değerlerle paralellik göstermektedir.(Wang vd., 2009; Lian vd., 2010; Ganguly vd., 2011) İndirgenmiş grafen oksitte ise  $I_D/I_G$  oranı 0.4328'e düşmüştür. Düzlemdeki  $sp^2$  bağlı karbon atomlarından oluşan kristal büyüklüğü  $10.12\text{ nm}$ 'ye yükselmiştir. Bu da indirgenme işlemi ile oksijen içeren fonksiyonel grupların yapıdan uzaklaştırıldığı ve bunların yerini  $sp^2$  bağlı C=C atomlarının aldığı sonucu çıkarılabilir (Lian vd., 2010). Das vd. tarafından yapılan çalışmada  $I_G/I_{2D}$  oranı ile grafen tabakalarının sayısı arasında doğru orantılı bir ilişki olduğu bulunmuştur (Das vd., 2008). Tablo

4.3'deki  $I_G/I_{2D}$  oranları incelendiğinde grafitin 2.6842 olan  $I_G/I_{2D}$  değeri, oksidasyon ve indirgenme işlemi sonrası 1.5248 değerine düşmüştür. Bu da oksidasyon ve indirgenme işleminden sonra grafitin tabakalarının ayrıldığını ve yüzey alanı/hacim oranının değiştiğini göstermektedir. Tablo 4.3'de grafit, GO ve iGO'ya ait hesaplanmış Raman verileri verilmektedir.

**Tablo 4.3.** Grafit, GO ve iGO'ya ait Raman analizi verileri

Numune	ID / IG	IG / I2D
Grafit	0.2188	2.6842
GO	1.1873	-
iGO	0.4328	1.5248

**BET:** Çok noktalı BET analizi sonuçları Tablo 4.4'de verilmiştir. Sonuçlar incelendiğinde oksidasyon işlemi sonrası grafitin yüzey alanında artış meydana geldiği görülmektedir. Grafen oksit indirgenme işlemine maruz bırakıldığında yüzey alanında ve gözenek hacminde bir miktar düşüş gözlenmiştir. Elde edilen yüzey alanı verileri daha önce yapılan çalışmalar ile kıyaslandığında benzerlik göstermektedir (Kim vd., 2014).

**Tablo 4.4.** Grafit, GO ve iGO'ya ait BET yüzey alanı ve gözenek hacmi verileri

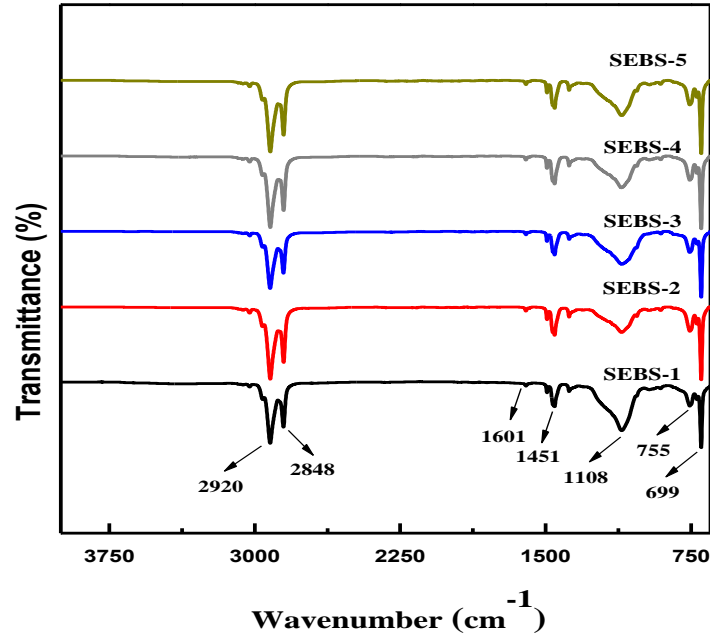
Numune	BET Yüzey Alanı (m <sup>2</sup> /g)	Gözenek Hacmi (cm <sup>3</sup> /g)
Grafit	58.849	0.1964
GO	257.477	0.9653
iGO	199.736	0.8029

Özetlemek gerekirse, yukarıda verilen analiz sonuçlarından da görüldüğü gibi, grafitten GO ve iGO sentezi başarı ile gerçekleştirilmiştir.

## 4.2 İletken SEBS-iGO Kompozit Filmlerin Üretilmesi ve Karakterizasyonu

**FTIR:** Şekil 4.15'de polimerlere ait ATR-FTIR spektrumları verilmektedir. Yapılan analiz sonucunda elde edilen spektrum, literatürde daha önce SEBS polimerine ait olan karakteristik olarak ifade edilen spektrumla örtüşmektedir. 2848 ve 2920 cm<sup>-1</sup>'de gözlemlenen pikler ise -CH<sub>2</sub> gruplarının asimetric titreşimlerine aittir. 1601 cm<sup>-1</sup>'de olan pik aromatik halkada bulunan karbonun gerilme titreşimlerine aittir. 1451, 1460 cm<sup>-1</sup>'de gözlenen pikler etilen-bütülen bloğuna ait -CH<sub>3</sub> and -CH<sub>2</sub> gruplarına ilişkin C-H asimetric gerilme titreşimlerini ifade etmektedir. 699 ve 696 cm<sup>-1</sup>'de gözlenen pikler aromatik halkadaki C-H düzlem dışı bükülmelerine aittir ve yapıdaki stiren gruplarının oluşturduğu kısımları ifade etmektedir. SEBS polimerine ait olan

karakteristik pikler tüm polimerlerde gözlenmiştir.(Munteanu ve Vasile, 2005; Ganguly ve Bhowmick, 2008; Yadav vd., 2010; Polat, 2013)



Şekil 4.15. Polimerlere ait ATR-FTIR spektrumu

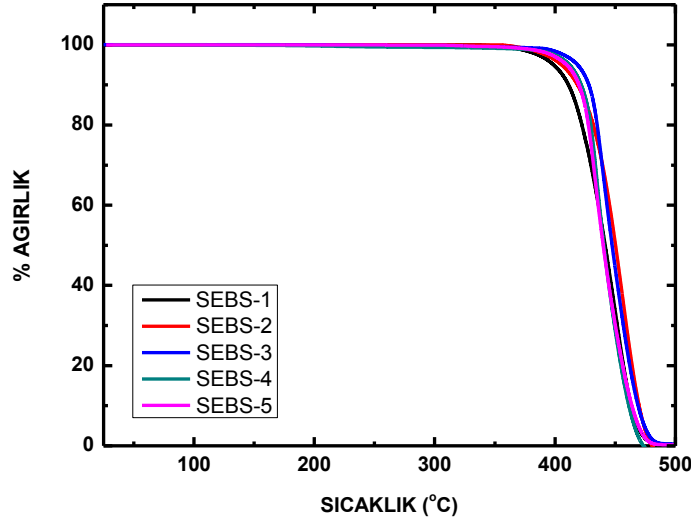
**DSC:** Polimerlerin camsı geçiş sıcaklıkları ( $T_g$ ) Tablo 4.5'de verilmiştir. Elde edilen değerler literatürde belirtilen  $T_g$  değerleri ile paralel bulunmuştur (Shanks ve Kong, 2012a).

**Tablo 4.5.** Polimerlerin  $T_g$  değerleri

Polimer	$T_g$ (°C)
SEBS-1	-55.91
SEBS-2	-54.34
SEBS-3	-53.09
SEBS-4	-53.25
SEBS-5	-53.91

**TGA:** Polimerlere ilişkin termal gravimetrik analiz sonuçları Şekil 4.16'da verilmektedir. Nitrojen atmosferi altında yapılan analizde, tüm polimerler literatürdekinebenzer bir termal karakter göstermiştir. Tüm polimerlerde 350-460°C arasında tek adımlı bir ağırlık kaybı gözlenmiştir. SEBS polimerinde gözlenen bu degradasyonun temel sebebi, olefin fazı ve polistiren fazı sınırında meydana gelen zincir kopmalarıdır. Allen vd. tarafından yapılan çalışmada termal oksidasyonun sonucunda polistiren-olefin fazı arasındaki zincirlerin kopması sonucunda polistiren birimlerinde asetofenon uç grupları; olefin zincirlerinin uçlarında ise karboksilik asit gruplarının olduğu; sıcaklığın artması ile de doymamış karbonil ürünlerinin ve hidroperoksit

içeren türlerin oluştuğu bildirilmiştir. Literatürde oksijen atmosferi altında yapılan analizlerde degradasyonun birden fazla adımda ve 320°C gibi daha düşük başladığı bildirilmiştir (Allen vd., 2001; Ray ve Cooney, 2012).



**Şekil 4.16.** Polimerlere ait TGA grafiği

**GPC:** Polimerlerin moleküler ağırlıkları ile Yalova Üniversitesi Araştırma Laboratuvarları'nda bulunan Viscotek jel geçirgenlik kromatografisi cihazı ile belirlenmiştir. Analiz için, HPLC grade THF ile 3mg/ml oranında çözeltiler hazırlanmış ve cihazın içine yerleştirilmiştir. Polimerlere ait moleküler ağırlık değerleri Tablo 4.6'da verilmiştir.

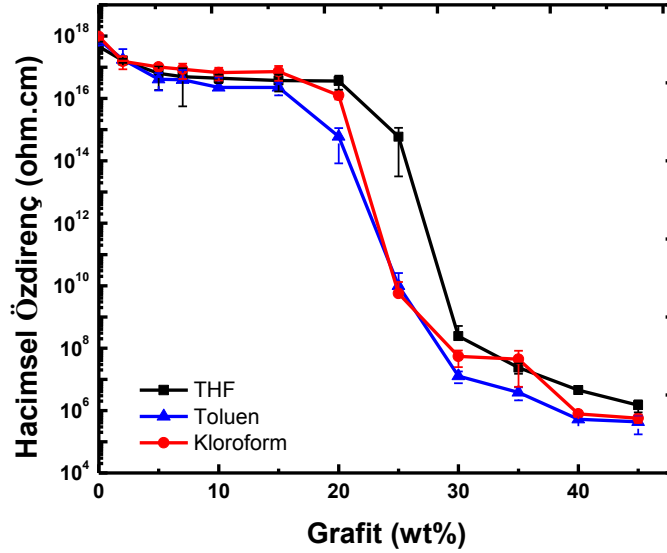
**Tablo 4.6.** Polimerlerin moleküler ağırlıkları

Polimer	S/EB Oranı	MW (g/mol)
SEBS-1	~20/80-LMW	~55000
SEBS-2	~20/80-MMW	~160000
SEBS-3	~30/70-HMW	~337000
SEBS-4	~30/70-MMW	~186000
SEBS-5	~30/70-LMW	~140000-150000

**Elektriksel Karakterizasyon:** Kompozit malzemelerin dolgu maddesi konsantrasyonuna, çözen türüne ve polimer türüne göre çizilmiş grafikleri aşağıda verilmektedir.

**iGO/SEBS-1 Kompozitleri:** Şekil 4.17 ve 4.18'de farklı çözenlerle hazırlanan kompozitlerin hacimsel öz dirençleri (öz direnç-volume resistivity) verilmektedir. Bu çalışmanın yapılmasının temel sebebi farklı çözenlerin iletken dolgu maddelerinin polimer matris içinde dağılımına ve

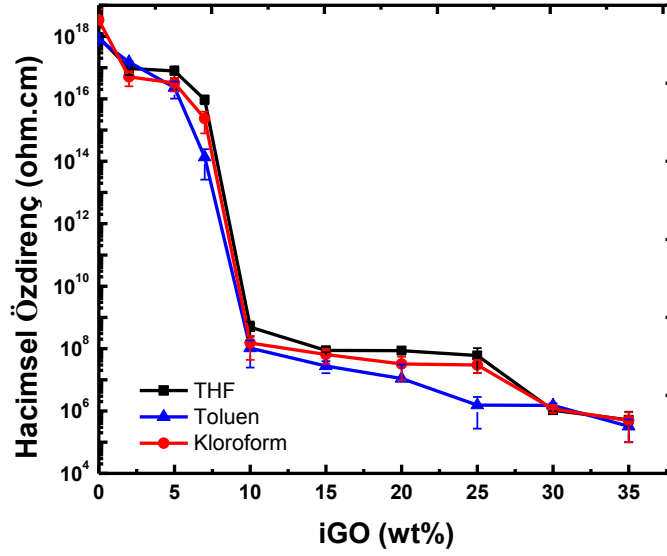
kompozitin elektriksel iletkenliğine bir etkisinin olup olmadığının araştırılmasıdır. Grafit/SEBS-1 içeren kompozitlerin perkolasyon konsantrasyonu %20-30 arasında değişmektedir. Önemli bir fark gözlenmese de toluen ile hazırlanan kompozitler THF ve kloroformla hazırlananlara kıyasla daha iletken ve perkolasyon değerleri %20-25 arasındadır. Bunun olası sebebinin çözügen-dolgu maddesi ve çözügen-polimer etkileşiminden ve dolgu maddesinin matris içinde dağılımından kaynaklandığı düşünülmektedir.



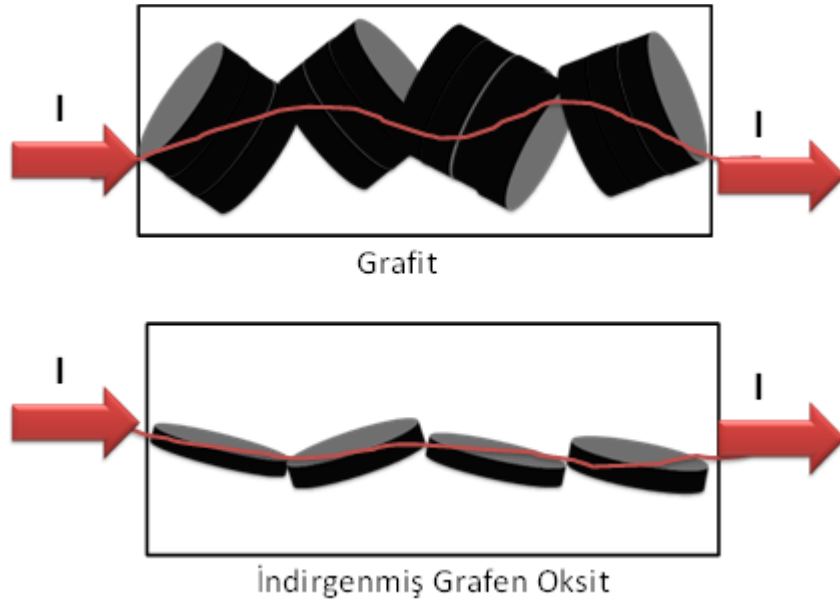
**Şekil 4.17.** Kullanılan çözügen cinsinin Grafit/SEBS-1 polimer kompozitinin elektriksel özelliklerine olan etkisi

Şekil 4.18'de görüldüğü gibi iGO ile elde edilen kompozitlerin perkolasyon konsantrasyonu %7-10 arasında değişmektedir. Konsantrasyonun grafit içeren kompozitlere kıyasla daha düşük olmasının sebebi iGO'nun daha yüksek yüzey alanı/hacim oranına sahip olmasıdır. Şekil 4.4-4.7'den de görüldüğü gibi iGO nano boyutlara sahiptir. Şekil 4.19'da görüldüğü gibi, yüzey alanı/hacim oranı yüksek olan iletken dolgu maddelerinin birbiri ile temas etme olasılığı daha yüksek olduğu için, kompozitler daha düşük konsantrasyonlarda yarı iletken veya iletken hale geçebilmektedir. Grafit içeren kompozitlerin aksine iGO içeren kompozitlerde çözügenlerin arasında önemli bir fark gözlenmemiş, toluen kullanılan kompozitler biraz daha düşük özdirence sahiptir. Bu aşamada daha düşük konsantrasyonda dolgu maddesi kullanıldığı için dolgu maddelerinin agregat oluşturma riski daha düşüktür. Bu yüzden çözügenler arasında belirgin bir fark gözlenmemiştir.





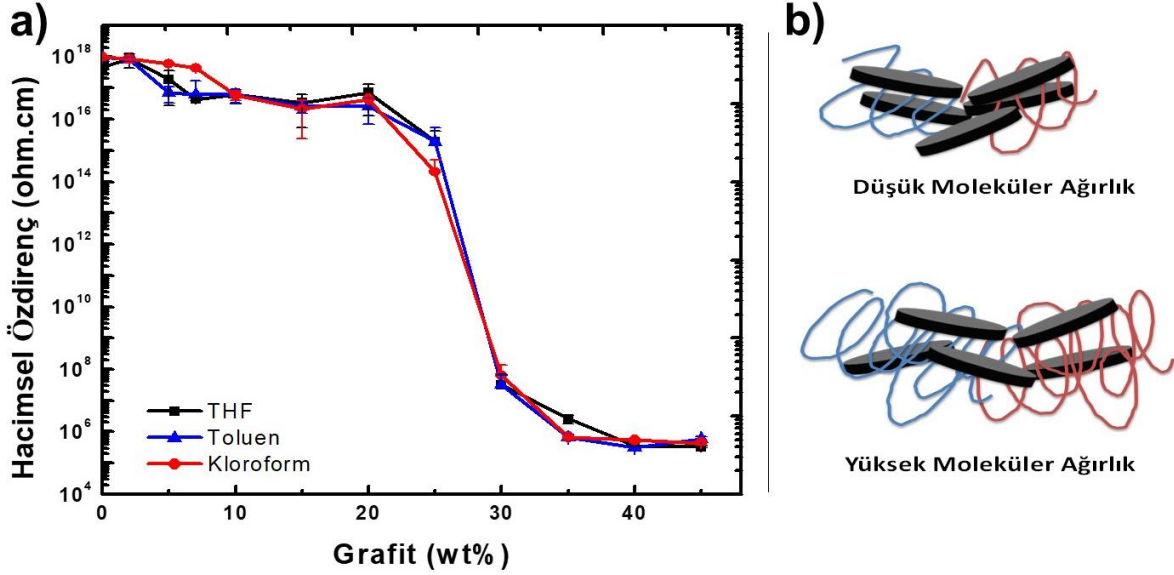
**Şekil 4.18.** Kullanılan çözügen cinsinin iGO/SEBS-1 polimer kompozitinin elektriksel özelliklerine olan etkisi



**Şekil 4.19.** Grafit ve iGO'nun yüzey alanı/hacim oranının kompozitin içinde oluşturduğu iletken ağ yapısına olan etkisinin şematik olarak gösterimi

**iGO/SEBS-2 Kompozitleri:** Şekil 4.20 ve 4.21'de farklı çözügenlerle hazırlanan kompozitlerin hacimsel özdirençleri (volume resistivity) verilmektedir. Bu çalışmanın yapılmasının temel sebebi farklı çözügenlerin iletken dolgu maddelerinin polimer matris içinde dağılımına ve kompozitin elektriksel iletkenliğine bir etkisinin olup olmadığının araştırılmasıdır. Ayrıca SEBS-

1 ve SEBS-2 içeren kompozitlerin elektriksel özelliklerinin karşılaştırılmasıdır. Grafit/SEBS-2 içeren kompozitlerin perkolasyon konsantrasyonu %25-30 arasında değişmektedir. Kullanılan çözügenin kompozitlerin elektriksel özelliklerinde önemli bir değişime sebep olmadığı gözlenmiştir.



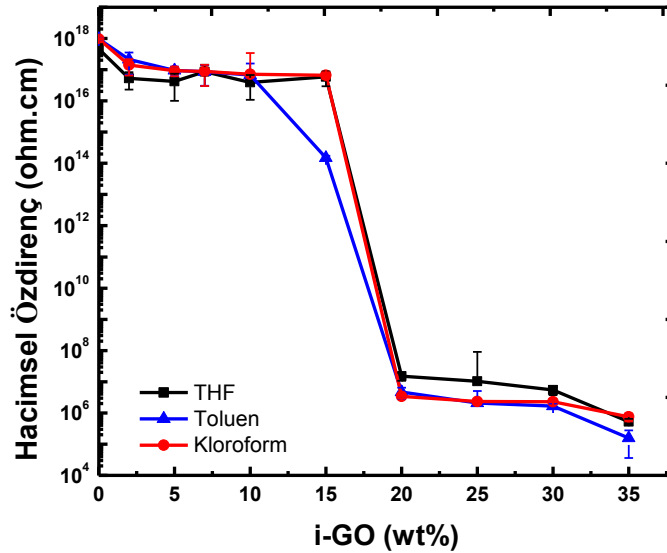
**Şekil 4.20.** a) Kullanılan çözügen cinsinin Grafit/SEBS-2 polimer kompozitinin elektriksel özelliklerine olan etkisi ve b) polimer moleküler ağırlığının kompozit içinde oluşan iletken ağ yapısına olan etkisinin şematik gösterimi

Grafit/SEBS-1 ile Grafit/SEBS-2 kompozitleri karşılaştırıldığında, Grafit/SEBS-1'in iletkenliğinin daha yüksek olduğu gözlenmiştir. Böyle bir fark gözlenmesinin sebebi SEBS-2'nin moleküler ağırlığının daha yüksek olmasıdır. Şekil 4.20 b'de gösterildiği gibi, moleküler ağırlık arttığında polimeri oluşturan makromolekül zincirleri daha uzun olmaktadır ve bu durumda dolgu maddelerinin etkileşimi ve iletken ağın oluşması zorlaşmaktadır. Aynı dolgu maddesi konsantrasyonlarında daha düşük iletkenlik elde edilmektedir.

Şekil 4.21'de görüldüğü gibi iGO ile elde edilen kompozitlerin perkolasyon konsantrasyonu %15-20 arasında değişmektedir. Konsantrasyonun grafit içeren kompozitlere kıyasla daha düşük olmasının sebebi daha önce açıklandığı gibi iGO'nun daha yüksek yüzey alanı/hacim oranına sahip olmasıdır. Kullanılan çözügenlerin arasında önemli bir fark gözlenmemesine rağmen, toluen kullanılan kompozitler biraz daha düşük öz dirence sahiptir. Bu aşamada daha düşük konsantrasyonda dolgu maddesi kullanıldığı için dolgu maddelerinin agregat oluşturma riski daha düşüktür. Bu yüzden çözügenler arasında belirgin bir fark gözlenmemiştir.

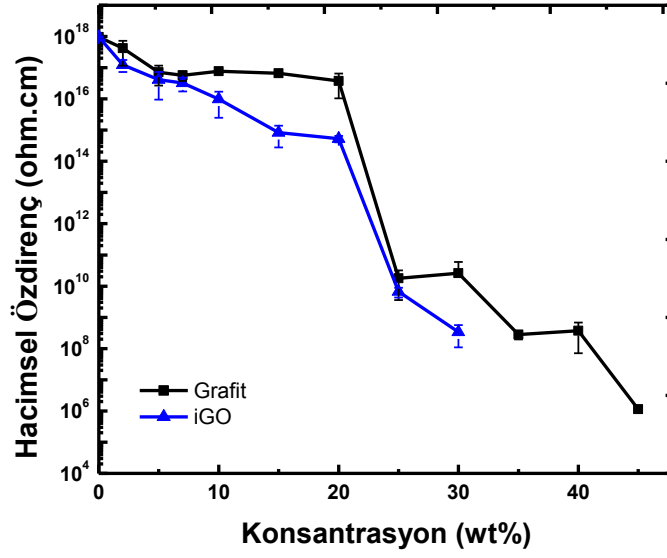
iGO/SEBS-1 ile iGO/SEBS-2 kompozitleri karşılaştırıldığında ise, iGO/SEBS-1'in iletkenliğinin daha yüksek olduğu gözlenmiştir. Böyle bir fark gözlenmemesinin sebebi SEBS-2'nin moleküler ağırlığının daha yüksek olmasıdır. Şekil 4.20 b'de gösterildiği gibi, moleküler ağırlık

artığında polimeri oluşturan makro molekül zincirleri daha uzun olmaktadır ve dolgu maddelerinin etkileşimi ve iletken ağı oluşması zorlaşmaktadır. Aynı dolgu maddesi konsantrasyonlarında daha düşük iletkenlik elde edilmektedir. Ayrıca yüksek moleküler ağırlığa sahip olan çözeltilerinin viskozitesi artmakta ve aynı koşullar altında yapılan karıştırma etkinliği daha düşük olabilmektedir.



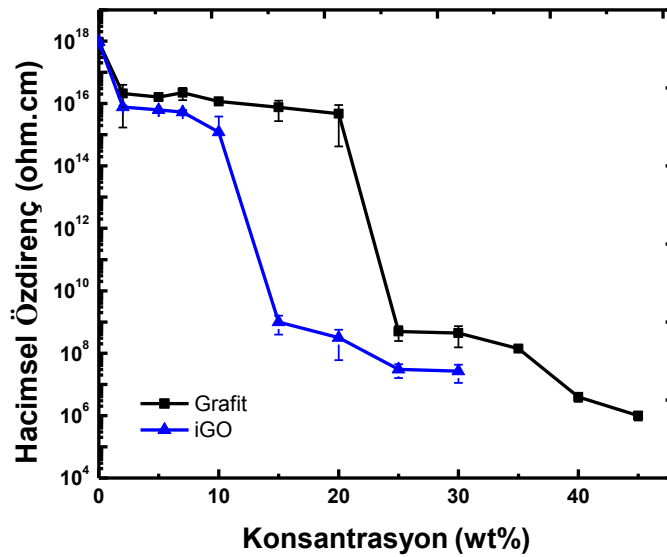
**Şekil 4.21.** Kullanılan çözügen cinsinin iGO/SEBS-2 polimer kompozitinin elektriksel özelliklerine olan etkisi

**iGO/SEBS-3 Kompozitleri:** SEBS-1 ve SEBS-2’de yapılan çalışmalar sonucunda çözügen türünün elektriksel iletkenliğe çok önemli bir etkisinin olmadığı gözlenmiştir. Proses koşulları göz önüne alındığında kloroform çok hızlı bir şekilde uçtuğu için, hazırlanan karışımın karıştırıcıdan petri kabına döküm aşamasında önemli sorunlar yaşanmıştır. THF ve toluenin işlem sırasında benzer davranışlar göstermesi yüzünden SEBS-3, SEBS-4 ve SEBS-5 ile yapılan çalışmalarda iletkenlik değerleri biraz daha iyi olan ve fiyat olarak daha ucuz olan toluenle devam edilmiştir. Şekil 4.22 grafit/SEBS-3 ve iGO/SEBS kompozitlerine ait hacimsel direnç ile dolgu maddesi konsantrasyonu arasındaki ilişkiyi gösteren grafik verilmektedir. Grafikten de açık bir şekilde görüldüğü gibi, iGO içeren kompozitin perkolasyon değeri, grafit içeren kompozite göre daha düşüktür. Bunun sebebi daha önce de açıklandığı gibi daha yüksek yüzey alanı/hacim oranından kaynaklanmaktadır.



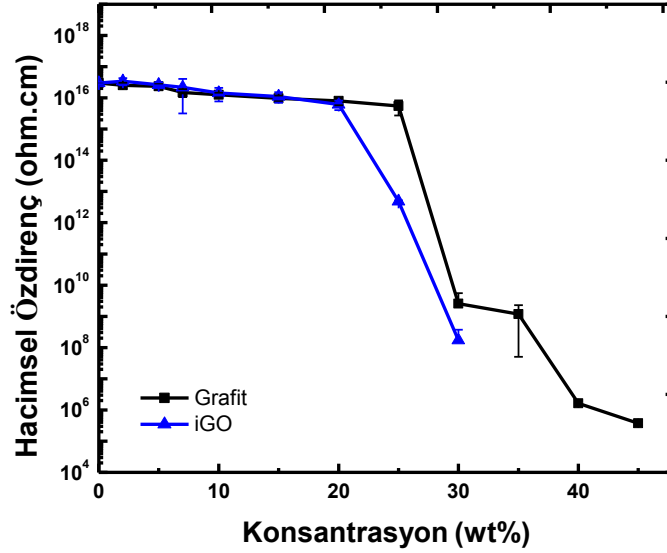
**Şekil 4.22.** Kullanılan dolgu maddesinin SEBS-3 polimer kompozitinin elektriksel özelliklerine olan etkisi

**iGO/SEBS-4 Kompozitleri:** Şekil 4.23 grafit/SEBS-4 ve iGO/SEBS-4 kompozitlerine ait hacimsel direnç ile dolgu maddesi konsantrasyonu arasındaki ilişkiyi gösteren grafik verilmektedir. Grafikten de açık bir şekilde görüldüğü gibi, iGO içeren kompozitin perkolasyon değeri, grafit içeren kompozite göre daha düşüktür. Bunun sebebi daha önce de açıklandığı gibi daha yüksek yüzey alanı/hacim oranından kaynaklanmaktadır.



**Şekil 4.23.** Kullanılan dolgu maddesinin SEBS-4 polimer kompozitinin elektriksel özelliklerine olan etkisi

**iGO/SEBS-5 Kompozitleri:** Şekil 4.24 grafit/SEBS-5 ve iGO/SEBS-5 kompozitlerine ait hacimsel direnç ile dolgu maddesi konsantrasyonu arasındaki ilişkiyi gösteren grafik verilmektedir. Grafikten de açık bir şekilde görüldüğü gibi, iGO içeren kompozitin perkolasyon değeri, grafit içeren kompozite göre daha düşüktür. Bunun sebebi daha önce de açıklandığı gibi daha yüksek yüzey alanı/hacim oranından kaynaklanmaktadır.

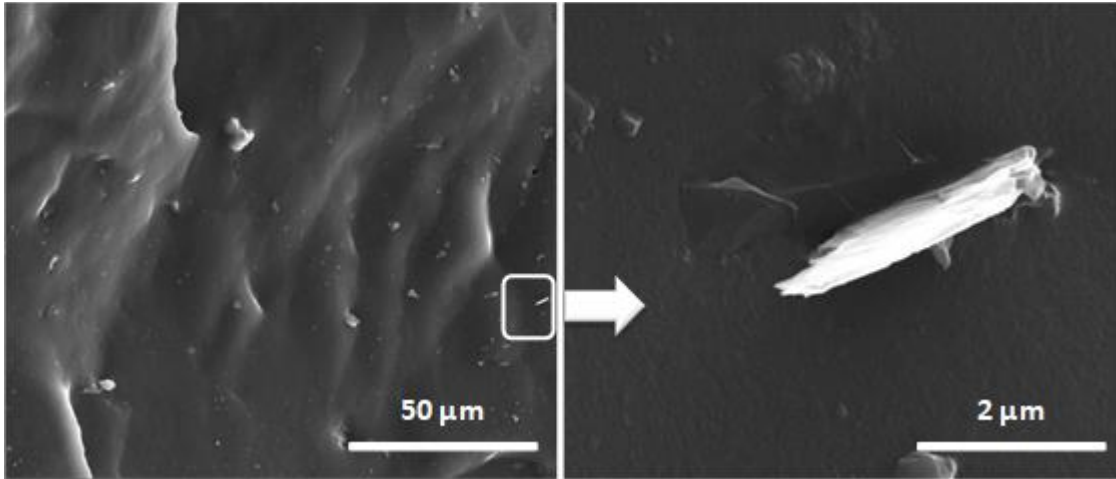


**Şekil 4.24.** Kullanılan dolgu maddesinin SEBS-5 polimer kompozitinin elektriksel özelliklerine olan etkisi

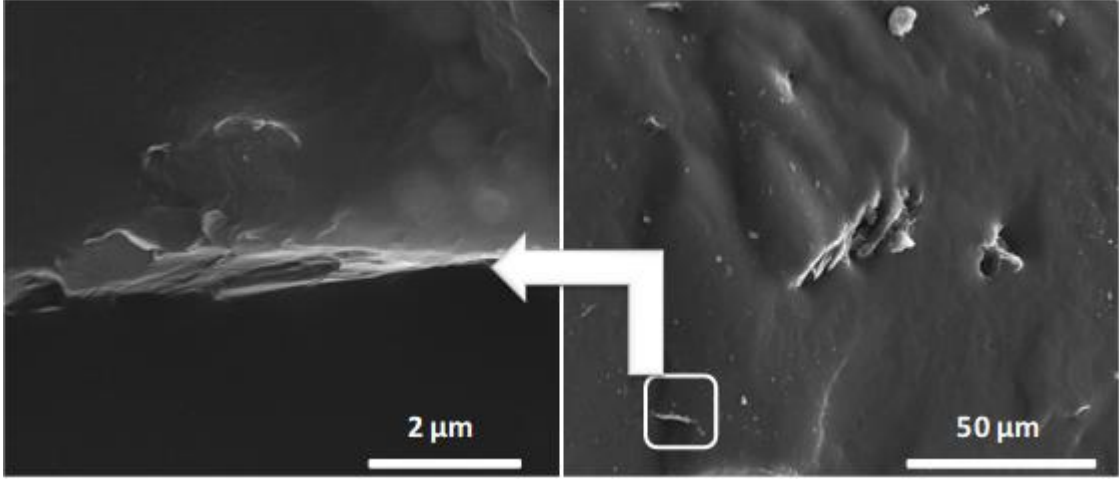
SEBS-1,2 ve SEBS-3,4,5 arasındaki öz direnç değerlerindeki farklılık polimer yapısının farklılığından kaynaklanmaktadır. SEBS-1 ve 2 polimerlerinde plastikleştirici kullanılmadığı için, dolgu maddelerinin etkileşimi ve elektriksel iletkenlik değerleri daha iyi çıkmıştır. SEBS-3, 4 ve 5 polimerlerinde ise kullanılan plastikleştirici elektriksel açıdan yalıtkan bir malzemedir ve hem polimerin amorf bölgelerine girmekte, serbest hacimi artırmakta hem de dolgu maddelerinin yüzeyine adsorbe olmaktadır. Bu yüzden (daha önceki çalışmalarımızda da gözlemlediğimiz gibi) hem grafit hem de iGO parçacıkları arasındaki etkileşim ve elektriği iletme özelliği azalmaktadır (Toprakci., 2012; Toprakci vd., 2013).

**SEM:** Üretilen kompozitlerin morfolojileri alan emisyon taramalı elektron mikroskobu (FESEM) ile gerçekleştirilmiştir. SEM analizinde iGO'nun polimer matris içinde dağılımı, oryantasyonu, dolgu maddesi ile polimer ara yüzey özellikleri, polimer matrisin morfolojisi ve iletken ağı oluşumu incelenmiştir (Şekil 4.25-4.33). iGO/SEBS-1 kompoziti için yapılan analiz diğer kompozitler için de yapılmıştır. Yapılan analizlerde benzer sonuçlar elde edildiği için ayrıntılı analiz sadece iGO/SEBS-1 kompozitleri için verilmiştir. Projenin amacı iletken kompozit üretimi

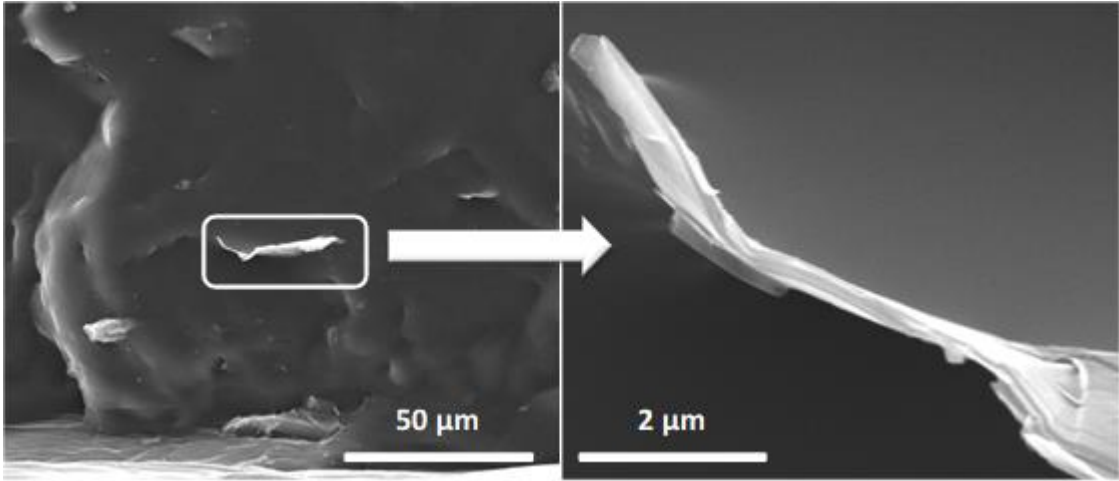
olduğu için, yalıtkan bölgeden, perkolasyon bölgesinden ve iletken bölgeden numuneler seçilmiştir. Çalışmada 3 farklı çözügen kullanıldığı için, kloroform, THF ve toluen ile hazırlanan %2, %15 ve %25 iGO içeren kompozitlerin enine kesitleri incelenmiştir. Tüm SEM görüntülerinde koyu gri-siyah olarak görünen kısım polimer matrisi; beyaz açık renkli ve polimer matristen çıkıntılar şeklinde görünen geometrik şekiller de iGO'dur. iGO, tüm konsantrasyonlarda çözügen türüne bağlı olmaksızın her hangi bir doğrultuda oryante olmadan matris içinde iyi bir şekilde dağılmıştır. iGO-polimer arayüzeyinde önemli bir sorun gözlenmemiştir. Polimer dolgu maddesini homojen bir şekilde sarmaktadır. Bunun en önemli sebebi yüksek karıştırma işleminin ardından belirli sıcaklıkta yapılan basınçla kalıplama işlemidir. Bu sayede polimer eritilmiş ve basınç altında iyi bir arayüzey oluşumu sağlanmıştır. Görüntüler yakından dikkatli bir şekilde incelendiğinde iGO'nun yapısındaki grafen tabakaları net bir şekilde görülmektedir. %2'lik iGO içeren numunelerde bulunan iGO parçacıkları birbirlerinden oldukça uzakta buldukları için iletken bir ağ oluşturamamışlardır. Burada elde edilen sonuçlar hacimsel direnç değerlerini desteklemektedir. %15 ve %25 dolgu maddesi içeren kompozitlerde ise iletken ağ yapısı açık bir şekilde görülmektedir.



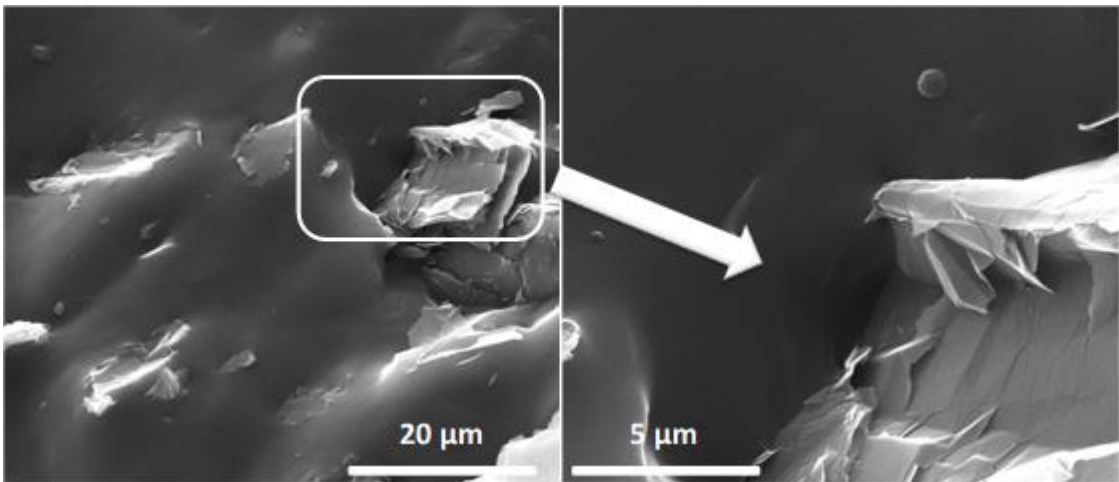
**Şekil 4.25.** %2 iGO içeren kloroform ile hazırlanmış iGO/SEBS-1 kompozit



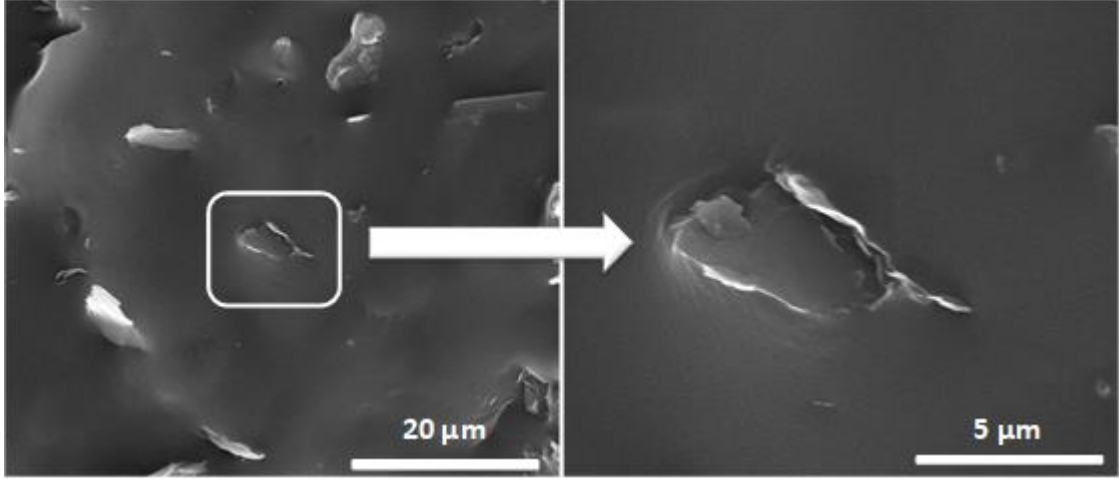
**Şekil 4.26.** %2 iGO içeren THF ile hazırlanmış iGO/SEBS-1 kompozit



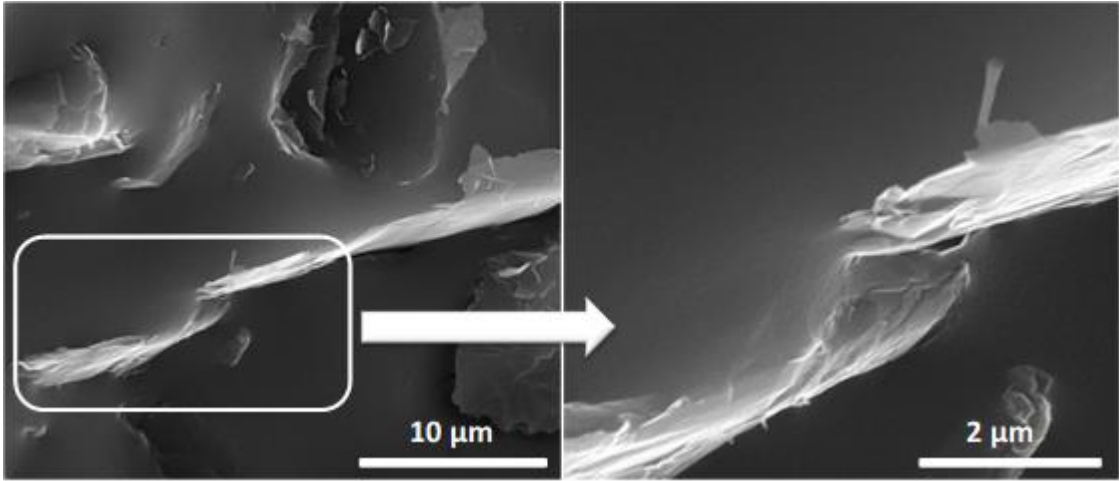
**Şekil 4.27.** %2 iGO içeren toluen ile hazırlanmış iGO/SEBS-1 kompozit



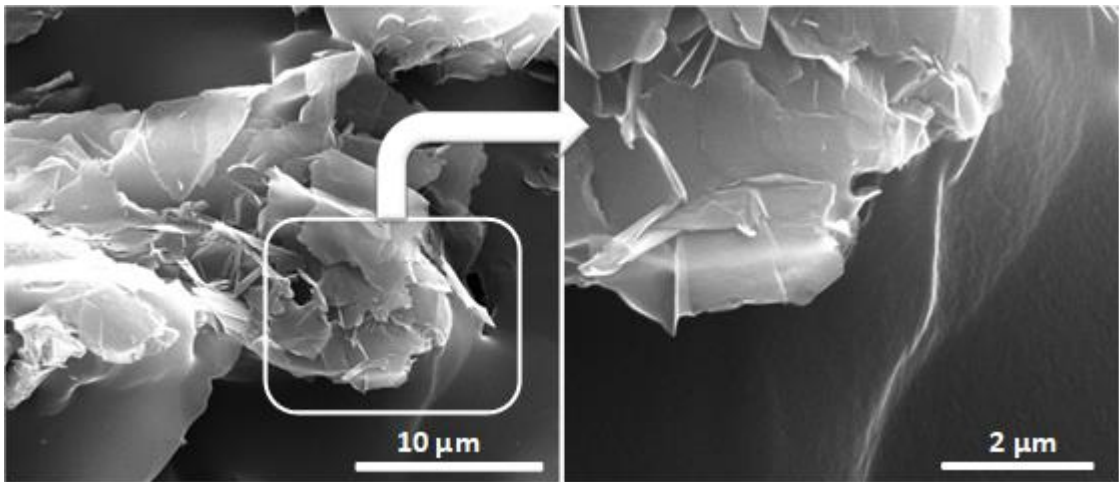
**Şekil 4.28.** %15 iGO içeren kloroform ile hazırlanmış iGO/SEBS-1 kompozit



**Şekil 4.29.** %15 iGO içeren THF ile hazırlanmış iGO/SEBS-1 kompozit

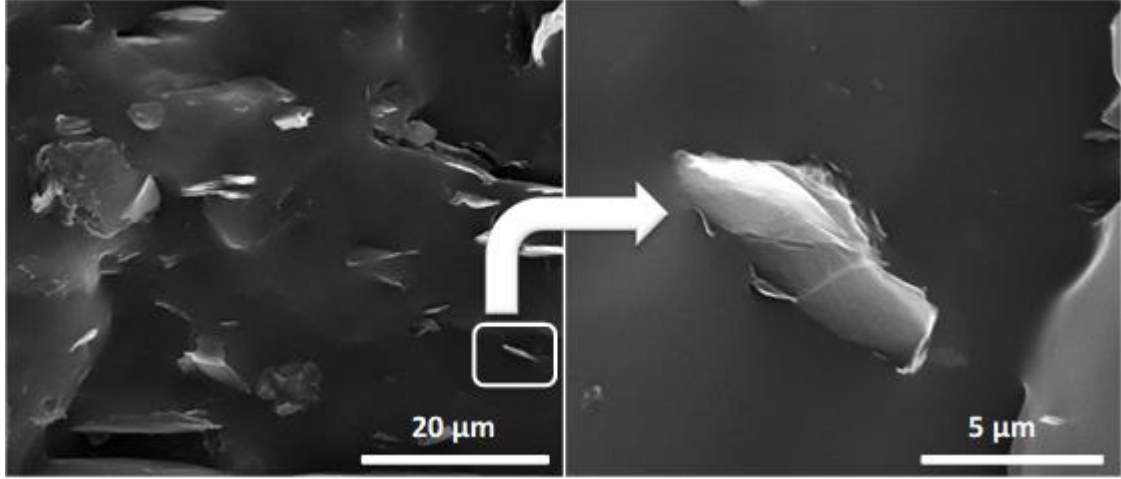


**Şekil 4.30.** %15 iGO içeren toluen ile hazırlanmış iGO/SEBS-1 kompozit

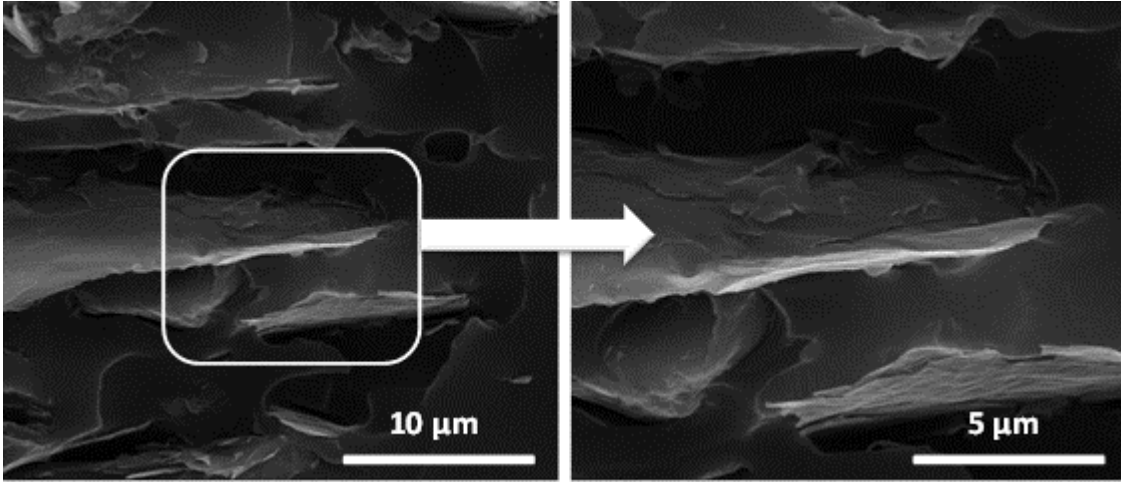


**Şekil 4.31.** %25 iGO içeren kloroform ile hazırlanmış iGO/SEBS-1 kompozit





**Şekil 4.32.** %25 iGO içeren THF ile hazırlanmış iGO/SEBS-1 kompozit



**Şekil 4.33.** %25 iGO içeren toluen ile hazırlanmış iGO/SEBS-1 kompozit

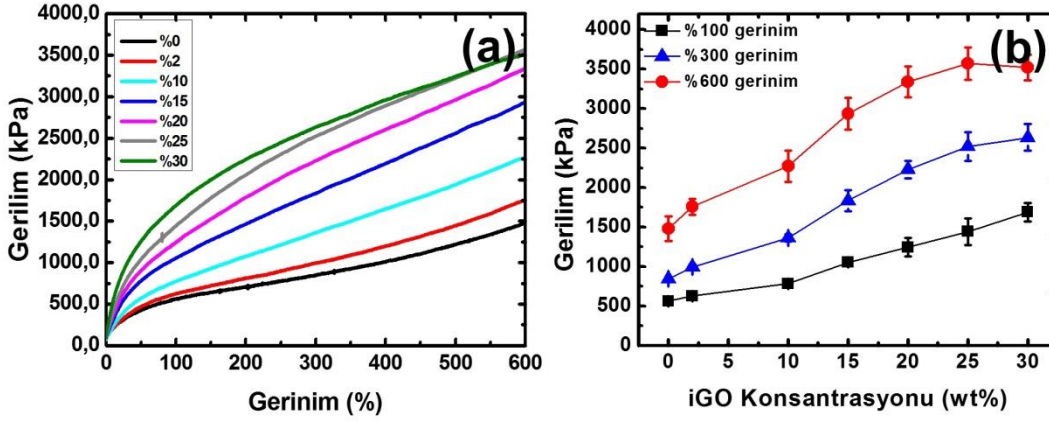
**SONUÇ:** Yukarıda verilen analiz sonuçlarından da görüldüğü gibi, grafit/SEBS ve iGO/SEBS kompozitleri için optimizasyon çalışmaları yapılmış, kompozitler başarı ile üretilmiş ve elektriksel perkolasyon davranışları belirlenmiştir.

### 4.3 SEBS-iGO İletken Kompozit Filmlerin Mekanik Özelliklerinin Ölçülmesi

#### 4.3.1 Gerilim, Gerinim, Elastik Modül ve Sekant Modülünün Belirlenmesi

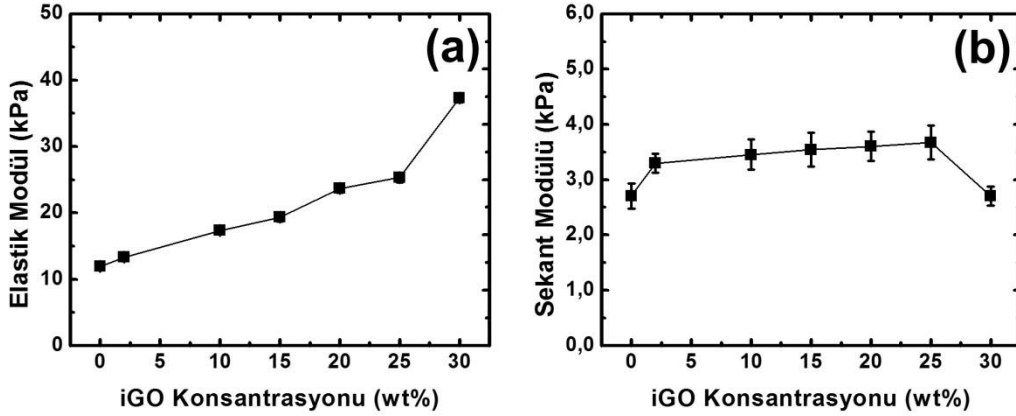
**iGO/SEBS-1 Kompozitler:** Farklı oranlarda iGO içeren SEBS-1 polimerinden üretilen kompozitlere ait mekanik özellikleri gösteren grafikler aşağıda verilmiştir. Şekil 4.34 a'da farklı oranlarda iGO içeren kompozitlere ait gerilim-gerinim grafikleri verilmektedir. Bu grafiklerde termoplastik elastomerlerin çok yüksek uzama oranlarında kopmasından dolayı ve sensör uygulamalarında maksimum bu uzamaya kadar çalışılacağı için %600 uzama değerlerine

kadar olan kısmı verilmektedir. Şekil 4.34 b'de ise iGO konsantrasyonuna bağlı olarak %100, 300 ve 600 uzamadaki gerilim değerleri verilmektedir.



**Şekil 4.34.** a) SEBS-1 polimerini içeren kompozite ait % 600 uzamaya kadar dolgu maddesi konsantrasyonuna bağlı gerilim-gerinim grafiği b) SEBS-1 polimerini içeren kompozite ait % 100, 300 ve 600 gerinimlerde dolgu maddesi konsantrasyonuna bağlı gerilim değerleri

Şekil 4.34 a'dan görüldüğü gibi, yapıdaki iGO oranının artması ile gerilim değerleri artmaktadır. Bu durum iGO'nun takviye edici etkisini göstermektedir. %600'e kadar olan uzama grafiklerine bakıldığında, %25 iGO dolgu oranına kadar gerilim değerlerinin arttığı gözlenmektedir. Bunun sebebi iGO dolgusunun geniş yüzey alanına sahip olması ve polimerik matris ile iyi bir ara yüzey ve etkileşime sahip olmasıdır (Şekil 4.25-4.33). Ancak iGO konsantrasyonunun %30'a çıkması durumunda, %600 uzama değerindeki gerilim değerlerinde düşüş gözlenmiştir. Bunun sebebi, kompozit içinde, polimer matrisinin hacimce azalması ve matrisin dolgu maddelerini bağlayıcı özelliğinde meydana gelen gerilemedir (Brechet vd., 2001; Chan vd., 2015; Ozsoy vd., 2015). Polimer kompozitlerin daha ayrıntılı bir şekilde analiz edilmesi için Şekil 4.34 b'de %100, 300, 600 gerinim altındaki gerilim değerleri özetlenmektedir. Bu tür bir çalışma yapılmasının sebebi farklı uzama değerleri altında sensör malzemelerinin dayanımlarının karşılaştırılmasıdır. Bu grafikten de açık bir şekilde görüldüğü gibi iGO konsantrasyonunun artması ile %100, 300 uzamada gerilim değerleri benzer bir şekilde artarken %600 uzamada gerilim değeri bir noktadan sonra düşmektedir. %100 ve 300 uzama değerinde gerilim değerlerinin artmasının sebebi, kompozitin henüz kopma sınırına yaklaşmadığının bir göstergesidir. Bu değerler sensör malzemelerinin maksimum uzama değerlerinin belirlenmesi için kullanılabilir.



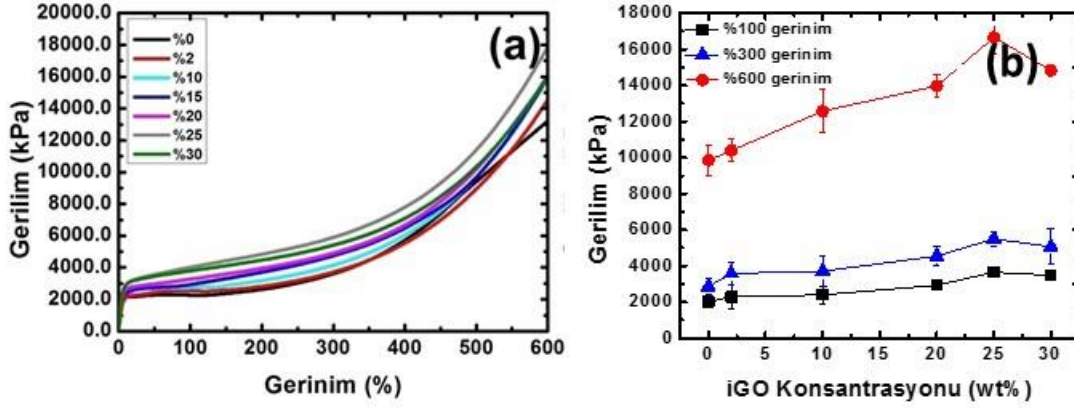
**Şekil 4.35.** a) SEBS-1 polimerini içeren kompozite ait dolgu maddesi konsantrasyonuna bağlı elastik modül değerleri b) SEBS-1 polimerini içeren kompozite ait dolgu maddesi konsantrasyonuna bağlı sekant modül değerleri

**Tablo 4.7.** SEBS-1 polimerini içeren kompozite ait elastik modül, sekant modülü ve %100, 300 ve 600 uzama değerlerindeki gerilim değerleri

Dolgu Maddesi Konsantrasyonu (%)	Elastik Modül (kPa)	Sekant Modülü (kPa)	%100 Uzamadaki Gerilim (kPa)	%300 Uzamadaki Gerilim (kPa)	%600 Uzamadaki Gerilim (kPa)
0	11.93	2.7065	562.90	846.35	1480.57
2	13.30	3.2973	626.65	996.12	1757.57
10	17.33	3.4520	783.33	1362.66	2271.00
15	19.33	3.5439	1051.98	1835.38	2937.38
20	23.66	3.6036	1243.13	2228.49	3340.72
25	25.33	3.6705	1443.29	2521.07	3571.74
30	37.33	2.7040	1690.49	2633.57	3520.05

Şekil 4.35'de ise iGO dolgu oranına bağlı olarak elastik modül ve sekant modül değerlerinin değişimi gösterilmektedir. Ayrıntılı değerler Tablo 4.7'de verilmektedir. iGO dolgu oranının artmasıyla hem elastik hem de sekant modül değerlerinin arttığı görülmektedir. Elastik modül değerleri iGO içermeyen kompozitte 11.93 kPa iken, % 30 iGO dolgulu kompozitte 37.33 kPa olmuştur. Sekant modüllerinde ise %25 iGO oranına kadar bir artış, % 30 iGO dolgusunda bir düşüş gözlenmiştir. Bunun sebebi elastik modülün elastik bölgeden (%0-5 gerinim) elde edilen verilerle hesaplanması, sekant modülünün ise çok daha yüksek ve geniş bir bölgeden (%500-600 gerinim) elde edilen verilerle hesaplanmasıdır.

**iGO/SEBS-2 Kompozitler:** Farklı oranlarda iGO içeren SEBS-2 polimerinden üretilen kompozitlere ait mekanik özellikleri gösteren grafikler aşağıda verilmektedir. Şekil 4.36a'da farklı oranlarda iGO içeren kompozitlere ait gerilim-gerinim grafikleri verilmektedir.



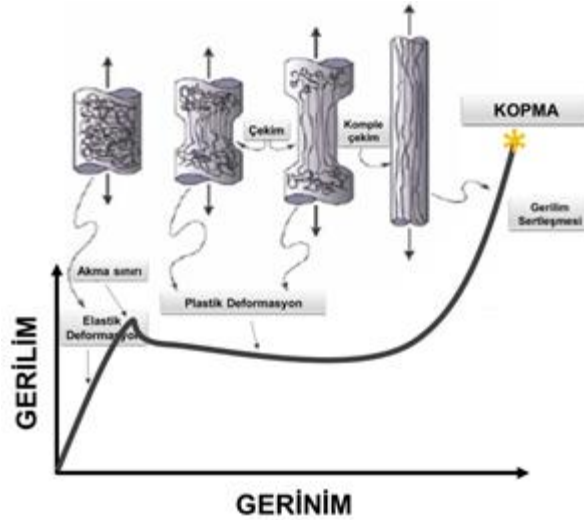
**Şekil 4.36.** a) SEBS-2 polimerini içeren kompozite ait %600 uzamaya kadar dolgu maddesi konsantrasyonuna bağlı gerilim-gerinim grafiği b) SEBS-2 polimerini içeren kompozite ait % 100, 300 ve 600 gerinimlerde dolgu maddesi konsantrasyonuna bağlı gerilim değerleri

Şekil 4.36 a'da dolgu madde konsantrasyonunun mekanik dayanıma olan etkisi de görülmektedir. SEBS-2 içeren kompozitlerde de SEBS-1 içeren kompozitlerde olduğu gibi, yapıdaki iGO oranının artması ile gerilim değerleri %25 iGO konsantrasyonuna kadar artmakta, bu değerden sonra azalmaktadır. Mekanik dayanımın artması, iGO'nun takviye edici etkisini göstermektedir (Brechet vd., 2001; Chan vd., 2015; Ozsoy vd., 2015). Ancak iGO konsantrasyonunun %30'a çıkması durumunda, %600 uzama değerindeki gerilim değerlerinde düşüş gözlenmiştir. Bunun sebebi, daha önce belirtildiği gibi dolgu maddesi ve polimer arayüzey özelliklerinin bozulmasıdır.

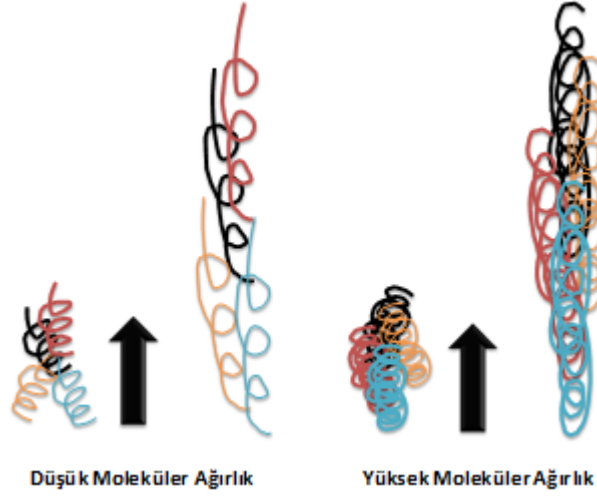
SEBS-2'ye ait sonuçlar SEBS-1 ile karşılaştırıldığında, SEBS-2'nin gerilim değerlerinin daha yüksek olduğu görülmektedir. Bunun sebebi, SEBS-1'in moleküler ağırlığı 55000 g/mol iken SEBS-2'nin moleküler ağırlığının 160000 g/mol olmasıdır. Yüksek moleküler ağırlığa sahip polimerler, zincirler arası etkileşimin daha fazla olması yüzünden, uygulanan herhangi bir kuvvete karşı daha fazla direnç göstermektedir (Toprakci, 2012).

Polimer kompozitlerin daha ayrıntılı bir şekilde analiz edilmesi için Şekil 4.36 b'de %100, 300, 600 gerinim altındaki gerilim değerleri özetlenmektedir. Bu grafikten de açık bir şekilde görüldüğü gibi %25 iGO konsantrasyonuna kadar, %100, 300, 600 uzamada gerilim değerleri benzer bir şekilde artarken %30 iGO konsantrasyonunda tüm uzama değerlerinde daha düşük gerilim elde edilmiştir. Bu durum %30 iGO içeren kompozitlerde aşırı dolgu maddesi içermesinden dolayı dolgu maddesi ve polimerik matris arasındaki etkileşimlerin bozulduğunu göstermektedir (Brechet vd., 2001; Chan vd., 2015; Ozsoy vd., 2015).

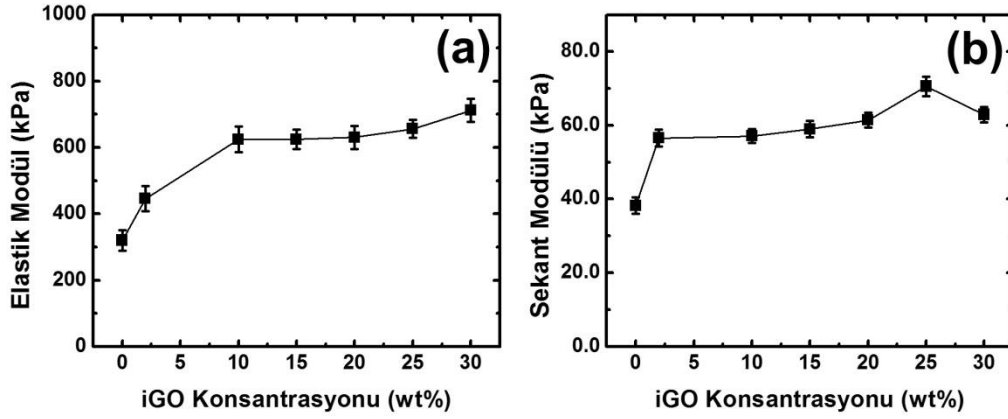
SEBS-2'ye ait sonuçlar SEBS-1 ile karşılaştırıldığında; SEBS-1 içeren kompozitlerde farklı uzama yüzdelerinde elde edilen gerilim değerleri arasında önemli bir fark gözlenmezken, SEBS-2 içeren kompozitlerde %600 uzamada elde edilen gerilim değerleri dikkat çekici şekilde yüksektir. Bunun sebebi daha önce belirtildiği gibi SEBS-2 polimerinin moleküler ağırlığının yüksek olmasıdır. Şekil 4.37'de polimerlerde yük altında deformasyonun mekanizması verilmektedir. Açıkça görüldüğü gibi kopma öncesi makromoleküler zincirler uzamakta, kuvvet yönüne paralel bir şekilde yönlenebilmektedir. Burada tamamen yönlendirme durumunu etkileyen faktörlerden birisi moleküler ağırlık yani makromoleküllerin uzunluğudur. Daha yüksek moleküler ağırlığa yani daha uzun zincir boyuna sahip olan polimerlerde tamamen yönlendirme durumu daha yüksek uzama değerlerinde elde edileceğinden, yüksek uzama değerlerinde gösterilen dayanım da daha yüksek olacaktır. Şekil 4.38'de gösterildiği gibi, yüksek moleküler ağırlığa sahip polimerlerde moleküler zincirlerin yumak halinden uzatılmış, gergin zincirler şekline gelmesi, yönlendirme daha yüksek uzama değerlerinde gerçekleşmektedir. Aynı uzama oranlarında yüksek moleküler ağırlığa sahip polimerlerin daha yüksek direnç-dayanım-gerilim değerine sahip olmalarının sebebi kısaca bundan kaynaklanmaktadır (Schollenberger ve Dinbergs, 1979; Nunes vd., 1982; Schimmel ve Heinrich, 1991).



**Şekil 4.37.** Polimerlerde yük altında meydana gelen deformasyonun mekanizması (Asran vd., 2012)



**Şekil 4.38.** Moleküler ağırlığın mekanik özelliklere olan etkisi



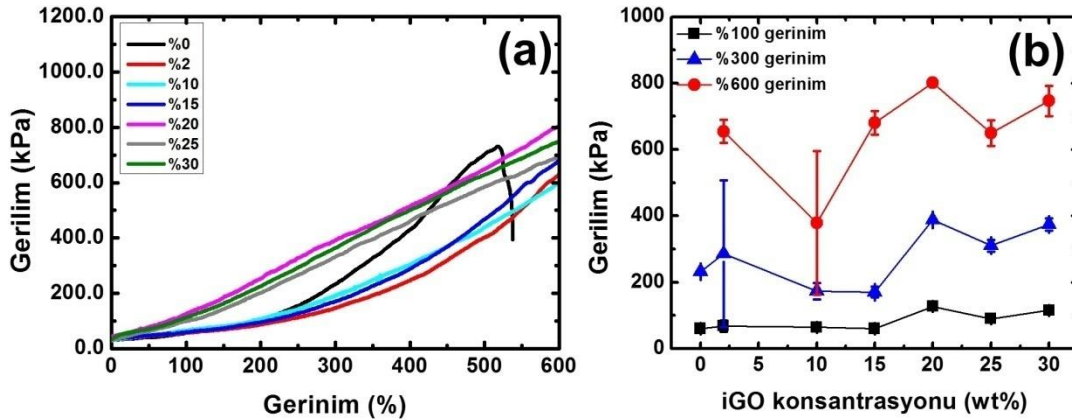
**Şekil 4.39.** a) SEBS-2 polimerini içeren kompozite ait dolgu maddesi konsantrasyonuna bağlı elastik modül değerleri b) SEBS-2 polimerini içeren kompozite ait dolgu maddesi konsantrasyonuna bağlı sekant modül değerleri

Şekil 4.39'da ise iGO dolgu oranına bağlı olarak elastik ve sekant modül değerleri verilmektedir. Ayrıntılı değerler Tablo 4.8'de verilmektedir. iGO dolgu oranının artmasıyla elastik modül değerlerinin de arttığı görülmektedir. Modül değerleri iGO içermeyen kompozitte 320 kPa iken, % 30 iGO dolgulu kompozitte 711.8 kPa olmuştur. iGO dolgulu kompozitin mekanik özelliklerindeki bu iyileşme dolgunun polimer içerisinde homojen bir şekilde dağılmasıyla ve dolgu ile polimer arasındaki güçlü ara yüzey etkileşimi ile gerçekleşmesinden ve iGO'nun yük transferini etkili bir şekilde yerine getirmesinden kaynaklandığı düşünülmektedir (Kang vd., 2014).

**Tablo 4.8.** SEBS-2 polimerini içeren kompozite ait elastik modül, sekant modülü ve %100, 300 ve 600 uzama değerlerindeki gerilim değerleri

Dolgu Maddesi Konsantrasyonu (%)	Elastik Modül (kPa)	Sekant Modülü (kPa)	%100 Uzamadaki Gerilim (kPa)	%300 Uzamadaki Gerilim (kPa)	%600 Uzamadaki Gerilim (kPa)
0	320.00	38.216	2186.23	3498.83	11059.76
2	445.85	56.543	2353.17	3506.62	13279.45
10	624.30	57.112	2530.76	3697.51	13678.76
15	624.51	58.967	2927.24	4442.88	14501.91
20	631.00	61.446	3153.86	4738.82	15683.65
25	656.70	70.597	4340.75	6392.10	18928.23
30	711.80	62.910	3544.22	5105.97	15997.35

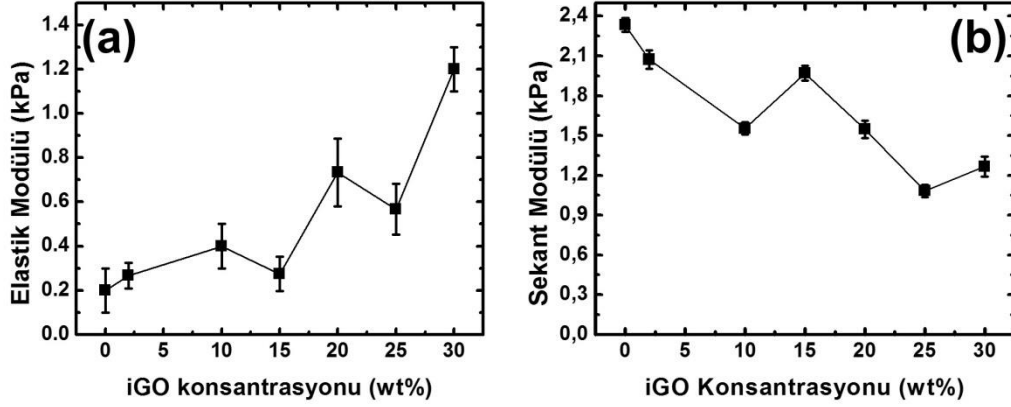
**iGO/SEBS-3 Kompozitler:** Farklı oranlarda iGO içeren SEBS-3 polimerinden üretilen kompozitlere ait mekanik özellikleri gösteren grafikler aşağıda verilmektedir. Ayrıntılı değerler ise Tablo 4.9'da görülmektedir. Şekil 4.40 a'da farklı oranlarda iGO içeren kompozitlere ait gerilim-gerinim grafikleri verilmektedir.



**Şekil 4.40.** a) SEBS-3 polimerini içeren kompozite ait % 600 uzamaya kadar dolgu maddesi konsantrasyonuna bağlı gerilim-gerinim grafiği b) SEBS-3 polimerini içeren kompozite ait % 100, 300 ve 600 gerinimlerde dolgu maddesi konsantrasyonuna bağlı gerilim değerleri

Şekil 4.40 a'dan görüldüğü gibi, iGO ilave edilmesi ile hem uzama hem de gerilim değerlerinde bir artış sağlanmıştır. Fakat Şekil 4.40b ayrıntılı bir şekilde incelendiğinde SEBS-3 polimerinden elde edilen mekanik özelliklerin belirli bir eğilim takip etmediği ve tekrar edilebilir olmadığı gözlenmektedir. Bunun sebebinin SEBS-3 polimerinin yüksek moleküler ağırlığa sahip olması yüzünden kompozit üretme aşamasında önemli zorluklar yaşanmasından

(çözücü içinde çözünmesi zor, karıştırma verimi daha düşük, basınçlı kalıplama sonunda homojen film elde edilmesi daha zor, defalarca tekrar etmek gerekebiliyor) kaynaklandığı düşünülmektedir. Homojen ve tekrar edilebilir kompozit üretimi diğer polimerlere kıyasla daha zor olmaktadır.



**Şekil 4.41.** a) SEBS-3 polimerini içeren kompozite ait dolgu maddesi konsantrasyonuna bağlı elastik modül ve b) sekant modül değerleri

Şekil 4.41 a ve b'de iGO dolgu oranına bağlı olarak elastik ve sekant modül değerleri verilmektedir. Gerilim-gerinim grafiklerindeki benzer şekilde elastik ve sekant modül değerlerinde belirli bir eğilim gözlenmemiştir. Ayrıntılı değerler Tablo 4.9'da verilmiştir.

**Tablo 4.9.** SEBS-3 polimerini içeren kompozite ait elastik modül ve %100, 300 ve 600 uzama değerlerindeki gerilim değerleri

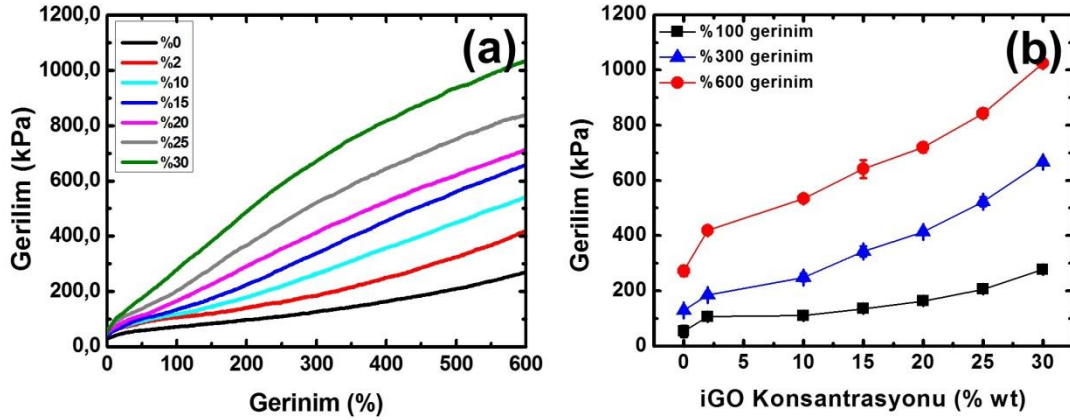
Dolgu Maddesi Konsantrasyonu (%)	Elastik Modül (kPa)	Sekant Modülü (kPa)	%100 Uzamadaki Gerilim (kPa)	%300 Uzamadaki Gerilim (kPa)	%600 Uzamadaki Gerilim (kPa)
0	0.20	2.3334	59.85	232.00	-
2	0.26	2.0732	68.33	285.66	655.00
10	0.40	1.5538	64.00	173.33	378.33
15	0.27	1.9692	60.00	170.59	680.55
20	0.73	1.5474	127.00	388.00	801.00
25	0.56	1.0828	90.00	310.00	649.66
30	1.20	1.2671	115.33	374.00	747.00

Elde edilen sonuçlardan, SEBS-3 polimerinden üretilen kompozitlerin tekrar edilebilir özellikler sergilemediği gözlenmiştir. SEBS-3 polimerinden üretilen kompozitlerin, iletken kompozit



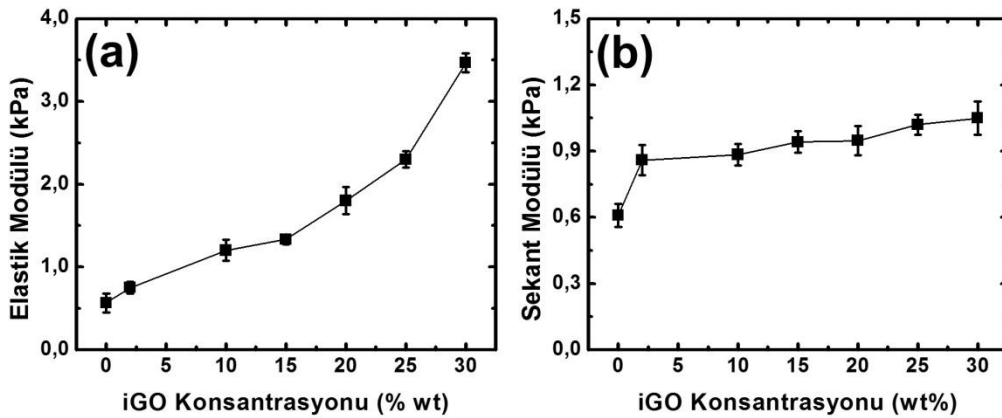
olarak kullanılabilir olmalarına rağmen, elektro-mekanik sensörler için uygun olmadığı sonucuna varılmıştır.

**iGO/SEBS-4 Kompozitler:** Farklı oranlarda iGO içeren SEBS-4 polimerinden üretilen kompozitlere ait mekanik özellikleri gösteren grafikler aşağıda verilmektedir. Ayrıntılı değerler ise Tablo 4.10'da görülmektedir. Şekil 4.42 a'da farklı oranlarda iGO içeren kompozitlere ait gerilim-gerinim grafikleri verilmektedir.



**Şekil 4.42.** a) SEBS-4 polimerini içeren kompozite ait % 600 uzamaya kadar dolgu maddesi konsantrasyonuna bağlı gerilim-gerinim grafiği b) SEBS-4 polimerini içeren kompozite ait % 100, 300 ve 600 gerinimlerde dolgu maddesi konsantrasyonuna bağlı gerilim değerleri

Şekil 4.42 a-b'de dolgu madde konsantrasyonunun mekanik dayanıma olan etkisi verilmektedir. SEBS-4 içeren kompozitlerde yapıdaki iGO oranının artması ile gerilim değerleri artmaktadır. Mekanik dayanımın artmasının sebebi, iGO'nun takviye edici etkisini göstermektedir (Kang vd., 2014).



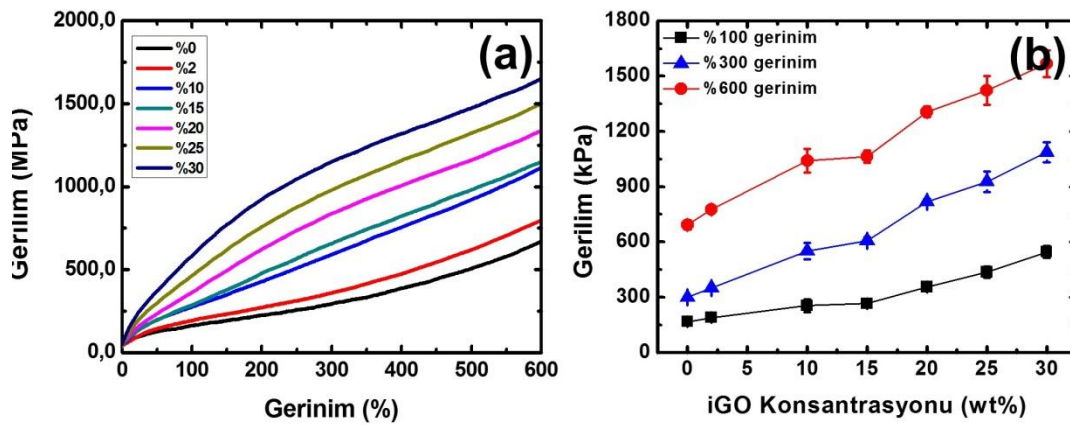
**Şekil 4.43.** a) SEBS-4 polimerini içeren kompozite ait dolgu maddesi konsantrasyonuna bağlı elastik modül değerleri ve b) sekant modül değerleri

Şekil 4.43 a-b'de ise iGO dolgu oranına bağlı olarak elastik modül ve sekant modül değerleri verilmektedir. İGO dolgu oranının artmasıyla hem elastik hem de sekant modül değerlerinin arttığı görülmektedir.

**Tablo 4.10.** SEBS-4 polimerini içeren kompozite ait elastik modül ve %100, 300 ve 600 uzama değerlerindeki gerilim değerleri

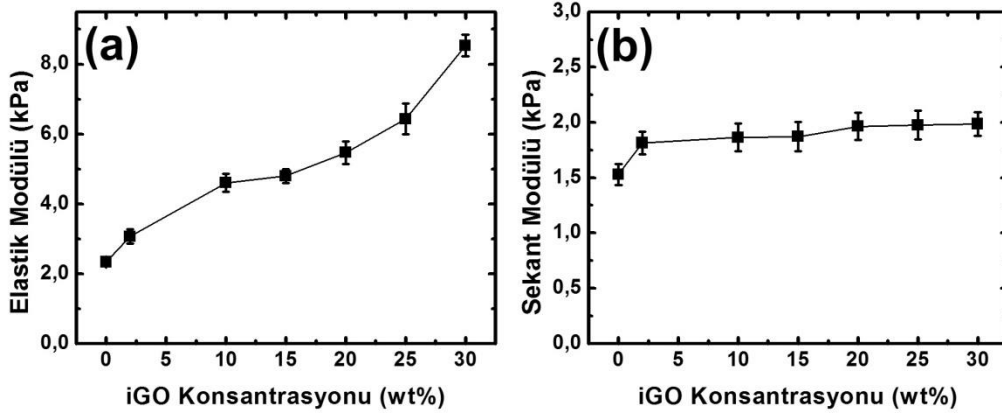
Dolgu Maddesi Konsantrasyonu (%)	Elastik Modül (kPa)	Sekant Modülü (kPa)	%100 Uzamadaki Gerilim (kPa)	%300 Uzamadaki Gerilim (kPa)	%600 Uzamadaki Gerilim (kPa)
0	0.56	0.6089	53.43	129.00	272.00
2	0.75	0.8594	107.00	185.00	419.00
10	1.20	0.8839	111.00	249.00	533.50
15	1.33	0.9415	135.66	343.00	641.33
20	1.80	0.9474	163.33	413.33	720.00
25	2.30	1.0198	206.66	523.00	843.33
30	3.46	1.0495	278.00	667.33	1025.00

**iGO/SEBS-5 Kompozitler:** Farklı oranlarda iGO içeren SEBS-5 polimerinden üretilen kompozitlere ait mekanik özellikleri gösteren grafikler aşağıda verilmektedir. Ayrıntılı değerler ise Tablo 4.11'de görülmektedir. Şekil 4.44 a'da farklı oranlarda iGO içeren kompozitlere ait gerilim-gerinim grafikleri verilmektedir.



**Şekil 4.44.** a) SEBS-5 polimerini içeren kompozite ait % 600 uzamaya kadar dolgu maddesi konsantrasyonuna bağlı gerilim-gerinim grafiği b) SEBS-5 polimerini içeren kompozite ait % 100, 300 ve 600 gerinimlerde dolgu maddesi konsantrasyonuna bağlı gerilim değerleri

Şekil 4.44 a ve b’de dolgu madde konsantrasyonunun mekanik dayanıma olan etkisi verilmektedir. Aynen SEBS-4 içeren kompozitlerdeki gibi, yapıdaki iGO oranının artması ile gerilim değerleri artmaktadır. Mekanik dayanımın artmasının sebebi, iGO’nun takviye edici etkisini göstermektedir (Kang vd., 2014).



**Şekil 4.45.** a)SEBS-5 polimerini içeren kompozite ait dolgu maddesi konsantrasyonuna bağlı elastik modül değerleri ve b) sekant modül değerleri

Şekil 4.45’de ise iGO dolgu oranına bağlı olarak elastik modül ve sekant modül değerleri verilmektedir. İGO dolgu oranının artmasıyla hem elastik hem de sekant modül değerlerinin arttığı görülmektedir.

**Tablo 4.11.** SEBS-5 polimerini içeren kompozite ait elastik modül ve %100, 300 ve 600 uzama değerlerindeki gerilim değerleri

Dolgu Maddesi Konsantrasyonu (%)	Elastik Modül (kPa)	Sekant Modülü (kPa)	%100 Uzamadaki Gerilim(kPa)	%300 Uzamadaki Gerilim(kPa)	%600 Uzamadaki Gerilim(kPa)
0	2.33	1.5304	166.66	300.00	693.33
2	3.06	1.8132	189.33	351.00	776.00
10	4.60	1.8638	255.00	551.00	1040.66
15	4.80	1.8706	266.00	607.00	1064.45
20	5.46	1.9650	356.33	819.33	1305.66
25	6.43	1.9760	436.33	927.00	1422.00
30	8.53	1.9850	546.00	1087.33	1568.00

Çekme testi sonucu yapılan çalışmalardan elde edilen sonuçlar özetlenecek olursa;

-Dolgu madde miktarının artması genellikle mekanik dayanımda artışa sebep olmaktadır. Bazı durumlarda ise dayanım düşmektedir, bunun sebebi dolgu maddesi-polimer matris arasındaki ara yüzey özelliklerin bozulmasıdır.

-Elastik modül dolgu maddesi miktarının artması ile artmaktadır. Yapıya eklenen rijit malzeme miktarı arttığı için malzemenin sertliği, kuvvete karşı gösterdiği direnç de artmaktadır.

-Sekant modülü elastik modülde olduğu gibi, dolgu maddesinin artması ile artmaktadır.

-Moleküler ağırlığın artması hem mekanik dayanımın, hem elastik modülün hem de sekant modülünün artmasına sebep olmaktadır.

#### 4.3.2 Sünme Davranışlarının Belirlenmesi

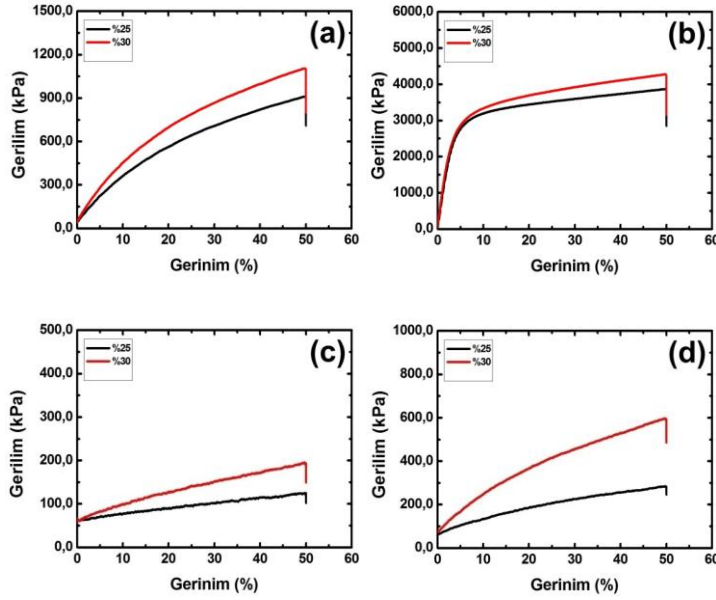
Yapılan sünme testleri sonucu elde edilen gerilim-gerinim grafikleri aşağıda verilmektedir. Daha önceki kısımda SEBS-3 polimeri içeren kompozitlerin mekanik özelliklerinin tekrar edilebilirliğinin düşük olduğu ve bu polimerin elektro-mekanik sensör kullanımı için uygun olmadığı belirtilmiştir. Bu yüzden bu testler, SEBS-3 içeren kompozitler için yapılmamıştır.

Gerilimde meydana gelen azalma oranı (%):  $(T_0 - T_{son}) * 100 / T_0$  formülünden hesaplanmıştır. Buna göre  $T_0$ : %50 uzama değerindeki gerilim değeri,  $T_{son}$ : 10 dakika sonundaki gerilim değeri olarak alınmıştır. Şekil 4.46'dan ve Tablo 4.12'den de görüldüğü gibi, tüm kompozitlerin belirli uzama değerinde, belirli yük altında bekletilmeleri sonunda gerilim yumuşaması (stress softening) gözlenmiştir. Bunun temel sebebi termoplastik elastomerlerin yapısal özelliklerinden kaynaklanmaktadır. Belirli zaman aralığında sabit yüke maruz kalan polimer zincirleri deforme olmaktadır, boyutta meydana gelen bu değişim yüzünden birim alana etki eden kuvvet düşmektedir (Kraus vd., 1966; Cantournet vd., 2009). Kompozitler kendi aralarında kıyaslandığında, SEBS-4 ve SEBS-5 içeren kompozitlerde daha az bir azalma gözlenmiştir. Bunun sebebi bu malzemelerin daha düşük elastik modüle sahip olmaları ve daha esnek bir yapıya sahip olmalarından kaynaklanmaktadır. Yani, moleküler zincirler daha hareketli olduğu için uygulanan yük daha yüksek oranda absorbe edilebilmektedir (Aharoni, 1985; Wang vd., 2016).

Sünme testi sonucu yapılan çalışmalardan elde edilen sonuçlar özetlenecek olursa;

-Dolgu madde miktarının artması genellikle mekanik dayanımda artışa sebep olmaktadır. Bu yüzden kompozit daha yüksek elastik modül değerine sahip olmaktadır. Daha rijit olan bu kompozitlerde gözlenen gerilim yumuşaması daha fazladır.

-Moleküler ağırlığı yüksek olan polimerlerden üretilen kompozitler daha yüksek dayanım, elastik modül değerine sahip olmaktadır. Daha rijit olan bu kompozitlerde gözlenen gerilim yumuşaması daha fazladır.



**Şekil 4.46.** a) SEBS-1, b) SEBS-2, c) SEBS-4 ve d) SEBS-5 polimerlerini içeren %25 ve 30 iGO konsantrasyonuna sahip kompozitlere ait sünme grafikleri

**Tablo 4.12.** Kompozitlerin sabit gerinim altında 10 dakika bekletilmeleri sonunda gerilimdeki % azalma değerleri

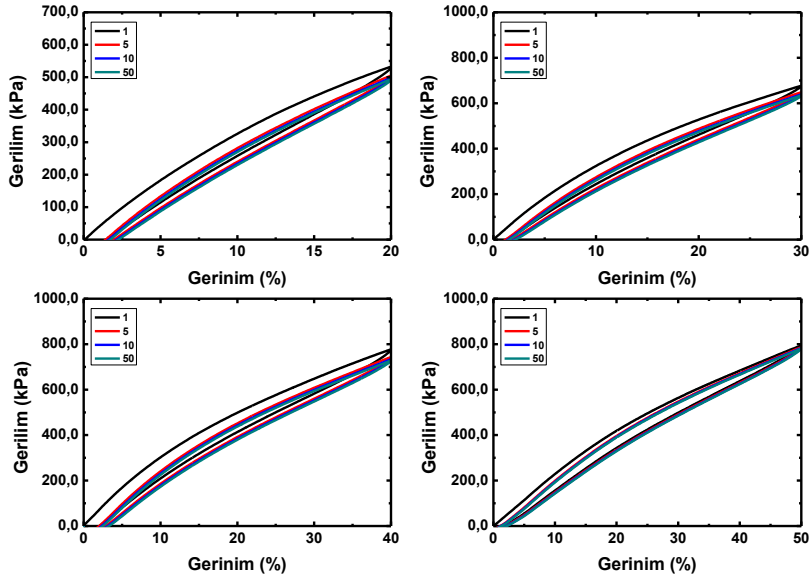
Kompozit	Gerilimdeki % Azalma
% 25 iGO/SEBS-1	21.87
% 30 iGO/SEBS-1	27.56
% 25 iGO/SEBS-2	26.30
% 30 iGO/SEBS-2	26.00
% 25 iGO/SEBS-4	14.45
% 30 iGO/SEBS-4	10.55
% 25 iGO/SEBS-5	11.90
% 30 iGO/SEBS-5	13.78

### 4.3.3 Çevrimsel Uzama Davranışlarının Belirlenmesi

Yapılan çevrimsel uzama davranışına ait sonuçlar aşağıda verilmektedir. Daha önceki kısımda SEBS-3 polimeri içeren kompozitlerin mekanik özelliklerinin tekrar edilebilirliğinin düşük olduğu ve bu polimerin elektro-mekanik sensör kullanımı için uygun olmadığı belirtilmiştir. Bu yüzden bu testler, SEBS-3 içeren kompozitler için yapılmamıştır.

%25 ve %30 iGO içeren SEBS-1, SEBS-2, SEBS-4, SEBS-5 polimerlerinden üretilen kompozitlere ait çevrimsel uzama davranışlarını gösteren grafikler Şekil 4.47-4.54'de

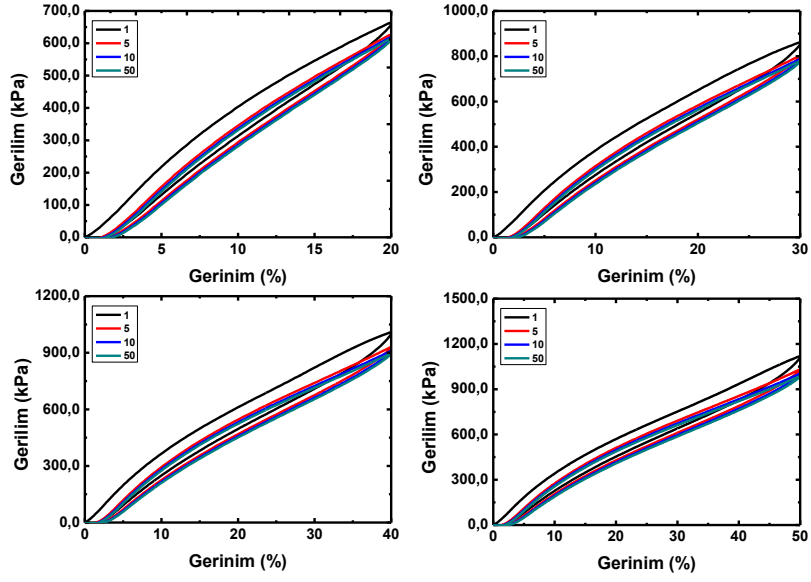
verilmektedir. Çevrim sonunda meydana gelen % gerinim değerleri ise Tablo 4.13-4.20'de görülmektedir.



**Şekil 4.47.** %25iGO/SEBS-1kompozitinin %20, %30, %40 ve %50 uzama oranlarındaki davranışı

**Tablo 4.13.** %25 iGO/SEBS-1kompozitinin %20, %30, %40 ve %50 uzama oranlarında 1., 5., 10. ve 50. çevrim sonundaki deformasyon değerleri

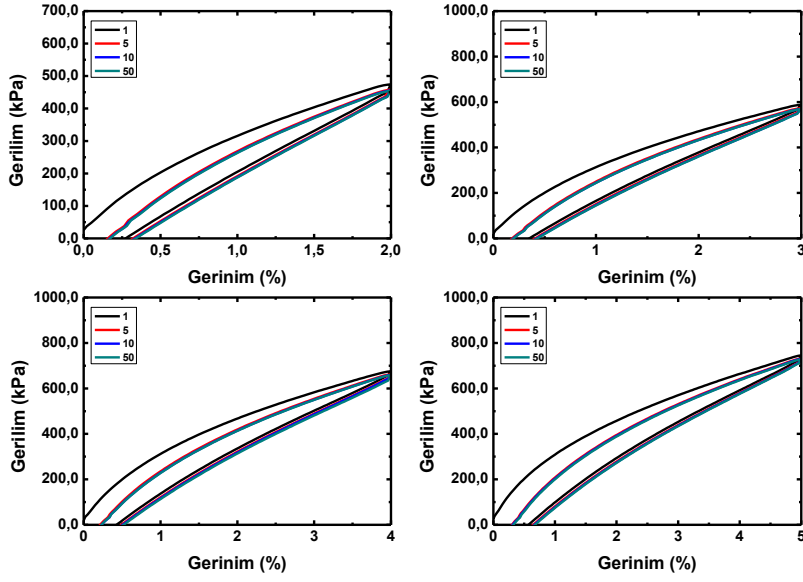
Uzama Oranı	Deformasyon değerleri (Unrecovered Strain)			
	1.Çevrim Sonu	5.Çevrim Sonu	10.Çevrim Sonu	50.Çevrim Sonu
%20	1.1	1.5	1.7	1.9
%30	1.3	1.7	2.0	2.2
%40	1.4	1.9	2.1	2.1
%50	1.5	2.0	2.2	2.3



**Şekil 4.48.** %30 iGO/SEBS-1 kompozitinin %20, %30, %40 ve %50 uzama oranlarındaki davranışı

**Tablo 4.14.** %30iGO/SEBS-1 kompozitinin %20, %30, %40 ve %50 uzama oranlarında 1., 5., 10. ve 50. çevrim sonundaki deformasyon değerleri

Uzama Oranı	Deformasyon değerleri (Unrecovered Strain)			
	1.Çevrim Sonu	5.Çevrim Sonu	10.Çevrim Sonu	50.Çevrim Sonu
<b>%20</b>	1.1	1.5	1.8	2.0
<b>%30</b>	1.5	2.1	2.3	2.5
<b>%40</b>	1.6	2.3	2.4	2.5
<b>%50</b>	1.8	2.3	2.4	2.7

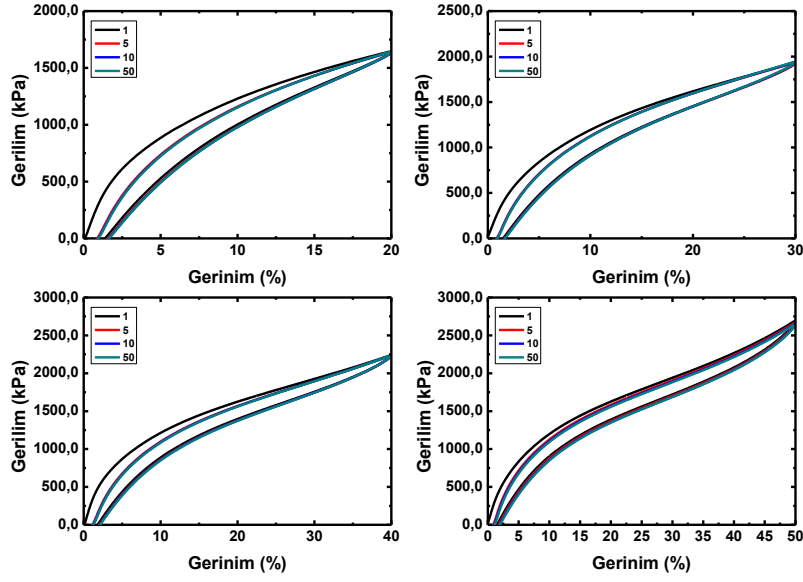


**Şekil 4.49.** %25i GO/SEBS-2kompozitinin %2, %3, %4 ve %5 uzama oranlarındaki davranışı

**Tablo 4.15.** %25 iGO/SEBS-2 kompozitinin %2, %3, %4 ve %5 uzama oranlarında 1., 5., 10. ve 50. çevrim sonundaki deformasyon değerleri

Uzama Oranı	Deformasyon değerleri (Unrecovered Strain)			
	1.Çevrim Sonu	5.Çevrim Sonu	10.Çevrim Sonu	50.Çevrim Sonu
%2	0.20	0.30	0.31	0.33
%3	0.30	0.40	0.41	0.43
%4	0.40	0.48	0.50	0.52
%5	0.56	0.64	0.66	0.68

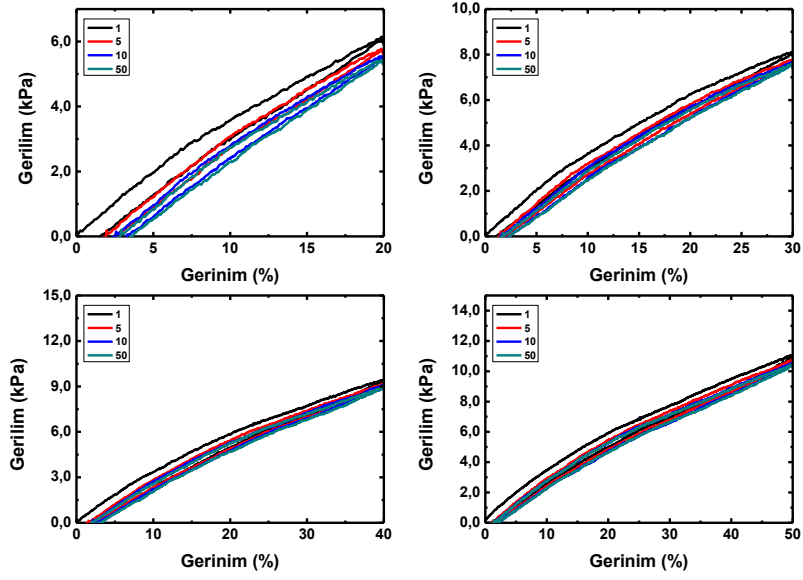




**Şekil 4.50.** %30 iGO/SEBS-2 kompozitinin %20, %30, %40 ve %50 uzama oranlarındaki davranışı

**Tablo 4.16.** %30 iGO/SEBS-2 kompozitinin %20, %30, %40 ve %50 uzama oranlarında 1., 5., 10. ve 50. çevrim sonundaki deformasyon değerleri

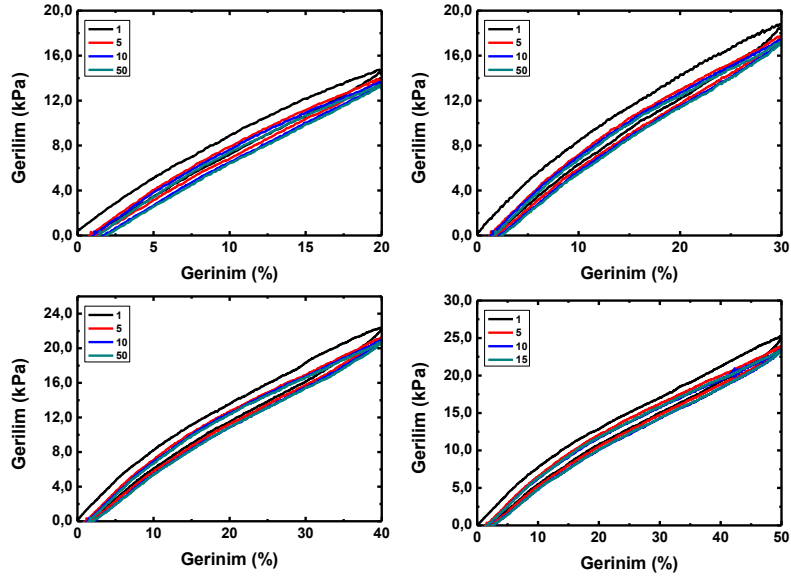
Uzama Oranı	Deformasyon değerleri (Unrecovered Strain)			
	1.Çevrim Sonu	5.Çevrim Sonu	10.Çevrim Sonu	50.Çevrim Sonu
<b>%20</b>	1.3	1.55	1.60	1.65
<b>%30</b>	1.4	1.60	1.65	1.70
<b>%40</b>	1.7	2.00	2.10	2.20
<b>%50</b>	1.8	2.10	2.30	2.40



**Şekil 4.51.** %25 iGO/SEBS-4 kompozitinin %20, %30, %40 ve %50 uzama oranlarındaki davranışı

**Tablo 4.17.** %25 iGO/SEBS-4 kompozitinin %20, %30, %40 ve %50 uzama oranlarında 1., 5., 10. ve 50. çevrim sonundaki deformasyon değerleri

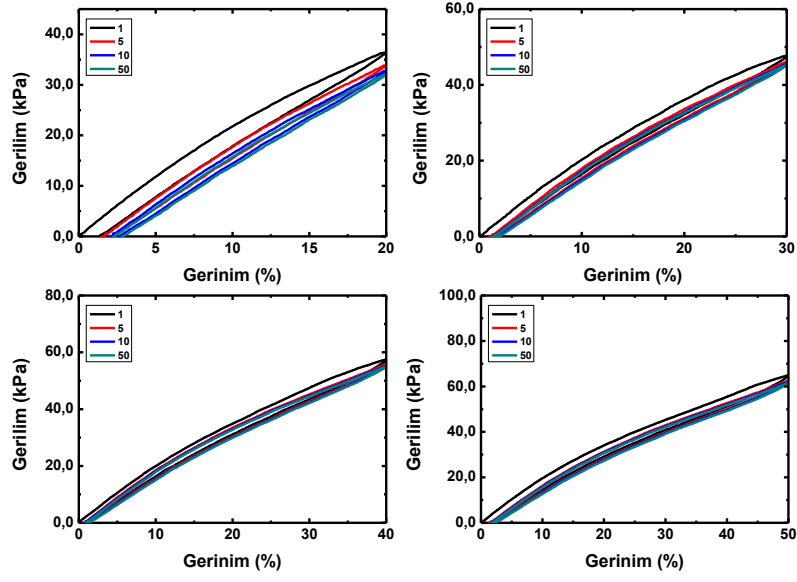
Uzama Oranı	Deformasyon değerleri (Unrecovered Strain)			
	1.Çevrim Sonu	5.Çevrim Sonu	10.Çevrim Sonu	50.Çevrim Sonu
<b>%20</b>	0.9	1.3	1.6	1.7
<b>%30</b>	1.6	1.7	1.9	2.0
<b>%40</b>	1.6	1.8	1.9	2.1
<b>%50</b>	1.7	2.0	2.2	2.4



**Şekil 4.52.** %30 iGO/SEBS-4 kompozitinin %20, %30, %40 ve %50 uzama oranlarındaki davranışı

**Tablo 4.18.** %30 iGO/SEBS-4 kompozitinin %20, %30, %40 ve %50 uzama oranlarında 1., 5., 10. ve 50. çevrim sonundaki deformasyon değerleri

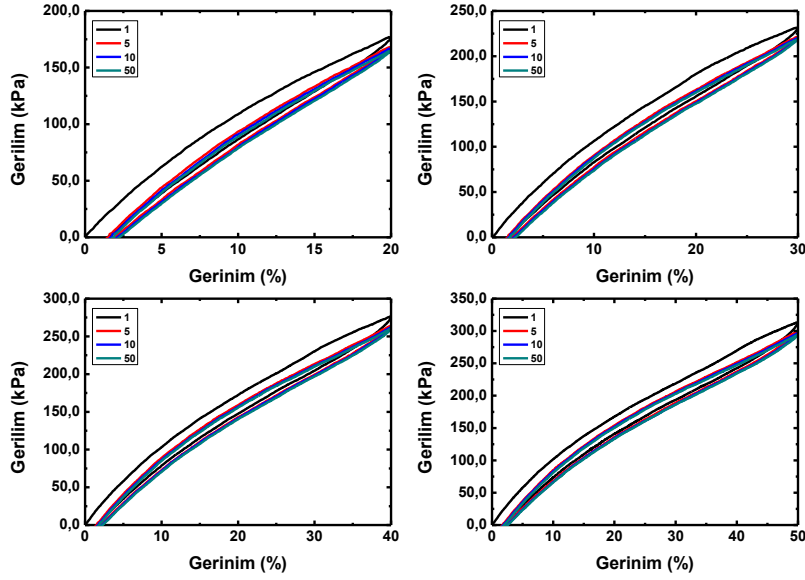
Uzama Oranı	Deformasyon değerleri (Unrecovered Strain)			
	1.Çevrim Sonu	5.Çevrim Sonu	10.Çevrim Sonu	50.Çevrim Sonu
<b>%20</b>	1.0	1.3	1.7	1.9
<b>%30</b>	1.6	1.8	1.9	2.1
<b>%40</b>	1.7	1.9	2.0	2.2
<b>%50</b>	1.9	2.1	2.5	2.7



**Şekil 4.53.** %25 iGO/SEBS-5 kompozitinin %20, %30, %40 ve %50 uzama oranlarındaki davranışı

**Tablo 4.19.** %25 iGO/SEBS-5 kompozitinin %20, %30, %40 ve %50 uzama oranlarında 1., 5., 10. ve 50. çevrim sonundaki deformasyon değerleri

Uzama Oranı	Deformasyon değerleri (Unrecovered Strain)			
	1.Çevrim Sonu	5.Çevrim Sonu	10.Çevrim Sonu	50.Çevrim Sonu
<b>%20</b>	1.2	1.5	1.6	1.8
<b>%30</b>	1.1	1.6	1.7	1.9
<b>%40</b>	1.2	1.7	1.9	2.1
<b>%50</b>	1.5	1.9	2.1	2.3



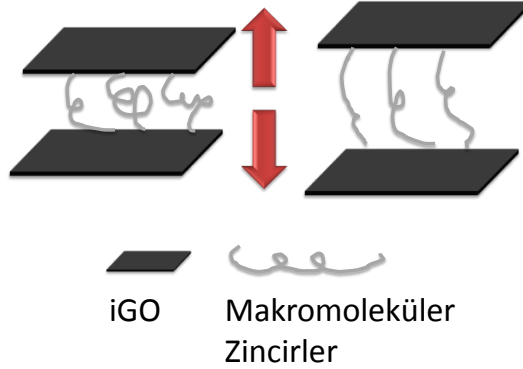
**Şekil 4.54.** %30 iGO/SEBS-5 kompozitinin %20, %30, %40 ve %50 uzama oranlarındaki davranışı

**Tablo 4.20.** %30 iGO/SEBS-5kompozitinin %20, %30, %40 ve %50 uzama oranlarında 1., 5., 10. ve 50. çevrim sonundaki deformasyon değerleri

Uzama Oranı	Deformasyon değerleri (Unrecovered Strain)			
	1.Çevrim Sonu	5.Çevrim Sonu	10.Çevrim Sonu	50.Çevrim Sonu
%20	1.5	1.9	2.2	2.4
%30	1.5	2.0	2.3	2.4
%40	1.5	2.1	2.4	2.6
%50	1.7	2.3	2.5	2.6

Kompozitler dolgu maddesi, polimer matris ve ara yüzey olmak üzere üç temel bileşenden oluşmaktadır. Her üç faz gerilim karşısında farklı tepkiler göstermektedir. Polimer zincirleri birbirleri üzerinde kayabilir, oryantasyonlarını değiştirebilir veya Şekil 4.55'de gösterildiği gibi polimer-dolgu maddesi arayüzeyinde kopmalar, ayrılmalar meydana gelebilmektedir (Holt, 1931; Mullins, 1948; Bhaumik vd., 1987). iGO oldukça rijit bir malzeme olduğu için, kompozitlere uygulanan uzama oranlarında şekillerini korurlar ve çok fazla deforme olmazlar. Bununla birlikte birbirlerine göre olan konumları ve birbirleri arasındaki mesafe değişebilmektedir. Bu sırada polimer zincirleri de uygulanan kuvvet yönünde yönelme olacak şekilde konumlarını değiştirmektedir. Uygulanan kuvvetin şiddetine ve hızına bağlı olarak polimer matriste kalıcı veya geçici deformasyonlar meydana gelmektedir. Geçici deformasyonlar malzemenin kullanım limitlerinin aşılmadığını ve o limitler dâhilinde çevrimsel

olarak kullanılabilceğini göstermektedir (Bueche, 1960; Harwood vd., 1965; Harwood ve Payne, 1966; Kraus vd., 1966; Wolff, 2004; Diani vd., 2009)



**Şekil 4.55.** Uzama sırasında meydana gelen deformasyonun “Mullins Etkisi”ne göre açıklanması

Grafiklerde 1., 5., 10, ve 50. çevrimlere ait gerilim gerinim değerleri verilmektedir. Şekil 4.47-4.54’de ve Tablo 4.13-4.20’de verilen değerlerden de açık bir şekilde görüldüğü gibi, %50 uzamada 50 çevrim sonunda bile deformasyon çok yüksek değildir. Uzama oranına bağlı olarak deformasyon artsa da çok önemli bir fark gözlenmemiştir. Bu özellikler binlerce kez çevrimsel koşullara maruz kalacak sensörler için oldukça önemlidir. Kullanılan polimere ve dolgu maddesinin miktarına bağlı olmaksızın, tüm kompozitlerde gerilim yumuşaması (stress softening) gözlenmiştir. Elastomerler ve elastomerik malzemelerden elde edilen kompozitler çevrimsel teste maruz bırakıldıklarında aynı uzama değerlerinde daha düşük maksimum gerilim değerine sahip olmaktadır. Bu durum “Mullins Etkisi” (Mullins Effect) olarak bilinmektedir (Holt, 1931; Mullins, 1948; Harwood vd., 1965; Harwood ve Payne, 1966).Grafiklerden de açık bir şekilde görüldüğü gibi artan çevrimlerde gerilim yumuşaması olsa da bu büyüklük oransal olarak ilk çevrimdeki kadar değildir. Numunelerde Mullins Etkisi’nin gözlemlenmesi ilk olarak, numunenin geri dönme sırasında uzama sırasında elde edilen gerilim-gerinim çizgisini takip etmeyip, daha düşük gerilim sergilemesidir. Bu durum polimer ve polimer kompozitlerde yapıda meydana gelen histerisin temel sebebidir (Holt, 1931; Mullins, 1948; Wolff, 2004).

Çevrimsel uzama testi sonucu yapılan çalışmalardan elde edilen sonuçlar özetlenecek olursa;  
-Çevrim % uzama oranı arttıkça deformasyon artmaktadır. Bunun sebebi polimer-dolgu maddesi ara yüzeyinde meydana gelen geçici veya kalıcı deformasyonlardır.

-Çevrim sayısı arttıkça deformasyon artmaktadır. Bunun sebebi numunenin defalarca uzamaya maruz bırakılmasıdır.

-Dolgu madde oranı arttıkça deformasyon artmaktadır. Bunun sebebi yapıda bulunan ara yüzey oranı artmaktadır ve deformasyona uğrayan ara yüzey miktarı artmaktadır.

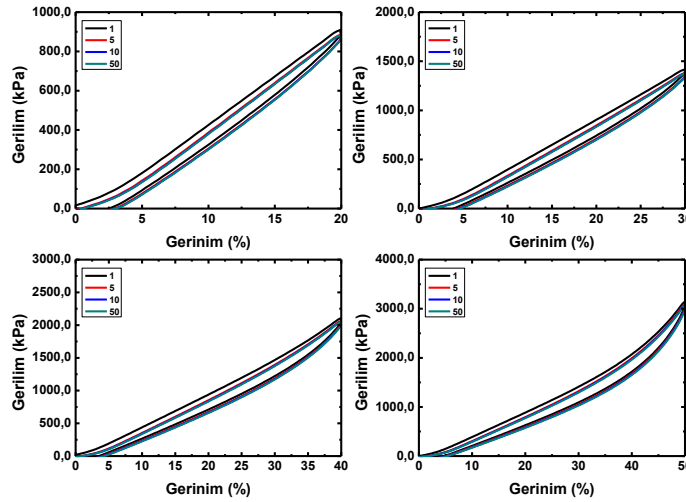
-Elastik modül arttıkça deformasyon oranı artmaktadır. Elastomerik malzemelerin uygulanan yükü absorbe etme yetenekleri daha fazla olduğundan deformasyon oranları daha düşüktür.

Bu çıkarımlar üretilecek sensörlerin stabil veri üretebilmesi için oldukça önemlidir. Yukarıda özellikleri analiz edilen numunelerin elektriksel özelliklerinin de yeterli olması durumunda uzama sensörü olarak kullanılması uygun olduğu kanısındayız.

#### 4.3.4 Çevrimsel Basma Davranışlarının Belirlenmesi

Yapılan çevrimsel uzama davranışına ait sonuçlar aşağıda verilmektedir. Daha önceki kısımda SEBS-3 polimeri içeren kompozitlerin mekanik özelliklerinin tekrar edilebilme oranının düşük olduğu ve bu polimerin elektro-mekanik sensör kullanımı için uygun olmadığı belirtilmiştir. Bu yüzden bu testler, SEBS-3 içeren kompozitler için yapılmamıştır.

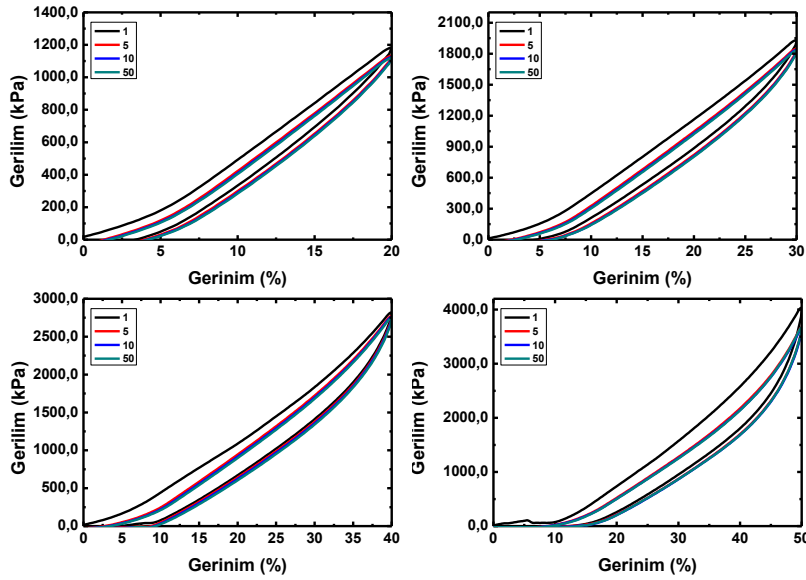
%25 ve %30 iGO içeren SEBS-1, SEBS-2, SEBS-4, SEBS-5 polimerlerinden üretilen kompozitlere ait çevrimsel basma davranışlarını gösteren grafikler Şekil 4.56-4.63'de verilmektedir. Çevrim sonunda meydana gelen % deformasyon değerleri ise Tablo 4.21-4.28'de görülmektedir.



**Şekil 4.56.** %25 iGO/SEBS-1 kompozitinin %20, %30, %40 ve %50 basma oranlarındaki davranışı

**Tablo 4.21.** %25iGO/SEBS-1 kompozitinin %20, %30, %40 ve %50 basma oranlarında 1., 5., 10. ve 50. çevrim sonundaki deformasyon değerleri

Basma Oranı	Deformasyon değerleri (Unrecovered Strain)			
	1.Çevrim Sonu	5.Çevrim Sonu	10.Çevrim Sonu	50.Çevrim Sonu
%20	2.5	2.7	2.9	3.0
%30	3.5	3.9	4.3	4.5
%40	3.7	4.1	4.4	4.6
%50	4.8	5.1	5.3	5.4

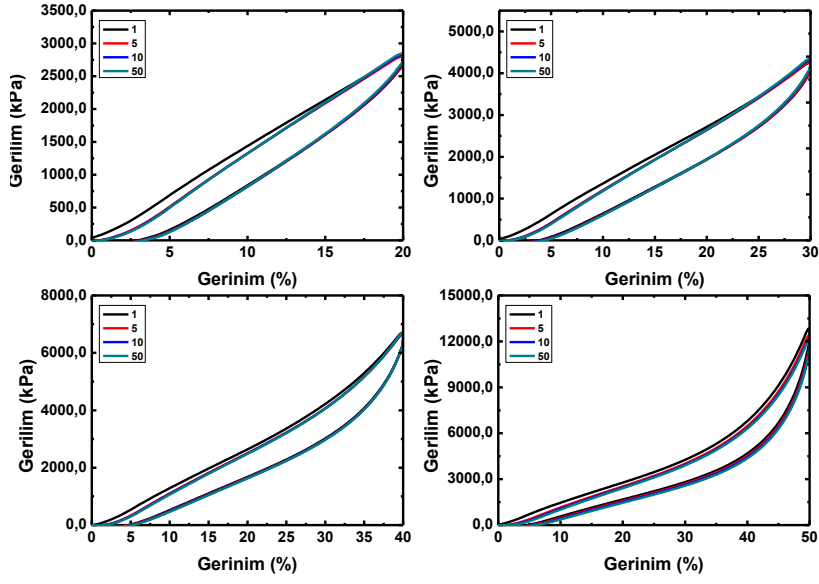


**Şekil 4.57.** %30 iGO/SEBS-1 kompozitinin %20, %30, %40 ve %50 basma oranlarındaki davranışı

**Tablo 4.22.** %30 iGO/SEBS-1kompozitinin %20, %30, %40 ve %50 basma oranlarında 1., 5., 10. ve 50. çevrim sonundaki deformasyon değerleri

Basma Oranı	Deformasyon değerleri (Unrecovered Strain)			
	1.Çevrim Sonu	5.Çevrim Sonu	10.Çevrim Sonu	50.Çevrim Sonu
%20	3.0	3.4	3.8	4.1
%30	4.8	5.3	5.5	6.0
%40	4.9	7.6	7.9	8.1
%50	11	12.8	13.4	14.0

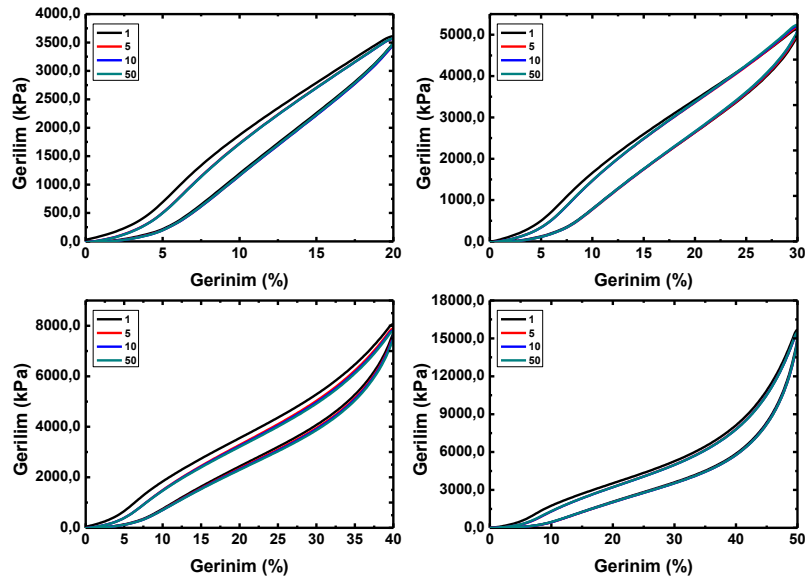




**Şekil 4.58.** %25 iGO/SEBS-2 kompozitinin %20, %30, %40 ve %50 basma oranlarındaki davranışı

**Tablo 4.23.** %25iGO/SEBS-2 kompozitinin %20, %30, %40 ve %50 basma oranlarında 1., 5., 10. ve 50. çevrim sonundaki deformasyon değerleri

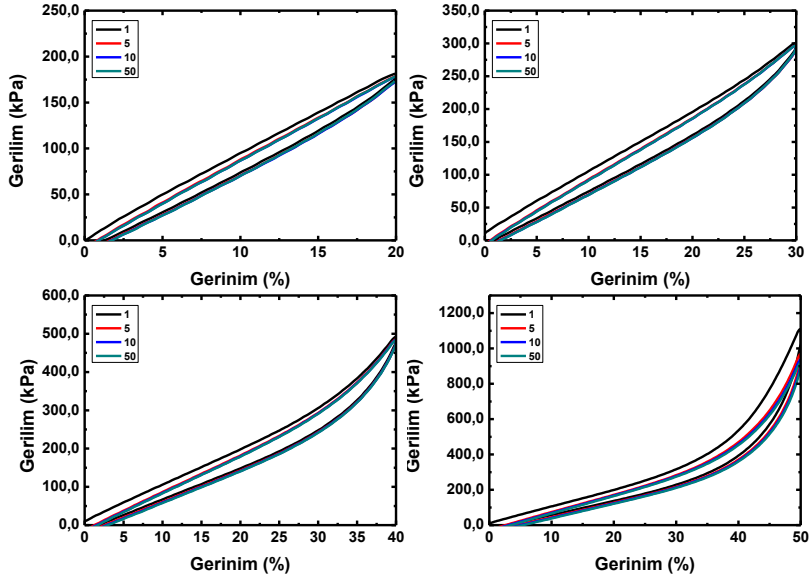
Basma Oranı	Deformasyon değerleri (Unrecovered Strain)			
	1.Çevrim Sonu	5.Çevrim Sonu	10.Çevrim Sonu	50.Çevrim Sonu
<b>%20</b>	1.10	1.40	1.50	1.55
<b>%30</b>	1.80	1.95	2.10	2.20
<b>%40</b>	2.00	2.20	2.25	2.28
<b>%50</b>	2.50	2.70	2.80	2.90



**Şekil 4.59.** %30 iGO/SEBS-2 kompozitinin %20, %30, %40 ve %50 basma oranlarındaki davranışı

**Tablo 4.24.** %30 iGO/SEBS-2kompozitinin %20, %30, %40 ve %50 basma oranlarında 1., 5., 10. ve 50. çevrim sonundaki deformasyon değerleri

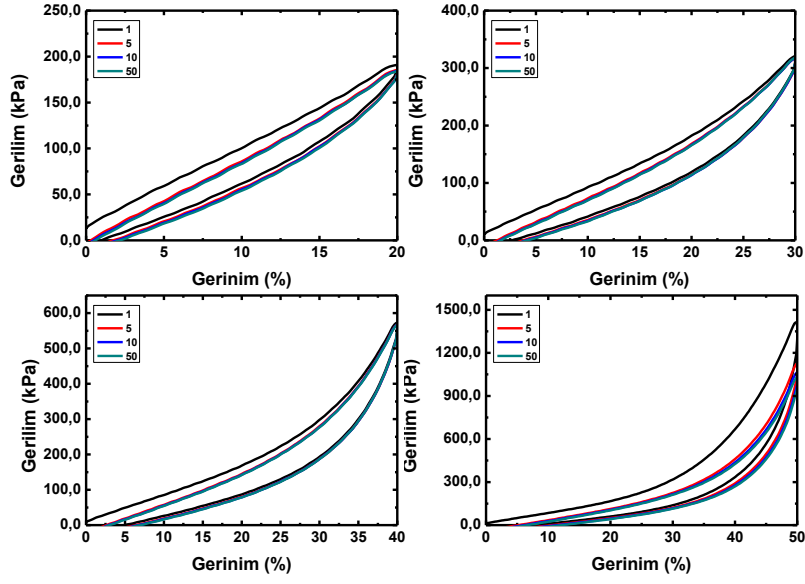
Basma Oranı	Deformasyon değerleri (Unrecovered Strain)			
	1.Çevrim Sonu	5.Çevrim Sonu	10.Çevrim Sonu	50.Çevrim Sonu
%20	1.20	1.50	1.55	1.60
%30	2.10	2.30	2.35	2.40
%40	2.30	2.42	2.45	2.48
%50	2.60	2.80	3.10	3.15



**Şekil 4.60.** %25 iGO/SEBS-4 kompozitinin %20, %30, %40 ve %50 basma oranlarındaki davranışı

**Tablo 4.25.** %25 iGO/SEBS-4 kompozitinin %20, %30, %40 ve %50 basma oranlarında 1., 5., 10. ve 50. çevrim sonundaki deformasyon değerleri

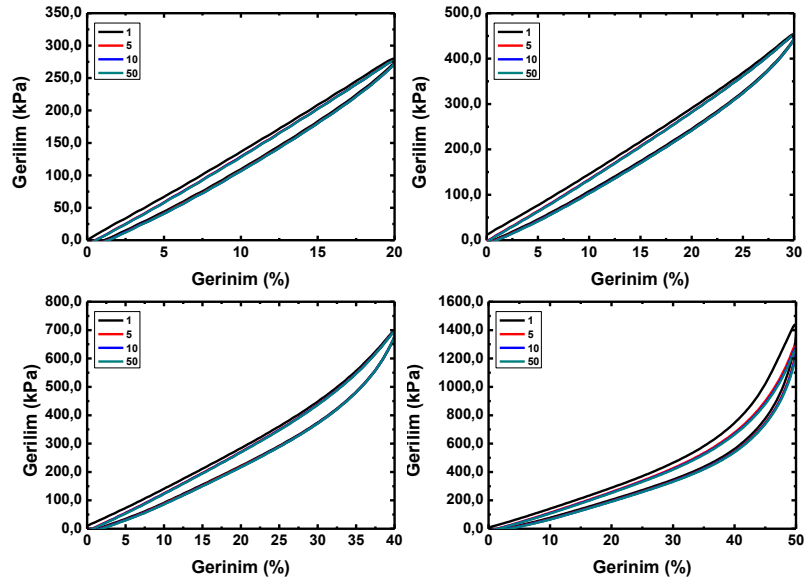
Basma Oranı	Deformasyon değerleri (Unrecovered Strain)			
	1.Çevrim Sonu	5.Çevrim Sonu	10.Çevrim Sonu	50.Çevrim Sonu
<b>%20</b>	0.90	1.30	1.40	1.45
<b>%30</b>	1.10	1.65	1.70	1.75
<b>%40</b>	1.70	2.50	2.80	3.00
<b>%50</b>	2.80	4.50	5.00	5.50



**Şekil 4.61.** %30 iGO/SEBS-4 kompozitinin %20, %30, %40 ve %50 basma oranlarındaki davranışı

**Tablo 4.26.** %30 iGO/SEBS-4 kompozitinin %20, %30, %40 ve %50 basma oranlarında 1., 5., 10. ve 50. çevrim sonundaki deformasyon değerleri

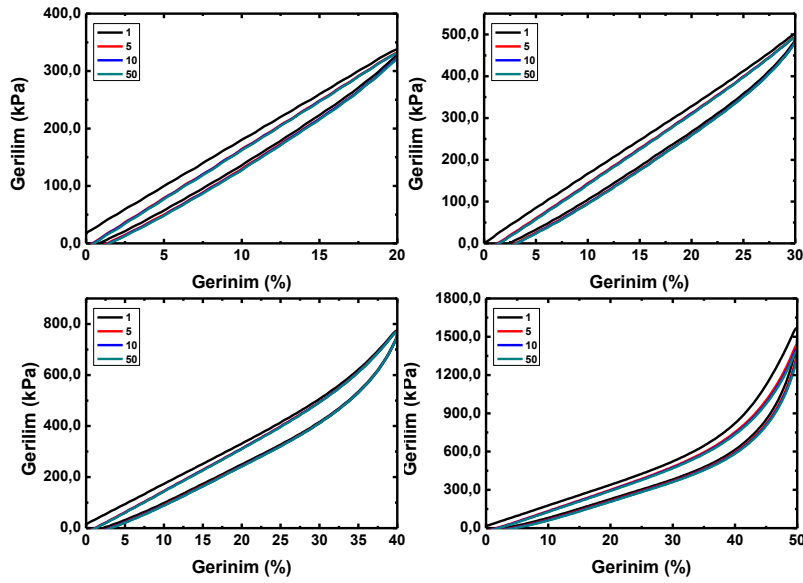
Basma Oranı	Deformasyon değerleri (Unrecovered Strain)			
	1.Çevrim Sonu	5.Çevrim Sonu	10.Çevrim Sonu	50.Çevrim Sonu
<b>%20</b>	1.00	1.40	2.00	2.10
<b>%30</b>	2.60	3.80	4.00	4.10
<b>%40</b>	4.90	6.40	6.70	6.90
<b>%50</b>	7.60	10.50	11.50	12.00



**Şekil 4.62.** %25 iGO/SEBS-5 kompozitinin %20, %30, %40 ve %50 basma oranlarındaki davranışı

**Tablo 4.27.** %25 iGO/SEBS-5 kompozitinin %20, %30, %40 ve %50 basma oranlarında 1., 5., 10. ve 50. çevrim sonundaki deformasyon değerleri

Basma Oranı	Deformasyon değerleri (Unrecovered Strain)			
	1.Çevrim Sonu	5.Çevrim Sonu	10.Çevrim Sonu	50.Çevrim Sonu
<b>%20</b>	1.10	1.25	1.35	1.40
<b>%30</b>	1.20	1.35	1.45	1.50
<b>%40</b>	1.30	1.70	1.80	1.85
<b>%50</b>	2.40	3.00	3.25	3.50



**Şekil 4.63.** %30 iGO/SEBS-5 kompozitinin %20, %30, %40 ve %50 basma oranlarındaki davranışı

**Tablo 4.28.** %30 iGO/SEBS-5 kompozitinin %20, %30, %40 ve %50 basma oranlarında 1., 5., 10. ve 50. çevrim sonundaki deformasyon değerleri

Basma Oranı	Deformasyon değerleri (Unrecovered Strain)			
	1.Çevrim Sonu	5.Çevrim Sonu	10.Çevrim Sonu	50.Çevrim Sonu
<b>%20</b>	1.15	1.30	1.40	1.45
<b>%30</b>	2.50	3.00	3.10	3.20
<b>%40</b>	2.60	3.10	3.15	3.25
<b>%50</b>	2.90	4.10	4.60	4.75

Yapılan testler sonunda elde edilen sonuçlar özetlenecek olursa:

- Çevrimsel basma testlerinin sonucunda aynen çevrimsel uzama testlerinde olduğu gibi, basma oranı %20'den %50'ye arttıkça kompozit türüne bakılmaksızın deformasyonda artış gözlenmiştir. Bunun sebebi "Mullins Etkisi" ile açıklanmaktadır. Artan basma oranlarında polimer-dolgu maddesi ara yüzeyinde geçici veya kalıcı deformasyonlar meydana gelmektedir.
- Çevrim sayısı arttıkça kalıcı deformasyon artmaktadır. Bunun sebebi numunelerin defalarca basınca maruz bırakılmalarıdır.
- Dolgu madde oranı arttıkça kalıcı deformasyon artmaktadır. Bunun sebebi deformasyona uğrayan ara yüzey miktarının artmasıdır.

-Elastik modül arttıkça deformasyon oranı artmaktadır. Elastomerik malzemelerin uygulanan yükü absorbe etme yetenekleri daha fazla olduğundan kalıcı deformasyon oranları daha düşüktür.

Elde edilen bu sonuçlar sayesinde basınç sensörü olarak kullanılabilen malzemelerin mekanik limitleri ve deformasyon değerleri belirlenmiştir.

#### **4.4 SEBS-iGO İletken Kompozit Filmlerin Elektriksel Özelliklerin Ölçülmesi**

Projenin bu adımında elektriksel ve mekanik özellikler açısından uygun olan iletken kompozit filmlerin uzama-relaksasyon ve sıkıştırma-relaksasyon işlemi sırasında dirençlerinde meydana gelen değişimler ölçülmüştür.

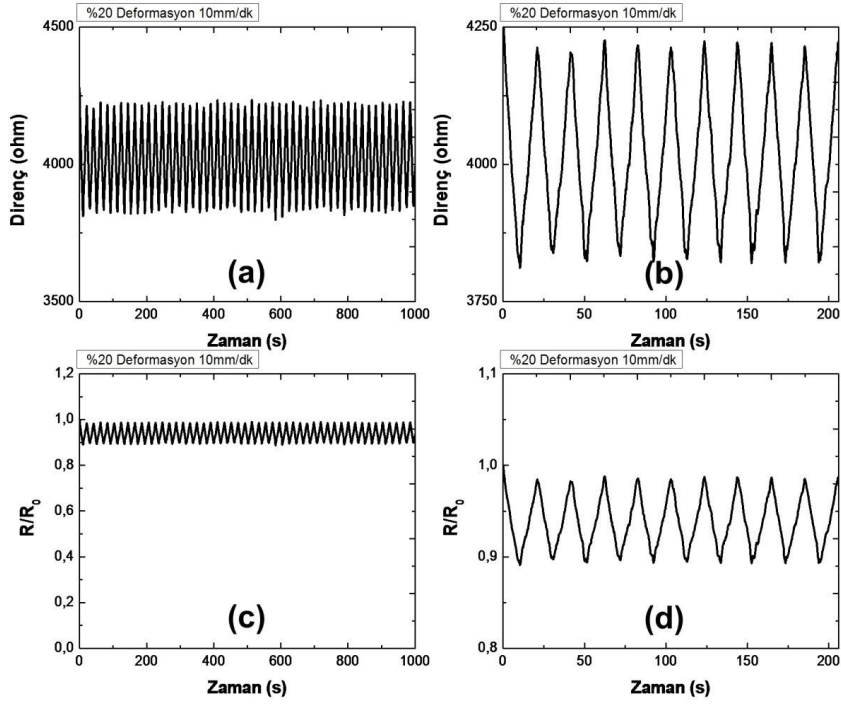
iGO/SEBS-3 kompozitlerinin mekanik özellikleri tekrar edilebilir bulunmadığı için elektro-mekanik sensörler için uygun olmadığı sonucuna varılmış ve piezorezistans testleri yapılmamıştır. Bu yüzden çalışmada SEBS-1, SEBS-2, SEBS-4, SEBS-5 esaslı kompozitlere ilişkin analizler yapılmıştır.

Verilen grafiklerde Şekil 4.64-68 a dirençte meydana gelen değişimi yaklaşık 50 çevrim için göstermektedir. Bu grafiği kullanılmakta olan amacımız çevrim stabilitesini ve tekrar edilebilirliği gözlemektir. Şekil 4.64-68 b'deki grafikte aynı grafiğin 10 çevrimi verilmektedir. Bu grafiği vermemizin amacı ise çevrim karakterinin daha net bir şekilde anlaşılmasıdır. Şekil 4.64-68 c'deki grafik normalize edilmiş direnç ( $R/R_0$ ) grafiğine ait çevrimsel stabiliteyi göstermek amacıyla; Şekil 4.64-68 d'ise ilk 10 çevrime ait normalize edilmiş direnç verileri görülmektedir. Bu iki grafik bağıl olarak ilk direnç ( $R_0$ ) değerine göre ne kadarlık bir değişim meydana geldiğini göstermektedir.

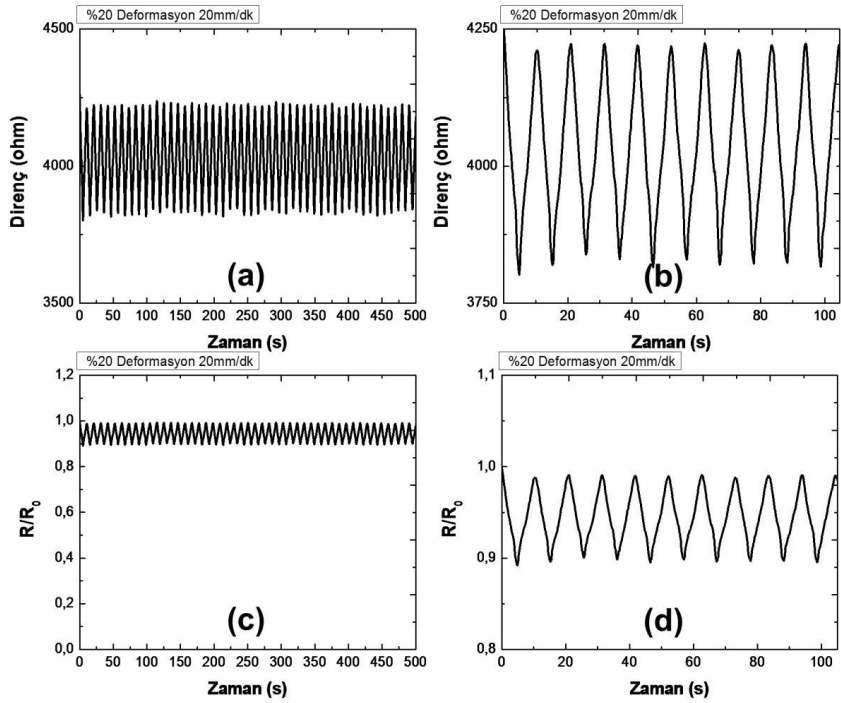
##### **4.4.1 iGO/SEBS-1 Kompozitler**

###### **4.4.1.1 iGO/SEBS-1 Basınç Sensörleri**

Şekil 64-68 arasında %20 deformasyon oranında farklı deformasyon hızlarının elde edilen elektriksel veriye olan etkisi incelenmiştir. %30 iGO/SEBS-1 kompozitleri 10 mm/dk, 20mm/dk, 30 mm/dk, 40 mm/dk, 50 mm/dk gibi beş farklı hızda deforme edilmiş ve bu anda elektriksel dirençte meydana gelen değişim kaydedilmiştir.

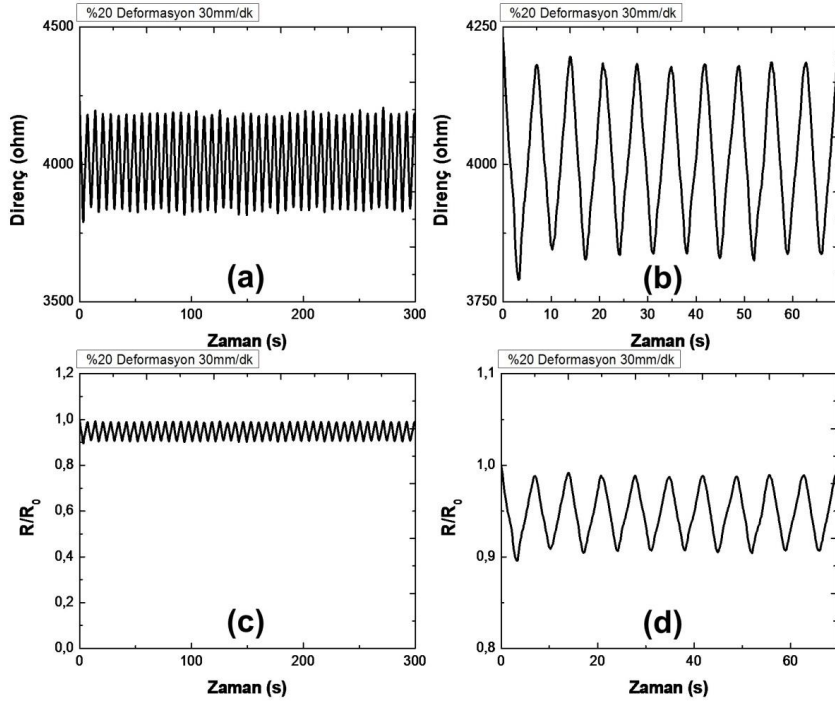


**Şekil 4.64.** %30 iGO/SEBS-1 kompozitinin 10 mm/dk hızında %20 deformasyon oranında a) 50 çevrimdeki direnç değişimi b) 10 çevrimdeki direnç değişimi c) 50 çevrimdeki R/R<sub>0</sub>'da meydana gelen değişim d) 10 çevrimdeki R/R<sub>0</sub>'da meydana gelen değişim

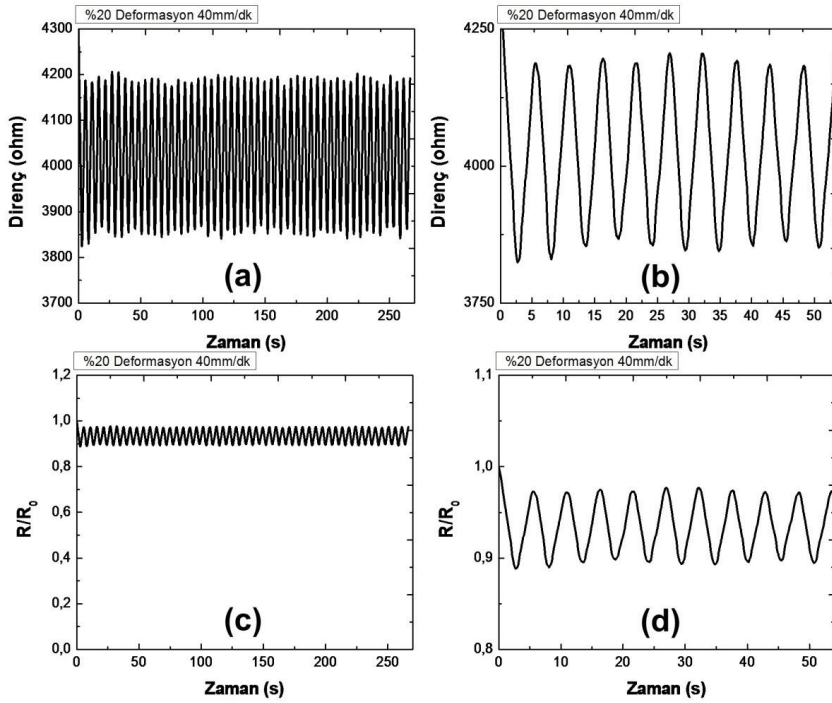


**Şekil 4.65.** %30 iGO/SEBS-1 kompozitinin 20 mm/dk hızında %20 deformasyon oranında a) 50 çevrimdeki direnç değişimi b) 10 çevrimdeki direnç değişimi c) 50 çevrimdeki R/R<sub>0</sub>'da meydana gelen değişim d) 10 çevrimdeki R/R<sub>0</sub>'da meydana gelen değişim

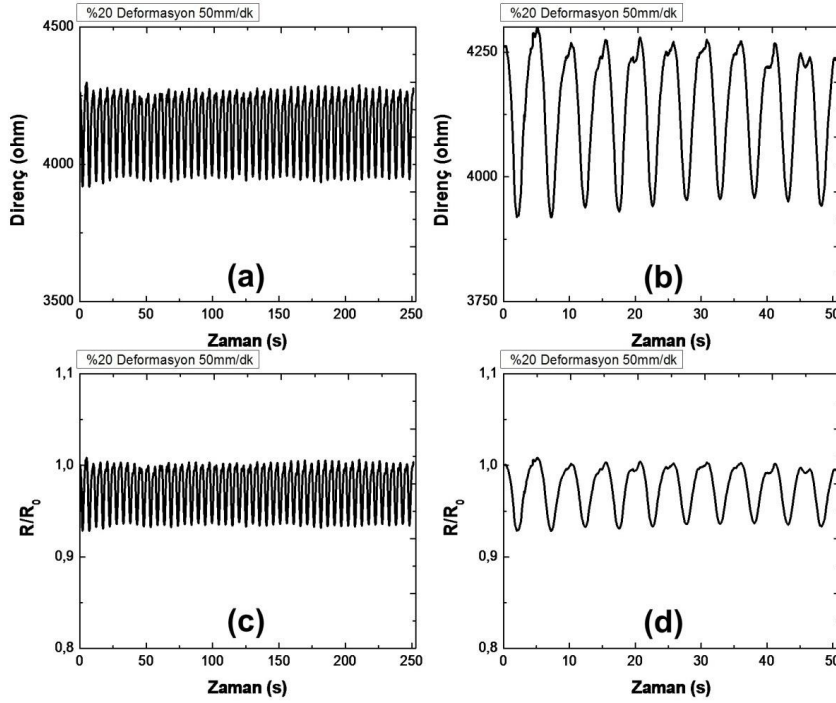




**Şekil 4.66.** %30 iGO/SEBS-1 kompozitinin 30 mm/dk hızında %20 deformasyon oranında a) 50 çevrimdeki direnç değişimi b) 10 çevrimdeki direnç değişimi c) 50 çevrimdeki  $R/R_0$ 'da meydana gelen değişim d) 10 çevrimdeki  $R/R_0$ 'da meydana gelen değişim

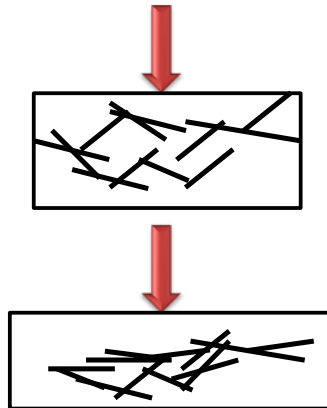


**Şekil 4.67.** %30 iGO/SEBS-1 kompozitinin 40 mm/dk hızında %20 deformasyon oranında a) 50 çevrimdeki direnç değişimi b) 10 çevrimdeki direnç değişimi c) 50 çevrimdeki  $R/R_0$ 'da meydana gelen değişim d) 10 çevrimdeki  $R/R_0$ 'da meydana gelen değişim



**Şekil 4.68.** %30 iGO/SEBS-1 kompozitinin 50 mm/dk hızında %20 deformasyon oranında a) 50 çevrimdeki direnç değişimi b) 10 çevrimdeki direnç değişimi c) 50 çevrimdeki  $R/R_0$ 'da meydana gelen değişim d) 10 çevrimdeki  $R/R_0$ 'da meydana gelen değişim

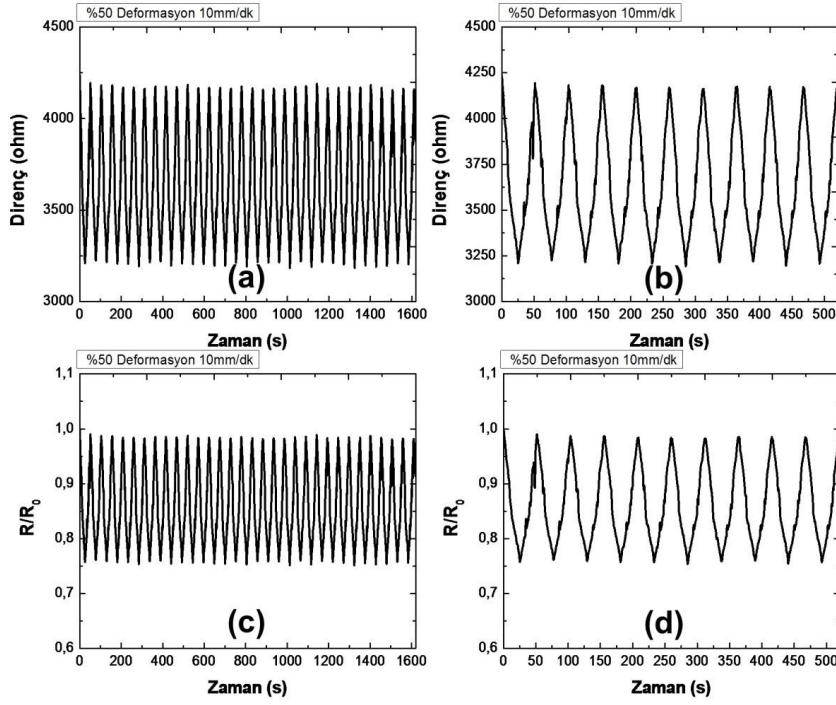
Şekil 4.64-68'den de görüldüğü gibi, tüm deformasyon hızlarında kompozitler negatif piezorezistif bir davranış göstermişlerdir. Negatif piezorezistans, uygulanan dış kuvvet etkisi ile direncin düşmesidir. Bu sırada basınç etkisi ile iletken dolgu maddelerinin kompozit içindeki yönelimleri değişmekte ve birbirlerine yaklaşmakta, yapıdaki iletken ağ oranı artmakta, direnç azalmakta, akım daha kolay bir şekilde ilerlemektedir. Bu durum basınç sensörlerinde karşılaşılan bir durumdur. Mekanizması da Şekil 4.69'da gösterildiği gibidir (Toprakci, 2012; Toprakci vd., 2013).



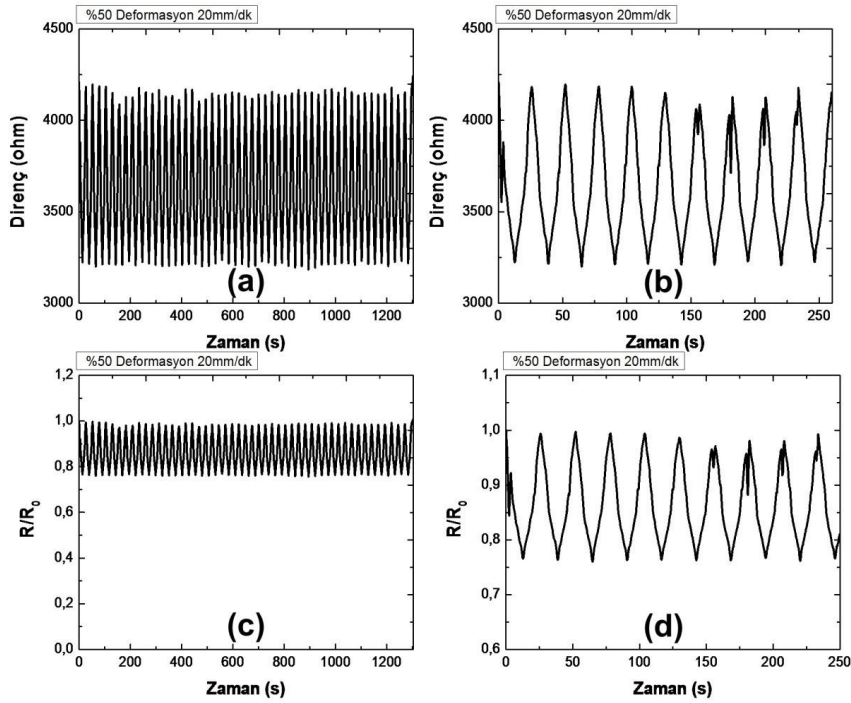
**Şekil 4.69.** Basınç etkisi altında iletken kompozitlerde meydana gelen negatif piezorezistansın mekanizması

Yapılan çalışmada negatif piezorezistif sensörler elde edilmesinin yanında önemli bir bulguya daha ulaşılmıştır. Şekil 4.64-68 arasında normalize edilmiş grafikler (d) dikkatlice analiz edildiğinde değişimin genellikle 1-0.9 arasında meydana geldiği sadece 50 mm/dk hızındaki deformasyon işleminde bu oranın 0.95 olduğu ve grafiklerde histeris olduğu gözlenmiştir. Test hızının artması (çevrimsel mekanik analizden elde ettiğimiz sonuçlara paralel bir şekilde) ile malzemenin eski haline dönebilmesi için gerekli zaman olmadığından malzemedeki yapısal deformasyonlar direnç grafiklerinde de gözlenmiştir. Yani deformasyon hızı arttıkça numunenin orijinal haline dönmesi zorlaşmakta ve  $R/R_0$  oranı azalmaktadır. Literatürde de bu sonuç farklı elastomerik malzemelerde gözlenmiştir (De Focatiis vd., 2012; Rinaldi vd., 2016; Zhang vd., 2016). Bu aynı zamanda sensör hassasiyetinin azaldığı anlamına da gelmektedir. Bunun yanında elde edilen bir başka bulgu da test hızının yavaşlaması ile daha sivri ve dik grafikler elde edilmesidir. Bu durum da yine malzemenin eski haline dönebilmesi ile ilgilidir. Yavaş test hızlarında numune eski haline dönmek için daha fazla zamana sahiptir ve histeris oluşma ihtimali daha düşüktür. Rezistans (recovery rate) oranı yavaş hızlarda daha fazla olduğu için, lineer davranış gözlenmiştir. Bu özellik esnek sensörlerde oldukça önemlidir.

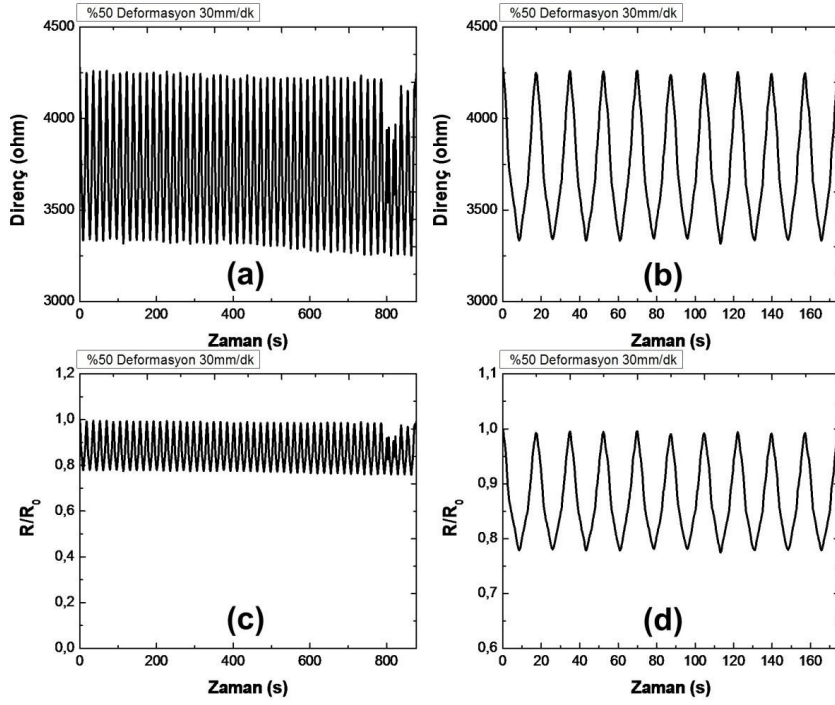
Basınç sensörlerinde yapılan bir diğer çalışma da aynı testin %50 deformasyon oranında uygulanmasıdır. Bu analizi yapmaktaki amacımız deformasyon oranına bağlı olarak hem bağlı direnç değişimini gözlemek hem de deformasyon hızının yüksek deformasyon oranlarında dirençte nasıl bir değişime neden olacağını gözlemektir. Yapılan çalışma sonucunda elde edilen grafikler Şekil 4.70-74 arasında verilmektedir.



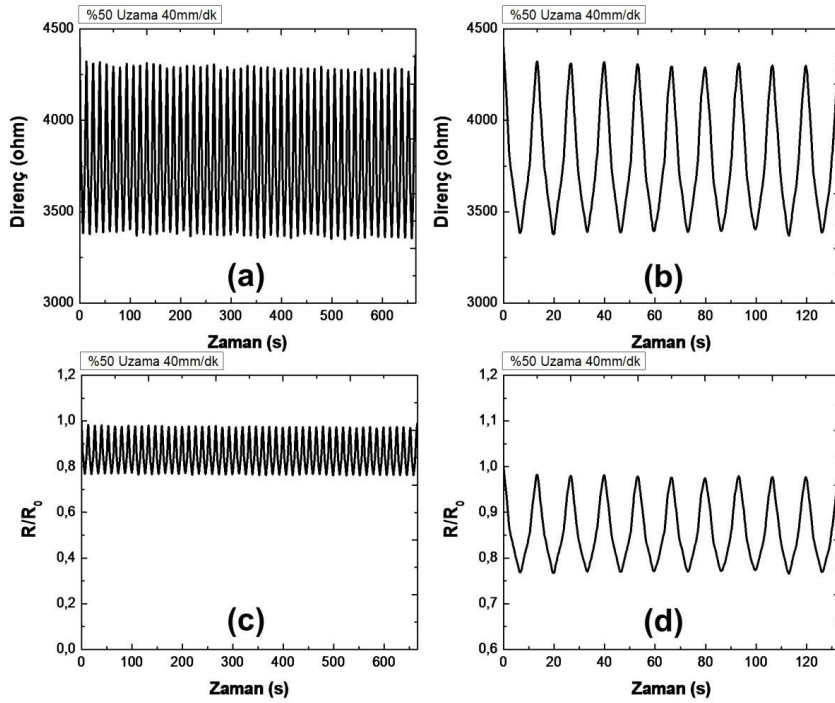
**Şekil 4.70.** %30 iGO/SEBS-1 kompozitinin 10 mm/dk hızında %50 deformasyon oranında a) 50 çevrimdeki direnç değişimi b) 10 çevrimdeki direnç değişimi c) 50 çevrimdeki  $R/R_0$ 'da meydana gelen değişim d) 10 çevrimdeki  $R/R_0$ 'da meydana gelen değişim



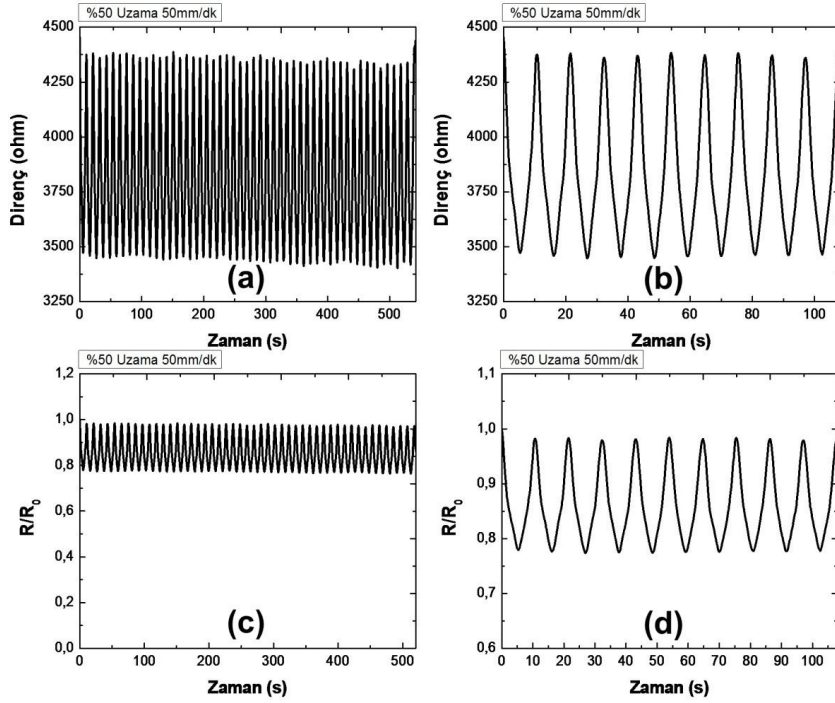
**Şekil 4.71.** %30 iGO/SEBS-1 kompozitinin 20 mm/dk hızında %50 deformasyon oranında a) 50 çevrimdeki direnç değişimi b) 10 çevrimdeki direnç değişimi c) 50 çevrimdeki  $R/R_0$ 'da meydana gelen değişim d) 10 çevrimdeki  $R/R_0$ 'da meydana gelen değişim



**Şekil 4.72.** %30 iGO/SEBS-1 kompozitinin 30 mm/dk hızında %50 deformasyon oranında a) 50 çevrimdeki direnç değişimi b) 10 çevrimdeki direnç değişimi c) 50 çevrimdeki  $R/R_0$ 'da meydana gelen değişim d) 10 çevrimdeki  $R/R_0$ 'da meydana gelen değişim



**Şekil 4.73.** %30 iGO/SEBS-1 kompozitinin 40 mm/dk hızında %50 deformasyon oranında a) 50 çevrimdeki direnç değişimi b) 10 çevrimdeki direnç değişimi c) 50 çevrimdeki  $R/R_0$ 'da meydana gelen değişim d) 10 çevrimdeki  $R/R_0$ 'da meydana gelen değişim



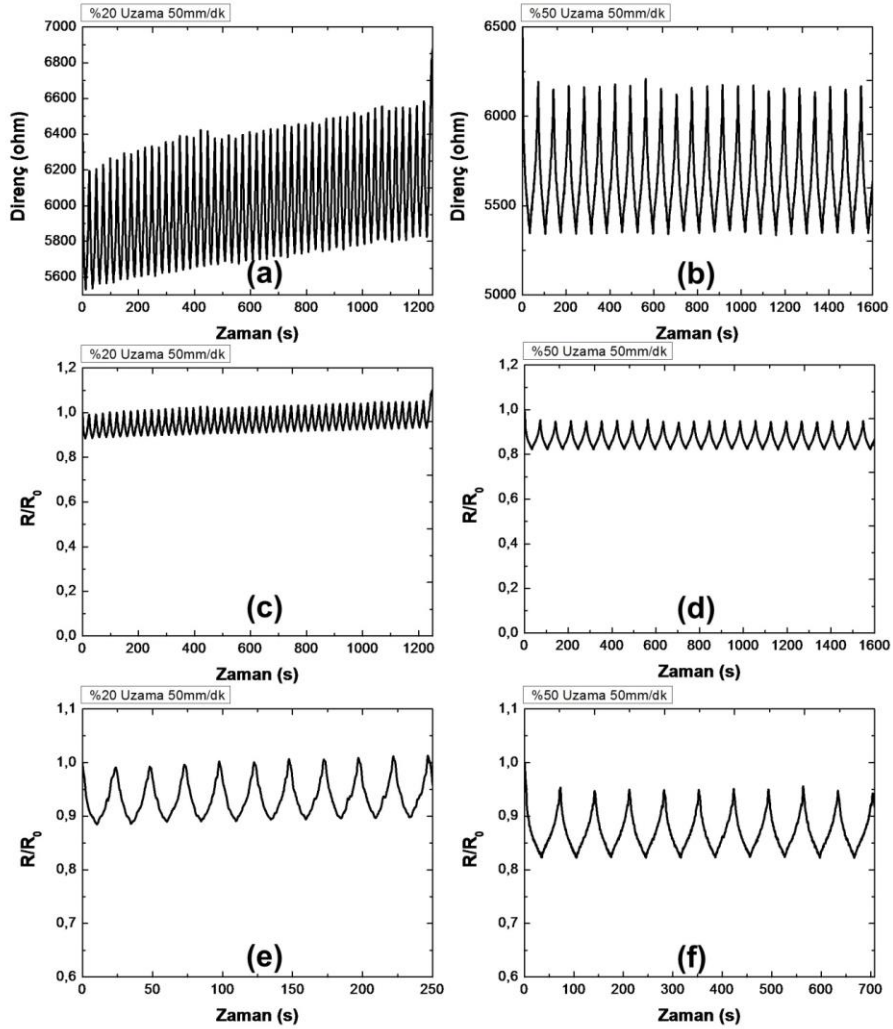
**Şekil 4.74.** %30 iGO/SEBS-1 kompozitinin 50 mm/dk hızında %50 deformasyon oranında a) 50 çevrimdeki direnç değişimi b) 10 çevrimdeki direnç değişimi c) 50 çevrimdeki  $R/R_0$ 'da meydana gelen değişim d) 10 çevrimdeki  $R/R_0$ 'da meydana gelen değişim

Şekil 4.70-74'den görüldüğü gibi %30 iGO/SEBS-1 kompozitleri deformasyon oranı ve hızına bağlı olmaksızın negatif piezorezistans özelliği göstermiştir. Bir önceki analizden farklı olarak burada bağıl direnç değişiminin yaklaşık 0.9'dan yaklaşık olarak 0.78 civarına geldiği gözlenmiştir. Bu durum uygulanan deformasyon oranının artmasına bağlı olarak iletken dolguların daha yakın bir şekilde konumlanmalarından kaynaklanmaktadır. Bu kısımdan elde edilen bir diğer bulgu ise yüksek deformasyon oranlarında deformasyon hızının düşük deformasyon oranlarında olduğu kadar etkili olmadığıdır. Yüksek deformasyon oranında hız düşük olsa bile numunenin eski haline dönebilmesi zor olacağından, deformasyon hızının etkisi ön plana çıkamamıştır. Bu data çevrimsel basma testlerinde de gözlenmiştir. % deformasyon oranı arttığı zaman numunede meydana gelen deformasyon oranı (unrecovered strain) artmaktadır (Bakınız: “Çevrimsel Basma Davranışlarının Belirlenmesi” başlığı altında verilen Şekil 4.56-4.57 ve Tablo 4.21-4.22 ).

#### 4.4.1.2 iGO/SEBS-1 Uzama Sensörleri

Projenin amaçlarından birisi de aynı kompozitlerin hem uzama hem de basınç sensörü olarak kullanılabilirliğinin araştırılmasıdır. Bu amaçla %30 iGO/SEBS-1 kompozitlerine yukarıda

basınç sensörlerine yapılan testler yapılmıştır. Yapılan çalışmalar Şekil 4.75'de özetlenmektedir.



**Şekil 4.75.** %30 iGO/SEBS-1 kompozitinin 50 mm/dk hızında %20 (a, c, e) ve %50 (b, d, f) uzama oranında elektriksel direncinde meydana gelen değişim

Grafiklerden de görüldüğü gibi uzama sensörleri de basınç sensörleri gibi negatif piezorezistans göstermiştir. Bunun mekanizması aynen basınç sensörlerinde olduğu gibi iletken parçacıkların birbirlerine yaklaşip ekstra iletken ağlar oluşturmasıdır. Bunun yanında uzama oranının %20'den %50'ye çıkması ile bağlı direnç 0.88'den 0.82'ye gelmiştir. Yani daha yüksek uzama oranında direnç daha fazla düşmüştür. Dolgu maddeleri daha fazla yönlenmiş ve bir birlerine daha fazla yaklaşmışlardır. Sensör hassasiyeti artmıştır.

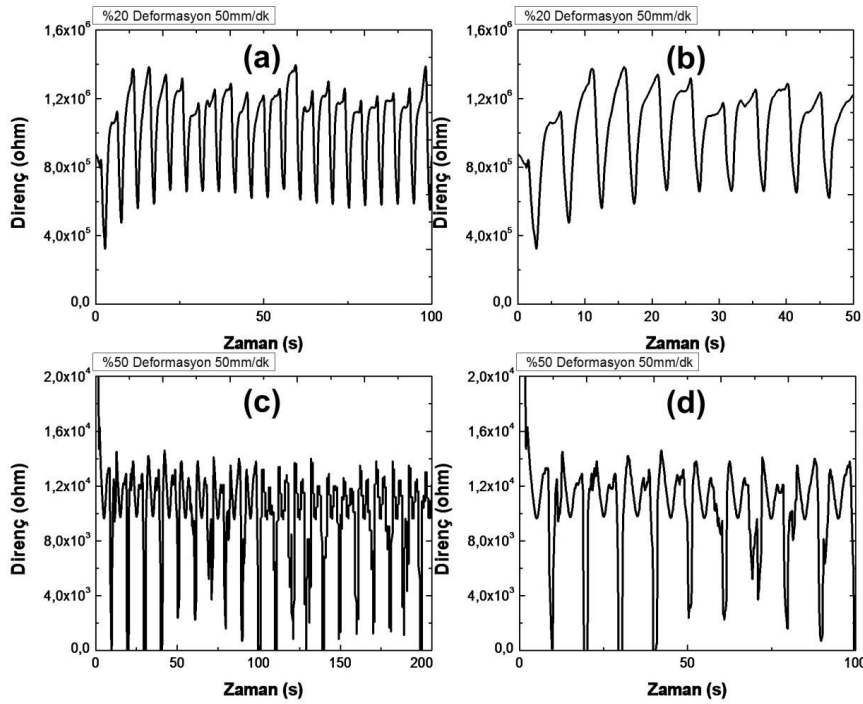
Özetlemek gerekirse, yukarıda verilen sonuçlardan da görüldüğü gibi SEBS-1 polimeri ile üretilen kompozit, hem basınç hem de uzama sensörü olarak kullanılabilir bir malzemedir. Malzemenin yüksek basınç ve uzama oranlarında dahi lineer ve lineere yakın bir davranış

sergilemesi esnek elektronikler için oldukça fazla önem taşımaktadır. Bu durum hem sensör etkinliğinin hesaplanmasında hem de malzemenin geniş bir yelpazede kullanılabilirliğini artırmaktadır (Toprakci, 2012; Toprakci vd., 2013). Bu yüzden bu malzeme bir sonraki adımda tekstil sensörlerinin üretilmesinde kullanılacaktır.

#### 4.4.2 iGO/SEBS-2 Kompozitler

##### 4.4.2.1 iGO/SEBS-2 Basınç Sensörleri

iGO/SEBS-1 kompozitlerine yapılan testler, iGO/SEBS-2 kompozitlerine de yapılmıştır. Fakat iGO/SEBS-2 kompozitlerinin basınç sensörü olarak kullanılamayacağı sonucuna varılmıştır. Şekil 4.76'da görüldüğü gibi %20 ve %50 deformasyon oranında %30 iGO içeren kompozitlerin dirençlerinde değişim olsa da bu anlamlı bulunmamış ve bu kompozitlerin bu koşullar altında basınç sensörü olarak kullanılamayacağına karar verilmiştir. Bunun üzerinde daha düşük deformasyon oranlarında denemeler yapılmıştır. %2, 3, 4, 5 deformasyon oranlarında 20 mm/dk, 30 mm/dk, 40 mm/dk, 50 mm/dk hızlarında yapılan test sonuçları da başarılı olmamıştır. Raporda çok yer kaplayacağı için bu grafikler eklenmemiştir.

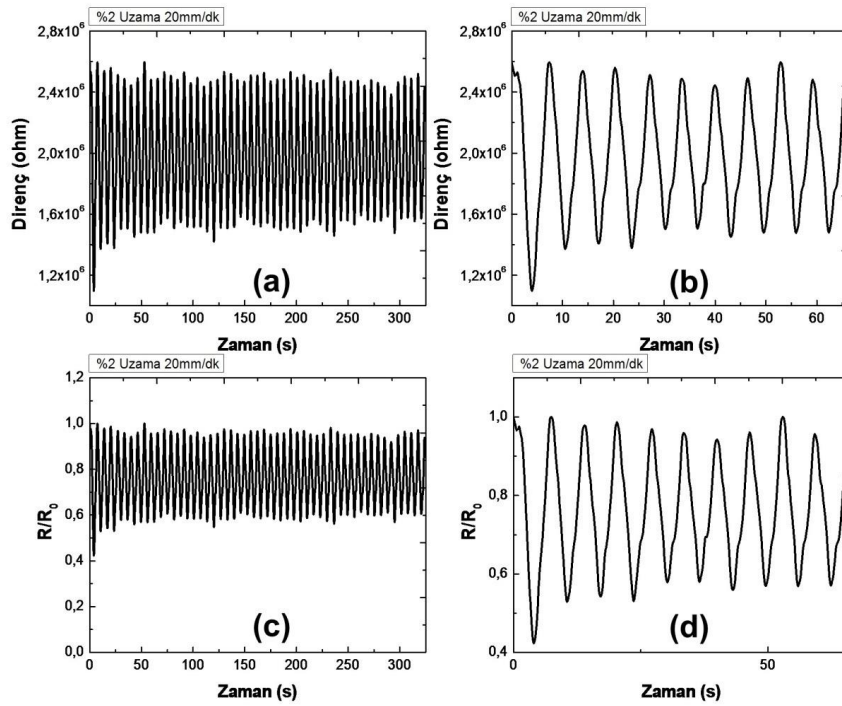


**Şekil 4.76.** %30 iGO/SEBS-2 kompozitinin 50 mm/dk hızında %20 deformasyon oranında a) 50 çevrimdeki direnç değişimi b) 10 çevrimdeki direnç değişimi %50 deformasyon oranında c) 50 çevrimdeki R/R<sub>0</sub>'da meydana gelen değişim d) 10 çevrimdeki R/R<sub>0</sub>'da meydana gelen değişim

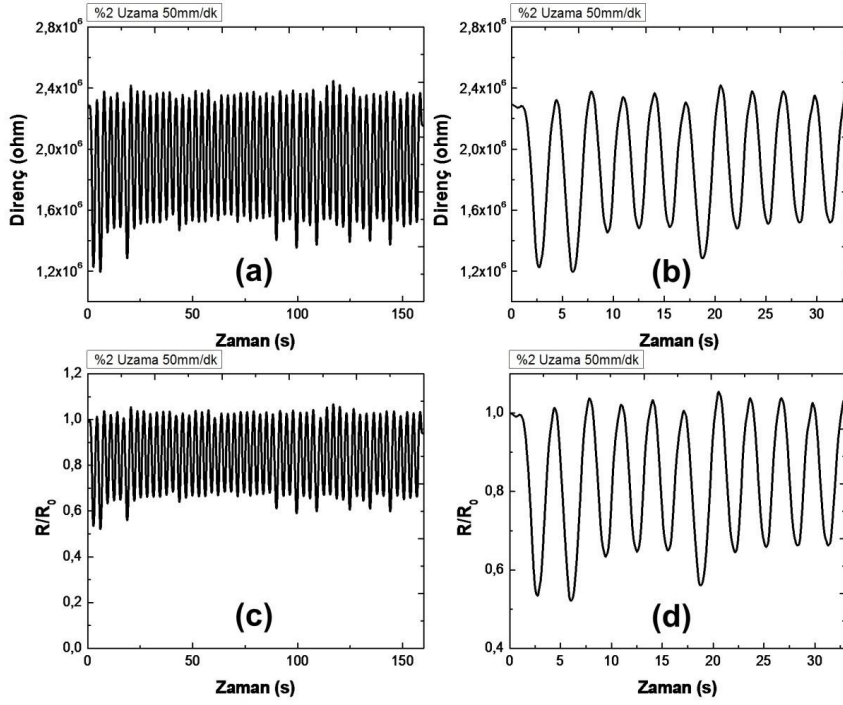


#### 4.4.2.2 iGO/SEBS-2 Uzama Sensörleri

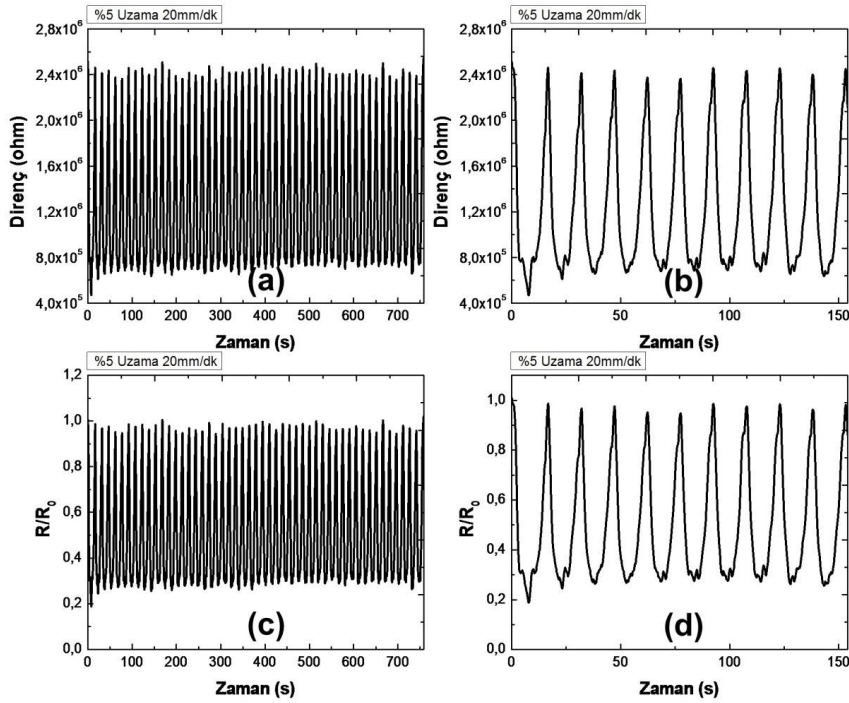
iGO/SEBS-2 kompozitlerinin uzama sensörü olarak kullanılabilirliğini incelemek amacıyla numuneler önce iGO/SEBS-1 kompozitlerinde olduğu gibi, %20 ve %50 uzama oranlarında 50 mm/dk hızda test edilmiştir. %30 iGO içeren kompozitlerin dirençlerinde değişim olsa da bu anlamlı bulunmamış ve bu kompozitlerin bu koşullar altında uzama sensörü olarak kullanılmayacağına karar verilmiştir. Bu grafikler çok yer kaplayacağı için, raporda verilmemiştir. Bunun üzerinde daha düşük deformasyon oranlarında denemeler yapılmıştır. %2, 3, 4, 5 deformasyon oranlarında 20 mm/dk, 30 mm/dk, 40 mm/dk, 50 mm/dk hızlarında yapılan test sonuçlarının özeti olarak %20 ve %50 uzama oranlarında 20 mm/dk ve 50 mm/dk hızlarında yapılan testlere ait sonuçlar Şekil 4.77-80 arasında verilmektedir.



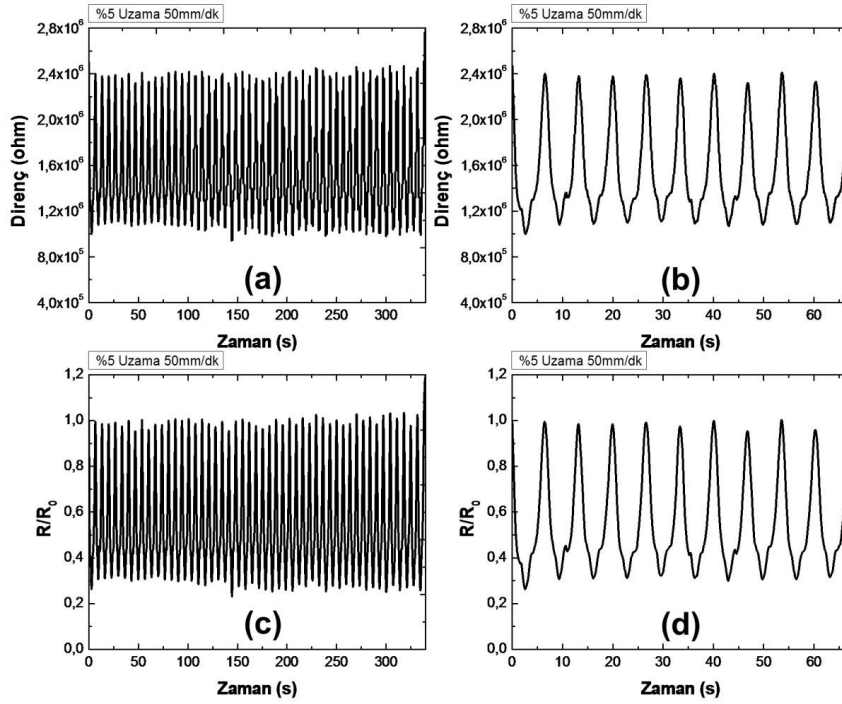
**Şekil 4.77.** %30 iGO/SEBS-2 kompozitinin 20 mm/dk hızında %2 deformasyon oranında a) 50 çevrimdeki direnç değişimi b) 10 çevrimdeki direnç değişimi c) 50 çevrimdeki R/R<sub>0</sub>'da meydana gelen değişim d) 10 çevrimdeki R/R<sub>0</sub>'da meydana gelen değişim



**Şekil 4.78.** %30 iGO/SEBS-2 kompozitinin 50 mm/dk hızında %2 deformasyon oranında a) 50 çevrimdeki direnç değişimi b) 10 çevrimdeki direnç değişimi c) 50 çevrimdeki  $R/R_0$ 'da meydana gelen değişim d) 10 çevrimdeki  $R/R_0$ 'da meydana gelen değişim



**Şekil 4.79.** %30 iGO/SEBS-2 kompozitinin 20 mm/dk hızında %5 deformasyon oranında a) 50 çevrimdeki direnç değişimi b) 10 çevrimdeki direnç değişimi c) 50 çevrimdeki  $R/R_0$ 'da meydana gelen değişim d) 10 çevrimdeki  $R/R_0$ 'da meydana gelen değişim



**Şekil 4.80.** %30 iGO/SEBS-2 kompozitinin 50 mm/dk hızında %5 deformasyon oranında a) 50 çevrimdeki direnç değişimi b) 10 çevrimdeki direnç değişimi c) 50 çevrimdeki  $R/R_0$ 'da meydana gelen değişim d) 10 çevrimdeki  $R/R_0$ 'da meydana gelen değişim

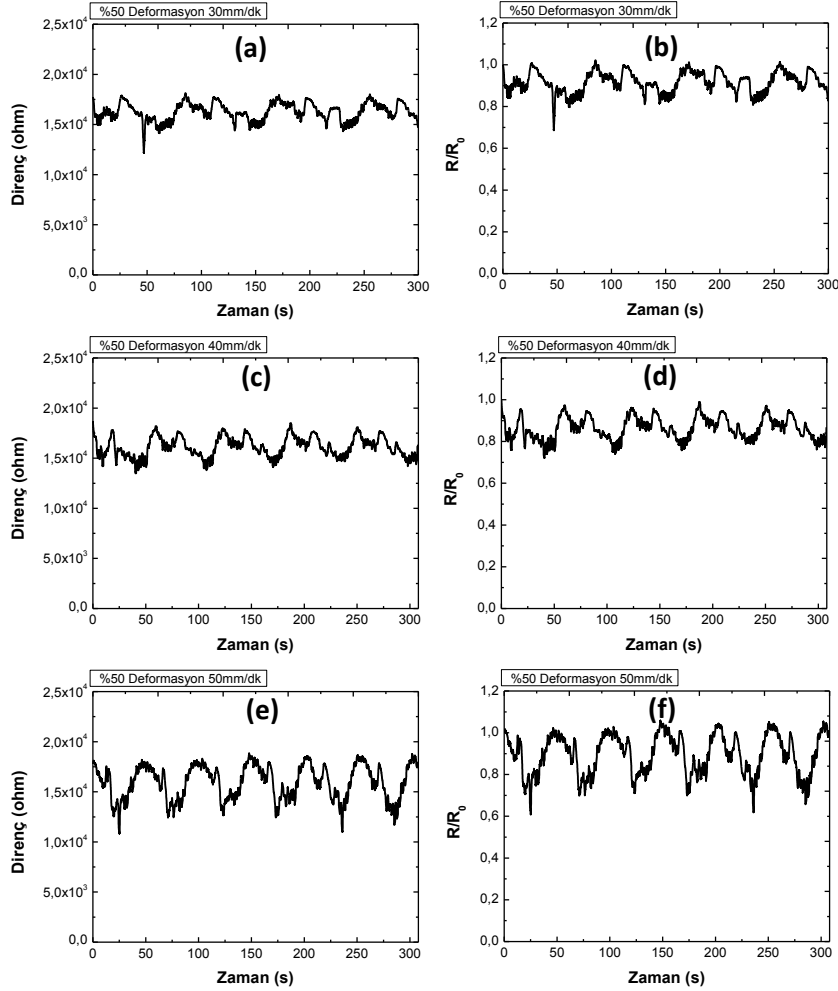
Yapılan çalışmalar sonucu iGO/SEBS-2 kompozitlerinin özellikle düşük uzama oranlarında (farklı hızlarda) uzama sensörü olarak kullanılabilceği sonucuna varılmıştır. iGO/SEBS-1 kompozitlerinde elde edilen bulgular bu kompozitler için de elde edilmiştir. Negatif piezorezistans uzama oranı ve uzama hızına bağlı olmaksızın tüm numunelerde gözlenmiştir. Ayrıca düşük uzama oranlarında hız etkili iken, yüksek uzama oranlarında hız çok etkili bulunmamıştır. Uzama oranı artırıldığında bağıl direnç değişimi daha fazla olmaktadır. Özetlemek gerekirse, yukarıda verilen sonuçlardan da görüldüğü gibi SEBS-2 polimeri ile üretilen kompozit, uzama sensörü olarak kullanılabilcek bir malzeme iken basınç sensörleri için uygun bulunmamıştır. Bu yüzden bu malzeme bir sonraki adımda tekstil sensörlerinin üretilmesinde kullanılmayacaktır.

#### 4.4.3 iGO/SEBS-4 Kompozitler

##### 4.4.3.1 iGO/SEBS-4 Basınç Sensörleri

Diğer kompozitlerde olduğu gibi %30 iGO içeren SEBS-4 kompozitlerinde de farklı deformasyon oranı ve hızlarda piezorezistif davranış incelenmiştir. Bu kompozitlerden yapılan

testlerde en optimum çalıştığı koşullar aşağıda verilen grafiklerdeki koşullar olduğu için, sadece bu grafikler verilmiştir. Şekil 4.81’de görüldüğü gibi %50 deformasyon oranında 30 mm/dk, 40 mm/dk, 50 mm/dk gibi beş farklı hızda deforme edilmiş ve bu anda elektriksel dirençte meydana gelen değişim kaydedilmiştir. Şekil 4.82’den de görüldüğü gibi genel trend negatif piezoresistans olsa da anlamlı bir data elde edilmemiştir.

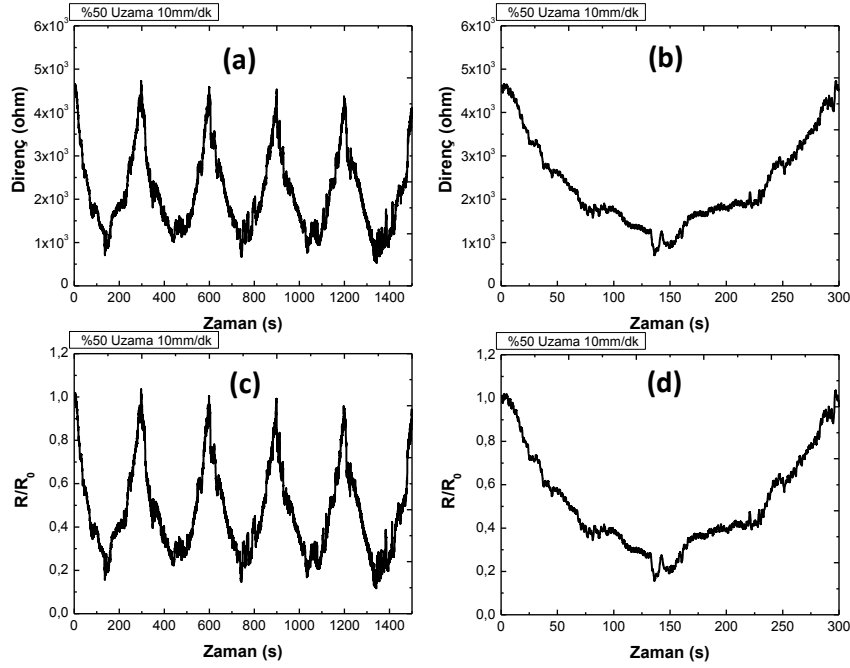


**Şekil 4.81.** %30 iGO/SEBS-4 kompozitinin %50 deformasyon oranında a) 30 mm/dk hızdaki direnç değişimi b) 30 mm/dk hızdaki R/R<sub>0</sub>’da meydana gelen değişim c) 40 mm/dk hızdaki direnç değişimi d) 40 mm/dk hızdaki R/R<sub>0</sub>’da meydana gelen değişim e) 50 mm/dk hızdaki direnç değişimi f) 50 mm/dk hızdaki R/R<sub>0</sub>’da meydana gelen değişim

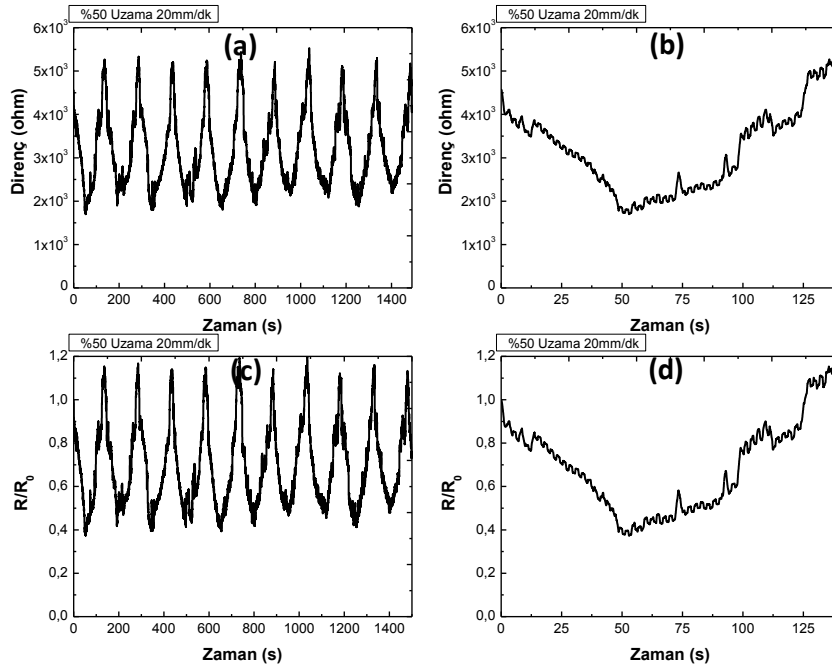
#### 4.4.3.2 iGO/SEBS-4 Uzama Sensörleri

Şekil 4.82-86’da %30 iGO içeren SEBS-4 kompozitine ait %50 deformasyon oranında 10 mm/dk, 20mm/dk, 30 mm/dk, 40 mm/dk, 50 mm/dk gibi beş farklı hızda elektriksel direncinde meydana gelen değişim verilmektedir. %50 uzama sırasında elde edilen elektriksel veri daha çok olduğu için ve direnç ölçme sistemimizin kapasitesi sınırlı olduğu için, yavaş hızlarda yüksek çevrim sayılarına ulaşamamıştır. Bu yüzden Şekil 4.82-86’da ölçüm sırasında elde

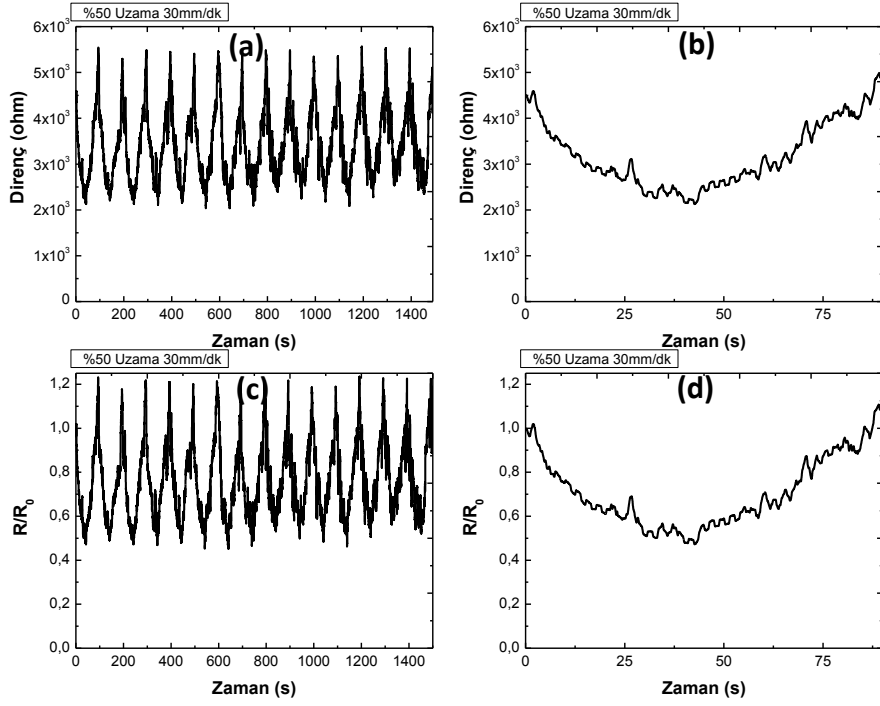
edilen maksimum çevrimler verilmiştir. Kompozit farklı koşullar altında test edilmiştir, fakat en optimum sonuçlar bu koşullar altında elde edildiği için, sadece bu grafikler verilmiştir.



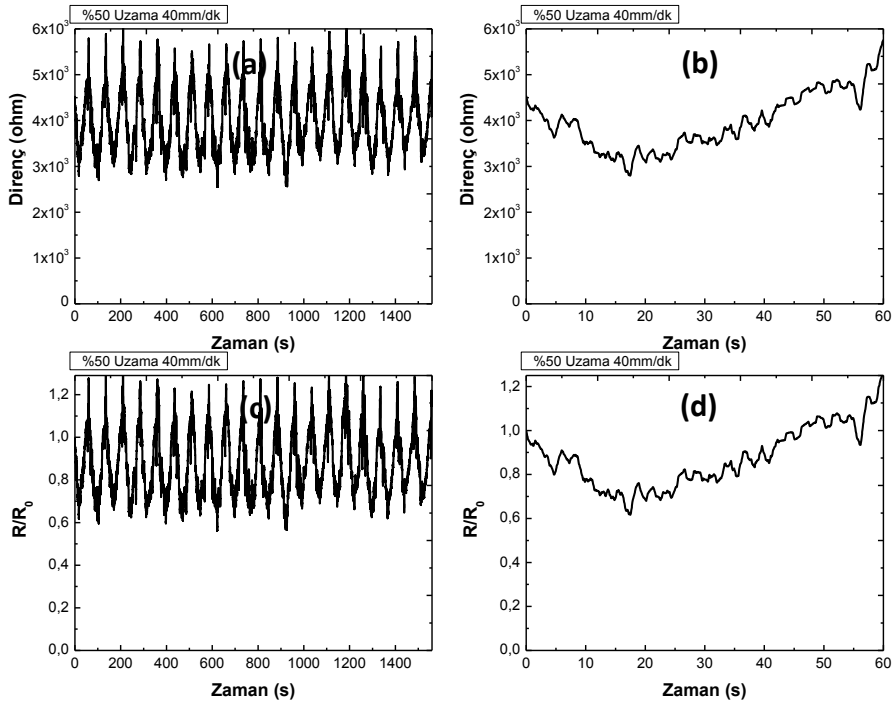
**Şekil 4.82.** %30 iGO/SEBS-4 kompozitinin 10 mm/dk hızında %50 deformasyon oranında a) 5 çevrimdeki direnç değişimi b) 1 çevrimdeki direnç değişimi c) 5 çevrimdeki  $R/R_0$ 'da meydana gelen değişim d) 1 çevrimdeki  $R/R_0$ 'da meydana gelen değişim



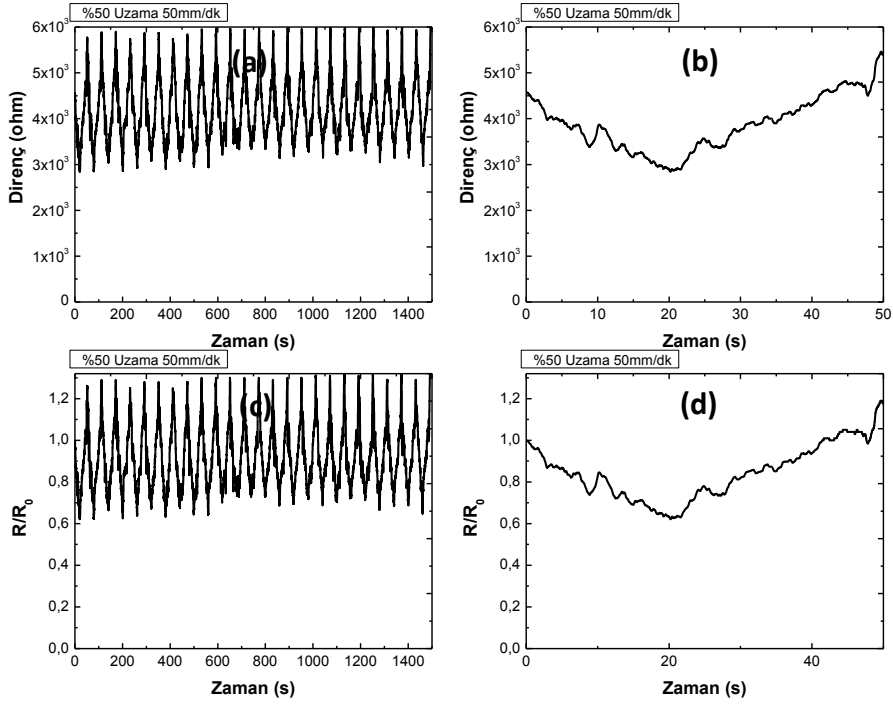
**Şekil 4.83.** %30 iGO/SEBS-4 kompozitinin 20 mm/dk hızında %50 deformasyon oranında a) 5 çevrimdeki direnç değişimi b) 1 çevrimdeki direnç değişimi c) 5 çevrimdeki  $R/R_0$ 'da meydana gelen değişim d) 1 çevrimdeki  $R/R_0$ 'da meydana gelen değişim



**Şekil 4.84.** %30 iGO/SEBS-4 kompozitinin 30 mm/dk hızında %50 deformasyon oranında a) 5 çevrimdeki direnç değişimi b) 1 çevrimdeki direnç değişimi c) 5 çevrimdeki R/R<sub>0</sub>'da meydana gelen değişim d) 1 çevrimdeki R/R<sub>0</sub>'da meydana gelen değişim



**Şekil 4.85.** %30 iGO/SEBS-4 kompozitinin 40 mm/dk hızında %50 deformasyon oranında a) 21 çevrimdeki direnç değişimi b) 1 çevrimdeki direnç değişimi c) 21 çevrimdeki R/R<sub>0</sub>'da meydana gelen değişim d) 1 çevrimdeki R/R<sub>0</sub>'da meydana gelen değişim



**Şekil 4.86.** %30 iGO/SEBS-4 kompozitinin 20 mm/dk hızında %50 deformasyon oranında a) 25 çevrimdeki direnç değişimi b) 1 çevrimdeki direnç değişimi c) 25 çevrimdeki  $R/R_0$ 'da meydana gelen değişim d) 1 çevrimdeki  $R/R_0$ 'da meydana gelen değişim

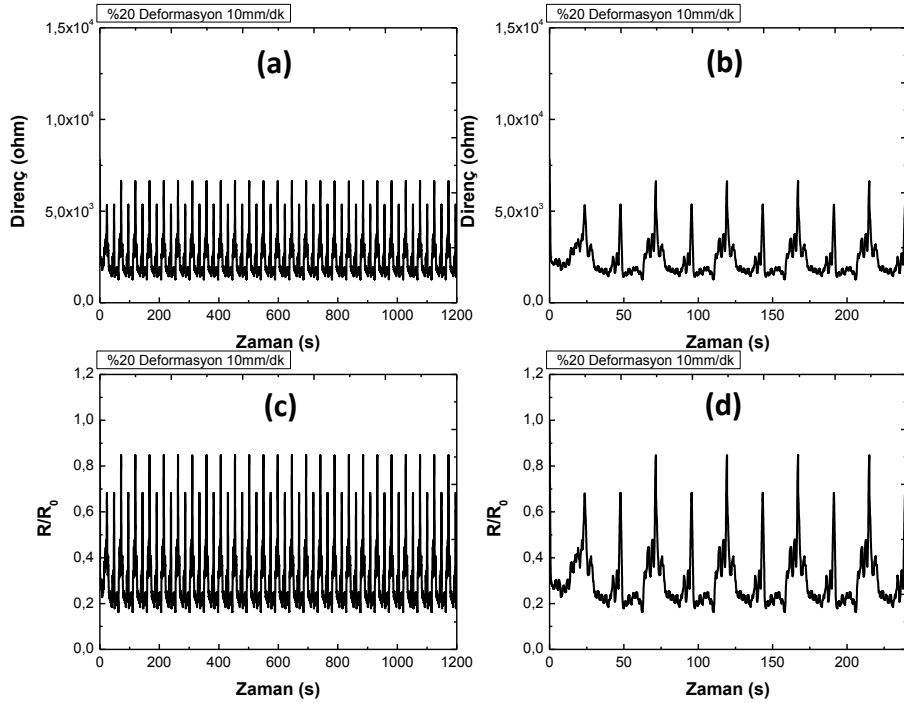
Uzama sensörleri hız ve % deformasyon oranına bağlı kalmadan negatif piezorezistans davranış sergilemiştir. Uzama sensörleri basınç sensörlerine kıyasla daha stabil bir davranış göstermişlerdir. Bunun sebebinin numune şekli ve boyutlarından kaynaklandığı düşünülmektedir. Uzama sensörleri daha ince olduğu için parçacıklar birbirinden daha kolay bir şekilde ayrılabilir ve oryante olabilmektedir. Basınç sensörleri daha kalın olduğu için, yapıda bulunan iGO miktarı olarak daha fazladır ve parçacıkların birbirinden ayrılması ve yeni iletken ağların oluşması daha yüksek deformasyon oranları gerektirmektedir. Elde edilen sonuçlardan bir diğeri de test hızının çevrim karakterine olan etkisidir. Grafikler dikkatli bir şekilde incelendiğinde test hızının azalması ile daha sivri ve dik grafikler elde edildiği görülmektedir. Yavaş test hızlarında numune eski haline dönmek için daha fazla zamana sahiptir ve histeris oluşma ihtimali daha düşüktür.

Özetlemek gerekirse, %30 iGO içeren SEBS-4 kompozitlerin uzama sensörü olarak kullanıma uygun olmasına rağmen, basınç etkisi altında göstermiş olduğu davranış stabil olmadığı için, bir sonraki aşamada yani tekstil sensörleri üretiminde kullanılmayacaktır.

#### 4.4.4 iGO/SEBS-5 Kompozitler

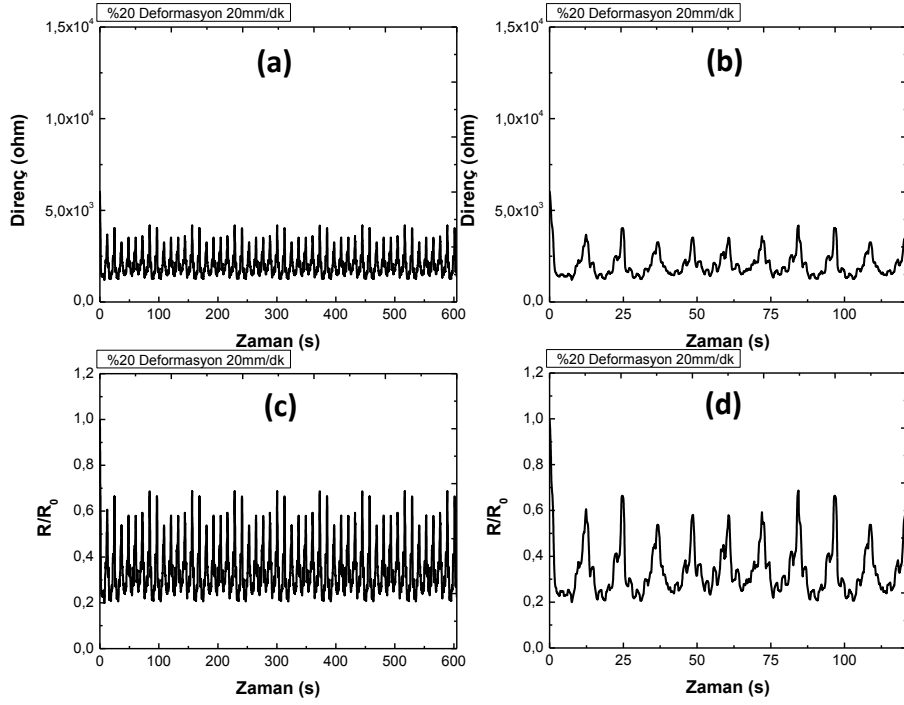
##### 4.4.4.1 iGO/SEBS-5 Basınç Sensörleri

Diğer kompozitlerde olduğu gibi %30 iGO içeren SEBS-5 kompozitlerinde de farklı koşullar altında piezorezistif davranış incelenmiştir. Bu kompozitlerin en optimum çalıştığı koşullar aşağıda verilen grafiklerdeki koşullar olduğu için, sadece bu grafikler verilmiştir. Şekil 4.87-91'de görüldüğü gibi %20 deformasyon oranında 10 mm/dk, 20mm/dk, 30 mm/dk, 40 mm/dk, 50 mm/dk gibi beş farklı hızda deforme edilmiş ve bu anda elektriksel dirençte meydana gelen değişim kaydedilmiştir.

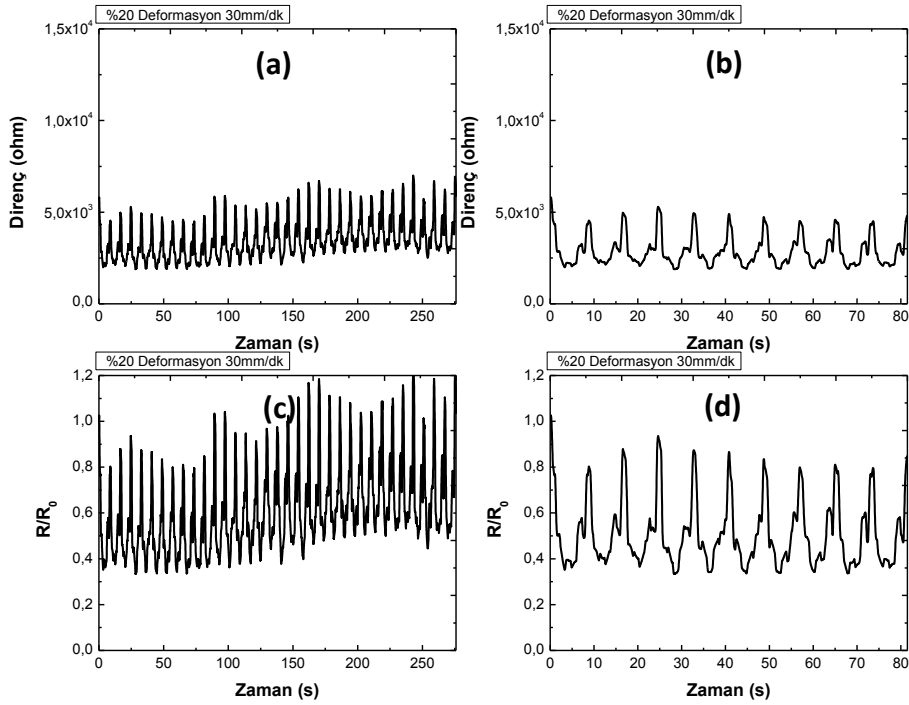


**Şekil 4.87.** %30 iGO/SEBS-5 kompozitinin 10 mm/dk hızında %20 deformasyon oranında a) 50 çevrimdeki direnç değişimi b) 10 çevrimdeki direnç değişimi c) 50 çevrimdeki R/R<sub>0</sub>'da meydana gelen değişim d) 10 çevrimdeki R/R<sub>0</sub>'da meydana gelen değişim

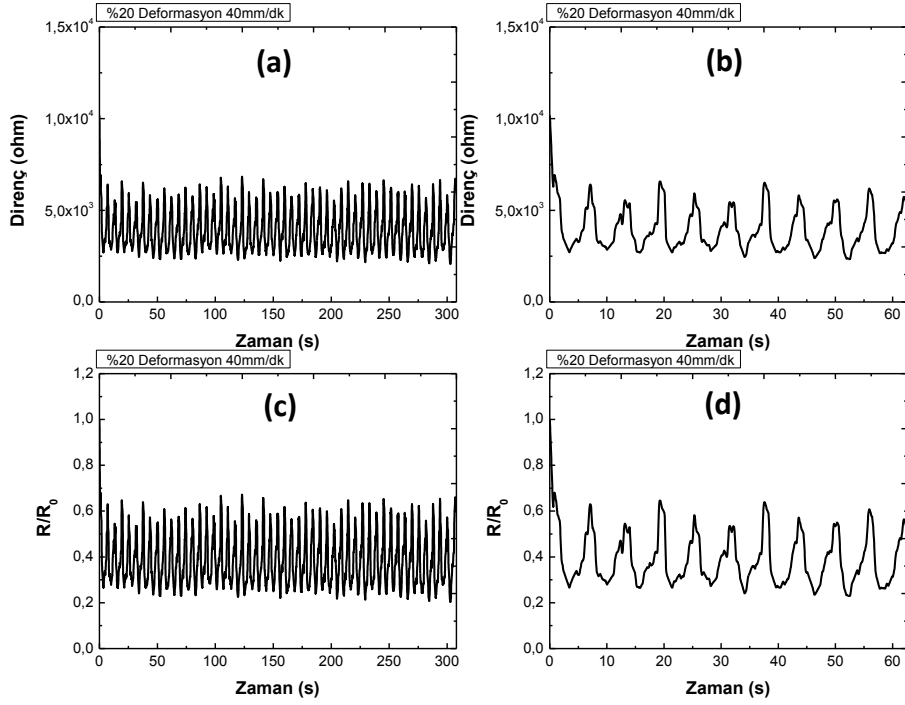




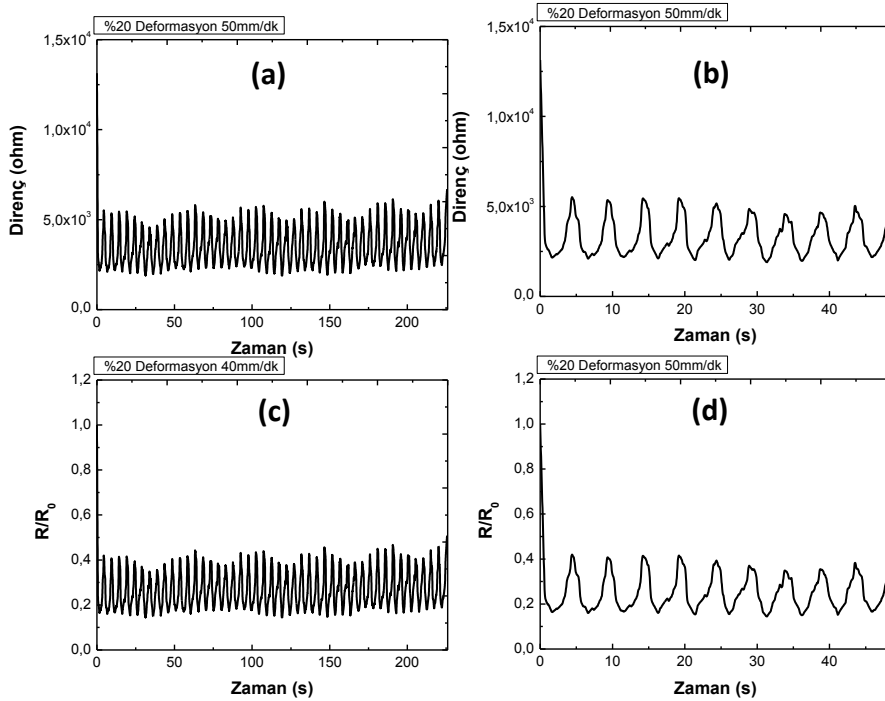
**Şekil 4.88.** %30 iGO/SEBS-5 kompozitinin 20 mm/dk hızında %20 deformasyon oranında a) 50 çevrimdeki direnç değişimi b) 10 çevrimdeki direnç değişimi c) 50 çevrimdeki  $R/R_0$ 'da meydana gelen değişim d) 10 çevrimdeki  $R/R_0$ 'da meydana gelen değişim



**Şekil 4.89.** %30 iGO/SEBS-5 kompozitinin 30 mm/dk hızında %20 deformasyon oranında a) 50 çevrimdeki direnç değişimi b) 10 çevrimdeki direnç değişimi c) 50 çevrimdeki  $R/R_0$ 'da meydana gelen değişim d) 10 çevrimdeki  $R/R_0$ 'da meydana gelen değişim



**Şekil 4.90.** %30 iGO/SEBS-5 kompozitinin 40 mm/dk hızında %20 deformasyon oranında a) 50 çevrimdeki direnç değişimi b) 10 çevrimdeki direnç değişimi c) 50 çevrimdeki R/R<sub>0</sub>'da meydana gelen değişim d) 10 çevrimdeki R/R<sub>0</sub>'da meydana gelen değişim

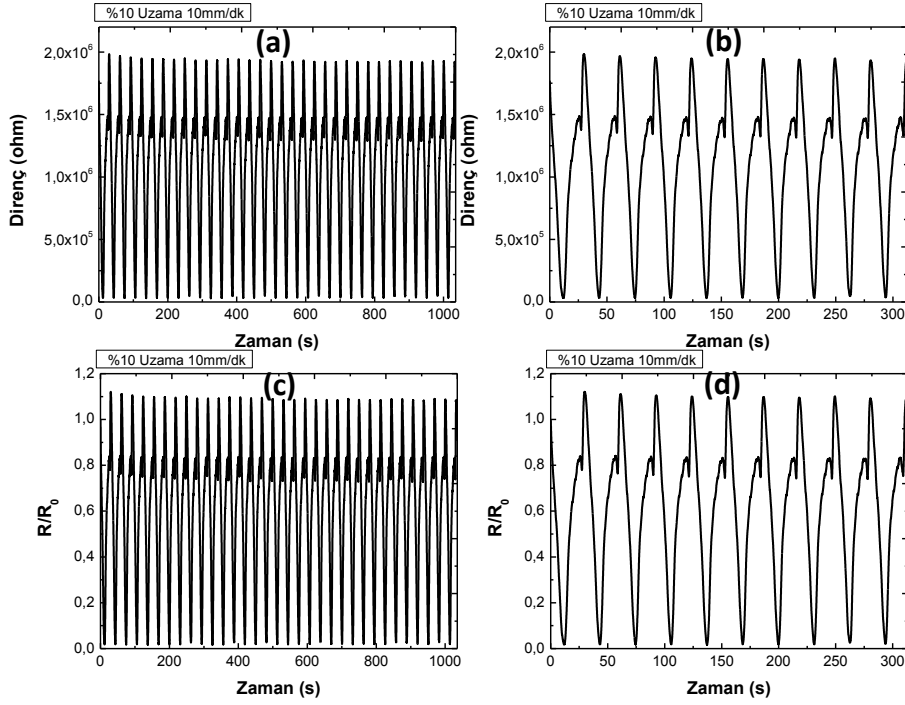


**Şekil 4.91.** %30 iGO/SEBS-5 kompozitinin 50 mm/dk hızında %20 deformasyon oranında a) 50 çevrimdeki direnç değişimi b) 10 çevrimdeki direnç değişimi c) 50 çevrimdeki R/R<sub>0</sub>'da meydana gelen değişim d) 10 çevrimdeki R/R<sub>0</sub>'da meydana gelen değişim

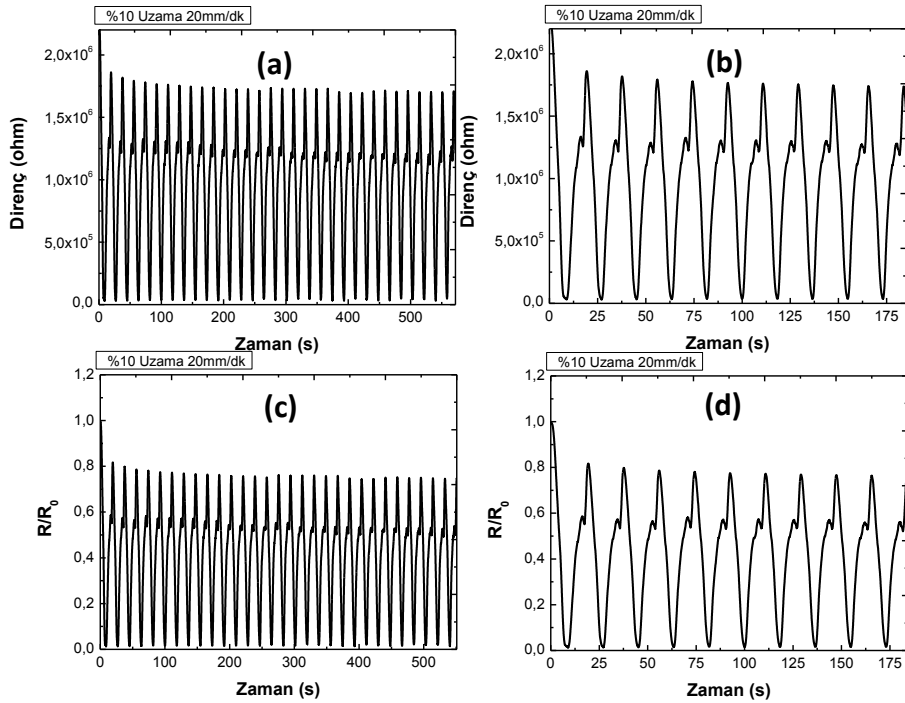
Tüm deformasyon hızlarında kompozitler negatif piezorezistive bir davranış göstermişlerdir. Negatif piezorezistans, uygulanan dış kuvvet etkisi ile direncin düşmesidir. Bu sırada basınç etkisi ile iletken dolgu maddelerinin kompozit içindeki yönelmeleri değişmekte ve birbirlerine yaklaşmakta, yapıdaki iletken ağ oranı artmakta, direnç azalmakta, akım daha kolay bir şekilde ilerlemektedir. Grafikler incelendiğinde özellikle düşük hızlarda stabil ve düzgün veriler elde edilmediği görülmektedir. Hızın artması ile grafikler daha stabil ve tekrar edilebilir bir hal almışlardır. Bunun sebebi SEBS-5 polimerinin elastik modülünün düşük olmasından ve eski haline dönebilme yeteneğinin yüksek olmasından kaynaklanmaktadır (Bakınız: “**Çevrimsel Basma Davranışlarının Belirlenmesi**” başlığı altında verilen Şekil 4.62-4.63 ve Tablo 4.27-4.28 ). %30 iGO içeren SEBS-5 kompozitlerin basınç etkisi altında dirençlerinde değişim olsa da bu değişim SEBS-1 polimer kompozitindeki kadar anlamlı ve stabil bulunmamıştır. Ayrıca R/Ro oranlarında da hıza bağlı bir korelasyon gözlenmemiştir. Bunun sebebi, SEBS-5 polimerinin S/EB oranınının 30/70 olması ve bu yüzden kompozit üretimi sırasında plastikleştirici malzeme kullanılmasıdır. Plastikleştirici malzemeler dolgu maddesi ve polimer arasında bir tabaka oluşturabilmekte ve elektromekanik özelliklerde tekrar edilebilir, stabil sonuçlar elde edilebilmesine engel olabilmektedir (Toprakci, 2012).

#### **4.4.4.2 iGO/SEBS-5 Uzama Sensörleri**

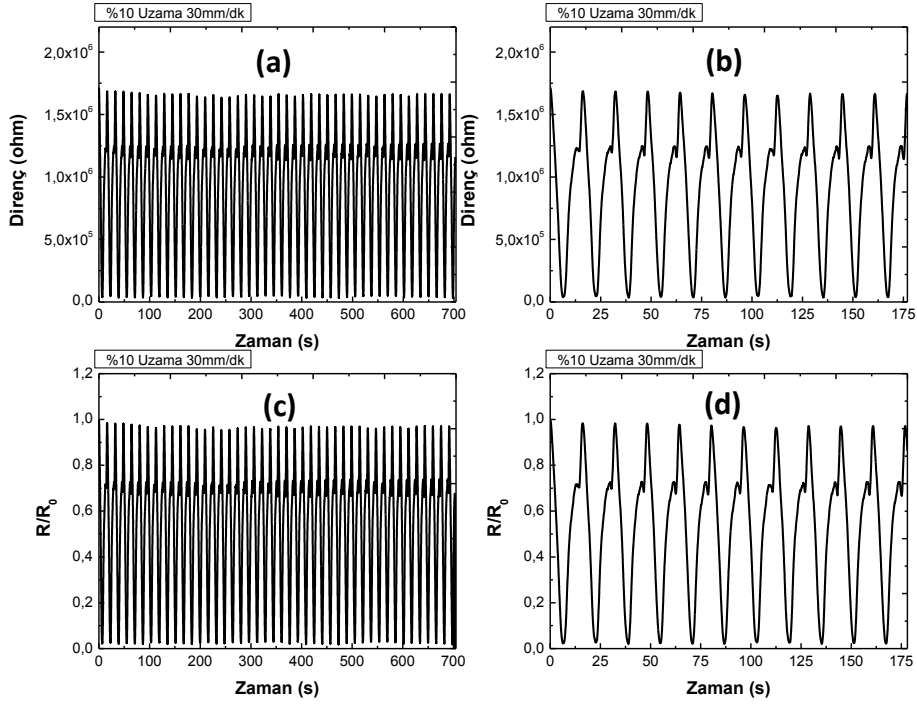
Şekil 4.92-96’da %30 iGO içeren SEBS-5 kompozitine ait %10 deformasyon oranında farklı hızlarda elektriksel direncinde meydana gelen değişim verilmektedir. Kompozit farklı koşullar altında test edilmiş fakat en optimum sonuçlar bu koşullar altında elde edildiği için, sadece bu grafikler verilmiştir. Şekil 4.92-96’da görüldüğü gibi denemeler 10 mm/dk, 20mm/dk, 30 mm/dk, 40 mm/dk, 50 mm/dk gibi beş farklı hızda yapılmıştır.



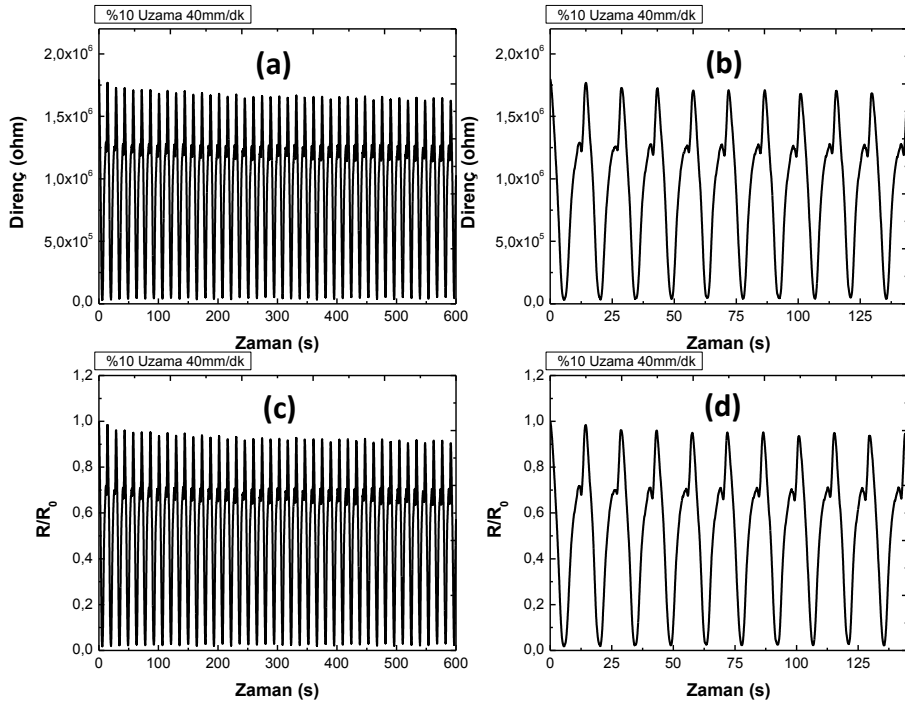
**Şekil 4.92.** %30 iGO/SEBS-5 kompozitinin 10 mm/dk hızında %10 deformasyon oranında a) 50 çevrimdeki direnç değişimi b) 10 çevrimdeki direnç değişimi c) 50 çevrimdeki R/R<sub>0</sub>'da meydana gelen değişim d) 10 çevrimdeki R/R<sub>0</sub>'da meydana gelen değişim



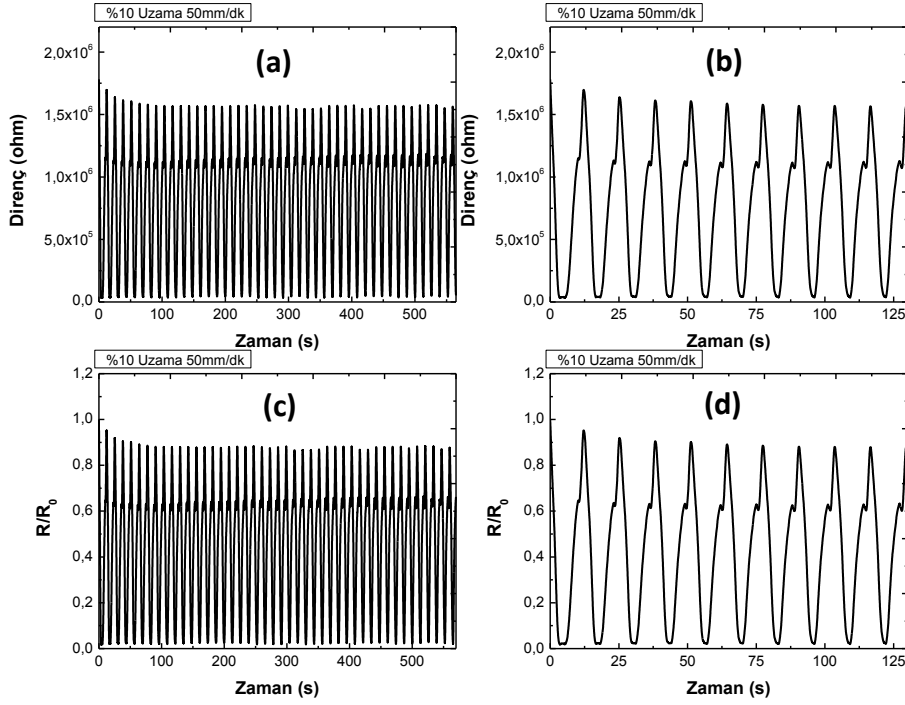
**Şekil 4.93.** %30 iGO/SEBS-5 kompozitinin 20 mm/dk hızında %10 deformasyon oranında a) 50 çevrimdeki direnç değişimi b) 10 çevrimdeki direnç değişimi c) 50 çevrimdeki R/R<sub>0</sub>'da meydana gelen değişim d) 10 çevrimdeki R/R<sub>0</sub>'da meydana gelen değişim



**Şekil 4.94.** %30 iGO/SEBS-5 kompozitinin 30 mm/dk hızında %10 deformasyon oranında a) 50 çevrimdeki direnç değişimi b) 10 çevrimdeki direnç değişimi c) 50 çevrimdeki  $R/R_0$ 'da meydana gelen değişim d) 10 çevrimdeki  $R/R_0$ 'da meydana gelen değişim



**Şekil 4.95.** %30 iGO/SEBS-5 kompozitinin 40 mm/dk hızında %10 deformasyon oranında a) 50 çevrimdeki direnç değişimi b) 10 çevrimdeki direnç değişimi c) 50 çevrimdeki  $R/R_0$ 'da meydana gelen değişim d) 10 çevrimdeki  $R/R_0$ 'da meydana gelen değişim



**Şekil 4.96.** %30 iGO/SEBS-5 kompozitinin 50 mm/dk hızında %10 deformasyon oranında a) 50 çevrimdeki direnç değişimi b) 10 çevrimdeki direnç değişimi c) 50 çevrimdeki  $R/R_0$ 'da meydana gelen değişim d) 10 çevrimdeki  $R/R_0$ 'da meydana gelen değişim

Uzama sensörleri basınç sensörlerinde olduğu gibi, negatif piezorezistans davranış sergilemiştir. Uzama sensörleri basınç sensörlerine kıyasla daha stabil bir davranış göstermişlerdir. Bunun sebebinin numune şekli ve boyutlarından kaynaklandığı düşünülmektedir. Uzama sensörleri daha ince olduğu için parçacıklar birbirinden daha kolay bir şekilde ayrılabilir ve oryante olabilmektedir. Basınç sensörleri daha kalın olduğu için, parçacıkların birbirinden ayrılması ve yeni iletken ağların oluşması daha yüksek deformasyon oranları gerektirmektedir. Elde edilen sonuçlardan bir diğeri de test hızının çevrim karakterine olan etkisidir. Grafikler dikkatli bir şekilde incelendiğinde test hızının yavaşlaması ile daha sivri ve dik grafikler elde edildiği görülmektedir. Yavaş test hızlarında numune eski haline dönmek için daha fazla zamana sahiptir ve histeris oluşma ihtimali daha düşüktür.

Özetlemek gerekirse, %30 iGO içeren SEBS-5 kompozitlerin uzama sensörü olarak kullanıma uygun olmasına rağmen, basınç etkisi altında göstermiş olduğu davranış stabil olmadığı için, bir sonraki aşamada yani tekstil sensörleri üretiminde kullanılmayacaktır.

SEBS-1, 2,4 ve 5 polimerleri ile hazırlanan kompozitlerden hem basınç hem de uzama sensörü olarak kullanılacak en uygun kompozisyon %30 iGO/SEBS-1 kompoziti olduğu için, tekstil sensörlerinde sadece bu bileşim kullanılmıştır.

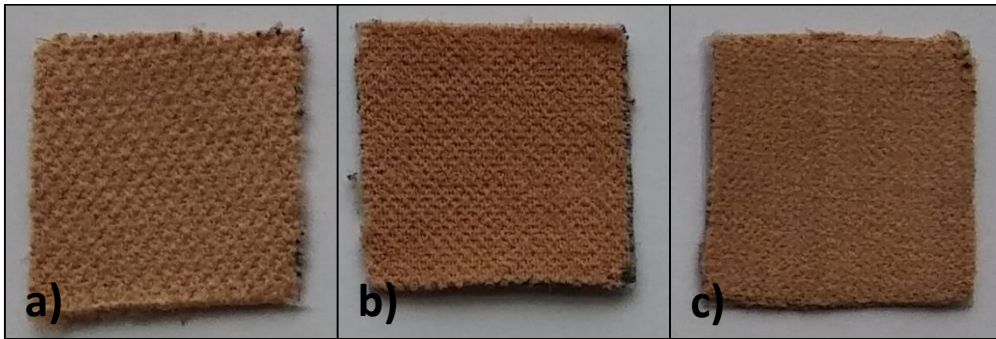
#### 4.5 SEBS-iGO İletken Kompozit Filmlerin Kumaşa Aktarılması İle Tekstil Sensörün Hazırlanması ve Morfolojik, Mekanik ve Elektriksel Özelliklerinin İncelenmesi

##### 4.5.1 Uygun Tekstil Malzemesinin Seçilmesi, Yapısal (gramajı, kalınlığı, yapısı vb.) ve Mekanik Özelliklerinin Analizi

Projede kullanılma potansiyeline sahip 3 farklı örme kumaşın gramajları ve kalınlıkları Tablo 4.29'da görüntüleri ise, Şekil 4.97'de verilmektedir. Projede örme kumaş seçilmesinin sebebi, örme kumaşların dokuma kumaşlara kıyasla daha kolay bir şekilde deforme olabilmeleri ve eski hallerine dönebilmeleridir. Ayrıca giyilebilir elektronikler ve sensörlerde ürünün vücudu sarması gerekmektedir. Bu durumda da vücudu saran yüksek spandex oranına sahip örme kumaşlar kullanılmalıdır.

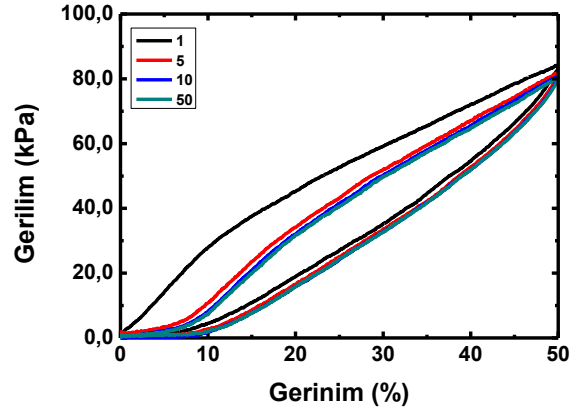
**Tablo 4.29.** Kompozit üretimi sırasında kullanılan kumaşların gramaj ve kalınlık değerleri

Kumaş Kodu	Gramaj (gr/m <sup>2</sup> )	Kalınlık (mm)
Kumaş-1	215.5	0.98
Kumaş-2	308.5	0.90
Kumaş-3	321.0	1.15

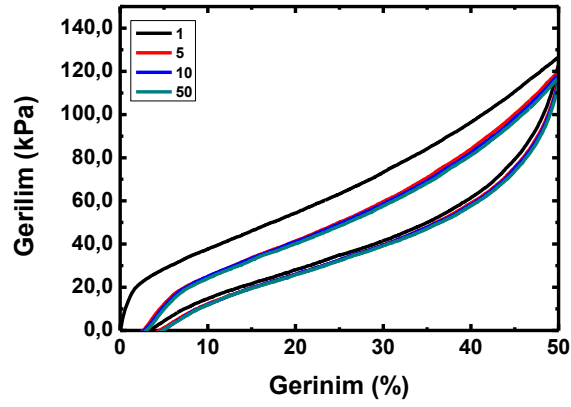


**Şekil 4.97.** a) Kumaş-1, b) kumaş-2 ve c) kumaş-3'e ait görüntüler

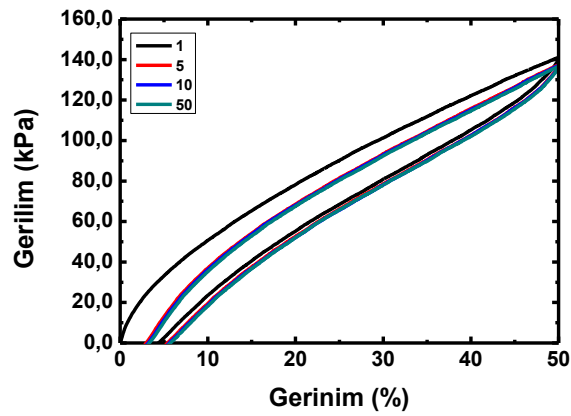
Kumaşlar %50 uzama oranlarında 50 mm/dk hızında 50 çevrim işleme tabi tutulmuş ve 1, 5, 10, 50. çevrimlere ait veriler analiz edilmiştir. Bu sonuçlar, Şekil 4.98 ve Tablo 4.30'da verilmektedir.



Şekil 4.98. Kumaş-1'in %50 uzama altındaki çevrimsel davranışı



Şekil 4.99. Kumaş-2'nin %50 uzama altındaki çevrimsel davranışı



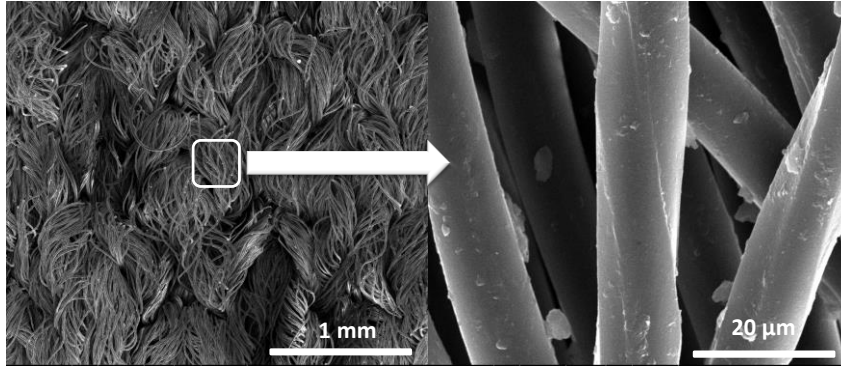
Şekil 4.100. Kumaş-3'ün %50 uzama altındaki çevrimsel davranışı



**Tablo 4.30.** Kumaş-1, kumaş-2 ve kumaş-3'e ait %50 uzama oranındaki 1., 5., 10. ve 50. çevrim sonundaki deformasyon değerleri

Numune	Deformasyon değerleri (Unrecovered Strain)			
	1. Çevrim Sonu	5. Çevrim Sonu	10. Çevrim Sonu	50. Çevrim Sonu
Kumaş-1	5.0	5.8	6.5	7.0
Kumaş-2	3.4	4.3	4.6	4.8
Kumaş-3	4.5	5.4	5.6	5.8

Şekil 4.98-100 ve Tablo 4.30'dan görüldüğü gibi, Kumaş-2 mekanik özellikler ve deformasyon açısından en optimum özellikleri sergilemiştir. %50 çevrimsel uzama sonunda yaklaşık %5'lik bir deformasyon oranına sahiptir. Çevrim sayısının artması ile kumaşta meydana gelen deformasyon artmaktadır. Bunun sebebi kumaş yapısının eski haline kolay bir şekilde geri dönememesinden kaynaklanmaktadır. Kumaş-2'ye ait SEM görüntüsü Şekil 4.101'de verilmektedir. Şekil 4.101'den de görüldüğü gibi örme kumaşın üretilmesinde kullanılan lif çapı yaklaşık olarak 10-12 µm civarındadır.



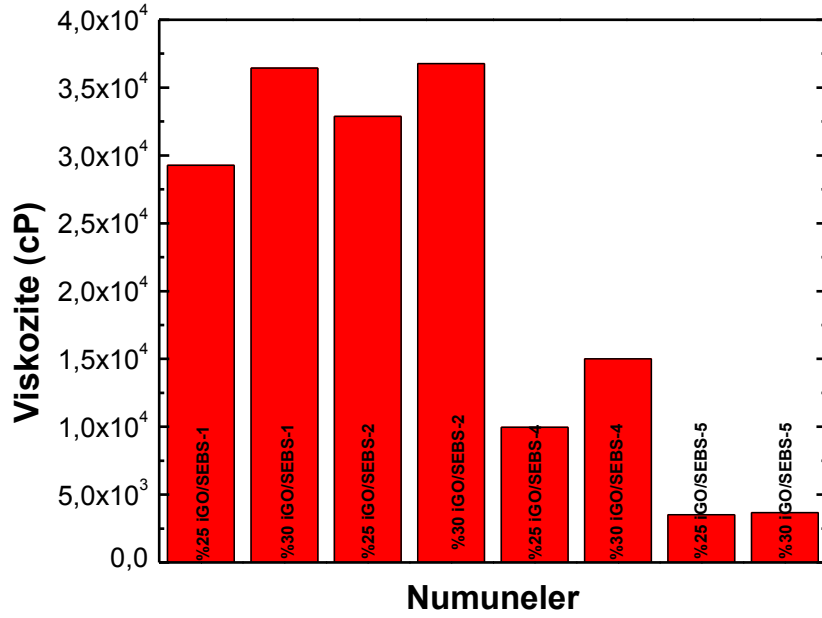
**Şekil 4.101.** Kumaş-2'ye ait SEM görüntüsü

Yapılan testler sonunda elde edilen sonuçlar özetlenecek olursa:

- Mekanik çevrimsel uzama sonucu meydana gelen deformasyon, çevrim sayısının artması ile artmaktadır.
- Kumaş-2 hem yapısal hem de çevrimsel mekanik özellikleri açısından bu proje için en uygun kumaş olarak belirlenmiştir.

#### **4.5.2 Optimum Mekanik ve Elektriksel Özellik Gösteren İletken SEBS Kompozitlerin Çözelti Formlarının Viskozite Değerlerinin Rotasyonel Viskozimetre ile Saptanması**

Hazırlanan karışımın viskozitesi, Brookfield DV2T marka viskozimetre ile 100 rpm hızında, 7 numaralı spindel ile belirlenmiştir.



**Şekil 4.102.** İletken özellikteki kompozitlerin çözelti formundaki viskozite değerleri

Şekil 4.102’de farklı numunelere ait viskozite değerleri verilmektedir. Viskozite akışa karşı gösterilen dirençtir. Akışkanlığın artması, viskozitenin azalması; akışkanlığın azalması ise viskozitenin artması demektir. Tüm polimerlerde iGO konsantrasyonunun artması ile viskozite artmaktadır. Bunun sebebi, iGO’nun katı ve sert bir malzeme olmasından kaynaklanmaktadır. Akışkan olan polimer çözeltisinin akışkanlığı katı madde miktarının artması ile azalmaktadır. SEBS-1 ve SEBS-2 kıyaslandığında moleküler ağırlığı yüksek olan SEBS-2 polimerinin her iki dolgu maddesi konsantrasyonunda da daha yüksek bir viskozite değerine sahip olduğu görülmektedir. Bunun sebebi yüksek moleküler ağırlığa sahip olan polimerlerin daha uzun olan moleküler zincirlere sahip olması, makromoleküllerin dolaşıklığının (entanglement) artması ve akışkanlığın azalmasıdır. SEBS-4 ve SEBS-5 polimerleri ile hazırlanan çözeltilerin viskozitelerinin düşük olmasının sebebi yapılarında bulundurdıkları plastikleştiricilerdir. Plastikleştiriciler polimerlerin amorf bölgelerine girerek, birim hacimdeki dolaşıklığı azaltmakta, serbest hacmi artırmakta, polimerin  $T_g$ ’sini düşürmekte ve verilen bir sıcaklıkta akışkanlığını artırmakta, viskozitesini düşürmektedir (Vlachopoulos ve Polychronopoulos, 2011). SEBS-4 ve SEBS-5 polimerleriyle elde edilen çözeltiler kıyaslandığında SEBS-4 içeren numunelerin daha yüksek bir viskoziteye sahip olduğu görülmektedir. Bunun sebebi SEBS-4’ün daha yüksek moleküler ağırlığa sahip olmasından kaynaklanmaktadır.

Yapılan testler sonunda elde edilen sonuçlar özetlenecek olursa:

-Dolgu maddesi miktarının artması akışkanlığın azalmasına, viskozitenin artmasına sebep olmaktadır.

-Moleküler ağırlığın artması, akışkanlığın azalmasına, viskozitenin artmasına sebep olmaktadır.

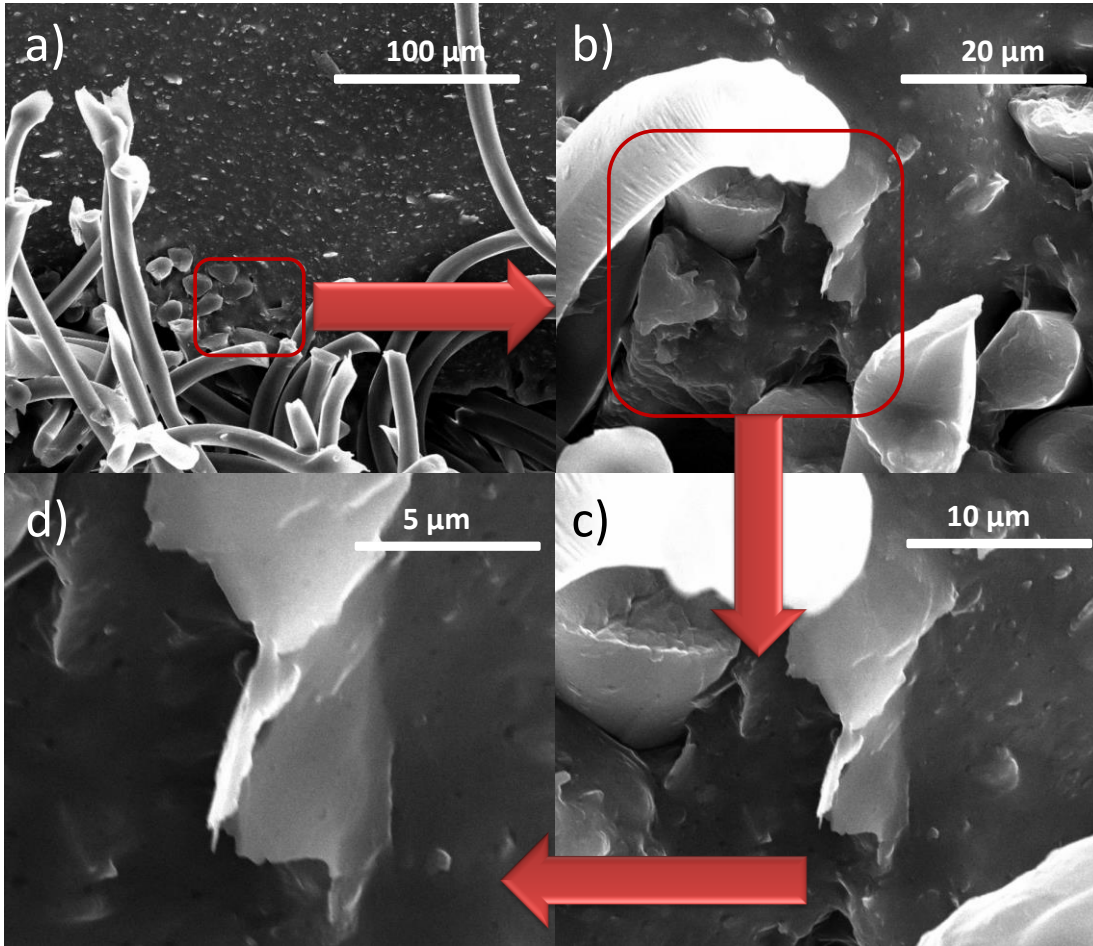
-Plastikleştici malzeme kullanılması akışkanlığın artmasına, viskozitenin azalmasına sebep olmaktadır.

-Elde edilen sonuçlar doğrultusunda hazırlanan numunelerin kumaş üzerine kaplanmaya uygun olduğu sonucuna varılmıştır.

-Bir önceki adımda basınç ve uzama etkisinde anlamlı sonuçlar veren %30 iGO/SEBS-1 karışımına ait çözeltinin kumaş üzerine kaplama yöntemi ile aktarılması uygun bulunmuştur.

#### 4.5.3 Tekstil Sensörlerinin Morfolojik Analizi

iGO dolgu maddelerinin SEBS-1 matrisi içindeki dağılımını, arayüzey özelliklerini, iGO dolgu maddelerinin birbiri ile olan etkileşimini, kompozit malzemenin kumaşa olan adezyonunu incelemek amacıyla SEM analizi yapılmıştır. Şekil 4.103'de %30 iGO/SEBS kompozitlerinin kumaş yüzeyine kaplanması ile elde edilmiş sensörün farklı büyütme oranlarında enine kesiti görülmektedir.



**Şekil 4.103.** %30 iGO/SEBS-1 ile kaplanan tekstil sensörünün ait SEM görüntüleri a) 1000x b) 5000x c) 10000x d) 20000x

Şekil 4.103 a kaplamanın etkinliği ve iGO'nun SEBS-1 içinde dağılması amacıyla düşük büyütmede alınmıştır. Görüldüğü gibi, iGO homojen bir şekilde, belirli bir yönde oryantasyon göstermeden dağıtılmıştır. Şekil 4.103 b ve c ise kumaş ve kaplama ile lif ara yüzeyini görebilmek amacıyla daha yüksek büyütmede alınmıştır. Bu görüntülerde de net bir şekilde görüldüğü gibi, kaplama ile kumaş arasında etkin bir kaplama gerçekleştirilmiştir. Ayrıca iGO dolgularının birbirleri ile temas ettiği ve iletken bir yapının oluşturulduğu da net bir şekilde görülmektedir. Şekil 4.103 d ise, 20000x'de elde edilmiş ve iGO plakalarının net bir şekilde görülmesini sağlamıştır. Bu plakalar polimer ile iyi bir ara yüzey sergilemektedir.

Özetlemek gerekirse ürettiğimiz sensörler morfolojik açıdan filmlerde elde ettiğimiz özellikleri sergilemişlerdir.

#### **4.5.4 Tekstil Sensörlerinin Elektro-Mekanik Karakterizasyonu**

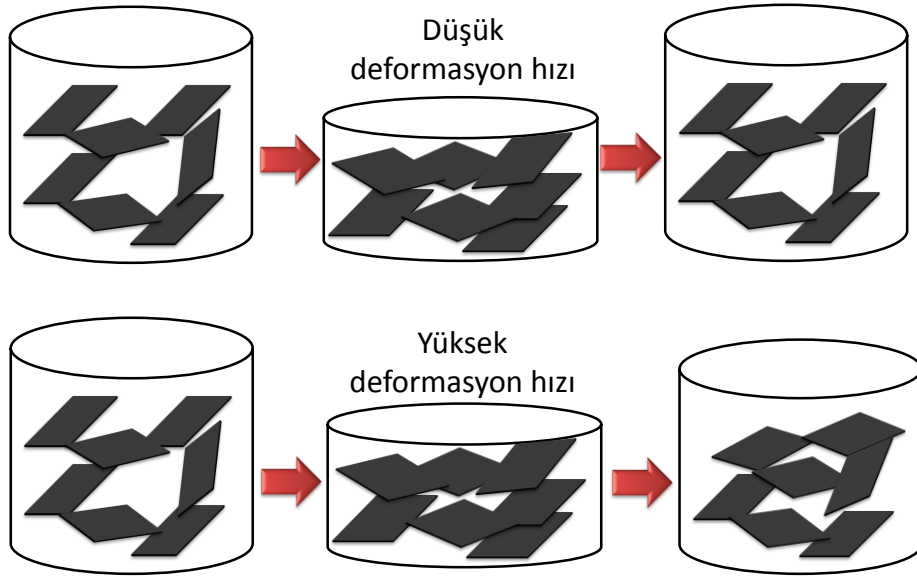
Projenin bu adımında elektriksel, mekanik ve morfolojik olarak en uygun olan malzeme olarak belirlenen %30 iGO/SEBS kompoziti ile kaplanan kumaşa ait piezorezistif davranış incelenmiştir. Tekstil sensörleri hem basma hem de uzama etkisi altında farklı deformasyon oranları ve hızlarında karakterize edilmiştir.

##### **4.5.4.1 iGO/SEBS-1 Kaplanmış Tekstil Sensörlerinin Basınç Etkisi Altındaki Piezorezistif Davranışı**

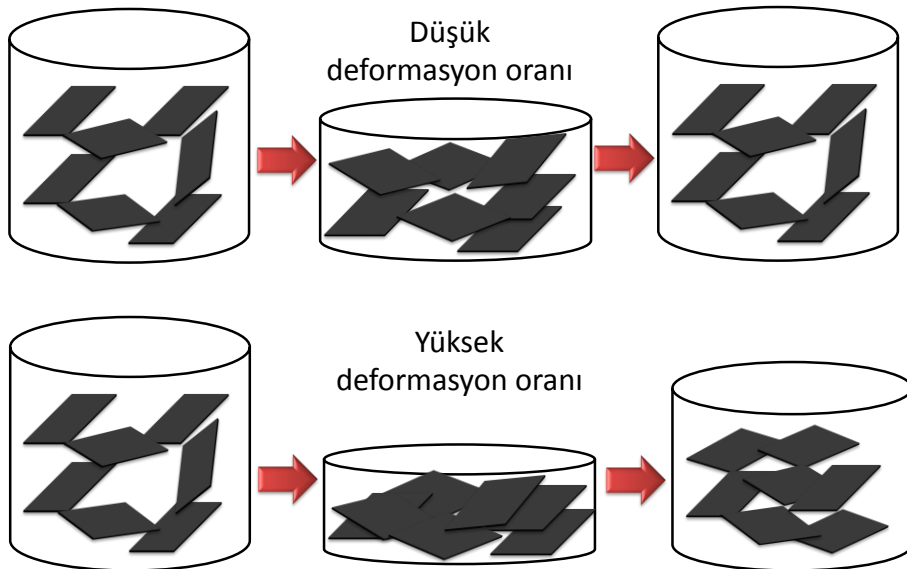
Verilen grafiklerde aynen kompozit filmlerdeki gibidir. Şekil 4.106-117 a dirençte meydana gelen değişimi 50 çevrim için göstermektedir. Bu grafiği kullanmaktaki amacımız çevrim stabilitesini ve tekrar edilebilirliği gözlemektir. Şekil 4.106-117 b'deki grafikte aynı grafiğin 10 çevrimi verilmektedir. Bu grafiği vermemizin amacı ise çevrim karakterinin daha net bir şekilde anlaşılmasıdır. Şekil 4.106-117 c'deki grafik normalize edilmiş direnç ( $R/R_0$ ) grafiğine ait çevrimsel stabiliteyi göstermek amacıyla; Şekil 4.106-117 d'ise ilk 10 çevrime ait normalize edilmiş direnç verileri görülmektedir. Bu iki grafik bağlı olarak ilk direnç ( $R_0$ ) değerine göre ne kadarlık bir değişim meydana geldiğini göstermektedir. Bir başka deyişle, sensör hassasiyetini belirlemektedir.

Şekil 3.16'da verilen sensörler (Bakınız: GEREÇ ve YÖNTEM) ilk olarak uygulanan deformasyon oranının ve hızının piezorezistif karaktere olan etkisini anlayabilmek için, %10, 20, 30 ve 40 deformasyon oranında 20, 50 ve 100 mm/dk'lık hızlarda test edilmiştir. Şekil 4.106-117 a-d'de %10 deformasyon altında 20, 50 ve 100 mm/dk hızda elde edilen piezorezistif davranış incelenmiştir. Şekillerden de açık bir şekilde görüldüğü tüm koşullarda malzeme negatif piezorezistans göstermiştir. Sabit deformasyon oranında hızın artması, sensör hassasiyetini azaltmaktadır. Bunun sebebi Şekil 4.104'de açıklandığı gibi, yüksek hızlarda malzemenin eski haline dönmesi daha geç olduğu için, iGO oryantasyonu tam olarak

orijinal hallerine gelememektedir. Bu yüzden  $R/R_0$  oranı yani dirençte meydana gelen değişim azalmaktadır. Bu durum %10, 20, 30 ve 40 deformasyon oranlarında da gözlenmiştir.  $R/R_0$  oranları ve bu değerlere ait değişimler Tablo 4.31'de verilmektedir. Tablodan da açık bir şekilde görüldüğü gibi, % deformasyon oranı arttıkça dirençte meydana gelen değişim de artmaktadır. Bu sonuç literatürde karşımıza çıkan bir durumdur. Şekil 4.105'de de görüldüğü gibi, yüksek deformasyon oranında dolgu maddeleri daha yakınlaşmakta, iletken ağ yoğunluğu artmakta, dolgu maddeleri arasındaki mesafe azalmakta, bu durumda temas direnci azalmakta ve iletkenlik artmaktadır (Toprakci, 2012; Toprakci vd., 2013).



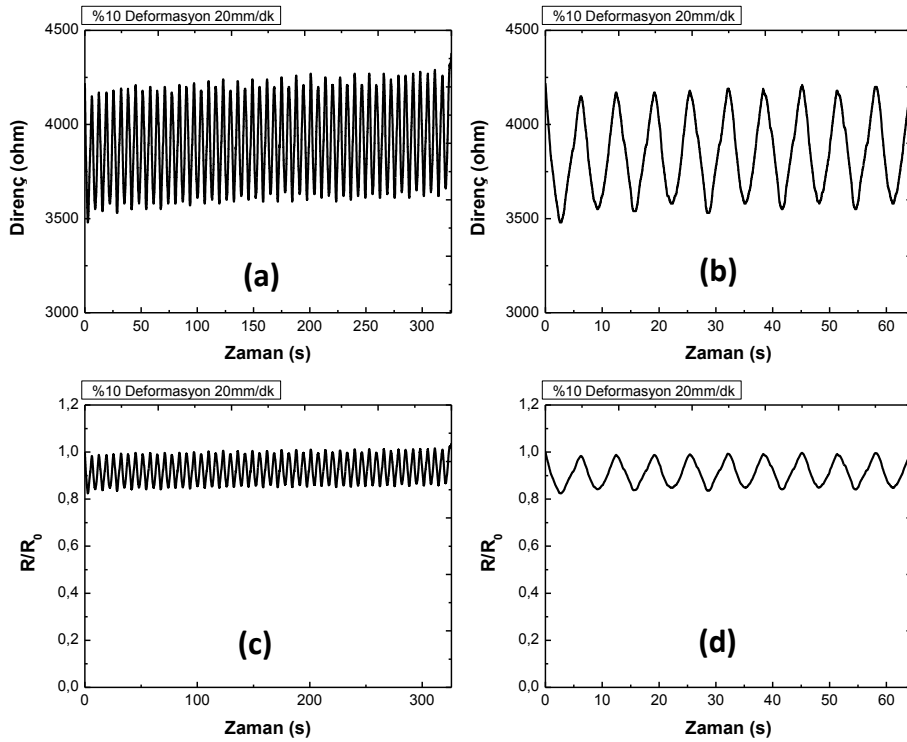
**Şekil 4.104.** Deformasyon hızının  $R/R_0$  oranına olan etki mekanizması



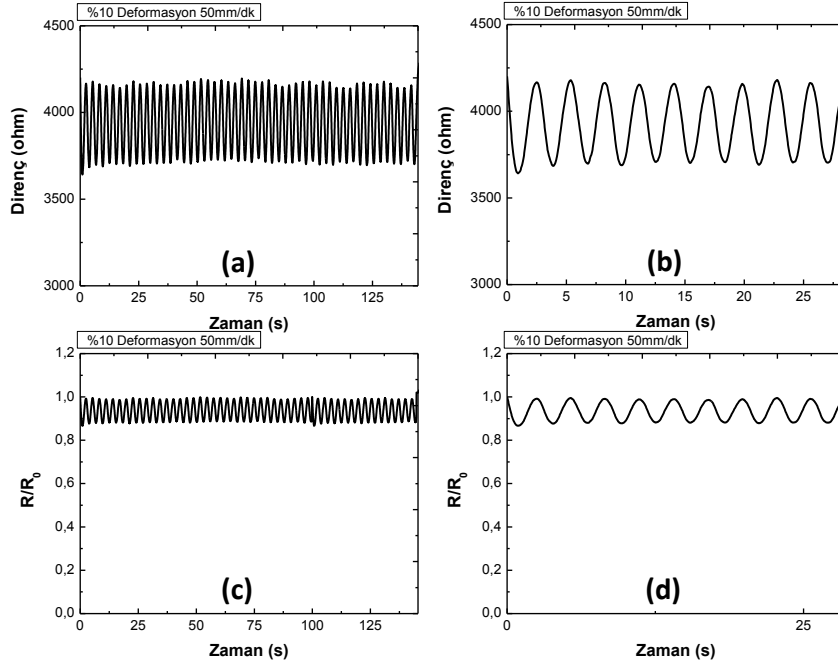
**Şekil 4.105.** Deformasyon oranının  $R/R_0$  oranına olan etki mekanizması

**Tablo 4.31.** Tekstil sensörünün farklı deformasyon oranı ve hızlarındaki basınç altında  $R/R_0$  ve GF değerleri

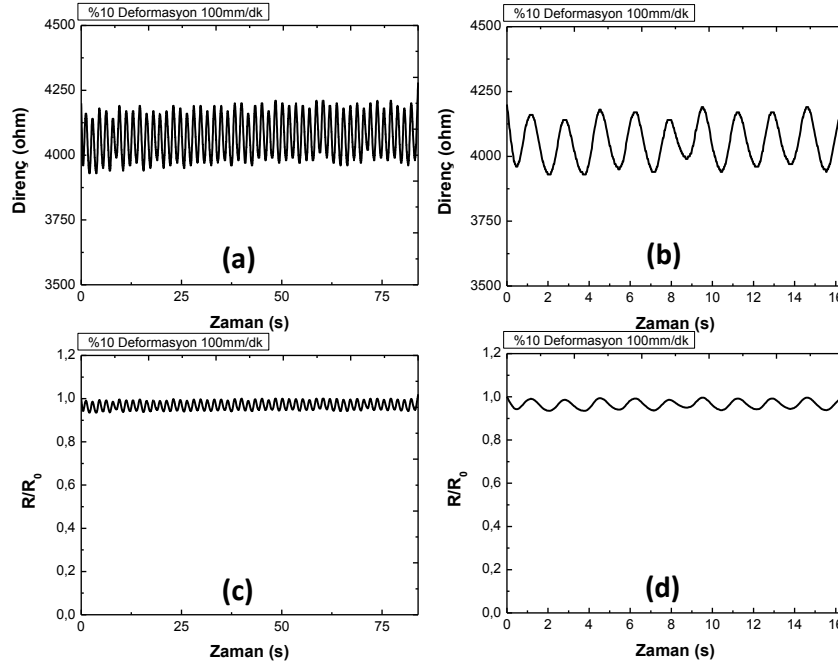
Hız	% Deformasyon Oranına Bağlı $R/R_0$ Oranları			
	% 20	% 30	%40	% 50
20 mm/dk	1-0.82 ( $\Delta=0.18$ ) GF=-1.76	1-0.75 ( $\Delta=0.25$ ) GF=-1.27	1-0.65 ( $\Delta=0.35$ ) GF=-1.17	1-0.60 ( $\Delta=0.40$ ) GF=-1.00
50 mm/dk	1-0.92 ( $\Delta=0.08$ ) GF=-1.071	1-0.79 ( $\Delta=0.21$ ) GF=-1.13	1-0.70 ( $\Delta=0.30$ ) GF=-0.98	1-0.62 ( $\Delta=0.38$ ) GF=-0.91
100 mm/dk	1-0.95 ( $\Delta=0.05$ ) GF=-0.71	1-0.82 ( $\Delta=0.18$ ) GF=-0.86	1-0.75 ( $\Delta=0.25$ ) GF=-0.82	1-0.70 ( $\Delta=0.30$ ) GF=-0.79



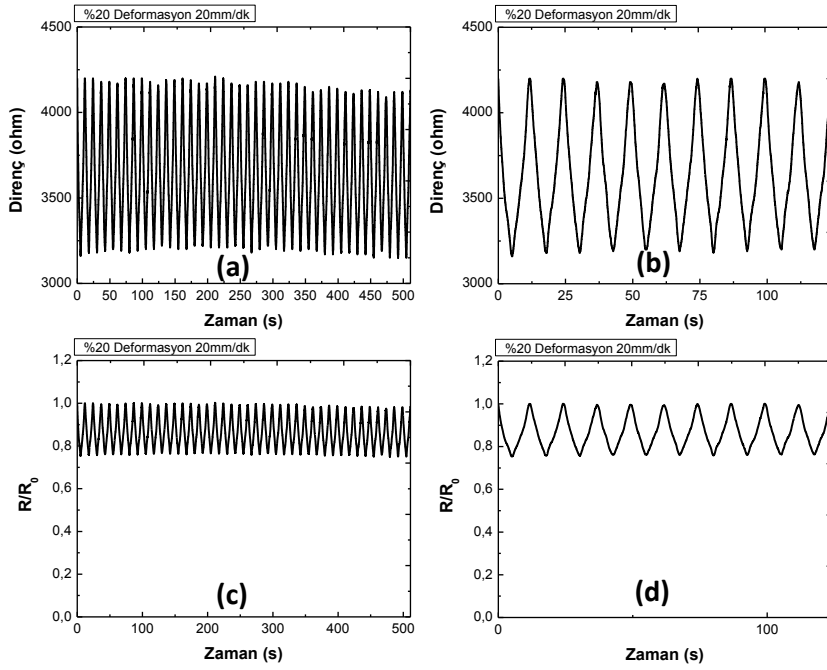
**Şekil 4.106.** %30 iGO/SEBS-1 ile kaplanan tekstil sensörünün 20 mm/dk hızında %10 deformasyon oranında a) 50 çevrimdeki direnç değişimi b) 10 çevrimdeki direnç değişimi c) 50 çevrimdeki  $R/R_0$ 'da meydana gelen değişim d) 10 çevrimdeki  $R/R_0$ 'da meydana gelen değişim



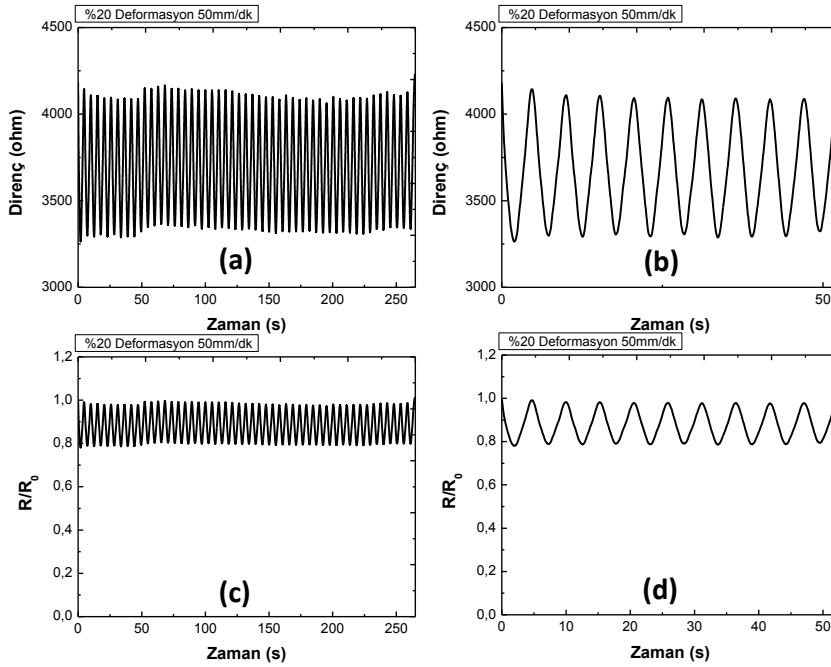
**Şekil 4.107.** %30 iGO/SEBS-1 ile kaplanan tekstil sensörünün 50 mm/dk hızında %10 deformasyon oranında a) 50 çevrimdeki direnç değişimi b) 10 çevrimdeki direnç değişimi c) 50 çevrimdeki  $R/R_0$ 'da meydana gelen değişim d) 10 çevrimdeki  $R/R_0$ 'da meydana gelen değişim



**Şekil 4.108.** %30 iGO/SEBS-1 ile kaplanan tekstil sensörünün 100 mm/dk hızında %10 deformasyon oranında a) 50 çevrimdeki direnç değişimi b) 10 çevrimdeki direnç değişimi c) 50 çevrimdeki  $R/R_0$ 'da meydana gelen değişim d) 10 çevrimdeki  $R/R_0$ 'da meydana gelen değişim

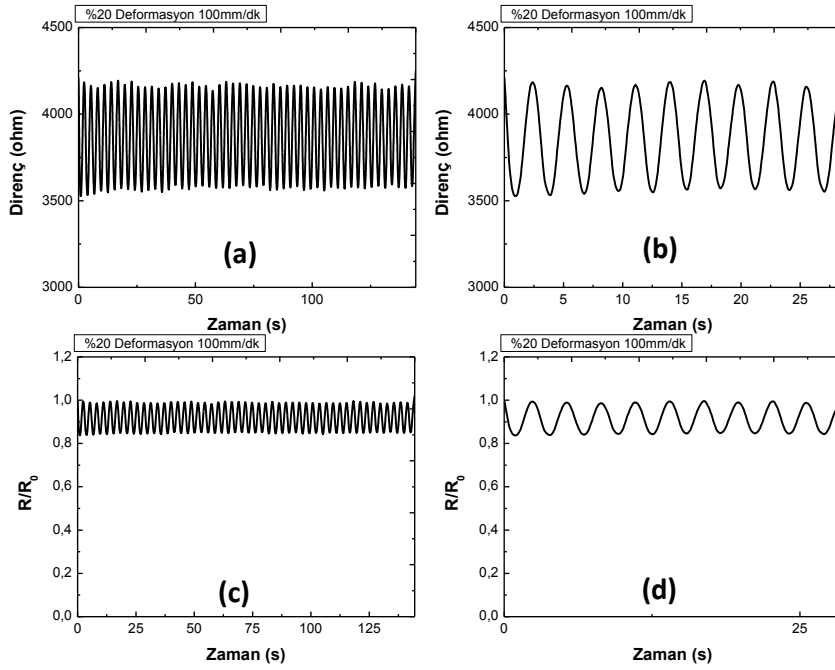


**Şekil 4.109.** %30 iGO/SEBS-1 ile kaplanan tekstil sensörünün 20 mm/dk hızında %20 deformasyon oranında a) 50 çevrimdeki direnç değişimi b) 10 çevrimdeki direnç değişimi c) 50 çevrimdeki  $R/R_0$ 'da meydana gelen değişim d) 10 çevrimdeki  $R/R_0$ 'da meydana gelen değişim

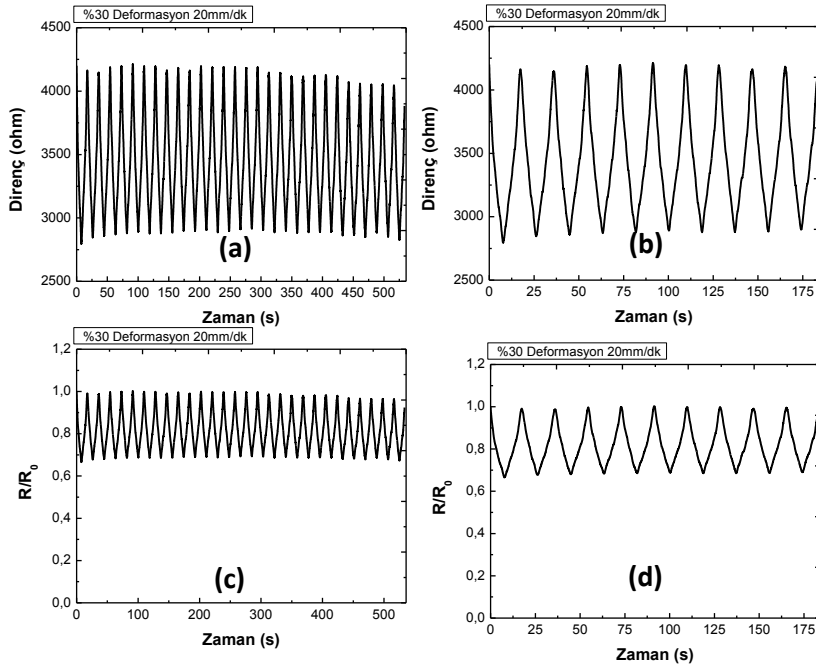


**Şekil 4.110.** %30 iGO/SEBS-1 ile kaplanan tekstil sensörünün 50 mm/dk hızında %20 deformasyon oranında a) 50 çevrimdeki direnç değişimi b) 10 çevrimdeki direnç değişimi c) 50 çevrimdeki  $R/R_0$ 'da meydana gelen değişim d) 10 çevrimdeki  $R/R_0$ 'da meydana gelen değişim

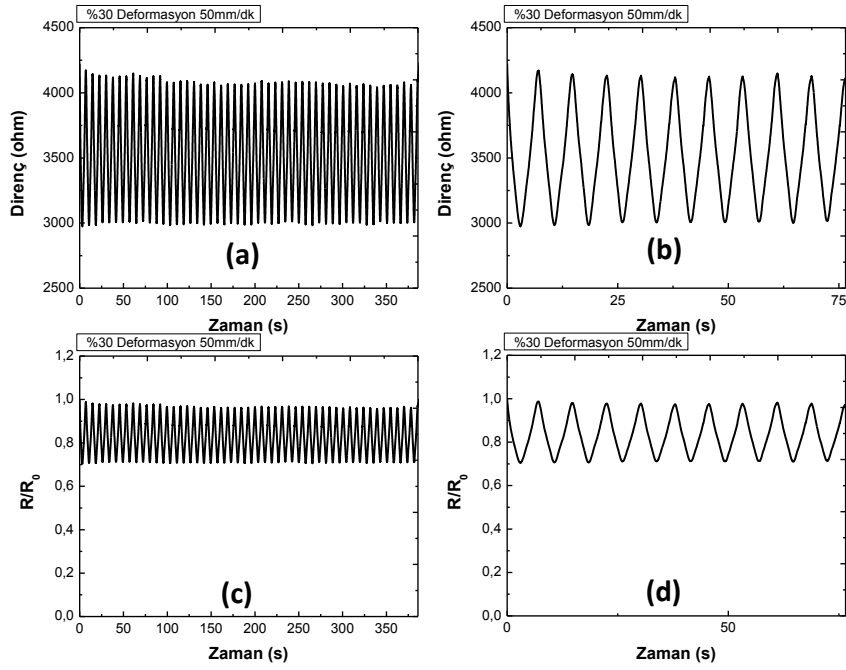




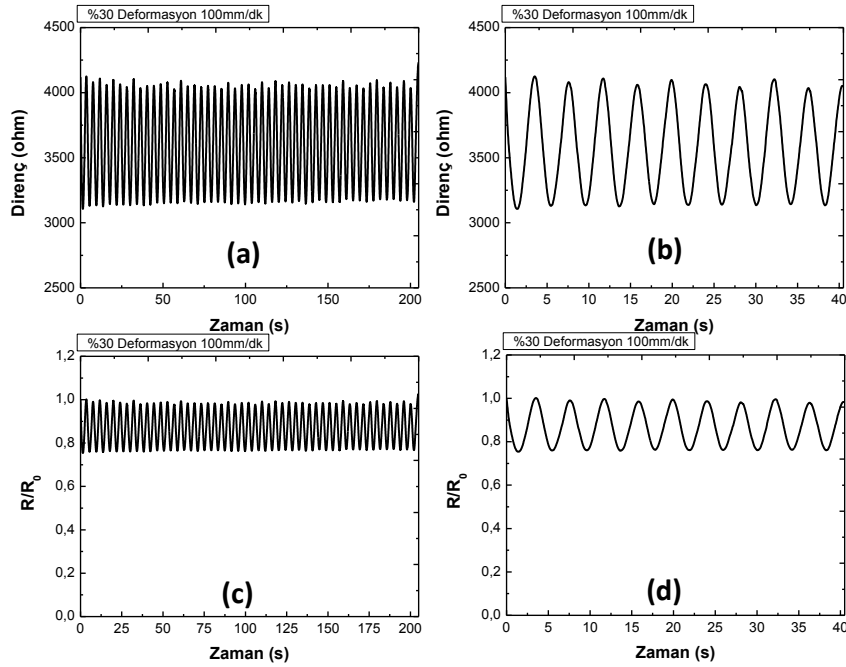
**Şekil 4.111.** %30 iGO/SEBS-1 ile kaplanan tekstil sensörünün 100 mm/dk hızında %20 deformasyon oranında a) 50 çevrimdeki direnç değişimi b) 10 çevrimdeki direnç değişimi c) 50 çevrimdeki  $R/R_0$ 'da meydana gelen değişim d) 10 çevrimdeki  $R/R_0$ 'da meydana gelen değişim



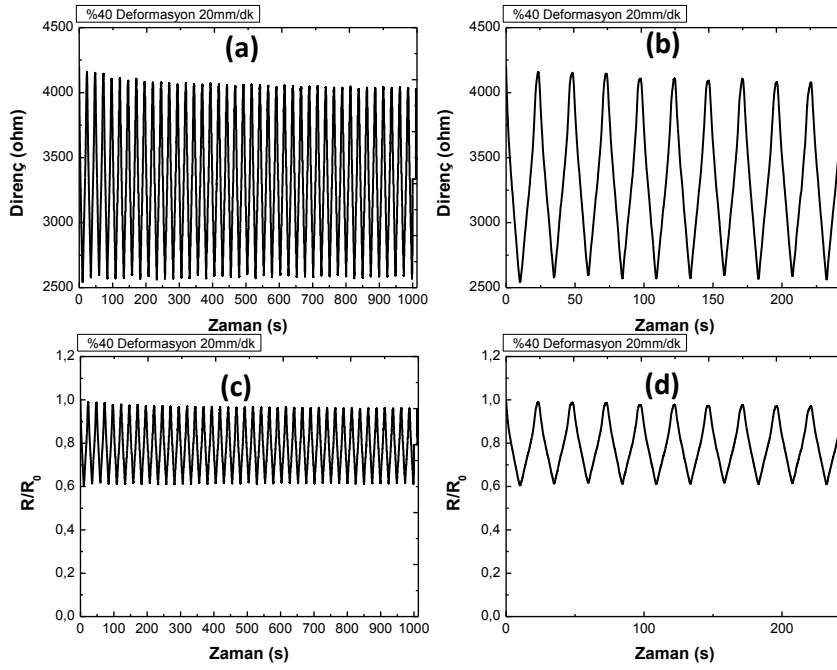
**Şekil 4.112.** %30 iGO/SEBS-1 ile kaplanan tekstil sensörünün 20 mm/dk hızında %30 deformasyon oranında a) 50 çevrimdeki direnç değişimi b) 10 çevrimdeki direnç değişimi c) 50 çevrimdeki  $R/R_0$ 'da meydana gelen değişim d) 10 çevrimdeki  $R/R_0$ 'da meydana gelen değişim



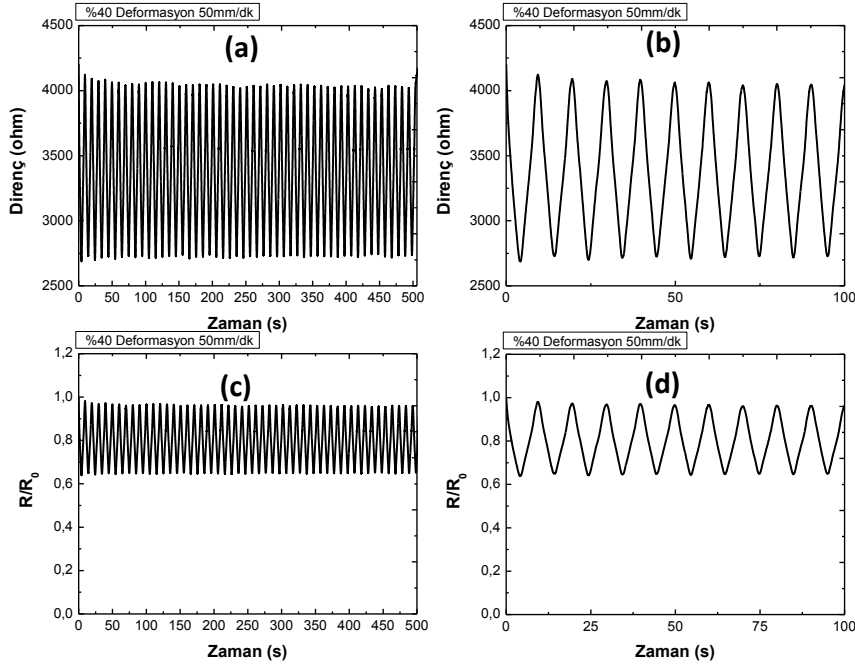
**Şekil 4.113.** %30 iGO/SEBS-1 ile kaplanan tekstil sensörünün 50 mm/dk hızında %30 deformasyon oranında a) 50 çevrimdeki direnç değişimi b) 10 çevrimdeki direnç değişimi c) 50 çevrimdeki  $R/R_0$ 'da meydana gelen değişim d) 10 çevrimdeki  $R/R_0$ 'da meydana gelen değişim



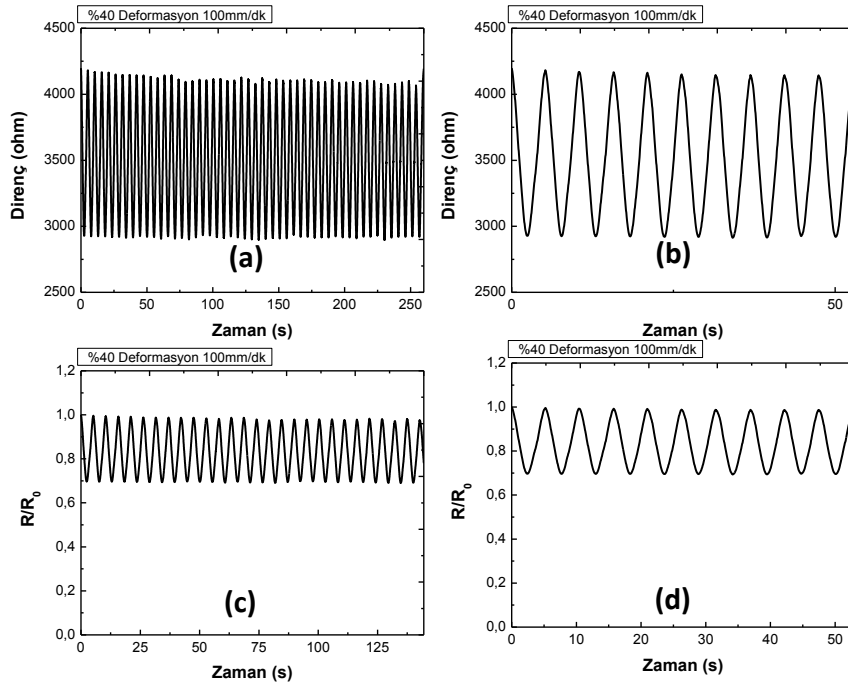
**Şekil 4.114.** %30 iGO/SEBS-1 ile kaplanan tekstil sensörünün 100 mm/dk hızında %30 deformasyon oranında a) 50 çevrimdeki direnç değişimi b) 10 çevrimdeki direnç değişimi c) 50 çevrimdeki  $R/R_0$ 'da meydana gelen değişim d) 10 çevrimdeki  $R/R_0$ 'da meydana gelen değişim



**Şekil 4.115.** %30 iGO/SEBS-1 ile kaplanan tekstil sensörünün 20 mm/dk hızında %40 deformasyon oranında a) 50 çevrimdeki direnç değişimi b) 10 çevrimdeki direnç değişimi c) 50 çevrimdeki  $R/R_0$ 'da meydana gelen değişim d) 10 çevrimdeki  $R/R_0$ 'da meydana gelen değişim



**Şekil 4.116.** %30 iGO/SEBS-1 ile kaplanan tekstil sensörünün 50 mm/dk hızında %40 deformasyon oranında a) 50 çevrimdeki direnç değişimi b) 10 çevrimdeki direnç değişimi c) 50 çevrimdeki  $R/R_0$ 'da meydana gelen değişim d) 10 çevrimdeki  $R/R_0$ 'da meydana gelen değişim



**Şekil 4.117.** %30 iGO/SEBS-1 ile kaplanan tekstil sensörünün 100 mm/dk hızında %40 deformasyon oranında a) 50 çevrimdeki direnç değişimi b) 10 çevrimdeki direnç değişimi c) 50 çevrimdeki  $R/R_0$ 'da meydana gelen değişim d) 10 çevrimdeki  $R/R_0$ 'da meydana gelen değişim

#### 4.5.4.2 iGO/SEBS-1 Kaplanmış Tekstil Sensörlerinin Uzama Etkisi Altındaki Piezorezistif Davranışı

%30 iGO/SEBS-1 kompozitlerinin farklı uzama oranlarında ve hızlarda piezorezistif özellikleri incelenmiş ve Şekil 4.118-128'de verilmektedir. Şekil 3.15'de verilen sensörler (Bakınız: GEREÇ ve YÖNTEM) ilk olarak uygulanan deformasyon oranının ve hızının piezorezistif karaktere olan etkisini anlayabilmek için, %5, 10, 15 ve 20 deformasyon oranında 20, 50 ve 100 mm/dk'lık hızlarda test edilmiştir. Şekil 4.118-128'de %5 deformasyon altında 20, 50 ve 100 mm/dk hızda elde edilen piezorezistif davranış incelenmiştir. Kompozit filmlerin aksine pozitif piezorezistans göstermiştir. Bu tekstil sensörlerinde literatürde sıkça karşımıza çıkan bir durumdur (Gibbs ve Asada, 2005; Loriga vd., 2005; Paradiso vd., 2005; Pacelli vd., 2006; Paradiso ve De Rossi, 2006; Tesconi vd., 2006; Cochrane vd., 2007; Mattmann vd., 2007; Mattmann vd., 2008).

Kaplanmış kumaşlarda pozitif piezorezistans gözlenmesinin sebebi, kaplama tabakasının hareketinin kumaş tarafından sınırlandırılmasıdır. Kullandığımız kumaş yüksek oranda spandex içeren poliamid esaslı örme bir kumaştır ve kumaş özelliklerinin analizinde verildiği gibi çevrimsel davranış açısından kompozit filmlere en yakın özelliği sergilemiştir. Fakat yapısında bulunan poliamid rezilyansı, yani eski haline dönebilme yeteneği TPE'ler kadar

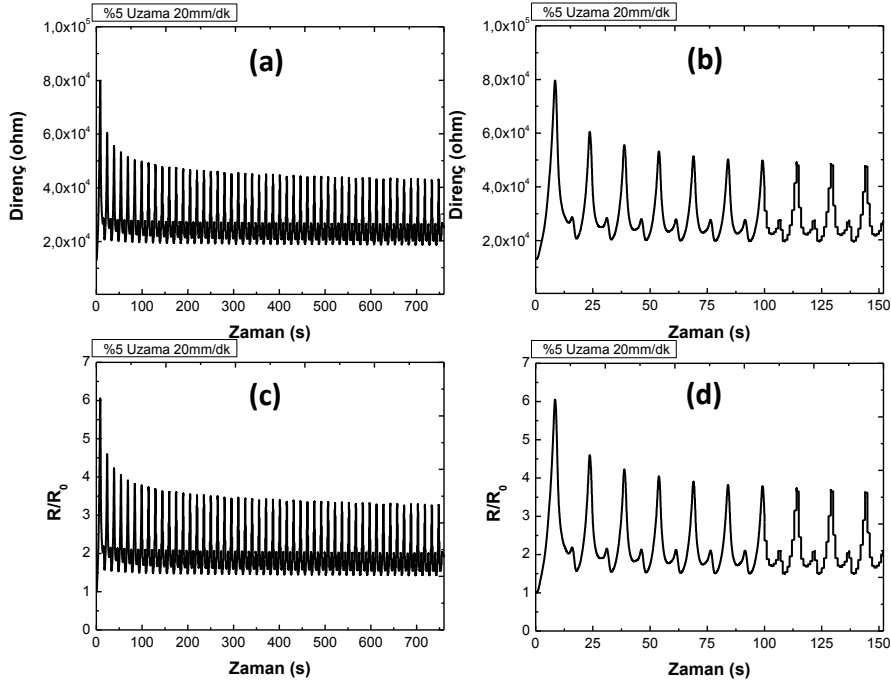
yüksek olmayan bir malzemedir. Ayrıca kaplanmış kumaşın SEM görüntülerinden de görüldüğü gibi, kaplama kumaşın içine doğru ilerlemiştir. Kumaş ve kaplama arasında sağlam bir arayüzey oluşmuştur. Kumaş, kaplama kadar esnek olmadığı için kumaş üzerindeki gerilim kaplamaya transfer edilmiş ve dolgu maddeleri serbest hareket edememiş ve birbirlerine yaklaşacak şekilde oryante olamamışlardır. (Plaka şeklindeki dolgu maddelerinde dolgu maddesinin oryantasyonu pozitif piezorezistans için en önemli faktördür.) Yani kumaş iGO'ların iletkenliği artıracak şekilde oryante olmalarını engellemiştir. Bu yüzden uzama etkisi altında birbirlerinden ayrılmışlar ve elektriksel direnç artmış, pozitif piezorezistans bir davranış gözlenmiştir.

Şekil 4.118-128'den de görüldüğü gibi, sabit deformasyon oranında hızın artması, sensör hassasiyetini azaltmaktadır. Bunun sebebi, yüksek hızlarda malzemenin eski haline dönmesi daha geç olduğu için ve kumaşın uzama etkisi altında rezilyansı çok iyi olmadığı için, histeriz meydana gelmektedir. Bu sebepler yüzden R/R<sub>0</sub> oranı yani dirençte meydana gelen değişim azalmaktadır. Bu durum %5, 10, 15 ve 20 deformasyon oranlarında da gözlenmiştir. R/R<sub>0</sub> oranları ve bu değerlere ait değişimler Tablo 4.32'de verilmektedir. Tablodan da açık bir şekilde görüldüğü gibi, % deformasyon oranı arttıkça dirençte meydana gelen değişim de artmaktadır. Bu sonuç literatürde karşımıza çıkan bir durumdur. Şekil 4.105'de de görüldüğü gibi, yüksek deformasyon oranında dolgu maddeleri birbirlerinden uzaklaşmakta, iletkenlik azalmakta, direnç artmaktadır (Toprakci, 2012; Toprakci vd., 2013).

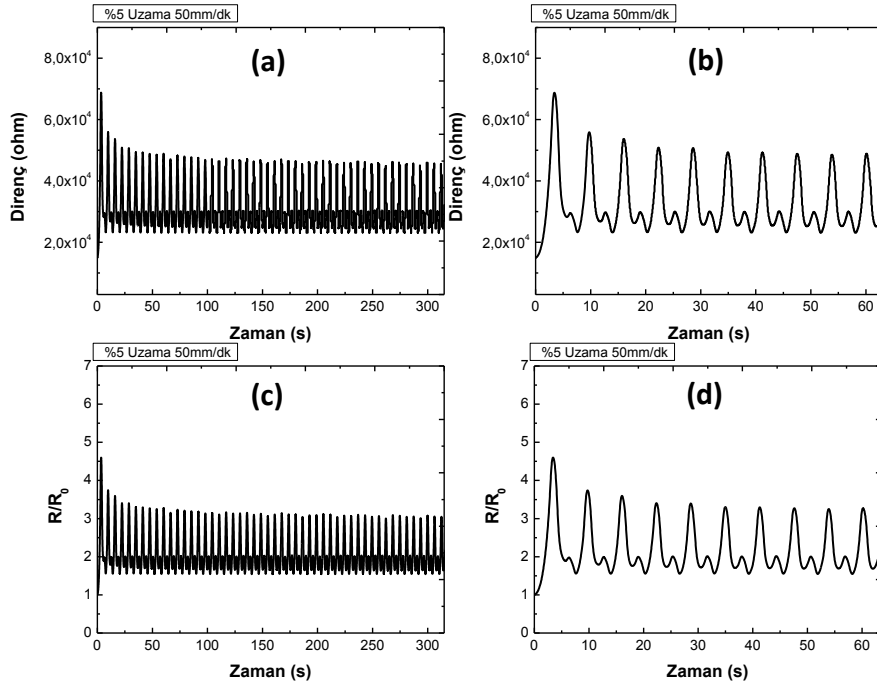
Uzama sensörlerinde gözlenen bir diğer özellik de çevrimsel stabilitenin elde edilmesi için uzama oranına ve uzama hızına bağlı olarak belirli çevrimin gerçekleşmesi gerekmektedir. Tablo 4.32'de verildiği gibi, ilk çevrimdeki R/R<sub>0</sub> oranı ile stabil hale geçtikten sonraki R/R<sub>0</sub> oranında farklılıklar vardır. Bu durum da yine kumaşın rezilyans özelliklerinden kaynaklanmaktadır. Bu durum literatürde karşımıza çıkmaktadır (Toprakci, 2012; Toprakci vd., 2013).

**Tablo 4.32.** Tekstil sensörünün farklı deformasyon oranı ve hızlarındaki uzama altında R/R<sub>0</sub> ve GF değerleri

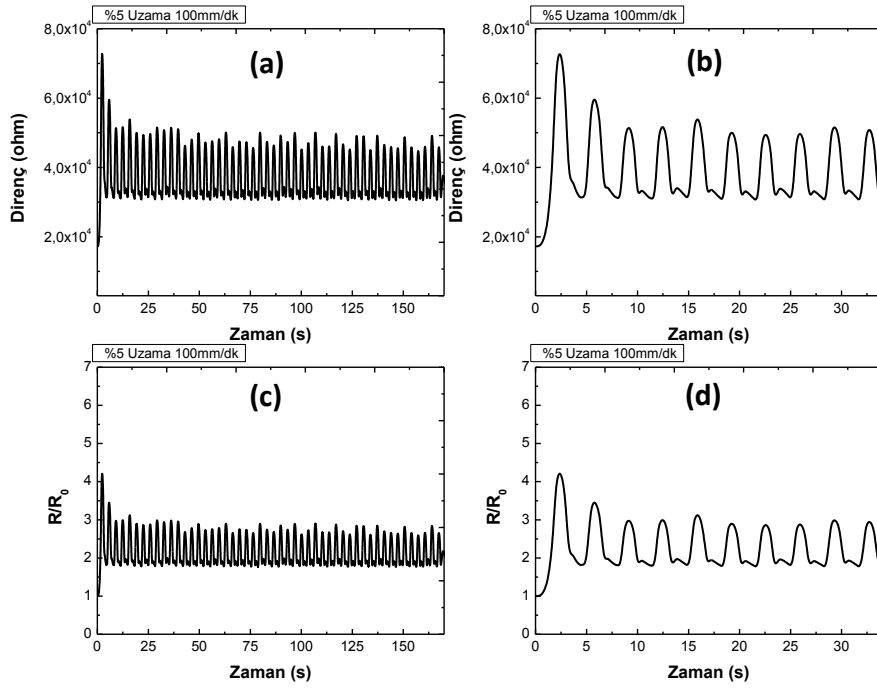
Hız	% Deformasyon Oranına Bağlı R/R <sub>0</sub> Oranları			
	% 5	% 10	% 15	% 20
<b>20 mm/dk</b>	İlk çevrimdeki $\Delta=6$ Stabil olduğu değer =4 GF= 113.3	İlk çevrimdeki $\Delta=25$ Stabil olduğu değer $\Delta= 12.5$ GF=240	İlk çevrimdeki $\Delta=65$ Stabil olduğu değer = 40 GF= 426.6	İlk çevrimdeki $\Delta= 65$ Stabil olduğu değer $\Delta=62$ GF= 328.3
<b>50 mm/dk</b>	İlk çevrimdeki $\Delta=4.5$ Stabil olduğu değer $\Delta=3.5$ GF=73.3	İlk çevrimdeki $\Delta= 12.5$ Stabil olduğu değer $\Delta = 7.5$ GF=109,3	İlk çevrimdeki $\Delta=50$ Stabil olduğu değer $\Delta=30$ GF=318.1	İlk çevrimdeki $\Delta=60$ Stabil olduğu değer $\Delta = 60$ GF= 301.25
<b>100 mm/dk</b>	İlk çevrimdeki $\Delta=4$ Stabil olduğu değer $\Delta = 3$ GF= 57.7	İlk çevrimdeki $\Delta= 12.5$ Stabil olduğu değer $\Delta = 7.5$ GF= 121.25	İlk çevrimdeki $\Delta=40$ Stabil olduğu değer $\Delta =30$ GF=253.3	



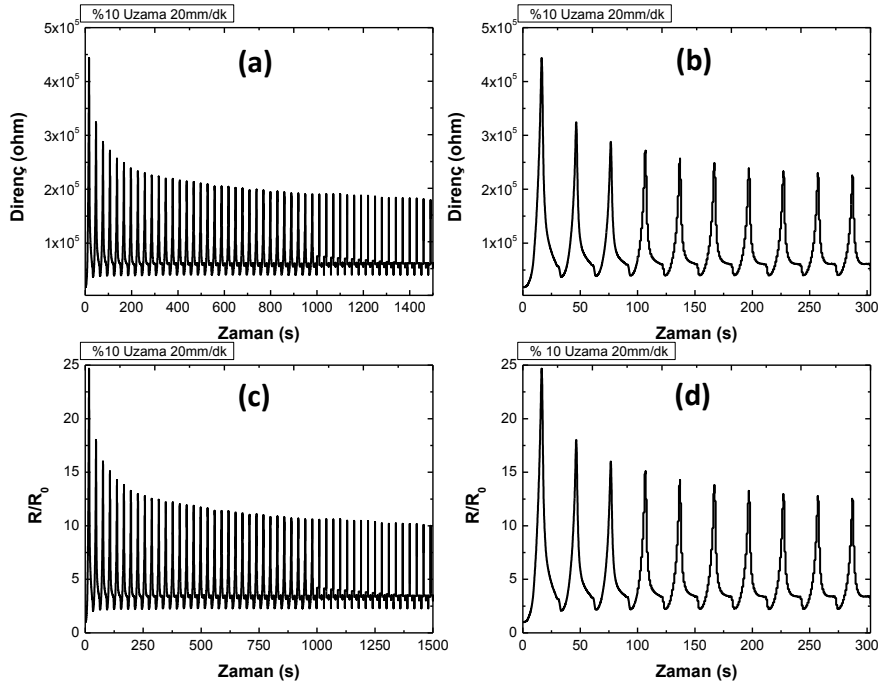
**Şekil 4.118.** %30 iGO/SEBS-1 ile kaplanan tekstil sensörünün 20 mm/dk hızında %5 deformasyon oranında a) 50 çevrimdeki direnç değişimi b) 10 çevrimdeki direnç değişimi c) 50 çevrimdeki  $R/R_0$ 'da meydana gelen değişim d) 10 çevrimdeki  $R/R_0$ 'da meydana gelen değişim



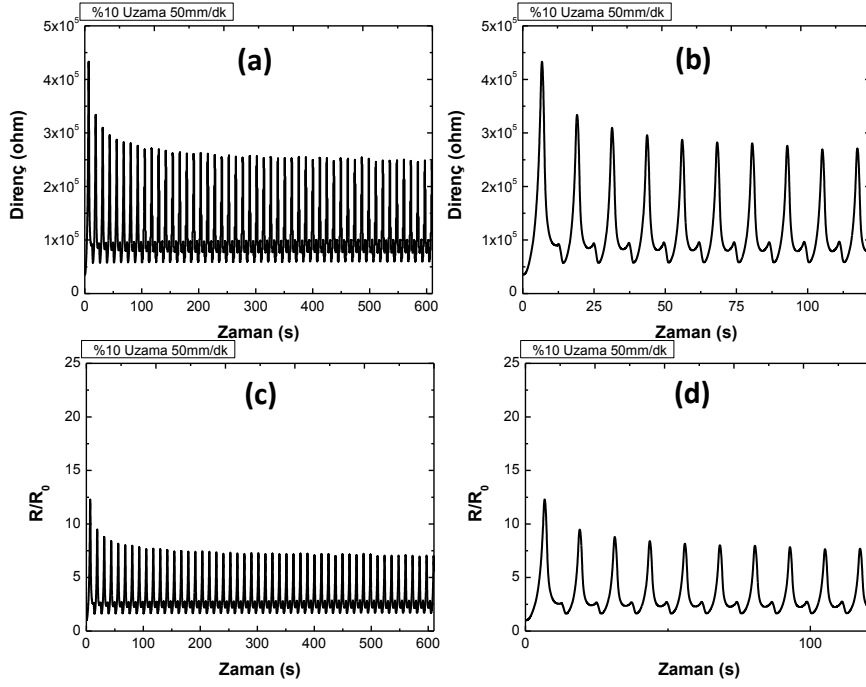
**Şekil 4.119.** %30 iGO/SEBS-1 ile kaplanan tekstil sensörünün 50 mm/dk hızında %5 deformasyon oranında a) 50 çevrimdeki direnç değişimi b) 10 çevrimdeki direnç değişimi c) 50 çevrimdeki  $R/R_0$ 'da meydana gelen değişim d) 10 çevrimdeki  $R/R_0$ 'da meydana gelen değişim



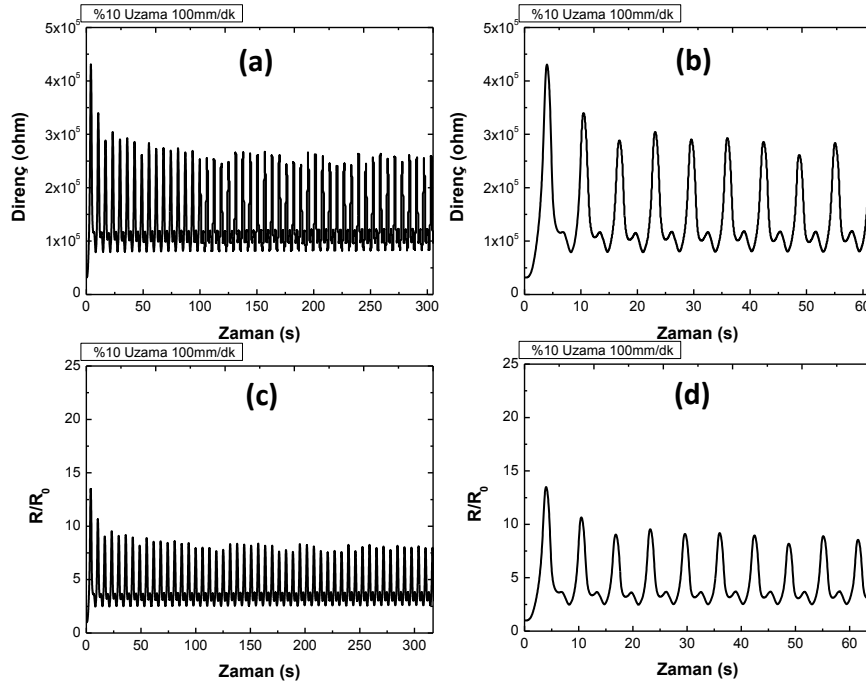
**Şekil 4.120.** %30 iGO/SEBS-1 ile kaplanan tekstil sensörünün 100 mm/dk hızında %5 deformasyon oranında a) 50 çevrimdeki direnç değişimi b) 10 çevrimdeki direnç değişimi c) 50 çevrimdeki  $R/R_0$ 'da meydana gelen değişim d) 10 çevrimdeki  $R/R_0$ 'da meydana gelen değişim



**Şekil 4.121.** %30 iGO/SEBS-1 ile kaplanan tekstil sensörünün 20 mm/dk hızında %10 deformasyon oranında a) 50 çevrimdeki direnç değişimi b) 10 çevrimdeki direnç değişimi c) 50 çevrimdeki  $R/R_0$ 'da meydana gelen değişim d) 10 çevrimdeki  $R/R_0$ 'da meydana gelen değişim

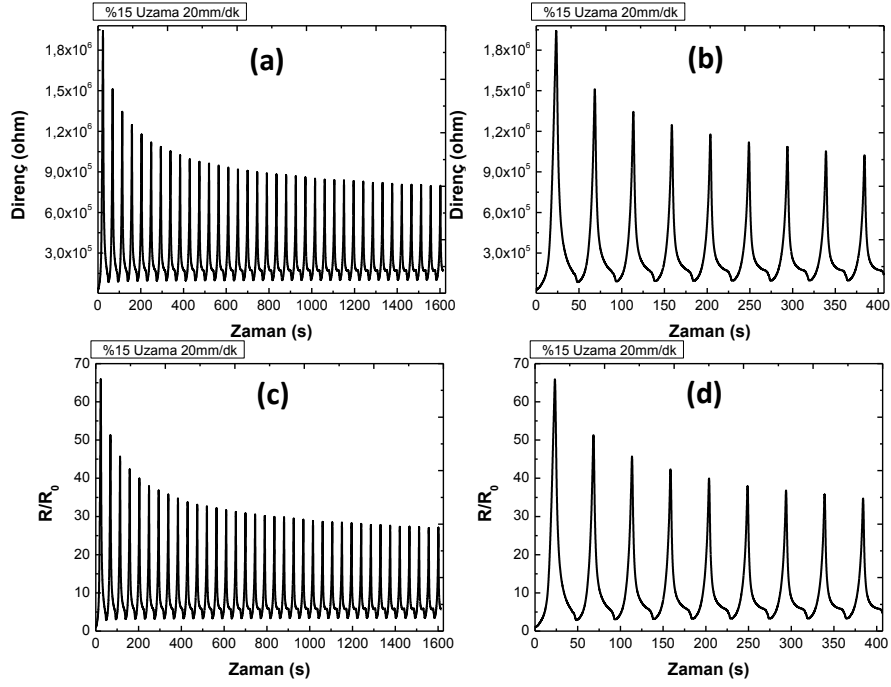


**Şekil 4.122.** %30 iGO/SEBS-1 ile kaplanan tekstil sensörünün 50 mm/dk hızında %10 deformasyon oranında a) 50 çevrimdeki direnç değişimi b) 10 çevrimdeki direnç değişimi c) 50 çevrimdeki  $R/R_0$ 'da meydana gelen değişim d) 10 çevrimdeki  $R/R_0$ 'da meydana gelen değişim

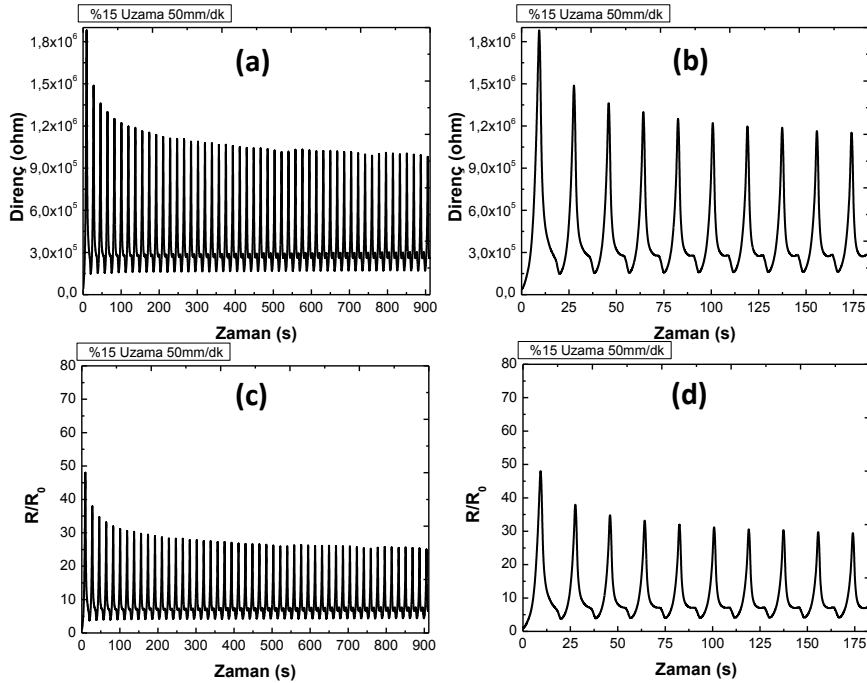


**Şekil 4.123.** %30 iGO/SEBS-1 ile kaplanan tekstil sensörünün 100 mm/dk hızında %10 deformasyon oranında a) 50 çevrimdeki direnç değişimi b) 10 çevrimdeki direnç değişimi c) 50 çevrimdeki  $R/R_0$ 'da meydana gelen değişim d) 10 çevrimdeki  $R/R_0$ 'da meydana gelen değişim

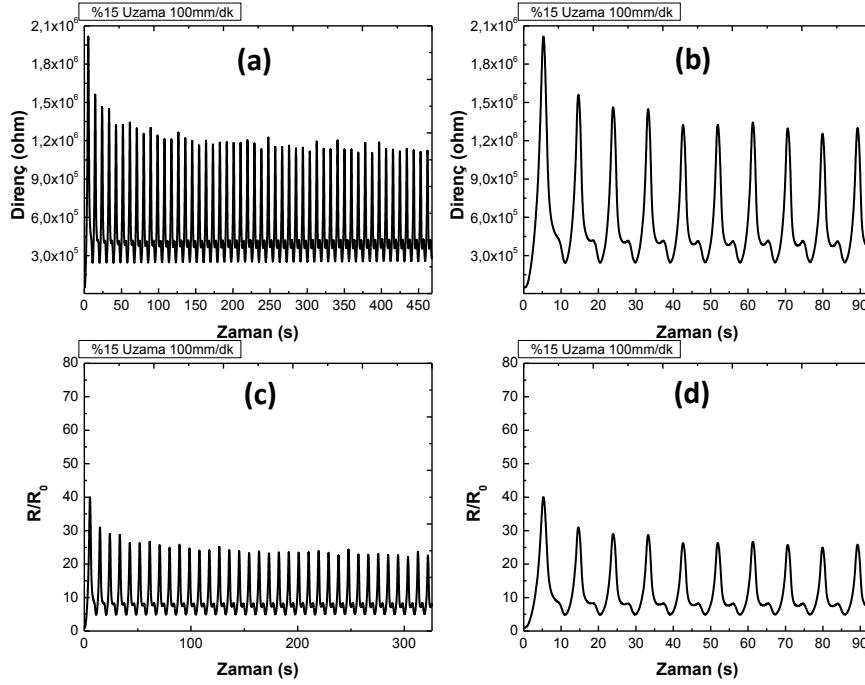




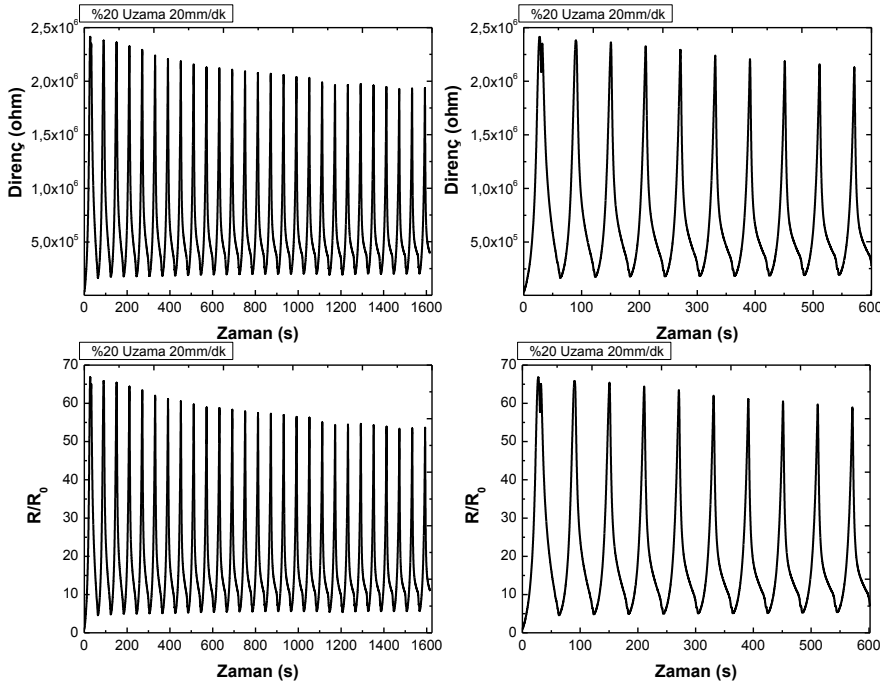
**Şekil 4.124.** %30 iGO/SEBS-1 ile kaplanan tekstil sensörünün 20 mm/dk hızında %15 deformasyon oranında a) 50 çevrimdeki direnç değişimi b) 10 çevrimdeki direnç değişimi c) 50 çevrimdeki  $R/R_0$ 'da meydana gelen değişim d) 10 çevrimdeki  $R/R_0$ 'da meydana gelen değişim



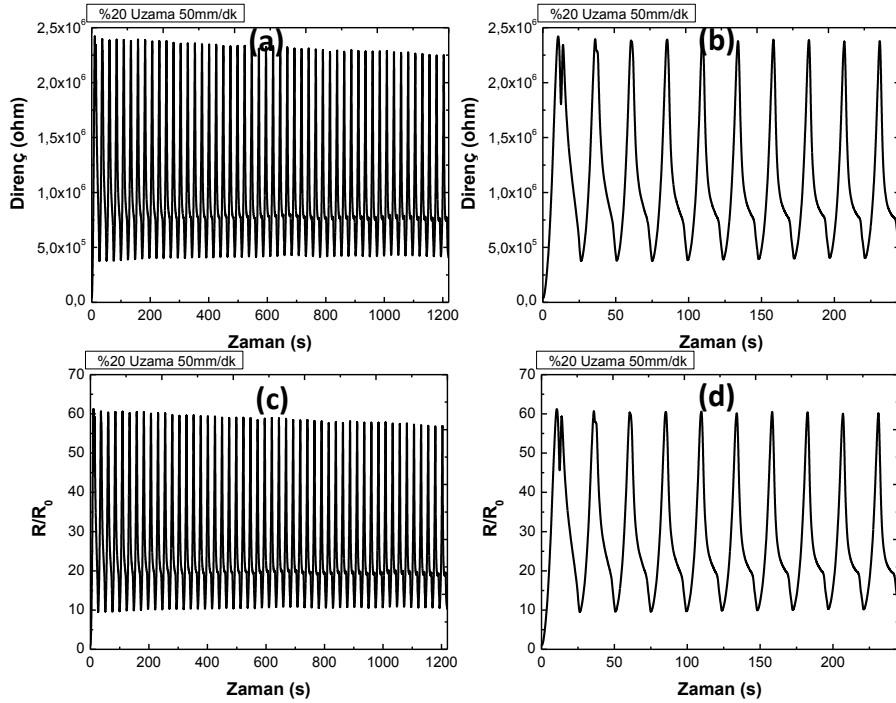
**Şekil 4.125.** %30 iGO/SEBS-1 ile kaplanan tekstil sensörünün 50 mm/dk hızında %15 deformasyon oranında a) 50 çevrimdeki direnç değişimi b) 10 çevrimdeki direnç değişimi c) 50 çevrimdeki  $R/R_0$ 'da meydana gelen değişim d) 10 çevrimdeki  $R/R_0$ 'da meydana gelen değişim



**Şekil 4.126.** %30 iGO/SEBS-1 ile kaplanan tekstil sensörünün 100 mm/dk hızında %15 deformasyon oranında a) 50 çevrimdeki direnç değişimi b) 10 çevrimdeki direnç değişimi c) 50 çevrimdeki  $R/R_0$ 'da meydana gelen değişim d) 10 çevrimdeki  $R/R_0$ 'da meydana gelen değişim



**Şekil 4.127.** %30 iGO/SEBS-1 ile kaplanan tekstil sensörünün 20 mm/dk hızında %20 deformasyon oranında a) 50 çevrimdeki direnç değişimi b) 10 çevrimdeki direnç değişimi c) 50 çevrimdeki  $R/R_0$ 'da meydana gelen değişim d) 10 çevrimdeki  $R/R_0$ 'da meydana gelen değişim



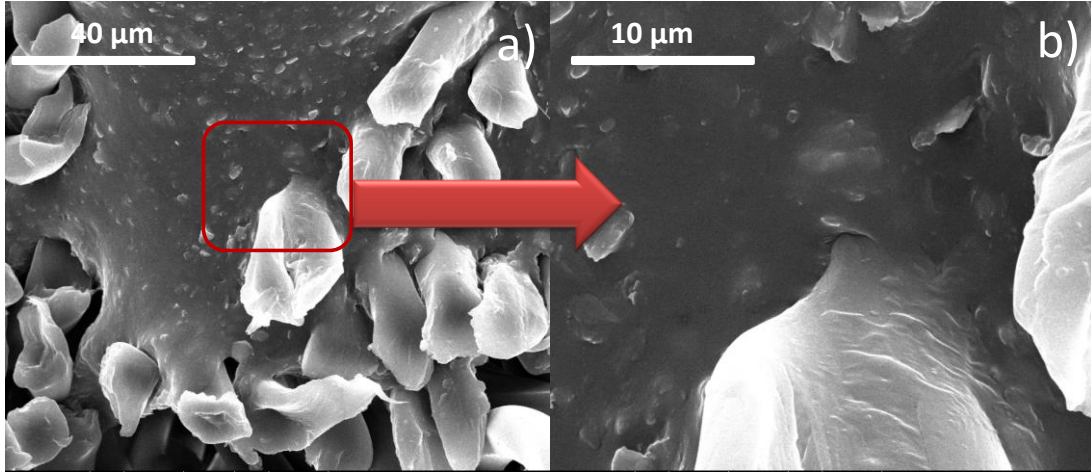
**Şekil 4.128.** %30 iGO/SEBS-1 ile kaplanan tekstil sensörünün 50 mm/dk hızında %20 deformasyon oranında a) 50 çevrimdeki direnç değişimi b) 10 çevrimdeki direnç değişimi c) 50 çevrimdeki  $R/R_0$ 'da meydana gelen değişim d) 10 çevrimdeki  $R/R_0$ 'da meydana gelen değişim

#### 4.5.5 Tekstil Sensörlerinin Yaşlanma Davranışının Araştırılması

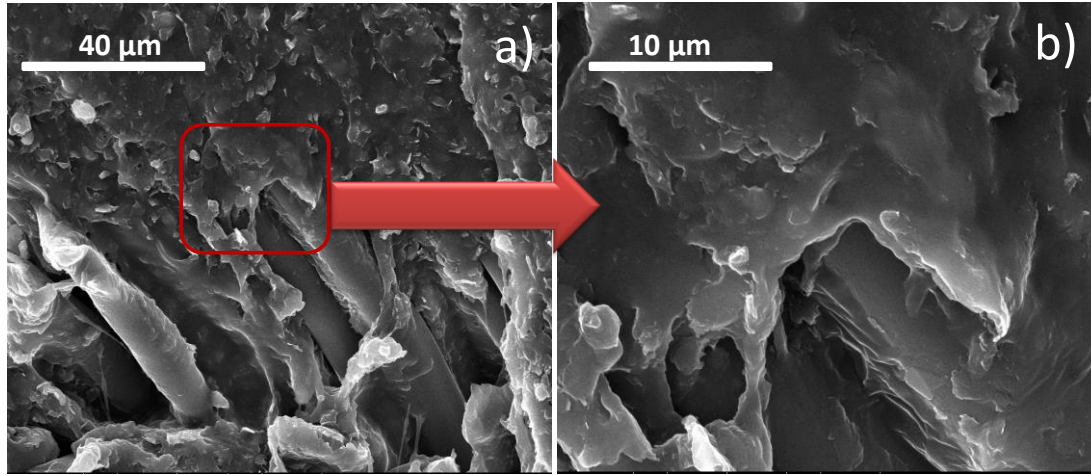
%30 iGO/SEBS-1 kompozitleri ile kaplanmış tekstil sensörlerinin yaşlanma davranışının analiz edilmesi için, görsel, morfolojik ve elektro-mekanik karakterizasyonu yapılmıştır. Sensörler üretildikten beş ay sonra bile görsel açıdan herhangi bir sorun (aşınma, oksidasyon, delaminasyon vb.) gözlenmemiştir.

##### 4.5.5.1 iGO/SEBS-1 Kaplanmış Tekstil Sensörlerinin Yaşlanma Davranışının Belirlenmesi-Morfolojik Analiz

Bu aşamada %30 iGO/SEBS-1 kompozitleri ile kaplanmış tekstil sensörlerinin üretiminden bir ay ve beş ay sonra SEM ile morfolojisi incelenmiştir. Şekil 4.129 ve 4.130'dan da görüldüğü gibi malzemelerde önemli bir değişim gözlenmemiştir. iGO dağılımı, iGO-matris arayüzey özellikleri, kaplama-kumaş ara yüzey özellikleri daha önce yapmış olduğumuz analizlerle benzer özellikler göstermiştir.



**Şekil 4.129.** %30 iGO/SEBS kompoziti ile kaplanmış kumaşın üretiminden bir ay sonraki SEM görüntüleri a) 2500x b) 10000x



**Şekil 4.130.** %30 iGO/SEBS kompoziti ile kaplanmış kumaşın üretiminden beş ay sonraki SEM görüntüleri a) 2500x b) 10000x

#### 4.5.5.2 iGO/SEBS-1 Kaplanmış Tekstil Sensörlerinin Yaşlanma Davranışının Belirlenmesi-Basınç Etkisi Altındaki Piezorezistif Karakter

Bu aşamada tekstil sensörlerinin üretiminden üç ve altı ay sonra farklı deformasyon oranlarında ve hızlarında piezorezistif özellikleri incelenmiş ve elde edilen sonuçlar Şekil 4.131-138'de verilmiştir. Bu aşamada sadece %10 ve 40 deformasyon oranlarında 20 ve 100 mm/dk'lık hızlarda elde edilen sonuçlar verilmiştir. Sonuçlardan ve Tablo 4.33-4.34'den de açık bir şekilde görüldüğü gibi, üç ve altı ay sonunda yapılan yaşlanma testine göre numunenin elektromekanik özelliklerinde önemli bir değişiklik gözlenmemiştir. Üç ay sonunda yapılan testler sonunda numuneler daha önce olduğu gibi, lineer negatif piezorezistans bir davranış göstermiştir ve  $\Delta$  değerleri orijinal numunelere oldukça yakındır. % deformasyon oranı arttıkça

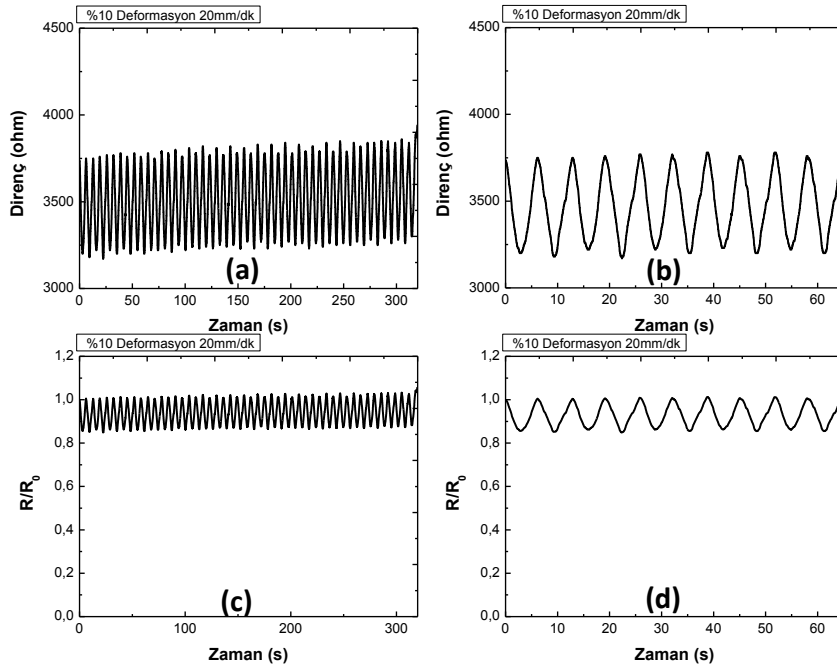
dirençte meydana gelen değişim artmakta, deformasyon hızı arttıkça, dirençte meydana gelen değişim azalmaktadır. Altı ay sonunda yapılan yaşlanma testinde ise lineer davranıştan sapmalar gözlenmiştir. Bunun temel sebebinin numunenin elektriksel direncini ölçmemize yarayan propların zamanla yapıştırdıkları yerden kopması olduğu düşünülmektedir. Kopan proplar yine aynı şekilde mevcut deliklere hazırladığımız iletken yapıştırıcı ile yapıştırılmıştır. Fakat propların yerleri ilk hallerinden farklıdır. Proplar arası mesafede de çok az da olsa kaymalar meydana gelmiş olabilir. Ayrıca ilave kullanılan yapıştırıcı da temas bölgesindeki kompozit morfolojisini etkileyeceğinden direnç değerlerinde de artış gözlenmiştir. Şekil 4.132'deki gürültülerin sebebinin bakır tel proplar ile kompozit arasındaki ara yüzeyin çok iyi olmadığından kaynaklandığı düşünülmektedir. Fakat  $R/R_0$  değerleri daha önceki sonuçlara paraleldir. Daha önce yapılan ölçümlerde olduğu gibi hem üç hem de altı ay sonunda yapılan ölçümlerde % deformasyon arttıkça,  $R/R_0$  değerleri yani hassasiyet artmıştır. Deformasyon hızı arttıkça da  $R/R_0$  değerlerinde azalma gözlenmiştir. Bunun sebebinin malzemenin eski haline dönebilmesi için yeterli zaman olmadığından kaynaklandığı düşünülmektedir.

**Tablo 4.33** Tekstil sensörünün üç ay sonunda, 100 mm/dk hızında farklı deformasyon oranlarındaki basınç altında  $R/R_0$  değerleri

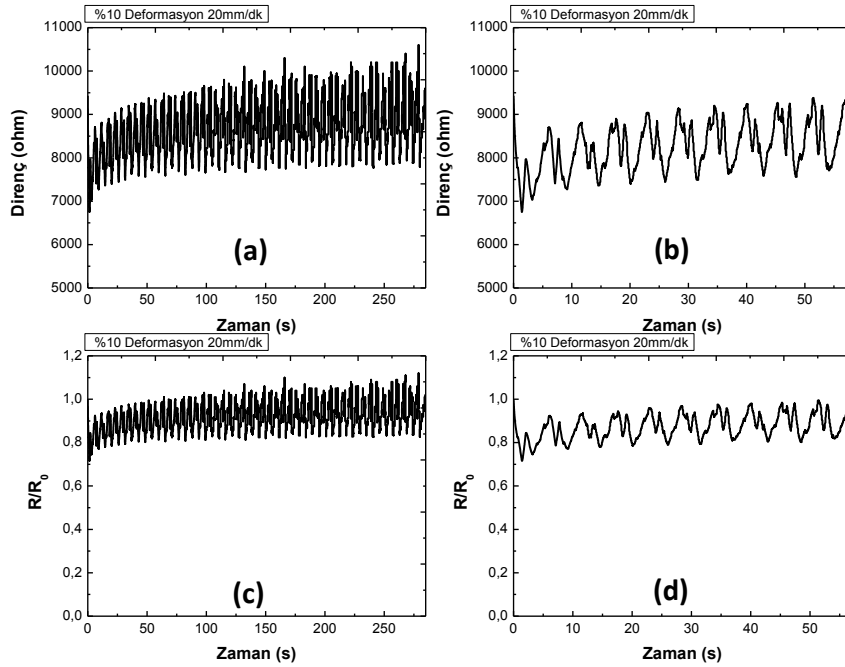
Hız	% Deformasyon Oranına Bağlı $R/R_0$ Oranları	
	% 10	% 40
20 mm/dk	1-0.85 ( $\Delta = 0.15$ )	1-0.65 ( $\Delta = 0.35$ )
100 mm/dk	1-0.95 ( $\Delta = 0.05$ )	1-0.70 ( $\Delta = 0.30$ )

**Tablo 4.34** Tekstil sensörünün altı ay sonunda, 20 ve 100 mm/dk hızında farklı deformasyon oranlarındaki basınç altında  $R/R_0$  değerleri

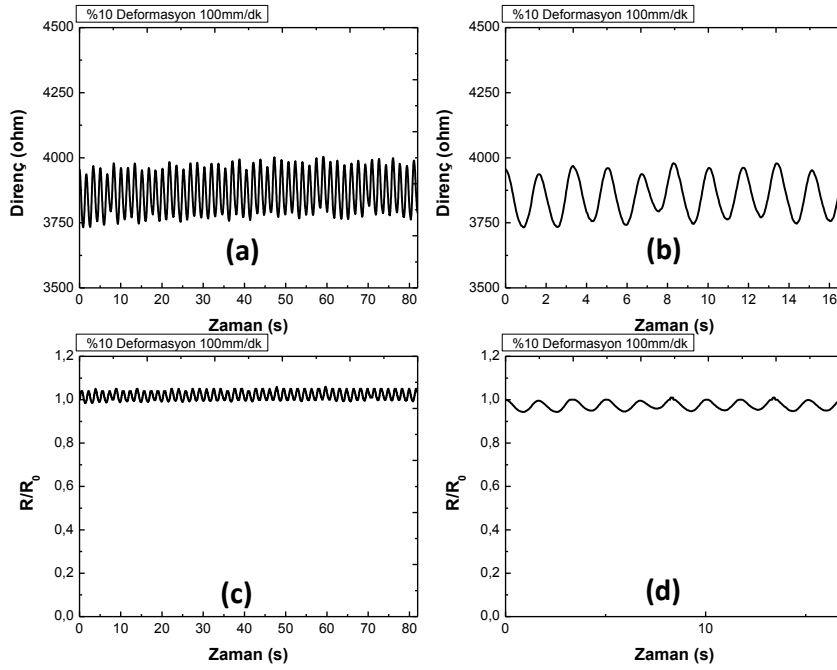
Hız	% Deformasyon Oranına Bağlı $R/R_0$ Oranları	
	% 10	% 40
20 mm/dk	1-0.80 ( $\Delta = 0.20$ )	0.90-0.50 ( $\Delta = 0.40$ )
100 mm/dk	1-0.90 ( $\Delta = 0.10$ )	0.85-0.50 ( $\Delta = 0.35$ )



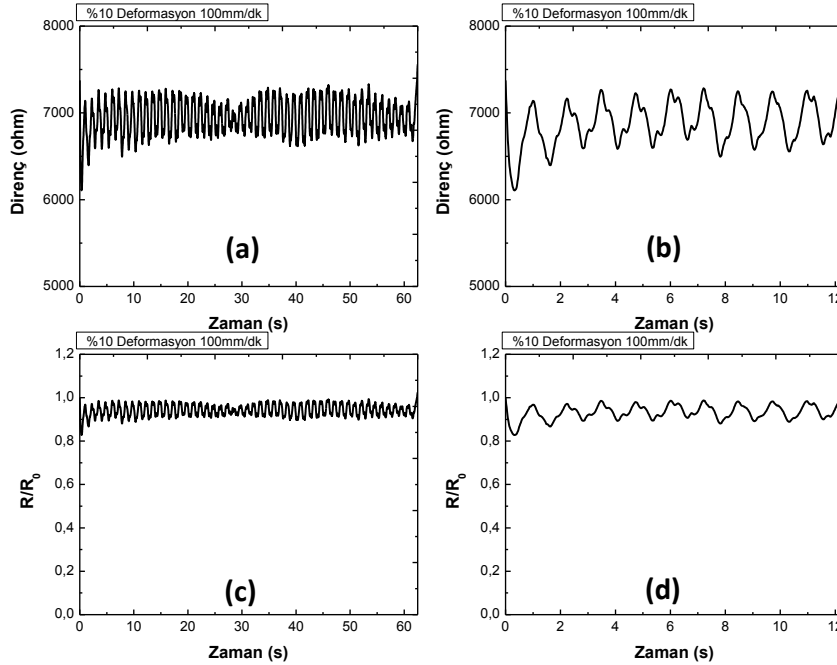
**Şekil 4.131.** Üç ay sonunda %30 iGO/SEBS-1 ile kaplanan tekstil sensörünün 20 mm/dk hızında %10 deformasyon oranında a) 50 çevrimdeki direnç değişimi b) 10 çevrimdeki direnç değişimi c) 50 çevrimdeki  $R/R_0$ 'da meydana gelen değişim d) 10 çevrimdeki  $R/R_0$ 'da meydana gelen değişim



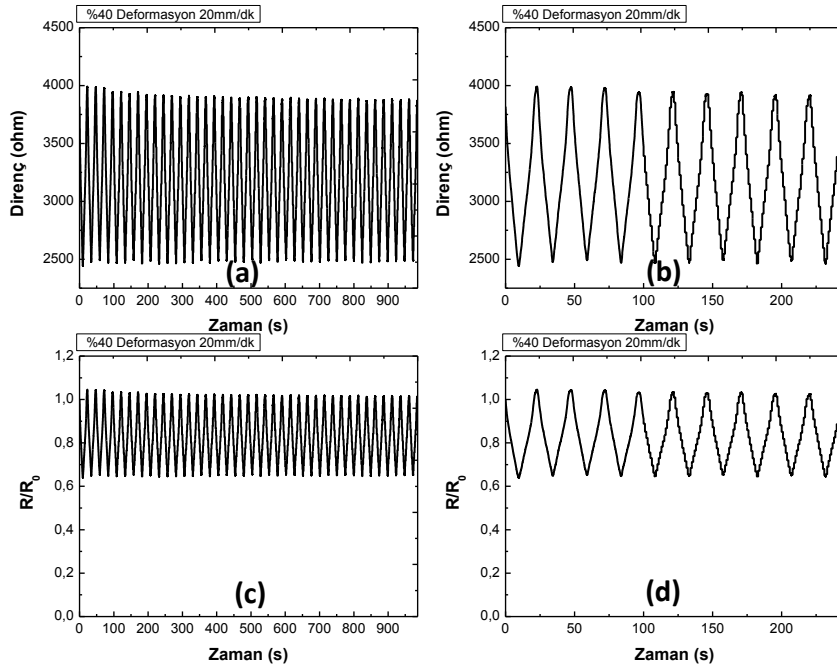
**Şekil 4.132.** Altı ay sonunda %30 iGO/SEBS-1 ile kaplanan tekstil sensörünün 20 mm/dk hızında %10 deformasyon oranında a) 50 çevrimdeki direnç değişimi b) 10 çevrimdeki direnç değişimi c) 50 çevrimdeki  $R/R_0$ 'da meydana gelen değişim d) 10 çevrimdeki  $R/R_0$ 'da meydana gelen değişim



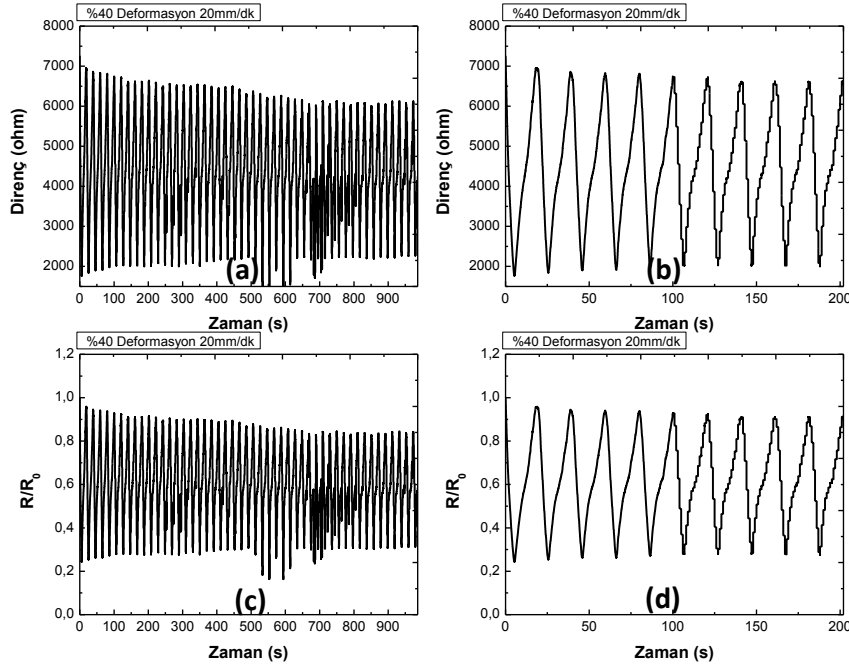
**Şekil 4.133.** Üç ay sonunda %30 iGO/SEBS-1 ile kaplanan tekstil sensörünün 100 mm/dk hızında %10 deformasyon oranında a) 50 çevrimdeki direnç değişimi b) 10 çevrimdeki direnç değişimi c) 50 çevrimdeki  $R/R_0$ 'da meydana gelen değişim d) 10 çevrimdeki  $R/R_0$ 'da meydana gelen değişim



**Şekil 4.134.** Altı ay sonunda %30 iGO/SEBS-1 ile kaplanan tekstil sensörünün 100 mm/dk hızında %10 deformasyon oranında a) 50 çevrimdeki direnç değişimi b) 10 çevrimdeki direnç değişimi c) 50 çevrimdeki  $R/R_0$ 'da meydana gelen değişim d) 10 çevrimdeki  $R/R_0$ 'da meydana gelen değişim

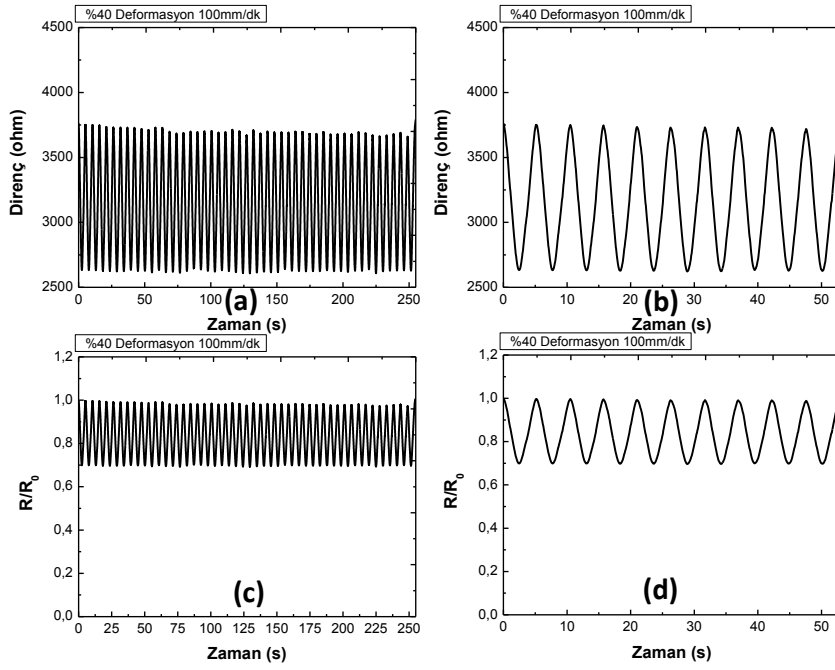


**Şekil 4.135.** Üç ay sonunda %30 iGO/SEBS-1 ile kaplanan tekstil sensörünün 20 mm/dk hızında %40 deformasyon oranında a) 50 çevrimdeki direnç değişimi b) 10 çevrimdeki direnç değişimi c) 50 çevrimdeki  $R/R_0$ 'da meydana gelen değişim d) 10 çevrimdeki  $R/R_0$ 'da meydana gelen değişim

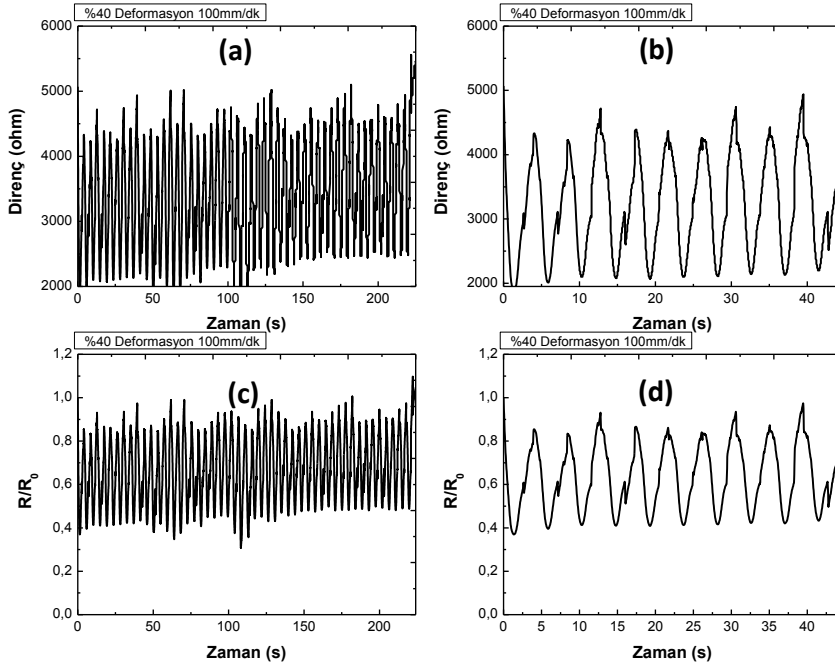


**Şekil 4.136.** Altı ay sonunda %30 iGO/SEBS-1 ile kaplanan tekstil sensörünün 20 mm/dk hızında %40 deformasyon oranında a) 50 çevrimdeki direnç değişimi b) 10 çevrimdeki direnç değişimi c) 50 çevrimdeki  $R/R_0$ 'da meydana gelen değişim d) 10 çevrimdeki  $R/R_0$ 'da meydana gelen değişim





**Şekil 4.137.** Üç ay sonunda %30 iGO/SEBS-1 ile kaplanan tekstil sensörünün 100 mm/dk hızında %40 deformasyon oranında a) 50 çevrimdeki direnç değişimi b) 10 çevrimdeki direnç değişimi c) 50 çevrimdeki  $R/R_0$ 'da meydana gelen değişim d) 10 çevrimdeki  $R/R_0$ 'da meydana gelen değişim



**Şekil 4.138.** Altı ay sonunda %30 iGO/SEBS-1 ile kaplanan tekstil sensörünün 100 mm/dk hızında %40 deformasyon oranında a) 50 çevrimdeki direnç değişimi b) 10 çevrimdeki direnç değişimi c) 50 çevrimdeki  $R/R_0$ 'da meydana gelen değişim d) 10 çevrimdeki  $R/R_0$ 'da meydana gelen değişim

#### 4.5.5.3 iGO/SEBS-1 Kaplanmış Tekstil Sensörlerinin Yaşlanma Davranışının Belirlenmesi-Uzama Etkisi Altındaki Piezorezistif Karakter

Bu aşamada tekstil sensörlerinin üretiminden üç ve altı ay sonra farklı uzama oranlarında ve hızlarında piezorezistif özellikleri incelenmiş ve Şekil 4.139-146'da verilmiştir. Bu aşamada %5 ve 15 deformasyon oranlarında 20 ve 100 mm/dk'lık hızda elde edilen sonuçlar verilmiştir. Sonuçlardan ve Tablo 4.35-4.36'dan da açık bir şekilde görüldüğü gibi, üç ay sonunda yapılan yaşlanma testine göre numunenin elektromekanik özelliklerinde önemli bir değişiklik gözlenmemiştir. Verilen koşullar altında daha önce olduğu gibi pozitif piezoresistans davranış göstermiştir. % uzama oranının artması ile hassasiyet artmış, deformasyon hızının artması ile hassasiyet azalmıştır. Tablo 4.35'de verilen  $R/R_0$  değerlerinin orijinal numuneye göre ufak farklılıklar göstermesinin sebebi,  $R_0$  değerlerindeki farklılıktan kaynaklanmaktadır. Bu da malzemenin test için cihaza monte edilmesi sırasındaki kontrol edilemeyen kaymalardan kaynaklanmaktadır. Numune çeneler arasında yerleştirilirken daha önce çizilen işaretli yerlerden yerleştirilmeye çalışılsa da, esnek olduğu için, mm'lik kaymalar olmaktadır. Bu durumda çeneler arasında bulunan malzeme ufak da olsa boyun verebilmektedir. Bu yüzden  $R_0$  değerleri (numune geometrisine bağlı olarak) değişebilmektedir.

Altı ay sonunda yapılan testlerin sonuçları da üç ay sonunda yapılan testlerle benzerlik göstermektedir. Numuneler pozitif piezoresistans davranış göstermişlerdir. Bu numunelerde gözlenen en önemli farklılık direnç değerlerindeki değişimdir. Bunun sebebi numunenin elektro-mekanik özelliklerinin ölçülmesini sağlayan bakır tel propların kopması ve daha sonra yeniden yapıştırılmasından kaynaklanmaktadır. Fakat sensör malzemelerinde en önemli kriterlerden birisi olan  $R/R_0$  değerlerinde önemli bir değişim gözlenmemiş yani dirençte meydana gelen rölatif değişim daha önce yapılan testlerle paralel bir davranış göstermiştir.

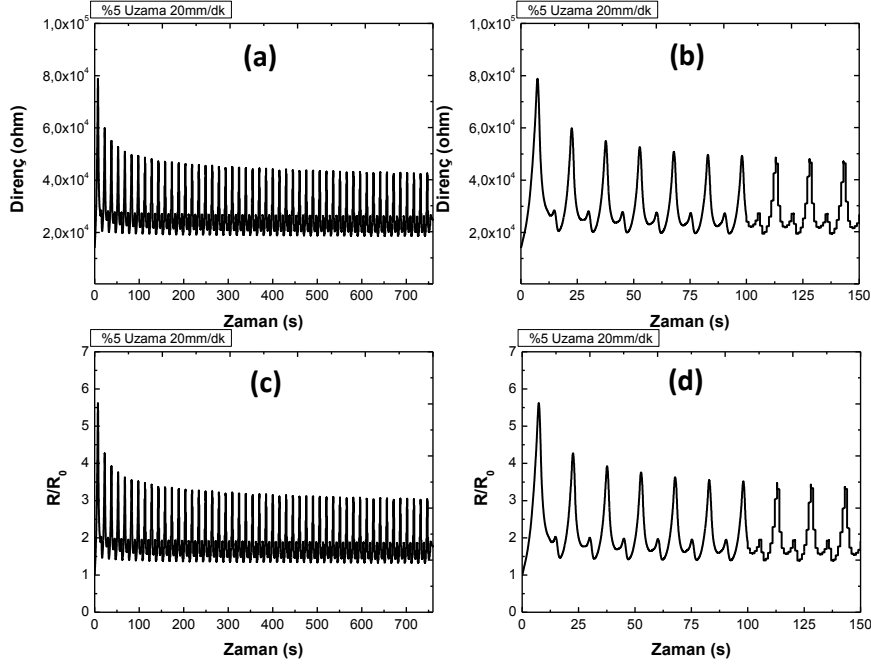
**Tablo 4.35.** Tekstil sensörünün üç ay sonunda, farklı deformasyon oranlarında ve hızlarındaki uzama altında  $R/R_0$  değerleri

Hız	% Deformasyon Oranına Bağlı $R/R_0$ Oranları	
	% 5	% 15
<b>20 mm/dk</b>	İlk çevrimdeki $\Delta=5.5$ Stabil olduğu değer $\Delta=3.5$	İlk çevrimdeki $\Delta=70$ Stabil olduğu değer $\Delta=35$
<b>100 mm/dk</b>	İlk çevrimdeki $\Delta=4$ Stabil olduğu değer $\Delta=3$	İlk çevrimdeki $\Delta=35$ Stabil olduğu değer $\Delta=28$

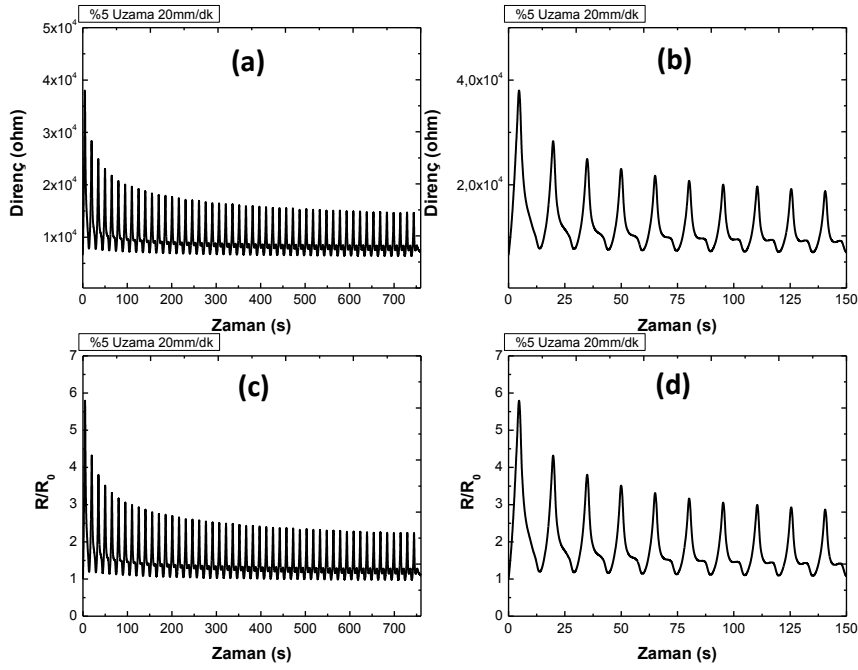
**Tablo 4.36.** Tekstil sensörünün altı ay sonunda, farklı deformasyon oranlarında ve hızlarındaki uzama altında  $R/R_0$  değerleri

% Deformasyon Oranına Bağlı $R/R_0$ Oranları	

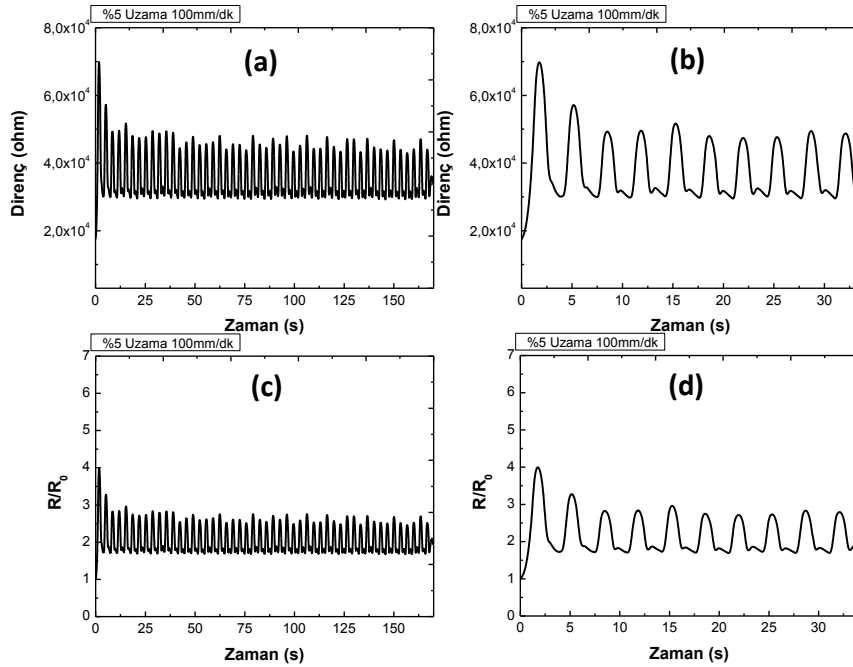
Hız	% 5	% 15
20 mm/dk	İlk çevrimdeki $\Delta=5.8$ Stabil olduğu değer $\Delta=3.5$	İlk çevrimdeki $\Delta=70$ Stabil olduğu değer $\Delta=34$
100 mm/dk	İlk çevrimdeki $\Delta=3$ Stabil olduğu değer $\Delta=2.3$	İlk çevrimdeki $\Delta=27$ Stabil olduğu değer $\Delta=18$



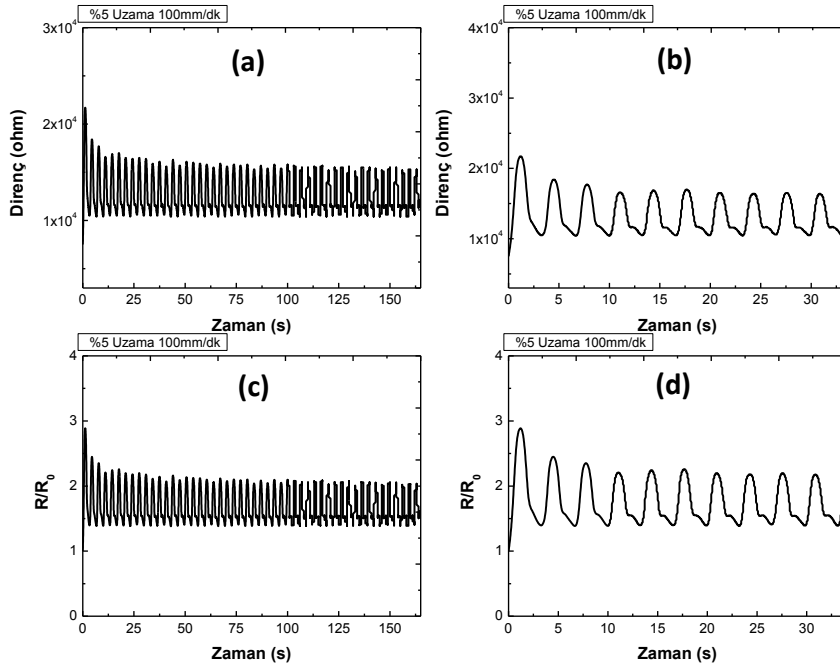
**Şekil 4.139.** Üç ay sonunda %30 iGO/SEBS-1 ile kaplanan tekstil sensörünün 20 mm/dk hızında %5 deformasyon oranında a) 50 çevrimdeki direnç değişimi b) 10 çevrimdeki direnç değişimi c) 50 çevrimdeki  $R/R_0$ 'da meydana gelen değişim d) 10 çevrimdeki  $R/R_0$ 'da meydana gelen değişim



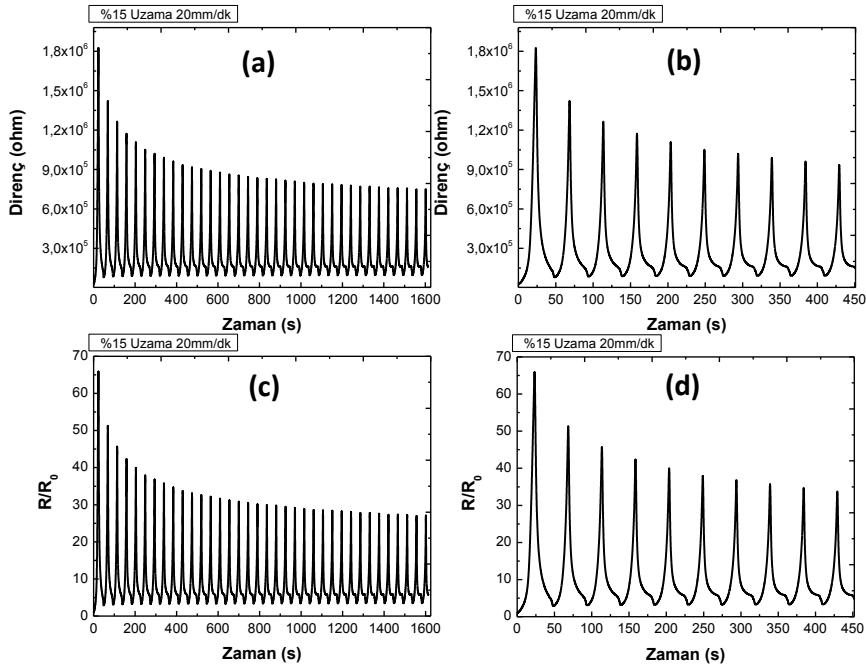
**Şekil 4.140.** Altı ay sonunda %30 iGO/SEBS-1 ile kaplanan tekstil sensörünün 20 mm/dk hızında %5 deformasyon oranında a) 50 çevrimdeki direnç değişimi b) 10 çevrimdeki direnç değişimi c) 50 çevrimdeki  $R/R_0$ 'da meydana gelen değişim d) 10 çevrimdeki  $R/R_0$ 'da meydana gelen değişim



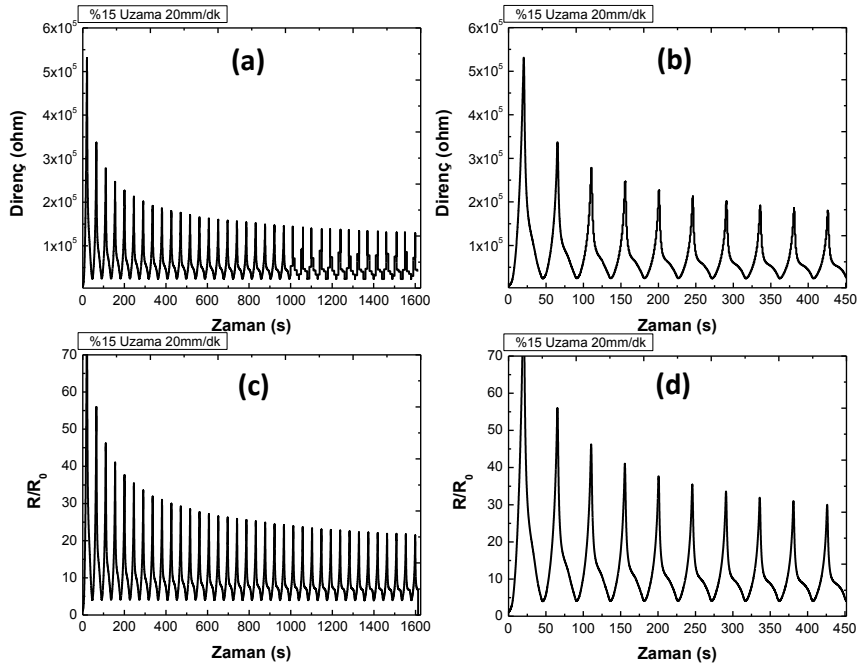
**Şekil 4.141.** Üç ay sonunda %30 iGO/SEBS-1 ile kaplanan tekstil sensörünün 100 mm/dk hızında %5 deformasyon oranında a) 50 çevrimdeki direnç değişimi b) 10 çevrimdeki direnç değişimi c) 50 çevrimdeki  $R/R_0$ 'da meydana gelen değişim d) 10 çevrimdeki  $R/R_0$ 'da meydana gelen değişim



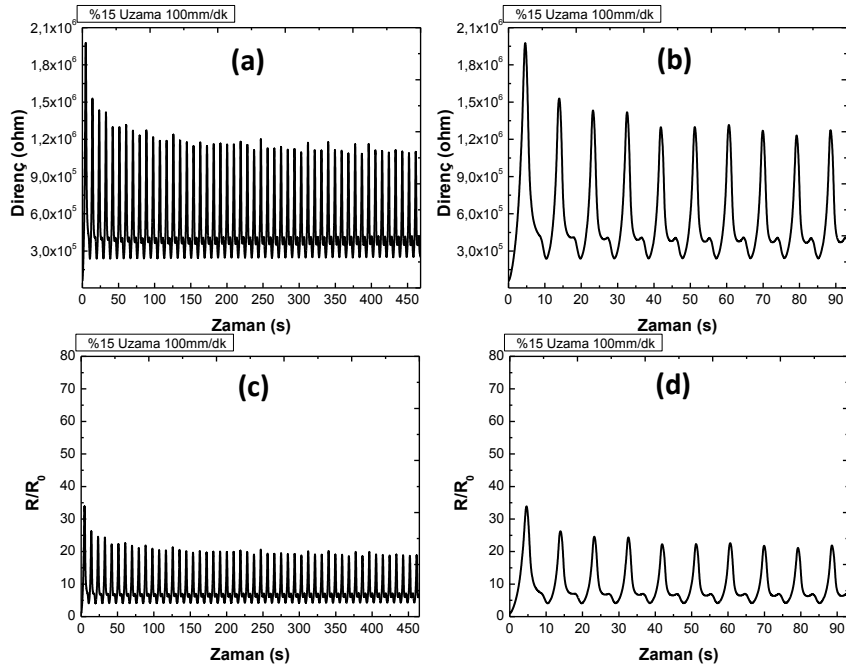
**Şekil 4.142.** Altı ay sonunda %30 iGO/SEBS-1 ile kaplanan tekstil sensörünün 100 mm/dk hızında %5 deformasyon oranında a) 50 çevrimdeki direnç değişimi b) 10 çevrimdeki direnç değişimi c) 50 çevrimdeki  $R/R_0$ 'da meydana gelen değişim d) 10 çevrimdeki  $R/R_0$ 'da meydana gelen değişim



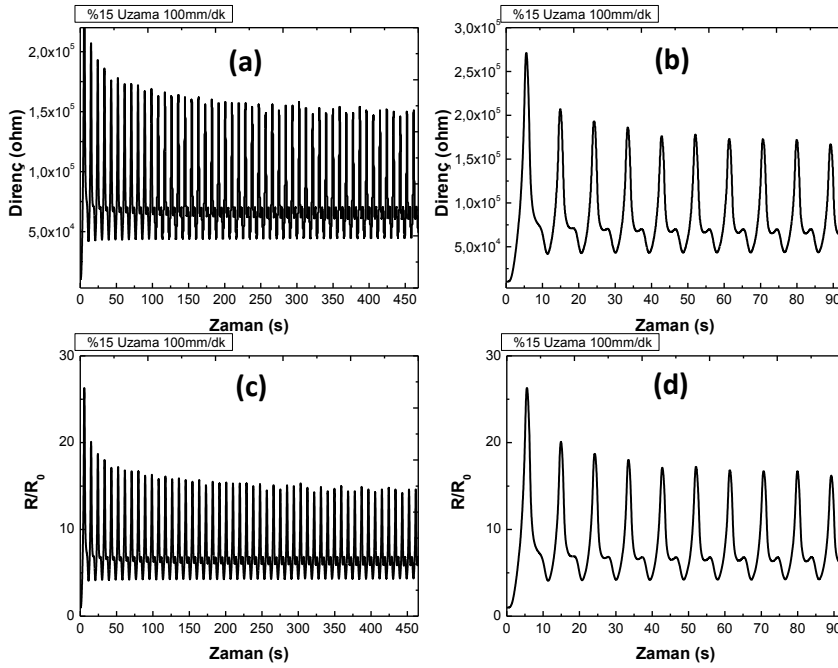
**Şekil 4.143.** Üç ay sonunda %30 iGO/SEBS-1 ile kaplanan tekstil sensörünün 20 mm/dk hızında %15 deformasyon oranında a) 50 çevrimdeki direnç değişimi b) 10 çevrimdeki direnç değişimi c) 50 çevrimdeki  $R/R_0$ 'da meydana gelen değişim d) 10 çevrimdeki  $R/R_0$ 'da meydana gelen değişim



**Şekil 4.144.** Altı ay sonunda %30 iGO/SEBS-1 ile kaplanan tekstil sensörünün 20 mm/dk hızında %15 deformasyon oranında a) 50 çevrimdeki direnç değişimi b) 10 çevrimdeki direnç değişimi c) 50 çevrimdeki  $R/R_0$ 'da meydana gelen değişim d) 10 çevrimdeki  $R/R_0$ 'da meydana gelen değişim



**Şekil 4.145.** Üç ay sonunda %30 iGO/SEBS-1 ile kaplanan tekstil sensörünün 100 mm/dk hızında %15 deformasyon oranında a) 50 çevrimdeki direnç değişimi b) 10 çevrimdeki direnç değişimi c) 50 çevrimdeki  $R/R_0$ 'da meydana gelen değişim d) 10 çevrimdeki  $R/R_0$ 'da meydana gelen değişim



**Şekil 4.146.** Altı ay sonunda %30 iGO/SEBS-1 ile kaplanan tekstil sensörünün 100 mm/dk hızında %15 deformasyon oranında a) 50 çevrimdeki direnç değişimi b) 10 çevrimdeki direnç değişimi c) 50 çevrimdeki  $R/R_0$ 'da meydana gelen değişim d) 10 çevrimdeki  $R/R_0$ 'da meydana gelen değişim

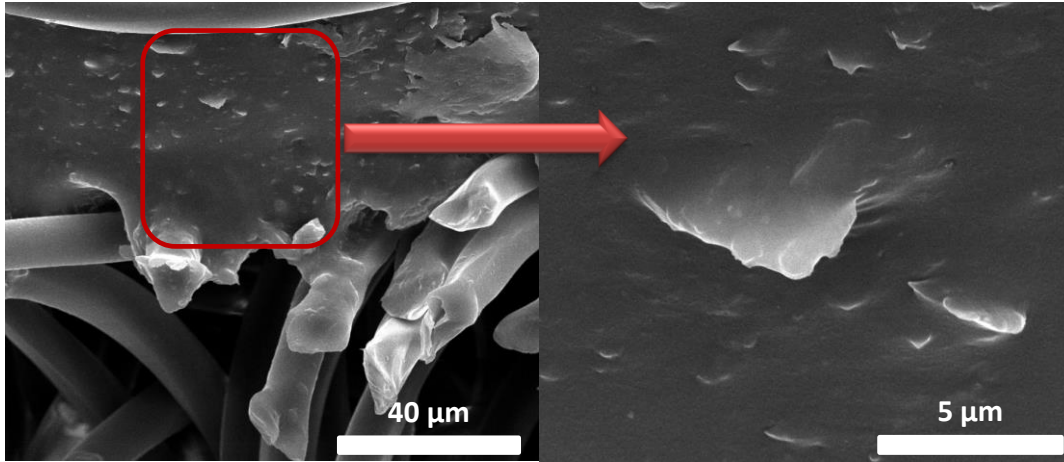
Özetlemek gerekirse, geliştirmiş olduğumuz malzemenin üç ve ay sonundaki görsel, morfolojik ve elektromekanik özelliklerinde önemli bir değişiklik gözlenmemiştir. Altı ay sonundaki elektromekanik özelliklerinde ise  $R/R_0$  değerlerinde önemli bir değişim gözlenmese de direnç değerlerinde propların numune yerleştirilmesi ve test edilmesi sırasında kopmasından kaynaklanan değişimler gözlenmiştir. Bu tür sensörlerde propların malzemeye çok iyi bir şekilde yapıştırılması, malzemenin tekrar edilebilir özellikler sergilemesi açısından önemlidir.

#### 4.5.6 Tekstil Sensörlerinin Yıkama Sonrası Elektro-Mekanik Karakterizasyonu

%30 iGO/SEBS-1 kompozitleri ile kaplanmış tekstil sensörlerinin yıkama sonrası karakterizasyonu görsel, morfolojik ve elektro-mekanik olarak yapılmıştır. Yıkama sonunda görsel olarak herhangi bir değişiklik gözlenmemiştir. Yıkama sırasında karşılaşılan en önemli sorun elektrotlardan bazılarının kopmasıdır. Kopan elektrotlar laboratuvarında geliştirmiş olduğumuz iletken yapıştırıcı ile yeniden yapıştırılmış, bir gün boyunca kurutulmuş ve ertesi gün elektromekanik testler gerçekleştirilmiştir.

##### 4.5.6.1 iGO/SEBS-1 Kaplanmış Tekstil Sensörlerinin Yıkama Sonrası Karakterizasyonu -Morfolojik Analiz

Bu aşamada tekstil sensörleri üretilip, test edildikten sonra ev tipi çamaşır makinesinde yıkanmış, oda şartlarında kurutulmuş ve SEM ile morfolojisi incelenmiştir. Şekil 4.147'den de görüldüğü gibi malzemelerde herhangi önemli bir değişim gözlenmemiştir. iGO dağılımı, iGO-matris arayüzey özellikleri, kaplama-kumaş ara yüzey özelliklerinde bir değişim gözlenmemiştir. Yıkama 30°C'de yapıldığı için, polimer kompozit o sıcaklıkta önemli bir zarar görmemiş yapıda ne gözle görünür ne de mikro boyutta bir bozulma olmamıştır. Bir başka deyişle geliştirmiş olduğumuz tekstil sensörleri bu koşullardaki yıkamadan morfolojik açıdan etkilenmemiştir.



**Şekil 4.147.** %30 iGO/SEBS-1 ile kaplanan tekstil sensörünün yıkama sonundaki SEM görüntüleri a) 2500x ve b) 20000x

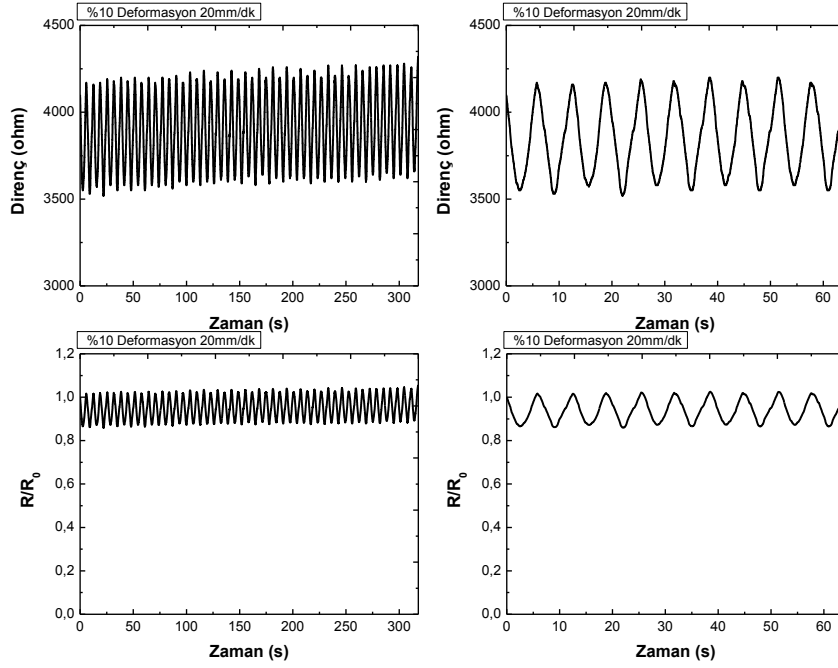
#### 4.5.6.2 iGO/SEBS-1 Kaplanmış Tekstil Sensörlerinin Yıkama Sonrası Karakterizasyonu -Basınç Etkisi Altındaki Piezorezistif Karakter

Bu aşamada tekstil sensörleri üretilip, test edildikten sonra ev tipi çamaşır makinesinde yıkanmış, oda şartlarında kurutulmuş, kopan elektrotları yeniden yapıştırılmış ve test edilmiştir. Bu aşamada %10 ve 40 deformasyon oranlarında 20 ve 100 mm/dk'lık hızlarda elde edilen sonuçlar verilmiştir (Şekil 4.148-151). Sonuçlardan ve Tablo 4.37'den de açık bir şekilde görüldüğü gibi, yıkama işlemi sonunda numunenin elektromekanik özelliklerinde önemli bir değişiklik gözlenmemiştir. Numuneler daha önce olduğu gibi, lineer negatif piezorezistans bir davranış gözstermiştir ve  $\Delta$  değerleri orijinal numunelere oldukça yakındır.

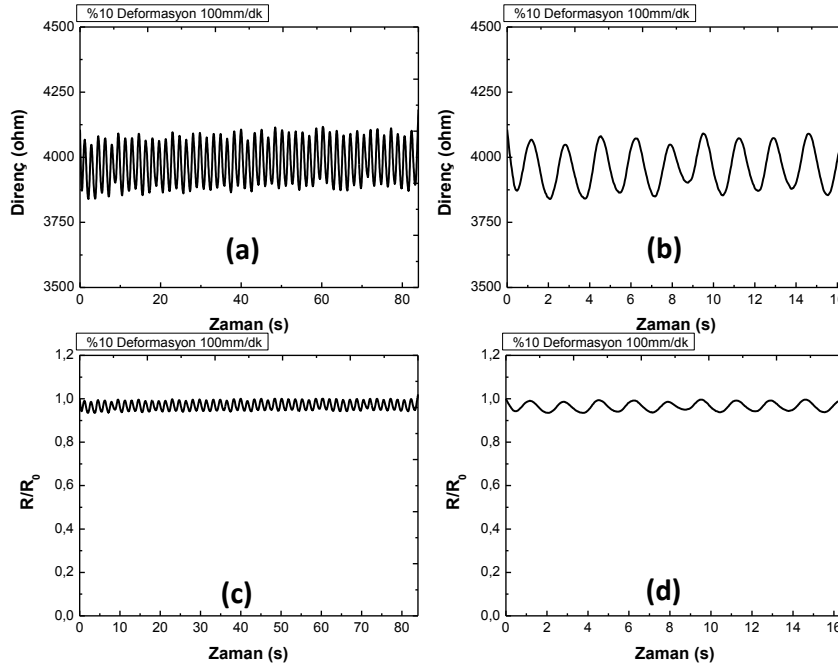
**Tablo 4.37** Yıkanmış tekstil sensörünün 20 ve 100 mm/dk hızında farklı deformasyon oranlarındaki basınç altında  $R/R_0$  değerleri

Hız	% Deformasyon Oranına Bağlı $R/R_0$ Oranları	
	% 10	% 40
20 mm/dk	1-0.93 ( $\Delta=0.07$ )	1-0.62 ( $\Delta=0.38$ )
100 mm/dk	1-0.96 ( $\Delta=0.04$ )	1-0.70 ( $\Delta=0.30$ )

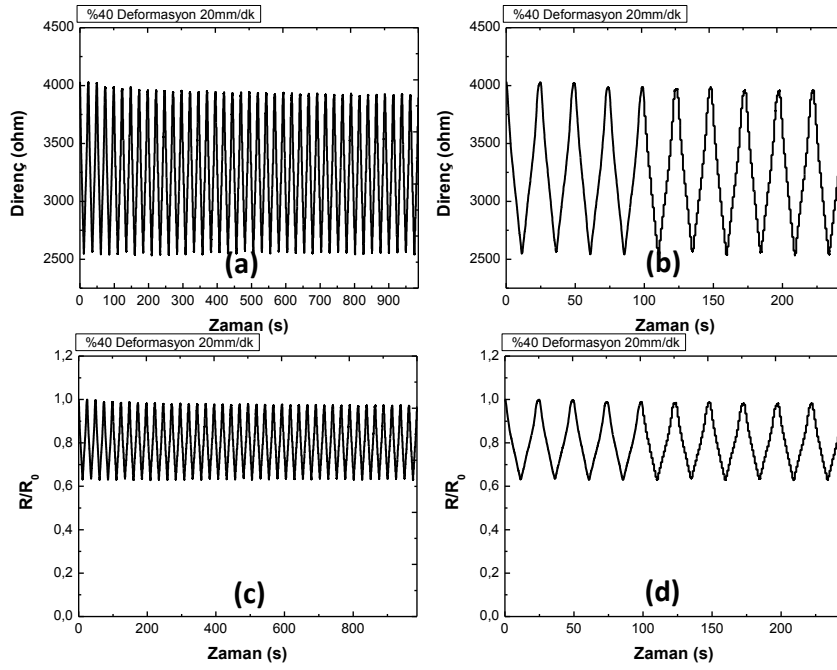




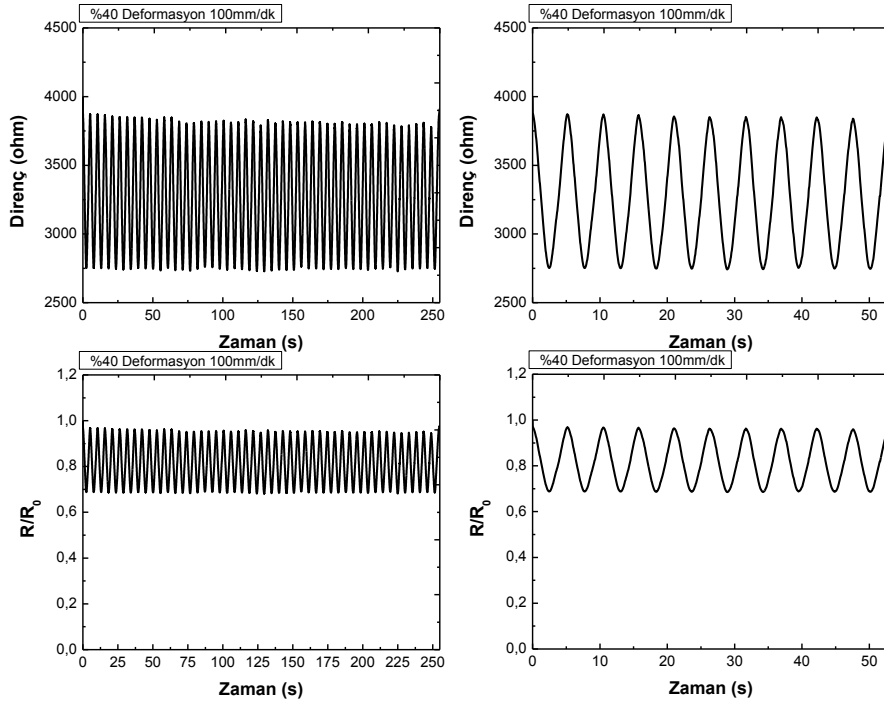
**Şekil 4.148.** %30 iGO/SEBS-1 ile kaplanan tekstil sensörünün yıkama sonunda 20 mm/dk hızında %10 deformasyon oranında a) 50 çevrimdeki direnç değişimi b) 10 çevrimdeki direnç değişimi c) 50 çevrimdeki  $R/R_0$ 'da meydana gelen değişim d) 10 çevrimdeki  $R/R_0$ 'da meydana gelen değişim



**Şekil 4.149.** %30 iGO/SEBS-1 ile kaplanan tekstil sensörünün yıkama sonunda 100 mm/dk hızında %10 deformasyon oranında a) 50 çevrimdeki direnç değişimi b) 10 çevrimdeki direnç değişimi c) 50 çevrimdeki  $R/R_0$ 'da meydana gelen değişim d) 10 çevrimdeki  $R/R_0$ 'da meydana gelen değişim



**Şekil 4.150.** %30 iGO/SEBS-1 ile kaplanan tekstil sensörünün yıkama sonunda 20 mm/dk hızında %40 deformasyon oranında a) 50 çevrimdeki direnç değişimi b) 10 çevrimdeki direnç değişimi c) 50 çevrimdeki  $R/R_0$ 'da meydana gelen değişim d) 10 çevrimdeki  $R/R_0$ 'da meydana gelen değişim



**Şekil 4.151.** %30 iGO/SEBS-1 ile kaplanan tekstil sensörünün yıkama sonunda 100 mm/dk hızında %40 deformasyon oranında a) 50 çevrimdeki direnç değişimi b) 10 çevrimdeki direnç

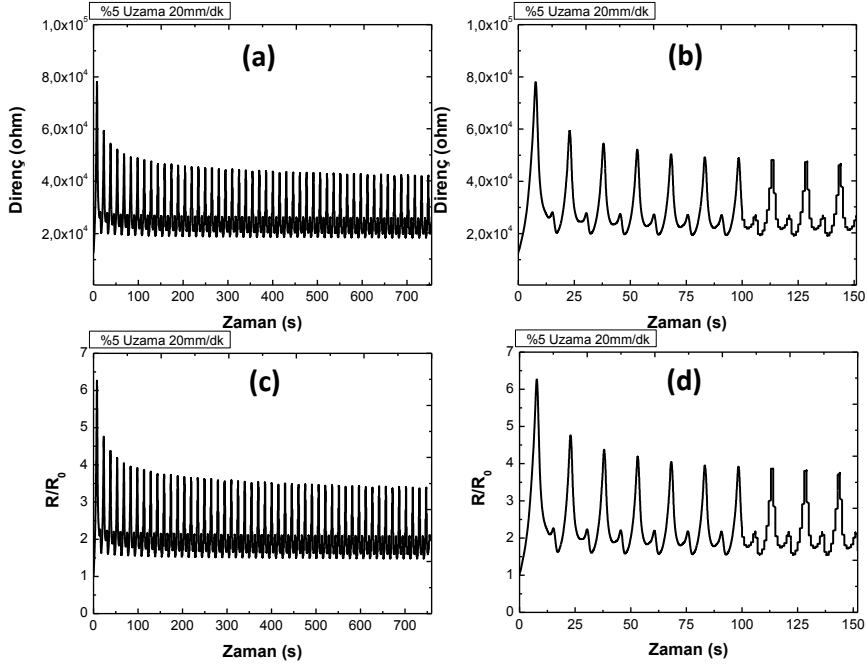
değişimi c) 50 çevrimdeki  $R/R_0$ 'da meydana gelen değişim d) 10 çevrimdeki  $R/R_0$ 'da meydana gelen değişim

#### 4.5.6.3 iGO/SEBS-1 Kaplanmış Tekstil Sensörlerinin Yıkama Sonrası Karakterizasyonu- Uzama Etkisi Altındaki Piezorezistif Karakter

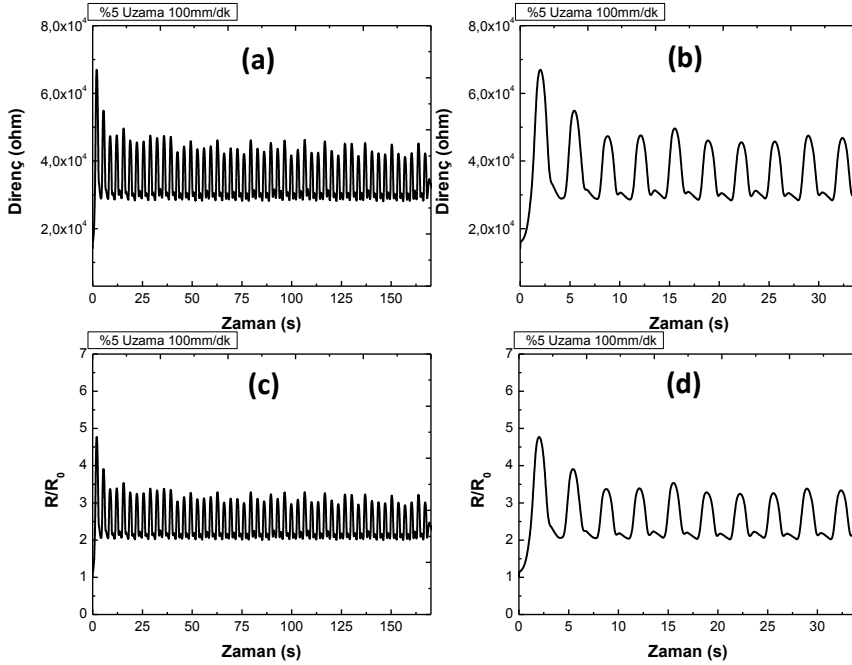
Bu aşamada %5 ve 15 deformasyon oranlarında 20 ve 100 mm/dk'lık hızda elde edilen sonuçlar verilmiştir. Sonuçlardan ve Tablo 4.38'den de açık bir şekilde görüldüğü gibi, yıkama işlemi sonunda numunenin elektromekanik özelliklerinde önemli bir değişiklik gözlenmemiştir. Verilen koşullar altında daha önce olduğu gibi pozitif piezorezistans davranış göstermiştir. % uzama oranının artması ile hassasiyet artmış, deformasyon hızının artması ile hassasiyet azalmıştır. Tablo 4.38'de verilen  $R/R_0$  değerlerinin orijinal numuneye göre ufak farklılıklar göstermesinin sebebi,  $R_0$  değerlerindeki farklılıktan kaynaklanmaktadır. Bu da malzemenin test için cihaza monte edilmesi sırasındaki kontrol edilemeyen kaymalardan kaynaklanmaktadır. Numune çeneler arasında yerleştirilirken daha önce çizilen işaretli yerlerden yerleştirilmeye çalışılsa da, esnek olduğu için, mm'lik kaymalar olmaktadır. Bu durumda çeneler arasında bulunan malzeme ufak da olsa boyun verebilmektedir. Bu yüzden  $R_0$  değerleri (numune geometrisine bağlı olarak) değişebilmektedir.

**Tablo 4.38.** Yıkanmış tekstil sensörünün 20 ve 100 mm/dk hızında farklı deformasyon oranlarındaki uzama altında  $R/R_0$  değerleri

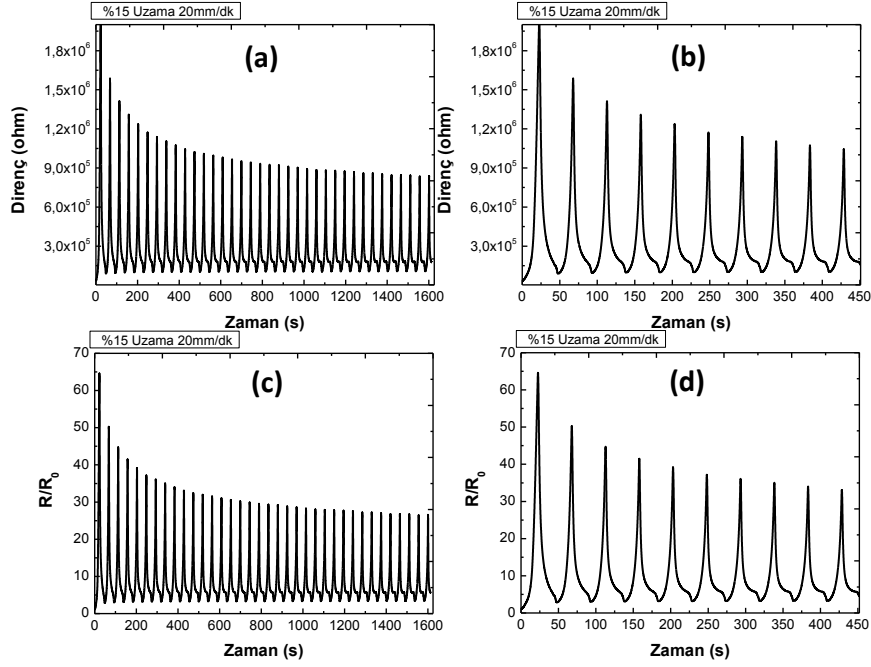
Hız	% Deformasyon Oranına Bağlı $R/R_0$ Oranları	
	% 5	% 15
<b>20 mm/dk</b>	İlk çevrimdeki $\Delta=6.2$ Stabil olduğu değer $\Delta=4$	İlk çevrimdeki $\Delta=65$ Stabil olduğu değer $\Delta=35$
<b>100 mm/dk</b>	İlk çevrimdeki $\Delta=4.8$ Stabil olduğu değer $\Delta=3.5$	İlk çevrimdeki $\Delta=30$ Stabil olduğu değer $\Delta=20$



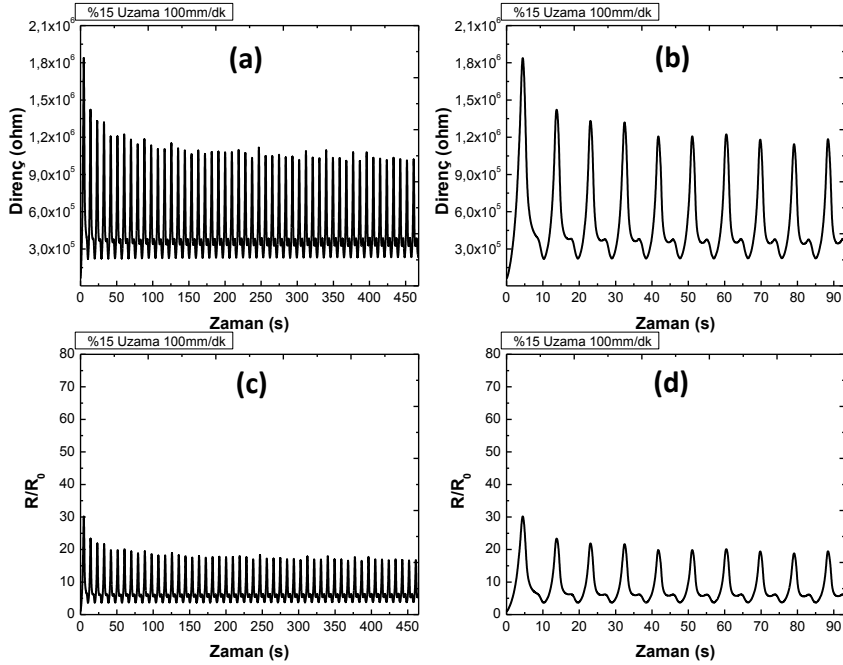
**Şekil 4.152.** %30 iGO/SEBS-1 ile kaplanan tekstil sensörünün yıkama sonunda 20 mm/dk hızında %5 deformasyon oranında a) 50 çevrimdeki direnç değişimi b) 10 çevrimdeki direnç değişimi c) 50 çevrimdeki  $R/R_0$ 'da meydana gelen değişim d) 10 çevrimdeki  $R/R_0$ 'da meydana gelen değişim



**Şekil 4.153.** %30 iGO/SEBS-1 ile kaplanan tekstil sensörünün yıkama sonunda 100 mm/dk hızında %5 deformasyon oranında a) 50 çevrimdeki direnç değişimi b) 10 çevrimdeki direnç değişimi c) 50 çevrimdeki  $R/R_0$ 'da meydana gelen değişim d) 10 çevrimdeki  $R/R_0$ 'da meydana gelen değişim



**Şekil 4.154.** %30 iGO/SEBS-1 ile kaplanan tekstil sensörünün yıkama sonunda 20 mm/dk hızında %15 deformasyon oranında a) 50 çevrimdeki direnç değişimi b) 10 çevrimdeki direnç değişimi c) 50 çevrimdeki  $R/R_0$ 'da meydana gelen değişim d) 10 çevrimdeki  $R/R_0$ 'da meydana gelen değişim



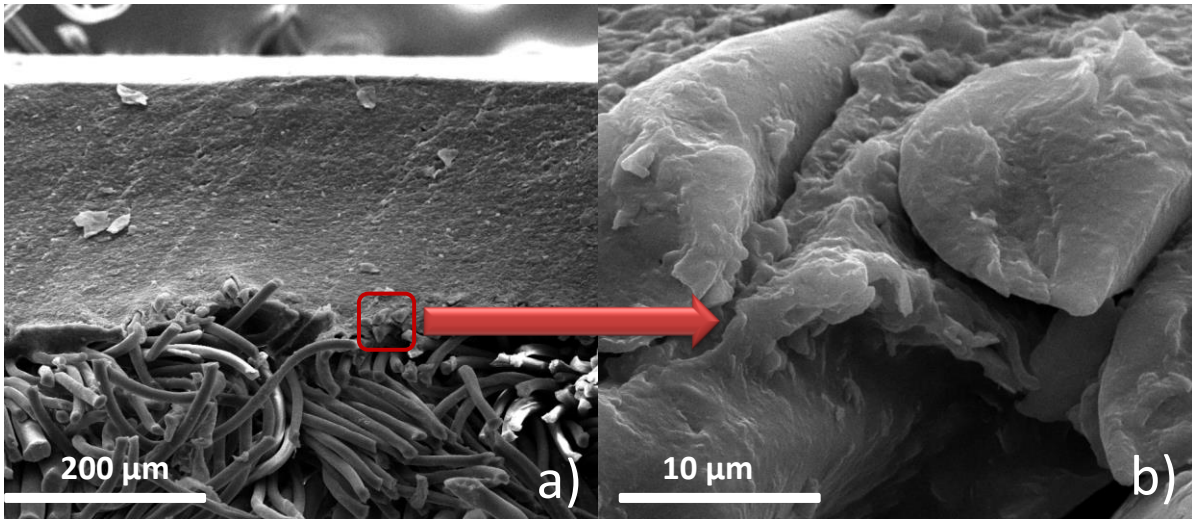
**Şekil 4.155.** %30 iGO/SEBS-1 ile kaplanan tekstil sensörünün yıkama sonunda 100 mm/dk hızında %15 deformasyon oranında a) 50 çevrimdeki direnç değişimi b) 10 çevrimdeki direnç değişimi c) 50 çevrimdeki  $R/R_0$ 'da meydana gelen değişim d) 10 çevrimdeki  $R/R_0$ 'da meydana gelen değişim

Özetlemek gerekirse, geliştirmiş olduğumuz malzemenin belirtilen koşullar altında yıkanması sonunda, morfolojik ve elektromekanik özelliklerinde önemli bir değişiklik gözlenmemiştir.

#### 4.5.7 Tekstil Sensörlerinin Geri Dönüştürülmesi ve Elektro-Mekanik Karakterizasyonu

##### 4.5.7.1 iGO/SEBS-1 Kaplanmış Tekstil Sensörlerinin Geri Dönüştürülmesi ve Karakterizasyonu-Morfolojik Analiz

Bu aşamada tekstil sensörlerinin üzerindeki iletken kompozit tabaka, deneysel yöntem kısmında belirtildiği gibi, geri dönüştürülmüş ve SEM ile morfolojisi incelenmiştir. Şekil 4.156'dan da görüldüğü gibi malzemelerde önemli bir değişim gözlenmemiştir. iGO dağılımı, iGO-matris arayüzey özellikleri, kaplama-kumaş ara yüzey özelliklerinde bir değişim gözlenmemiştir. Geri dönüşüm sırasında malzeme çözgen içinde çözüldükten sonra yüksek kayma hızında çalışan karıştırıcıda karıştırıldığı için ve herhangi bir çapraz bağlayıcı kullanılmadığı için, kolaylıkla pürüzsüz bir hale getirilmiş ve kaplanmıştır.



**Şekil 4.156.** Geri dönüştürülmüş %30 iGO/SEBS kompozit ile kaplanmış kumaşa ait SEM görüntüleri a) 500x b)10000x

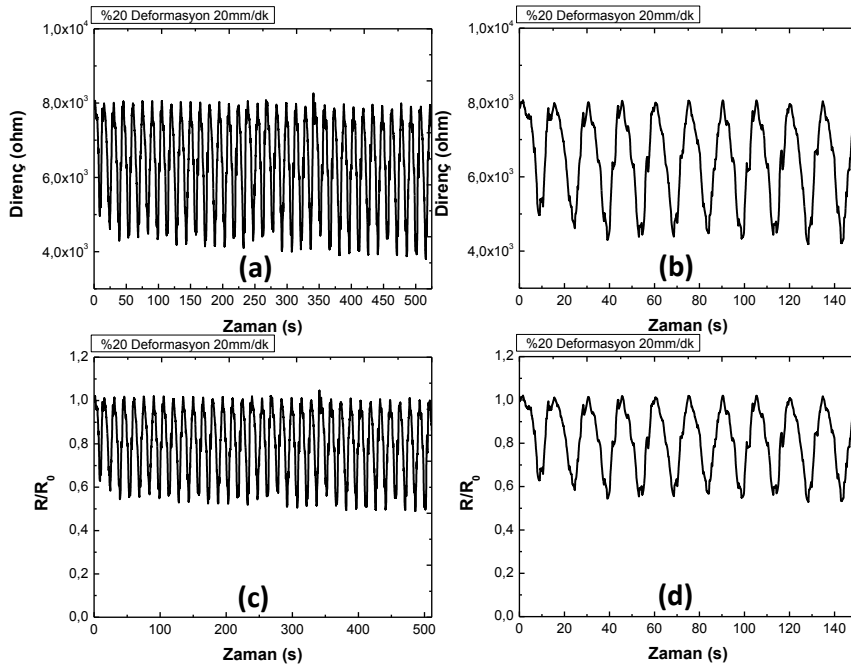
##### 4.5.7.2 iGO/SEBS-1 Kaplanmış Tekstil Sensörlerinin Geri Dönüştürülmesi ve Karakterizasyonu -Basınç Etkisi Altındaki Piezorezistif Karakter

Bu aşamada tekstil sensörleri geri dönüştürülmüş, elektrotları yapıştırılmış ve test edilmiştir. Bu aşamada %20 deformasyon oranında 20, 50 ve 100 mm/dk'lık hızda elde edilen sonuçlar verilmiştir. Şekil 4.157-159'deki sonuçlardan ve Tablo 4.39'dan da açık bir şekilde görüldüğü gibi, geri dönüşüm işlemi sonunda numunenin elektromekanik özelliklerinde önemli bir değişiklik gözlenmemiştir. Sadece bazı çevrimlerde lineerlikten sapmalar gözlenmiştir. Bunun

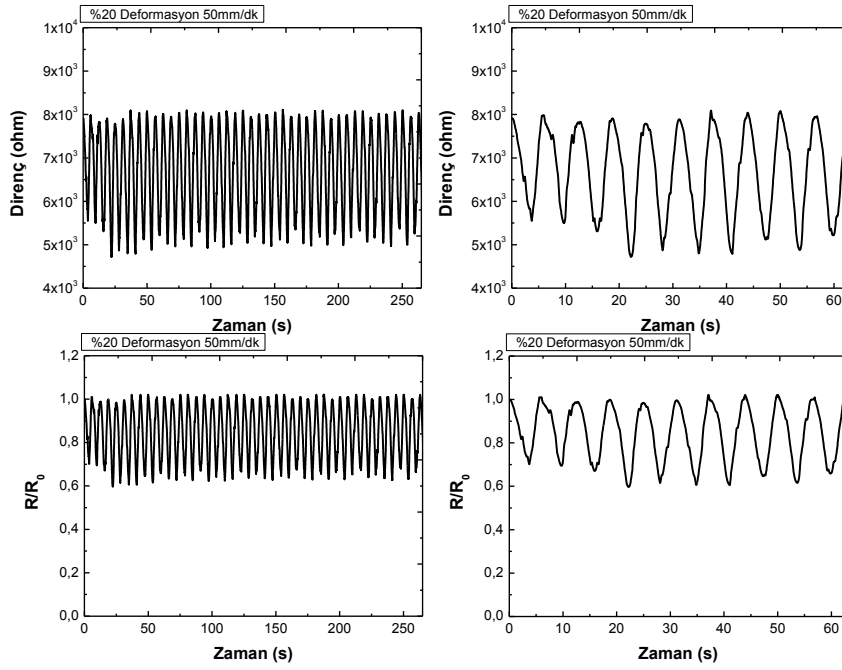
sebebi, numunenin üretim sırasında yüzeyinde meydana gelen düzgünlüklerden, numune geometrisi ve kalınlığından kaynaklanmaktadır. Tablo 4.39'da verilen  $\Delta$  değerlerinin de orijinal numuneye göre daha fazla olmasının sebebi numune kalınlığındaki farklılıktan kaynaklanmaktadır (Selamat vd., 2011). Daha önce yapılan çalışmalarda da belirtildiği gibi, kalınlık malzemenin elektriksel direncini ( $R_0$ ) ve buna bağlı olarak  $R/R_0$  oranını etkilemektedir. Bu iki sorun numunelerin enjeksiyon kalıplama gibi yöntemle üretilmesi durumunda ortadan kalkacağı düşünülmektedir.

**Tablo 4.39** Geri dönüştürülmüş tekstil sensörünün %20 deformasyon oranında 20, 50 ve 100 mm/dk hızlarında  $R/R_0$  değerlerindeki değişim

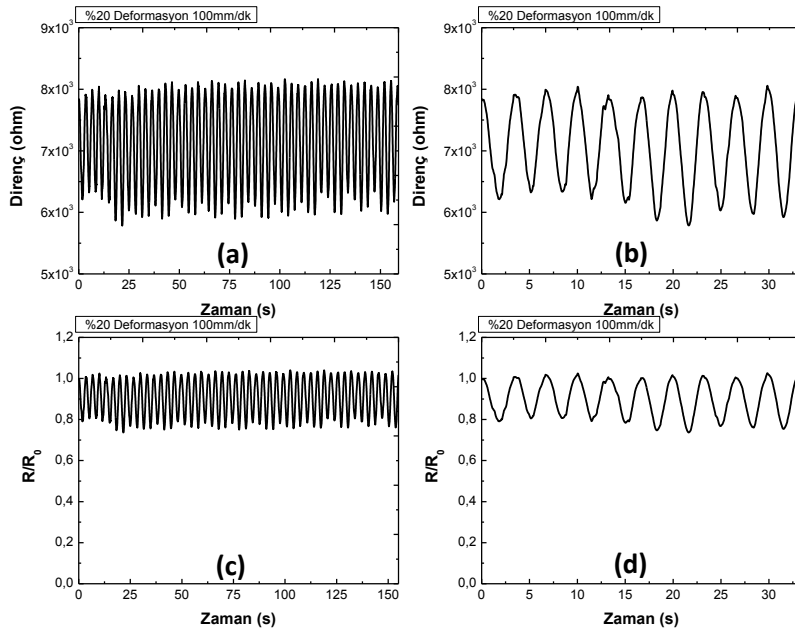
Hız	% 20 Deformasyon Oranında $R/R_0$ Oranları
20 mm/dk	1-0.55 (C=0.45)
50 mm/dk	1-0.60 ( $\Delta=0.4$ )
100 mm/dk	1-0.8 ( $\Delta=0.2$ )



**Şekil 4.157.** Geri dönüştürülmüş %30 iGO/SEBS-1 ile kaplanan tekstil sensörünün 20 mm/dk hızında %20 deformasyon oranında a) 50 çevrimdeki direnç değişimi b) 10 çevrimdeki direnç değişimi c) 50 çevrimdeki  $R/R_0$ 'da meydana gelen değişim d) 10 çevrimdeki  $R/R_0$ 'da meydana gelen değişim



**Şekil 4.158.** Geri dönüştürülmüş %30 iGO/SEBS-1 ile kaplanan tekstil sensörünün 50 mm/dk hızında %20 deformasyon oranında a) 50 çevrimdeki direnç değişimi b) 10 çevrimdeki direnç değişimi c) 50 çevrimdeki  $R/R_0$ 'da meydana gelen değişim d) 10 çevrimdeki  $R/R_0$ 'da meydana gelen değişim



**Şekil 4.159.** Geri dönüştürülmüş %30 iGO/SEBS-1 ile kaplanan tekstil sensörünün 100 mm/dk hızında %20 deformasyon oranında a) 50 çevrimdeki direnç değişimi b) 10 çevrimdeki direnç değişimi c) 50 çevrimdeki  $R/R_0$ 'da meydana gelen değişim d) 10 çevrimdeki  $R/R_0$ 'da meydana gelen değişim

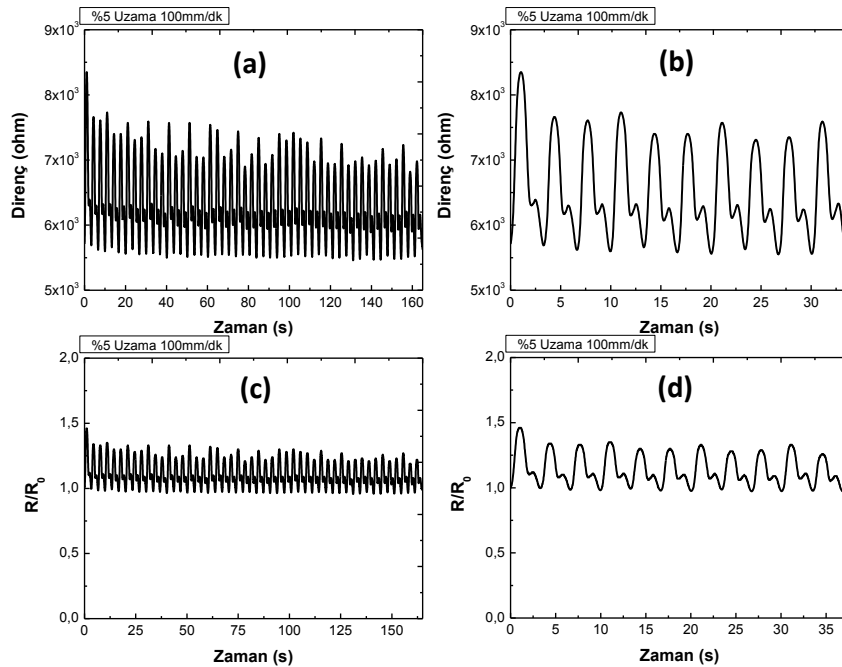


#### 4.5.7.3 iGO/SEBS-1 Kaplanmış Tekstil Sensörlerinin Geri Dönüştürülmesi ve Karakterizasyonu-Uzama Etkisi Altındaki Piezorezistif Karakter

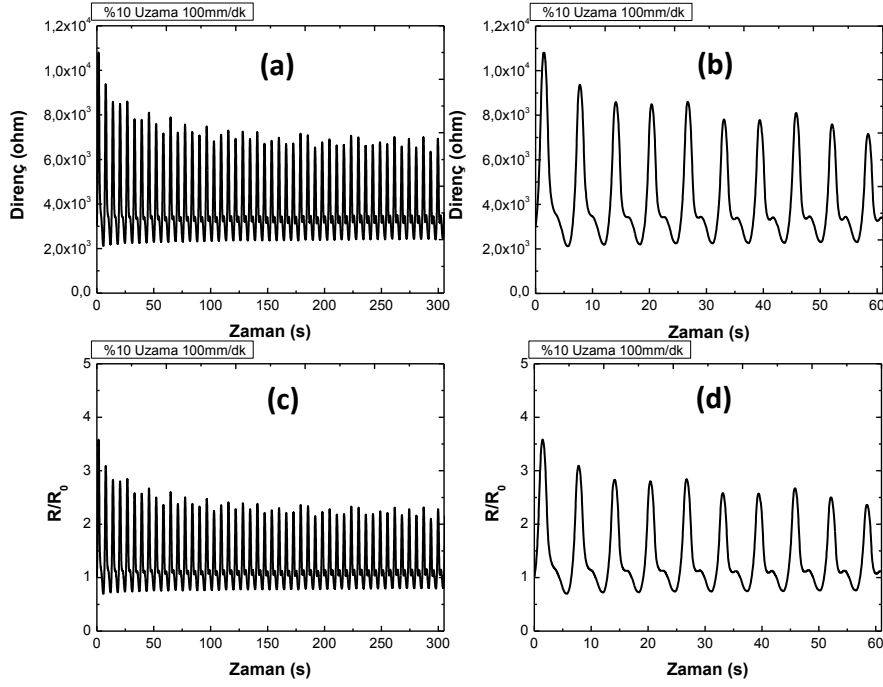
Bu aşamada %5, 10 ve 15 deformasyon oranlarında 100 mm/dk'lık hızda elde edilen sonuçlar verilmiştir. Şekil 4.160-162'deki sonuçlardan ve Tablo 4.40'dan da açık bir şekilde görüldüğü gibi, geri dönüşüm işlemi sonunda numunenin elektromekanik özelliklerinde önemli bir değişiklik gözlenmemiştir. Numuneler orijinal numunelerde olduğu gibi, pozitif piezorezistans davranışı sergilemişlerdir. Tablo 4.40'da verilen  $\Delta$  değerlerinin de orijinal numuneye göre daha fazla olmasının sebebi numune kalınlığındaki farklılıktan kaynaklanmaktadır (Selamat vd., 2011). Daha önce yapılan çalışmalarda da belirtildiği gibi, kalınlık malzemenin elektriksel direncini ( $R_0$ ) ve buna bağlı olarak  $R/R_0$  oranını etkilemektedir. Prosesin daha hassas bir şekilde kalınlık kontrolünün yapıldığı kaplama veya baskı makineleri ile yapılması durumunda bu tür sorunlarla karşılaşmayacağı düşünülmektedir.

**Tablo 4.40.** Geri dönüştürülmüş tekstil sensörünün %5, 10 ve 15 deformasyon oranlarında 100 mm/dk hızlarında  $R/R_0$  değerlerindeki değişim

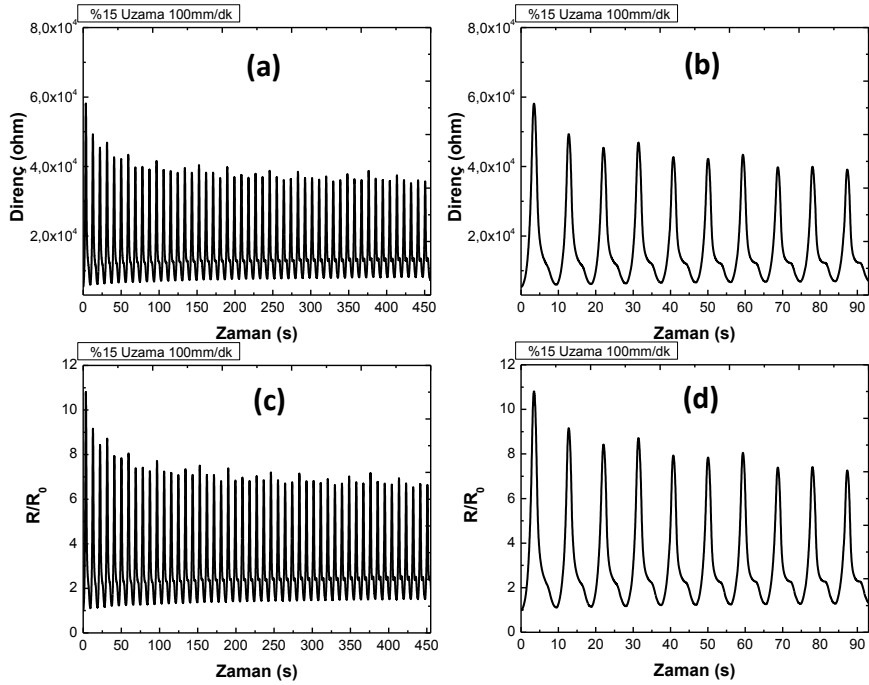
Hız	% Deformasyon Oranına Bağlı $R/R_0$ Oranları		
	% 5	% 10	% 15
100 mm/dk	İlk çevrimdeki $\Delta=1.5$ Stabil olduğu değer $\Delta=1.2$	İlk çevrimdeki $\Delta=3.5$ Stabil olduğu değer $\Delta=2.75$	İlk çevrimdeki $\Delta=11$ Stabil olduğu değer $\Delta=7.5$



**Şekil 4.160.** Geri dönüştürülmüş %30 iGO/SEBS-1 ile kaplanan tekstil sensörünün 100 mm/dk hızında %5 deformasyon oranında a) 50 çevrimdeki direnç değişimi b) 10 çevrimdeki direnç değişimi c) 50 çevrimdeki  $R/R_0$ 'da meydana gelen değişim d) 10 çevrimdeki  $R/R_0$ 'da meydana gelen değişim



**Şekil 4.161.** Geri dönüştürülmüş %30 iGO/SEBS-1 ile kaplanan tekstil sensörünün 100 mm/dk hızında %10 deformasyon oranında a) 50 çevrimdeki direnç değişimi b) 10 çevrimdeki direnç değişimi c) 50 çevrimdeki  $R/R_0$ 'da meydana gelen değişim d) 10 çevrimdeki  $R/R_0$ 'da meydana gelen değişim

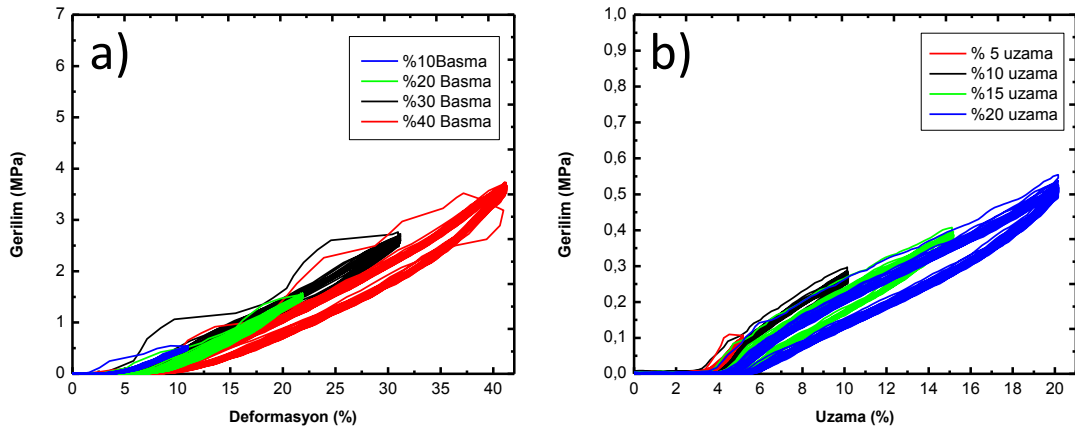


**Şekil 4.162.** Geri dönüştürülmüş %30 iGO/SEBS-1 ile kaplanan tekstil sensörünün 100 mm/dk hızında %15 deformasyon oranında a) 50 çevrimdeki direnç değişimi b) 10 çevrimdeki direnç değişimi c) 50 çevrimdeki  $R/R_0$ 'da meydana gelen değişim d) 10 çevrimdeki  $R/R_0$ 'da meydana gelen değişim

Özetlemek gerekirse, geliştirmiş olduğumuz malzemenin belirtilen koşullar altında geri dönüştürülmesi sonunda, görsel, morfolojik ve elektromekanik özelliklerinde önemli bir değişiklik gözlenmemiştir. Direnç ve R/R<sub>0</sub> değerlerindeki değişim malzeme geometrisiyle alakıdır. Bu durum daha hassas ve endüstriyel üretim yöntemleri kullanılarak minimize edilebilecektir.

#### 4.5.8 Tekstil Sensörlerinin Çevrimsel Mekanik Karakterizasyonu

Yapılan çalışmanın son aşamasında ise tekstil sensörlerine yapılan elektro-mekanik testler sırasında elde edilen çevrimsel mekanik veriler analiz edilmiştir. Şekil 4.163'den görüldüğü gibi hem uzama hem de basma etkisi altında % deformasyon oranı arttıkça, geri dönülmez deformasyon oranı artmaktadır. Bu durum piezorezistif verideki çevrimsel histerizleri net bir şekilde açıklamaktadır. Bunun yanında çevrim sayısı arttıkça, malzemedeki gerilim yumuşaması olmakta ve maksimum gerilim değeri düşmektedir. Burada meydana gelen durum daha önce kompozit filmlerin çevrimsel özelliklerinin analizi kısmında ayrıntılı bir şekilde verildiği için, ayrıca açıklanmayacaktır. Çevrim sonunda numunelerde görsel olarak herhangi bir bozulma da gözlenmemiştir.



**Şekil 4.163.** %30 iGO/SEBS-1 ile kaplanmış tekstil sensörünün a) 100 mm/dk hızında %10, %20, %30, %40 oranındaki deformasyon altındaki çevrimsel mekanik davranışı b) 100 mm/dk hızında %5, %10, %15, %20 oranındaki uzama altındaki çevrimsel mekanik davranışı

## 5. SONUÇ ve ÖNERİLER

Bu projede, termoplastik elastomer esaslı giyilebilir sensörlerin üretilmesinde kullanılan piezorezistif karaktere sahip olan malzemeler geliştirilmiştir. Bu amaçla ilk adımda grafitten yola çıkarak, grafen oksit ve indirgenmiş grafen oksit sentezlenmiş ve karakterize edilmiştir. Bunun devamında farklı özelliklere sahip termoplastik elastomerler kullanılarak çeşitli polimer kompozitler elde edilmiştir. Elde edilen polimer kompozitlerin morfolojik, mekanik özellikleri (kopma, uzama, çevrimsel deformasyon, sünme) ve elektriksel iletkenlikleri incelenmiştir. Piezorezistif sensör olarak kullanılacak malzemeler seçilmiş ve uzama ve basınç etkisi altında elektro-mekanik özellikleri ayrıntılı bir şekilde değerlendirilmiştir. Giyilebilir elektronik formuna dönüştürülebilecek kompozitlerin viskozitesi ölçülmüş, kumaş üzerine basılabilirliği optimize edilmiş ve en kolay proses edilebilen malzeme belirlenmiştir. Bunun ardından kumaş üzerine akırtılan kompozitlerin farklı koşullar altında piezorezistif karakterleri incelenmiştir. Projenin son aşamasında ise, bu kompozitin yaşlanma davranışı, yıkama sonundaki performansı ve geri dönüştürülebilirliği incelenmiştir.

Bu projenin literatüre kazandırdığı en önemli çıktılar:

- Farklı morfoloji ve moleküler ağırlığa sahip beş TPE polimer ve iGO kullanılarak üretilen kompozitlerin morfolojik, elektriksel, mekanik, çevrimsel elektromekanik karakterizasyonunun yapıldığı ilk çalışmadır.
- Elde edilen polimer kompozitlerden en iyi özellik sergileyenin kumaşa aktarılıp hem uzama hem de basınç sensörü olarak kullanılan ve dinamik elektro-mekanik özelliklerin araştırıldığı ilk çalışmadır.
- Literatürde hem uzama hem de basınç sensörü olarak kullanılan ve geri dönüştürülebilen ve bu işlem sonunda bile özelliklerini koruyan bir sensör malzemesinin geliştirildiği ilk çalışmadır.

Projede geliştirmiş olduğumuz iletkenlik düzeyi kontrol edilebilen kompozitler, kablosuz elektronik sistemlere adapte edilmesi ile uzaktan kontrol edilebilen fizyoterapi, güvenlik ve sağlık takibi gibi uygulamalarda kullanılacak potansiyelindedir. Ayrıca, bu çalışma kapsamında üretilen iletken kompozitler, sadece piezorezistif sensörlerde değil, iletken kompozitlerin kullanıldığı her alanda kullanılabilme potansiyeline sahiptir. Bu alanlar içinde:

- elektriksel iletkenlik gerektiren her türlü elektronik parça,
- esnek elektrotlar,
- giyilebilir elektronikler,
- iletken kaplamalar,



- elektromanyetik kalkanlama uygulamaları,
- enerji depolama sistemleri,
- biyosensörler,
- kimyasal sensörler,
- sıcaklık sensörleri,
- kapasitif sensörler yer almaktadır.

## Referanslar

- Aharoni, S. M. 1985. "Correlations between Chain Parameters and Failure Characteristics of Polymers Below Their Glass-Transition Temperature", *Macromolecules*, 18(12), 2624-2630.
- Akhavan, O. and Ghaderi, E. 2009. "Photocatalytic Reduction of Graphene Oxide Nanosheets on TiO<sub>2</sub> Thin Film for Photoinactivation of Bacteria in Solar Light Irradiation", *Journal of Physical Chemistry C*, 113(47), 20214-20220.
- Al-Saleh, M. H. and Sundararaj, U. 2009. "A review of vapor grown carbon nanofiber/polymer conductive composites", *Carbon*, 47(1), 2-22.
- Allen, N. S., Edge, M., Wilkinson, A., Liauw, C. M., Mourelatou, D., Barrio, J. and Martinez-Zaporta, M. A. 2001. "Degradation and stabilisation of styrene-ethylene-butadiene-styrene (SEBS) block copolymer", *Polymer Degradation and Stability*, 71(1), 113-122.
- Amin, S. and Amin, M. 2011. "Thermoplastic elastomeric (TPE) materials and their use in outdoor electrical insulation", *Reviews on Advanced Materials Science*, 29(1), 15-30.
- Arlen, M. J., Wang, D., Jacobs, J. D., Justice, R., Trionfi, A., Hsu, J. W., Schaffer, D., Tan, L.-S. and Vaia, R. A. 2008. "Thermal- Electrical Character of in Situ Synthesized Polyimide-Grafted Carbon Nanofiber Composites", *Macromolecules*, 41(21), 8053-8062.
- Asran, A. S., Seydewitz, V. and Michler, G. H. 2012. "Micromechanical properties and ductile behavior of electrospun polystyrene nanofibers", *Journal of Applied Polymer Science*, 125(3), 1663-1673.
- Atalay, O., Kennon, W. R. and Husain, M. D. 2013. "Textile-based weft knitted strain sensors: Effect of fabric parameters on sensor properties", *Sensors*, 13(8), 11114-11127.
- Balogun, Y. A. and Buchanan, R. C. 2010. "Enhanced percolative properties from partial solubility dispersion of filler phase in conducting polymer composites (CPCs)", *Composites Science and Technology*, 70(6), 892-900.
- Bhaumik, T. K., Gupta, B. R. and Bhowmick, A. K. 1987. "Cut-Growth Behavior of Epdm-Bromobutyl Rubber Blends under Repeated Stressing", *Journal of Materials Science*, 22(12), 4336-4342.
- Brechet, Y., Cavaille, J. Y. Y., Chabert, E., Chazeau, L., Dendievel, R., Flandin, L. and Gauthier, C. 2001. "Polymer based nanocomposites: Effect of filler-filler and filler-matrix interactions", *Advanced Engineering Materials*, 3(8), 571-577.
- Brodie, B. C. 1859. "XIII. On the atomic weight of graphite", *Philosophical Transactions of the Royal Society of London*, 149 249-259.
- Bueche, F. 1960. "Molecular basis for the mullins effect", *Journal of Applied Polymer Science*, 4(10), 107-114.
- Buschow, K. J., Cahn, R. W., Flemings, M. C., Ilschner, B., Kramer, E. J. and Mahajan, S. 2001. "Encyclopedia of materials", *Science and technology*, 1 11.
- Campbell, T. E., Munro, B. J., Wallace, G. G. and Steele, J. R. 2007. "Can fabric sensors monitor breast motion?", *Journal of biomechanics*, 40(13), 3056-3059.
- Cantournet, S., Desmorat, R. and Besson, J. 2009. "Mullins effect and cyclic stress softening of filled elastomers by internal sliding and friction thermodynamics model", *International Journal of Solids and Structures*, 46(11-12), 2255-2264.
- Cao, Y., Lai, Z., Feng, J. and Wu, P. 2011. "Graphene oxide sheets covalently functionalized with block copolymers via click chemistry as reinforcing fillers", *Journal of Materials Chemistry*, 21(25), 9271-9278.
- Castano, L. M. and Flatau, A. B. 2014. "Smart fabric sensors and e-textile technologies: a review", *Smart Materials and Structures*, 23(5), 053001.
- Chan, A. J., Steenkeste, K., Canette, A., Eloy, M., Brosson, D., Gaboriaud, F. and Fontaine-Aupart, M. P. 2015. "Natural Rubber-Filler Interactions: What Are the Parameters?", *Langmuir*, 31(45), 12437-12446.
- Cho, G., Jeong, K., Paik, M. J., Kwun, Y. and Sung, M. 2011. "Performance evaluation of textile-based electrodes and motion sensors for smart clothing", *IEEE Sensors Journal*, 11(12), 3183-3193.

- Cochrane, C., Koncar, V., Lewandowski, M. and Dufour, C. 2007. "Design and development of a flexible strain sensor for textile structures based on a conductive polymer composite", *Sensors*, 7(4), 473-492.
- Cochrane, C., Lewandowski, M. and Koncar, V. 2010. "A flexible strain sensor based on a conductive polymer composite for in situ measurement of parachute canopy deformation", *Sensors*, 10(9), 8291-8303.
- Das, A., Chakraborty, B. and Sood, A. K. 2008. "Raman spectroscopy of graphene on different substrates and influence of defects", *Bulletin of Materials Science*, 31(3), 579-584.
- Das, N. C., Chaki, T. K. and Khastgir, D. 2002. "Effect of axial stretching on electrical resistivity of short carbon fibre and carbon black filled conductive rubber composites", *Polymer International*, 51(2), 156-163.
- De Focatiis, D. S. A., Hull, D. and Sánchez-Valencia, A. 2012. "Roles of prestrain and hysteresis on piezoresistance in conductive elastomers for strain sensor applications", *Plastics, Rubber and Composites*, 41(7), 301-309.
- De Rossi, D., Della Santa, A. and Mazzoldi, A. 1999. "Dressware: wearable hardware", *Materials Science and Engineering: C*, 7(1), 31-35.
- De, S. and White, J. 1996. *Short fibre-polymer composites*, Elsevier.
- Diani, J., Fayolle, B. and Gilormini, P. 2009. "A review on the Mullins effect", *European Polymer Journal*, 45(3), 601-612.
- Dreyer, D. R., Park, S., Bielawski, C. W. and Ruoff, R. S. 2010. "The chemistry of graphene oxide", *Chemical Society Reviews*, 39(1), 228-240.
- Drobny, J. 2007. "Handbook of Thermoplastic Elastomers, William Andrew Inc", Norwich, NY.
- Du, F., Scogna, R. C., Zhou, W., Brand, S., Fischer, J. E. and Winey, K. I. 2004. "Nanotube networks in polymer nanocomposites: rheology and electrical conductivity", *Macromolecules*, 37(24), 9048-9055.
- Estrada Moreno, I. A., Díaz Diaz, A., Mendoza Duarte, M. E. and Ibarra Gómez, R. 2009. Strain effect on the electrical conductivity of CB/SEBS and GP/SEBS composites. *Macromolecular symposia*, Wiley Online Library.
- Flandin, L., Chang, A., Nazarenko, S., Hiltner, A. and Baer, E. 2000. "Effect of strain on the properties of an ethylene-octene elastomer with conductive carbon fillers", *Journal of Applied Polymer Science*, 76(6), 894-905.
- Fraden, J. 2004. *Handbook of modern sensors: physics, designs, and applications*, Springer Science & Business Media.
- Gamlen, P. H. and White, J. W. 1976. "Structure and dynamics of microcrystalline graphite, graphon, by neutron scattering", *Journal of the Chemical Society, Faraday Transactions 2: Molecular and Chemical Physics*, 72(0), 446-455.
- Ganguly, A. and Bhowmick, A. K. 2008. "Sulfonated styrene-(ethylene-co-butylene)-styrene/montmorillonite clay nanocomposites: Synthesis, morphology, and properties", *Nanoscale Research Letters*, 3(1), 36-44.
- Ganguly, A., Sharma, S., Papakonstantinou, P. and Hamilton, J. 2011. "Probing the Thermal Deoxygenation of Graphene Oxide Using High-Resolution In Situ X-ray-Based Spectroscopies", *Journal of Physical Chemistry C*, 115(34), 17009-17019.
- Gao, W., Alemany, L. B., Ci, L. J. and Ajayan, P. M. 2009. "New insights into the structure and reduction of graphite oxide", *Nature Chemistry*, 1(5), 403-408.
- Geng, Y., Liu, M. Y., Li, J., Shi, X. M. and Kim, J. K. 2008. "Effects of surfactant treatment on mechanical and electrical properties of CNT/epoxy nanocomposites", *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 39(12), 1876-1883.
- Gibbs, P. T. and Asada, H. 2005. "Wearable Conductive Fiber Sensors for Multi-Axis Human Joint Angle Measurements", *Journal of NeuroEngineering and Rehabilitation*, 2(1), 7.
- Hafiz, S. M., Ritikos, R., Whitcher, T. J., Razib, N. M., Bien, D. C. S., Chanlek, N., Nakajima, H., Saisopa, T., Songsiririthigul, P., Huang, N. M. and Rahman, S. A. 2014. "A practical carbon dioxide gas sensor using room-temperature hydrogen plasma reduced graphene oxide", *Sensors and Actuators B-Chemical*, 193 692-700.

- Harwood, J. A. C., Mullins, L. and Payne, A. R. 1965. "Stress softening in natural rubber vulcanizates. Part II. Stress softening effects in pure gum and filler loaded rubbers", *Journal of Applied Polymer Science*, 9(9), 3011-3021.
- Harwood, J. A. C. and Payne, A. R. 1966. "Stress softening in natural rubber vulcanizates. Part III. Carbon black-filled vulcanizates", *Journal of Applied Polymer Science*, 10(2), 315-324.
- He, D. N., Peng, Z., Gong, W., Luo, Y. Y., Zhao, P. F. and Kong, L. X. 2015. "Mechanism of a green graphene oxide reduction with reusable potassium carbonate", *Rsc Advances*, 5(16), 11966-11972.
- He, H. Y., Klinowski, J., Forster, M. and Lerf, A. 1998. "A new structural model for graphite oxide", *Chemical Physics Letters*, 287(1-2), 53-56.
- Holt, W. L. 1931. "Behaviour of Rubber under Repeated Stresses<sup>1,2</sup>", *Industrial & Engineering Chemistry*, 23(12), 1471-1475.
- Huang, C.-T., Shen, C.-L., Tang, C.-F. and Chang, S.-H. 2008. "A wearable yarn-based piezo-resistive sensor", *Sensors and Actuators A: Physical*, 141(2), 396-403.
- Huang, J. C. and Wu, C. L. 2000. "Processability, mechanical properties, and electrical conductivities of carbon black-filled ethylene-vinyl acetate copolymers", *Advances in Polymer Technology*, 19(2), 132-139.
- Hummers, W. S. and Offeman, R. E. 1958. "Preparation of Graphitic Oxide", *Journal of the American Chemical Society*, 80(6), 1339-1339.
- Jiang, K. C., Xin, S., Lee, J. S., Kim, J., Xiao, X. L. and Guo, Y. G. 2012. "Improved kinetics of LiNi<sub>1/3</sub>Mn<sub>1/3</sub>Co<sub>1/3</sub>O<sub>2</sub> cathode material through reduced graphene oxide networks", *Physical Chemistry Chemical Physics*, 14(8), 2934-2939.
- Jin, G., Norrish, J., Too, C. and Wallace, G. 2004. "Polypyrrole filament sensors for gases and vapours", *Current Applied Physics*, 4(2), 366-369.
- Kang, H., Zuo, K., Wang, Z., Zhang, L., Liu, L. and Guo, B. 2014. "Using a green method to develop graphene oxide/elastomers nanocomposites with combination of high barrier and mechanical performance", *Composites Science and Technology*, 92 1-8.
- Kear, K. E. 2003. *Developments in thermoplastic elastomers*, iSmithers Rapra Publishing.
- Kellici, S., Acord, J., Ball, J., Reehal, H. S., Morgan, D. and Saha, B. 2014. "A single rapid route for the synthesis of reduced graphene oxide with antibacterial activities", *Rsc Advances*, 4(29), 14858-14861.
- Kim, H., Park, K. Y., Hong, J. and Kang, K. 2014. "All-graphene-battery: bridging the gap between supercapacitors and lithium ion batteries", *Scientific Reports*, 4.
- Kincal, D., Kumar, A., Child, A. D. and Reynolds, J. R. 1998. "Conductivity switching in polypyrrole-coated textile fabrics as gas sensors", *Synthetic Metals*, 92(1), 53-56.
- Kraus, G., Childers, C. W. and Rollmann, K. W. 1966. "Stress softening in carbon black-reinforced vulcanizates. Strain rate and temperature effects", *Journal of Applied Polymer Science*, 10(2), 229-244.
- Lai, Q., Zhu, S. F., Luo, X. P., Zou, M. and Huang, S. H. 2012. "Ultraviolet-visible spectroscopy of graphene oxides", *Aip Advances*, 2(3).
- Lerf, A., He, H. Y., Forster, M. and Klinowski, J. 1998. "Structure of graphite oxide revisited", *Journal of Physical Chemistry B*, 102(23), 4477-4482.
- Li, Y. and Shimizu, H. 2009. "Toward a stretchable, elastic, and electrically conductive nanocomposite: morphology and properties of poly [styrene-*b*-(ethylene-co-butylene)-*b*-styrene]/multiwalled carbon nanotube composites fabricated by high-shear processing", *Macromolecules*, 42(7), 2587-2593.
- Lian, P. C., Zhu, X. F., Liang, S. Z., Li, Z., Yang, W. S. and Wang, H. H. 2010. "Large reversible capacity of high quality graphene sheets as an anode material for lithium-ion batteries", *Electrochimica Acta*, 55(12), 3909-3914.
- Loriga, G., Taccini, N., De Rossi, D. and Paradiso, R. 2005. "Textile sensing interfaces for cardiopulmonary signs monitoring", 2005 27th Annual International Conference of the IEEE Engineering in Medicine and Biology Society, Vols 1-7, 7349-7352.



- Lorussi, F., Scilingo, E. P., Tesconi, M., Tognetti, A. and De Rossi, D. 2005. "Strain sensing fabric for hand posture and gesture monitoring", *IEEE Transactions on Information Technology in Biomedicine*, 9(3), 372-381.
- Mattmann, C., Amft, O., Harms, H., Troster, G. and Clemens, F. 2007. "Recognizing upper body postures using textile strain sensors", *Eleventh IEEE International Symposium on Wearable Computers, Proceedings*, 29-+.
- Mattmann, C., Clemens, F. and Tröster, G. 2008. "Sensor for measuring strain in textile", *Sensors*, 8(6), 3719-3732.
- Melnykowycz, M., Koll, B., Scharf, D. and Clemens, F. 2014. "Comparison of piezoresistive monofilament polymer sensors", *Sensors*, 14(1), 1278-1294.
- Mermoux, M., Chabre, Y. and Rousseau, A. 1991. "FTIR and <sup>13</sup>C NMR study of graphite oxide", *Carbon*, 29(3), 469-474.
- Motlagh, G., Hrymak, A. and Thompson, M. 2008. "Improved through-plane electrical conductivity in a carbon-filled thermoplastic via foaming", *Polymer Engineering & Science*, 48(4), 687-696.
- Mullins, L. 1948. "Effect of Stretching on the Properties of Rubber", *Rubber Chemistry and Technology*, 21(2), 281-300.
- Munro, B. J., Campbell, T. E., Wallace, G. G. and Steele, J. R. 2008. "The intelligent knee sleeve: A wearable biofeedback device", *Sensors and Actuators B: Chemical*, 131(2), 541-547.
- Munteanu, S. B. and Vasile, C. 2005. "Spectral and thermal characterization of styrene-butadiene copolymers with different architectures", *Journal of Optoelectronics and Advanced Materials*, 7(6), 3135-3148.
- Nilsson, H. M., de Knoop, L., Cumings, J. and Olsson, E. 2017. "Localized resistance measurements of wrinkled reduced graphene oxide using in-situ transmission electron microscopy", *Carbon*, 113 340-345.
- Niu, M., Xu, R., Dai, P. and Wu, Y. 2013. "Novel hybrid copolymer by incorporating POSS into hard segments of thermoplastic elastomer SEBS via click coupling reaction", *Polymer*, 54(11), 2658-2667.
- Nunes, R. W., Martin, J. R. and Johnson, J. F. 1982. "Influence of Molecular-Weight and Molecular-Weight Distribution on Mechanical-Properties of Polymers", *Polymer Engineering and Science*, 22(4), 205-228.
- Ozsoy, I., Demirkol, A., Mimaroglu, A., Unal, H. and Demir, Z. 2015. "The Influence of Micro- and Nano-Filler Content on the Mechanical Properties of Epoxy Composites", *Strojnicki Vestnik-Journal of Mechanical Engineering*, 61(10), 601-609.
- Pacelli, M., Caldani, L. and Paradiso, R. 2006. "Textile piezoresistive sensors for biomechanical variables monitoring", *2006 28th Annual International Conference of the IEEE Engineering in Medicine and Biology Society, Vols 1-15*, 3892-+.
- Paradiso, R. and De Rossi, D. 2006. "Advances in textile technologies for unobtrusive monitoring of vital parameters and movements.", *2006 28th Annual International Conference of the IEEE Engineering in Medicine and Biology Society, Vols 1-15*, 6126-+.
- Paradiso, R., Loriga, G. and Taccini, N. 2005. "A wearable health care system based on knitted integrated sensors", *IEEE transactions on Information Technology in biomedicine*, 9(3), 337-344.
- Pavlovsky, S. and Siegmann, A. 2009. "Chemical sensing materials. I. Electrically conductive SEBS copolymer systems", *Journal of applied polymer science*, 113(5), 3322-3329.
- Pegel, S., Pötschke, P., Petzold, G., Alig, I., Dudkin, S. M. and Lellinger, D. 2008. "Dispersion, agglomeration, and network formation of multiwalled carbon nanotubes in polycarbonate melts", *Polymer*, 49(4), 974-984.
- Pei, S. F. and Cheng, H. M. 2012. "The reduction of graphene oxide", *Carbon*, 50(9), 3210-3228.
- Pierson, H. O. 1993. *Handbook of Carbon, Graphite, Diamond, and Fullerenes, Processing, Properties and Applications*, Noyes Publications New York:.
- Polat, K. 2013. *Development Of Styrene-(Ethylene-Buthylene)-Styrene (SEBS) Based Composite Polyelectrolyte Membrane For Fuel Cell Applications*. Ph.D., Hacettepe Üniversitesi

- Ray, S. 2015. Applications of graphene and graphene-oxide based nanomaterials, William Andrew.
- Ray, S. and Cooney, R. P. 2012. 7 - Thermal Degradation of Polymer and Polymer Composites A2 - Kutz, Myer. Handbook of Environmental Degradation of Materials (Second Edition). Oxford, William Andrew Publishing, 213-242.
- Rinaldi, A., Tamburrano, A., Fortunato, M. and Sarto, S. M. 2016. "A Flexible and Highly Sensitive Pressure Sensor Based on a PDMS Foam Coated with Graphene Nanoplatelets", Sensors, 16(12).
- Sau, K., Chaki, T. and Khastgir, D. 1998. "Carbon fibre filled conductive composites based on nitrile rubber (NBR), ethylene propylene diene rubber (EPDM) and their blend", Polymer, 39(25), 6461-6471.
- Schimmel, K. H. and Heinrich, G. 1991. "The Influence of the Molecular-Weight Distribution of Network Chains on the Mechanical-Properties of Polymer Networks", Colloid and Polymer Science, 269(10), 1003-1012.
- Schollenberger, C. S. and Dinbergs, K. 1979. "Thermoplastic Polyurethane Elastomer Molecular Weight-Property Relations. Further Studies", Journal of Elastomers & Plastics, 11(1), 58-91.
- Selamat, Sahari, J., Muhamad, N. and Muchtar, A. 2011. "The effects of thickness reduction and particle sizes on the properties graphite - Polypropylene composite", International Journal of Mechanical and Materials Engineering, 6(2), 194--200.
- Sengupta, R., Bhattacharya, M., Bandyopadhyay, S. and Bhowmick, A. K. 2011. "A review on the mechanical and electrical properties of graphite and modified graphite reinforced polymer composites", Progress in polymer science, 36(5), 638-670.
- Senthilnathan, J., Liu, Y. F., Rao, K. S. and Yoshimura, M. 2014. "Submerged Liquid Plasma for the Synchronized Reduction and Functionalization of Graphene Oxide", Scientific Reports, 4.
- Sergio, M., Manaresi, N., Nicolini, M., Gennaretti, D., Tartagni, M. and Guerrieri, R. 2004. "A textile-based capacitive pressure sensor", Sensor Letters, 2(2), 153-160.
- Shankar, R., Ghosh, T. K. and Spontak, R. J. 2007. "Dielectric elastomers as next-generation polymeric actuators", Soft Matter, 3(9), 1116-1129.
- Shanks, R. and Kong, I. 2012a. Thermoplastic Elastomers. Thermoplastic Elastomers. A. Z. El-Sonbati, InTech Pub., 137-154.
- Shanks, R. and Kong, I. 2012b. Thermoplastic Elastomers, Thermoplastic Elastomers., P. A. E.-S. (Ed.), InTech.
- Shanks, R. A. 2013. General purpose elastomers: structure, chemistry, physics and performance. Advances in Elastomers I, Springer, 11-45.
- Sharma, S., Sheshadri, T., Krishna, M., Murthy, H. N. and Jose, J. 2009. "Influence of solvents on the MWCNT/adhesive grade epoxy nanocomposites preparation", Journal of Reinforced Plastics and Composites, 28(22), 2805-2812.
- Shi, H., Shi, D., Li, C., Luan, S., Yin, J. and Li, R. K. 2014. "Preparation of functionalized graphene/SEBS-g-MAH nanocomposites and improvement of its electrical, mechanical properties", Materials Letters, 133 200-203.
- Shimanouchi, T., Matsuura, H., Ogawa, Y. and Harada, I. 1980. "Tables of Molecular Vibrational Frequencies .10.", Journal of Physical and Chemical Reference Data, 9(4), 1149-1254.
- Shu, L., Hua, T., Wang, Y., Li, Q., Feng, D. D. and Tao, X. 2010. "In-shoe plantar pressure measurement and analysis system based on fabric pressure sensing array", IEEE Transactions on Information Technology in Biomedicine, 14(3), 767-775.
- Shukla, S. R. and Mathur, M. R. 2000. "Action of alkali on polybutylene terephthalate and polyethylene terephthalate polyesters", Journal of Applied Polymer Science, 75(9), 1097-1102.
- Smith, C. S. 1954. "Piezoresistance effect in germanium and silicon", Physical review, 94(1), 42.
- Sobon, G., Sotor, J., Jagiello, J., Kozinski, R., Zdrojek, M., Holdynski, M., Paletko, P., Boguslawski, J., Lipinska, L. and Abramski, K. M. 2012. "Graphene Oxide vs. Reduced

- Graphene Oxide as saturable absorbers for Er-doped passively mode-locked fiber laser", *Optics Express*, 20(17), 19463-19473.
- Song, Y., Lee, H., Ko, J., Ryu, J., Kim, M. and Sohn, D. 2014. "Preparation and Characterization of Surfactant-Exfoliated Graphene", *Bulletin of the Korean Chemical Society*, 35(7), 2009-2012.
- Stankovich, S., Dikin, D. A., Dommett, G. H. B., Kohlhaas, K. M., Zimney, E. J., Stach, E. A., Piner, R. D., Nguyen, S. T. and Ruoff, R. S. 2006a. "Graphene-based composite materials", *Nature*, 442(7100), 282-286.
- Stankovich, S., Dikin, D. A., Piner, R. D., Kohlhaas, K. A., Kleinhammes, A., Jia, Y., Wu, Y., Nguyen, S. T. and Ruoff, R. S. 2007. "Synthesis of graphene-based nanosheets via chemical reduction of exfoliated graphite oxide", *Carbon*, 45(7), 1558-1565.
- Stankovich, S., Piner, R. D., Chen, X. Q., Wu, N. Q., Nguyen, S. T. and Ruoff, R. S. 2006b. "Stable aqueous dispersions of graphitic nanoplatelets via the reduction of exfoliated graphite oxide in the presence of poly(sodium 4-styrenesulfonate)", *Journal of Materials Chemistry*, 16(2), 155-158.
- Stankovich, S., Piner, R. D., Nguyen, S. T. and Ruoff, R. S. 2006c. "Synthesis and exfoliation of isocyanate-treated graphene oxide nanoplatelets", *Carbon*, 44(15), 3342-3347.
- Sun, Y., Thompson, S. E. and Nishida, T. 2009. *Strain effect in semiconductors: theory and device applications*, Springer Science & Business Media.
- Tang, Q., Lin, J. and Wu, J. 2008. "The preparation and electrical conductivity of polyacrylamide/graphite conducting hydrogel", *Journal of applied polymer science*, 108(3), 1490-1495.
- Tesconi, M., Scilingo, E. P., Barba, P. and De Rossi, D. 2006. Wearable kinesthetic system for joint knee flexion-extension monitoring in gait analysis. *Engineering in Medicine and Biology Society*, 2006. EMBS'06. 28th Annual International Conference of the IEEE, IEEE.
- Tesconi, M., Tognetti, A., Scilingo, E. P., Zupone, G., Carbonaro, N., De Rossi, D., Castellini, E. and Marella, M. 2007. Wearable sensorized system for analyzing the lower limb movement during rowing activity. *Industrial Electronics*, 2007. ISIE 2007. IEEE International Symposium on, IEEE.
- Tjong, S. C., Liang, G. and Bao, S. 2008. "Effects of crystallization on dispersion of carbon nanofibers and electrical properties of polymer nanocomposites", *Polymer Engineering & Science*, 48(1), 177-183.
- Tognetti, A., Lorussi, F., Bartalesi, R., Quaglini, S., Tesconi, M., Zupone, G. and De Rossi, D. 2005. "Wearable kinesthetic system for capturing and classifying upper limb gesture in post-stroke rehabilitation", *Journal of NeuroEngineering and Rehabilitation*, 2(1), 8.
- Toprakci, H. A., Kalanadhabhatla, S. K., Spontak, R. J. and Ghosh, T. K. 2013. "Polymer Nanocomposites Containing Carbon Nanofibers as Soft Printable Sensors Exhibiting Strain-Reversible Piezoresistivity", *Advanced Functional Materials*, 23(44), 5536-5542.
- Toprakci, H. A. K. 2012. *Piezoresistive Properties of Polyvinyl Chloride Composites*, North Carolina State University.
- Tuinstra, F. and Koenig, J. L. 1970. "Raman Spectrum of Graphite", *The Journal of Chemical Physics*, 53(3), 1126-1130.
- Valles, C., Beckert, F., Burk, L., Mulhaupt, R., Young, R. J. and Kinloch, I. A. 2016. "Effect of the C/O Ratio in Graphene Oxide Materials on the Reinforcement of Epoxy-Based Nanocomposites", *Journal of Polymer Science Part B-Polymer Physics*, 54(2), 281-291.
- Vlachopoulos, J. and Polychronopoulos, N. 2011. *Basic Concepts in Polymer Melt Rheology and Their Importance in Processing*. Applied Polymer Rheology, John Wiley & Sons, Inc., 1-27.
- Wang, G. X., Shen, X. P., Yao, J. and Park, J. 2009. "Graphene nanosheets for enhanced lithium storage in lithium ion batteries", *Carbon*, 47(8), 2049-2053.
- Wang, Z., Zheng, Z., Liu, J., Wu, Y. and Zhang, L. 2016. "Tuning the Mechanical Properties of Polymer Nanocomposites Filled with Grafted Nanoparticles by Varying the Grafted Chain Length and Flexibility", *Polymers*, 8(9).

- Wessling, B. 1991. "Electrical conductivity in heterogenous polymer systems (V)(1): further experimental evidence for a phase transition at the critical volume concentration", *Synthetic Metals*, 41(3), 1057-1062.
- Wolff, E. G. 2004. *Introduction to the Dimensional Stability of Composite Materials*, DEStech Publicaitons, Incorporated.
- Wu, T., Wang, X., Qiu, H., Gao, J., Wang, W. and Liu, Y. 2012. "Graphene oxide reduced and modified by soft nanoparticles and its catalysis of the Knoevenagel condensation", *Journal of Materials Chemistry*, 22(11), 4772-4779.
- Xu, Y., Bai, H., Lu, G., Li, C. and Shi, G. 2008. "Flexible Graphene Films via the Filtration of Water-Soluble Noncovalent Functionalized Graphene Sheets", *Journal of the American Chemical Society*, 130(18), 5856-5857.
- Yadav, S. K., Mahapatra, S. S., Cho, J. W. and Lee, J. Y. 2010. "Functionalization of Multiwalled Carbon Nanotubes with Poly(styrene-*b*-(ethylene-co-butylene)-*b*-styrene) by Click Coupling", *Journal of Physical Chemistry C*, 114(26), 11395-11400.
- Yang, S., Yue, W. B., Huang, D. Z., Chen, C. F., Lin, H. and Yang, X. J. 2012. "A facile green strategy for rapid reduction of graphene oxide by metallic zinc", *Rsc Advances*, 2(23), 8827-8832.
- Zhang, M., Chen, J. and Lu, C. 2016. "Influence of strain rate on the piezoresistive behavior of conductive polyamide composites", *Composites Science and Technology*, 133 1-6.
- Zhang, W., Dehghani-Sanij, A. A. and Blackburn, R. S. 2007. "Carbon based conductive polymer composites", *Journal of materials science*, 42(10), 3408-3418.
- Zheng, Q., Zhou, J. and Song, Y. 2004. "Time-dependent uniaxial piezoresistive behavior of high-density polyethylene/short carbon fiber conductive composites", *Journal of materials research*, 19(9), 2625-2634.

**TÜBİTAK**  
**PROJE ÖZET BİLGİ FORMU**

Proje Yürütücüsü:	Yrd. Doç. Dr. HATİCE AYLİN KARAHAN TOPRAKÇI
Proje No:	115E016
Proje Başlığı:	Termoplastik Elastomer Esaslı Giyilebilir Sensörler
Proje Türü:	1003 - Öncelikli Alanlar (2. Aşama)
Proje Süresi:	24
Araştırmacılar:	OZAN TOPRAKÇI, SİNAN ŞEN, HÜSEYİN YILDIRIM
Danışmanlar:	
Projenin Yürütüldüğü Kuruluş ve Adresi:	YALOVA Ü. MÜHENDİSLİK F. POLİMER MÜHENDİSLİĞİ B.
Projenin Başlangıç ve Bitiş Tarihleri:	01/12/2015 - 01/03/2018
Onaylanan Bütçe:	665159.0
Harcanan Bütçe:	610830.47
Öz:	<p>Bu projede iletken termoplastik elastomerler kompozitlerden esnek, konforlu, hafif, kompozit piezorezistif tekstil sensörleri tasarlanmış, üretimi gerçekleştirilmiş ve bu yapıların uzama ve/veya basınç sensörü olarak kullanılabilirliği ve geri dönüştürülebilirliği araştırılmıştır. Proje kapsamında, polimer matris olarak triblok kopolimer olan poli[stiren(etilen-bütilen)-stiren] (SEBS), iletken dolgu maddesi olarak ise indirgenmiş grafen oksit (iGO) kullanılmıştır. İlk aşamada modifiye Hummers yöntemi kullanılarak iGO üretimi gerçekleştirilmiş; iGOnun morfolojik ve yapısal karakterizasyonu gerçekleştirilmiştir. İkinci adımda iGOnun SEBS matris içinde homojen bir şekilde dağılması için gerekli karıştırma koşulları belirlenmiştir. Bu işlemden yüksek kayma kuvveti uygulayan özel bir karıştırıcı kullanılmıştır. Üçüncü adımda farklı iGO/SEBS oranlarında kompozit filmlerin üretilmesi; bu filmlerin morfolojik, mekanik, elektriksel ve piezorezistif özellikleri karakterize edilmiştir. Dördüncü adımda kaplama malzemesi ve/veya baskı patı olarak kullanılacak olan iGO/SEBS karışımlarının reolojik özellikleri incelenmiştir. Beşinci adımda reolojik açıdan en uygun bileşimlerin kaplama ve/veya baskı ile tekstil yüzeyine aktarılması ve bu yapıların morfolojik, mekanik, elektriksel ve piezorezistif özellikleri karakterize edilmiştir. Son adımda ise tekstil sensörünün geri dönüştürülebilirliğinin incelenmiştir.</p> <p>Yapılan bu çalışmalar sonunda iGO/SEBS esnek polimer kompozitlerin hem film hem de giyilebilir elektronik formunda uzama ve/veya basınç sensörü olarak kullanılabilirliği gösterilmiştir. Bunların yanında sensör malzemesinin piezorezistif davranışına polimer cinsi, dolgu maddesi miktarı, uygulanan dış etkinin türü ve büyüklüğü gibi faktörlerin etkili olduğu sonucuna varılmıştır.</p>
Anahtar Kelimeler:	Piezorezistif sensör malzemeleri termoplastik elastomerler indirgenmiş grafen oksit
Fikri Ürün Bildirim Formu Sunuldu Mu?:	Hayır
Projeden Yapılan Yayınlar:	1- Fabrication and Characterization of Electrically Conductive Thermoplastic Elastomer Based Composites (Bildiri - Uluslararası Bildiri - Poster Sunum), 2- Design, Fabrication and Characterization of Thermoplastic Elastomer Based Composites (Bildiri - Uluslararası Bildiri - Poster Sunum), 3- Mechanical Characterization of Thermoplastic Elastomer Based Composites (Bildiri - Uluslararası Bildiri - Poster Sunum), 4- Mechanical Characterization of Flexible Polymer Composites (Bildiri - Uluslararası Bildiri - Poster Sunum), 5- Flexible SEBSnanocomposites and their mechanical behaviour under stepwise strain testing (Bildiri - Uluslararası Bildiri - Poster Sunum), 6- TERMOPLASTİK ELASTOMER ESASLI KOMPOZİTLERİN ELEKTRİKSEL ÖZELLİKLERİNİN İNCELENMESİ (Tez (Araştırmacı Yetiştirilmesi) - Yüksek Lisans Tezi),