



TEKSTİL VE MÜHENDİS

(Journal of Textiles and Engineer)



<http://www.tekstilvemuhendis.org.tr>

Nanolif Yapılı Poli (Akrilonitril-Vinil Asetat)/ Grafen Oksit Yapıların Karakterizasyonu

Characterisation of Poly (Acrylonitrile-Vinyl Acetate) / Graphene Oxide Nanofiber Structures

İsmail TİYEK¹, Mustafa YAZICI², M. Hakkı ALMA³, Utkay DÖNMEZ⁴, Behzat YILDIRIM⁴, Tufan SALAN⁴, Serhan URUŞ⁵, Şükrü KARATAŞ⁶, İbrahim KARTERİ⁴

¹Kahramanmaraş Sütçü İmam Üniversitesi, Tekstil Mühendisliği Bölümü, Kahramanmaraş, Türkiye

²Kahramanmaraş Sütçü İmam Üniversitesi, Fen Bilgisi Eğitimi Bölümü, Kahramanmaraş, Türkiye

³Kahramanmaraş Sütçü İmam Üniversitesi, Orman Endüstri Mühendisliği Bölümü, Kahramanmaraş, Türkiye

⁴Kahramanmaraş Sütçü İmam Üniversitesi, Malzeme Bilimi ve Mühendisliği ABD, Kahramanmaraş, Türkiye

⁵Kahramanmaraş Sütçü İmam Üniversitesi, Fizik Bölümü, Kahramanmaraş, Türkiye

⁶Kahramanmaraş Sütçü İmam Üniversitesi, Kimya Bölümü, Kahramanmaraş, Türkiye

Online Erişime Açıldığı Tarih (Available online): 01 Temmuz 2016 (01 July 2016)

Bu makaleye atıf yapmak için (To cite this article):

İsmail TİYEK, Mustafa YAZICI, M. Hakkı ALMA, Utkay DÖNMEZ, Behzat YILDIRIM, Tufan SALAN Serhan URUŞ, Şükrü KARATAŞ, İbrahim KARTERİ (2016): Nanolif Yapılı Poli (Akrilonitril-Vinil Asetat)/ Grafen Oksit Yapıların Karakterizasyonu, Tekstil ve Mühendis, 23: 102, 82-92.

For online version of the article: <http://dx.doi.org/10.7216/1300759920162310201>



Araştırma Makalesi / Research Article

NANOLİF YAPILI POLİ (AKRİLONİTRİL-VİNİL ASETAT)/ GRAFEN OKSİT YAPILARIN KARAKTERİZASYONU

İsmail TİYEK¹
Mustafa YAZICI²
M. Hakkı ALMA³
Utkay DÖNMEZ^{4*}
Behzat YILDIRIM⁴
Tufan SALAN⁴
Serhan URUŞ⁵
Şükrü KARATAŞ⁶
İbrahim KARTERİ⁴

¹Kahramanmaraş Sütçü İmam Üniversitesi, Tekstil Mühendisliği Bölümü, Kahramanmaraş, Türkiye

²Kahramanmaraş Sütçü İmam Üniversitesi, Fen Bilgisi Eğitimi Bölümü, Kahramanmaraş, Türkiye

³Kahramanmaraş Sütçü İmam Üniversitesi, Orman Endüstri Mühendisliği Bölümü, Kahramanmaraş, Türkiye

⁴Kahramanmaraş Sütçü İmam Üniversitesi, Malzeme Bilimi ve Mühendisliği ABD, Kahramanmaraş, Türkiye

⁵Kahramanmaraş Sütçü İmam Üniversitesi, Fizik Bölümü, Kahramanmaraş, Türkiye

⁶Kahramanmaraş Sütçü İmam Üniversitesi, Kimya Bölümü, Kahramanmaraş, Türkiye

Gönderilme Tarihi / Received: 05.04.2016

Kabul Tarihi / Accepted: 10.06.2016

ÖZET: Bu çalışmada, grafen oksit (GO) katkılı poli(akrilonitril-vinil asetat) (P(AN-VAc)) nanolif yapılı tekstil yüzeylerinin üretim parametreleri ve yapısal özelliklerinin belirlenmesi amaçlanmıştır. Üretilen P(AN-VAc)/GO kompozit tekstil yüzeylerinin SEM (Taramalı Elektron Mikroskopisi), FT-IR (Fourier Dönüşümlü Kızılötesi Spektroskopisi), TGA (Termogravimetrik Analiz), dTGA (Diferansiyel Termogravimetrik Analiz), DSC (Diferansiyel Taramalı Kalorimetri), Çekme Deneyi analizleri gerçekleştirilmiştir. SEM sonuçlarına göre GO miktarı ile ortalama lif çapı arasında lineer bir ilişkiye rastlanmamıştır. FT-IR sonuçlarında P(AN-VAc)/GO nanokompozit yüzeylerin tümünde GO'ya ait pikler görülmüştür. DSC ve TGA termal analizleri ısıl direncin, GO katkısıyla iyileştirdiğini göstermiştir. Çekme deneyi sonuçlarından, GO katkısının kopma dayanımlarını arttırdığı görülmüştür. Öte yandan, GO katkılı numunelerin kopma uzamasının düştüğü ve Young's Modülü değerlerinin arttığı belirlenmiştir.

Anahtar Kelimeler: Grafen oksit, poliakrilonitril, elektroçekim, nanolifli yüzey

CHARACTERISATION OF POLY (ACRYLONITRILE-VINYL ACETATE) / GRAPHENE OXIDE NANOFIBER STRUCTURES

ABSTRACT: In this study, it was aimed to determine the production parameters of graphene oxide (GO) added poly(acrylonitrile-vinyl acetate) (P(AN-VAc)) electrospun nanofiber textile surfaces and the structural properties. Produced (P(AN-VAc)) composite textiles surfaces were analyzed by using SEM (Scanning Electron Microscopy), FT-IR (Fourier Transform Infrared Spectroscopy), TGA (Thermogravimetric Analysis), dTGA (Differential Thermogravimetric Analysis), DSC (Differential Scanning Calorimetry) and Tensile Test. According to the SEM result, there was not a linear correlation between GO content and average fiber diameter. The specific peaks of GO were observed for all the P(AN-VAc)/GO nanocomposite surfaces in the FT-IR spectra. Thermal analyses of TGA and DSC showed that thermal stability was enhanced with addition of GO. Tensile tests proved that the addition of GO into pure P(AN-VAc) had a reinforcing effect in all the samples and increased the tensile strength of samples. On the other hand it was determined that elongation values decreased, and Young's modulus values increased with the addition of GO.

Keywords: Graphene oxide, polyacrylonitrile, electrospinning, nanofiber surfaces

* Sorumlu Yazar/Corresponding Author: utkaydonmez@ksu.edu.tr

DOI: 10.7216/1300759920162310201, www.tekstilmuhendis.org.tr

1. GİRİŞ

Grafit karbon atomlarının üst üste yığılması ve geniş, yassı levhalar oluşturacak biçimde, iki boyutlu düzlemde birbirlerine bağlanması ile oluşan bir yapıdır. Grafite yapısı içerisinde karbon atomlarının meydana getirdikleri düzlem içerisinde bağlar kuvvetlidir ancak düzlemler arasındaki bağlar ise zayıftır.

Grafen ise hekzagonal yapı içerisinde düzenli karbon atomlarının sp^2 hibritleşmesi yaptığı tek katmanlı bir nano parçacıktır [1, 2]. İki boyutlu, tek atom kalınlığında ve kuvvetli bağ yapısı ile eşsiz moleküler bir yapı olan grafen, çok iyi elektriksel, elektrokimyasal, optik, termal ve mekanik özelliklere sahiptir. Bu önemli özellikleri ile grafen materyali, termal ve elektriksel iletkenliğinde, nanokompozitleri güçlendirmede, saydam iletken filmlerde, ultra ince karbon filmlerde, elektronik devrelerde, sensörlerde (kimyasal ve biyosensörler), ilaç ve gen salınım araçlarında, ağır metalleri ayırtmada, nanoelektronikte, ekranlar için saydam ve esnek elektrotlarda, enerji depolama cihazlarında uygulama alanları bulmaktadır [3, 4].

Grafenin aksine, yapısında çeşitli oranlarda karbon, oksijen ve hidrojen bulunduran [3, 5, 6] grafen oksidin (GO), çözümlerde kolaylıkla disperse olması, dielektrik özelliği, şeffaflığı, elektronik özelliklerinin ayarlanabilir olması ve üstün mekanik özellikleri sebebiyle kullanım alanları gün geçtikçe genişlemektedir. Diğer yandan hidrofilik özellikli olan GO sp^2 bağlarının bozulması sebebiyle elektriksel iletkenlik açısından yalıtkan sınıfına girmektedir [7, 8].

Farklı yapılarda, fonksiyonel özelliklerde ve boyutlarda grafen ve türevlerinin geliştirilmesi özellikle polimer kompozit çalışmalarında farklı uygulamalar için ilgi alanı oluşturmaktadır. Oksidasyon yöntemi ile elde edilen grafen türevlerinde oluşan fonksiyonel gruplar polimerler ile kolaylıkla bağ yapabilmektedir [5, 9, 10, 11]. Bu sebepten polietilen (PE) [12], poliüretan (PU) [3], polimetilmetakrilat (PMMA) [3, 12, 13], polivinilalkol (PVA) [3, 12], polibütülen süksinat (PBS) [3], polipropilen (PP) [12, 13, 14], poliakrilonitril (PAN) [12], termopoliüretan (TPU) [12, 13], poliamid 6 (PA6) [13] gibi farklı polimerler ile nanokompozitleri güçlendirme maksatlı birçok çalışma yapılmıştır [3, 12].

Hummers metodu ile oksidasyondan sonra epoksi ve hidroksil fonksiyonel gruplar, zayıf bağ yapılı grafite tabakaları arasına yerleşmektedir. Su ve oksijen içeren fonksiyonel gruplar, karıştırma işlemi ile tabakalar arasına girilerek kuvvetli etkileşim kurdurulur ve tabakaların birbirinden uzaklaştırılması sağlanır. Böylece hidrofobik olan grafite, hidrofilik ve dağılma gösteren GO'ya dönüşmüş olur [2, 11, 15, 16, 17].

Düşük maliyeti, yüksek korozyon direnci, hafifliği, yüksek mukavemeti ile PAN polimeri, otomotiv ve uzay endüstrisi gibi birçok sektörde kullanılmaktadır [18, 19, 20]. Poliakrilonitril (PAN) polimerleri ısı olarak erimeden bozunduğu için çözücüler içerisinde çözülerek lif çekimi için uygun akışkanlıkta polimer çözeltisi haline getirilebilmektedir. Bu sebeplerden dolayı PAN

polimerlerinden lif üretimi çözümlü lif çekimi yöntemine göre gerçekleştirilmektedir. PAN polimeri bilinen birçok çözücüde çözünmemektedir. Çözücü olarak en çok dimetilformamid (DMF) ve dimetilasetamid (DMAc) çözücülerini kullanılmaktadır [21]. PAN lifleri, battaniye, halı ve elbise gibi tekstil sektöründe ve inşaat mühendisliğinde asbest yerine kullanılmaktadır [22]. Ayrıca yüksek moleküler dizilimi ve erimeden halkalaşma reaksiyonları verdiği için dolayı karbon fiber üretiminde de kullanılmaktadır [18, 22].

Yaklaşık 70 yılı aşkın süredir çalışmalara konu olan elektro çekim, nanolif üretim tekniklerinden en etkili olanıdır [23, 24]. Son yıllarda, elektro lif çekim yöntemi ile elde edilen nano lif esaslı materyallere olan ilgi, hacime oranla geniş yüzey alanı, çok küçük gözenek boyutu, esnek yüzey fonksiyonelliği, mekanik özellikleri gibi üstün özelliklerinden ve filtrasyon, kompozit, tıbbi, koruyucu elbiseler, optik sensörler, biyomedikal uygulamalar, ilaç salınım sistemleri, uzay güneş panelleri gibi yaygın uygulama alanlarından dolayı oldukça artmıştır. Dolayısıyla nano lifler ve nano lif esaslı materyaller hem Ar-Ge çalışmalarında hem de sanayide gittikçe popüleritesi artmaktadır [16, 25].

GO sahip olduğu mükemmel özellikleri ve bu özelliklerin geliştirilebilir olması sebebiyle, son zamanlarda GO katkılı polimerler üzerinde yapılan çalışmalarda artış gözlemlenmektedir. Enzim etkinliği ve biyoelektrokimya üzerindeki potansiyeli ile PAN/GO nanokompozit üzerine çalışmalar yapılmıştır [9]. Bu çalışma kapsamında Modifiye Hummers yöntemi ile GO sentezlenmiş ve P(AN-VAc) ile karışım oluşturularak elektro çekim sistemi ile P(AN-VAc)/GO nanolifli yüzeyler üretilmiştir. Üretilen nanolifli yüzeylerin karakterizasyonu gerçekleştirilmiştir.

2. MATERYAL VE METOT

2.1. Materyal

GO sentezi için gerekli olan grafit tozu (<20 μ m), hidrojen peroksit (H_2O_2 , %30), sülfürik asit (H_2SO_4 , %96,4) Sigma Aldrich firmasından, sodyum nitrat ($NaNO_3$), potasyum permanganat ($KMnO_4$), Merck firmasından temin edilmiştir. P (AN-VAc) lifleri ise Aksa Akirlik Kimya San. A.Ş.'den temin edilmiştir.

2.2. Grafen Oksit (GO) Sentezi

Grafitten grafen oksidin elde edilmesi için kimyasal yöntemlerden Modifiye Hummers metodu kullanılmıştır [6, 17, 26, 27]. Bunun için öncelikle buz banyosunda 5 g grafit tozu, 2,5 g sodyum nitrat ($NaNO_3$) ve 115 ml sülfürik asit (H_2SO_4) 1 saat boyunca karıştırılmıştır. Devamında kuvvetli bir yükseltgen olan 15 gr potasyum permanganat ($KMnO_4$) çözeltiye ilave edilerek 35 °C'de 2 saat karıştırılmıştır. Daha sonra karışıma deiyonize su eklenmiş ve aynı sıcaklıkta 1 saat karıştırmaya devam edilmiştir. Son işlem olarak 10 ml %30'luk hidrojen peroksit (H_2O_2) karışıma ilave edilerek 2 saat karıştırılmıştır. Elde edilen karışıma, deiyonize su ile yıkama ve filtreleme işlemleri pH: 7 olana kadar uygulanmıştır. Filtrelenmesi biten malzeme 50 °C'de etüvde 24 saat kurutulmuştur.

2.3. Elektro Çekim Parametreleri

Elektro çekim parametrelerinin hazırlanması için öncelikle P(AN-VAc) lifi, DMF (dimetilformamid) çözücüsü içerisinde 80 °C'de ve 1 saat beher içerisinde karıştırılarak çözünmüştür. Aynı zamanda ayrı bir beherde GO, DMF içerisinde 35 °C sıcaklıkta 1 saat ultrasonik banyo içerisinde dispers edilmiştir. Elde edilen GO karışımı çok yavaş hızda P(AN-VAc) çözeltisine bir büret yardımıyla damla damla aktarılmış ve 80 °C'de 24 saat karıştırılmıştır. Elektro çekim işlemleri için ağırlıkça GO oranı %0, %1,5, %3, %4,5 ve %6 olacak şekilde 10 g'lık 5 farklı P(AN-VAc)/GO karışımları hazırlanmıştır.

Elektro çekim işlemleri, İnovento marka NanoSpinner PilotLine model yarı endüstriyel çok iğneli elektro çekim cihazında gerçekleştirilmiştir. Karışımların cihazdan çekimi sırasında güç, besleme, iğne ucu-toplayıcı mesafesi gibi parametreler sürekli değiştirilerek optimum değerler belirlenmiştir. Cihaz parametreleri besleme hızı 0,12 mL/saat, voltaj 24 kV ve iğne ucu-toplayıcı mesafesi 140 mm olarak belirlenmiştir.

2.4. P(AN-VAc)/GO Nanolif Yüzey Karakterizasyonu

P(AN-VAc), GO ve P(AN-VAc)/GO numunelerin lif çapları ve nanolif yüzey incelemeleri için Zeiss EVO LS10 marka taramalı elektron mikroskobu (SEM) kullanılmıştır. SEM cihazına entegre olarak çalışan elektron dağılımlı X-ışınları analizi (EDX) (Bruker 123 eV Quantax Microanalysis System) cihazı ile elemental analizleri yapılmıştır.

Fourier dönüşüm kızılötesi spektroskopisi (FT-IR) analizi, Perkin Elmer Spectrum 400-ATR cihazı ile 1000-4000 cm^{-1} dalga

boyu aralığında numunelerin sahip oldukları fonksiyonel gruplar incelenmiştir.

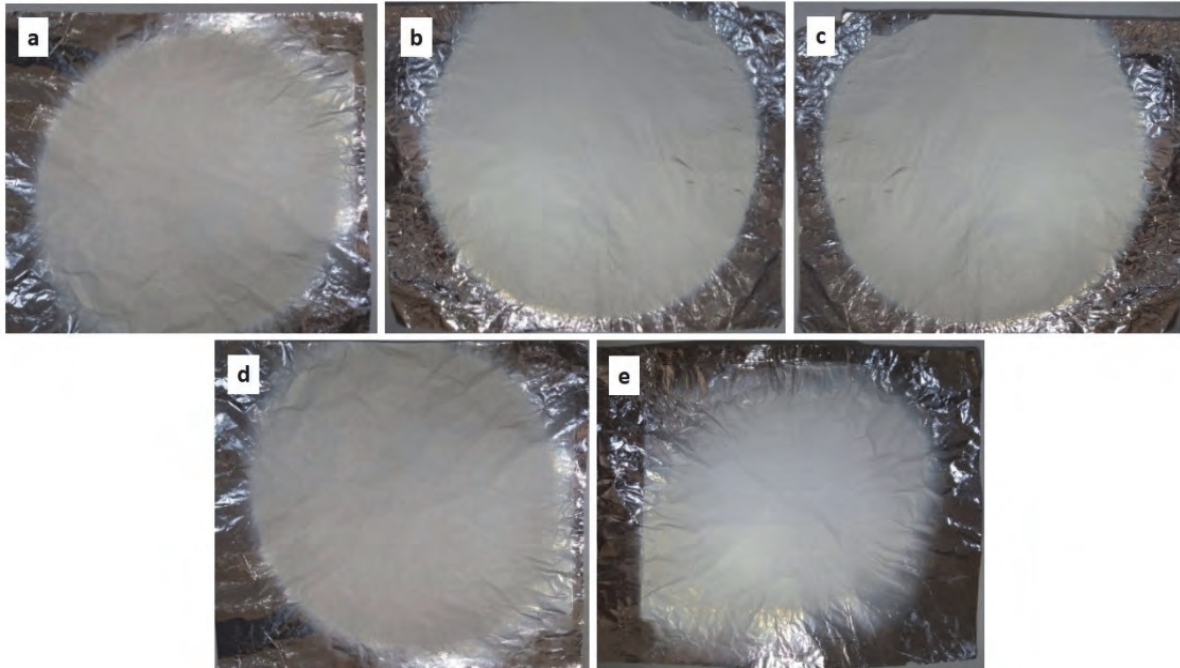
Numunelerin termal özellikleri (TGA), 0-800 °C sıcaklık aralığında, 10 °C/dk sıcaklık artış ve 100 ml/dk azot akış hızında Shimadzu TGA-50 cihazında incelenmiştir. Diferansiyel taramalı kalorimetri (DSC) analizi ise 25-350 °C sıcaklık aralığında, 10 °C/dk sıcaklık artış ve 100 ml/dk azot akış hızında Shimadzu DSC-60 cihazında incelenmiştir.

Numunelerin kopma dayanımı, kopma uzaması (%) ve Young's modülü değerleri ASTM-D 638 standartına göre 100 kPa ön gerilme, 50 mm/dk çene hızı ve 29 mm çene mesafesi ile Zwick-Roell BT-1 test cihazında ölçülmüştür. Aynı şartlarda her bir numune 5 kez tekrarlanarak nanolif yüzeylerin kopma-uzama ilişkileri değerlendirilmiştir. Ölçümler 20 ± 2 °C'de ve 65 ± 2 bağıl nemde gerçekleştirilmiştir. Numunelerin genişliği ve kalınlığı dijital kumpas ile 10 farklı noktadan ölçülerek ortalaması alınmıştır. Numunelerin kopma dayanımı ve Young's modülü enine kesitlerin düz dikdörtgen olduğu varsayılarak hesaplanmıştır.

3. BULGULAR VE TARTIŞMA

Hazırlanan P(AN-VAc) ve P(AN-VAc)/GO %1,5, %3, %4,5 ve %6 karışımları kullanılarak elektro çekim cihazında 20 cm çapında GO katkılı nanolif yüzeyler elde edilmiştir. Elde edilen nanolifli P(AN-VAc)/GO yüzeyler Şekil 1'de verilmiştir.

Şekil 1'de görüldüğü üzere, nanolif yüzeylerin homojen bir şekilde üretildiği saptanmıştır. Nanolif yüzeylerde elektro çekim işlemi sonucunda herhangi bir deformasyona rastlanmamıştır.

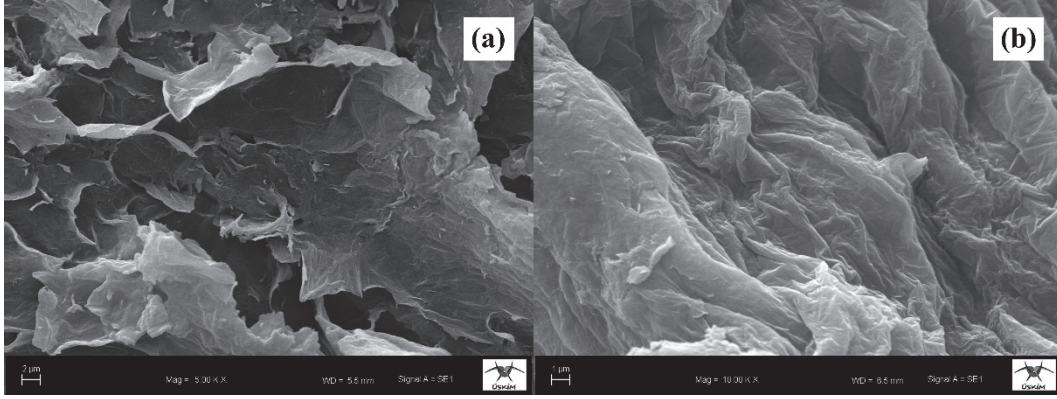


Şekil 1. Üretilen P(AN-VAc)/GO Kompozit Yüzeyler; a)P(AN-VAc)/GO %1,5 b)P(AN-VAc)/GO %3 c)P(AN-VAc)/GO %4,5 d)P(AN-VAc)/GO %6 e)P (AN-VAc) referans

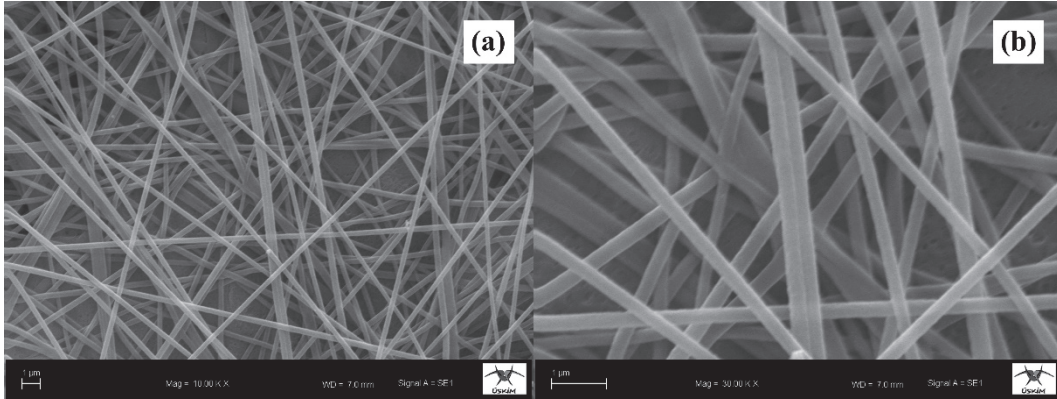
3.1. SEM Analizi

Modifiye Hummers yöntemi ile elde edilen GO nano partiküllerin 2 μm (5.00 kx) ve 1 μm (10.00 kx) ölçekli SEM görüntüleri sırasıyla Şekil 2’de verilmiştir. P(AN-VAc) referans nanoyüzeyin 1 μm (30.00 kx) ve 1 μm (10.00 kx) ölçekli SEM görüntüleri sırasıyla Şekil 3’te, P(AN-VAc)/GO %1,5 nanoyüzeyin 1 μm (10.00 kx) ve 300 nm (30.00 kx) ölçekli SEM görüntüleri

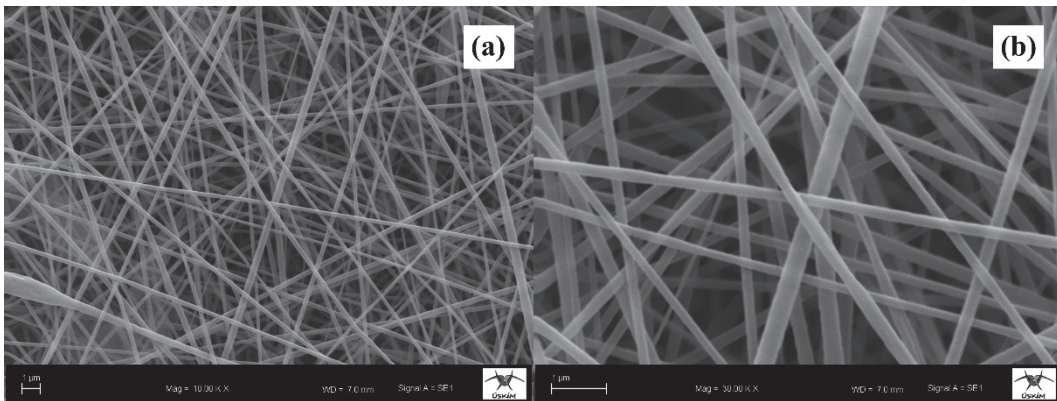
Şekil 4’te, P(AN-VAc)/GO %3 nanoyüzeyin 1 μm (10.00 kx) ve 1 μm (30.00 kx) ölçekli SEM görüntüleri Şekil 5’te, P(AN-VAc)/GO %4,5 nanoyüzeyin 1 μm (10.00 kx) ve 300 nm (30.00 kx) ölçekli SEM görüntüleri Şekil 6’da ve P(AN-VAc)/GO %6 nanoyüzeyin 1 μm (10.00 kx) ve 300 nm (30.00 kx) ölçekli SEM görüntüleri Şekil 7’de verilmiştir.



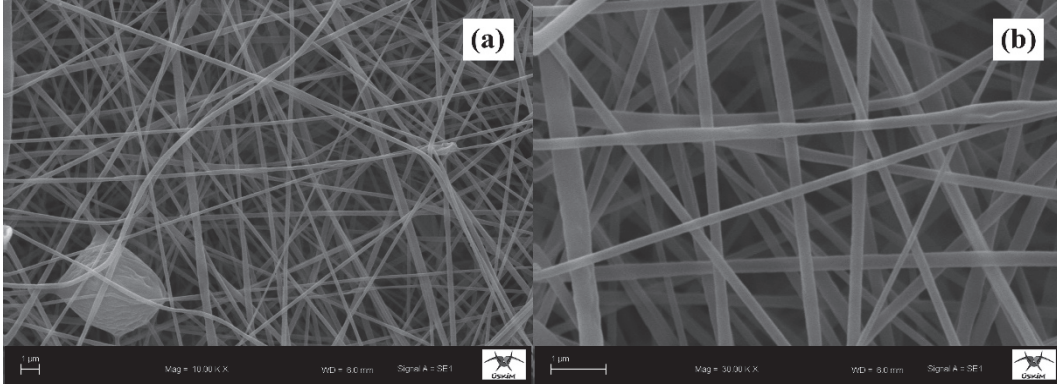
Şekil 2 (a-b). GO SEM görüntüleri



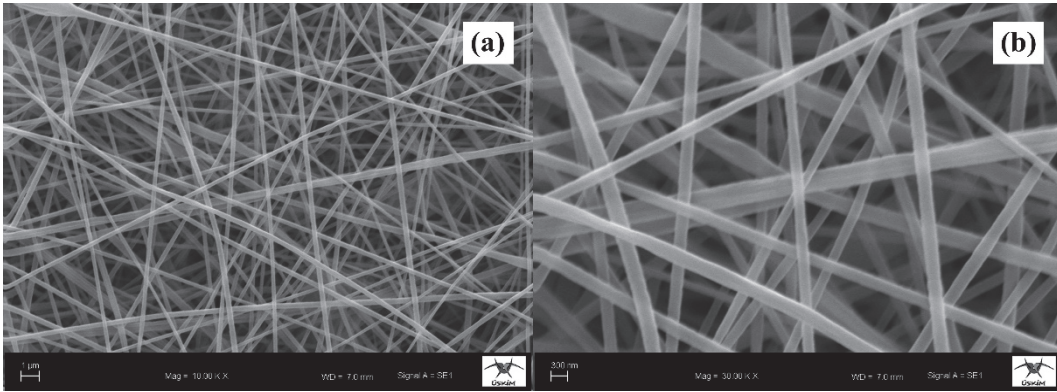
Şekil 3 (a-b). P(AN-VAc) nanoyüzeyi SEM görüntüleri



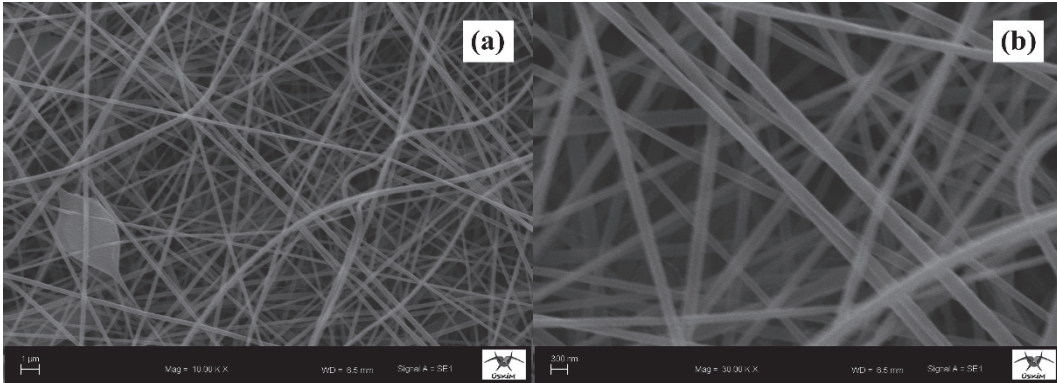
Şekil 4 (a-b). P(AN-VAc)/GO %1,5 nanoyüzeyi SEM görüntüleri



Şekil 5 (a-b). P(AN-VAc)/GO nanoyüzeyi SEM görüntüleri

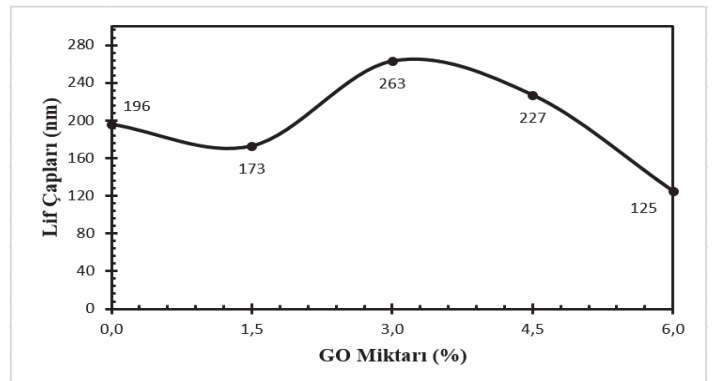


Şekil 6 (a-b). P(AN-VAc)/GO %4,5 nanoyüzeyi SEM görüntüleri



Şekil 7 (a-b). P(AN-VAc)/GO %6 nanoyüzeyi SEM görüntüleri

SEM görüntüleri incelendiğinde farklı çaplarda nanoliflerin oluştuğu ve yapı içerisinde ağ şeklinde dağıldığı görülmektedir. Bu sonuçlar nano lif yüzeylerin oluşturulduğunu göstermiştir. Çözelti viskozitesi, çözelti iletkenliği gibi polimer çözeltisinin parametreleri nanolif yüzey yapısının özelliklerini etkilemektedir. Elektro çekim işlemi esnasında oluşan nanoliflerin yapıları GO, PAN ve çözelti parametrelerinin yanı sıra çözücü olarak kullanılan DMF ile de değişkenlik göstermektedir [9, 28]. Karışımdaki GO miktarı, çeşitli lif çaplarında ve yapılarda lif elde edilmesini sağlamıştır. GO miktarındaki artış, ortalama lif çapında lineer bir etkiye sebep olmamıştır. Buna karşın elde edilen nanolifli yüzeyler oldukça üniform yapıdadır. Elde edilen numelerin ortalama lif çapları Şekil 8’de verilmiştir.



Şekil 8. Ortalama nanolif çapları

3.2. EDX Analizi

GO, P(AN-VAc), ve P(AN-VAc)/GO nanolif materyallerinin EDX analiz sonuçlarına göre elementlerin ağırlıkça yüzde ve standart sapma değerleri Tablo 1'de verilmiştir. GO sentezinin EDX analizine göre karbon ve oksijen oranı literatüre göre farklılık göstermekle birlikte C/O oranı (2,11) literatür ile uyumlu sonuç vermiştir [29, 30]. Tabloda yer verilmeyen ve GO yapısının içerisinde filtrelemede uzaklaşmayan sülfür, manganez, potasyum, sodyum gibi diğer elementlerin değeri yaklaşık %21,85 ± 6,24 civarındadır.

Test edilen numunelerin analiz sonuçları, GO ve P(AN-VAc) yapılarını doğrulamaktadır. P(AN-VAc) yapısında azot, karbon, oksijen bulunurken, GO yapısında karbon ve oksijen bulunmuştur. P(AN-VAc)/GO nanolif yüzeylerde GO miktarı

arttıkça karbon yüzdesi artarken, azot ve oksijen yüzdelerinde düşüş gözlemlenmiştir.

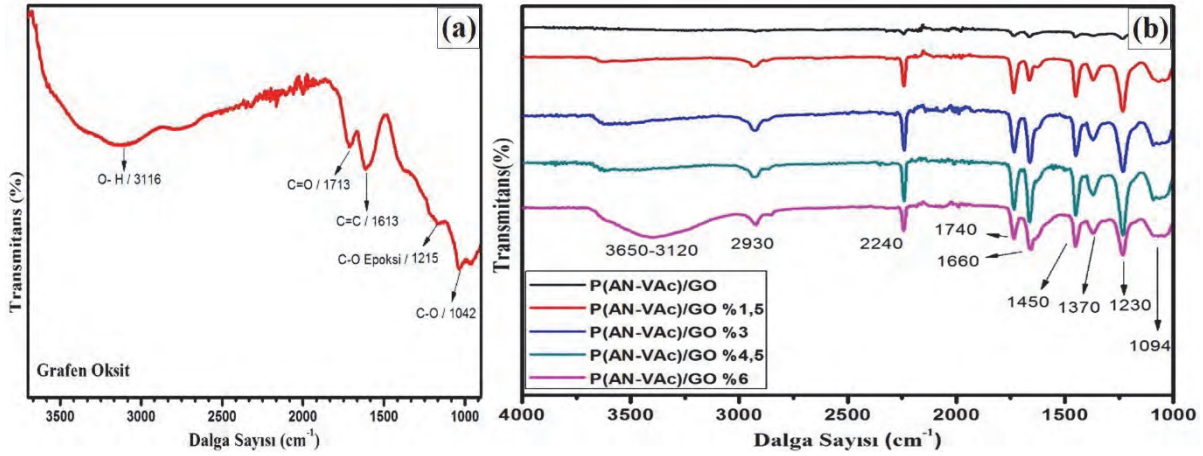
3.3. FT-IR Analizi

GO, P(AN-VAc) ve P(AN-VAc)/GO numunelerine ait FT-IR spektralleri Şekil 9'da verilmiştir. P(AN-VAc)/GO içerisindeki GO'nun varlığını göstermek adına GO spektrumu ile P(AN-VAc)/GO spektrası ayrı ayrı verilmiştir.

GO spektrumu incelendiğinde, 3116 cm⁻¹'de O-H gerilmeleri, 1713 cm⁻¹'de C=O karbonil bağları, 1613 cm⁻¹'de C=C aromatik bağları, 1215 cm⁻¹'de C-O epoksi bağları ve 1042 cm⁻¹'de C-O alkoksi bağların varlığı tespit edilmiştir [3, 11, 31]. P(AN-VAc)/GO nanolif yüzeylerin kimyasal yapısında tespit edilen bağlar ve dalga sayıları Tablo 2'de verilmiştir.

Tablo 1. EDX analiz sonuçları (% ağırlıkça)

Numuneler	Karbon (%)		Azot (%)		Oksijen (%)	
	Ortalama %	Standart Sapma (σ)	Ortalama %	Standart Sapma (σ)	Ortalama %	Standart Sapma (σ)
GO	48,35	±6,12	6,23	±4,8	23,60	±6,4
P(AN-VAc)	79,81	±2,73	17,19	±2,42	2,99	±0,30
P(AN-VAc)/GO %1,5	81,98	±1,59	14,48	±3,40	3,53	±1,92
P(AN-VAc)/GO %3	80,39	±1,74	16,51	±1,66	3,10	±0,10
P(AN-VAc)/GO %4,5	82,13	±1,72	14,84	±1,66	3,02	±0,58
P(AN-VAc)/GO %6	82,30	±1,54	15,06	±1,33	2,66	±0,22



Şekil 9. a) GO FT-IR Spektroskopisi, b) P(AN-VAc)/GO FT-IR Spektroskopisi

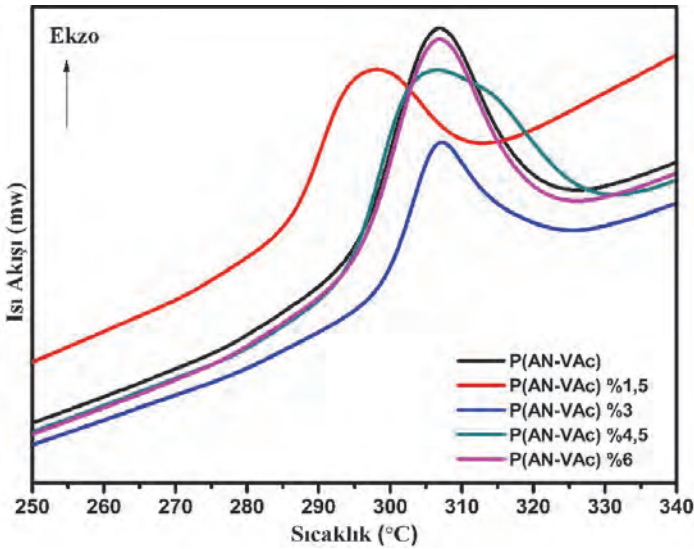
Tablo 2. P(AN-VAc)/GO nanolif yüzeylerin FT-IR analizi sonuçları

Fonksiyonel Grup	Bağ Yapısı	Dalga Sayısı (cm ⁻¹)
Hidroksil	O-H	3650-3120
Karbonil / Karboksil	C=O	1740
Aromatik	C=C	1660
Epoksi	C-O	1230
Alkoksil	C-O	1094
Alifatik	C-H, H-C-H	2930, 1450 ve 1370
Nitril	C≡N	2240

P(AN-VAc)/GO spektrumu incelendiğinde GO, P(AN-VAc) polimeri içerisinde yeni karakteristik pikler oluşturmamış ve polimer zincirinde herhangi bir değişiklik görülmemiştir [32]. Spektrumda, C-H bağı 2930 cm^{-1} , $\text{C}\equiv\text{N}$ bağı 2240 cm^{-1} , $-\text{CH}_2$ bağı 1450 cm^{-1} , C-H bağı 1370 cm^{-1} 'de P(AN-VAc) polimerine ait olan karakteristik bağlar tespit edilmiştir [33, 34, 35]. 1094 cm^{-1} 'de ve 1230 cm^{-1} 'de C-O bağları, 1660 cm^{-1} 'de C=C bağı, 1740 cm^{-1} 'de C=O bağı ve $3650\text{--}3120\text{ cm}^{-1}$ dalga sayılarında OH bağlarının varlığı tespit edilmiştir. Bu bağ yapıları analiz edilen nanoliflerin içerisinde GO nano malzemenin varlığını kanıtlamıştır [9, 36, 37].

3.4. DSC Analizi

P(AN-VAc) ve P(AN-VAc)/GO numunelerine ait DSC eğrileri Şekil 10'da verilmiştir. PAN'ın yapısındaki $-\text{CN}$ grupları, $295\text{ }^\circ\text{C}$ civarına gelince, hava oksijeni varlığında halka kapanma ve çapraz-bağlanma reaksiyonları ile ekzotermik bir bant vermektedir. Bu sıcaklıktan sonra, PAN ekzotermik reaksiyonla bozunduğundan dolayı herhangi bir erime bandı gözlemlenmemektedir [19, 20].



Şekil 10. P(AN-VAc)/GO nanolif yüzeylerin DSC grafiği

Şekil 10'daki DSC grafiğinden elde edilen veriler Tablo 3'te verilmiştir. P(AN-VAc) lifine ait ekzotermik reaksiyon bandı $306\text{ }^\circ\text{C}$ olarak tespit edilmiştir. P(AN-VAc)/GO %1,5 nanolifine ait DSC eğrisinde ekzotermik reaksiyon bandı $298\text{ }^\circ\text{C}$, P(AN-VAc)/GO %3, %4,5 ve %6 nanoliflerinde ise $307\text{ }^\circ\text{C}$ olarak tespit edilmiştir. Farklı yüzdelerde GO katılanmış P(AN-VAc) lifi referans olarak alındığında lineer bir artış göstermemiş, ancak GO ilavesi ile ekzotermik bozunma sıcaklığı az da olsa artışa sebep olmuştur ve bu sonuçlar literatür ile uyumludur [20, 37].

Tablo 3. P(AN-VAc)/GO nanolif yüzeylerin DSC verileri

Numuneler	DSC Değerleri ($^\circ\text{C}$)
P(AN-VAc)	306
P(AN-VAc)/GO %1,5	298
P(AN-VAc)/GO %3	307
P(AN-VAc)/GO %4,5	307
P(AN-VAc)/GO %6	307

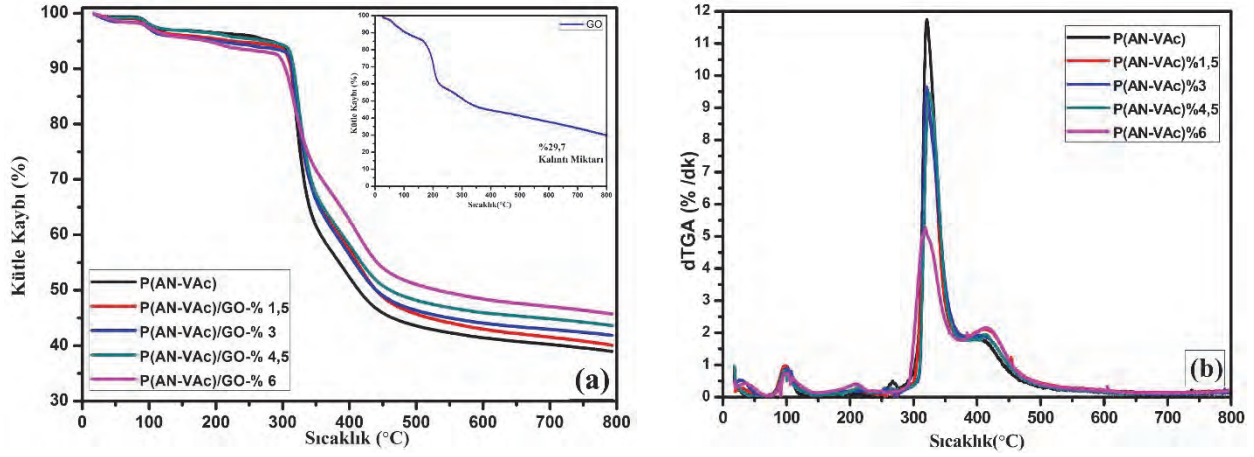
GO katkısı ile P(AN-VAc) polimerinde, $-\text{CN}$ grupları arası çapraz bağların oluşması ve halka kapanma reaksiyonlarını az da olsa zorlaştırmaktadır. Bu durum P(AN-VAc) nanolif yüzeyini GO katkısıyla termal olarak daha kararlı bir hale getirmektedir [32].

3.5. TGA ve dTGA Analizleri

P(AN-VAc), GO ve P(AN-VAc)/GO numunelerinin TGA ve dTGA eğrileri Şekil 11'de verilmiştir. GO'nun TGA eğrisi incelendiğinde, üç aşamalı bir degradasyonun olduğu ve GO'nun $25\text{--}125\text{ }^\circ\text{C}$ aralığında %11,5, $125\text{--}260\text{ }^\circ\text{C}$ aralığında %32,4, $260\text{--}800\text{ }^\circ\text{C}$ aralığında %26,1 ağırlık kaybına uğradığı belirlenmiştir. Malzemenin %29,7'lik bir kısmı ise $800\text{ }^\circ\text{C}$ sıcaklık sonunda bozunmadan geriye kalmıştır. dTGA verilerine göre GO için maksimum bozunma sıcaklığı $202\text{ }^\circ\text{C}$ olarak bulunmuştur ve bu sıcaklıkta malzeme yaklaşık $17\text{ }^\circ\text{C}/\text{dk}$ 'lık bir hızda bozunmuştur. GO'nun bozunma eğrisinde $125\text{ }^\circ\text{C}$ 'ye kadar olan bölümde yapıda bulunan su molekülleri kaybolmuş, $260\text{ }^\circ\text{C}$ 'ye kadar olan bölümde ise yapıdaki oksijen içeren fonksiyonel gruplar CO ve CO_2 gazları şeklinde yapıyı terk etmiştir. Son olarak $260\text{ }^\circ\text{C}$ üstünde ise yapıda geriye kalan kararsız karbon atomlarının bozunması gerçekleşmiştir [38,39].

PAN lifleri genellikle $295\text{ }^\circ\text{C}$ 'de nitril gruplarından kaynaklanan, halka kapanma reaksiyonları ve çapraz bağlanma reaksiyonları ile ekzotermik olarak bozunmaktadır [40]. P(AN-VAc)/GO nanoyüzeylerine ait TGA ve dTGA grafikleri incelendiğinde ise $280\text{--}370\text{ }^\circ\text{C}$ ile $370\text{--}500\text{ }^\circ\text{C}$ sıcaklık aralıklarında iki önemli termal bozunma gözlemlenmiştir.

Nanolif yüzeylerin TGA eğrileri incelendiğinde, içeriğinde GO bulunmayan saf P(AN-VAc) lifleri ile karşılaştırıldığı zaman GO katkılı nanolif yüzeylerde, yapıdaki GO miktarı arttıkça kütle kaybının azaldığı görülmektedir. Yaklaşık $330\text{ }^\circ\text{C}$ sıcaklıktan sonra yapıya katılan GO'nun nanolif yüzeylerin termal dayanıklılığına etkisi açık biçimde görülmektedir. Buna göre yapıdaki GO oranı arttıkça nanolif yüzeylerin bozunma yüzdesi ve dolayısıyla ağırlık kayıpları azalmıştır. Özellikle yapıya %6 oranında GO katkısı nanolif yüzeyin termal dayanıklılığını önemli ölçüde arttırmıştır. Nanolif yüzeylerin TGA ve dTGA eğrilerinden elde edilen bazı önemli parametre değerleri sırasıyla Tablo 4 ve Tablo 5'te verilmiştir.



Şekil 11. a) GO ve P(AN-VAc)/GO nanolif yüzeylerin TGA eğrileri, b) P (AN-VAc)/GO nanolif yüzeylerin dTGA eğrileri

Tablo 4. P(AN-VAc) ve P(AN-VAc)/GO nanolif yüzeylerin TGA analiz sonuçları

Örnekler	Ağırlık Kaybı (%)		Bozunmaya Başlama Sıcaklığı (°C)	Yarılanma Sıcaklığı (°C)	Kalıntı (%)
	Sıcaklık	Aralığı(°C)			
P(AN-VAc)	50,13	27,81	297	354	38,95
P(AN-VAc)/GO %1,5	40,68	31,82	298	382	40,07
P(AN-VAc)/GO %3	41,82	28,71	308	375	41,83
P(AN-VAc)/GO %4,5	40,53	27,23	306	385	43,61
P(AN-VAc)/GO %6	30,77	29,01	300	422	45,70

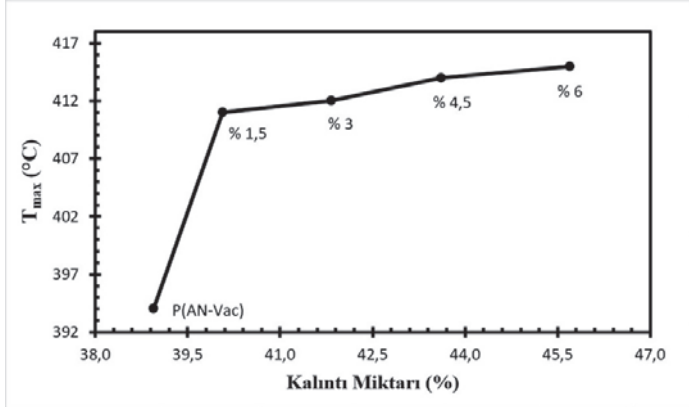
Tablo 5. P(AN-VAc) ve P(AN-VAc)/GO nanolif yüzeylerin dTGA analiz sonuçları

Örnekler	Sıcaklık Aralığı			
	280-370 °C		370-500 °C	
	Pik noktası T _{max} (°C)	Pik noktası değeri dTG _{max} (% min ⁻¹)	Pik noktası T _{max} (°C)	Pik noktası değeri dTG _{max} (% min ⁻¹)
P(AN-VAc)	321	11,75	394	1,88
P(AN-VAc)/GO %1,5	323	8,83	411	2,14
P(AN-VAc)/GO %3	320	9,65	412	1,92
P(AN-VAc)/GO %4,5	324	9,50	414	1,97
P(AN-VAc)/GO %6	318	5,30	415	2,17

Tablo 5 incelendiği zaman, P(AN-VAc) nanolif yüzeylerin 280-370 °C sıcaklık aralığında yüksek oranda bozunduğu görülmektedir. Bu sıcaklık aralığındaki ağırlık kaybı değerleri referans numunesi ile karşılaştırıldığında, yapıdaki GO oranının artmasıyla, ağırlık kaybının azaldığı görülmektedir. Bu sonuçlar P(AN-VAc) yapısına GO katkısının yapının ısıl kararlılığını arttırdığını göstermektedir. Bu durum nanolif yüzeylerin TGA analizi sonrası kalan madde miktarları ile de desteklenmiştir. Nanolif yüzey yapısındaki GO miktarı arttıkça analiz sonunda bozunmadan kalan madde miktarı artmıştır. Özellikle içeriğinde %6 oranında GO bulunan nanolif yüzeyin yarıya yakını bozunmadan geriye kalmıştır. Nanolif yüzeylerin dTGA eğrilerinden elde edilen Tablo 5'teki veriler de yapıya GO katkısının malzemenin ısıl kararlılığı arttırdığını desteklemiştir. Buna göre bir malzemenin en yüksek oranda bozunduğu sıcaklıktaki bozunma hızını gösteren pik noktası değeri (% min⁻¹) P(AN-VAc) nanolif

yüzeylerine ait bozunma bölgesi olan 280-370 °C sıcaklık aralığında yapıdaki GO oranı arttıkça azalma göstermiştir. İçeriğinde %6 oranında GO bulunan nanolif yüzey katkısız P(AN-VAc) nanolif yüzeyleri ile karşılaştırıldığında malzemenin bozunma hızının yaklaşık yarıya yarıya azaldığı bulunmuştur.

P (AN-VAc) nanolifine GO'nun eklenmesiyle, ısıl dayanımın olumlu yönde etkilendiği Şekil 12'de görülmektedir. Şekilde referans numune ve GO katkılanmış numunelerin Tablo 4'te verilen TGA verilerinden 800 °C sıcaklık sonucunda kalan kalıntı miktarı (%) ile Tablo 5'ten elde edilen dTGA T_{max} pik değeri arasındaki ilişki ortaya konmuştur. P(AN-VAc) nanolif yüzeylerdeki GO miktarı arttıkça T_{max} sıcaklığı ile kalıntı miktarı (%) arasındaki pozitif artış gözükülmektedir. Bu durum GO'nun P(AN-VAc) nanolif yüzeylerinin termal dayanımını arttırdığını göstermektedir.

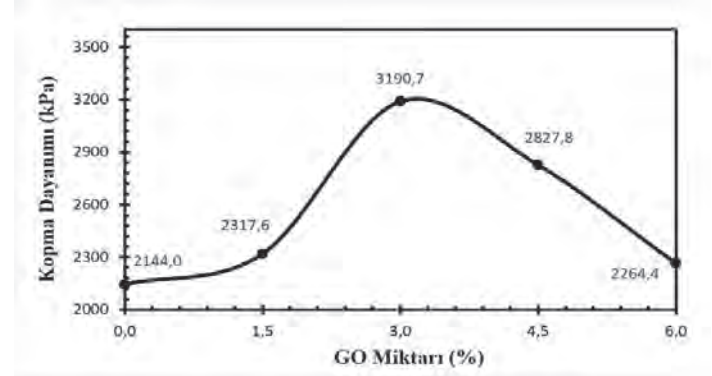
Şekil 12. Kalıntı miktarı ile T_{max} sıcaklık değerleri grafiği

3.6. Çekme Dayanımı Analizi

P(AN-VAc) ve GO katkılı numunelere yapılan testlerin ortalama nanolif çapı, kopma uzaması (%), kopma dayanımı ve Young's modülü sonuçları Tablo 6'da verilmiştir.

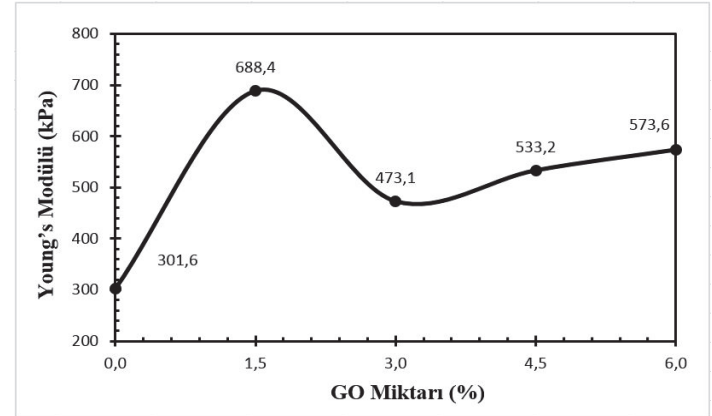
Kopma uzaması değerleri incelendiğinde, P(AN-VAc) içerisine %1,5 GO katkılı olduğunda kopma uzaması değerinin %44,5 seviyesinden %13,8 seviyesine düştüğü görülmektedir. Bu durum, %1,5 GO katkılı yapının daha kırılabilir hale geldiğini göstermektedir.

Yapılan çekme deneyi test sonuçları incelendiğinde referans P(AN-VAc) nanolif yüzeylerin 2104-2144 kPa seviyesinde kopma dayanımına sahip olduğu belirlenmiştir. Bu dayanım değeri %1,5 GO katkısıyla 2317,6 kPa seviyesine, %3 GO katkısıyla ise 3190,7 kPa seviyesine kadar çıkmıştır. Bu noktadan sonra %4,5 ve %6 GO katkısıyla yapılan numunelerde bir miktar düşüş gözlenmekle beraber referans P(AN-VAc) numunelerine göre takviyelendirme etkisi sağladığı görülmektedir. Sırasıyla referans P(AN-VAc) yüzeye göre %1,5, %3, %4,5, %6'lık numunelerdeki kopma dayanımı artışı %8,1, %48,8, %31,9 ve %5,6 olarak gerçekleşmiştir. %6 gibi yüksek GO katkısında dahi takviyelendirme etkisi gözlenmesi GO'nun P(AN-VAc) içerisinde iyi bir dağılım gösterdiği sonucunu kuvvetlendirmektedir. Kopma dayanımı ile GO artış miktarı arasındaki ilişki Şekil 13'te verilmiştir.



Şekil 13. P(AN-VAc)/GO numunelerin GO katkı miktarına göre kopma dayanımı eğrisi

P(AN-VAc) nanolif yüzey numunelerinin Young's modülü 301,6 kPa seviyesinde, %1,5 katkıli P(AN-VAc) numunelerinde Young's modülü 688,4 kPa olarak ölçülmüştür. Uzama değerleri ile Young's modülü yapının kırılabilir hale geldiği konusunda birbirleriyle uyumludur. %3 GO katkısında referans P(AN-VAc) numunesiyle neredeyse aynı seviyede kopma uzaması değeri tespit edilmiştir. %4,5 ve %6 GO katkılı numunelerde ise kopma uzamasında belirgin bir düşüş görülmektedir. %3, %4,5 ve %6 GO katkılı numunelerinin Young's modülü incelendiğinde ise numunelerin tümünde Young's modül değerlerinin referans P(AN-VAc) nanolif yüzey numunesine göre oldukça yüksek olduğu ve nanolifli yüzeylerin esnekliklerinin düştüğü anlaşılmaktadır. GO miktarı ile Young's modülü arasındaki ilişki Şekil 14'te verilmiştir.



Şekil 14. P(AN-VAc)/GO numunelerin GO katkı miktarına göre Young's modülü eğrisi

Tablo 6. P (AN-VAc)/GO numunelerin kopma uzaması (%), kopma dayanımı ve Young's modülü sonuçları

Numuneler	Kopma Uzaması (%)		Kopma Dayanımı (kPa)		Young's Modülü (kPa)	
	Değer	Std. Sap.	Değer	Std. Sap.	Değer	Std. Sap.
P(AN-VAc)	44,5	±9,7	2144,0	±345,5	301,6	±55,8
P(AN-VAc)/GO %1,5	13,8	±2,7	2317,6	±549,6	688,4	±287,3
P(AN-VAc)/GO %3	45,1	±5,9	3190,7	±642	473,1	±156,5
P(AN-VAc)/GO %4,5	33,9	±6,3	2827,8	±630,2	533,2	±313,7
P(AN-VAc)/GO %6	26,3	±16,3	2264,4	±412	573,6	±132,1

4. SONUÇLAR

SEM analizlerine göre GO miktarındaki artış, ortalama lif çapında lineer bir etkiye sebep olmamıştır. EDX sonuçlarına göre P(AN-VAc)/GO nanolif yüzeylerde GO miktarı arttıkça karbon yüzdesi artarken, azot ve oksijen yüzdelерinin düştüğü gözlemlenmiştir.

FTIR analizinde, P(AN-VAc)'a ait olan karakteristik pikler tespit edilmiş ve GO, P(AN-VAc) polimeri içerisinde yeni karakteristik pikler oluşturmamış ve polimer zincirinde herhangi bir değişiklik görülmemiştir.

P(AN-VAc)/GO nanolif yüzeylerine ait DSC eğrilerinde, ekzotermik reaksiyon bantları tespit edilmiştir. GO katkısı ile P(AN-VAc) polimerinde, -CN grupları arası çapraz bağların oluşması P(AN-VAc)/GO nanolif yüzeyini termal olarak daha kararlı bir hale getirmektedir

P(AN-VAc)/GO nanolif yüzeylerine ait TGA ve dTGA eğrilerine göre 280-370 °C ile 370-500 °C sıcaklık aralıklarında iki önemli termal bozunma gözlemlenmiştir. Nanolif yüzey yapısındaki GO miktarı arttıkça analiz sonunda bozunmadan kalan madde miktarı artmıştır. Özellikle içeriğinde %6 oranında GO bulunan nanolif yüzeyin yarıya yakını bozunmadan geriye kalmıştır. Yine aynı numune (%6 oranında GO bulunan) katkısız P(AN-VAc) nanolif yüzeyleri ile karşılaştırıldığında malzemenin bozunma hızının yaklaşık yarıya yarıya azaldığı bulunmuştur. Yapıdaki GO oranı arttıkça nanolif yüzeylerin bozunma yüzdesi ve dolayısı ile ağırlık kayıpları azalmıştır.

Yapılan çekme deneyi test sonuçları incelendiğinde; referans P(AN-VAc) nanolif yüzeylerin 2104-2144 kPa seviyesinde kopma dayanımına sahip olduğu, % 1,5 ve % 3 GO katkılı nanolif yüzeylerin kopma dayanım değerleri artış gösterdiği, % 4,5 ve % 6 GO katkılı numunelerde ise bir miktar düşüş olmasına rağmen referans P(AN-VAc) numunesine göre GO katkısının takviyelendirme etkisi sağladığı tespit edilmiştir. Kopma uzaması değerlerine bakıldığında, %3 GO katkılı nanolifli yüzeyin en iyi kopma uzaması değerine sahip olduğu tespit edilmiştir. Young's Modülü değerleri incelendiğinde ise referans P(AN-VAc) numunesine göre GO katkılı numunelerin tümünde, Young's modül değerlerinin oldukça yüksek olduğu ve yüzeylerin esnekliklerinin düştüğü belirlenmiştir. En yüksek değer % 1,5 GO katkılı nanolif yüzeyde tespit edilmiştir. Tüm nanolif yüzeyleri arasında optimum çekme deneyi sonuçlarının %3 GO katkı değerinde elde edildiği gözlemlenmiştir.

TEŞEKKÜR

Bu çalışma I14M527 numarasıyla TÜBİTAK (Türkiye Bilimsel ve Teknoloji Araştırma Kurumu) tarafından desteklenmektedir. Desteklerinden ötürü TÜBİTAK'a teşekkür ederiz. Çalışma kısmi olarak 27 Ekim-1 Kasım 2015 tarihleri arasında Saraybosna (Bosna Hersek)'da düzenlenen "1st International Turkic World Conference on Chemical Sciences and Technologies" kongresinde sunulmuştur.

KAYNAKLAR

1. Sengupta R., Bhattacharya M., Bandyopadhyay S., Bhowmick A.K., (2011), *A Review On The Mechanical And Electrical Properties of Graphite And Modified Graphite Reinforced Polymer Composites*, Prog. Polym. Sci. 36, 638–670.
2. Topçu A.A., (2012), *A Green Pathway For The Production of Chemically Exfoliated Graphene Sheets With The Assistance of Microwave Irradiation*, Master of Science, Koç University.
3. Song J., Wang X. and Chang C.T., (2014), *Preparation and Characterization of Graphene Oxide*, Hindawi-Journal of Nanomaterials, Vol. 2014, Article ID 276143, 6 p.
4. Ersoy M.S., Dönmez U., Yıldız K., Salan T., Yazıcı M., Tiyek İ., Alma M.H., (2015), *Graphene Applied Textile Materials For Wearable E-Textiles*, 5th International Istanbul Textile Congress 2015: Innovative Technologies "Inspire To Innovate", Book of Proceedings, pp.82-86, 11th -12th September 2015, Istanbul Technical University, Istanbul, Turkey.
5. Botas C., Lvarez P.A., Blanco P., Granda M., Blanco C., Santamarı R.A., Romasanta L.J., Verdejo R., Lo'Pez-Manchado M.A., Menendez R., (2013), *Graphene Materials With Different Structures Prepared From The Same Graphite By The Hummers And Brodie Methods*, Carbon 65, 156 –164.
6. Chen J., Yao B., Li C., Shi G., (2013), *An Improved Hummers Method For Eco-Friendly Synthesis of Graphene Oxide*, Carbon 64, 225–229, 2013.
7. Park S. And Ruoff R., (2009), *Chemical Methods For The Production of Graphene*, Nature Nanotechnology, 4, 217-224.
8. Marcano D.C., Kosynkin D.V., Berlin J.M., Sinitskii A., Sun Z., Slesarev A., Alemany L.B., Lu W. and Tour J.M., (2010), *Improved Synthesis of Graphene Oxide*, American Chemical Society ACSNANO, Vol.4 No.8.
9. Wang Q., Du Y., Feng Q., Huang F., Lu K., Lui J., Wei Q., (2013), *Nanostructures and Surface Nanomechanical Properties of Polyacrylonitrile/Graphene Oxide Composite Nanofibres by Electrospinning*, Journal of Appl. Pol. Sci., 1152-1156.
10. Song N., Yang J. Ding P., Tang S., Liu Y., And Shi L., (2014), *Effect of Covalent-Functionalized Graphene Oxide With Polymer And Reactive Compatibilization On Thermal Properties of Maleic Anhydride Grafted Polypropylene*, Industrial & Engineering Chemistry Research, 53(51), 19951–19960.
11. Karteri İ., Karataş Ş., Yakuphanoglu F., (2014), *Electrical Characterization of Graphene Oxide And Organic Dielectriclayers Based On Thin Film Transistor*, Applied Surface Sci., 318, 74-78.
12. Huang Y., QinY., Zhou Y., Niu H., Yu Z.Z., And Dong J.Y., (2010), *Polypropylene/Graphene Oxide Nanocomposites Prepared By In Situ Ziegler-Natta Polymerization*, Chem. Mater., 22, 4096–4102.
13. Menchaca-Campos C., García-Pérez C., Castañeda I., García-Sánchez M.A., Guardián R., and Uruchurtu J., (2013), *Nylon/Graphene Oxide Electrospun Composite Coating*. Hindawi Publishing Corporation, International Journal of Polymer Science, Volume (2013), Article ID 621618, 9 pp.
14. Yuan B., Bao C., Song L., Hong N., Liew K.M., Hu Y., (2014), *Preparation of Functionalized Graphene Oxide/Polypropylene Nanocomposite With Significantly Improved Thermal Stability And Studies On The Crystallization Behavior And Mechanical Properties*, Chemical Engineering Journal, 237, 411–420.

15. Ke H., Pang Z., Xu Y., Chen X., Fu J., Cai Y., Huang F., Wei Q., (2014), *Graphene Oxide Improved Thermal and Mechanical Properties of Electrospun Methy Stearate/Polyacrylonitrile From-Stable Phase Cahnge Composite Nanofibers*, J. Therm Anal Calorim, 117, pp.109-122.
16. Hu X., Yu Y., Wang Y., Zhou J., Song L., (2015), *Separating Nano Graphene Oxide From The Residual Strong-Acid Filtrate of The Modified Hummers Method With Alkaline Solution*, Applied Surface Science, 329, 83-86.
17. Hanifah M.F.R, Jaafar J., Aziz M., Ismail A.F., Rahman M.A., Othman M.H.D., (2015), *Synthesis of Graphene Oxide Nanosheets Via Modified Hummers' Method and Its Physicochemical Properties*, Jurnal Teknologi, 74:1, 189-192.
18. Saufi, S.M. and Ismail, A.F., (2002), *Development And Characterization of Polyacrylonitrile (PAN) Based Carbon Hollow Fiber Membrane*, Songklanakarın Journal of Science and Technology, 24(Suppl.) : 843-854.
19. Wang Y.X., Wang C.G., Wu J.W., Jing M., (2007), *High-Temperature DSC Study of Polyacrylonitrile Precursors during Their Conversion to Carbon Fibers*, Journal of Applied Polymer Science, Vol. 106, 1787-1792.
20. Karacan İ.,(2012), *Thermal Stabilization of Polyacrylonitrile Fibers*, Society of Plastic Engineers, Plastic Reaserch Online, 10.1002/spepro.003968.
21. Tiyek İ., Bozdoğan F., (2005), *Akrilik Lif Üretiminde Koagülasyon Banyosunun Önemi*, Pamukkale Üniversitesi Mühendislik Fakültesi, Mühendislik Bilimleri Dergisi, 11 (3) 319-323.
22. Farsani, R. E., Raissi, S., Shokuhfar, A., & Sedghi, A. (2009), *FT-IR Study Of Stabilized PAN Fibers For Fabrication of Carbon Fibers*, World Academy of Science, Engineering and Technology, 50, 430-433.
23. Mack, J. J., Viculis, L. M., Ali, A., Luoh, R., Yang, G., Hahn, H. T., Ko F.K., Kaner, R. B. (2005), *Graphite Nanoplatelet Reinforcement Of Electrospun Polyacrylonitrile Nanofibers*. Advanced Materials, 17(1), 77-80.
24. Hou, H., Ge, J. J., Zeng, J., Li, Q., Reneker, D. H., Greiner, A., Cheng, S. Z. (2005), *Electrospun Polyacrylonitrile Nanofibers Containing A High Concentration Of Well-Aligned Multiwall Carbon Nanotubes*, Chemistry of Materials, 17(5), 967-973.
25. Cengiz Çalhoğlu, F., (2013), *Silindirli Elektro Lif Çekim Yöntemi ile Nano Lif Üretimi*, Journal of Textiles & Engineers/Tekstil ve Mühendis, 20 (91).
26. Karteri İ., Karataş Ş., Al-Ghamdi A., Yakuphanoglu F., (2015), *The Electrical Characteristics of Thin Film Transistors With Graphene Oxide and Organic Insulators*, Synthetic Metals, 199, 241-245.
27. Ryu S.H., Shanmugaraj A.M., (2014), *Influence of Long-Chain Alkylamine-Modified Graphene Oxide On The Crystallization, Mechanical and Electrical Properties of Isostatic Polypropylene Nanocomposites*, Chem. Eng. J. 244, 552-560, 2014.
28. Chien, A.T., Liu, H.C., Newcomb, B.A., Xiang, C., Tour, J.M., Kumar, S., (2015), *Polyacrylonitrile Fibers Containing Graphene Oxide Nanoribbons*, ACS Applied Materials & Interfaces, 7(9), 5281-5288.
29. Hummers, W.S., Offeman, R.E., (1958), *Preparation of Graphitic Oxide*, Journal of the American Chemical Society, 80 (6): 1339.
30. Schniepp, H.C., Li, J.L., McAllister, M.J., Sai, H., Herrera-Alonso, M., Adamson, D.H., Prud'Homme, R.K., Car, R., Saville, D.A., Aksay, I.A., (2006), *Functionalized Single Graphene Sheets Derived From Splitting Graphite Oxide*, The Journal of Physical Chemistry B, 110 (17): 8535-8539.
31. Shahriary L., Athawale A.A., (2014), *Graphene Oxide Synthesized By Using Modified Hummers Approach*, Intenational Journal of Renewable Energy and Environmental Engineering, Vol. 02, No. 01, 58-63.
32. Wu, F., Lu, Y., Shao, G., Zeng, F., Wu, Q., (2012), *Preparation of Polyacrylonitrile/Graphene Oxide By In Situ Polymerization*, Polymer International, 61(9), 1394-1399.
33. Kanara Ş., (2014), *İletken Polimerik Kompozit Tekstil Yüzeylerinin Elektriksel, Elektromanyetik Kalkanlama ve Sensör Davranışlarının Araştırılması*, Yüksek Lisans Tezi, K.Maraş, Türkiye.
34. Çetiner S., (2011), *Polipirol-Poli(Akrilonitril-Ko-Vinil Asetat) Kompozit İnce Film Ve Nanolif Oluşumu Ve Karakterizasyonu*, Doktora Tezi, İstanbul Teknik Üniversitesi, Türkiye.
35. Uddin Md. E., Layek R.K., Kim N.H., Hui D., Lee J.H., (2015), *Preparation and Prpperties of Reduced Graphene Oxide/Polyacrylonitrile Nanocomposites Using Polyvinyl Phenol*, Composites Part B: Engineering, 80, 238-245.
36. Rahaman, M.S.A., Ismail, A.F., & Mustafa, A., (2007), *A Review Of Heat Treatment On Polyacrylonitrile Fiber*, Polymer Degradation and Stability, 92(8), 1421-1432.
37. Lee, S., Kim, Y.J., Kim, D.H., Ku, B.C., Joh, H.I., (2012), *Synthesis and Properties of Thermally Reduced Graphene Oxide/Polyacrylonitrile Composites*, Journal of Physics and Chemistry of Solids, 73(6), 741-743.
38. Cui, P., Lee, J., Hwang, E., & Lee, H., (2011), *One-Pot Reduction Of Graphene Oxide At Subzero Temperatures*, Chemical Communications, 47(45), 12370-12372.
39. Loryuenyong V., Totepvimarn K., Eimburanaprat P., Boonchompoo W., and Buasri A., (2013), *Preparation And Characterization of Reduced Graphene Oxide Sheets Via Water-Based Exfoliation And Reduction Methods*, Hindawi-Advances In Materials Sci. and Eng., Volume 2013, ArticleID 923403, 5 page.
40. Badawy, S.M., & Dessouki, A.M., (2003), *Cross-Linked Polyacrylonitrile Prepared By Radiation-Induced Polymerization Technique*, The Journal of Physical Chemistry B, 107(41), 11273-11279.