

T.C.
BİLECİK ŐEYH EDEBALI ÜNİVERSİTESİ
LİSANSÜSTÜ EĐİTİM ENSTİTÜSÜ
MAKİNE MÜHENDİSLİĐİ ANABİLİM DALI

**TİTANYUM OKSİT KATKILANMIŐ GRAFEN KOMPOZİT KAYGAN
YÜZEYLERİN ÜRETİMİ ve AKILLI MALZEME PERFORMANSININ
BELİRLENMESİ**

DOKTORA TEZİ

İBRAHİM FIRAT BALKAYA

TEZ DANIŐMANI

PROF. DR. HARUN MİNDİVAN

İKİNCİ TEZ DANIŐMANI

DR. ÖĐR. ÜYESİ NEVİN ATALAY GENGEÇ

BİLECİK, 2025

10698414

T.C.
BİLECİK ŐEYH EDEBALI ÜNİVERSİTESİ
LİSANSÜSTÜ EĐİTİM ENSTİTÜSÜ
MAKİNE MÜHENDİSLİĐİ ANABİLİM DALI

**TİTANYUM OKSİT KATKILANMIŐ GRAFEN KOMPOZİT KAYGAN
YÜZEYLERİN ÜRETİMİ ve AKILLI MALZEME PERFORMANSININ
BELİRLENMESİ**

DOKTORA TEZİ

İBRAHİM FIRAT BALKAYA

TEZ DANIŐMANI

PROF. DR. HARUN MİNDİVAN

İKİNCİ TEZ DANIŐMANI

DR. ÖĐR. ÜYESİ NEVİN ATALAY GENGEÇ

BİLECİK, 2025

10698414

BEYAN

“Titanyum Oksit Katkılanmış Grafen Kompozit Kaygan Yüzeylerin Üretimi ve Akıllı Malzeme Performansının Belirlenmesi” adlı doktora tezinin hazırlık ve yazımı sırasında bilimsel araştırma ve etik kurallarına uyduğumu, başkalarının eserlerinden yararlandığım bölümlerde bilimsel kurallara uygun olarak atıfta bulunduğumu, kullandığım verilerde herhangi bir tahrifat yapmadığımı, tezin herhangi bir kısmının Bilecik Şeyh Edebali Üniversitesi veya başka bir üniversitede başka bir tez çalışması olarak sunulmadığını, aksinin tespit edileceği muhtemel durumlarda doğabilecek her türlü hukuki sorumluluğu kabul ettiğimi ve vermiş olduğum bilgilerin doğru olduğunu beyan ederim.

Bu çalışmanın, Bilimsel Araştırma Projeleri (BAP), TÜBİTAK veya benzeri kuruluşlarca desteklenmesi durumunda; projenin ve destekleyen kurumun adı proje numarası ile birlikte, ETİK KURUL onayı alınması durumunda ise ETİK KURUL tarih karar ve sayı bilgilerinin beyan edilmesi gerekmektedir.			
DESTEK ALINMIŞTIR	X	DESTEK ALINMAMIŞTIR	
Destek alındı ise;			
Destekleyen kurum; TÜBİTAK			
Desteğin Türü	Proje Numarası		
1- BAP (Bilimsel Araştırma Projesi)	120M992		
2- TÜBİTAK 1001 (X)			
Diğer;			
ETİK KURUL onayı var ise;			
ETİK KURUL karar tarih/sayı: /		

İbrahim Fırat BALKAYA

Tarih

İmza

ÖN SÖZ

Bu tezin ortaya çıkmasında büyük emekleri olan, doktora tezim boyunca bana destek olan ve değerli görüşleriyle beni yönlendiren doktora tez danışmanım Prof. Dr. Harun MİNDİVAN ve eş danışmanım Dr. Üyesi Nevin ATALAY GENGEÇ'e sonsuz teşekkür ederim. Beni akademik açıdan geliştirmek için harcadıkları emek ve katkıları için minnettarlığımı ifade etmek isterim.

Ayrıca doktora tez sürecimde Tez İzleme Komitesinde yer alarak tezimin gelişmesi sürecine değerli katkılar sunan Prof. Dr. Numan AKDOĞAN ve Doç. Dr. Muhammed ELİTAŞ'a tüm katkılarından dolayı teşekkür ederim. Doktora tezimin savunma jürisinde hakem olarak görev alan tüm değerleri hocalarıma dönütleri için teşekkürlerimi sunarım.

Doktora tezim boyunca beni destekleyen aileme sonsuz teşekkürlerimi dile getirmek isterim. Sevgili oğlum Sinan Alp BALKAYA'ya hayatımın her evresinde yanımda olduğu için müteşekkirim.

Bu tez, "Dış Uyarılara Duyarlı Grafen ve Grafen Bazlı Kaygan Sıvı Emdirilmiş Gözenekli Yüzeylerin (SLIPS) Üretimi ve Akıllı Malzeme Performanslarının Belirlenmesi isimli 120M992 Numaralı TÜBİTAK-1001 projesi kapsamında desteklenmiştir. TÜBİTAK'a sağladıkları desteklerden dolayı çok teşekkür ederim.

Son olarak bu günlere ulaşmamdaki emekleri adına değerli aileme teşekkür ederim.

İbrahim Fırat BALKAYA

2025

ÖZET

TİTANYUM OKSİT KATKILANMIŞ GRAFEN KOMPOZİT KAYGAN YÜZEYLERİN ÜRETİMİ ve AKILLI MALZEME PERFORMANSININ BELİRLENMESİ

Akıllı malzemeler, çevresel değişimlere yani dış uyaranlara (sıcaklık, nem, elektrik alanı, manyetik alan, ışık gibi) akıllı tepki veren ve bu etkilere göre şekil, boyut veya özelliklerini değiştirebilen malzemelerdir. Akıllı malzemelerin dış uyaran karşısında akıllı tepki verme kabiliyeti, özellikle tıbbi cihazlar, robotik sistemler, otomatik kontrol sistemleri ve enerji verimliliği uygulamaları gibi dinamik ve çevresel değişimlere duyarlı alanlarda kritik öneme sahiptir. Akıllı malzeme olarak, kompozit malzeme kullanımı, farklı uyaranlara tepki verme ya da daha verimli tepkiler oluşturma potansiyeli bakımından önemlidir. Bu nedenle, üstün optik geçirgenlik, termal iletkenlik ve elastikiyet modülü gibi özellikleri nedeniyle grafen ve fotokatalitik, elektriksel, mekanik ve kimyasal dayanıklılık gibi üstün özellikleri nedeni ile titanyum oksit kompozit malzeme bileşimleri olarak kullanılmıştır. Böylece grafen ve titanyum dioksitin üstün özelliklerinin bir araya getirildiği ve daha iyi performanslar sergilemesi hedeflenmiştir.

Tez çalışmasında, farklı hidrofobluk ve pürüzlülük derecesinde yüzey özelliklerine sahip Grafen-TiO₂ kaygan yüzeylerin üretimi, performanslarının analizi ve dış uyaranlara karşı akıllı tepkisel davranış kapasitelerinin belirlenmesi amaçlanmıştır. Tezin amacına ulaşmasında öncelikli olarak Grafen-TiO₂ kompozit yüzeyler, düz, pürüzlü ve mikro desenli altlıkların farklı TiO₂ katkı oranlarında hazırlanmış GO-TiO₂ dispersiyonlarına daldırarak kaplanması sonrasında kimyasal, kimyasal+termal, termal ya da termal+kimyasal olarak indirgenmesiyle üretilmiştir. Mikrodesenli yüzeylerin üretiminde litografi yöntemi ile üretilmiş Si-wafer alt taştan çoğaltılan PDMS altlıklar üzerinde yüzeylerin üretilmiştir. Ardından Grafen-TiO₂ yüzeylerin stabilitesinin ve kendini onarma kabiliyetinin sağlanması için kayganlaştırıcı sıvı emdirilerek kaygan yüzeyler üretilmiştir. Son olarak hazırlanan Grafen-TiO₂ kaygan yüzeylerinin kayma performansları ve dış uyaran olarak düşük voltajda elektrik kullanımı ile sıvı damlanın yüzeyler üzerinde hız ve yönlenme davranışının kontrolüne yönelik manipülasyonlar yapılmıştır. Kaygan yüzey performansı ve akıllı tepki davranışının daha ayrıntılı bir şekilde anlaşılabilmesi için farklı yağlayıcı vizkoziteleri, test sıvısı türü, test sıvısının damla hacmi ve dış uyaran olarak kullanılan elektrik potansiyeli gibi parametreler incelenmiştir. Yapılan çalışmalar sonucunda, üretilen Grafen-TiO₂ kaygan yüzeylerde sıvı

damlasının dış uyaran kontrolü ile kontrollü şekilde durdurulabildiği ve hareket ettirilebildiği tespit edilmiştir.

Sonuç olarak, kaygan yüzeydeki damla hareketinin akıllı kontrolünün sağlanmasında, altlıktan ve kompozitten kaynaklı yüzey özellikleri, kayganlaştırıcı sıvı viskozitesi ve türü ve yüzeyin iletkenlik değeri değişkenlerinin optimize edilmesi ile sağlanabileceği ortaya konulmuştur. Grafen TiO₂ kaygan yüzeylerinin mikrohasat, mikroakışkan sistemler ve sensör uygulamaları için yeni bir akıllı malzeme olarak potansiyel olabilir.

Anahtar Kelimeler: İndirgenmiş Grafen Oksit (rGO), Titanyum Oksit (TiO₂), Kompozit Yüzey, Kaygan Yüzey, Akıllı Malzeme Davranışı.

ABSTRACT

PRODUCTION OF TITANIUM OXIDE ADDED GRAPHENE COMPOSITE SLIPPERY SURFACES and DETERMINATION of SMART MATERIAL PERFORMANCE

Smart materials are materials that respond intelligently to environmental changes, such as external stimuli (temperature, humidity, electric fields, magnetic fields, light, etc.), and can alter their shape, size, or properties in response to these effects. The ability of smart materials to respond intelligently to external stimuli is crucial, especially in dynamic and environmentally sensitive fields such as medical devices, robotic systems, automatic control systems, and energy efficiency applications. The use of composite materials as smart materials is important due to their potential to respond to different stimuli or generate more efficient responses. Therefore, graphene, with its superior properties such as excellent optical transparency, thermal conductivity, and elastic modulus, and titanium dioxide (TiO_2), with its exceptional photocatalytic, electrical, mechanical, and chemical durability, have been used as composite material combinations. This aims to combine the superior properties of graphene and titanium dioxide for enhanced performance.

This thesis aims to produce Graphene- TiO_2 slippery surfaces with varying degrees of hydrophobicity and roughness, analyze their performance, and determine their smart responsive behavior capacities in response to external stimuli. To achieve the objectives of the thesis, Graphene- TiO_2 composite surfaces were first produced by coating flat, rough, and micro-patterned substrates with GO- TiO_2 dispersions at different TiO_2 doping ratios, followed by reduction through chemical, chemical+thermal, thermal, or thermal+chemical methods. Micro-patterned surfaces were produced on PDMS substrates replicated from Si-wafer master molds using lithography. Subsequently, slippery surfaces were generated by impregnating lubricating liquids to ensure the stability and self-healing capability of the Graphene- TiO_2 surfaces. Finally, the sliding performance of the produced Graphene- TiO_2 slippery surfaces was analyzed, and manipulations were performed to control the speed and orientation of liquid droplets on the surfaces using low-voltage electrical stimuli as an external factor. To better understand the slippery surface performance and smart response behavior, parameters such as lubricant viscosity, test liquid type, droplet volume, and the applied electrical potential were examined.

As a result of the conducted studies, it was found that the liquid droplet on the produced Graphene-TiO₂ slippery surfaces could be controlled and moved in a controlled manner through external stimulus control.

In conclusion, it has been demonstrated that the smart control of droplet movement on slippery surfaces can be achieved by optimizing surface properties from the substrate and composite, lubricant viscosity and type, and surface conductivity. Graphene-TiO₂ slippery surfaces have the potential to serve as a new smart material for applications in micro-harvesting, microfluidic systems, and sensors.

Keywords: Reduced Graphene Oxide (rGO), Titanium Dioxide (TiO₂), Composite Surface, Slippery Surface, Smart Material Behavior.

İÇİNDEKİLER

	Sayfa
ÖN SÖZ.....	i
ÖZET.....	ii
ABSTRACT	iv
İÇİNDEKİLER.....	vi
TABLolar LİSTESİ	xi
ŞEKİLLER LİSTESİ.....	xiv
KISALTMALAR LİSTESİ	xxiv
1. GİRİŞ.....	1
2. KARBON ESASLI KOMPOZİTLER.....	3
2.1. Karbon Esaslı Malzemeler.....	3
2.1.1. Grafit	4
2.1.2. Fulleren.....	5
2.1.3. Karbon Nanotüpler	6
2.1.4. Grafen.....	7
2.2. Grafen Üretimi ve Uygulamaları	8
2.2.1. Mikro-mekanik Yöntem ile Grafen Üretimi	11
2.2.2. Sıvı Fazda Tabakalaştırma (Eksfoliasyon) ile Grafen Üretimi	12
2.2.3. Grafen Oksitin İndirgenmesi ile Grafen Üretimi.....	13
2.2.4. Epitaksiyel Büyüme ile Grafen Üretimi	14
2.2.5. Kimyasal Buhar Biriktirme Yöntemi ile Grafen Üretimi.....	15
2.2.6. Kimyasal ve Plazma Dağlama ile Grafen Üretimi.....	17
2.2.7. Grafen Özellikleri ve Uygulama Alanları	18
2.3. Metal Katkılanmış Karbon Bazlı Kompozitler	19
2.3.1. Metal Katkılanmış Grafen Kompozitler	20

	Sayfa
2.3.2. Titanyum Katkılanmış Grafen Kompozitler	22
3. AKILLI MALZEMELER	27
4. KAYGAN YÜZEYLER ve UYGULAMALARI.....	32
4.1. Yüzey Islanabilirliği	32
4.2. Kaygan Yüzeyler.....	40
4.3. Kaygan Yüzeylerin Akıllı Uygulamaları	44
5. MATERYAL ve YÖNTEM	52
5.1. Altlıkların Hazırlanması.....	52
5.1.1. Litografi Yöntemi Kanallı ve Silindirik Pillarlar ile Donatılmış Mikro Desenli Şablonların Üretimi.....	52
5.1.2. Mikro Desenli Şablonlardan PDMS Altlıkların Üretimi	56
5.1.3. Altlıkların Temizliği	57
5.1.4. Altlıkların Yüzey Modifikasyonu.....	57
5.2. GO-TiO ₂ Yüzeylerinin Üretimi	58
5.2.1. Grafitten Kimyasal Yöntemle Grafit Oksit Sentezi	58
5.2.2. Kararlı GO-TiO ₂ Dispersiyonlarının Hazırlanması	59
5.2.3. Düşük Konsantrasyonlu GO-TiO ₂ Dispersiyonlarının Hazırlanması.....	59
5.2.4. Yüksek Konsantrasyonlu GO-TiO ₂ Dispersiyonlarının Hazırlanması	61
5.2.5. GO-TiO ₂ Yüzeylerinin Hazırlanması	62
5.3. İndirgenmiş GO-TiO ₂ Yüzeylerin Hazırlanması.....	63
5.3.1. Kimyasal olarak GO-TiO ₂ yüzeylerin İndirgenmesi	63
5.3.2. Termal Olarak GO-TiO ₂ Yüzeylerin İndirgenmesi.....	65
5.3.3. Kimyasal+Termal ya da Termal+Kimyasal Olarak GO-TiO ₂ Yüzeylerin İndirgenmesi	65
5.4. Kaygan Yüzeylerin Hazırlanması ve Akıllı Malzeme Performanslarının Belirlenmesi.....	66

	Sayfa
5.4.1. Kayma Açısının ve Dinamik İlerleme/Gerileme Açılarının Belirlenmesi.....	67
5.4.2. Kayma Hızı ve İvmesinin Belirlenmesi	68
5.4.3. Kendini Yenileme/Onarma Davranışının Belirlenmesi.....	69
5.4.4. Kaygan Yüzeylerin Akıllı Malzeme Performansının Belirlenmesi	70
5.5. Malzeme ve Yüzey Karakterizasyonu	72
6. BULGULAR ve TARTIŞMA.....	74
6.1. Cam ve Mikrodesenli PDMS Altlıkların Yüzey Özelliklerinin Optimizasyonu Çalışmaları.....	74
6.1.1. Düz ve Pürüzlü Cam Altlıkların Yüzey Özelliklerinin Optimizasyonu	74
6.1.2. Mikrodesenli PDMS Altlıkların Yüzey Özelliklerinin Optimizasyonu	76
6.2. Düşük Konsantrasyonlu GO-TiO ₂ Dispersiyonlarından Düz Cam Altlık Üzerine GO-TiO ₂ Yüzeylerinin Üretim ve Karakterizasyon Çalışmaları.....	77
6.2.1. GO ve GO-TiO ₂ Dispersiyonlarının Karakterizasyonu.....	77
6.2.2. Düşük Konsantrasyonlu GO-TiO ₂ Dispersiyonlarından GO-TiO ₂ Yüzeylerin Üretimi ve Karakterizasyonu	79
6.2.2.1. Döndürerek Kaplama Yöntemi ile GO-TiO ₂ Yüzeylerin Üretimi, Karakterizasyonu ve Taguchi Metoduyla Doğrulaması	79
6.2.2.2. Düşük Konsantrasyonlu GO-TiO ₂ Dispersiyonu ile GO-TiO ₂ Yüzeylerin Üretiminde Kaplama Yönteminin Yüzey Özelliklerine Etkisi	87
6.3. Düşük Konsantrasyonlu GO-TiO ₂ Dispersiyonlarından Düz Cam Altlık Üzerine Üretilen GO-TiO ₂ Yüzeylerinin İndirgenmesi ile r-GO-TiO ₂ Yüzeylerinin Üretim ve Karakterizasyon Çalışmaları	90
6.3.1. Düşük Hacimli İndirgeyici Ortamında GO'in İndirgenmesiyle rGO Yüzeylerin Üretim ve Karakterizasyonu	90
6.3.2. Düşük Hacimli İndirgeyici Ortamında GO-TiO ₂ 'nin İndirgenmesiyle rGO-TiO ₂ Yüzeylerin Üretim ve Karakterizasyonu	93
6.4. Yüksek İletkenlikte r-GO Yüzeylerin Üretimi İçin Optimum Şartların Belirlenmesi Çalışmaları.....	94

6.5. Yüksek Konsantrasyonlu Grafen Oksit-Titanyum Oksit (GO-TiO₂) Kararlı Dispersiyonlarının Hazırlanması	96
6.6. Yüksek Konsantrasyonlu GO-TiO₂ Dispersiyonlarından GO-TiO₂ Yüzeylerin Hazırlanması, GO-TiO₂ Yüzeylerin İndirgenmesi ile rGO-TiO₂ Yüzeylerin Üretimi ve Karakterizasyonu	99
6.6.1. Düz/Pürüzlü Cam Altık Üzerine GO-TiO₂ Yüzeylerin Hazırlanması ve Karakterizasyonu	99
6.6.2. Düz/Pürüzlü Cam Altık Üzerine Hazırlanan GO-TiO₂ Yüzeylerin İndirgenmesi ile rGO-TiO₂ Yüzeylerin Hazırlanması ve Karakterizasyonu	101
6.6.2.1. Cam altık Üzerine Hazırlanan GO-TiO₂ ve rGO-TiO₂ Yüzeylerin Karakterizasyonu: Yüzey Özellikleri	104
6.6.2.2. Cam Altık Üzerinde Üretilen GO-TiO₂ ve rGO-TiO₂ Yüzeylerin Karakterizasyonu: Yapısal ve Kimyasal Özellikleri	108
6.6.2.3. Cam Altık Üzerinde Üretilen GO-TiO₂ ve rGO-TiO₂ Yüzeylerin Karakterizasyonu: Elektriksel Özelliklerin Temas Açısı ile Değişimi.....	112
6.6.3. Mikrodeseanlı PDMS Altık Üzerinde rGO-TiO₂ Yüzeylerin Hazırlanması ve Karakterizasyonu	119
6.6.3.1. Mikrodeseanlı PDMS Altık Üzerinde GO-TiO₂ Yüzeylerin Hazırlanması ve Karakterizasyonu	119
6.6.3.2. Mikrodeseanlı PDMS Altık Üzerinde rGO-TiO₂ Yüzeylerin Hazırlanması ve Yüzey Özelliklerinin Karakterizasyonu	120
6.6.3.3. Mikrodeseanlı PDMS Altık Üzerinde rGO-TiO₂ Yüzeylerin Yapısal ve Kimyasal Özelliklerinin Karakterizasyonu	125
6.6.3.4. Mikrodeseanlı PDMS Altık Üzerinde rGO-TiO₂ Yüzeylerin Temas Açısı ve İletkenlik Sonuçlarının Değerlendirilmesi	130
6.7. Kaygan rGO-TiO₂ Yüzeylerinin Üretimi, Performansının Belirlenmesi ve Dış Uyarana Karşısında Akıllı Tepki Verme Kabiliyetlerinin Belirlenmesi.....	131
6.7.1. Cam Altık Üzerindeki Yağlanmış rGO-TiO₂ Yüzeylerin Kaygan Yüzey Olma Potansiyellerinin Belirlenmesi.....	132

6.7.1.1. Düz Cam Altık Üzerindeki Yağlanmış rGO-TiO ₂ Yüzeylerin Kaygan Yüzey Olma Potansiyellerinin Belirlenmesi	133
6.7.1.2. Pürüzlü Cam Altık Üzerindeki Yağlanmış rGO-TiO ₂ Yüzeylerin Kaygan Yüzey Olma Potansiyellerinin Belirlenmesi	136
6.7.1.3. Düz ve Pürüzlü Cam Altıklar Üzerinde Hazırlanan İletken rGO-TiO ₂ Yüzeylerin Kayma Hızı ve İvmesinin Belirlenmesi.....	141
6.7.1.4. Düz ve Pürüzlü Cam Altıklar Üzerinde Hazırlanan İletken rGO-TiO ₂ Yüzeylerin Sürtünmeyi Azaltma Potansiyellerinin Belirlenmesi.....	147
6.7.1.5. Düz Cam Altıklar Üzerinde Hazırlanan İletken rGO-TiO ₂ Yüzeylerin Dış Uyarana Karşısında Akıllı Tepki Potansiyellerinin Belirlenmesi	157
6.7.2. Kaygan Mikrodeseanlı PDMS Altıklı rGO-TiO ₂ Yüzeylerinin Üretimi, Performansının Belirlenmesi ve Dış Uyarana Karşısında Akıllı Tepki Verme Kabiliyetlerinin Belirlenmesi	158
6.7.2.1. Mikrodeseanlı rGO-TiO ₂ Kaygan Yüzeylerinin Kaygan Yüzey Olma Performanslarının Belirlenmesi.....	160
6.7.2.2. Mikrodeseanlı PDMS Altıklı rGO-TiO ₂ Kaygan Yüzeylerde Damla Manipülasyonu ile Akıllı Tepki Davranışının Belirlenmesi.....	161
7. SONUÇLAR.....	164
KAYNAKÇA.....	168

TABLULAR LİSTESİ

	Sayfa
Tablo 2.1. Tabakalaşma süresi, ortam ve sonikasyon türü kombinasyonlarında grafen konsantrasyonu.....	12
Tablo 2.2. Su kirleticilerinin foto-bozunma için grafen/TiO ₂ nanokompoziti çalışmaları özet tablosu.	24
Tablo 4.1. Farklı yağlayıcılarla ilişkili çeşitli malzemelerin buzlanma önleyici özellikleri... 50	50
Tablo 4.2. Farklı çalışma sıvıları ile yağlayıcıların karıştırılabilirliği. Yeşil, birbirleriyle karışmaz (I), sarı, gecikmeli ayırmayı (DS), kırmızı karışabilir (M) anlamına gelmektedir. ..	51
Tablo 5.1. AZ1505 Fotorezist ile desenlendirilmiş krom maske 1 ve 2 için tasarım boyutları.	53
Tablo 6.1. Düşük Konsantrasyonlu GO ve GO-TiO ₂ dispersiyonlarının katı maddesine ait iletkenlik ölçümleri.	79
Tablo 6.2. Döndürerek kaplama deney parametreleri ve çalışma seviyeleri.	80
Tablo 6.3. Döndürerek kaplama için L16 ortogonal dizi deneyi, temas açısı ölçümleri ve S/N oranları.	81
Tablo 6.4. Döndürerek kaplama deneylerinde temas açısı yanıtları için Pareto ANOVA.	82
Tablo 6.5. L16 deneysel tasarım kaplama deneyi için regresyon istatistikleri.	83
Tablo 6.6. L16 kaplama deneyi için regresyon ve Pareto ANOVA sonuçları.....	83
Tablo 6.7. Tahmini temas açısı hesaplaması.	83
Tablo 6.8. Doğrulama deney sonuçları ve temas açıları.	84
Tablo 6.9. Döndürerek kaplamada optimum şartlara göre temas açısı ve zamanla değişimi..	86
Tablo 6.10. Daldırarak kaplamada daldırma hızına göre temas açıları ve zamanla değişimi. 88	88
Tablo 6.11. Daldırarak kaplama ve döndürerek kaplama yöntemiyle hazırlanan GO yüzeylerinin Kimyasal veya Kimyasal+Termal indirgenmesi ile üretilen grafen yüzeylerine ait iletkenlik ve temas açısı sonuçları.....	92
Tablo 6.12. İndirgeme ortamı olarak HI ve HI+Ac kullanımı ile daldırarak kaplama şartlarında üretilen ve farklı şartlarda indirgenerek yüksek iletkenlik elde edilen yüzeylere ait iletkenlik, temas açısı ve SEM görüntüleri.	96

Tablo 6.13. Kararlı GO-TiO ₂ dispersiyonu hazırlanmasında kullanılan dispersiyon reçetelerinin detayları.....	97
Tablo 6.14. Kararlı GO-TiO ₂ dispersiyonu hazırlanmasında kullanılan dispersiyon reçeteleri.	99
Tablo 6.15. Altlık türü, indirgeme türü ve %TiO ₂ miktarı parametrelerine göre temas açıları (CA).....	114
Tablo 6.16. Farklı TiO ₂ bileşimlerinde düz ve pürüzlü cam altlık üzerine hazırlanmış GO-TiO ₂ yüzeylerinin farklı indirgenme şartlarında indirgenmesi ile üretilen rGO-TiO ₂ yüzeylerine ait ve iletkenlik sonuçları.	116
Tablo 6.17. Farklı TiO ₂ katkılama oranlarında hazırlanmış mikrodeseanlı GO8-%xTiO ₂ yüzeylerinde ve bu yüzeylerin kimyasal olarak indirgenmesi sonrasında elde edilen mikrodeseanlı rK-GO8-%xTiO ₂ yüzeylerinde ağırlıkça % O miktarlarındaki azalma.	126
Tablo 6.18. Düz cam altlık üzerinde farklı TiO ₂ katkılama oranında (%1, 3, 5, 7 ve 10) hazırlanmış rK+T-GO-TiO ₂ yüzeylerinin iletkenlik sonuçları ve yağlanması sonrası CAD programıyla tespit edilen DI-w test sıvısı için SA, θ _a , θ _r ve CAH değerleri.	135
Tablo 6.19. Düz cam altlık üzerinde farklı TiO ₂ katkılama oranında (%1, 3, 5, 7 ve 10) hazırlanmış rK+T-GO-TiO ₂ yüzeylerinin iletkenlik sonuçları ve yağlanması sonrası CAD programıyla tespit edilen 0.1M KCl test sıvısı için SA, θ _a , θ _r ve CAH değerleri.	136
Tablo 6.20. Pürüzlü cam altlık üzerinde farklı TiO ₂ katkılama oranında (%1, 3, 5, 7 ve 10) hazırlanmış rK+T-GO-TiO ₂ yüzeylerinin iletkenlik sonuçları ve yağlanması sonrası CAD programıyla tespit edilen DI-w test sıvısı için SA, θ _a , θ _r ve CAH değerleri.	138
Tablo 6.21. Pürüzlü cam altlık üzerinde farklı TiO ₂ katkılama oranında (%1, 3, 5, 7 ve 10) hazırlanmış rK+T-GO-TiO ₂ yüzeylerinin iletkenlik sonuçları ve yağlanması sonrası CAD programıyla tespit edilen KCl test sıvısı için SA, θ _a , θ _r ve CAH değerleri.....	139
Tablo 6.22. Altlık türü, %TiO ₂ miktarı, test sıvısı türü ve damla hacmi parametrelerine göre kayma açıları (SA).	140
Tablo 6.23. Altlık türü, %TiO ₂ miktarı, test sıvısı türü ve damla hacmi parametrelerine göre kayma açısı korelasyon tablosu.....	140

Tablo 6.24. Düz cam altlıklı K+T indirgenmiş rGO-TiO ₂ yüzeylerinde test sıvısı türü, %TiO ₂ miktarı ve damla hacmi parametrelerine göre hız ve ivmeler (Si-Oil Visk. 500cSt).....	145
Tablo 6.25. Pürüzlü cam altlıklı K+T indirgenmiş için test sıvısı türü, %TiO ₂ miktarı ve damla hacmi parametrelerine göre hız ve ivmeler (Si-Oil Visk. 500cSt).....	146
Tablo 6.26. Yüzey gerilimi kuvveti, damla temas uzunluğu ve CAH temel alınarak farklı bileşimdeki TiO ₂ katkılanmış K+T indirgenmiş rGO8-%xTiO ₂ yüzeylerine 5uL DIw damlatılması sonucunda hesaplanan sürtünme kuvveti ve diğer parametreler.	147
Tablo 6.27. İkinci yöntem (bir cismin eğik düzlem üzerinde yuvarlanması) temelinde sabit hızda hareket eden 5µL DIw test sıvısı damlası için kinetik sürtünme hesapları sonuçları (µkin. = tan(SA°) - (a/g*cosSA°)	148
Tablo 6.28. Düz cam altlık üzerinde farklı bileşimlerde TiO ₂ katkılanmış rK+T-GO-TiO ₂ yüzeylerde test sıvısı türü, %TiO ₂ miktarı ve damla hacmi parametrelerine göre hız, ivme ve sürtünme kuvveti değerleri.....	148
Tablo 6.29. Pürüzlü cam altlık üzerinde farklı bileşimlerde TiO ₂ katkılanmış rK+T-GO8-TiO ₂ yüzeylerde test sıvısı türü. %TiO ₂ miktarı ve damla hacmi parametrelerine göre hız, ivme ve sürtünme kuvveti değerleri.....	149
Tablo 6.30. Farklı TiO ₂ katkılama oranlarında katkılanarak hazırlanmış kimyasal olarak indirgenmiş rK-GO8-%xTiO ₂ kaygan yüzeylerinde kayma açısı ve iletkenlik değerleri (SiOil Visk.: 50cSt).....	160
Tablo 6.31. %1(wt)TiO ₂ katkılama oranlarında katkılanarak hazırlanmış ve kimyasal olarak indirgenmiş rK-GO8-%1TiO ₂ mikrodeseanlı PDMS altlıklı yüzeylerde kayma hızı ve sürtünme kuvvetleri hesapları (SiOil Visk.: 50cSt).	161

ŞEKİLLER LİSTESİ

	Sayfa
Şekil 2.1. Boyutsal farklılıklarına göre karbon allotropları.	3
Şekil 2.2. Grafit tabakalarının (altıgen) kristal yapısının sistematik gösterimi.	4
Şekil 2.3. Fullerinin a) C ₆₀ ve b) C ₇₀ şeklinde 60 ve 70 C atomundan oluşumu.	6
Şekil 2.4. CNT'lerin temel yapıları: A) tek duvarlı CNT, B) çift duvarlı CNT, C) çok duvarlı CNT ve D) CNT'lerin Uygulama alanlarının şematik gösterimi.	7
Şekil 2.5. A) Grafenin Yapısı, B) Grafenin özellikleri, C) Grafenin transdüksiyon işlevi göstererek sensör ve aktüatörlerde kullanım alanları ve D) Grafen ve grafen yapıları malzemelerin çok işlevli uygulamaları.	8
Şekil 2.6. A) Grafen sentez yöntemlerinin şematik çizelgesi ve B) Aşağıdan yukarı ve yukarıdan aşağı grafen üretim yöntemlerine dair üretim akışları.	9
Şekil 2.7. Grafen üretim yöntemlerinin avantaj/dezavantajları ve uygulama alanları.	10
Şekil 2.8. 2D kristallerin mikromekanik tabakalanması. a. Yapışkan bant bir 2D kristale bastırılıp, en üstteki birkaç katman şeride bağlanması. b. Birkaç katmanlı malzemeden kristaller içeren bantın, yüzeyden ayrılması. c. Birkaç katmanlı malzemeden kristaller içeren bantın, altlık üzerine yapıştırılması. d. Altlık üzerinden bantın geri soyulması sonrası birkaç katmanlı malzemedeki en alt tabakanın yeni altlık üzerine geçmesi.	11
Şekil 2.9. Grafen hazırlama ve grafitin tabakalaşması.	13
Şekil 2.10. Termal ayrıştırma ile SiC altlık üzerinde grafenin epitaksiyel büyümesinin şematik gösterimi.	15
Şekil 2.11. Si'un süblimleşmesi (solda), SiC (0001) üzerindeki iki katmanlı grafen ve tampon katmanının kesit TEM görüntüsü (ortada) ve yapı şematik diyagramı (sağda).	15
Şekil 2.12. CVD yöntemi ile Cu altlık üzerine grafen üretim prosedürünün şematik gösterimi.	16
Şekil 2.13. Glikoz seviyelerini tespit etmek için Novartis ile iş birliği içinde geliştirilen Google kontakt lensinin prototipi. Refl'in izniyle yeniden basılmıştır. Telif Hakkı 2014 Macmillan Publishers Ltd.	18
Şekil 2.14. a. ve b. İpek üzerine yerleştirilmiş esnek, giyilebilir NFC bileklik, c. elektronik kilidi açmak için kullanılan NFC bileklik.	19

Şekil 2.15. Azot dop edilmiş grafende üç tür bağlama konfigürasyonu.	20
Şekil 2.16. (a) bozulmamış grafen ve (b) La-, (c) Ce-, (d) Nd-, (e) Pm-, (f) Sm-, (g) Eu-, ve (h) Gd dop edilmiş grafen yapıları.....	21
Şekil 2.17. Grafen/metal oksit kompozitlerini üretmek için genel bir ıslak kimya stratejisi... 23	
Şekil 2.18. Görünür ışık varlığında fotokatalizör olarak grafen/TiO ₂ kullanılarak fotodegradasyon mekanizması (Giovannetti vd., 2017 MDPI izniyle uyarlanmıştır).	25
Şekil 2.19. Saf TiO ₂ 'nin UV ışığıyla foto uyarılmasından sonra meydana gelen çeşitli süreçlerin şematik gösterimi.	25
Şekil 3.1. Gaz molekülleri, biyomoleküller ve iyonlara duyarlı grafen akıllı malzemeler ve uygulamaları. a. Gaz sensörü için grafen tabakası. b. Nem sensörü için grafen oksit filmi. c. Nem-elektrik jeneratörü için indirgenmiş grafen oksit filmi. d. elektrokimyasal biyosensör için grafen elektrot. e. elektrik biyosensörü için grafen tabanlı alan etkili transistör. f. optik biyosensör için bir grafen çözeltisi. g. pH değerleri değiştiğinde grafen tabakalarının çözelti-jelleşme geçişi. h. pH kontrollü ilaç iletimi için grafen tabakaları. dsDNA, çift sarmallı DNA; ssDNA tek sarmallı DNA.	28
Şekil 4.1. a. Sıvı moleküller (L/L) arasındaki kohezif etkileşim (kırmızı çizgiler) ve katı-sıvı moleküller arasındaki adhezif etkileşimi (sarı çizgiler) gösteren şematik gösterim. b. Sıvı damlası, katı yüzey ve buhar/gaz üçlü noktasında arayüzey enerjilerinin dengesi.....	33
Şekil 4.2. Yüzey ıslanabilirliği. (a–d) Hidrofilik, hidrofobik, oleofilik ve oleofobik için düz yüzeylerdeki ıslanabilir durumlar. (e–h) Süperhidrofilik, süperhidrofobik, süperoleofilik ve süperoleofobik için pürüzlü yüzeylerdeki ıslanabilir durumlar. (i–l) Süperıslanabilirlik için farklı yapılandırmalar: (i) Wenzel modeli, (j) Cassie–Baxter modeli, (k) omnifobisite ve (l) üç fazlı diyagram (m) yüzeylerin ıslanabilirlik davranışı.	35
Şekil 4.3. Sıvı damlanın bir eğik yüzeyde hareketini içeren şematik gösterim.	38
Şekil 4.4. Doğadan esinlenerek geliştirilmiş süperhidrofobik yüzeylere örnekler. (a,b) Lotus yaprağı ve SEM görüntüsü, (c,d) Pirinç yaprağı ve SEM görüntüsü, (e,f) Gül yaprağı ve SEM görüntüsü, (g,h) su yürüyüşçüsü bacağı ve SEM görüntüsü, (i,j) Kelebek kanadı ve SEM görüntüsü, (k,l) Birleşik gözlü sivrisinek ve SEM görüntüsü.	39
Şekil 4.5. Süperhidrofobik yüzeylerin uygulama alanlarına örnekler.....	40

Şekil 4.6. Kendini temizleme mekanizmasının şematik ve deneysel görseli ve lotus yaprağının kendini temizlemesine örnekler.....	41
Şekil 4.7. Aizenberg ve grubu tarafından SLIP yüzeylerin dizaynına yönelik sistematik prosedür ve Nependles Sürahi bitkisine ait dijital ve SEM görüntüleri.	42
Şekil 4.8. Petrol sıvı damlasının süperhidrofobik Teflon yüzey ve SLIP teflon yüzey üzerinde kayma hızındaki değişim.....	45
Şekil 4.9. a. Yağlayıcı emdirilmiş yüzeyin bozulması halinde buzlanma davranışı, b. fototermal duyarlı yağlayıcı yüzeyinin kendi kendini iyileştirme mekanizması sayesinde anti buzlanma davranışının şematik gösterimi.....	46
Şekil 4.10. Renklendirilmiş iki su damlasının ferro-sıvı emdirilmiş yüzeyde manyetik manipülasyon.	47
Şekil 4.11. Damlacıkların elektrikle uyarılması. 14 kV voltaj genliği ile 23 ila 261 Hz arasında değişen frekanslarda yatay olarak yerleştirilmiş dinamik olarak çalıştırılan bir poroelastik film üzerinde 20 ml'lik bir su damlasının farklı salınım modlarını gösteren resimler. Periyodikliğin dörtte birlik bir zaman aralığında her bir kendi kendine salınım moduna ait görsel.	48
Şekil 5.1. a. Mikronya marka UV litografi maske cihazı, b. PTL-VM500 vakum plazma cihazı, c. Lebo-E24 döndürerek kaplama cihazı, d. MTOPS-HP330D ısıtma işlem tablası.....	53
Şekil 5.2. a. Kalıp tasarımında ait boyutsal özelliklerin temsili görseli, b. T2 tasarımı örneğinde AZ1505 Fotorezist ile desenlendirilmiş krom maske 1 ve 2'ye ait temsili görünüm, T5-R kalıp tasarımı için üretilen c. krom maske 1 ve d. krom maske 2'ye ait optik mikroskop görüntüleri.	54
Şekil 5.3. Si-alttaş üzerinde T5-R tasarımında “tepe” olarak mikrodesenlenmiş kalıpların optik mikroskop görüntüleri.....	56
Şekil 5.4. Verpol RTV240 kalıp silikonu ile üretilen T5-R tasarımlı PDMS altlığın yüzey ve kesit mikroskop görüntüleri.	57
Şekil 5.5. Cam ve PDMS altlıkların plazma işlemi sonrası yüzey modifikasyonu.	58
Şekil 5.6. a. GrO sentezi prosesi, b. GrO sentez reaksiyonunun sonlandırılması prosesi, c. DI-su ile yıkama sonrası, d. HCl Asit ile yıkama sonrası, e. Etanol ile yıkama sonrasında elde edilen çökelek için deneyler sırasında çekilmiş fotoğraflar.	59

Şekil 5.7. Döndürerek (A ve B), daldırarak (C ve D) ve püskürterek (E ve F) kaplama yöntemlerinin şematik gösterimleri ve cihazların dijital fotoğrafları.....	63
Şekil 5.8. İndirgeme prosedürü şematik gösterim, a. GO (kahverengi) kaplanmış camın indirgeneceği ortam olan balon jojeye HI/HI+Ac içine alınması, b. süreç sonunda indirgenmiş (siyah) kaplamalı camın dışarı alınması ve c. Desikatör içerisinde indirgeme görseli.	64
Şekil 5.9. GO ve GO-TiO ₂ yüzeylerinin termal olarak indirgeme sürecinin temsili şematik gösterimi.....	65
Şekil 5.10. a. GO'in kimyasal indirgenmesi, b. kimyasal indirgeme sonrası termal indirgeme basamaklarının arka arkaya uygulanarak kimyasal+termal indirgemenin temsili şematik gösterimi.....	66
Şekil 5.11. a. Statik ve b. Dinamik ilerleme ve gerileme temas açıları, c. ve d. Sıvı damlanın kayma açısında eğimli bir yüzeyde kayması.....	68
Şekil 5.12. Eğimli yüzeyde kayan sıvı damlasının konum ve zaman bileşenleri.	69
Şekil 5.13. Kaygan G-TiO ₂ yüzeyinin kendini onarma performansı testi sırasında alınmış dijital fotoğraflar.	70
Şekil 5.14. a. Kaplanmış numune yüzeyine eğim kazandırmak ve voltaj uygulaması yapabilmek için özel tasarlanıp üretilmiş makinenin şematik izahı ve dijital görseli, b. bu makinenin optik temas açısı ölçüm cihazına montajlanmasının şematik izahı ve dijital görseli.	71
Şekil 5.15. a. XRD ve b. FTIR cihazlarının dijital fotoğrafları.	72
Şekil 5.16. Dört problu iletkenlik ölçüm cihazının dijital fotoğrafı.....	72
Şekil 5.17. Optik temas açısı ölçüm cihazının dijital fotoğrafı.....	73
Şekil 5.18. Görsel karakterizasyonda kullanılan a. optik mikroskop ve b. tarama elektron mikroskobu.....	73
Şekil 6.1. Plazma vakum oranı ve plazma işlemi sonrasında bekleme zamanına bağlı olarak cam lameller üzerindeki temas açısı değişimi, (Plazma Gücü=%50, plazma süresi=60s).	75
Şekil 6.2. Plazma gücüne ve zamana bağlı olarak temas açısının cam lameller üzerindeki değişimi (Vakum Ayarı=0.4 [600mbar], t=60s).....	75
Şekil 6.3. Mikrodesenli PDMS altlığa ait SEM görüntüsü ve plazma modifikasyonu öncesi/sonrası temas açısı görselleri.	76

	Sayfa
Şekil 6.4. GO ve GO-TiO ₂ FTIR spektrumu.	78
Şekil 6.5. GO-TiO ₂ kompozitinin XRD analizi.	78
Şekil 6.6. Faktör seviyeleri için ortalama sinyal-gürültü (S/N) oranı grafikleri.	82
Şekil 6.7. Doğrulama deney sonucu temas açısı.	84
Şekil 6.8. Döndürerek kaplama yöntemi ile üretilen GO-TiO ₂ yüzeyine ait XRD kırınımı.	85
Şekil 6.9. Döndürerek kaplama yöntemiyle elde edilen (SC500) GO-TiO ₂ ince film kaplamanın a. 500X, b. 1000X büyütmedeki optik mikroskop görüntüsü.	86
Şekil 6.10. Döndürerek kaplama yöntemiyle elde edilen (SC500) GO-TiO ₂ ince film kaplamanın a. 2000X büyütmedeki tarama elektron mikroskobu (SEM) görüntüsü ve b. 2000X büyütmede alınan EDS sonuçları.	86
Şekil 6.11. Daldırma yöntemiyle elde edilen (DC320) GO-TiO ₂ ince film kaplamanın a. 500X ve b. 1000X büyütmedeki optik mikroskop görüntüleri.	89
Şekil 6.12. Daldırma yöntemiyle elde edilen (DC320) GO-TiO ₂ ince film kaplamanın a. 5000X ve b. 20000X büyütmedeki tarama elektron mikroskobu (SEM) görüntüleri.	89
Şekil 6.13. Püskürterek kaplama yöntemiyle elde edilen GO-TiO ₂ ince film kaplamanın a. 2000X, b. 5000X ve rK-GO-TiO ₂ ince film kaplamanın c. 5000X, d. 10000X büyütmedeki tarama elektron mikroskobu (SEM) görüntüsü.	90
Şekil 6.14. GO yüzeylerin HI buharına maruz bırakılması ile grafene indirgenme işleminin gerçekleştirildiği desikatörün dijital fotoğrafı.	91
Şekil 6.15. a. Döndürerek kaplama ile üretilen GO yüzeyinin HI asit ile 21sa 40°C’de indirgenmesi sonucunda üretilen grafen yüzeyinin, b. Daldırarak kaplama yöntemi ile üretilen GO yüzeyinin HI asit ile 21sa 40°C’de indirgenmesi sonucunda üretilen grafen yüzeyinin dijital görünüşleri.	93
Şekil 6.16. Döndürerek kaplama yöntemiyle elde edilen (SC500) rGO-TiO ₂ ince film kaplamanın a. 1000X, b. 1500X büyütmedeki optik mikroskop görüntüsü.	94
Şekil 6.17. Daldırma yöntemiyle elde edilen (DC320) rGO-TiO ₂ ince film kaplamanın a. 500X ve b. 1000X büyütmedeki optik mikroskop görüntüleri.	94

Şekil 6.18. Ağırlıkça %10 TiO ₂ ihtiva eden a. 2 mg/mL GO konsantrasyonlu GO-TiO ₂ dispersiyonunda TiO ₂ çökmesi, b. 4 mg/mL GO konsantrasyonlu GO-TiO ₂ dispersiyonunda TiO ₂ çökmesi, c. kararlı olan 8 mg/mL GO konsantrasyonlu GO-TiO ₂ dispersiyonunda çökme olayının gerçekleşmemesi.	98
Şekil 6.19. a. 4 mg/mL GO konsantrasyonlu GO-TiO ₂ dispersiyonundan elde edilen başarısız kaplamaya ait görsel, b. 2 mg/mL GO konsantrasyonlu GO-TiO ₂ dispersiyon dispersiyonundan elde edilen başarısız kaplamaya ait görsel.	98
Şekil 6.20. Daldırarak kaplama yöntemiyle elde edilen farklı bileşimlerde TiO ₂ içeren GO-TiO ₂ yüzeylerine ait optik mikroskop ve Image-J analizi görüntüleri.....	100
Şekil 6.21. Daldırarak kaplama yöntemiyle elde edilen GO kaplamaya ait a. SEM (x5000) ve b. Image-J analizi görüntüleri.	101
Şekil 6.22. Daldırarak kaplama yöntemiyle elde edilen %X TiO ₂ içeren kaplamalara ait x5000 SEM ve bunlara ait Image-J analizi görselleri.	101
Şekil 6.23. Farklı TiO ₂ bileşimlerinde düz ve pürüzlü altlık (altlık) üzerine hazırlanmış GO-TiO ₂ yüzeylerinin farklı indirgenme şartlarında indirgenmesi ile üretilen rGO-TiO ₂ yüzeylerine ait optik mikroskop görüntüleri.....	103
Şekil 6.24. Farklı TiO ₂ bileşimlerinde düz ve pürüzlü altlık (altlık) üzerine hazırlanmış GO-TiO ₂ yüzeylerinin farklı indirgenme şartlarında indirgenmesi ile üretilen rGO-TiO ₂ yüzeylerine ait optik mikroskop görüntüleri.....	104
Şekil 6.25. Farklı TiO ₂ katkılama oranlarında katkılanarak düz cam altlık üzerine hazırlanmış GO-TiO ₂ yüzeyleri ve bu yüzeylerin kimyasal+termal, kimyasal, termal ve termal+kimyasal olarak indirgenmesi ile G-TiO ₂ yüzeylerine ait temas açısı sonuçları.	105
Şekil 6.26. 8mg/mL konsantrasyonlu GO dispersiyonuna farklı bileşimlerde TiO ₂ katkılanmasıyla elde edilen GO-TiO ₂ dispersiyonlarından daldırarak kaplama yöntemi kaplanmış GO-TiO ₂ yüzeylerine ve bu yüzeylerin kimyasal (rK-GO-TiO ₂) ve kimyasal+termal indirgenme ile üretilen (rK+T-GO-TiO ₂) yüzeylerine ait SEM, SEM-EDX ve temas açısı ölçüm sonuçları.	106
Şekil 6.27. Farklı TiO ₂ katkılama oranlarında katkılanarak pürüzlü cam altlık üzerine hazırlanmış GO-TiO ₂ yüzeyleri ve bu yüzeylerin kimyasal+termal, kimyasal, termal ve termal+kimyasal olarak indirgenmesi ile G-TiO ₂ yüzeylerine ait temas açısı sonuçları.	108

Şekil 6.28. Farklı TiO ₂ bileşiminde üretilen GO-TiO ₂ yüzeyleri, bu yüzeylerin kimyasal (rK-GO-TiO ₂) ve kimyasal+termal (rK+T-GO-TiO ₂) indirgenmiş hallerine ait FTIR spektrumları.	109
Şekil 6.29. Farklı TiO ₂ bileşiminde üretilen GO-TiO ₂ yüzeyleri, bu yüzeylerin kimyasal (rK-GO-TiO ₂) ve termal+kimyasal (rK+T-GO-TiO ₂) indirgenmiş hallerine ait XRD kırınımları.	110
Şekil 6.30. a. GO yüzeylerine ait XRD kırınımları, b. TiO ₂ XRD kırınımı (http1)	111
Şekil 6.31. İndirgeme durumuna göre Scherrer Denklemi'nden elde edilen tabaka kalınlığı, tabakalar arası mesafe ve tabaka sayısı.	111
Şekil 6.32. Düz cam ve pürüzlü cam altlıklar üzerinde farklı TiO ₂ bileşimlerinde daldırarak kaplama yöntemi ile hazırlanana GO-TiO ₂ yüzeylerine ait (A) mikroskop görüntüleri ve (B) temas açısı ölçüm sonuçları ve (C) literatürde sol-jel yöntemiyle üretilen TiO ₂ yüzeyinin farklı ısı iyileştirme sıcaklıkları sonrası temas açısı değişim grafiği.	113
Şekil 6.33. Daldırarak kaplama yöntemiyle elde edilen farklı TiO ₂ katkılanmış GO-TiO ₂ yüzeylerin K, K+T, T ve T+K olarak indirgenmesiyle elde edilen rGO-TiO ₂ yüzeylerin indirgeme ve altlık türüne göre temas açısı kıyaslanması.	114
Şekil 6.34. Farklı TiO ₂ bileşimlerinde hazırlanmış GO-TiO ₂ yüzeylerinin farklı indirgenme şartlarında indirgenmesi ile üretilen rGO-TiO ₂ yüzeylerine ait iletkenlik sonuçlarının düz ve pürüzlü altlık türüne göre kıyaslanması.	116
Şekil 6.35. Kimyasal ve Kimyasal+Termal indirgemedede, altlık türüne göre iletkenlik değerlerinin kıyaslanması.	117
Şekil 6.36. Daldırarak kaplama yöntemiyle elde edilen %x TiO ₂ içeren mikrodeseanlı GO-TiO ₂ yüzeylerine ait x5000 SEM ve bunlara ait Image-J analizi görselleri.	119
Şekil 6.37. Plazma öncesi-sonrası T5R PDMS altlıkyüzeylerinde, GO8-%xTiO ₂ yüzeylerinde ve rK-GO8-%xTiO ₂ yüzeylerinde DIw damlasının damla profil görselleri ve ait temas açısı sonuçları.	121
Şekil 6.38. Farklı bileşimlerde TiO ₂ katkılanmış mikrodeseanlı GO-TiO ₂ (GO8-%xTiO ₂) yüzeylerine (indirgenmemiş-sol sütun) ve mikrodeseanlı rGO-TiO ₂ (rK-GO8-%xTiO ₂) yüzeylerine (indirgenmiş-sağ sütun) ait optik mikroskop görselleri.	122

- Şekil 6.39.** Mikrodesenli (PDMS altlıklı) GO8-%xTiO₂ yüzeylere (sol sütun) ve bu yüzeylerin kimyasal indirgenmesiyle ile üretilen mikrodesenli rK-GO8-%xTiO₂ yüzeylerine (sağ sütun) ait SEM, SEM-EDX ve temas açısı ölçüm sonuçları..... 124
- Şekil 6.40.** Farklı TiO₂ bileşiminde üretilen mikrodesenli GO-TiO₂ yüzeyleri, bu yüzeylerin kimyasal olarak indirgenmesi ile üretilen mikrodesenli rK-GO-TiO₂ yüzeylerine ait FTIR spektrumları..... 127
- Şekil 6.41.** Farklı TiO₂ bileşiminde üretilen mikrodesenli GO-TiO₂ yüzeyleri ve rK-GO-TiO₂ yüzeylerine ait XRD kırınımları..... 129
- Şekil 6.42.** Farklı TiO₂ katkılama oranında hazırlanan T5R mikrodesenli PDMS altlıklı GO8-%xTiO₂ ve rK-GO8-%xTiO₂ yüzeylerinin temas açısı (CA°) değerleri..... 130
- Şekil 6.43.** Farklı TiO₂ katkılama oranında hazırlanan T5R mikrodesenli PDMS altlıklı GO8-%xTiO₂ ve rK-GO8-%xTiO₂ yüzeylerinin iletkenlik (S/cm) değerleri. 131
- Şekil 6.44.** İndirgenmemiş düz cam altlıklı GO8-%3TiO₂ (**a, b**) ve kimyasal+termal indirgemiş rK+T-GO8-%3TiO₂, (**c, d**) numunelerde yağlama öncesi kaymama durumu görselleri. 132
- Şekil 6.45.** Farklı test sıvısı miktarı (2,5 ve 8 µL) ve türü (DIw ve KCl) için düz cam altlık üzerinde farklı TiO₂ katkılama oranında (%1, 3, 5, 7 ve 10) hazırlanmış rK+T-GO8-%xTiO₂ yüzeylerinin yağlanması sonrası damla görselleri ve CAD programıyla tespit edilen SA, θ_a ve θ_r değerleri (500 cSt Si yağı). 134
- Şekil 6.46.** Pürüzlü cam altlık üzerinde farklı TiO₂ katkılama oranında (%1, 3, 5, 7 ve 10) hazırlanmış rK+T-GO8-%xTiO₂ yüzeylerinin farklı test sıvısı miktarı (2, 5 ve 8 µL) ve türü (DIw ve KCl) için yağlanması sonrası damla görselleri ve CAD programıyla tespit edilen SA, θ_a ve θ_r değerleri (500 cSt Si yağı)..... 137
- Şekil 6.47.** Altlık türü, %TiO₂ miktarı, test sıvısı türü ve damla hacmi parametrelerine göre kayma açısı korelasyon grafikleri. 141
- Şekil 6.48. a.** Hiyerarşik yapısal pürüzlülüğe sahip TiO₂- yüksek yoğunluklu polietilen (HDPE) nanokompozit yüzeyindeki su-hava arayüzünün şematik gösterimi, **b.** mikro pürüzlülük üzerindeki nano pürüzlülüğün detay gösterimi. 141

- Şekil 6.49. a.** K+T indirgenmiş %3 TiO₂ içeren r-GO-TiO₂ yüzeyine ait yağlanmış yüzeyde damlanın konum değişiminin temsili görüntüsü, **b.** yüzey gerilimi kuvvetleri dışında sıvı damla eğik yüzeyde kayarken etkin olan kuvvetler, **c.** yüzey gerilimi kuvvetleri için bağıntının ifadesi. 143
- Şekil 6.50.** Farklı TiO₂ katkılama oranlarında düz cam altlıklar üzerinde hazırlanan rK+T-GO8-TiO₂ kaygan yüzeylerine ait kinetik sürtünme katsayısı (μ_k) arasındaki ilişki. 151
- Şekil 6.51.** Farklı TiO₂ katkılama oranlarında pürüzlü cam altlıklar üzerinde hazırlanan rK+T-GO8-TiO₂ kaygan yüzeylerine ait kinetik sürtünme katsayısı (μ_k) ilişkisi. 152
- Şekil 6.52.** Farklı TiO₂ katkılama oranlarında düz ve pürüzlü cam altlıklar üzerinde hazırlanan rK+T-GO8-TiO₂ kaygan yüzeylerine ait kinetik sürtünme katsayısı (μ_k) – damla hacmi ilişkisi. 153
- Şekil 6.53.** Farklı TiO₂ katkılama oranlarında düz ve pürüzlü cam altlıklar üzerinde hazırlanan rK+T-GO8-TiO₂ kaygan yüzeylerine ait üçüncü noktaya göre hız ilişkisi. 154
- Şekil 6.54.** Düz ve pürüzlü cam altlıklarda DI_w ve KCl test sıvıları için rK+T-GO8-%xTiO₂ yüzeyinde eş damla hacminde altlık ve sıvı türü değişkenlerine göre üçüncü noktaya göre ortalama hızlar. 155
- Şekil 6.55.** Düz ve pürüzlü cam altlıklarda DI_w ve KCl test sıvıları için rK+T-GO8-%xTiO₂ yüzeyinde TiO₂ oranına karşılık gelen sürtünme katsayısı ve üçüncü noktaya göre ortalama hızlar. 156
- Şekil 6.56.** Cam altlık ve test sıvısı türünden bağımsız olarak rK+T-GO8-%xTiO₂ yüzeyinde TiO₂ oranına karşılık gelen ortalama sürtünme katsayısı ve üçüncü noktaya göre ortalama hızlar. 157
- Şekil 6.57.** Düz cam altlıklı rK+T-GO8-%3TiO₂ yüzeyinde dinamik damla hareketine yönelik **a.** 18° kayma açısında, **b.** 7° kayma açısında manipülasyon davranışı. 158
- Şekil 6.58.** Kimyasal indirgenmiş T5R-PDMS-rK-GO8-%xTiO₂ numunelerde yağlama sonrası temas açısı değerleri. 159
- Şekil 6.59.** İndirgenmemiş mikrodeseanlı PDMS altlıklı GO-%1TiO₂ (**a, b**) ve kimyasal indirgenmiş mikrodeseanlı rK-GO8-%1TiO₂, (**c, d**) numunelerde yağlama öncesi kaymama durumu görselleri. 159

Şekil 6.60. Mikrodeseanlı PDMS altlıklı rK-GO-%1TiO₂ kaygan kompozit yüzeyinde voltaj uygulamalarında **a.** DC kutup başlarının aksi yönüne eğilmiş yüzeyde damlanın durdurulması (4,5V), **b.** DC kutup başlarının ters çevrilmesiyle aksi yönüne eğilmiş yüzeyde durağan halde bulunan damlanın harekete geçirilmesi (5,5V). 162

Şekil 6.61. Damla manipülasyonunda tele artı yük verildiğinde damladaki artı iyonlarla yağlayıcıdaki eksi yükler arasında oluşan çekim. 163

KISALTMALAR LİSTESİ

Ac	: Asedik Asit
a(t)	: Zamanın bir fonksiyonu olarak ivme
CA	: Temas Açısı
C-NGNS	: Nitrojen katkılı grafen nano tabakaları
CNT	: Karbon nanotüp
CVD	: Kimyasal buhar biriktirme
DIw	: Deiyonize su
dak.	: Dakika
DWCNT	: Çift duvarlı karbon nanotüp
FWHM	: Maksimumun Yarısında Tam Genişlik
FTIR	: Fourier Dönüşümlü Kızılötesi Spektrometresi
G	: Grafen
GO	: Grafen Oksit
GrO	: Grafit Oksit
h	: Damla kayma hareketinin zamansal olarak orta noktası ile başlangıç (ve bitiş) zaman aralığı
HI	: Hidroiyodik Asit
L	: Sıvı
LV	: Sıvı-buhar
K	: Kimyasal
K+T	: Kimyasal+Termal
MWCNT	: Çok duvarlı nanotüp
μK	: Kinetik Sürtünme Katsayısı
μN	: Mikro Newton
PDMS	: Polidimetilsiloksan

rGO	: İndirgenmiş Grafen Oksit
rGO-TiO₂	: İndirgenmiş Grafen Oksit – Titanyum Oksit
rK-GO-TiO₂	: Kimyasal İndirgenmiş Grafen Oksit – Titanyum Oksit
rK+T-GO-TiO₂	: Kimyasal+Termal İndirgenmiş Grafen Oksit – Titanyum Oksit
rT-GO-TiO₂	: Termal İndirgenmiş Grafen Oksit – Titanyum Oksit
rT+K-GO-TiO₂	: Termal+Kimyasal İndirgenmiş Grafen Oksit – Titanyum Oksit
S	: Katı
SEM-EDX	: Taramalı Elektron Mikroskobu- Enerji Dağılımlı X-Ray Dedektörlü
sn.	: Saniye
SWCNT	: Tek duvarlı karbon nanotüp
SLIPS	: Kayganlaştırıcı Sıvı Emdirilmiş Poroz Yüzey
SL	: Katı-sıvı
SV	: Katı-buhar
t	: Damla kayma hareketinin zamansal olarak orta noktası
T	: Termal
T+K	: Termal+Kimyasal
θ_{adv} (θ_a)	: İlerleyen temas açısı
θ_{rec} (θ_r)	: Gerileyen temas açısı
UV	: Ultraviyole
V	: Buhar
V(t)	: Zamanın bir fonksiyonu olarak hız
x'	: Damla konumunun zamana göre birinci türevi
x''	: Damla konumunun zamana göre ikinci türevi
XRD	: X-Işını Kırınımı
γ	: Arayüzey enerjileri (S, L, V indisleriyle kullanılmaktadır)

1. GİRİŞ

Kompozit malzemeler, en az iki malzemenin bir araya getirilmesi sonucunda tek bir malzemenin sunamayacağı üstün özelliklerde (dayanıklılık, hafiflik, ısı ve elektrik iletkenliği gibi) malzemelerin üretimine olanak sağlarlar. Bu nedenle dayanıklılık, hafiflik, esneklik, korozyon direnci, yüksek ısı ve elektrik iletkenliği gibi malzeme özelliklerinin özel amaçlar doğrultusunda tasarlanması için kullanılırlar. Örneğin Grafen-TiO₂ kompozitleri, grafenin yüksek iletkenlik ve mekanik dayanıklılık özellikleri ile TiO₂'nin fotokatalitik ve çevre dostu özelliklerini birleştirerek enerji verimliliği, su ve hava temizliği, güneş enerjisi üretimi, elektronik cihazlar, antibakteriyel yüzeyler, biyomedikal uygulamalar gibi birçok teknolojik alan için potansiyele sahiptirler. Bu potansiyellerinden dolayı Grafen-TiO₂ kompozitler enerji depolama, sensör teknolojileri ve fotokatalitik süreçler için akıllı sistemlerin geliştirilmesi bakımından iyi bir alternatiftir.

Akıllı malzemeler, çevresel dış uyaran değişimlere (sıcaklık, ışık, elektrik alanı, manyetik alan, pH gibi) tepki vererek kendi özelliklerini değiştiren/işlevselleştiren (şekil, büyüklük, renk, elektriksel iletkenlik veya diğer fiziksel özellikler gibi) ve aynı çevresel değişim koşullarında tekrar tekrar aynı akıllı tepkiyi verebilme kabiliyetine sahip malzemelerdir. Akıllı malzemelerin, dış uyaran karşısında akıllı tepki verebilme kabiliyeti sayesinde enerji verimliliği ve sürdürülebilirlik, sensör teknolojileri, esnek elektronik ve giyilebilir cihazlar, akıllı kaplamalar, dokunmatik yüzeyler, biyosensörler ve akıllı implantlar gibi birçok teknolojik alanda potansiyel olarak kullanılmasını sağlar. Bu nedenle, akıllı malzemelerin geliştirilmesi, birçok endüstri için hem ekonomik hem de çevresel sürdürülebilirlik hedeflerine ulaşmada yenilikçi çözümler sunabilir.

Kayganlaştırıcı sıvı emdirilmiş poroz kaygan yüzeyler (SLIPS), bir yüzeyin üzerine kayganlaştırıcı sıvı (genellikle yağ bazlı sıvı) emdirilmesiyle kayganlaştırıcı sıvının katı yüzey üzerinde bir bariyer gibi işlev görmesi sonucunda kaygan özellik gösteren yüzeylerdir. SLIP yüzey üzerine damlatılan sıvı, kayganlaştırıcı sıvı bariyer üzerinde kayar ve katı yüzey malzemesi ile temas etmez. Bu davranış SLIP yüzeylerin kendini yenileme, kendini onarma, kendini temizleme, sürtünme kuvvetlerini azaltıcı gibi birçok avantajlı özelliklere sahip olmasını sağlar. SLIP yüzeylerde dış uyaran olarak elektrik kullanılması, sıvıların kayma davranışını, yüzeyin hidrofilik/hidrofobik özelliklerini veya yüzeydeki kayganlaştırıcı sıvı katmanına sıvının tutunma/serbest bırakma özellikleri değiştirilebilir. Bunun sonucunda SLIP yüzey üzerinde sıvının dış uyaran varlığında/yokluğunda kontrollü olarak hareket ettirilmesi (hızlandırma, yavaşlatma, durdurma gibi) sağlanarak; mikroakışkan cihazlar, sensörler, uçak

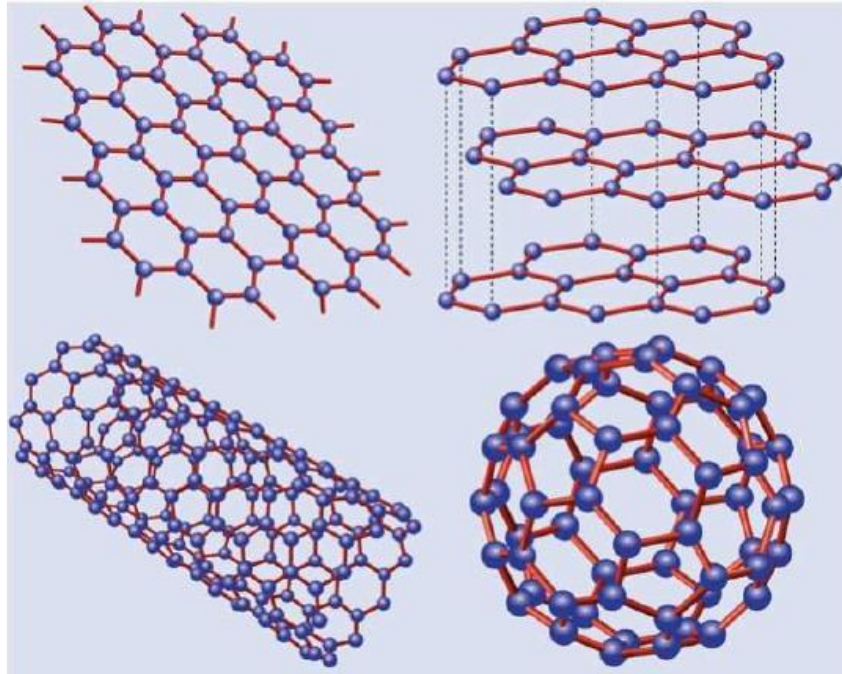
kanatlarında buz tutmayan yüzeyler, biyoteknolojik uygulamalar ve enerji sistemleri gibi birçok farklı uygulama alanları için potansiyel oluşturacak ileri teknolojik malzemeler geliştirilebilir.

Bu tez çalışması, dış uyaran olarak elektrik kullanımı ile kayganlaştırıcı sıvı emdirilmiş Grafen-TiO₂ kompozit kaygan yüzeyleri üzerinde, sıvı hareketinin kontrol edilmesi amacıyla gerçekleştirilmiştir. Bu amaç doğrultusunda tez kapsamında gerçekleştirilen çalışmalar temel olarak şu adımları içermektedir: i) Farklı TiO₂ katkılama oranlarında grafen oksit-TiO₂ (GO-TiO₂) yüzeyler farklı pürüzlülükteki altlıklar üzerine daldırarak kaplama yöntemi ile kaplanması, ii) GO-TiO₂ yüzeylerin farklı indirgeme yöntemleri ile indirgenmesi ile maksimum iletkenlikteki Grafen-TiO₂ (G-TiO₂) yüzeylerin üretim koşullarının optimizasyonu, iii) G-TiO₂ yüzeylere kayganlaştırıcı sıvı emdirilmesi ile SLIP G-TiO₂ yüzeylerinin hazırlanması ve iv) Farklı test sıvıları için SLIP G-TiO₂ yüzeylerinin dış uyaran karşısında akıllı tepki verme potansiyellerinin belirlenmesi. Gerçekleştirilen tez çalışması sonucunda grafen yüzeyin kendini yenilediği, kendini temizlediği, sürtünme kuvvetini azalttığı, elektrik karşısında akıllı tepki verdiği belirlenmiştir. Bu çıktılar SLIP G-TiO₂ yüzeylerinin mikroakışkan cihazlarda sıvıların kontrollü hasatı ve sensör uygulamaları için potansiyel oluşturduğunu desteklemiştir.

2. KARBON ESASLI KOMPOZİTLER

2.1. Karbon Esaslı Malzemeler

Karbon; canlıların yapısında doğal olarak bulunan ve temel yapı taşı olan, sıfır boyuttan üç boyuta kadar izomerleri bulunan, nanometre seviyesinde sağlamlığa sahip, sentetik olarak da üretilen tek elementtir. Grafit, elmas, karbon nanofiber, camsı karbon, karbon siyahı, karbin, karbolit, amorf karbon, sıvı karbon, fulleren (C60) ve karbon nanotüp gibi farklı karbon allotropları/formları vardır. Bu karbon formları, karbon atomlarının düzenlenme şekillerindeki farklılıktan kaynaklanan yapısal özelliklerine bağlı olarak oluşur (Novoselov vd., 2005). Karbon atomlarının yapısal olarak farklı dizilimi birbirinden farklı fiziksel ve kimyasal özellikler sergilemelerine neden olur. Örneğin doğal olarak bulunan ve sentetik olarak üretilen Grafite, plakalar halindeki karbon atomları birbirleri ile sp^2 hibritleşmesi şeklinde zayıf kuvvetlerle bağlıyken, elmasta karbon atomları birbirleri ile sp^3 hibritleşmesi şeklinde oldukça iyi kristal yapı dağılımında bağlıdır. Karbon atomlarının dizilim şekline kaynaklanan bu yapısal farklılık, elmasın oldukça sert ve dayanıklı bir malzeme olmasını sağlarken, grafitin plakalar arasında kayma özelliği ile kırılgan ve yumuşak bir malzeme olmasına neden olur. Şekil 2.1’de karbonun boyutsal farklılaşmasına bağlı olarak karbon esaslı malzemelere örnekler yer almaktadır (Castro Neto vd., 2009).



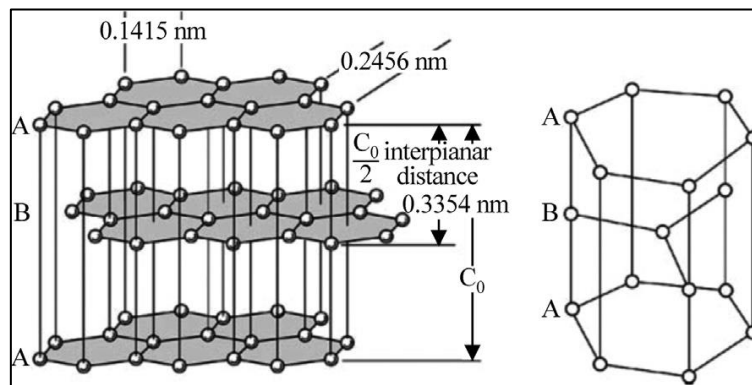
Şekil 2.1. Boyutsal farklılıklarına göre karbon allotropları.

Kaynak: (Castro Neto vd., 2009).

Karbon esaslı malzemeler, karbon elementinin farklı allotroplarından veya karbon bazlı bileşiklerden türetilen malzemelerdir. Karbon esaslı malzemeler, üstün mekanik, termal ve elektriksel özellikleri nedeniyle yüksek dayanıklılık, esneklik, elektrik iletkenliği, ısı iletkenliği ve kimyasal stabilite gibi performanslar sergileyerek farklı endüstriyel ve bilimsel uygulamalarda kullanılırlar. Ayrıca, karbon esaslı malzemeler, hafiflikleri ve mükemmel iletkenlikleri nedeniyle enerji depolama, elektronik, havacılık, otomotiv ve biyomedikal alanlarda da sıklıkla kullanılmaktadır. Son yıllarda, karbon nanotüpler ve grafenin keşfiyle bu malzemelerin potansiyeli daha da artmış ve özellikle nanoteknoloji ve akıllı malzeme uygulamaları için geniş bir yenilikçi alan oluşturmuştur.

2.1.1. Grafit

Grafit, karbon atomlarının aynı düzlem üzerinde kovalent bağlarla altıgen halka ya da rhombohedral eşkenar dörtgen yapısında birbirine bağlandığı katmanlar ve bu katmanların Van der Waals kuvvetleri ile ardışık istiflenmesiyle meydana gelen 2 boyutlu bir malzemedir (Mochane vd., 2018) (Wissler, 2006). Grafit, ABABAB katmanlı düzlemde altıgen istiflenmiş kristalografik yapıdayken, ABCABC katmanlı düzlemde eşkenar dörtgen şeklinde istiflenmiş rhombohedral kristalografik düzene sahiptir. Rhombohedral kristalografik yapı, aslında ABCABC katmanlı düzenlemeye yol açan bir istifleme hatasıdır (Badenhorst, 2019). ABCABC katman dizisine sahip eşkenar dörtgen bir form, yüksek kristalli doğal grafitte küçük miktarlarda veya bilyalı değirmenlerde yoğun öğütmeden sonra oluşan hatalardır (Wissler, 2006). Şekil 2.2’de, ABABAB istiflenmesini şematik olarak göstermektedir (Jara vd., 2019).



Şekil 2.2. Grafit tabakalarının (altıgen) kristal yapısının sistematik gösterimi.

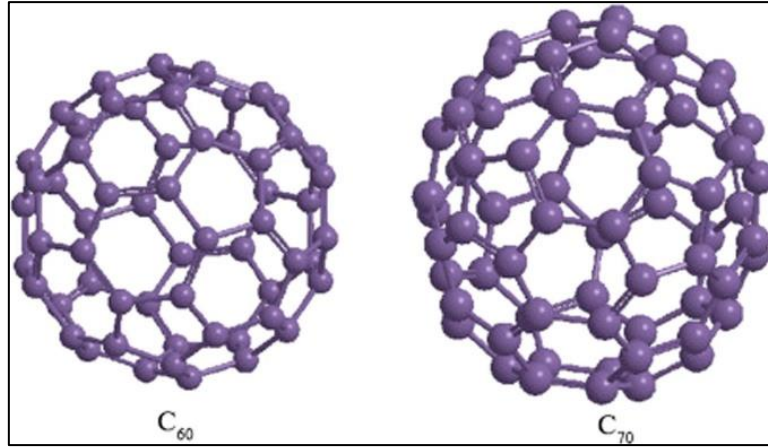
Kaynak: (Jara vd., 2019).

Doğal grafit, Uluslararası Saf ve Uygulamalı Kimya Birliği'ne göre doğada bulunan bir mineral olarak tanımlanır. Kristalin mükemmelliğinden bağımsız olarak grafit karbondan oluşur (Wissler, 2006). Doğal grafitin önde gelen pazar yaratan güçleri, refrakterler, çelik, piller

ve genişletilebilir grafitir. Sınıf, şekil, pul boyutu ve saflık, her uygulama için belirleyici olan faktörlerdir (Jara vd., 2019). Sentetik grafitlerin tümü temel olarak yapılandırılmamış karbonun 2500°C'nin üzerindeki sıcaklıklarda ısıtılmasıyla hazırlanır (Wissler, 2006). Yapay grafit üretiminde ısıtılardan geçmiş, petrol koku, kömür katranı (Kurzweil ve Brandt, 2019), bitümlü kömür (yumuşak kömür) (Xing vd., 2018) gibi hammaddeler kullanılır. Bu ısıtılardan, düzensiz katmanları grafit yapıya evirir. Kullanılan hammaddeye ve ısıtılardan prosesine bağlı olarak sentetik grafitin özellikleri farklılık gösterir (Wissler, 2006). 2800 °C'de grafitize edilmiş sentetik grafit, yüksek grafitizasyon derecesine ve nispeten geniş yüzey alanına, iyi gelişmiş mezo-gözeneklere (gözenekleri uygun olarak, 2 ve 50 nm arasında çaplara sahip) sahip mükemmel sıralı katmanlı bir yapıya sahiptir (Xing vd., 2018). Sentetik grafit kullanım alanları; elektrik ark fırını elektrodu olarak çelik üretimi (Madias, 2014), Lityum-ion pillerin üretimi, nükleer reaktörlerde nötronların hızını azaltma (Schmitt, 2021), çekme dayanımını ve esnekliği artırma, termal ve elektrik iletkenlik iyileştirme amacıyla polimer kompozitlerde dolgu malzemesi olarak kullanımı (Zaghloul vd., 2017) olarak örneklendirilebilir.

2.1.2. Fulleren

Karbon esaslı malzemelerden biri olan Fullerenin keşfi 1985 yılında Kroto lazer ışınımı yoluyla grafitin buharlaştırılması sürecine dayanmaktadır (Yi vd., 2017). Fulleren, karbon atomlarının bir futbol topu şeklinde düzenlendiği (Örneğin 60 karbon atomunun küresel formda düzenlenmesi C60 Fullerendir) küresel forma sahip moleküler allotropudur ve nano-sensörler, modifiye kompozitler, moleküler ilaç taşıyıcılar, enerji depolama gibi ileri teknoloji uygulamalarında potansiyel kullanıma sahiptirler (Ramazani vd., 2021). Düzenli yapıları, mükemmel elektron kabul etme yetenekleri ve yüksek elektron taşıma özellikleri, Fullerenlerin fonksiyonel mikro/nano yapılar inşa etme amacıyla yapı taşı olarak kullanımını mümkün kılmıştır (Xu vd., 2020). Fullerenin üretim yöntemleri; düşük basınçlı inert gaz ortamında elektrik (AC-DC) ark-deşarj yöntemi, oksijen ve bir asal karışımı altında ateşleme ile yanma, lazer ile buharlaşma ya da yakma, inert ya da düşük basınç ortamı gerektirmeyen mikrodalga ile ısıtma yöntemleri şeklinde sıralanabilir (Ramazani vd., 2021). Çoğu fulleren C60 ve C70 şeklinde 60 ve 70 C atomundan oluşur (Şekil 2.3) (Goodarzi vd., 2017). Ancak, vakum altında 800-1000°C'de 30-60 dakika ısıtıldıktan sonra fullerenlerin (C_n; n>100) daha büyük kütlelere evrildiği görülür (Martin vd., 2017).



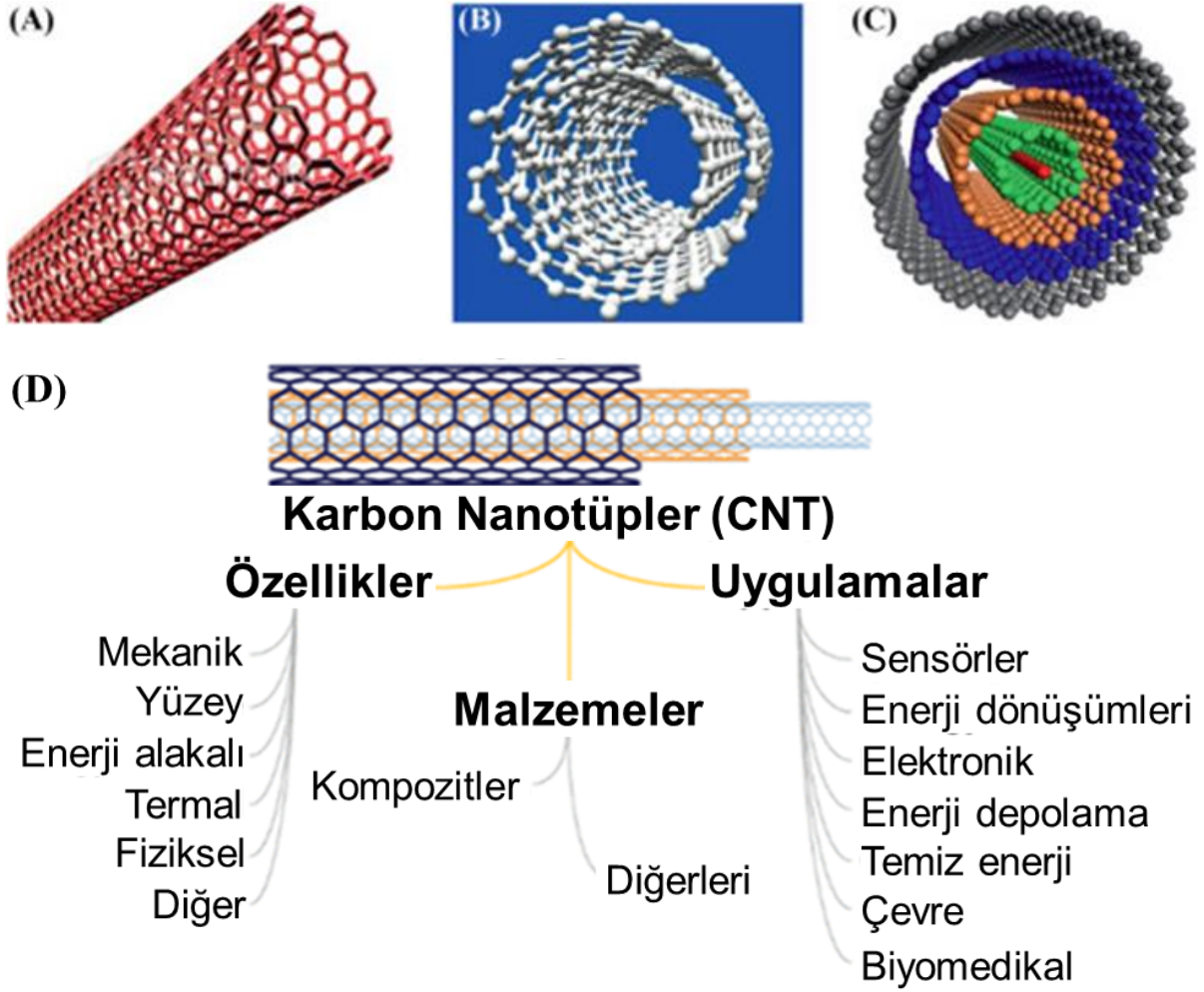
Şekil 2.3. Fullerinin a) C60 ve b) C70 şeklinde 60 ve 70 C atomundan oluşumu.

Kaynak: (Goodarzi vd., 2017).

2.1.3. Karbon Nanotüpler

Karbon nanotüp (CNT), tek boyutlu (1-D) sp^2 hibritleştirilmesi ile bir tüp veya silindirik biçimde karbon kafesinden oluşan karbonun en önemli nano-allotroplarından biridir (Dong vd., 2015). Karbon nanotüp, ilk olarak 1991 yılında Iijima tarafından keşfedilmiştir ve basitçe haddelenmiş bir grafen nanotabakasıdır (Iijima, 1991). Haddelenmiş üst üste binen silindirlerin sayısına bağlı olarak, karbon nanotüp, tek duvarlı karbon nanotüp (SWCNT), çift duvarlı karbon nanotüp (DWCNT) ve çok duvarlı nanotüp (MWCNT) olarak adlandırılırlar ve Şekil 2.4’de duvar sayısına bağlı olarak CNT’lerin temel yapıları yer almaktadır. SWCNT’ler genellikle 0,4–2 nm çapındadır, MWCNT’ler ise çapları onlarca nanometre olabilir ve her iki ucu da genellikle fulleren benzeri kubbelerle kapatılmıştır.

Karbonun 0 ve 2 boyutlu allotropları olan fullerenlere ve grafene benzer şekilde, CNT’lerdeki karbon atomlarının dizilimi ve şekilleri onlara dikkat çekici ve benzersiz özellikler kazandırır ve bu da CNT’lerin enerji depolama, elektronik, yapısal kompozitler, biyomalzemeler ve diğerleri dahil olmak üzere çeşitli bilim ve teknoloji alanlarında yaygın olarak kullanılmasına yol açmıştır (Hughes vd, 2024). 1 boyutlu yapıları nedeniyle CNT’ler son derece anizotropik mekanik, elektriksel ve termal özelliklere sahiptir ve bu da onları polimer, seramik ve metal matris kompozitlerde kullanım için ideal hale getirir. Ek olarak, elektriksel özellikleri, çok yüksek yüzey hacim oranı ve kimyasal işlevselleştirme potansiyelleri, pil ve süper kapasitör bileşenlerinde kullanılmalarına yol açmıştır (Volder vd,2013; Sun vd., 2017).



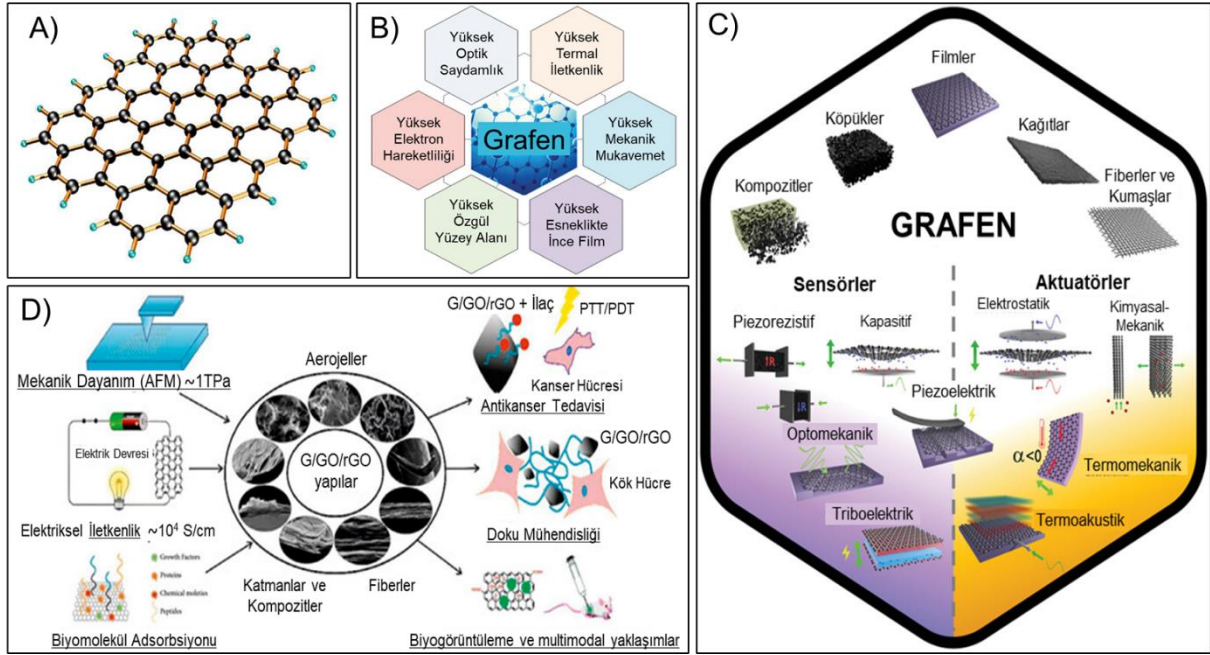
Şekil 2.4. CNT'lerin temel yapıları: A) tek duvarlı CNT, B) çift duvarlı CNT, C) çok duvarlı CNT ve D) CNT'lerin Uygulama alanlarının şematik gösterimi.

Kaynak: A,B,C için (Kaushik vd., 2015); D için (Hughes vd, 2024).).

2.1.4. Grafen

Grafen, karbon atomlarının bal peteği şeklinde kristal kafes içinde düzenlendiği ve her bir atomun diğer üç atoma sp^2 -bağıyla bağlandığı iki boyutlu bir karbon formudur. Novoselov ve Geim (2010 Nobel Fizik Ödülü sahipleri) 2004 yılında grafiti bir bant aracılığı ile tabakalarını ayırıştırarak ilk olarak Grafen keşfedilmiştir ve günümüze kadar birçok üstün özellikleri nedeniyle, grafen ve türevleri en çok araştırılan malzemelerden biri haline gelmiştir (Hernaes vd., 2017). Grafenin yüksek özgül yüzey alanı ve mükemmel mekanik, elektrik, optik ve termal özellikleri, onu, yüksek performanslı bir “uyaran duyarlı” veya "akıllı" malzeme olarak kullanılmasını etkin kılar. Bu doğal özellikleri tamamlayıcı unsur olarak, işlevselleştirme veya hibridizasyon, grafenin performanslarını önemli ölçüde iyileştirebilir. Grafen bazlı akıllı malzemelerin duyarlı oldukları uyarılar; gaz molekülleri, biyomoleküller, pH, mekanik

gerilim, elektrik alanı ve termal veya optik uyarıma olarak sıralanabilir. Bugüne kadar duyarlı olduğu alanlarda kullanılmak üzere grafen fiberler, kağıtlar, köpükler, filmler ve kompozitler geliştirilerek grafen bazlı akıllı malzemeler geliştirilmiş ve akıllı malzeme davranışları incelenmiştir (Şekil 2.5). Grafen bazlı akıllı malzemelerin potansiyel uygulamaları, kimyasal veya gerilim sensörleri, kendi kendini iyileştiren malzemeler, fototermal terapi ve kontrollü ilaç salınımı uygulamaları şeklinde özetlenebilir (Yu vd., 2017).

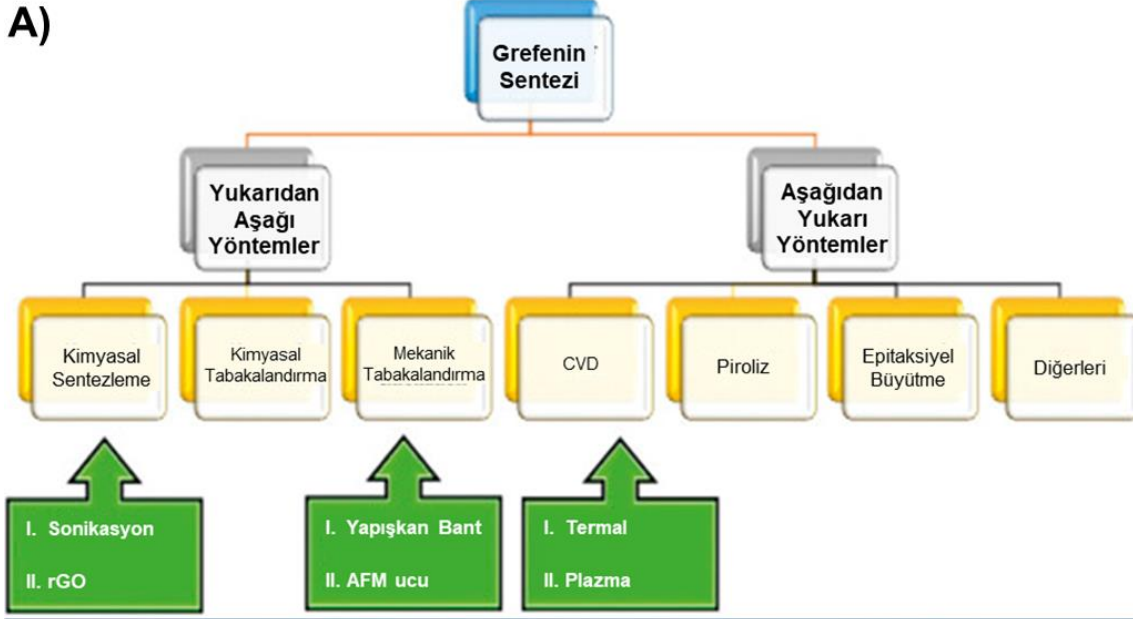


Şekil 2.5. A) Grafenin Yapısı, B) Grafenin özellikleri, C) Grafenin transdüksiyon işlevi göstererek sensör ve aktüatörlerde kullanım alanları ve D) Grafen ve grafen yapı malzemelerin çok işlevli uygulamaları.

Kaynak: A, B, D: (Murthy vd., 2021); C: (Carvalho vd., 2021)

2.2. Grafen Üretimi ve Uygulamaları

2004 yılında ilk olarak grafenin keşfinden bugüne kadar, farklı birçok yöntemle grafen üretimi gerçekleştirilmiştir ve hala grafenin daha ucuz, verimli, kaliteli ve kolay şekilde sentezlenebilmesi için çalışmalar yürütülmektedir. Grafenin üretim yöntemleri Şekil 2.6'da şematik olarak özetlenmektedir.



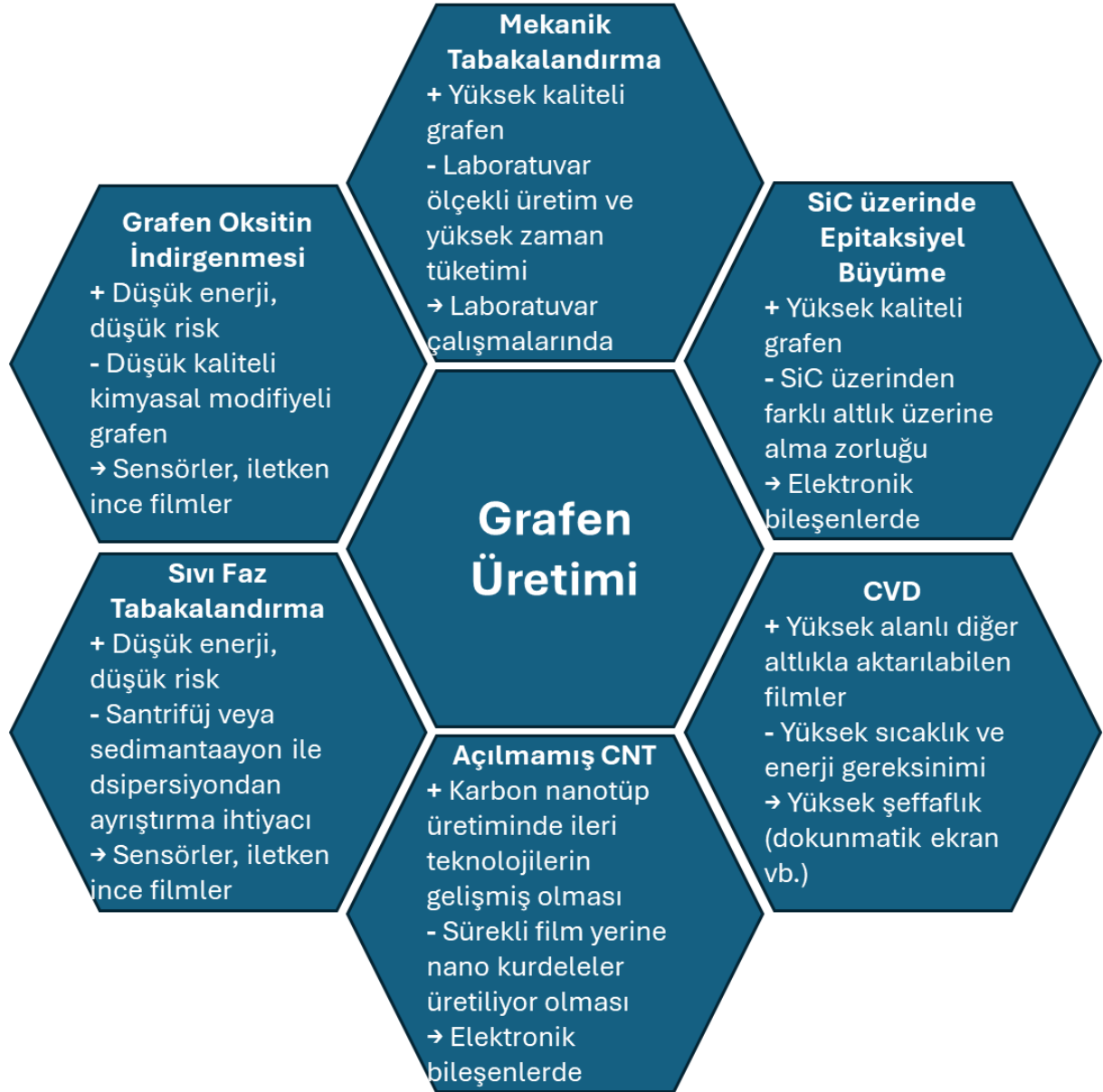
Grafen Esaslı Malzemelerin Üretimi



Şekil 2.6. A) Grafen sentez yöntemlerinin şematik çizelgesi ve B) Aşağıdan yukarı ve yukarıdan aşağı grafen üretim yöntemlerine dair üretim akışları.

Kaynak: A: (Murthy vd., 2021); B: (Carvalho vd., 2021)

Yukarıdan aşağıya ve aşağıdan yukarıya yöntemlerle grafen üretimi gerçekleştirilmektedir. Grafen üretiminde kullanılan yöntemlere bağlı olarak grafene özgü özellikleri ve uygulama alanları değişir. Grafen üretim yöntemlerinin avantaj ve dezavantajları ve ayrıca üretim yöntemine bağlı olarak değişen grafene özgü özelliklerden kaynaklı uygulama alanları Şekil 2.7’de özetlenmiştir.

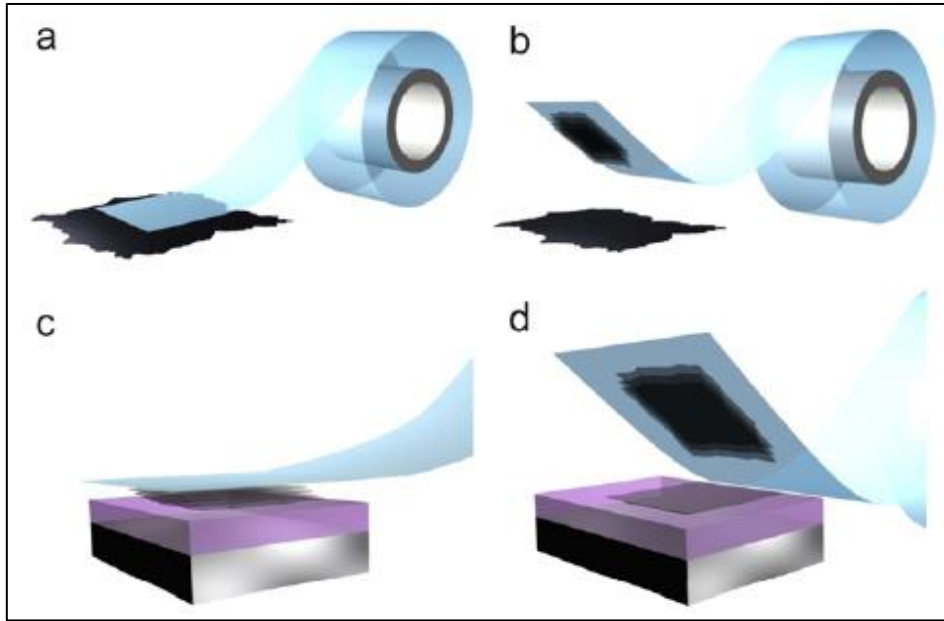


Şekil 2.7. Grafen üretim yöntemlerinin avantaj/dezavantajları ve uygulama alanları.

Kaynak: (Hernaes vd., 2017).

2.2.1. Mikro-mekanik Yöntem ile Grafen Üretimi

Mikromekanik yöntem ile grafen üretimi, grafit gibi karbon bazlı materyallerin mekanik yollarla tabakalarının ayrılması ve tek katmanlı grafen elde edilmesi için kullanılan yukarıdan aşağıya grafen üretim yöntemlerindedir. Yöntem, basittir ve ilk olarak grafenin keşfedilmesini sağlayan tekniktir. En bilinen mikromekanik yöntem, scotch tape (selofan bant) yöntemidir. Bu yöntem, 2D kristallerin yapışkan bantın üzerine bastırılıp, en üstteki birkaç katman şeride bağlanması ve katmanlı malzemeden kristaller içeren bantın tercih edilen bir yüzeye bastırılıp geri soyulduktan sonra alt tabaka altlık üzerinde bırakılması prensibine dayanır (Şekil 2.8) (Novoselov & Neto, 2012). Çok popüler olan bu yöntem laboratuvar esaslı bir mikro klevaj uygulaması olarak nitelendirilebilir (Jayasena & Subbiah, 2011). Mikromekanik yöntem ile grafen üretimi basit, hızlı, düşük maliyetli ve yüksek kalitede grafen elde edilebilme avantajlarına sahiptir. Ancak, büyük miktarda ve geniş alanda üretim için kullanım sınırlamaları olması nedeniyle uygun değildir.



Şekil 2.8. 2D kristallerin mikromekanik tabakalanması. **a.** Yapışkan bant bir 2D kristale bastırılıp, en üstteki birkaç katman şeride bağlanması. **b.** Birkaç katmanlı malzemeden kristaller içeren bantın, yüzeyden ayrılması. **c.** Birkaç katmanlı malzemeden kristaller içeren bantın, altlık üzerine yapıştırılması. **d.** Altlık üzerinden bantın geri soyulması sonrası birkaç katmanlı malzemedeki en alt tabakanın yeni altlık üzerine geçmesi.

Kaynak: (Novoselov & Neto, 2012).

2.2.2. Sıvı Fazda Tabakalaştırma (Eksfoliasyon) ile Grafen Üretimi

Sıvı fazda tabakalaştırma (Liquid-phase exfoliation) yöntemi, grafen üretimi için yaygın olarak kullanılan yukarıdan aşağıya grafen üretim yöntemlerinden birisidir. Bu yöntem, grafen oksit veya grafit gibi karbon bazlı malzemelerin sıvı ortamda katmanlar halinde ayrılması işlemiyle nispeten yüksek konsantrasyonda tek katmanlı grafen elde edilmesini sağlar. Bu süreç, grafenin çok ince, homojen ve stabil bir şekilde dağıtılmasını sağlar. Sıvı fazda tabakalaştırma, özellikle grafen çözeltilerinin hazırlanmasında kullanılır ve grafen üretimi için verimli ve esnek bir yöntemdir. Ayrıca, bu yöntem düşük maliyetli, kolay uygulanabilir ve büyük ölçekli üretim için uygundur.

Sıvı fazda tabakalaştırma yöntemiyle grafen üretimi, ultrasonik dalganın sıvı ortamda bulunan grafitin moleküllerine yüksek ve alçak basınç uygulayarak itme ve çekme hareketi uygulanması esasına dayanır. Sonikasyon işlemi, sonikasyon banyosu ve daldırılan bir uç vasıtasıyla iki türlü yapılmaktadır ve tabakalaştırma işlemi; solvent içinde grafitin disperse edilmesi, ultrasonikasyon ile tabakalaştırma, grafenin saflaştırması olmak üzere üç aşamadan ibarettir. Tabakalaştırma süresi, ortam ve sonikasyon türüne göre oluşan grafen konsantrasyonu değişiklik arz eder (Tablo 2.1) (Xu vd., 2018). Grafit oksitten sıvı fazda tabakalaştırma işlemi ise bu yöntemlerin en yaygın kullanılan versiyonudur. Bu yöntemde, grafit, güçlü oksitleyici ajanlar ile birleştirilir, ardından sonikasyon vasıtasıyla grafit katmanlarının genişmesiyle grafen oksit elde edilir ve grafen oksitin (genellikle) termal veya kimyasal yöntemlerle grafene indirgenmesi sağlanır (Moosa & Abed, 2021).

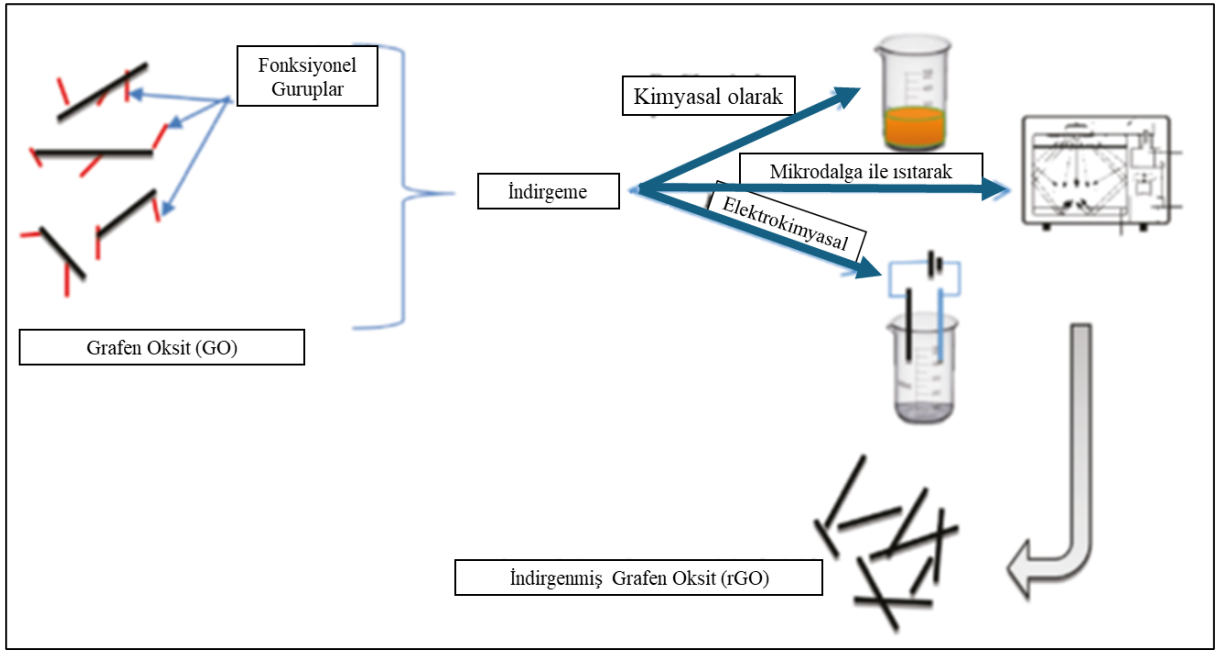
Tablo 2.1. Tabakalaştırma süresi, ortam ve sonikasyon türü kombinasyonlarında grafen konsantrasyonu.

Method	Tabakalaştırma Ortamı	Zaman (h)	Konsantrasyon (mg/ml)
Banyo sonikasyon	NMP	0.5	0,01
Banyo sonikasyon	O-DCB	8	0,0066
Tip sonikasyon	NMP/azobenzen	3	0,07
Banyo sonikasyon	NMP/NaOH	1.5	0,07
Banyo sonikasyon	Su	430	0,3
Banyo sonikasyon	Su/Amonyak çözeltisi	8	0,058

Kaynak: (Xu vd., 2018).

2.2.3. Grafen Oksitin İndirgenmesi ile Grafen Üretimi

Grafen oksit (GO), grafen tabakalarının oksijen grupları (örneğin, epoksi, hidroksil ve karboksil grupları) ile fonksiyonelleştiği ve bu oksijen içeren gruplardan kaynaklı olarak hidrofilik özellik göstererek su içerisinde iyi dispers olma özelliği olan yalıtkan bir malzemedir. Grafen oksitin indirgenmesi, grafen oksit üzerinde bulunan oksijen gruplarının kimyasal, termal, kimyasal+termal veya elektrokimyasal yöntemlerle giderilmesi sonucunda grafenin üretilmesidir (Şekil 2.9). Elde edilen ürün, indirgenmiş grafen oksit (rGO) (ya da kimyasal olarak değiştirilmiş/dönüştürülmüş grafen) olarak da adlandırılır (Moosa & Abed, 2021).



Şekil 2.9. Grafen hazırlama ve grafitin tabakalaşması

Kaynak: (Moosa & Abed, 2021).

Grafen oksitin kimyasal olarak indirgenmesi işlemi, GO'in bir indirgeyici ajan (örneğin hidrazin ve türevleri; hidrazin hidrat ($\text{NH}_2\text{NH}_2 \cdot x\text{H}_2\text{O}$) ve dimetil-hidrazin) içerisinde/buharında belli bir süre ve sıcaklıkta bekletilmesi ile oksijen içeren grupların belli bir kısmının ya da tamamının giderilmesi şeklinde gerçekleştirilir ve diğer indirgeme yöntemlerine kıyasla düşük maliyeti nedeniyle grafenin seri üretimi için uygundur.

GO'in termal olarak indirgenmesi, geleneksel ısıtma (termal tavlama), mikrodalga ve fotonik indirgeme ile yapılabilir. Termal tavlama GO, argon gazı gibi asal gazlar altında yüksek sıcaklığa ısıtılır. Sıcaklıktaki hızlı artış, oksijen fonksiyonel gruplarının CO ve CO₂ gazlarına ayrışmasını sağlar. Bu gazlar, yığılmış grafen oksit katmanları arasında, GO katmanlarını tek tek ayırmak için yeterli olan basıncı oluşturur (Moosa & Abed, 2021). Termal veya kimyasal indirgemede, C=O ve O=C-OH kısmen çıkarılabilir veya yeni bir kimyasal türe

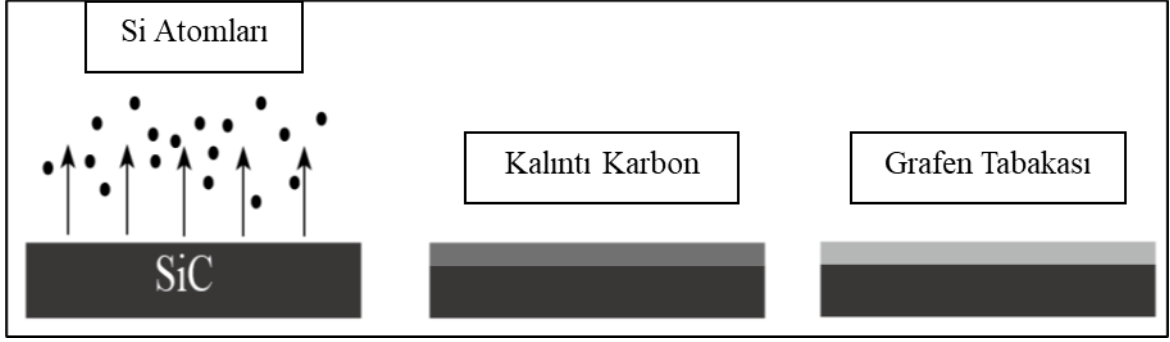
(C-OH) dönüştürülebilirken, rGO'da kalan C-OH veya C-O-C kolayca indirgenemez ve grafen tabakalarının elektriksel özelliklerinin bozulmasına yol açar (Zhang, 2013). Fotonik indirgeme, yüksek enerjili ışık kullanılarak (Ultraviyole (UV) ışığı veya lazerler) oksijen gruplarının kırılması esasına dayanır. Bu yöntem, düşük sıcaklıkla ve hızlı bir şekilde indirgeme yapılmasını sağlar.

Elektrokimyasal yöntem ile grafen sentezi, çevre dostu, hızlı, basit ve ucuz bir yöntemdir (Aghamohammadi vd., 2020). GO'in elektrokimyasal indirgenmesi, ortam sıcaklığında sulu çözeltiler (elektrolit) içeren normal elektrokimyasal hücreler kullanılarak oksijen fonksiyonel gruplarının uzaklaştırılmasına dayanır. Grafen oksit indirgemesi, inert elektrotlar ve GO levhalar/filmler arasındaki elektron alışverişi ile gerçekleşir. (Moosa ve Abed, 2021). Genel olarak, anodik veya katodik voltajlar uygulayarak, grafitin ara katman aralığına iyonların eklenmesi ve ardından tabakalaşmasıyla grafen oluşumu sağlanır (Aghamohammadi vd., 2020). Grafit tabakaları, grafit çubuklar, yüksek oranda yönlendirilmiş pirolitik grafit (HOPG) gibi çeşitli grafit malzemeler, grafenin elektrokimyasal olarak hazırlanması için kaynak teşkil edebilir (Aghamohammadi vd., 2020). Bu yöntem, hidrazin gibi tehlikeli indirgeyici ajanların kullanımını ortadan kaldırır (Moosa & Abed, 2021).

Grafen oksitin indirgenmesi ile elde edilen indirgenmiş grafen oksit (rGO), grafene yakın özelliklere sahiptir ancak yapısında indirgenme işlemi sonrasında da kısmen oksijen içeren gruplar barındırdığı için tam olarak saf grafen özellikleri taşımaz. Bu durum, rGO'nun daha az iletken olmasına neden olur. İndirgenmiş grafen oksit (rGO), grafene yakın özellikler sergiler ve düşük maliyetli, verimli bir üretim yöntemi sunar.

2.2.4. Epitaksiyel Büyüme ile Grafen Üretimi

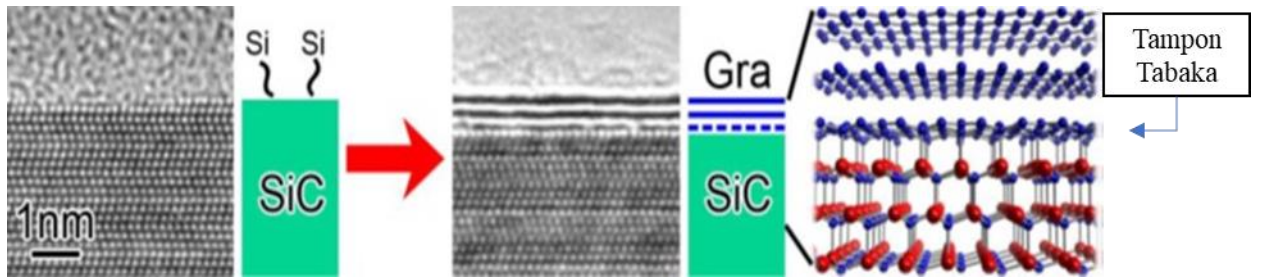
Epitaksiyel büyüme (Epitaxial growth) yöntemi, kristal yapıları yüksek derecede düzenli ve kontrollü bir şekilde büyütülmesini sağlayan aşağıdan yukarı grafen üretim yöntemlerinden birisidir. Grafen üretiminde, epitaksiyel büyüme, tek katmanlı grafen veya çok katmanlı grafen elde etmek için kullanılan önemli tekniklerden biridir. Grafen oluşumuna kaynak unsur ve aynı zamanda altlık olan SiC'dan, 1100°C üzerinde Si'un süblimleştirilerek ayrıştırılması işlemi sonucunda yüksek kaliteli grafen tabakaları epitaksiyel büyüme yöntemi ile üretilir (Şekil 2.10) (Chenxing, 2016).



Şekil 2.10. Termal ayrıştırma ile SiC altlık üzerinde grafenin epitaksiyel büyümesinin şematik gösterimi

Kaynak: (Chenxing, 2016).

SiC yüzey, yüksek sıcaklık ve vakum veya reaktif olmayan gaz ortamında ayrışarak Si'ca zengin buhar oluşturur ve geriye altlık üzerindeki atomik karbon kalır. Yüzeydeki karbon, büyüme koşullarına bağlı olarak nispeten kafes kusurlarından arınmış altıgen olarak bağlı epitaksiyel grafen tabakalarını oluşturur (Kruskopf & Elmquist, 2018). Buhar basınçlarındaki farktan dolayı, Si atomları, C atomlarına kıyasla yüksek sıcaklık ve vakum ortamında yüzeyden kolayca süblimleşir ve daha sonra geriye kalan karbon atomları grafeni oluşturur (Norimatsu & Kusunoki, 2014). Altlığa en yakın epitaksiyel tabaka, güçlü kovalent bağlar nedeniyle grafenin elektronik özelliklerinden yoksundur ve tampon katman olarak tanımlanır. Epitaksiyel grafenin ilk tabakası, öncelikle yeni bir tampon tabaka oluşumu ve ardından altlık ile epitaksiyel grafenin tabakası arasındaki bağları koparmasıyla meydana gelir (Kruskopf & Elmquist, 2018). Şekil 2.11'de Si süblimleşmesi, tampon tabaka ve grafen oluşumu şematik olarak gösterilmektedir.



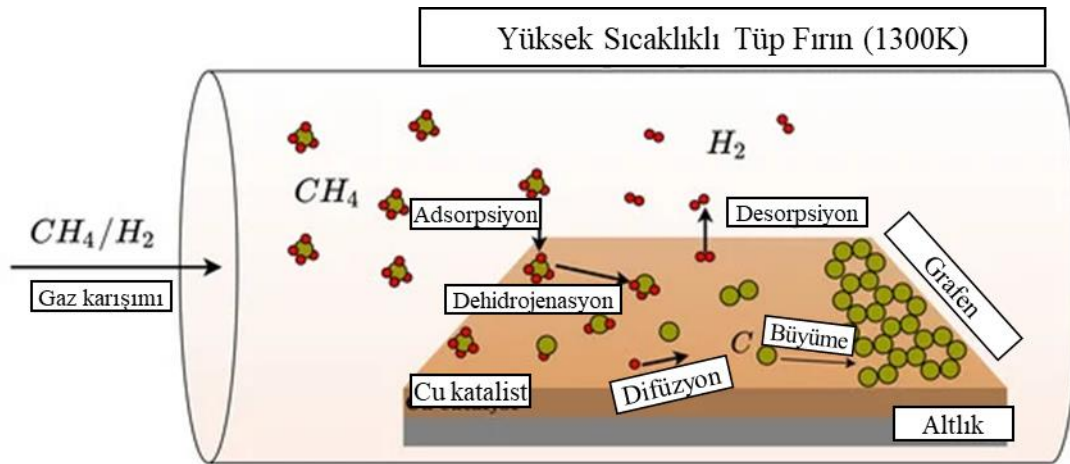
Şekil 2.11. Si'un süblimleşmesi (solda), SiC (0001) üzerindeki iki katmanlı grafen ve tampon katmanının kesit TEM görüntüsü (ortada) ve yapı şematik diyagramı (sağda).

Kaynak: (Norimatsu & Kusunoki, 2014).

2.2.5. Kimyasal Buhar Biriktirme Yöntemi ile Grafen Üretimi

Grafen sentezinde en verimli yöntemlerden biri aşağıdan yukarıya üretim yöntemi olan kimyasal buhar biriktirme (CVD) yöntemidir. CVD yöntemi, büyük alanlarda ve büyük ölçeklerde grafen üretmek için uygun bir tekniktir ve yüksek saflıkta grafen üretilebilmesini

mümkün kılar. Bu nedenle, grafen endüstrisinde geniş çapta kullanılan bir yöntemdir. Bu yöntemde genel olarak, yüksek sıcaklıkta (1000°C ve üzeri) gaz fazında bulunan karbon molekülleri bir taşıyıcı gazın (hidrokarbon) yardımıyla bir altlık üzerine (örneğin, Fe, Co, Ni, Cu, Pd) taşınır ve bu altlık üzerinde tek katman olarak karbon atomlarının biriktirilerek grafen tabakalarını oluşturmak için düzenlenmesi esasına göre grafen üretimi gerçekleştirilir (Moosa & Abed, 2021). CVD yöntemi, geçiş metali, yüzey karbon atomlarınca doymuş hale gelene kadar düşük konsantrasyonlu hidrokarbon gazına (genellikle metan) yüksek sıcaklıklarda maruz bırakılma süreci olarak da ifade edilebilir (Moosa & Abed, 2021). CVD yöntemi ile grafen sentezi; büyük alanlarda ve ölçeklerde grafen üretiminin hızlı, verimli, hatasız ve görece düşük maliyetli olarak gerçekleştirilebilmesi gibi avantajlara sahiptir. Ancak sentez parametrelerinin optimizasyonu ve kullanılan gaz ve altlıkların yüksek saflıkta olması gerekliliklerinden kaynaklı dezavantajları vardır (Li vd., 2009; Li vd., 2011). Şekil 2.12’de CVD yöntemi ile Cu altlık üzerine grafen üretiminin şematik örneği yer almaktadır.



Şekil 2.12. CVD yöntemi ile Cu altlık üzerine grafen üretim prosedürünün şematik gösterimi

Kaynak: (Esmailpour vd., 2023).

CVD yöntemiyle sentezlenen grafen; elektronik ve nanoelektronik alanları (transistörler, esnek elektronikler, yüksek hızlı yarı iletkenler), enerji depolama ve bataryalar (Lityum-iyon bataryalar, süperkapasitörler), Isı yönetimi ve termal uygulamalar (Termal yalıtım ve ısı iletkenliği, soğutma sistemleri), ileri düzey kompozit malzemeler (uçak ve otomobiller için hafif kompozit malzeme), sensörler ve algılama teknolojileri (gaz sensörleri, biyosensörler), optoelektronik ve ışık teknolojileri (Fotovoltaik Hücreler, LED, güneş pilleri), su arıtımı ve filtrasyon (Deniz suyundan tatlı su eldesi), medikal ve biyomedikal uygulamalar (Biyosensörler, Doku mühendisliği) gibi birçok uygulama alanı bulunmaktadır. CVD

yöntemiyle üretilen grafen, elektronik, enerji depolama, kompozit malzemeler, sensors ve biyomedikal alanlar gibi çok geniş bir kullanım yelpazesine sahiptir. Grafenin üstün iletkenlik, mukavemet ve esneklik gibi özellikleri, onu geleceğin malzemesi olarak birçok teknolojik uygulamada vazgeçilmez hale getirmektedir.

2.2.6. Kimyasal ve Plazma Dağlama ile Grafen Üretimi

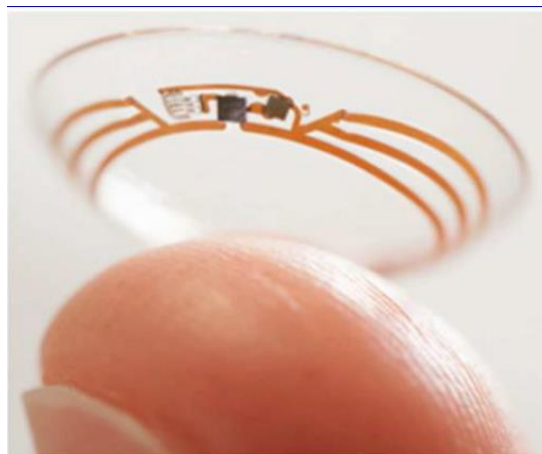
Kimyasal ve plazma dağlama (sputtering) yöntemleri, karbon nanotüpler (CNT'ler) ve grafen üretimi için kullanılan aşağıdan yukarı nanoteknolojik üretim yöntemleridir. Kimyasal dağlama, plazma dağlama yöntemine benzer bir şekilde, bir hedef materyalin, yüksek enerjili iyonlar tarafından yüzeye vurarak bu materyali buharlaştırmasıyla gerçekleşir. Ancak burada kimyasal bir reaksiyonla karbon tabakalarının oluşturulması amaçlanır. Plazma dağlama (sputtering), genellikle katı bir hedef materyali (örneğin grafit veya karbon tabanlı bir malzeme) iyonize gazın etkisiyle yüzeyden uzaklaştırarak materyalin buharlaştırılmasını sağlayan bir yöntemdir. Bu buharlaşan materyalin bir yüzeye dopan edilmesi sonucu grafen veya karbon nanotüpleri gibi malzemeler elde edilebilir.

Kimyasal ve plazma dağlama ile bir karbon nanotüpün (CNT) açınımı sonucunda oluşan grafen nano şerit düz kenarlı ve ince uzun bir yapıyı tanımlar. Grafenin tek veya çok katmanlı olması başlangıç noktası nano tüpün tek veya çok katmanlı olmasına bağlıdır (Bhuyan vd., 2016). Çok duvarlı nano tüp açınımı için; indirgeyici interkalasyon destekli yaklaşım, oksidatif açınım, elektrokimyasal açınım ve "karma" olarak ifade edilebilecek yöntemler olmak üzere dört yöntemden bahsedilebilir. İndirgeyici interkalasyon, alkali metallerin, araya girerek z ekseni yönünde genişlemesiyle grafiti ayırmasına dayanmaktadır. Çok duvarlı nano tüplere uygulandığında, bu tür kafes genişlemesi, eş merkezli duvarlar içinde aşırı gerilime ve bunun sonucunda tüplerin uzunlamasına açınımına neden olur. (Dimiev vd., 2018). Bu katalist metod paladyum gibi pahalı katalizörlere ihtiyaç duyar (Vadahanambi vd., 2013). Kimyasal bir yöntem olarak oksidatif açınım, metal buharıyla nanotüpleri patlatmaya dayanır ve güçlü asitlere ihtiyaç duyar ve bu kimyasal teknikler, daha sonra bozulmamış grafen nanotüpler elde etmek için hidrazin gibi çevreye zararlı kimyasallarla indirgenme veya tavlanma gerektiren grafen oksit nano-şeritler verir. (Vadahanambi, 2013). Örneğin, Kosynkin ve diğerleri, çok duvarlı nano tüpler konsantre H₂SO₄ içinde süspanse ederek ve daha sonra KMnO₄ ile işleminden geçirerek oksitlenmiş grafen nano şeritler elde etmiştir (Kosynkin vd, 2009, akt. Moosa & Abed, 2021). Karma yöntem için, 1-etil-3-metil imidazolyum tetrafloroborat'ın iyonik sıvı (0,1g) ve çok duvarlı nanotüp (0,02g) karışımının mikrodalgaya maruz bırakılması ve

sonucunda indirgemeye ihtiyaç duyulmadan grafen nano şeritlerin elde edilmesi örnek verilebilir (Vadahanambi vd., 2013).

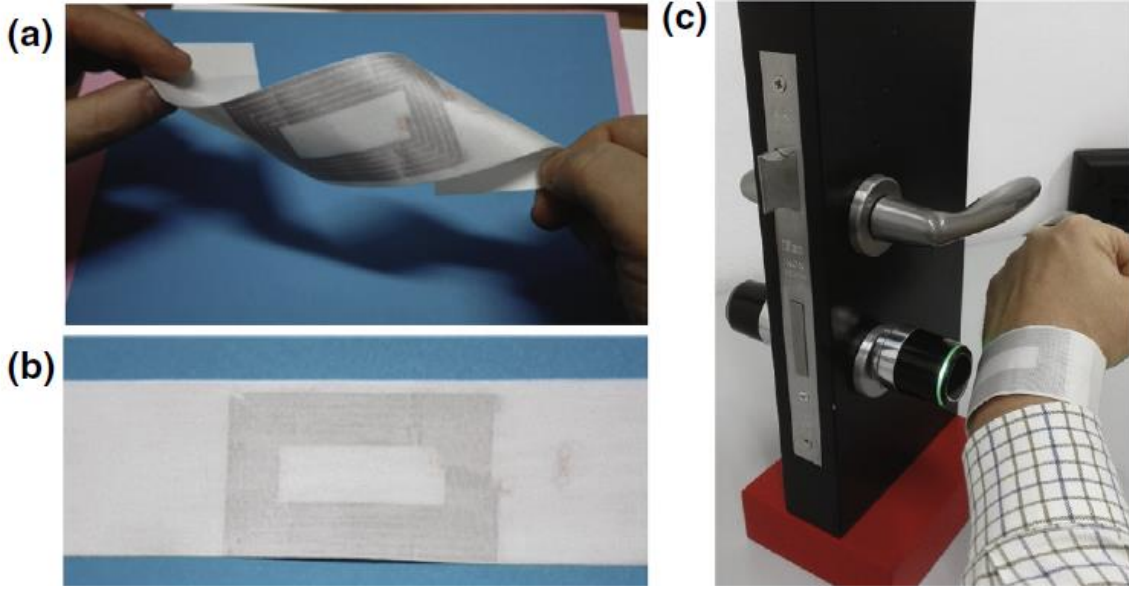
2.2.7. Grafen Özellikleri ve Uygulama Alanları

Tek katmanlı grafen, 5000 W/mK ile Cu'dan yaklaşık 10 kat daha yüksek termal iletkenliğe sahiptir ve bu haliyle karbon nanotüpler ve elmadan üstündür. Tek katmanlı grafen yüksek yük taşıyıcı hareketliliğine sahiptir ($200000 \text{ cm}^2/\text{Vs}$), ki; bu da bir elektronun çok fazla saçılma veya direnç olmadan içinden geçtiği anlamına gelir. Ayrıca, $2630 \text{ m}^2/\text{g}$ gibi yüksek bir özgül yüzey alanına sahiptir. Bunun yanında, 1000 GPa elastik modülü ve 130 GPa çekme dayanımı gibi mükemmel mekanik özellikleriyle şimdiye kadar ölçülen en güçlü malzemedir (Moosa & Abed, 2021). Tek katmanlı grafen monokristal grafitte kıyasla yüksek bir iletkenlik değerine ($4,20 \cdot 10^5 \text{ S/m}$) sahiptir, ancak çok daha esnek ve işlenebilirdir (Scidà vd., 2018). CVD yöntemiyle yapılan yüzey kaplaması kullanımında düşük sürtünme-yüksek aşınma direnci yanında, kaplama bölgeleri arasında yer alan yama bölgeleri ile yamasız bölgeler arasındaki fark $0,2 \text{ nA}$ gibi çok düşük bir akım farkıyla oldukça dikkat çeken bir homojen iletkenlik ortaya konmuştur (Vasić vd., 2020). Grafenin optik iletkenliği ile elektronları arasındaki titreşim frekansı arasında doğrudan ilişki olduğu ifade edilmektedir (Firsova & Ktitorov, 2020). Optik uygulamalara örnek olarak akıllı kontakt lensler (Şekil 2.13) de dahil olmak üzere gelecekte giyilebilir elektroniklerin (Şekil 2.14) kullanımı ile ilgili sınırlılıklar; esneklik, gerilebilirlik, mekanik stabilite, şeffaflık olarak sıralanabilir ve bu özellikler/gereklilikler grafen tarafından oldukça fizibil şekilde karşılanabilir durumdadır (Choi & Park, 2017, Scidà vd., 2018).



Şekil 2.13. Glikoz seviyelerini tespit etmek için Novartis ile iş birliği içinde geliştirilen Google kontakt lensinin prototipi. Refl'in izniyle yeniden basılmıştır. Telif Hakkı 2014 Macmillan Publishers Ltd.

Kaynak: (Choi & Park, 2017).



Şekil 2.14. a. ve b. İpek üzerine yerleştirilmiş esnek, giyilebilir NFC bileklik, c. elektronik kilidi açmak için kullanılan NFC bileklik.

Kaynak: (Scidà vd., 2018)

Yukarıda açıklanan tüm özellikler ve bilhassa iletkenlik ve yük taşıyıcılık kapasitesi gibi elektriksel özellikleri, grafeni diğer karbon esaslı malzemelerden oldukça farklı bir şekilde ayırtırmakta ve üstün kılmaktadır.

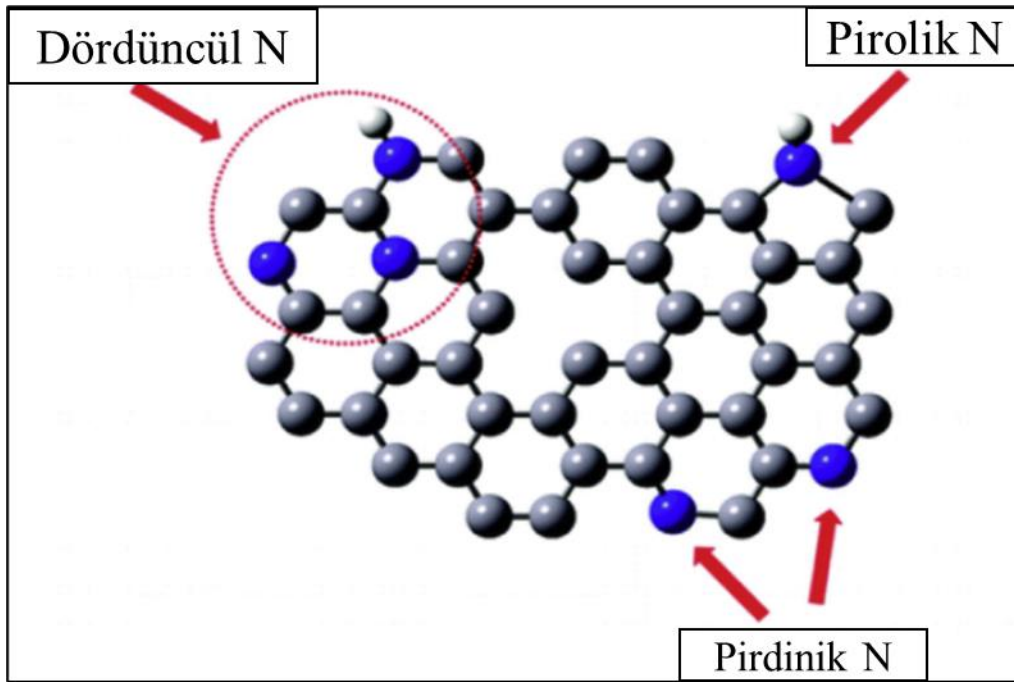
2.3. Metal Katkılanmış Karbon Bazlı Kompozitler

Metal katkılanmış karbon bazlı kompozitler, güçlü ve hafif özellikleriyle pek çok endüstriyel ve teknolojik alanda kullanılan malzemelerdir. Metal katkılanmış karbon bazlı kompozitler, karbon bazlı malzemeler (grafen, karbon nanotüpleri, karbon siyahı, vb.) ile metallerin birleşiminden oluşur ve her iki malzemenin de üstün özelliklerini bir araya getirerek ve ayrıca yeni işlevsellikler kazandırarak yüksek performanslı malzemelerin üretimine olanak sunar. Metal katkılanmış karbon bazlı kompozitler özellikle uzay, havacılık, otomotiv, enerji ve elektronik gibi yüksek teknoloji gerektiren sektörlerde kullanılarak önemli avantajlar sağlar. Karbon esaslı malzemelere katkılanan metaller, genellikle karbonun mekanik, elektriksel, termal ve kimyasal özelliklerini geliştirmek amacıyla kullanılır. Karbon esaslı malzemelere katkı sağlamak için bakır, alüminyum, çinko, demir, titanyum, nikel, kobalt, gümüş gibi birçok metal kullanılır. Örneğin karbon esaslı malzemelere titanyum katkılanması yüksek sıcaklık dayanıklılığı, hafiflik ve aşınma direnci, kimyasal stabiliteyi artırmak ve korozyon ortamlara dayanıklılığı artırmak amaçları ile kullanılır.

2.3.1. Metal Katkılanmış Grafen Kompozitler

Grafen bazlı malzemeler, üstün elektriksel, termal ve mekanik özelliklerine ilaveten mükemmel adsorpsiyon davranışıyla da oldukça dikkat çekmektedir. Grafen bazlı malzemelerin özelliklerini daha da geliştirmek için, grafen levhaları kompozit malzemelere dahil edilmesi doğal bir sonuçtur. Grafen/inorganik nano-parçacık kompozitleri çeşitli alanlarda büyük ilgi görmüştür. İnorganik nano parçacıkların tek veya çok katmanlı grafen veya indirgenmiş grafen oksit (rGO) üzerinde homojen dağılım gösteren kompozitler, kataliz ve algılama uygulamalarında üstün başarı göstermektedir (Thalgaspitiya vd. 2020).

Kimyasal dop etme, karbon nanotüplerin katkılanmasında etkili olduğu kanıtlanmış ve uygulamalarını büyük ölçüde genişletmiş olan grafenin özelliklerini uyarlamada önemli faktörlerden biri olduğu vurgulanmaktadır. Bir nitrojen atomu grafene dop edildiğinde, karbon kafesi içinde kuaterner N (veya grafitik N), piridinik N ve pirrolik N dahil olmak üzere üç genel bağ konfigürasyonu gözlenir (Şekil 2.15). Grafen içindeki nitrojenin kimyasal katkısı özellikleri kontrol etmeye yardımcı olur ve katalizörlerin daha iyi performansı için elektrokatalizde oldukça gerekli olduğunu gösterir niteliktedir (Yadav & Dixit, 2017).



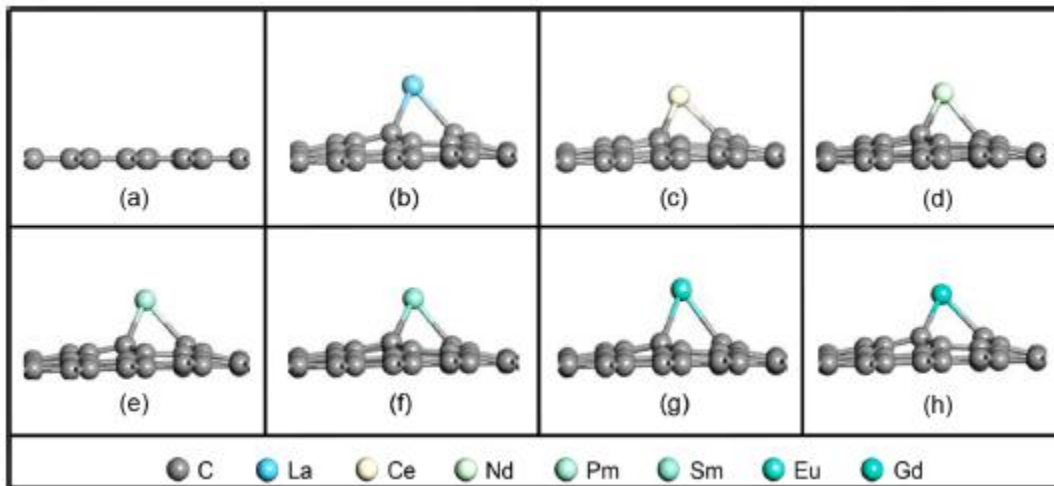
Şekil 2.15. Azot dop edilmiş grafende üç tür bağlama konfigürasyonu.

Kaynak: (Yadav & Dixit, 2017).

Dop edilmiş grafenin uygulama alanlarının temelinde yatan unsurlardan biri yüksek özgül alan ya da gözenek hacim oranıdır. Dopantların Mn, Co, Ni, Mo ve W olduğu bir dizi

yeni, mezo-gözenekli geçiş metali katkılı titanyum dioksit-indirgenmiş grafen oksit kompozit sentezlemede yüksek yüzey alanları (165–245 m²/g) ve ortalama gözenek çapları 3-5 nm mono modal gözenek boyutu dağılımları elde edilebilmiştir (Thalgaspitiya vd., 2020). Wen ve arkadaşları, 3,42 cm³/g kadar verimli bir gözenek hacmi içeren yüksek oranda buruşuk nitrojen katkılı grafen nano tabakaların (C-NGNS'ler) geniş buruşuk yapıları, yüksek gözenek hacmi, nitrojen katkısı ve gelişmiş elektriksel iletkenlikleri nedeniyle süper kapasitör uygulamalarında, farklı performans parametreleri (kapasite, hız, döngü) açısından önemli üstünlükleri olduğunu belirtmişlerdir (Yadav & Dixit, 2017).

Grafen son derece yüksek elektriksel iletkenliğe sahip bir malzemedir. Ancak bazı metallere katkılandığında, bu iletkenlik daha da artabilir. Örneğin, Cu, gümüş Ag, altın Au gibi metallere katkılanmış grafen, daha düşük direnç yani yüksek elektriksel iletkenlik ve hızlı elektron hareketi sağlar. Bu özellikler, sensörler, elektronik devreler, süperkapasitörler ve piller gibi enerji depolama cihazlarında faydalıdır. Örneğin, insan sağlığı için oldukça tehlikeli ve yanıcı/parlayıcı olan NH₃'ün tespitinde kullanılacak olan yüksek hassasiyetli sensör malzemesi elde etme çalışmasında nadir toprak metali; La, Ce, Nd, Pm, Sm, Eu, Gd dop edilmiş grafenlerin (Şekil 2.16), dop edilmemiş grafene göre daha yüksek duyarlılık gösterdiği, bunlar arasında sırasıyla Ce ve Eu dop edilmiş grafenin oldukça gelişmiş potansiyele sahip olduğunu vurgulanmıştır. Buradaki başarının grafenik altlık elektriksel iletkenliğinin artırılmasına dayandığı ifade edilmiştir (Luo vd., 2021).



Şekil 2.16. (a) bozulmamış grafen ve (b) La-, (c) Ce-, (d) Nd-, (e) Pm-, (f) Sm-, (g) Eu-, ve (h) Gd dop edilmiş grafen yapıları

Kaynak: (Luo vd., 2021).

Hidrojen depolama uygulaması için bor dop edilmiş geçiş metali (Ti) dekorasyonlu ikiz grafen kompoziti tasarlanması sonucunda kompozitin hidrojen depolama için iyi bir taşıyıcı

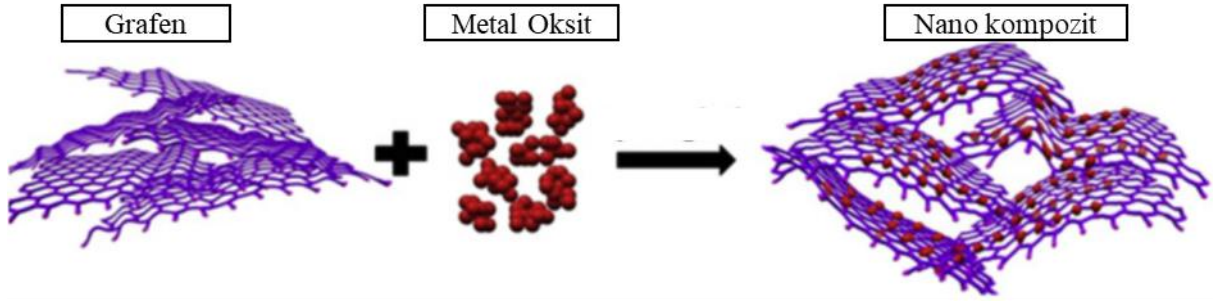
olarak hareket ettiđi ve hidrojen adsorpsiyon performansında önemli verimlilik sađladığı belirlenmiştir. Bor atomlarının dop edilme miktarı arttıkça, metal ve altlık arasındaki bađlanma kararlılığı artışı ile hidrojen adsorpsiyon gücü arasında ters orantı olduđu bulgusuna ulaşılmış, 0.1 MPa-238.5 K ve 2.1 MPa-298.15K ideal şartlar olmak üzere, en iyi yapı, ađırlıkça %4,95 gravimetrik yoğunluđa sahip sekiz hidrojen molekülünü kararlı bir şekilde adsorbe edebildiđi görülmüştür.

Metal katkılanmış grafen kompozitler, grafenin üstün özelliklerini metal katkılarıyla daha da geliştirerek, enerji depolama, elektronik, biyomedikal, otomotiv, havacılık ve inşaat gibi birçok alan için potansiyel oluşturmaktadır. Metal katkılar, grafenin elektriksel, mekanik ve termal özelliklerini optimize ederken, aynı zamanda kompozitlerin yeni uygulama alanlarında kullanılabilirliğini artırmaktadır. Bu özellikleriyle, metal katkılı grafen kompozitler, modern teknolojilerin ve endüstriyel süreçlerin gelişimi açısından oldukça önemlidir.

2.3.2. Titanyum Katkılanmış Grafen Kompozitler

Titanyum katkılanmış grafen kompozitler, grafen ve titanyum malzemelerinin üstün özelliklerinden faydalanarak, yüksek mukavemet, iletkenlik, hafiflik, korozyon direnci ve yüksek biyouyumluluk gibi özellikleri malzeme bilimi ve nanoteknoloji alanlarında ilgi görmelerine neden olmaktadır. Grafen, grafen, yüksek elektriksel iletkenlik, yüksek yüzey alanı, mükemmel mekanik dayanım ve esneklik gibi özellikleri ile öne çıkan 2 boyutlu karbon allotropu bir malzeme iken (Liu vd., 2011; Pumera, 2011), titanyum dioksit (TiO_2) etkili oksitleme gücü, uzun vadeli dayanıklılık, çevresel açıdan zararsız olmasıyla, bozulmaya karşı inert ve düşük maliyet gibi olađanüstü kimyasal ve fiziksel özellikleriyle yarı iletkenlerin en bilinen temsilcisidir (Huo vd. 2021).

Grafen tabanlı titanyum oksit nanokompozitlerin sentezi için birçok yöntem mevcuttur. Bu yöntemler arasında kimyasal buhar biriktirme yöntemi, sol-jel yöntemi, hidrotermal sentez ve elektrokimyasal biriktirme yöntemleri gibi yöntemler bulunmaktadır (Banerjee vd. 2015.; Jamjoum vd. 2021). Örneđin, CVD yöntemiyle sentezlenen grafen/ TiO_2 kompozit, az katmanlı ve yük transferi kolay olur. Çünkü TiO_2 katmanlar arası elektrik transferi ihtiyacını ortadan kaldırır (Bansal vd. 2013). Genel olarak ıslak kimyasal süreçlerle grafen-metal oksit kompozit sentez süreci Şekil 2.17’de gösterilmektedir.



Şekil 2.17. Grafen/metal oksit kompozitlerini üretmek için genel bir ıslak kimya stratejisi.

Kaynak: (Lawal, 2019).

Grafene titanyum oksit katkılanması, mobilitiyi artırır ve hızlı elektron transferini kolaylaştırır, örneğin; Lityum iyon pillerde anot olarak Grafen-TiO₂ nano tabakalar, ekstra yüksek kapasite, mükemmel yüksek hız kapasitesi ve uzun çevrim ömrü sunar (Li vd., 2015). Bu özellikler, enerji depolama alımı için yüksek güç yoğunluğu, hızlı şarj/deşarj oranları ve uzun vadeli döngü kararlılığı sağlanması bakımından önemlidir. Ayrıca, grafen tabanlı titanyum oksit kompozitler, fotokataliz, biyomedikal ve çevre uygulamalarında da potansiyel taşır (Yan vd., 2014).

Titanyum dioksit (TiO₂) nanopartikülleri, iyi biyoyumluluk sergilemesi, biyomoleküllere özel afinitesi ve yüksek reaktivitesi nedeniyle biyosensör uygulamalarında etkili bir ajan olarak görev yapar. Yüksek iletkenliği ve düşük maliyeti nedeniyle TiO₂, nanopartiküller, nano iğneler ve nanotüpler gibi farklı formlarda ilgi çekici bir elektrot malzemesi haline gelmiştir (Ensafi vd., 2015). Üç boyutlu bir yapıya haiz grafen/TiO₂ kompozit elektrot, 3D grafen elektrottan daha gelişmiş süper kapasitör performansı sergilediği, iyi bir hız kapasitesine ve yüksek döngü stabilitesine sahiptir. Li ve arkadaşlarının gerçekleştirdiği çalışmada, 3D Grafen/TiO₂ kompozitin gelişmiş süperkapasitör performansının, esas olarak hiyerarşik 3D gözenekli tasarıma ve grafen ile TiO₂ arasındaki sinerjiye bağlı olduğu ve bu durumun, Grafen/TiO₂ kompozitinin süperkapasitörlerdeki potansiyelini gösterdiği vurgulanmaktadır (Li, vd., 2018). Yerinde TiO₂/rGO nanokompozitinin sentezlenerek atık yemeklik yağın biyodizele transesterifikasyonu için heterojen bir katalizör olarak kullanıldığı ifade edilmektedir (Lawal, 2019).

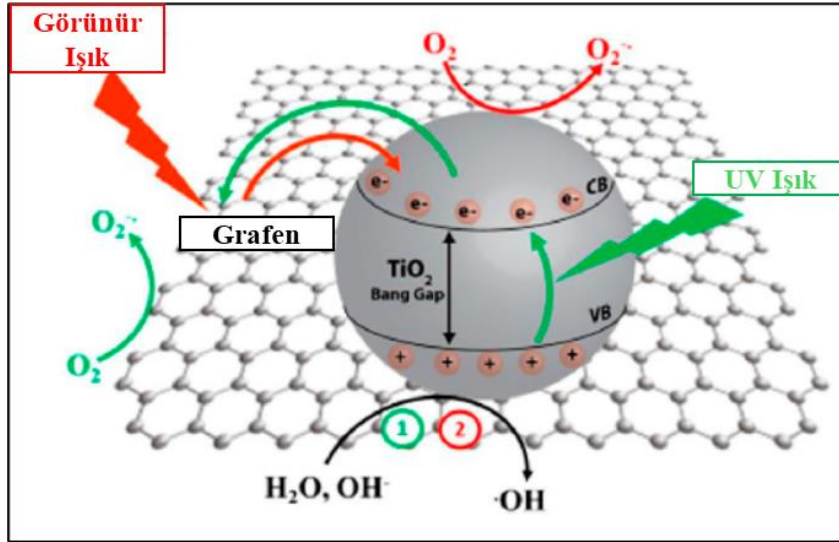
G/TiO₂ kompozitinin sahip olduğu fotokatalist kabiliyet, çevre uygulamalarında sahip olduğu potansiyel birçok çalışmada gösterilmiştir (Tablo.2.2). Bu çalışmalarda, kirlilik temizleme oranının %90-100 arasında olduğu belirtilmiştir (Jamjoum vd., 2021). Fotokatalitik bozunma mekanizması, yarı iletken fotouyarılda üretilen radikal türler, organik kirleticilerin

bozunmasında önemli bir rol oynamıştır. Görünür ışığın varlığında fotokatalizör olarak grafen/TiO₂ kullanılarak bozunmanın resimli gösterimi Şekil 2.18 (Jamjoum vd., 2021) ve Şekil 2.19'da (Banerjee vd., 2015) sunulmaktadır. Uygun enerjiye sahip ışığın varlığında, bir elektron (e⁻CB), TiO₂'nin değerlik bandından (VB) iletim bandına (CB) uyarılır ve değerlik bandında pozitif bir elektron deliği (h⁺VB) oluşturulur. Yük yok etme reaksiyonundan kaçabilen yük taşıyıcıları yüzeye göç eder ve burada fotouyarılmış elektronlar atmosferik oksijeni indirgeyerek süperoksit radikalleri ($\bullet\text{O}_2^-$) veya hidroperoksil radikalleri (HO₂ \bullet) oluşturabilirler. Değerlik bandı deliği ayrıca yüzeyde adsorbe edilen suyu veya OH⁻'yi oksitleyebilir ve $\bullet\text{OH}$ üretebilir. Bu reaktif oksijen türleri (ROS), organik kirleticileri CO₂ ve suya dönüştürerek yüzeyin temizlenmesini sağlayabilir (Banerjee vd., 2015).

Tablo 2.2. Su kirleticilerinin foto-bozunma için grafen/TiO₂ nanokompoziti çalışmaları özet tablosu.

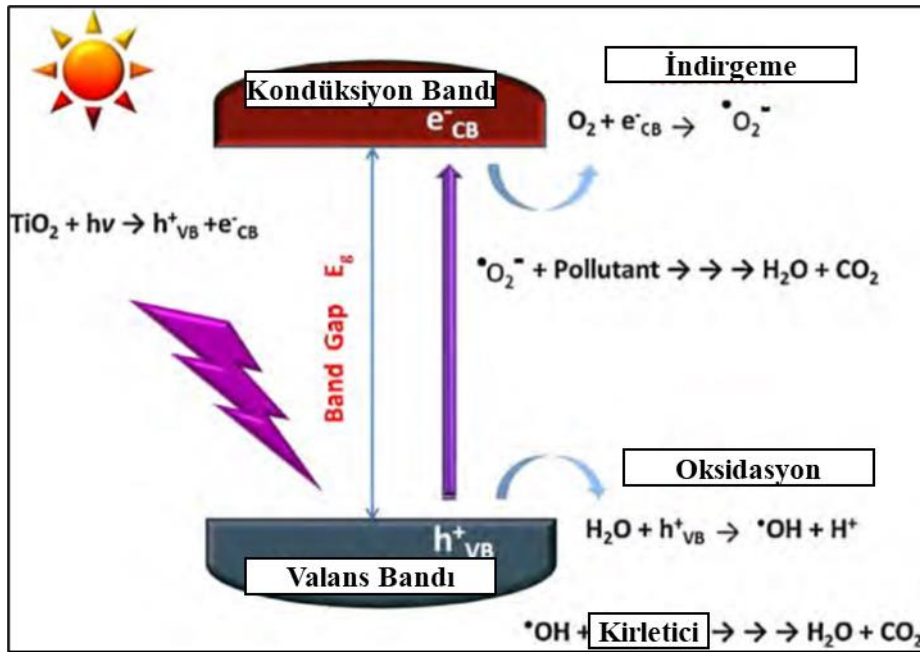
Fotokatalist	TiO ₂ morfolojisi	Hedeflenen kirletici	Temizleme oranı (%)	Referanslar
Grafen/TiO ₂ nanokompozit	Nanopartikül	Metilen mavisi	90	Cho et al. (2015)
Grafen/ TiO ₂ nanokompozit	Nanopartikül	Metilen mavisi	100	Zhang et al. (2017)
Grafen/ TiO ₂ kompozit	-	Metilen mavisi	85	Divya et al. (2017)
rGO/TiO ₂	Nanopartikül	Metilen mavisi	92	Sohail et al. (2017)
G kuantum noktaları/ TiO ₂ nanokompozit	Nanopartikül	Metilen mavisi	100	Gupta et al. (2015)
rGO/TiO ₂	Anataz ve nanofiber	Metil turuncu	97	Lavanya et al. (2017)
GO/TiO ₂ nanokompozit	Nanopartikül	Metil turuncu	88	Zhang et al. (2017)
rGO/TiO ₂ nanokompozit	Nanopartikül	Metil turuncu	80	Zhang et al. (2017)
rGO/TiO ₂ nanokompozit	Nanotüp	Metil turuncu	100	Zhao et al. (2015)
rGO/TiO ₂	-	Rodamin B	100	Chen et al. (2017)
rGO/TiO ₂	Nano film	Rodamin B	83	Wang et al. (2017)
rGO/TiO ₂ -Au nanokompozit	Nanopartikül	Rodamin B	100	Wang et al. (2017)
rGO/TiO ₂	Nanoçiçek	Rodamin B	100	Kim et al. (2016)
rGO/TiO ₂	Nanotüp	Rodamin B	100	Liu et al. (2016)
Grafen/TiO ₂	Nanopartikül	Metilen mavisi	100	Yang et al. (2016)
Grafen/TiO ₂	Nanopartikül	Metilen mavisi	100	Suave et al. (2017)
Grafit/ TiO ₂	-	Metilen mavisi	100	Baldissarelli et al. (2015)
TiO ₂ /Grafen	Topak halde	Metil turuncu	70	Han et al. (2015)

Kaynak: (Jamjoum vd., 2021).



Şekil 2.18. Görünür ışık varlığında fotokatalizör olarak grafen/TiO₂ kullanılarak fotodegradasyon mekanizması (Giovannetti vd., 2017 MDPI izniyle uyarlanmıştır).

Kaynak: (Jamjoum vd., 2021).



Şekil 2.19. Saf TiO₂'nin UV ışığıyla foto uyarılmasından sonra meydana gelen çeşitli süreçlerin şematik gösterimi.

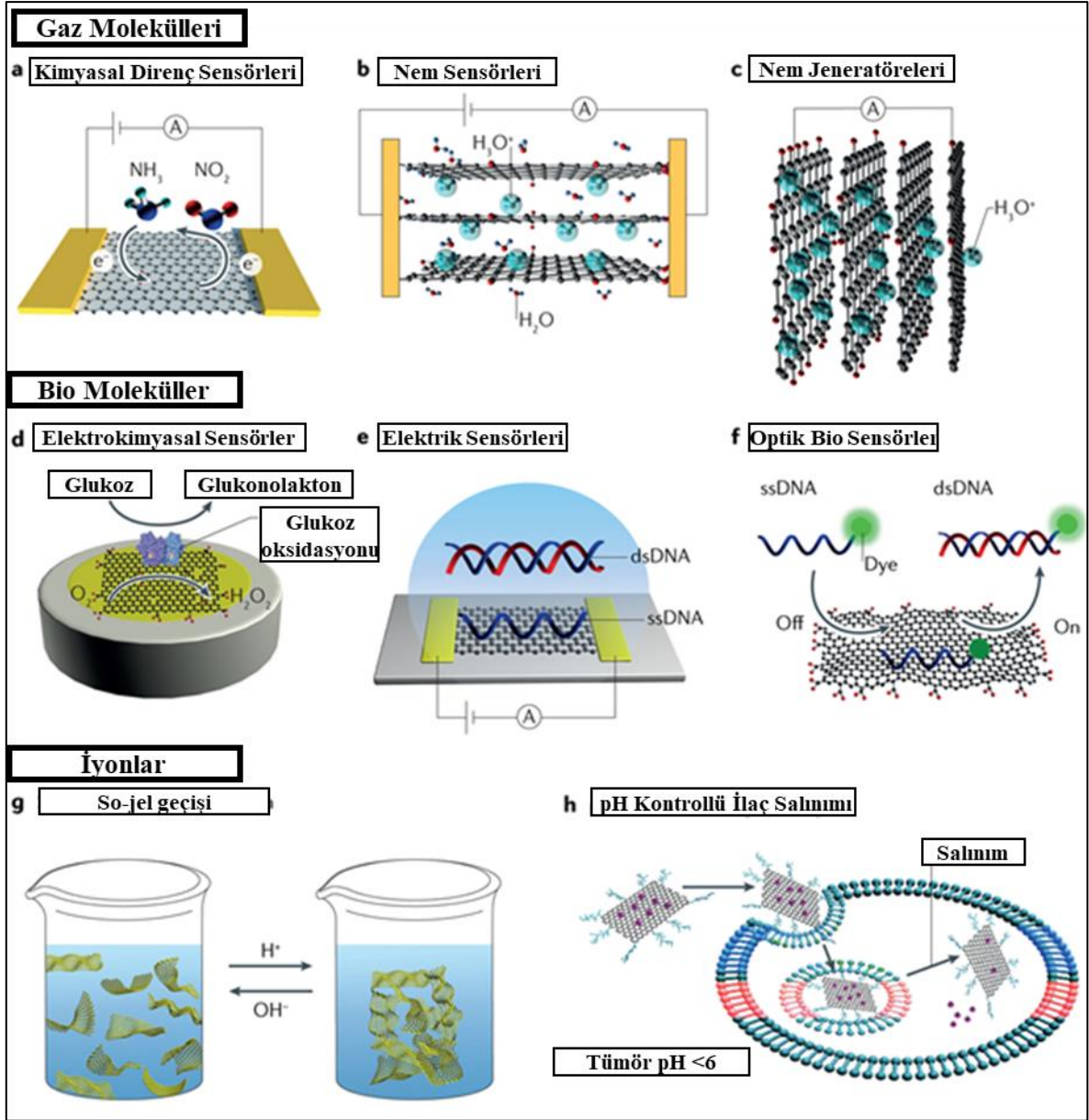
Kaynak: (Banerjee vd., 2015)

Grafen-titanyum oksit nanokompozitlerinin sentezi ve uygulamalarında önemli ilerlemelere rağmen, önümüzde birçok zorluk ve fırsat bulunmaktadır. Gelecekteki araştırma çabaları, nanokompozit morfolojisi, bileşimi ve özellikleri üzerinde hassas kontrol sağlamak için sentez tekniklerinin optimize edilme potansiyeli mevcuttur. Ek olarak, Grafen-titanyum oksit nanokompozitlerinin geliştirilmiş özelliklerini yöneten temel mekanizmaların aydınlatılması, özel işlevselliklere sahip yeni uygulamaların önünü kuşkusuz açacaktır.

Giyilebilir elektronikler, enerji depolama cihazları ve gelişmiş tedavi yöntemleri gibi yeni ortaya çıkan uygulamaların araştırılması, toplumsal ve teknolojik zorlukların üstesinden gelmede Grafen-titanyum oksit nanokompozitlerinin benzersiz özelliklerinden yararlanma konusunda büyük potansiyel taşımaktadır.

3. AKILLI MALZEMELER

Günümüzde birçok teknolojik uygulama yüksek düzeyde karmaşıklık içermektedir ve maksimum verimlilik gerektirir. Bu ihtiyaçlara cevap verebilme kabiliyetlerinden dolayı akıllı malzemelere karşı sürekli artan büyük bir ilgi vardır. Akıllı malzemeler en genel anlamıyla dış uyaranlara karşı akıllı tepki gösterebilen malzemeler olarak tanımlanabilir. Akıllı malzemeleri diğer malzemelerden ayırt eden en önemli özellikleri, kimyasal uyaranlar (konsantrasyon, nem ve pH değişiklikleri), mekanik uyaranlar (stres, gerilim, basınç), fiziksel uyaranlar (ışık, ses, sıcaklık, renk) ve elektromanyetik uyaranlar (elektrik alanı, manyetik alan, yük enjeksiyonu) gibi dış uyaranlara akıllı yanıt vermeleridir. Ayrıca akıllı malzemeler benzersiz özellikleri sayesinde belirli bir uygulamada hassas ve doğru bir şekilde kullanılmasını kolaylaştırmaktadır. Diğer bir yandan akıllı malzemelerin sentez yolları, bileşimi ve kimyasal yapısı, malzemenin tepki verme özellikleri ve performansında da önemli bir rol oynar. Bahsedilen bu özellikleri sayesinde akıllı malzemeler son yıllarda geniş bir araştırma yelpazesinde yer almıştır (Saleh vd., 2021) (Şekil 3.1). Akıllı malzemeler farklı uyaranlara yanıt verirken kullanılan malzemenin performans ve özelliklerini de etkilemektedir. Bu nedenle akıllı malzemeler özellikle modern uygulamalarda önemli bir role sahiptir ve farklı birçok alanda çeşitli uygulamaların geliştirilmesine de katkıda bulunmuşlardır.



Şekil 3.1. Gaz molekülleri, biyomoleküller ve iyonlara duyarlı grafen akıllı malzemeler ve uygulamaları. **a.** Gaz sensörü için grafen tabakası. **b.** Nem sensörü için grafen oksit filmi. **c.** Nem-elektrik jeneratörü için indirgenmiş grafen oksit filmi. **d.** elektrokimyasal biyosensör için grafen elektrot. **e.** elektrik biyosensörü için grafen tabanlı alan etkili transistör. **f.** optik biyosensör için bir grafen çözeltisi. **g.** pH değerleri değiştiğinde grafen tabakalarının çözelti-jelleşme geçişi. **h.** pH kontrollü ilaç iletimi için grafen tabakaları. dsDNA, çift sarmallı DNA; ssDNA tek sarmallı DNA.

Kaynak: (Yu vd., 2017).

Nano yapılı malzemeler, özellikle akıllı malzemeler olarak kullanıldığında, dış uyarılara tepki vererek fiziksel, kimyasal veya elektriksel özelliklerini değiştirebilen malzemelerdir. Titanyum dioksit (TiO_2) ve grafen gibi nanoyapılar, ışığa maruz kaldıklarında fiziksel ve kimyasal özelliklerinde değişiklikler gösterirler ve fotokatalitik özelliklerinden dolayı su arıtma ve hava temizleme gibi çevresel uygulamalarda, fotovoltaik hücreler ve güneş

enerjisi sistemlerinde akıllı malzeme olarak kullanılmaktadır (Padmanabhan vd., 2021). Nanoyapılar, dış uyaranlar (örneğin, mekanik stres veya elektrik alanı) altında şekil değiştirebilir veya güçlendirme özellikleri gösterebilir. Akıllı polimerler ve nanokompozitler, mekanik yük altındayken kendiliğinden şekil değiştirebilir ve bu özellik akıllı yapı malzemeleri ve robotik sistemlerde kullanılabilmesini sağlar (Vera vd., 2020). Akıllı malzemelerin bir diğer kullanım alanı ise ilaç sanayidir. Günümüzde ilaç sanayinde, pH, reaktif oksijen türleri, glutasyon, hipoksi ve enzim gibi endojen uyarıcılar veya sıcaklık, ışık, ultrason, radyasyon ve manyetik alan gibi eksojen uyarıcılar kullanılarak birçok farklı akıllı malzemeler tasarlanmıştır. İlaç sanayindeki akıllı malzemelerin en temel özellikleri ise endojen/eksojen duyarlı olma, belirli tetikleyicilere yanıt verme yeteneği, kontrollü ilaç salınımı, uzun kan dolaşımı, artan tümör birikimi, "Açma-Kapama" anahtar aktiviteleri, gelişmiş teşhis doğruluğu ve terapötik etkinlik olarak sıralanabilir. Bunun yanı sıra akıllı malzemeler, ilaç sanayinde bireyselleştirilmiş ve kapsamlı terapi için olasılık stratejisi geliştirebildiklerinden büyük ilgi görmektedir (Yang vd., 2021).

Akıllı malzemeler hangi dış uyaranlara tepki verdiklerine ve bu tepkilerin ne tür değişikliklere yol açtığına bağlı olarak 6 temel sınıfta incelenebilir:

- i) Dış uyarının sıcaklık olduğu Termorespansif malzemeler: Termorespansif malzemeler, sıcaklık değişimlerine bağlı olarak şekil, hacim, yoğunluk, sertlik gibi fiziksel özelliklerinde değişiklikler gösterirler. Genellikle bu tür malzemeler, şekil hafızalı alaşımlar (ŞHA) ve termoplastik malzemeler gibi uygulamalarda kullanılır (Duerig vd., 1999; Kim & Matsunaga, 2018).
- ii) Dış uyarının elektrik olduğu Piezoelektrik ve elektrokimyasal malzemeler: Elektriksel uyaranlara tepki veren Piezoelektrik ve elektrokimyasal malzemeler, elektrik alanının etkisiyle fiziksel özelliklerinde değişiklikler gösterir. Piezoelektrik malzemeler, mekanik stres uygulandığında elektriksel yük üretir (Bahl vd., 2020; Maurya vd., 2020). Elektrokimyasal malzemeler ise, elektrot yüzeylerinde elektriksel potansiyel değişimlerine bağlı olarak kimyasal reaksiyonlar gösteren malzemelerdir. Elektro-rheological (ER) akışkanlar; süspansiyon, elektrik akımları ile maniple edilebilen çok küçük boyutlu parçacıklar içerir (Bahl vd., 2020; Sohn vd., 2018). ER akışkanlar, harici elektrik alanlarına maruz kaldıklarında reolojik davranışlarında tersinir değişiklik gösterebilen kolloidal dispersiyonlardır. Reolojik davranıştaki bu değişiklikler, akış rejimine ve ER sıvılarının bileşimine bağlı olarak akış direncinde çarpıcı bir

artışla kendini gösterir. Akış direnci, titreşim ve konum gibi dinamik hareketleri kontrole yarayan tahrik kuvveti olarak kullanılır. Akış direncini elde etmek için, ER akışkanları sıklıkla, alana bağlı akma geriliminin kontrol edilebilir bir direnç olarak ifade edildiği basit bir Bingham plastik modeli ile modellenir (Oh & Choi, 2017).

- iii) Dış uyarının ışık olduğu Fotoreaktif malzemeler: Fotoreaktif malzemeler, ışığın şiddetine veya dalga boyundaki değişime tepki olarak fiziksel veya kimyasal değişiklikler gösterir. Bu tür malzemeler, özellikle fotokataliz, fotovoltaiik ve güneş enerjisi teknolojilerinde kullanılır. Fotokatalitik malzemeler, ışık dış uyarını karşısında kimyasal reaksiyonları hızlandıran malzemelerdir. Örneğin, TiO_2 (Haider vd., 2019). Fotovoltaiik Hücreler, ışık enerjisini elektrik enerjisine dönüştüren akıllı malzemelerdir. Örneğin, Grafen tabanlı malzemeler ve organik fotovoltaiik hücreler (Padmanabhan vd., 2021). Optik fiberler, cam veya plastiğin insan saçına yakın bir çapa çekilmesiyle elde edilen esnek ve şeffaf fiber yapılarıdır. Işığı fiberin uçları arasında iletmek için oldukça sık kullanılan akıllı malzemelerdir. Bu özelliği ile iletişimde, görüntüleme cihazlarında ve lazerle kesim uygulamalarında yaygın olarak kullanılır (Bahl vd., 2020). Silika cam ve diğer termal olarak çekilebilir malzemeler optik fiberlerin imaline uygundur. Bu malzemeler, polimetil metakrilat (PMMA), termoplastik siklo-olefin kopolimer (COC), siklo-olefin polimer (COP), polidimetilsiloksan (PDMS) ve hidrojel gibi polimerler olarak sıralanabilir (Liu vd., 2019).
- iv) Dış uyarının manyetik alan olduğu manyetik akıllı malzemeler, manyetik elastomerler ve manyetik sıvılar: Manyetik akıllı malzemeler, manyetik elastomerler ve manyetik sıvılar, manyetik alanın varlığında elektriksel veya mekanik olarak değişim gösterirler (Pankhurst vd., 2003). Örneğin, Ferromanyetik sıvılar veya manyetik elastomerler, dış manyetik alanlarla şekil değiştirme veya hareket etme gibi özellikler gösterebilirler ve Fe_3O_4 (Demir Oksit) nanoparçacıkları, biyomedikal uygulamalarda manyetik alanla yönlendirilebilir ve hedefe yönelik ilaç salınımı sağlanabilir. Manyeto-reolojik (MR) malzemeler, uygulanan dış manyetik alan değişimi ile reolojik özelliklerini düzenleyebilen akıllı malzemelerdir (Kamble vd., 2021). Manyeto-reolojik (MR) akışkanlar, silikon, mineral, hidrokarbon bazlı yağlar vb. taşıyıcı sıvılarda dağılmış, normalde (1-10) mikron boyutunda manyetik parçacıklardan oluşan akıllı malzemelerdir. MR sıvısındaki bu manyetik parçacıklar, manyetik

alan çizgileri yönünde yönlendir ve kesme gerilimi, viskozite ve akış direnci gibi özellikleri değiştiren güçlü bir zincir benzeri yapı oluşturur (Swaroop vd., 2021). Mühendislik uygulamaları için aktif olarak kullanılan manyeto-reolojik malzemeler arasında sıvılar, köpükler, gres, elastomerler ve plastomerler bulunur. Son yıllarda manyeto-reolojik malzemeler, göze çarpan kontrol özellikleri ile otomotiv endüstrisi, sivil ve askeri çevreler gibi çeşitli alanlarda kullanım potansiyelinin yüksek olması nedeniyle büyük ilgi görmektedir (Ahamed vd., 2018). Tıp alanındaki kullanım örnekleri oldukça dikkat çekicidir. Robot cerrahisi için çok serbestlik dereceli dokunma hissini operatöre aktaran robotik kollar (haptic master), görme engellilerin bilgisayar ekran çıktısını dokunmatik his aracılığıyla okumasına yarayan braille okuyucular için ince membran dokunmatik paneller, karaciğer gibi insan dokularını hissetmek için sünger benzeri dokunsal sensörler, protez bacak gibi rehabilitasyon sistemleri bu etkileyici uygulamalara örnektir (Oh & Choi, 2017).

- v) Kimyasal uyarılara tepki veren akıllı malzemeler: Kimyasal uyarılara tepki veren malzemeler, pH, nem, gaz, iyonlar gibi çevresel faktörlere tepki göstererek kimyasal veya fiziksel özelliklerinde değişiklikler meydana getirir. Örneğin, pH değişimlerine tepki gösteren polimerler, ilaç taşıma sistemlerinde kullanılır. Polikarboksilat ve poliaminler gibi polimerler, pH seviyelerine göre çözünürlük veya viskozite değişimi gösterirler. Gaz Algılamada kullanılan akıllı malzemelerden biri olan Metal-organik çerçeveler (MOF'lar) belirli gazların varlığında kimyasal tepkiler göstererek algılama işlevi sağlar (Singh, & Nayak, 2023; Li vd., 2019)
- vi) Çok Fonksiyonlu (Multitepki) Akıllı Malzemeler: Birden fazla dış uyarıya tepki veren malzemelerdir (Vera vd., 2020). Bu tür malzemeler, özellikle akıllı tekstil ve robotik sistemlerde çok çeşitli fonksiyonlar sunar. Örneğin, çok fonksiyonlu nanokompozitler, elektriksel, termal ve mekanik özellikleri birlikte sunarak çoklu uyarılara tepki verebilir.

4. KAYGAN YÜZEYLER ve UYGULAMALARI

4.1. Yüzey Islanabilirliği

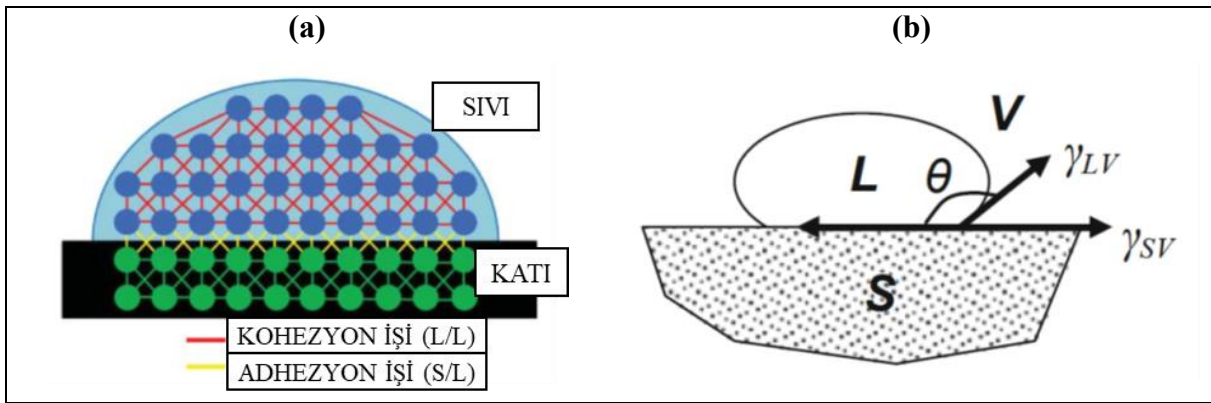
Yüzeyler/arayüzler “faz sınırları”dır, yani maddenin ayırt edilebilir bölgelerini (fazları) sınırlar ve katı oldukları sürece bu bölgelerin şeklini tanımlarlar. Faz sınırları, gradyanların yerleridir ve gradyanlar, süreçler için bir itici güçtür. Örneğin, bir bardak çayın içine bir parça akide şekeri koyarsak, şeker kristali ve su, keskin bir faz sınırıyla ayrılmış ayrı hacimleri kaplar. Ancak zamanla su molekülleri kristale (yüzeyde) saldırır ve şeker molekülleri ayrılır ve sıvı faza yayılır. Su ve şeker moleküllerinin dağılımı cam boyunca homojen olana kadar, şeker ve su arasında faz sınırı kalmayınca kadar devam eden çözünme süreci gözlemlenir (Wandelt, 2012a)

Katı/sıvı arayüzleri ve özellikle katı/su arayüzleri, tekil ve çoklu ortamlardan farklı olarak orijinal özelliklerinden dolayı modern kimyanın çeşitli alanlarında çok önemli roller oynamaktadır. Birkaç örnek vermek gerekirse, katı-sıvı arayüzleri, (örneğin, metal yüzeylerde ve yer altında nükleer atık depolamasında jeolojik katmanlarda) korozyon kontrolünün merkezinde yer alır ve ilgili zorluklar; katı çözünme ve sıvı içindeki organik/inorganik kirleticilerin difüzyonu şeklinde sıralanabilir. (Wandelt, 2012b). Metallerin korozyonu, metalleri çevreleyen ortamlarla temas ettiğinde kimyasal veya elektrokimyasal reaksiyondan kaynaklanır. Korozyonun neden olduğu maliyet dünya çapında yılda 4 trilyon dolardan fazladır (Xiang vd., 2021).

Metal/sıvı ve mineral/sıvı arayüzleri, modern enerji ve çevresel stratejilerde; hidrojen üretimi, petrol geri kazanımında, karbondioksit depolama gibi uygulamalarda kilit bir rol oynar. Diğer örnekler ise, biyosensörle ve tıbbi implantlar ile vücut sıvıları arasındaki arayüzler olarak sıralanabilir. Bu tür arayüzlerin özelliklerini anlamak, onları geliştirmeye ve yeni (biyo) malzemelerin tasarımına katkı sağlamak için oldukça önemlidir (Wandelt, 2012a).

Yüzey ıslanabilirliği, bir sıvı ile bir katı yüzeyi arasındaki davranışı yöneten özellikleri ve karakteristikleri açıklamanın en temel yoludur. Bir sıvı damlası katı bir yüzey ile etkileşime girdiğinde arayüzey özellikleri ıslatılabilirlik ile belirlenir ve ıslatılabilirlik derecesi günlük hayatımızda ve birçok biyolojik ve teknolojik sistemde kritik öneme bağlıdır. Islatılabilirlik; sıvı moleküllerin kendi aralarındaki kohezif (damlacığın katı yüzeye yayılmasını engellemeye çalışan) kuvvetlerin ve sıvı ile katı arasındaki moleküler etkileşimlerden kaynaklanan yapışma kuvveti (sıvının katı yüzey üzerinde yayılması yönünde etki gösteren) bileşenin rekabetinin bir sonucudur. Kontak açısı (Temas açısı), su, hava ve katının buluştuğu arayüzdeki açıdır ve değeri,

yüzeyin su tarafından ıslatma olasılığının bir ölçüsüdür. Düşük temas açısı değerleri, suyun yüzeye yayılma ve yapışma eğilimini gösterirken, yüksek temas açısı değerleri yüzeyin suyu püskürtme eğilimini gösterir. Yüzey ıslatma karakterizasyonu için en yaygın yöntem, basitliği nedeniyle sessil damla goniometrisidir. Yöntem, kontak açısını sıvı damlacığının şeklinden belirler ve biyolojik yüzeylerden polimerlere, metallere, seramiklere, minerallere ve benzerlerine kadar çok çeşitli malzemelere uygulanarak temas açısı belirlenebilir. Şekil 4.1a'da sıvı molekülleri arasındaki kohezyon (L/L) ve katı-sıvı (S/L) arasındaki adhezyon gösterilmektedir (Wandelt, 2012).



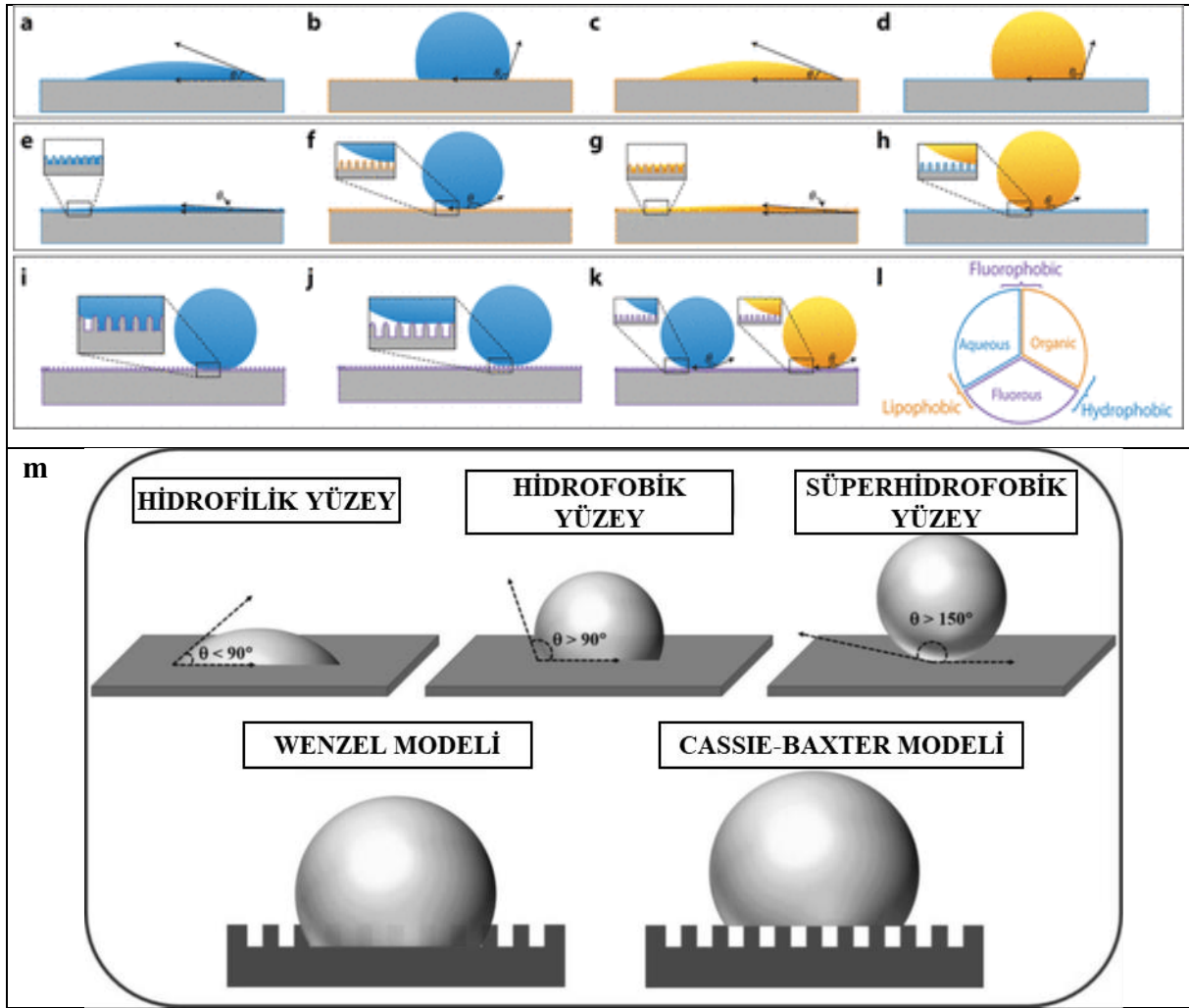
Şekil 4.1. a. Sıvı molekülleri (L/L) arasındaki kohezif etkileşim (kırmızı çizgiler) ve katı-sıvı molekülleri arasındaki adhezif etkileşimi (sarı çizgiler) gösteren şematik gösterim. **b.** Sıvı damlası, katı yüzey ve buhar/gaz üçlü noktasında arayüzey enerjilerinin dengesi

Kaynak: (Stefanescu, 2015).

Katı bir yüzey üzerine damlatılan sıvı damlasının arayüzey enerjilerine yönelik kuvvet dengesi Şekil 4.1b de verilmiştir. Şekil 4.1b'de sıvı (L), buhar (V) ve katı (S) fazlar için sıvı-buhar arayüzey gerilimi (γ_{LV}) ve katı yüzey arasında oluşan açı ıslatılabilirliğin bir ölçütü olan temas açısı (θ) olarak ifade edilir. Islatma genellikle, sıvı-buhar arayüzüne teğet ile üç fazlı temas hattındaki katı yüzey arasındaki açı olarak tanımlanan temas açısı ile karakterize edilir ve geleneksel olarak, temas açısı $D1w$ aracılığı ile ölçülür. Bir katı yüzey (yani, atomik olarak pürüzsüz, kimyasal olarak homojen, tepkisiz ve sıvı tarafından deforme edilemeyen) ile sıvı arasındaki temas açısı yani yüzeyin ıslatılabilirlik derecesi Thomas Young tarafından geliştirilen Young denklemi (4.1) kullanılarak tanımlanır. Young eşitliği (4.1) sıvı damlası (L), buhar fazı (V) ve katı (S) yüzey arasındaki üçlü yüzey/arayüzey enerjileri dengesini tanımlar (Şekil 4.1b) (Stefanescu, 2015). γ ; arayüzey enerjilerini ifade ederken katı-buhar arayüzeyini SV, katı-sıvı ara yüzeyini SL, sıvı-buhar arayüzeyini LV indisleri vurgulamaktadır.

$$\cos\theta = (\gamma^{SV} - \gamma^{SL}) / \gamma^{LV} \quad (4.1)$$

Thomas Young, bir sıvının temas açısının, yüzey daha itici hale geldikçe arttığı sonucuna varmıştır. Örneğin, hidrofobik bir yüzeyde su damlası dışarı şişerek yüzeydeki temas alanını azaltırken, hidrofilik bir yüzeyde su damlası, düşük temas açıları göstererek yayılacak ve yüzeyi ıslatacaktır (Şekil 4.2). Şekil 4.2’de suyun hidrofilik bir yüzeyde yayıldığı ve hidrofobik bir yüzeyde toplandığı ve ayrıca, yağın, oleofilik bir yüzeyde yayıldığı ve oleofobik bir yüzeyde toplandığı görülmektedir (Villegas vd., 2019). Young denkleminde göre hidrofobik ile hidrofilik arasındaki eşik, temas açısı 90° olduğunda, yani katı-buhar ile katı-sıvı arasındaki yüzey gerilimleri birbirine eşit olduğunda (yani, $\gamma_{sv} = \gamma_{sl}$) oluşur (Law vd., 2016; Shahraz vd., 2012; Yuan & Lee, 2013). Normal olarak, hidrofilik bir yüzey pürüzsüzdür ve düşük temas açısı ($\theta < 90^\circ$) ile yüksek ıslanabilirliği gösterirken, hidrofobik bir yüzey kısmi ıslanabilirlik ve daha büyük temas açısı ($\theta > 90^\circ$) verir. Süperhidrofobik bir yüzey, sıfır ıslanabilirlik ve çok yüksek temas açısı ($\theta > 150^\circ$) anlamına gelir. Wenzel tipi rejimde, su damlacıkları yüzeyin pürüzlü boşluğuna nüfuz eder, bunun sonucunda da damla yuvarlanamaz ve sabit kalır. Cassie-Baxter'ın modelinde ise, pürüzlü yüzeye hava nüfuz ederek sıvı ve katı yüzeyin temas alanını önemli ölçüde azaltır ve dolayısıyla damlacığın yuvarlanması kolaylıkla gerçekleşir (Latthe vd., 2019).



Şekil 4.2. Yüzey ıslanabilirliği. (a–d) Hidrofilik, hidrofobik, oleofilik ve oleofobik için düz yüzeylerdeki ıslanabilir durumlar. (e–h) Süperhidrofilik, süperhidrofobik, süperoleofilik ve süperoleofobik için pürüzlü yüzeylerdeki ıslanabilir durumlar. (i–l) Süperıslanabilirlik için farklı yapılandırmalar: (i) Wenzel modeli, (j) Cassie–Baxter modeli, (k) omnifobisite ve (l) üç fazlı diyagram (m) yüzeylerin ıslanabilirlik davranışı.

Kaynak: (Villegas vd., 2019); m için (Latthe vd., 2019).

Temas açısı ölçümü, bir sıvının bir yüzey üzerindeki ıslanabilirliğini karakterize etmek için kullanılan basit ama güçlü bir araçtır. Ancak, bu ölçümlerin yorumlanmasından büyük bir tartışma doğar ve 90° 'lik hidrofilik-hidrofobik sınırın herhangi bir fiziksel anlamı olup olmadığı tartışılır (Law, K.Y., & Zhao, H. 2016). Örneğin Berg ve arkadaşları hidrofilisite ile hidrofobisite arasındaki sınırın 65° civarında olduğunu ileri sürmüşlerdir (Berg vd., 1994). Bu sınır, fiziksel kimyanın çekim-itme kuvvetlerini araştırarak belirlenmiştir. İki yüzey arasında uygulanan kuvvetlerin ölçülmesi, yüzey kimyasını değiştirirken, suyun temas açısı $\sim 65^\circ$ olduğunda bir kuvvet düşüşü ortaya çıkarır (Berg vd., 1994; Wang vd., 2015).

Son birkaç on yılda, süperhidrofobik ve süperhidrofilik yüzeylerin üretimi ve uygulamaları katlanarak artan bir oranda araştırılmıştır. Şekil 4.2.e ve g'de, süper ıslatılabilir

yüzeylerin bazı örneklerini göstermektedir. Şekil 4.2 (e), suyun süperhidrofilik bir yüzeye yayılmasını gösterirken, Şekil 4.2 (f), suyun süperhidrofobik bir yüzeyde bir bilye şeklinde toparlanmasını göstermektedir. Benzer şekilde, Şekil 4.2.g ve h, bir süperoleofilik yüzeye yayılan vey süperoleofobik bir yüzeyde toparlanan bir yağ damlasını göstermektedir. Süper ıslatılabilirlik özellikleri normalde temas açılarına göre tanımlanır. Örneğin, süperhidrofobik bir yüzey, 150°'den büyük bir su temas açısı gösterir ve su damlasının küresel bir şekil almasına neden olur. Tersine, süperhidrofilik bir yüzeyde su yayılır ve 5°'den daha az bir temas açısı oluşturur (Villegas vd., 2019) Gerçekte, süperhidrofilik yüzeyleri karşılaştırırken, 5°'nin altında bir temas açısına sahip olmak yeterli değildir. Bu nedenle, araştırmacılar ayrıca su damlasının yüzeye yayılmasının ne kadar sürdüğünü bildirmektedir, burada daha hızlı bir yayılma daha hidrofilik bir altlık anlamına gelir.

Sıvı olarak yağ bazlı çözücülerin kullanıldığı ıslatılabilirlik temas açıları süperoleofobik ve süperoleofilik yüzeyler için sırasıyla $>150^\circ$ ve $<5^\circ$ olarak tanımlanı (Yuan & Lee, 2013). Law ve Zhao temas açılarının genel bir denklem yerine test edilen sıvıya göre ayarlanması gerektiğini öne sürmüş ve ayrıca, yüzey ıslanabilirliğinin statik temas açısına göre değil, ilerleyen ve gerileyen temas açılarına göre değerlendirilmesi gerektiğini ileri sürmüşlerdir (Law & Zhao, 2016). İlerleyen temas açısı (θ_{adv}), damlacığa hacim eklerken sabit bir damlacık üzerinde alınan en büyük dinamik temas açısıdır, gerileyen temas açısı (θ_{rec}) ise sıvı damlanın hacmi küçültülerek ölçülen en küçük dinamik temas açısıdır. Bu nedenle Law ve Zhao, 90°'den büyük su gerileme temas açılarında sahip olan yüzeyleri hidrofobik ve 145°'den büyük ilerleyen temas açısına sahip yüzeyleri süperhidrofobik olarak tanımlamışlardır. Mevcut organik çözücülerdeki büyük farklılıklar nedeniyle oleofobisite ve olofiliklik tanımlanması daha zordur. Islatılabilirliğin tanımında test sıvısının dikkate alınması gerektiğinden, Law ve Zhao heksadekan için oleofobisiteyi 124°'den büyük θ_{rec} sahip olmak ve 163°'den büyük θ_{adv} süperoleofobisitesi için sınırlar olarak belirlemişlerdir (Law & Zhao, 2016).

Süper-ıslanabilirlik davranışları, düz yüzeylerde olduğu gibi açıklamak mümkün değildir ve bu nedenle Young denklemiyle açıklanamazlar. 1936'da Robert N. Wenzel, Young denklemini yüzey pürüzlülük faktörü (r) içerecek şekilde değiştirmiştir ve Eşitlik 4.2'şeklinde tanımlamıştır. Eşitlik 4.2'de; r , katı yüzeyin gerçek yüzey alanı ile yansıtılan yüzey alanı arasındaki oranı tanımlar ve 1 ile 3 arasında değerler alır. Bu pürüzlülük faktörü (Şekil 4.2 (i)), Wenzel denkleminde (Eşitlik 4.2) gösterildiği gibi temas açısının değerini artırır. Burada, Wenzel temas açısı (θ_w) gelişmiş bir yüzey ıslanabilirliği gösterir. Sonuç olarak, Young'ın görünür temas açısı (θ_Y^*) 90°'den büyük olduğunda Wenzel temas açısı artar ve gelişmiş

hidrofobik özellikler gösterirken; $\theta_Y^* > 90^\circ$ 'den küçük olduğunda θ_w azalır ve gelişmiş hidrofilik özellikler gösterir. Yüzey pürüzlülük faktörünün 1 olması Wenzel denkleminin Young denklemine dönüştüğü mükemmel düz bir yüzeyi ifade eder ve yüzey pürüzlülük faktörünün 1'den düşük değerleri fiziksel olarak mümkün değildir.

$$\cos \theta_w = r \cos \theta_Y \quad (4.2)$$

Wenzel'in modeli oldukça kullanışlı olmasına rağmen deneysel olarak bulunan birçok temas açısını tahmin edememektedir. (Wang vd., 2015). Bu nedenle, 1944 yılında Cassie ve Baxter, heterojen kimyasal bileşime sahip düz bir topografya içeren yüzeyler için statik temas açısını açıklayan bir denklem formüle etmişlerdir. Homojen bir yüzey kimyasında, her yerde aynı kimyaya sahip bir yüzeyi temsil etmesine rağmen, heterojen bir kimyasal bileşimin, düzenleme düzenli olsun veya olmasın birden fazla yüzey kimyası içerir ve bu nedenle yüzeyin ıslanabilirlik özelliklerini etkiler. Cassie-Baxter denklemleri Denklem 4.3'de sunulmuştur, burada θ_c , Cassie temas açısını ve ϕ_i ve θ_i , sırasıyla sıvıyla temas eden bir malzemenin kesrini ve o malzeme üzerinde elde edilen temas açısını temsil eder. Bu denklemler daha sonra, hava ve su arasındaki temas açısının 180° olarak seçilmesiyle, hava paketçiklerinin bir sıvının altında hapsediği pürüzlü yüzeyleri açıklamak için benimsenmiştir.

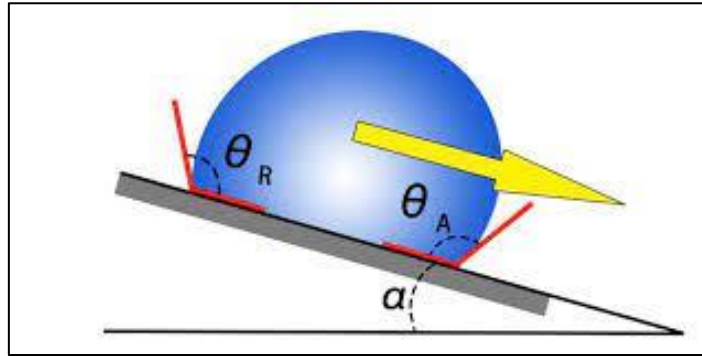
$$\cos \theta_c = \sum \phi_i \cos \theta_i ; \sum \phi_i = 1 \quad (4.3)$$

Wenzel ve Cassie-Baxter denklemlerinin her ikisinin birleştirilmesi, pürüzlü yüzeylerde süperıslanabilirlik için daha sağlam bir model ortaya çıkarmıştır. Bunu göstermek için Wolfram Demonstrations Projects, Cassie-Baxter ve Wenzel'in modelleri için denklemleri küresel başlık şeklindeki bir damlacık için işleyerek heterojen yüzeylerdeki su temas açıları için etkileşimli bir model oluşturmuştur (Choi vd., 2009) Bu model aşırı basitleştirilmiş olsa da, Wenzel ve Cassie-Baxter denklemlerinin ilkeleri açıklamak için yararlı bir araçtır: (a) Wenzel pürüzlülük oranı 1 olan bir yüzeye sahip olmak, Wenzel denklemlerini düz bir yüzey için Young denklemine indirger; (b) yüzey pürüzlülüğünün varlığında, temas açısı artar; ve (c) bir damlacık üzerindeki birden fazla yüzey kimyasının etkilerini, damlacıkla etkileşime girdikleri kesre göre gösterir (Choi vd., 2009). Bu model yalnızca iki yüzey kimyasını hesaba katacak şekilde donatılmış olmasına rağmen, Cassie-Baxter denklemlerinin birden fazla bileşim için genişletilebileceğini belirtmekte fayda vardır ve bu doğrultuda birçok deneysel ve teorik çalışma mevcuttur.

Omnifobik/amfifobik yüzeyler hem su hem de heksadekan(yağ) temas açılarının 90°'den büyük olması gerekir (Gogolides, vd., 2015). Ayrıca, süperomnifobik yüzeylerin elde edilebilmesi için hem süperhidrofobik hem de süperoleofobik koşulların sağlanması, yani hem su hem de düşük yüzey gerilimli yağlar için temas açılarının 150°'den büyük olması gerekmektedir (Gogolides vd., 2015). Şekil 4.2 (k), pürüzlü/gözenekli bir yüzey ve kimyasal bir kaplama sonrasında oluşan süperomnifobik bir yüzeyi göstermektedir. Bu yüzeyler, Şekil 4.2 (k,l)'de mor renkte gösterildiği gibi, genelde altlıkın yüzeyinin florokarbon bazlı bir kimyasal ile kaplanması ile üretilir. Florlu bileşiklerin kimyasal olarak inert olması ve yapışmaz özellikleri, yüksek oksijen kapasiteleri ve hidrokarbonlara kıyasla yüksek sıcaklık kararlılıkları nedeniyle ticari olarak kullanımı söz konusudur ve bu da onları biyomedikal uygulamalar ve endüstriyel koşullar için ideal hale getirir (Blin & Stebe, 2004; Horvath & Acena, 2024; Spahn, 1999). Öte yandan, flor bileşiklerinin parçalanmasının zor olması ve olumsuz çevresel etkileri nedeniyle, florür içermeyen, omnifobik yüzeylerin geliştirilmesine yönelik çabalar devam etmektedir.

Süperhidrofobiklik, yalnızca yüksek bir temas açısı anlamına gelmez, aynı zamanda belli eğimdeki (kayma açısı, α) eğimli bir düzlemde su damlasının ilerleyen ve gerileyen temas açılarının farkıyla verilen çok düşük bir temas açısı histerezisi (CAH) anlamına da gelir (Şekil 4.3). CAH matematiksel olarak Denklem 4.4 şekilde tanımlanabilir, CAH yüzeyin kimyasal heterojenliğinin bir göstergesidir (Atalay Gengec vd., 2016).

$$CAH = \theta_{adv} - \theta_{rec} \quad (4.4)$$

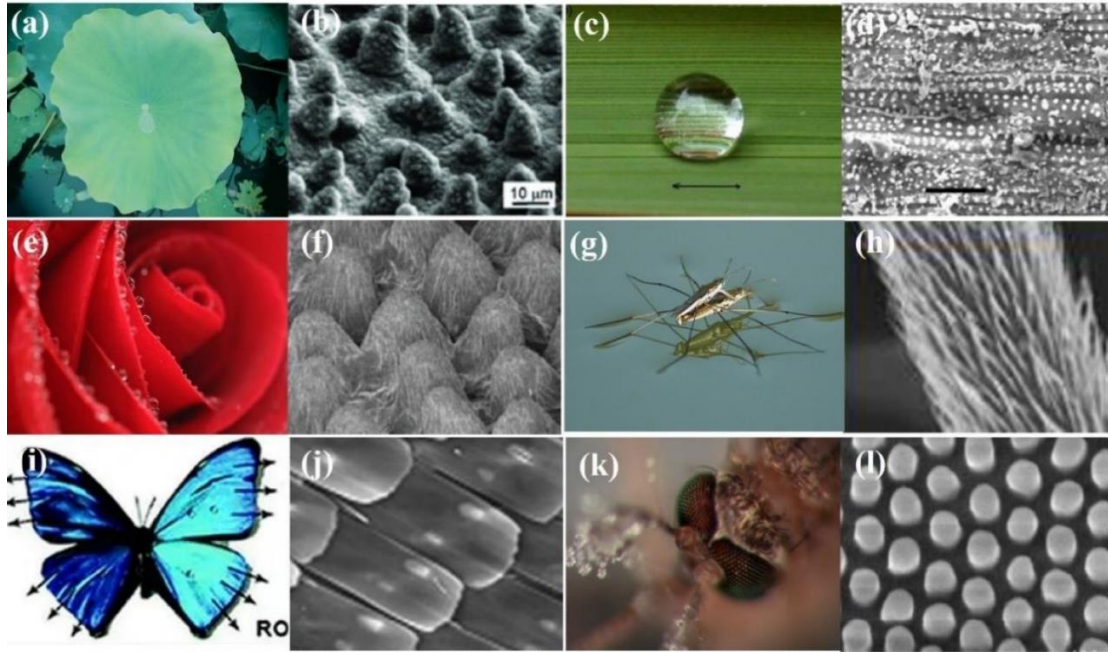


Şekil 4.3. Sıvı damlanın bir eğik yüzeyde hareketini içeren şematik gösterim.

Kaynak: (Yao vd., 2020)

Doğadan esinlenilerek (Biyo-benzetim) akıllı malzemelerin üretilebilirliğinde ıslatılabilirlik kilit bir parametre olup kontrol edilebilir ıslatılabilirlik davranışına sahip yüzeyler (duyarlı akıllı yüzeyler), hem temel bilimsel araştırmalar hem de akıllı malzemelerin pratik uygulamaları için önemli ve sıcak bir konudur. Biyo-benzetim yoluyla süperhidrofobik yüzey üretimi için uygulanan yöntemler ıslanma olayları ile ilgili temel prensipler baz alınarak

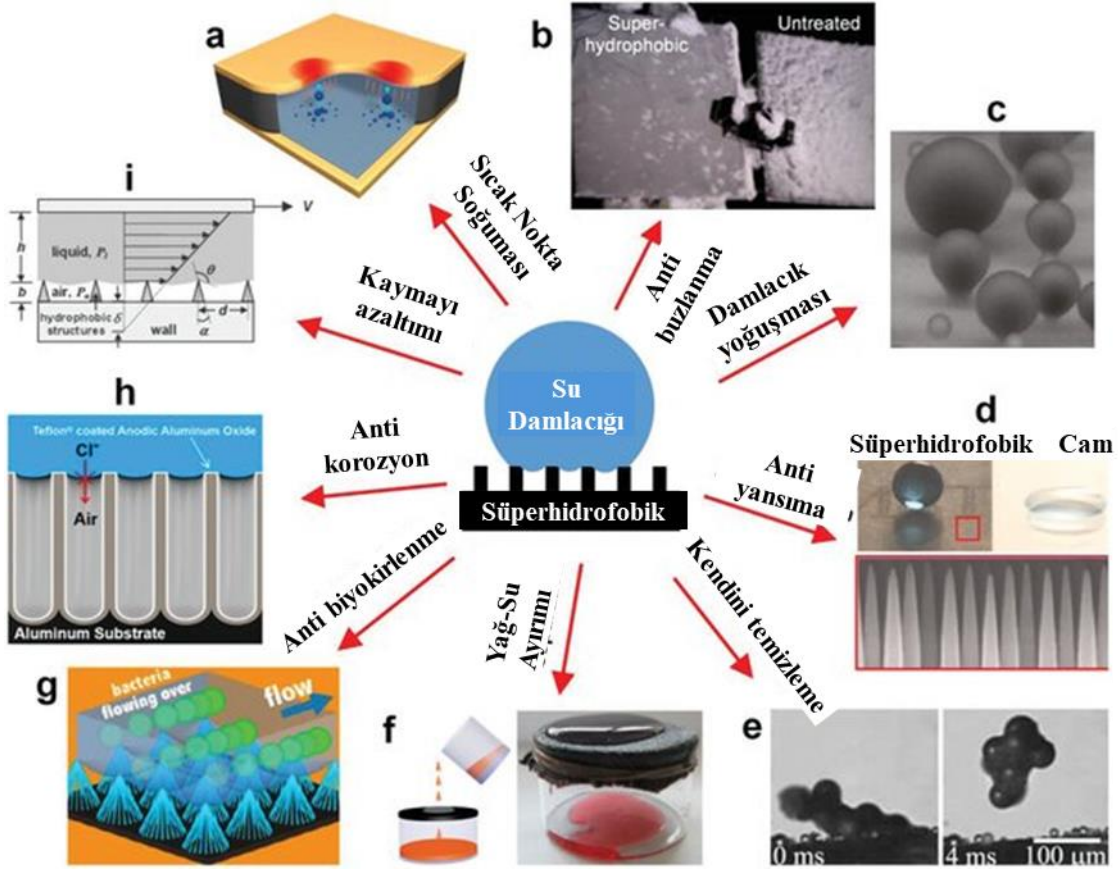
geliştirilmiştir. Süperhidrofobik yüzeylerin yani sıvı itici yüzeylerin kendi kendini temizleyen uygulamalar için, kullanımı onlarca yıldır araştırılmaktadır. Kendi kendini temizleyen yüzeyler genellikle doğadan esinlenerek modellenmiştir ve suyu ve diğer sıvıları itmek için hidrofobik veya omnifobik bir kaplama ile birlikte mikro ve nano dokulu yüzeylerden oluşur (Şekil 4.4).



Şekil 4.4. Doğadan esinlenerek geliştirilmiş süperhidrofobik yüzeylere örnekler. (a,b) Lotus yaprağı ve SEM görüntüsü, (c,d) Pirinç yaprağı ve SEM görüntüsü, (e,f) Gül yaprağı ve SEM görüntüsü, (g,h) su yürüyüşçüsü bacağı ve SEM görüntüsü, (i,j) Kelebek kanadı ve SEM görüntüsü, (k,l) Birleşik gözlü sivrisinek ve SEM görüntüsü.

Kaynak: (Liu vd., 2023)

Kendi kendini temizleyen yüzeyler, cihaz/ekipman yüzeyindeki partikülleri temizleyebilir, buz çekirdeklenmesini ve yayılmasını azaltabilir ve bir hava tabakasının hapsolmesi yoluyla deniz biyolojik kirlenmesini önleyebilirler (Yu, vd., 2015; Li vd., 2016; Kim vd., 2013). Süperhidrofobik yüzeyler çok fazla araştırılan ve birçok uygulama alanı bulmuş özel tasarımlardır (Şekil 4.5). Bununla birlikte, kolayca ölçeklenemeyen oldukça karmaşık tasarımları, zarar görmeye eğilimli olmaları ve mekanik hasar, tutarsız üretim süreçleri, düşük yüzey gerilimli sıvıların uygulanması, yüksek basınç çarpması veya yüksek sıcaklık uygulamaları sırasında damlacık sabitlemesinin meydana gelebilmesi gibi dezavantajlar barındırırlar (Sunny vd., 2014). Bu dezavantajların giderilmesinde kayganlaştırıcı sıvı emdirilmiş yüzeyler iyi bir alternatif olabilir.

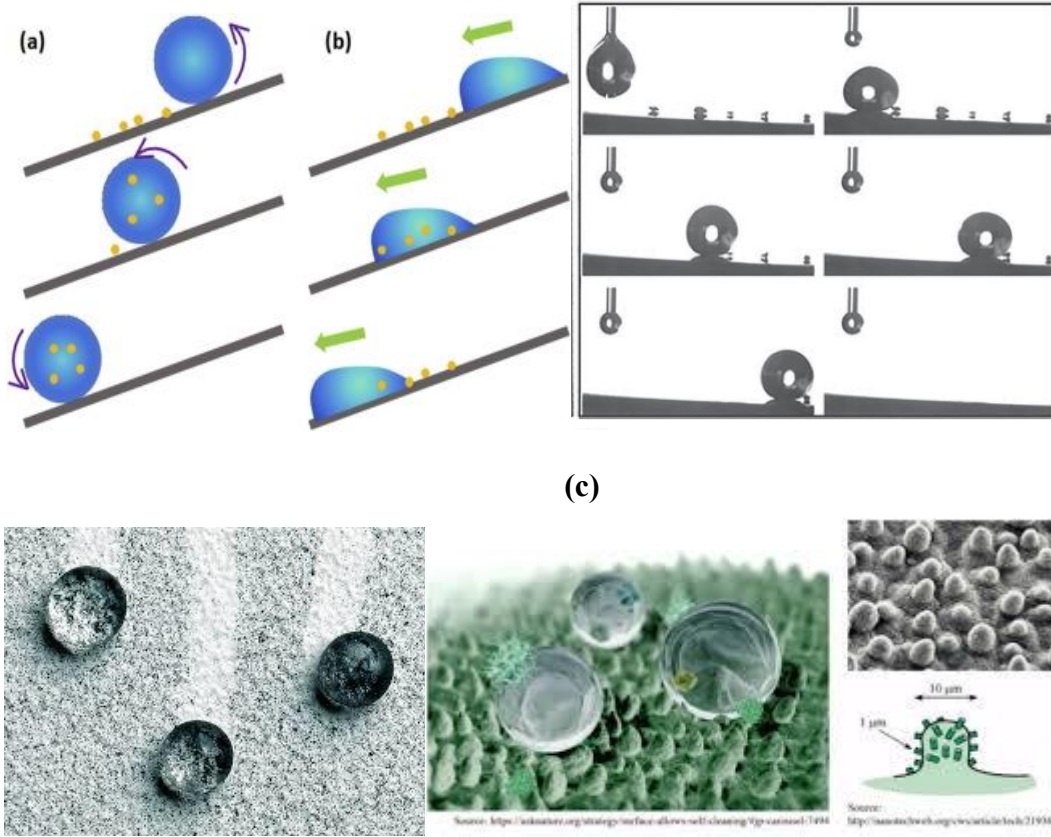


Şekil 4.5. Süperhidrofobik yüzeylerin uygulama alanlarına örnekler.

Kaynak: (Jiang & Choi, 2020)

4.2. Kaygan Yüzeyler

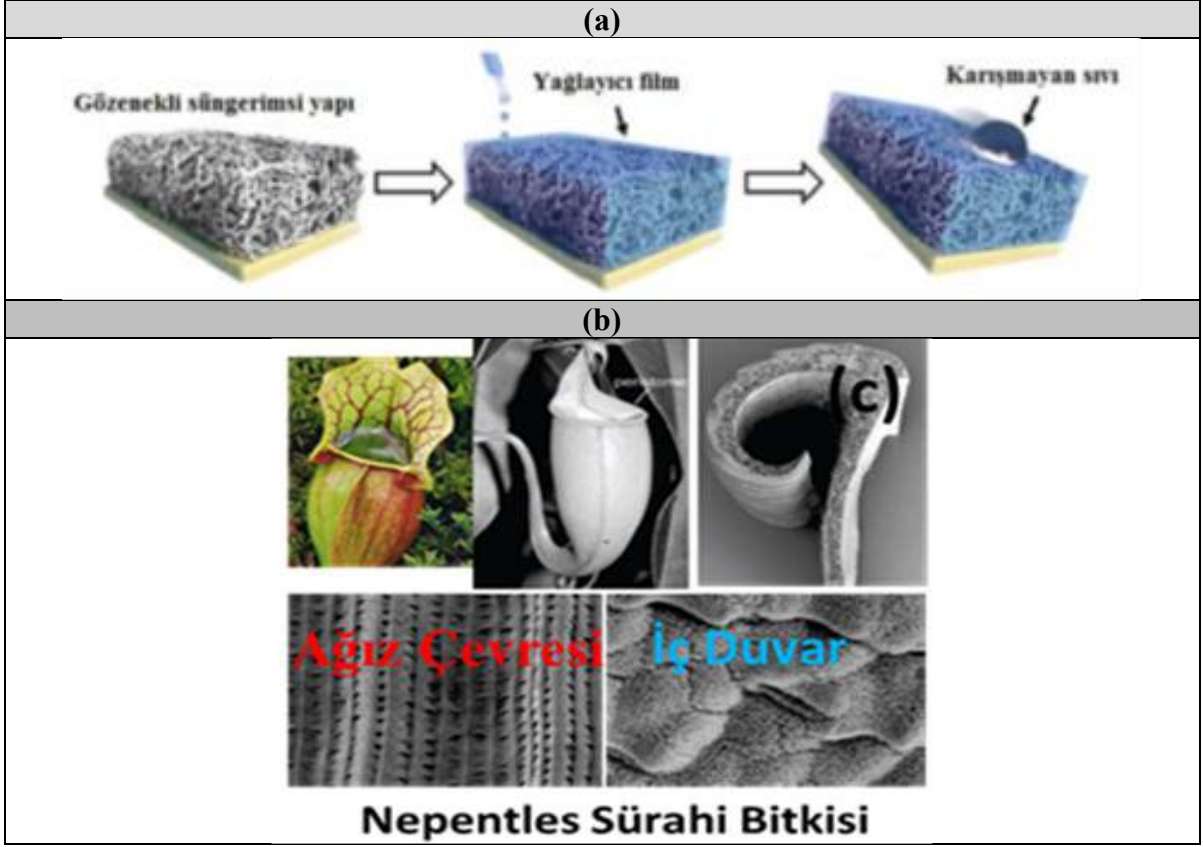
Doğada yer alan süperhidrofobik nilüfer yaprağı, kendi kendini temizleme özelliği olmasından dolayı üzerindeki pislikleri temizlemektedir (Şekil 4.6). Bununla birlikte, kendini temizleyen yüzeyler, yüksek sıcaklık, basınç, nem, hidrodinamik kesilme ve düşük yüzey gerilimli sıvılara maruz kalma durumunda, sıvıları iterek kaçma eğilimi gösteren sıkışmış havaya karşı direnç gösterir. Bu durum, kendini yenileme özellikleri olmadığı için sıvı itici işlevlerinin kaçınılmaz bir şekilde bozulmasıyla ve yüzeylerinin deforme olmasıyla sonuçlanır (Tuteja vd., 2007; Lafuma & Quéré, 2003; Liu vd., 2009). Süperhidrofobik yüzeylerin kendini yenileme özelliğinin olmaması ve deformasyona ya da basınca karşı yeterli dayanıklılıkta olmaması nedeniyle birçok çalışma yapılmıştır. 2011 yılında, süperhidrofobik yüzeylerin dezavantajlarını ortadan kaldıran ve Aizenberg ve grubu tarafından doğadan esinlenilerek üretilmiş olan kaygan sıvı emdirilmiş gözenekli yüzeyler (Slippery liquid-infused porous surface-SLIPS) geliştirilmiştir.



Şekil 4.6. Kendini temizleme mekanizmasının şematik ve deneysel görseli ve lotus yaprağının kendini temizlemesine örnekler.

Kaynak: a ve b için (Zhang vd, 2016) deneysel görsel için (Wandelt, 2012).; c için (<http2>)

Aizenberg ve grubu tarafından geliştirilen ilk SLIP yüzeyler (Wong, 2011), böcekçil Nepentles sürahi bitkisinin yüzeyinden esinlenilerek epoksi reçinesi bazlı gözenekli yapı ve teflon nanofiber membran yüzeyine Fluorinert FC-70 kodlu florlu solventin (perfluorotri-n-pentylamine) yağlayıcı olarak emdirilmesi ile hazırlanmıştır. Böylece altlık yüzeyinde düşük yüzey enerjili fiziksel olarak pürüzsüz ve kimyasal olarak homojen bir kayganlaştırıcı film oluşturulmuştur. Elde edilen bu yüzeyler, anti-buzlanma, anti-kirlenme, anti-korozyon, anti-bioadhezyon ve kendini temizleme gibi mükemmel özelliklere sahiptir (Jinkai vd., 2021). Şekil 4.7’de Aizenberg ve grubunun oluşturduğu SLIP yüzeylerin tasarımına yönelik sistematik prosedür gösterilmektedir.



Şekil 4.7. Aizenberg ve grubu tarafından SLIP yüzeylerin dizaynına yönelik sistematik prosedür ve Nepenthes Sürahi bitkisine ait dijital ve SEM görüntüleri.

Kaynak: (Wong vd., 2011; Chen vd., 2016)

SLIPS yüzey oluşumu için karşılanması gereken 3 şart vardır (Yang vd., 2015):

- Yüksek kılcal etki gösterebilen yağlayıcının stabil bir sıvı kaplama olarak tutunabileceği mikro/nano ölçekli pürüzlü yapıya sahip hidrofobik bir katı yüzey gereklidir.
- Yağlayıcı dış ortamla, örneğin su fazıyla karışmamalıdır.
- Yağlayıcı ve pürüzlü alt tabaka arasındaki afinitenin, ortam ve alt tabaka arasındakinden daha yüksek olması gerekir.

Alttaki gözenekli tabaka yapısına sızarak kuvvetle tutunmuş olan ve dış yüzeyde yer alan yağlayıcı moleküller arasında Van der Waals kuvveti olduğundan, yağlayıcı/alt tabakanın dışında çok ince bir sıvı film bulunur (Qiu vd., 2014). Dış yüzeydeki kitlesel sıvının aksine, ince film, yüzey üzerine sıkıca yapışarak ve kompozit yapıyı oluşturur, bu nedenle “sabit sıvı” olarak kabul edilebilir. Akışkanlığı ve düşük yüzey enerjisini birleştiren SLIPS, kendi kendini temizleme, buzlanmayı önleme vb. gibi birçok alanda olağanüstü performans gösterir (Qiu vd., 2014). Deneysel bir çalışmada, çinko fosfat kaplamanın floroalkilsilan (FAS) etanol çözeltisi

ile modifikasyonu ve Krytox 100 yağlayıcının gözeneklere tamamen doldurulması sonrası 156.6°'lik büyük bir su temas açısı veren süperhidrofobik ve kaygan kaplama elde edilmiştir. Bunun sonucunda, yumuşak çelik yüzeye kıyasla korozyona yedi kat dayanıklı olduğu, altı hafta NaCl çözeltisine daldırıldıktan sonra dahi %99,99'dan yüksek verimlilikle korozyon koruması ile mükemmel uzun vadeli stabilitesi yanında antibakteriyel, buzlanma önleyici olarak kullanılmak için büyük potansiyeli olduğu görülmüştür (Xiang vd., 2018).

Superhidrofobik yüzeyler sıradan kaplamalara kıyasla oldukça ileri düzey anti-korozyan özelliği gösterse de dayanıklılığın sürekliliği anlamında zayıftır (Xiang vd., 2021). Çünkü, bozulma bir kez oluştuğunda, (örn.) su istilası devam edecek ve komşu alana yayılacaktır (Qiu vd., 2014). Bu nedenle kendi kendini tamir eden SLIPS yüzeylerin geliştirilmesi yoluna gidilmiştir (Xiang vd., 2021).

Denizcilik uygulamalarında karşılaşılan en büyük sorun tuzlu ortamının neden olduğu korozyondur ve süperhidrofobik yüzeyin buna karşı dayanımı sınırlıdır (Yang vd., 2015). Çünkü havanın kılcallık etkisi ile hava-katı arayüzeyinde oluşan “kılcallık basıncı” sayesinde deniz suyunun süperhidrofobik yüzeye penetrasyonu geçici süreyle engellenir (Tuo vd., 2017). Ancak tuzlu su ortamına daldırma uzun zaman aldığına, sıkışan hava yavaşça harici su ortamına yayılım yaparak katı yüzeyi korozyona açık hale getirir (Yang vd., 2015). Deniz suyu ortamında karşılaşılan en büyük sorunlardan bir diğeri yüzeyin organik maddeler ile kirlenmesi ya da kaplanmasıdır. (Tuo vd., 2017). Her iki durum için süperhidrofobik yüzeyin kaygan hale getirilmesi tuzlu su ortamında yüzeylerin korunmasını büyük oranda geliştirmektedir. Buna dair Yang ve Tuo ayrı ayrı yürüttükleri çalışmalarında farklı altlıklar üzerine farklı kaygan yüzey uygulaması yaparak yüzeyin başarısını ortaya koymuşlardır (Yang vd., 2015; Tuo vd., 2017).

Yang ve diğerleri, düşük alaşımlı çeliğe (LS) tetradekanoik asit (0.1 M) ve lityum perklorat (LiClO_4) içeren etanol (elektrolit) çözeltisinde 25V potansiyelde karşı elektrod platin-niyobyum tel olmak üzere elektroliz işlemi uygulayarak yüzeyde demir tetradekanoat (TAH) oluşumu sağlamış ardından bu yüzeye kaygan yüzey özelliği kazandırmak için perflorlanmış kayganlaştırıcıya (PFL) daldırılmış, PFL/TAH/LS kompozitinden oluşan kaygan yüzey elde edilmiştir (Yang vd., 2015).

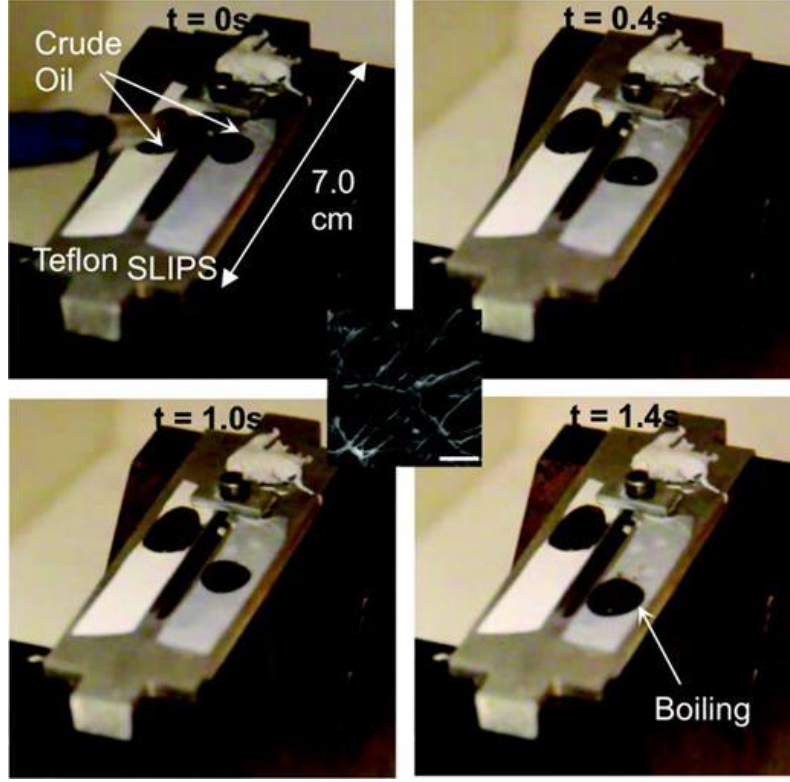
Deniz suyu ortamında korumanın amaçlandığı bir diğer çalışmada (Tuo vd., 2017) konsantrasyonu 1 M HCl ve 0.2 M CuCl_2 olan çözeltide dağlanmış Al folyo altlık olarak kullanılmıştır. Dağlanan Al folyolar 350°C'de 10 dakika kurutulmuş yüzeyde hidrojen bağlarının oluşması sağlanmış ve $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2$ ve $\text{C}_6\text{H}_{12}\text{N}_4$ çözeltisi içinde 95°C'de 3 saat

tutularak hidrotermal sentezleme işlemi yapılmıştır. Oluşan süperhidrofobik yüzey 120°C'de %5'lik floroalkilsilan (FAS)-etanol çözeltisinde 1 saat modifiye edilerek süperhidrofobik özelliği artırılmıştır. Sonrasında Krytox100 (20 µL) kayganlaştırıcı sıvısı, yüzeye pipetle uygulanarak kaygan yüzey elde edilmiştir. Yapılan çalışmada, kayganlaştırılmış yüzeyin, alkali ortam olan tuzlu suya karşı üstün yüzey koruması sağlandığı görülürken, HCl gibi bir asidik ortamda süperhidrofobik yüzeyin daha başarılı olduğu ortaya konmuştur.

4.3. Kaygan Yüzeylerin Akıllı Uygulamaları

Kaygan yüzeylere ait ileri uygulamalar, bu yüzeylerin dış uyaranların etkisiyle çeşitli davranışlar sergilemesini sağlayarak akıllı tepki davranışı sergilemesi esasına dayanır. Bazı yüzeyler dış uyaranlara maruz kaldıklarında ıslanabilirlikte önemli bir değişiklik gösterir. Örneğin, sıcaklık, ışık, elektrik alanı, ısı, pH seviyesi veya gerinim bir dış uyaran olabilir (Goswami vd., 2021). Sıvı damlacıklarının aktif kontrolü, uyaran-tepki platformları kullanılarak sağlanabilir ve sıvı ile aşılınmış yüzeylerle birleştirildiğinde, dinamik ve karmaşık damlacık işleme sistemleri için bir dizi olanak sunar (Regan & Howell, 2019).

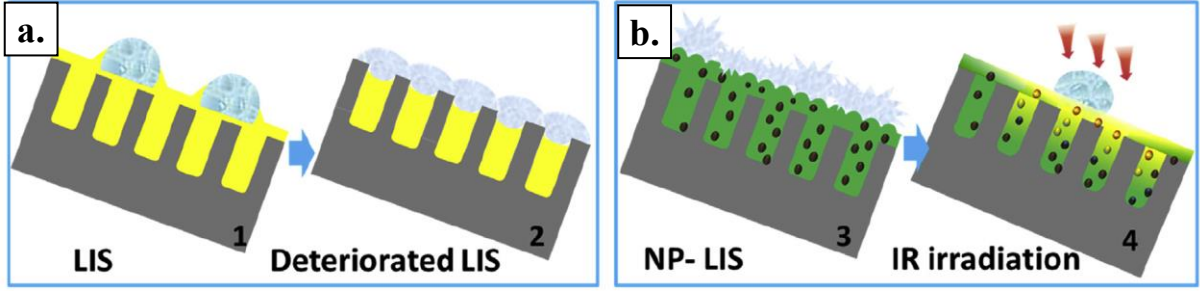
Termal uyaranlarla damlacık manipülasyonu, pasif yapısal yaklaşımdan ayrılan ilk yöntemdir. Örneğin, Krytox 105 yağlayıcı sıvısının teflon membran üzerine emdirilmesi ile hazırlanan SLIP yüzeyin termal uyarılma sonrasında sıvı damlacık kayma hızının değişimini inceleyen bir çalışmada (Şekil 4.8); sıvı damlacık kayma hızı kontrolünde 200°C'yi aşan sıcaklıklarda, oda sıcaklığına kıyasla damlacık hızının 1000 kat arttırdığı bulunmuştur. Ayrıca, 70°C'den 20°C'ye bir gradyan kullanan bir çalışma, soğuk uçtan sıcak uca beş kat artarak değişen bir damla kayma hızı değişimi göstermiştir (Regan & Howell, 2019). Sonuç olarak Krytox 105 ile infüze edilmiş bir Teflon membranının (SLIPS) 200°C'de 50 µl ham petrolü kolayca püskürttüğü çıplak Teflon membranda ise ham petrol damlacığının yüzeye sabitlendiği belirlenmiştir (Şekil 4.8). Ayrıca, ham petrol damlacığı kaynamaya başladığında bile sıvı itici kalmıştır ki bu durum süperhidrofobik olan Teflon yüzey için geçerli değildir.



Şekil 4.8. Petrol sıvı damlasının süperhidrofobik Teflon yüzey ve SLIP teflon yüzey üzerinde kayma hızındaki değişim.

Kaynak: (Daniel vd. 2013)

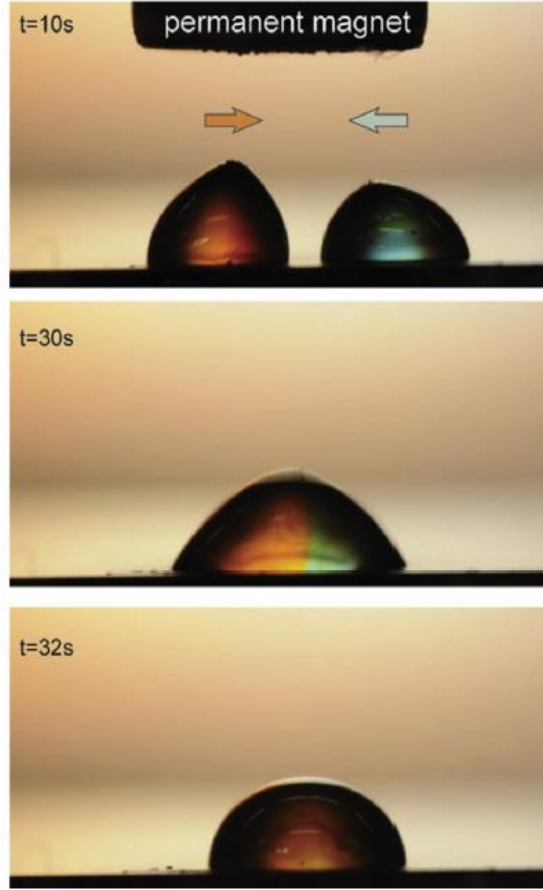
Wu ve diğerleri (Wu vd., 2020) 5 W güç ve 808 nm dalga boyuna sahip IR etki altında foto termal olarak tetiklenebilen katı yağlayıcı emdirilmiş gözenekli bir yüzeyde buzlanmayı önleme çalışmalarını rapor etmişlerdir (Şekil 4.9). Fe_3O_4 nanoparçacıklarının ve kakao yağının bir karışımı olan katı yağlayıcının, $46^\circ C$ 'ye ısıtılmasıyla ergidiğini ve hasarlı bölgeleri tekrar kaplayarak onardığını belirtmişlerdir. Fe_3O_4 nano parçacıkları, H_2SO_4 (100m, 0.5mmol/l, pH=3), $FeCl_3 \cdot 6H_2O$ (5.41 g), $FeSO_4 \cdot 7H_2O$ (2.80 g) karışımında $60^\circ C$ 'de 10 dakika karıştırılarak elde edilmiştir. Daha sonra oleik asitte modifiye edilen Fe_3O_4 nano parçacıkları (5g) kakao yağı (10g) ile $60^\circ C$ 'de, 10 dakika, 300d/d hızda karıştırılarak katı yağlayıcı elde edilmiştir. Yağlayıcının uygulandığı yüzey olarak, 210V DC ve $0^\circ C$ şartlarında fosforik asit çözeltisinde iki kez anodize edilen Al folyodur. Bu yöntemle yüzeyde anodize alüminyum oksit tabakası oluşturulmuştur. Daha sonra deiyonize su (8ml), etanol (92ml) karışımına batırılarak 30 dakika süreyle modifiye edilen altlık üzerine, katı yağlayıcının vakum ortamında emdirilmesi sağlanmıştır. Anti buzlanma deneyi aşamasında 7.3kPa olan buz yapışma mukavemetinin fototermal uyarıcı ile 0.3kPa'a gerilediği görülmüştür.



Şekil 4.9. a. Yağlayıcı emdirilmiş yüzeyin bozulması halinde buzlanma davranışı, **b.** fototermal duyarlı yağlayıcı yüzeyinin kendi kendini iyileştirme mekanizması sayesinde anti buzlanma davranışının şematik gösterimi.

Kaynak: (Wu vd., 2020).

Dış uyarılara tepki olarak değişen geometrilere sahip uyarlanabilir materyaller geliştirmek, ilgili fiziksel kuvvetler ile ortaya çıkan morfolojiler arasındaki bağlantılara ilişkin temel bilgiler sağlar ve teknolojik olarak ilgili dinamik sistemler için bir temel oluşturur. Genel örnekler olarak, duyarlı jeller, şekil hafızalı polimerler, sıvı kristaller manyetik olarak aktive edilebilen kaygan yüzeyler vb. hibrit kompozit yüzey başlıkları altında arayüzey özelliklerini kontrol etme anlamına gelen, yeniden yapılandırılabilir yüzey adı altında araştırılmaktadır (Wang vd., 2018). Son zamanlarda yapılan çalışmalarda, damlacık ve hatta parçacıkların kontrolünde benzersiz sonuçlar elde etmede manyetik tahrikli sistemlerin yetenekleri görülmüştür. Manyetik olarak tahriklenen kayganlaştırıcı emdirilmiş bir sistemde, manyetik alana maruz kaldığında hareket ettirilebilen ve şekillendirilebilen sıvı, ferroakışkan oluşturmak için manyetik nanoparçacıklarla aşılınmış haldedir. Bu yaklaşımı kullanarak, zayıf manyetik alanlar bile damlacıkları dikey olarak uzatabildiği, damlacık birleşmesinin indüklenildiği (Şekil 4.10) ve damlacık hareketinin yönlendirebildiği gösterilmiştir (Regan & Howell, 2019). Yapılan başka bir çalışmada, uygulanan bir manyetik alan gradyanı, ferroakışkanın içinde asılı duran manyetik nanoparçacıkların hareketinin indüklenmesi sağlanmış ve ferroakışkanın önce yukarı ve sonra mikro yapıly yüzey içine doğru mikro ölçekli geri akışı sağlanabilmiştir (Wang vd., 2018).



Şekil 4.10. Renklendirilmiş iki su damlasının ferro-sıvı emdirilmiş yüzeyde manyetik manipülasyon.

Kaynak: (Regan & Howell, 2019)

Kayganlaştırıcı emdirilmiş yüzeylerde damlacık hareketini manipüle etmek için bir yöntem olarak elektrik stimülasyonu diğer bir uygulamadır. Gerçekleştirilen çalışmada, yüzey altlığı olarak indirgenmiş grafen oksit filmleri kullanıldığında, su damlacıkları için 10 V'un altında ve KCl damlacıkları için 2 V'un altında sabitlemenin sağlandığına değinilmiştir (Che vd, 2017). Silikon yağının, florine edilmiş silan (SiH_4) tabaka ile kaplanmış florlu bir membran üzerinde infüzyon sıvısı olarak kullandığı diğer bir çalışmada, yüzeydeki bir damlacığın temas açısını değiştirmek için gereken voltaj muhtemelen yüzey-emdirilmiş sıvı arasındaki uyumsuz kimyanın neden olduğu yüksek yüzey ıslanmasına sebebiyle voltajın >100 V'tan 5 V'a düşürülmesi gerektiği belirtilmiştir. Damlacık sabitleme ve temas açılarının manipülasyonunun ötesinde, damlacıkların şeklinin ve dinamiklerinin manipülasyonunu kolaylaştırmak için sıvı emdirilmiş yüzeyler de kullanılmıştır. Kas dokusuna benzer sıvı emdirilmiş dielektrik elastomerler kullanılarak damlacıkları dikey olarak uzatmak, damlacık içinde salınımlara neden olmak, hızlandırılmış çoklu damlacık çarpışmalarını ve karışmasını sağlamak ve hatta damlacıkları yüzeyden dikey olarak itmek mümkün olabilmektedir (Şekil 4.11) (Oh vd, 2019;

Regan & Howell, 2019). Elektriksel olarak iletken yüzeye sahip nano gözenekli membranlar, uyarılara duyarlı malzemelerin önemli bir sınıfını temsil eder ve yüzey potansiyelinin değişimiyle iyonik seçicilik, iletkenlik ayarlamada güçlü bir araçtır. Bu özellikleri sayesinde, nanofiltrasyon, (ters) elektrodializ, elektrokimyasal sensörler ve nanoakışkan cihazlar alanında uygulanabilirliği mevcuttur. Tetiklenebilir iyonik seçicilik, deneysel çalışmalarda çokça yer almaktadır (Ryzhkov vd., 2021).



Şekil 4.11. Damlacıkların elektrikle uyarılması. 14 kV voltaj genliği ile 23 ila 261 Hz arasında değişen frekanslarda yatay olarak yerleştirilmiş dinamik olarak çalıştırılan bir poroelastik film üzerinde 20 ml'lik bir su damlasının farklı salınım modlarını gösteren resimler. Periyodikliğin dörtte birlik bir zaman aralığında her bir kendi kendine salınım moduna ait görsel.

Kaynak: (Regan & Howell, 2019)

Bir diğerk kullanım örneđi tıbbi uygulamalarda çok işlevli hidrojel kaplamaların belirlenen hedef bölge odaklı biyoaktif ajanların kullanılmasıdır. Vlodkova ve diğerkleri, (Vladkova vd., 2020) patojenin neden olduđu idrar pH'ı yükselmesini, 2-hidroksietil metakrilat ve vinil işlevli nalidiksik asit türevlerinin hidrojel ilaç dağıtım sistemlerinden "akıllı" antimikrobiyal salımı için bir tetikleyici olarak kullanılabilirdiđini ifade etmişlerdir. Ayrıca, uyarılara yanıt veren polimerlerin, ilaç hedeflemesinde makrofaj, bakteri ve/veya biyofilm hedefli nano taşıyıcıların yanı sıra temas anında bakteriyi öldürücü yüzey anlamına gelen tetiklenebilir biyokirlenme önleyici özelliklere sahip tıbbi cihazların tasarımı için yeni ve uygun araçlar olduđunu vurgulamışlardır. Bu yüzeyleri sağlamadaki temel strateji düşük/yapışkan olmayan kaygan yüzeylerle toksik olmayan biyokirlilik kontrolüdür.

Çevreden gelen uyarılara tepki verebilen akıllı kaplamalar, örneđin yüzey buzlanması üzerine donma önleyici madde salan kaplamalar dikkat çekmektedir (Shen vd., 2019). Buna örnek bir çalışmada tropik kurbağalardan esinlenerek Sun ve arkadaşları, dış uyarılara tepki olarak fonksiyonel sıvılar salan buzlanma önleyici kaplama geliştirmişlerdir. Bu buz fobik yüzey, buzlanma ile uyarıldığında bir antifriz sıvısı salan, üstte gözenekli bir süperhidrofobik epidermis ve altta antifriz için bir rezervuar içeren iki katmanlı bir yapıdan oluşmaktadır. Bu yapıyı taklit etmek için, bir naylon membran üzerine polimerik süperhidrofobik kabuklar (Hydrobead) püskürtülmüş ve dermis tabakasına propilen glikol nüfuz ettirilmişdir. Yüzeyde buz veya kırađı oluştuğunda, antifriz sıvısı yavaş yavaş alt tabakadan salınarak buz ile yüzey arasında bir tabaka oluşturarak buz ve kırađıyı eritmiştir. Bu çalışma sonucunda elde edilen yüzeyin diğerk buz fobik yüzeylere göre altı kat daha uzun süre dayandıđı görülmüştür (Heydarian vd., 2021).

Dış uyarılara tepki veren kaygan yüzeylerin kendi kendini onarması şeklindeki akıllı davranışların birçođu, serbest (yüzeye bağlanmamış) yağlayıcılar üzerindedir ve farklı stratejilere dayanır. Organojel bazlı veya hidrojel bazlı sistemlerin kullanılması, katı iskelelerden daha kolaydır. Tipik olarak, çapraz bađlı polidimetilsiloksan (PDMS) veya başka bir çapraz bađlı elastomere dayalı sistem kullanımı yaygındır. Çapraz bađlı bir, PDMS matrisinin "serbest" bağlanmamış yağ ile yağlayarak "kaygan" özellikler kazandırılması bir örnektir. Genelde, mükemmel kimyasal uyumluluđunu ve geniş viskozite aralıđını kimyasal özelliklerini deđiştirmeden korumaları nedeniyle silikon veya mineral yağları seçilmektedir. Bununla birlikte, biriken damlalar yağlayıcı tarafından çevrelenebilir ve üzeri kaplanabilir. Bu nedenle, hareketli damlalar, kayganlaştırıcı emdirilmiş yüzeyden döküldüklerinde

kayganlaştırıcıyı zamanla çıkarır. En üst bölgedeki yağlayıcı konsantrasyonu azalır. Bu, azalan düşme hareketliliği ile birlikte artan sürtünmeye yol açar (Baumli vd., 2021).

Farklı yağlayıcı ve malzeme kombinasyonlarına ait temas açısı, buz yapışma kuvveti arasındaki ilişki Tablo 4.1’de, farklı çalışma sıvıları ile yağlayıcıların karıştırılabilirliği Tablo 4.2’de gösterilmektedir.

Tablo 4.1. Farklı yağlayıcılarla ilişkili çeşitli malzemelerin buzlanma önleyici özellikleri.

Malzeme	Yağlayıcı	Temas Açısı (°)	Buz adhezyon mukavemeti (kPa)
PP dokunmamış Kumaş (Metal organik çerçeve)	Si-Oil	92	20
SiO ₂ Selüloz asetat fiber	Krytox-100	115	17
PDMS matris	Si-Oil	–	20
PDMS jeller	Perfluoroalkan balmumu	97	19.6
PDMS matris esaslı hibrit	Silikon	80	28.7
PDMS	Dimetil Si-Oil (PMX-200)	97	15–25
PTFE-PVDF membrane	PDMS	95	15.6
PTFE-PVDF membrane	Ethyl oleate 64	19.2	[88]
PTFE-PVDF membrane	PFPE 100	13.9	[88]
PVDF-SiO ₂	Si-Oil	101	19
PVDF-SiO ₂	Si-Oil	106	24
Anodik alüminyum oksit	Oleik asit-Fe ₃ O ₄ (katı)	135	7.3
Anodik alüminyum oksit	Oleik asit-Fe ₃ O ₄ (Sıvı)	122	0.3
PDMS ağ	Si-Oil	93	14.3
PVDF-co-HFP	Polikloro-Trifluoroetilen (PcTFE)	108	1
PVDF-co-HFP	Si-Oil	98	1.1
PVDF-co-HFP	Sıvı Parafin	98	0.65
PDMS	Fıstık yağı	104	16–22
PVP@SiO ₂	Krytox-100	110	18
PDMS-AAO	Si-Oil	104	22

Kaynak: (Prakash & Prasanth, 2020).

Tablo 4.2. Farklı çalışma sıvıları ile yağlayıcıların karıştırılabilirliği. Yeşil, birbirleriyle karışmaz (I), sarı, gecikmeli ayırmayı (DS), kırmızı karışabilir (M) anlamına gelmektedir.

Yağlayıcı	Çalışma Sıvısı							Perfloro- hekzan
	Su	Etilen Glikol	Etanol	IPA	Pentan	Hekzan	Toluen	
Krytox 1506	I	DS	I	I	I	I	I	M
Krytox 1525	I	DS	I	I	I	I	I	M
Krytox 16256	I	I	I	I	I	I	I	M
Carnation	I	I	I	M	M	M	M	I
Si-Oil 5	DS	DS	M	M	M	M	M	I
Si-Oil 100	I	DS	DS	M	M	M	M	I
Si-Oil 500	I	DS	DS	M	M	M	M	I
Si-Oil 1000	I	DS	DS	M	M	M	M	I

Kaynak: (Prakash & Prasanth, 2020)

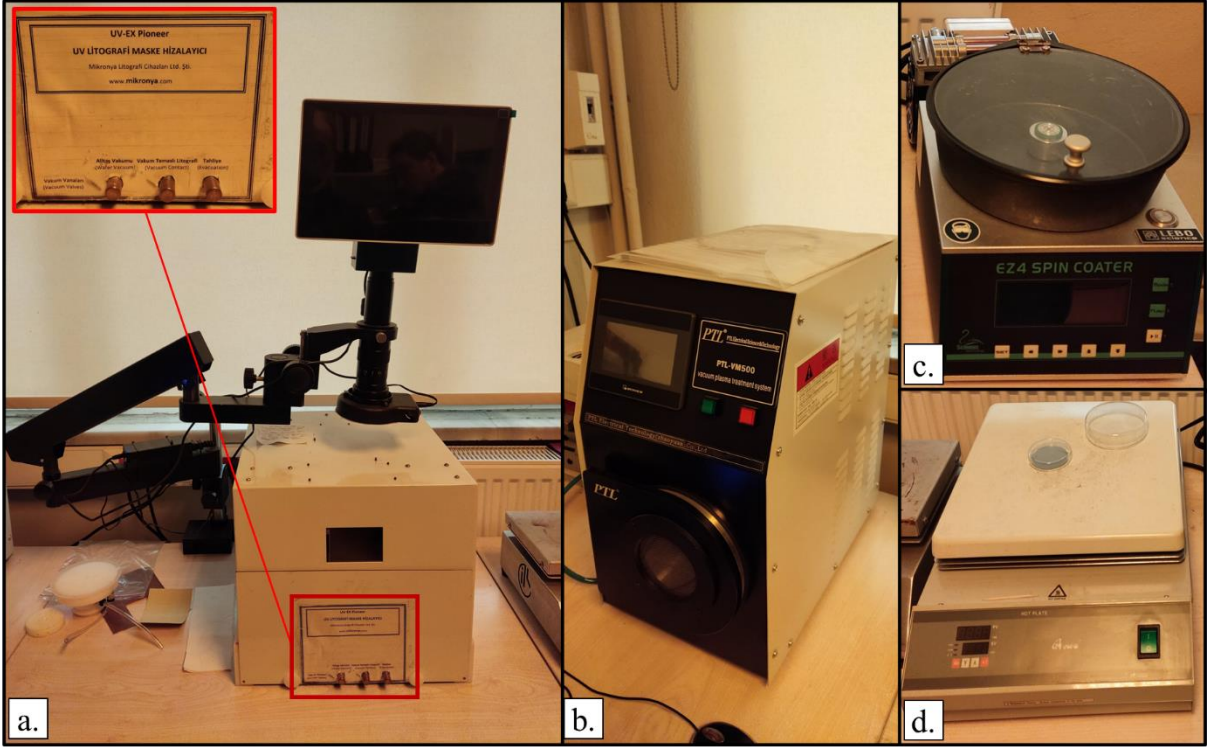
5. MATERYAL ve YÖNTEM

5.1. Altlıkların Hazırlanması

Tez kapsamında altlık malzeme olarak standart cam (76x26 mmxmm), pürüzlü cam (76x26 mmxmm) ve mikro-desenlenmiş PDMS kalıplar kullanılmıştır. Standart cam ve pürüzlü camlar ticari olarak Sigma Aldrich Türkiye’den satın alınmıştır. Pürüzlü camların pürüzlülük değeri Image-j programı yardımıyla optik mikroskop görsellerinden $Rz \approx 64 \mu m$ ($Ra \approx 12.5 \mu m$) olarak bulunmuştur. Mikrodesenli PDMS kalıplar ise litografi yöntemiyle üretilen Si-wafer kalıplardan PDMS kalıpların çoğaltılması ile üretilmiştir. Altlıkların hazırlanması aşamasında genel olarak; altlıkların temizlenmesi, altlıklara kaplamaların yapışmasını destekleyecek optimum hidrofobluk derecesinin sağlanması için yüzey modifikasyonu işlemleri gerçekleştirilmiştir.

5.1.1. Litografi Yöntemi Kanallı ve Silindirik Pillarlar ile Donatılmış Mikro Desenli Şablonların Üretimi

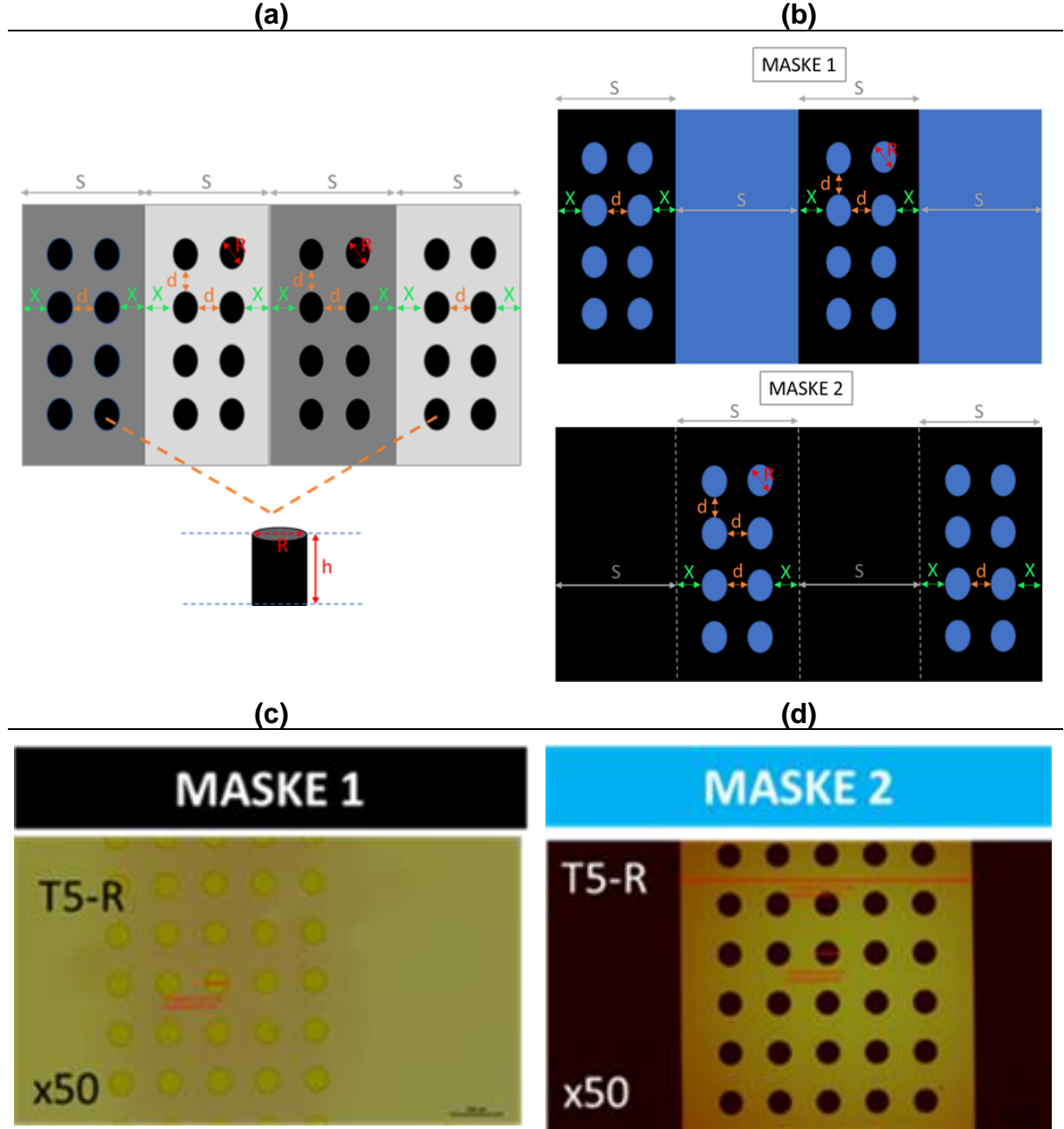
Kalıp imalatı sürecinde kullanılan cihazlara ait görseller Şekil 5.1’de yer almaktadır. Kanal içi ve üzerinin tepe şeklinde silindirik Pillarlar (sütunlar) ile donatıldığı mikro desenli PDMS kalıp üretimi Si-wafer+Su-8 şablon (SU-8 Şablon-1) üretilmiştir. SU-8 Şablon-1 kalıp üretiminde Şekil 5.2’de detayları verilen krom maskeler kullanılmıştır. Kalıp tasarımında kullanılan boyutsal özelliklerin temsili görseli (Şekil 5.2.a.) ve kullanılan krom maskelerin temsili görünümüleri (Şekil 5.2.b) verilmiştir. Şekil 5.2.a’da S: Kanal genişliği, X: Desen ile kanal kenarı arasındaki mesafe, d: Desenler arası mesafe, R: Desen çapı ve h: Çukur/tepe ve mikrodesenlerin (pillarin/sütunların) yüksekliğini göstermektedir. Maskelerde temsili görünüm 2 silindirik tepenin kanal içine ve üstüne yerleşmesi koşulu için boyutsal özelliklerin görülebilmesi için verilmiştir. Tez kapsamında kullanılan şablonlar tepe üstü ve içerisinde 5 silindirik pilların yerleşimi şeklinde sağlanmıştır. Kullanılan Mevcut altyapı doğrultusunda krom maskelerde desen boyutlarında yaklaşık %5’lik hata payı ile çalışılmıştır. Üretilen Krom maskelere ait tasarım detayları Tablo 5.1’de verilmiştir. Ayrıca T5-R tasarımı için üretilen krom maske 1 ve 2’ye ait optik mikroskop görüntüleri Şekil 5.2.c ve Şekil 5.2.d’de sırasıyla verilmiştir.



Şekil 5.1. a. Mikronya marka UV litografi maske cihazı, b. PTL-VM500 vakum plazma cihazı, c. Lebo-E24 döndürerek kaplama cihazı, d. MTOPS-HP330D ısıl işlem tablası.

Tablo 5.1. AZ1505 Fotorezist ile desenlendirilmiş krom maske 1 ve 2 için tasarım boyutları.

MASKE 1	T5-R
R (μm)	100
S (μm)	1200
X (μm)	150
d (μm)	100
Kanal/Tepe üzerindeki desen sayısı	5
MASKE 2	T5-R
R (μm)	100
S (μm)	1200
X (μm)	150
d (μm)	100
Kanal/Tepe üzerindeki desen sayısı	5



Şekil 5.2. a. Kalıp tasarımında ait boyutsal özelliklerin temsili görseli, b. T2 tasarımı örneğinde AZ1505 Fotorezist ile desenlendirilmiş krom maske 1 ve 2'ye ait temsili görünümler, T5-R kalıp tasarımı için üretilen c. krom maske 1 ve d. krom maske 2'ye ait optik mikroskop görüntüleri.

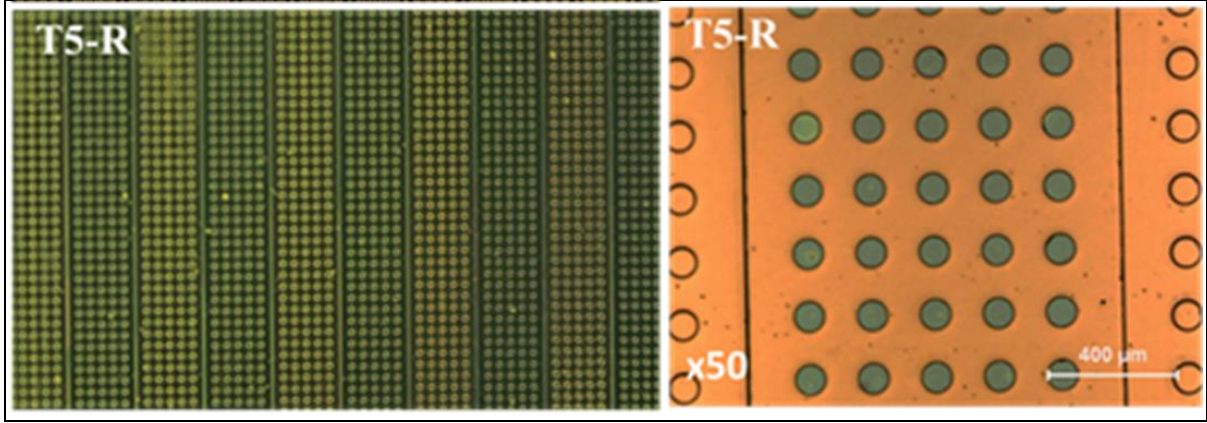
Çift katlı litografi yöntemi ile SU-8 Şablon-1 üretimine dair prosedürler sırasıyla aşağıda belirtilmiştir:

- i. Silyum alt taş üzerine SU-8 (negatif fotorezist) kaplanması: Birinci adım olarak, 4" boyutundaki Si-wafer alttaş petri içerisine alınarak sırasıyla aseton ve izopropil alkol ile 3'er dakika ultrasonikasyona tabi tutularak temizlenmiş ve azot gazı ile kurutulmuştur. Kurutulmuş Si alttaş 95°C'de üstü kapatılarak ısıtıcı

üzerinde 5 dakika ısıtılma maruz bırakılıp soğutulduktan sonra 2 dakika oksijen plazmaları ile temizlik işlemi tamamlanmıştır. Si-wafer altına, döndürerek kaplama yöntemi kullanılarak sırasıyla 500 rpm'de (5 sn.) ve 2000 rpm'de (30 sn.) SU2015 ile kaplanmıştır. Kaplanan Si-wafer altına sırasıyla, 65°C'de 1 dak. ve 95°C'de 3 dak. üzeri kapalı halde ısıtıcı üzerinde ısıtılma işlemi yapılarak soğutulmuştur.

- ii. Mikro-desenli fotomaske kullanılarak SU-8 tabakasının UV ışınına maruz bırakılması: Fotorezist (SU2015) kaplanmış haldeki Si-wafer üzerine krom maske hizalaması gerçekleştirildikten sonra %10 güçte 3 sn. UV ışını uygulanmıştır.
- iii. Isıl ve kimyasal işlemlerin ardından SU-8 tabakasının mikro-desenli hale getirilmesi: Isıl ve kimyasal işlemlerin ardından SU-8 tabakasının mikro-desenli hale getirilmesi şu şekilde gerçekleştirilmiştir: UV ışınına maruz bırakılan SU-8 tabakası, krom maske üzerindeki desenlerin Si-wafer üzerine aktarılmasını sağlamıştır. Bu işlem sonrasında, Si-wafer önce 65°C'de 1 dakika, ardından 95°C'de 3 dakika boyunca üstü kapalı şekilde ısıtılma maruz bırakılmış ve soğutulmuştur. Soğuyan Si-wafer, ilk olarak 7 dakika süreyle developer ile, ardından izopropil alkol ve aseton kullanılarak birkaç kez yıkanmıştır. Yüzey, azot gazı ile kurutulduktan sonra 95°C'de 3 dakika boyunca tekrar ısıtılma işlemi yapılmış ve ardından soğutulmuştur. Bu işlemle tek katlı litografi işlemi tamamlanmıştır.

Elde edilen yüzey hidrofobik özellik göstermiştir. İkinci kat litografi işlemine geçmeden önce yüzeyin homojen bir şekilde fotorezist ile kaplanabilmesi için yüzey 2 dakika süreyle oksijen plazmaya maruz bırakılmıştır. Ayrıca, ikinci kat hizalama işleminin doğru bir şekilde yapılabilmesi için ilk kat üzerindeki hizalama işaretçileri kırmızı renkli fotorezist AZ 1505 ile boyanmış ve gerekli hizalama işlemleri gerçekleştirilmiştir. İkinci kat litografi işlemi, ilk kat için uygulanan yöntemlerle aynı şekilde tamamlanmıştır. Sonuç olarak, tasarlanan mikro desenler Si-alttaş üzerinde oluşturulmuştur. Şekil 5.3'te, T5-R tasarımının Si-alttaş üzerindeki şablonlarının optik mikroskop görüntüleri gösterilmektedir.

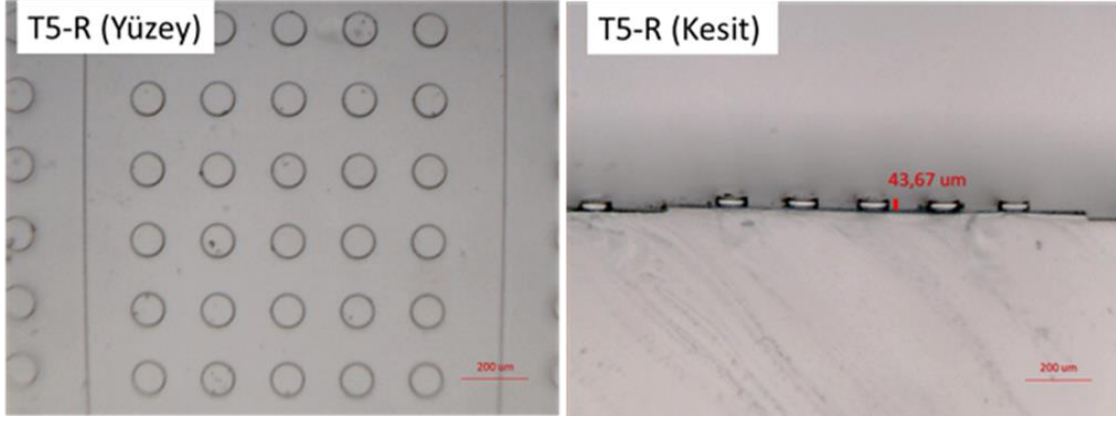


Şekil 5.3. Si-alttaş üzerinde T5-R tasarımında “tepe” olarak mikrodese­nenmiş kalıpların optik mikroskop görüntüleri.

5.1.2. Mikro Desenli Şablonlardan PDMS Altlıkların Üretimi

Mikrodese­nli şablonlardan PDMS altlıkların çoğaltımı için çift kompo­nentli (RTV-A elastomeri ve RTV-B çapraz bağlayıcı) Verpol RTV 240 kalıp silikonu (Verpol boya-Türkiye) kullanılmıştır. Kalıp silikonunun viskozitesinin azaltılarak 3D şablon deseninin daha hassas olarak PDMS kalıba aktarımını sağlamak amacıyla RTV-A kalıp silikonu silikon yağı ile seyreltilerek kullanılmıştır. PDMS altlıkların üretimine dair genel prosedür şöyledir: RTV-A elastomeri, silikon yağı ile 4:1 oranında seyreltilmiş ve homojen bir karışım elde etmek amacıyla en az bir gece karıştırılmıştır. Daha sonra, viskozitesi düşürülmüş homojen RTV-A elastomerine, RTV-B çapraz bağlayıcısı 1:1 oranında eklenmiş ve karıştırılmıştır. Bu karışım, içindeki hava kabarcıklarını gidermek için vakum etüvünde bekletilmiştir. Hazırlanan elastomer ve çapraz bağlayıcı karışımı, T5-R tasarımlı SU-8 Şablon-1 üzerine dökülmüş ve 80°C'de 1 saat boyunca kurlenmiştir. Kurlleme işlemi tamamlandıktan sonra PDMS kalıp şablondan ayrılmış ve kullanıma kadar muhafaza edilmek üzere yağlı kâğıda sarılmıştır ve desikatörde muhafaza edilmiştir.

Şekil 5.4'te, SU-8 Şablon-1'den, Verpol RTV 240 kalıp silikonu ile üretilen yalnızca tepe şekilli yükseklikler içeren T5-R tasarımına ait PDMS altlığın yüzey ve kesit optik mikroskop (Nikon LV-150) görüntüleri yer almaktadır. Kesit görüntülerinde, silindirik mikrodese­nlerin hem kanal içinde hem de üstünde yer aldığı ve yüksekliğinin yaklaşık 44 μm olduğu belirlenmiştir.



Şekil 5.4. Verpol RTV240 kalıp silikonu ile üretilen T5-R tasarımlı PDMS altlığın yüzey ve kesit mikroskop görüntüleri.

5.1.3. Altıkların Temizliği

Litografi yöntemi ile üretilen altlık malzemeler herhangi bir temizlik işlemine tabi tutulmamıştır. Standart ve pürüzlü cam altlık malzemelerin temizliğinde ise piranha ve kromik asit çözeltilerinin kullanıldığı 2 farklı temizlik prosedürü kullanılmıştır. Gerçekleştirilen çalışmalar sonunda kromik asit çözeltisi ile yüzey temizlik prosedürünün GO-TiO₂ kaplamaların tutunma özelliklerini arttırdığı görülmüştür.

Altık malzeme olarak kullanılacak cam yüzeyler (76x26 mmxmm), 3:1 oranında “piranha” (sülfürik asit: hidrojen peroksid H₂SO₄:H₂O₂) çözeltisi içerisinde 30 dak bekletilmiş ve ardından saf su ile tekrar tekrar yıkanarak asitin tamamen uzaklaştığından emin olunmuş, hava ile kurutulmuş ve vakum etüvünde 40°C’de bir gün bekletilerek eser miktarda su kalıntısının tamamen buharlaşması sağlanmıştır.

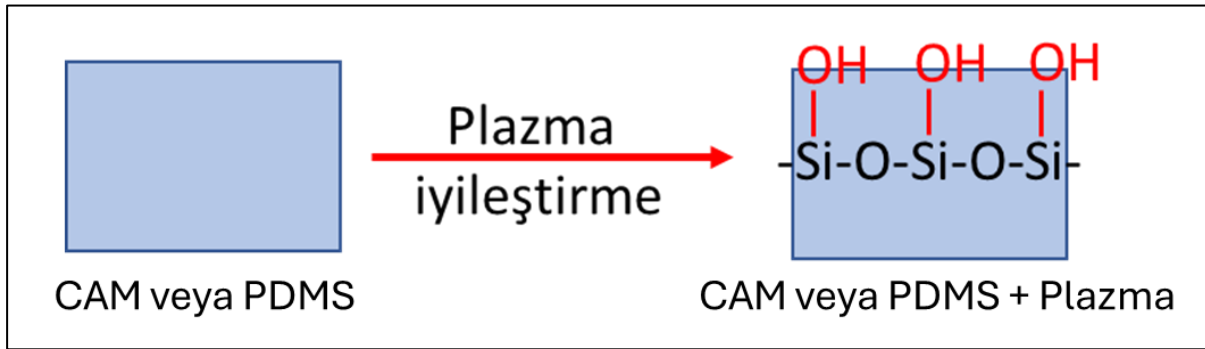
Kromik asit çözeltisi ile temizlik prosedüründe, öncelikle kromik asit çözeltisi hazırlanmıştır. 100 g Sodyum dikromat 100 mL saf su ile çözüldükten sonra sülfürik asit ile 1L ye tamamlanarak kromik asit çözeltisi hazırlanmıştır. Cam lameller borcam içerisine dizilmiş ve üzerini kapatacak şekilde kromik asit çözeltisi dökülerek borcamın üzeri streç film ile kapatılıp karanlıkta en az 4 saat bekletilmiş ve sonrasında asit uzaklaştırılarak borcam içerisi tekrar tekrar su ile doldurularak asitten arındırılmıştır. Cam lameller asitten arındırıldıktan sonra her biri tek tek DIw ile yıkanarak etüvde 80°C’de kurularak temizlemiş ve kullanım öncesine kadar lamel kutusunda muhafaza edilmiştir.

5.1.4. Altıkların Yüzey Modifikasyonu

Altıkların yüzey modifikasyonunda atmosferik plazma sistemi kullanılmıştır ve atmosferik plazmaya maruz kalma süresine göre gerçekleştirilen çalışmalar neticesinde

optimum tutunmayı sağlayan plazma süresi düz cam, pürüzlü cam ve PDMS altlıklar için belirlenmiştir. Tüm altlık türleri için 0.4 vakum oranında (600mbar) atmosferik plazma işlemi gerçekleştirilmiştir.

Gerçekleştirilen çalışmalar sonucunda düz cam (standart) altlıklar için plazma süresi 5 saniye GO-TiO₂ kaplamalarının iyi tutunması için yeterli iken, pürüzlü cam altlıklar için bu sürenin yetersiz kaldığı 30 saniye plazma süresinin kaplamaların iyi tutunma için uygun olduğu görülmüştür. PDMS altlıklar için ise GO-TiO₂ kaplamalarının iyi tutunması için optimum plazmaya maruz bırakma süresi 10 dakika olarak belirlenmiştir. Böylece tüm altlık türlerinin yüzeylerinde OH gruplarının yoğunluğu artırılmış (Şekil 5.5) ve bu şekilde modifiye edilmiş yüzeylerin hidrofobluk derecesindeki değişimden dolayı hidrofilik özellikteki GO-TiO₂ dispersiyonunun altlık yüzeylerini tutması sağlanmıştır.



Şekil 5.5. Cam ve PDMS altlıkların plazma işlemi sonrası yüzey modifikasyonu.

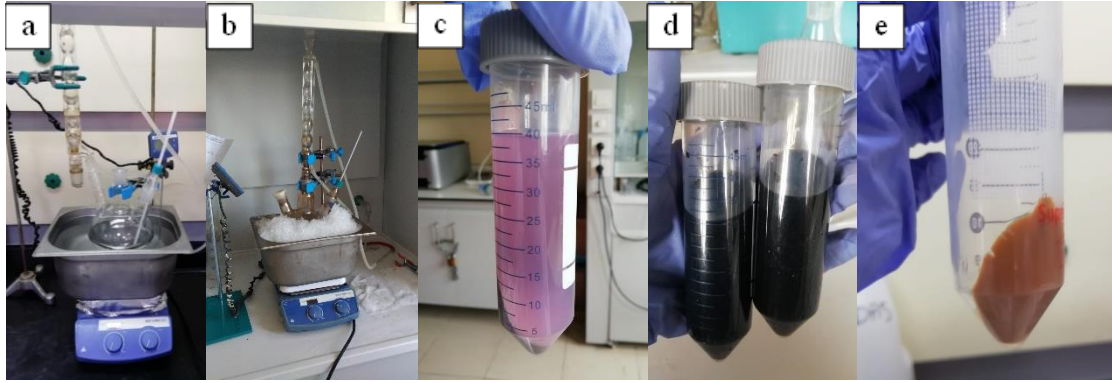
5.2. GO-TiO₂ Yüzeylerinin Üretimi

GO-TiO₂ yüzeylerinin üretiminde genel olarak şu adımlar izlenmiştir. Öncelikle Grafen oksit; grafitten kimyasal sentez yöntemi ile sentezlenen grafit oksitin su içerisinde tabakalandırılması hazırlanmıştır. TiO₂ (Merck) ise temin edildiği şekilde direkt kullanılarak farklı bileşimlerde GO-TiO₂ dispersiyonları hazırlanmıştır. GO-TiO₂ dispersiyonlarından farklı altlıklar üzerine GO-TiO₂ yüzeyleri üretilmiştir. Aşağıda GO-TiO₂ yüzeylerinin üretim aşamaları alt başlıklar halinde verilmiştir.

5.2.1. Grafitten Kimyasal Yöntemle Grafit Oksit Sentezi

Grafitten grafit oksit (GrO) sentezi literatürde yer alan Torr metoduna göre aşağıdaki adımlarda sentezlenmiştir (Marcano vd., 2010). 9:1 oranında konsantre H₂SO₄/H₃PO₄ (720:80 mL) karışımına, grafit (6 g) ve KMnO₄ (18 g) eklenerek karıştırıldı ve sonrasında karışım 50 °C'de 12 saat karıştırıldı. Süreç sonunda karışımın rengi kahverengi-gri olmuştur. Reaksiyon oda sıcaklığına soğutuldu ve buz banyosu içine alınarak %30 H₂O₂ (6 mL) damla damla

kariřıma eklendi. H₂O₂ ilavesi sonrasında kpk oluřturduėu ancak renk deėiřiminin olmadıėı gzlemlenmiř ve kariřtırma iřlemi devam ettirilerek 1 saat beklenererek reaksiyonun sonlandıėından emin olunmuřtur. Ardından kariřım santrifjleme iřlemine tabi tutularak safsızlıklarından arındırılmıřtır. Santrifjleme iřlemleri 9000 devir/dakika 15 dk kořullarında sırasıyla kariřımın, kariřım+DI suyun, kariřım+%30'luk HCl ve son olarak etanol ile yıkanmıř ve supernant'ın atılması adımlarında gerekleřtirilmiřtir. okelek, pH=4.5-5 civarına gelene kadar yaklaşık 2 ay sre ile membran ierisinde diyaliz edilmiřtir. Diyaliz iřlemi sonrasında okelek etvde 40°C'de kurutulmuř ve kuruyan katı madde tartılmıř ve reaksiyonun verimi ≈%38 olarak hesaplanmıřtır. Daha sonra, GrO okelek etvde 40°C'de kurutulmuřtur. GrO sentezi srecine ait grseller Őekil 5.6'da yer almaktadır.



Őekil 5.6. a. GrO sentezi prosesi, b. GrO sentez reaksiyonunun sonlandırılması prosesi, c. DI-su ile yıkama sonrası, d. HCl Asit ile yıkama sonrası, e. Etanol ile yıkama sonrasında elde edilen okelek iin deneyler sırasında ekilmiř fotoėraflar.

5.2.2. Kararlı GO-TiO₂ Dispersiyonlarının Hazırlanması

Kararlı GO-TiO₂ dispersiyonlarının hazırlanması alıřmalarında GO dispersiyonun konsantrasyon deėiřimine ve katkılanan TiO₂ bileřimindeki deėiřime baėlı olarak farklı stok dispersiyonlar 3 adımda hazırlanmıřtır: i) GO dispersiyonuna belli miktarda TiO₂ ilavesi ii) sonikasyon iřlemi ve iii) santrifjleme iřlemi. GO-TiO₂ stok dispersiyon konsantrasyonu deėiřimi bakımından dřk ve yksek konsantrasyonlu GO-TiO₂ kararlı dispersiyonları su ortamında ařaėıda detaylandırıldıėı Őekilde hazırlanmıřtır.

5.2.3. Dřk Konsantrasyonlu GO-TiO₂ Dispersiyonlarının Hazırlanması

Dřk konsantrasyonlu GO-TiO₂ dispersiyonlarının hazırlanmasında GO dispersiyon konsantrasyonu 0.83, 1.72 ve 4.09 mg/mL dispersiyonlarına TiO₂ katkılanması ile ařaėıda detayları verildiėi Őekilde hazırlanmıřtır.

GO Stok 1 dispersiyonun hazırlanması (0.83 mg/mL konsantrasyonlu): 1g GrO'in 500 ml Merck su karışımına eklenmesi ile başlangıç konsantrasyonu 2 mg/mL olan grafit oksit karışımı 16 saat 35kHz'de ultrasese tabi tutulmuş ve ardından 3000 devir/dakika hızda 30 dakika santrifüjlenmiştir. Santrifüjleme işlemi sonrasında elde edilen supernant kararlı GO dispersiyonudur ve katı madde analizi sonucunda konsantrasyonu 0.83 mg/mL olarak bulunmuştur.

GO Stok 2 dispersiyonunun hazırlanması (1.72 mg/mL konsantrasyonlu): 1g GrO üzerine 100 mL DI-su ilavesi ile hazırlanan süspansiyon (10 mg/mL konsantrasyon), 35 kHz ultrases gücündeki sonikasyon banyosunda 16 saat ultrasese tabi tutularak ön tabakalandırmaya tabi tutulmuştur. Ardından süspansiyona 400 mL DI-su ilave edilip 15 dakika magnetik karıştırıcı üzerinde karıştırılmıştır (başlangıç konsantrasyonu 2 mg/mL). Süspansiyon tekrar 2 saat daha sonikasyona tabi tutularak toplam 18 saatlik ultrases süresi sonrasında 3000 rpm santrifüj hızında 30 dak santrifüjlenerek supernant (GO) alınmış ve yaklaşık 3 hafta boyunca kararlılığını koruyan grafen oksit dispersiyonu elde edilmiştir. Katı madde analizi sonucunda kararlı GO dispersiyonun konsantrasyonu 1.72 mg/mL olarak belirlenmiştir.

GO Stok 3 dispersiyonunun hazırlanması (4.09 mg/mL konsantrasyonlu): 1g GrO üzerine 100 mL DI-su ilavesi ile hazırlanan süspansiyon (10 mg/mL konsantrasyon), 35 kHz ultrases gücündeki sonikasyon banyosunda 5 saat ultrasese tabi tutularak ön tabakalandırmaya tabi tutulmuştur. Ardından 5 gün bekletilmiş ve 5 gün sonunda jelleştiği görülmüştür. Jelleşen stok çözeltiden 50 mL alınmış ve üzerine 10 mL DI-su ilavesi sonrasında 5 dakika magnetik karıştırıcıda karıştırılmış ve 2 saat ultrasese tabi tutulmuştur. Ardından aynı işlem toplamda 50 mL DI-su ve 11 saat ultrases süresi olacak şekilde tekrarlanmış ve karışım 3000 rpm santrifüj hızında 30 dak santrifüjlenerek supernant (GO) alınmıştır. Elde edilen kararlı GO dispersiyonu yaklaşık 3 hafta boyunca kararlılığını korumuş ve katı madde analizi sonucunda konsantrasyonu 4.09 mg/mL olarak belirlenmiştir. Bu dispersiyon ile rGO yüzeylerde indirgeme çalışmalarında kullanılmıştır.

GO-TiO₂ Stok 1 dispersiyonunun hazırlanması: GO-TiO₂ Stok 1 dispersiyonunun hazırlanmasında 0.83 mg/mL konsantrasyonlu GO Stok 1 dispersiyonu kullanılmıştır. GO-TiO₂ kararlı dispersiyonları Liang ve arkadaşlarının (Liang vd., 2012) SnO₂ kullanarak hazırladıkları GO/SnO₂ kararlı dispersiyonlarını hazırlama prosedüründe benzer şekilde SnO₂ yerine TiO₂ kullanılarak yeni bir reçete ile hazırlanmıştır. Öncelikle kararlı GO Stok 1 dispersiyonunun GO konsantrasyonu 0.8 mg/mL olacak şekilde Merck su ile seyreltilmiş ve 5 dakika ultrasese tabi tutulmuştur. 250 mL kararlı GO dispersiyonu içerisine 0.1 g TiO₂ eklenerek 1.5 saat ultrasese

tabi tutulmuştur ve bu aşamada GO-TiO₂ süspansiyonun konsantrasyonu 1.2 mg/mL dir. Hazırlanan süspansiyon 3000 devir/dakika'da 5 dakika santrifüjlenerek supernant alınmıştır. Katı madde analizi sonucunda santrifüjleme sonrasında GO/TiO₂ Stok 1 dispersiyonunun konsantrasyonu 0.6 mg/mL olarak bulunmuştur. Elde edilen GO/TiO₂ dispersiyonu iki hafta boyunca kararlı olarak kalabildiği belirlenmiş ve düşük konsantrasyonlu GO-TiO₂ yüzeylerin üretiminde kullanılmıştır.

5.2.4. Yüksek Konsantrasyonlu GO-TiO₂ Dispersiyonlarının Hazırlanması

Yüksek Konsantrasyonlu GO-TiO₂ dispersiyonlarının hazırlanmasında 10 mg/mL konsantrasyonlu GO dispersiyonun 8, 4 ve 2 mg/mL konsantrasyonda olacak şekilde DI-su ile seyreltilmesi ve ardından GO dispersiyonuna TiO₂ katkılanması ile aşağıda detayları verildiği şekilde hazırlanmıştır.

GO Stok 4 dispersiyonunun hazırlanması (10, 8, 4 ve 2 mg/mL konsantrasyonlu)

1g GrO üzerine 100 mL su ilavesi ile hazırlanan süspansiyon (10 mg/mL konsantrasyon) homojen dağılım gözlemlenene kadar bekletilmiştir. Sonra karıştırıcıda 2 saat karıştırılmıştır. Hemen akabinde süspansiyon 35 kHz ultrases altında sonikasyona tabi tutulmuş ve bir gece beklemeye bırakılmıştır. Ertesi gün 3 saat daha 35 kHz sonikasyona tabi tutulmuştur. 3 saat sonunda dispersiyon iki gün bekletilmiş ve 2 saat ultrasonikasyon uygulanmıştır. Elde edilen GO dispersiyonunun 3000rpm 30 dak santrifüj sonrası falkon tüpte çökelti olmadığı görülmüştür. Katı madde analizi sonucunda kararlı GO dispersiyonun konsantrasyonu 10 mg/mL olarak belirlenmiştir. Stok çözeltinin daha düşük konsantrasyonlu çalışmalarda kullanılması durumunda su ile seyreltme ve 15 dak sonikasyona tabi tutma işlemi gerçekleştirilerek 8,4 ve 2 mg/mL konsantrasyonlu GO dispersiyonları hazırlanmıştır.

GO-TiO₂ Stok 2 dispersiyonunun hazırlanması: GO-TiO₂ Stok 2 dispersiyonunun hazırlanmasında 10 mg/mL konsantrasyonlu GO Stok 4 dispersiyonu kullanılmıştır. GO-TiO₂ kararlı dispersiyonları Liang ve arkadaşlarının (Liang vd., 2012) SnO₂ kullanarak hazırladıkları GO/SnO₂ kararlı dispersiyonlarını hazırlama prosedüründe benzer şekilde SnO₂ yerine TiO₂ kullanılarak yeni bir reçete ile hazırlanmıştır. Öncelikle kararlı GO Stok 1 dispersiyonunun GO konsantrasyonu DI-su (DIw) ile seyreltilmiş (8, 4 ve 2 mg/mL konsantrasyonlar için) ve 5 dakika ultrasese tabi tutulmuştur. Ardından farklı TiO₂ katkılama oranlarına (% 1, 3, 5, 7 ve 10) uygun bileşimlerde TiO₂ eklenerek 1.5 saat ultrasese tabi tutulmuştur ve 3000 devir/dakika'da 5 dakika santrifüjlenerek supernant alınmıştır. Elde edilen GO-TiO₂ dispersiyonu iki hafta

boyunca kararlı olarak kalabildiği belirlenmiş ve yüksek konsantrasyonlu GO-TiO₂ yüzeylerin üretiminde kullanılmıştır.

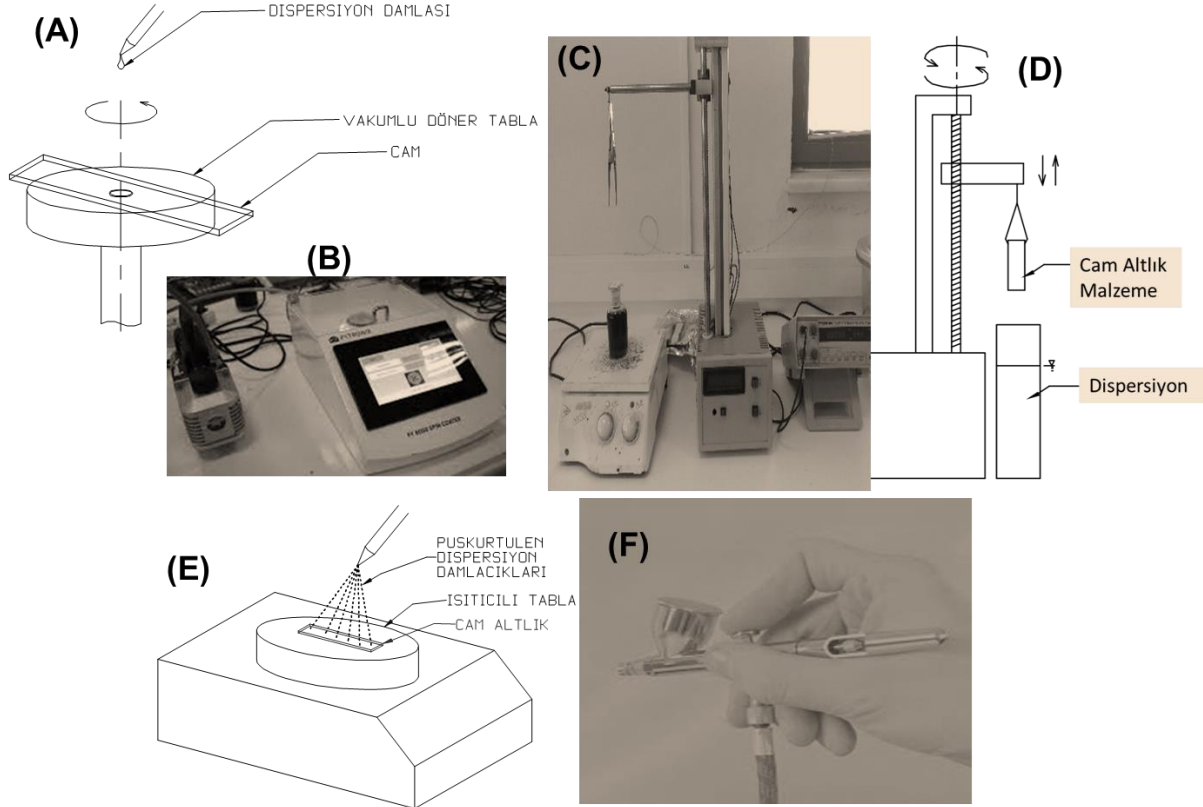
5.2.5. GO-TiO₂ Yüzeylerinin Hazırlanması

GO ve GO-TiO₂ yüzeylerin hazırlanmasında döndürerek kaplama, daldırarak kaplama ve püskürtmeyle kaplama olmak üzere üç farklı kaplama yöntemi kullanılmıştır ve Şekil 5.7'de döndürerek, daldırarak ve püskürterek kaplama yöntemlerinin şematik gösterimleri ve kullanılan cihazlar yer almaktadır. GO-TiO₂ yüzeylerinin üretiminde; düşük konsantrasyonlu GO dispersiyonlarına ve yüksek konsantrasyonlu GO dispersiyonlarına TiO₂ katkılanması ile elde edilen GO-TiO₂ dispersiyonlarının düz cam, pürüzlü cam ve mikrodeseanlı PDMS altlıklara kaplanması ile farklı iletkenlik ve yüzey özelliklerinde ince film kaplamalar oluşturulmuştur. Düşük konsantrasyonlu GO dispersiyonlarından hazırlanan GO ve GO-TiO₂ dispersiyonları kullanımı ile üretilen GO ve GO-TiO₂ yüzeyleri; döndürerek kaplama, püskürterek kaplama ve daldırarak kaplama yöntemleri ile düz cam altlıklar üzerinde deneysel tasarım gerçekleştirilerek G-TiO₂ yüzeylerin iletkenlik kontrolü için optimum şartların belirlenmesi amacıyla üretilmiştir. Düşük konsantrasyonlu GO dispersiyonları için; daldırarak kaplama yöntemiyle hazırlanan yüzeyler oda sıcaklığında 360mm/dak daldırarak kaplama hızında, döndürerek kaplama yöntemiyle hazırlanan yüzeyler oda sıcaklığında 500d/d döndürme hızında, 10s süreyle ve 0,3mL dispersiyon hacminde ve püskürtme yöntemiyle hazırlanan yüzeyler 0.80 nozul çapında, 2bar basınçla, yüzeyden 15cm yukardan uygulanmak suretiyle oluşturulmuştur. Yüksek konsantrasyonlu GO dispersiyonları kullanılarak hazırlanan GO-TiO₂ dispersiyonları ise sadece daldırarak kaplama yöntemi kullanılarak düz cam, pürüzlü cam ve mikrodeseanlı altlıklar üzerine oda sıcaklığında 1600 mm/dk kaplama hızında gerçekleştirilmiştir.

Döndürerek kaplama yöntemiyle GO-TiO₂ yüzeylerin üretiminde, altlığın döndürülmesi sırasında üzerine dökülen dispersiyonun, dönme hareketi sayesinde altlık sathına yayılması sağlanmıştır. Yöntemde, döner tablanın merkezinden uygulanan vakum ile altlık tablaya sabitlenmiş haldedir. Döndürerek kaplama yöntemiyle üretilen yüzeylerde yüzey özelliklerinin kontrolü için dispersiyon miktarı, dönme hızı ve süresi parametreleri değiştirilmiştir.

Püskürterek kaplama yöntemiyle GO-TiO₂ yüzeylerin üretimi; ısıtıcılı tabla üzerine koyularak sabit sıcaklığa ısıtılan altlığın üzerine, GO-TiO₂ dispersiyonun spreynozulu aracılığı püskürtülmesi ve püskürtülen dispersiyonun ani kuruması prosedürüne göre gerçekleştirilmiştir.

Daldırarak kaplama yöntemiyle GO-TiO₂ yüzeylerin üretiminde; kaplanacak olan altlık, belirlenmiş olan hızda dispersiyona daldırılmış, daha sonra aynı sabit hızda geri çekilmiştir. Geri çekilen kaplanmış ıslak haldeki numuneler düşük konsantrasyonlu GO dispersiyonları için 40°C de etüvde ve yüksek konsantrasyonlu GO dispersiyonları için 125°C'ye ısıtılmış sıcak tabla üzerinde 3cm yükseklikte askıya alınarak kurutulmuştur.



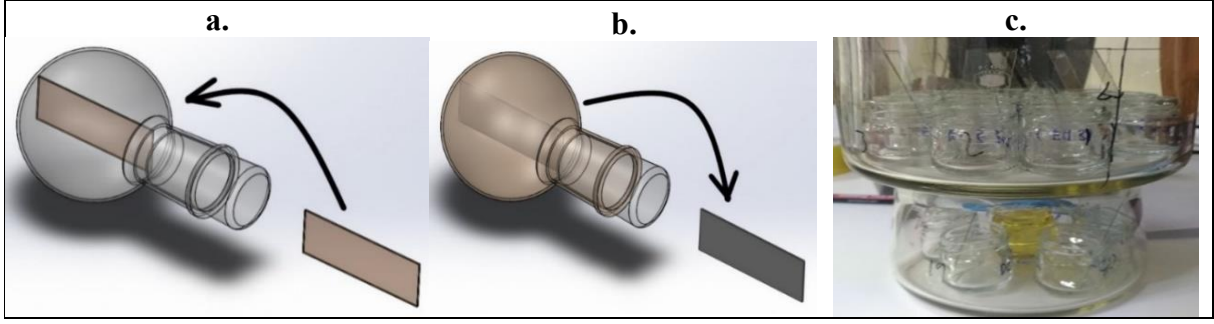
Şekil 5.7. Döndürerek (A ve B), daldırarak (C ve D) ve püskürterek (E ve F) kaplama yöntemlerinin şematik gösterimleri ve cihazların dijital fotoğrafları.

5.3. İndirgenmiş GO-TiO₂ Yüzeylerin Hazırlanması

GO ve GO-TiO₂ yüzeylerin indirgenmesi çalışmalarında kimyasal, termal, kimyasal+termal ve termal+kimyasal indirgeme çalışmaları gerçekleştirilmiştir.

5.3.1. Kimyasal olarak GO-TiO₂ yüzeylerin İndirgenmesi

Kimyasal indirgeme (K) çalışmalarında hidroiyodik asit (HI) ve Asetik asit (Ac) indirgeyici olarak kullanılmıştır ve yüzeyler HI ya da HI+Ac buharına maruz bırakılarak desikatör (yaklaşık 7L hacimli) içerisinde ya da balon joje (250 mL hacimli) içerisinde indirgenmiştir (Şekil 5.8).



Şekil 5.8. İndirgeme prosedürü şematik gösterim, **a.** GO (kahverengi) kaplanmış camın indirgeneceği ortam olan balon jojeye HI/HI+Ac içine alınması, **b.** süreç sonunda indirgenmiş (siyah) kaplamalı camın dışarı alınması ve **c.** Desikatör içerisinde indirgeme görseli.

Desikatör içerisinde gerçekleştirilen kimyasal indirgeme çalışmaları; sadece düşük konsantrasyonlu GO stok dispersiyonlarına ve/veya bu dispersiyonlara TiO_2 katkılanması ile hazırlanan yüzeylerin indirgenmesi amacıyla gerçekleştirilmiştir. Balon joje içerisinde kimyasal indirgeme çalışmaları ise yüksek konsantrasyonlu GO stok dispersiyonlarına ve bu dispersiyonlara TiO_2 katkılanması ile hazırlanan yüzeylerin indirgenmesi için kullanılmıştır.

Desikatör içerisinde HI veya HI+Ac indirgeyici ortamında GO ve/veya GO- TiO_2 yüzeylerinin indirgenmesi prosedürü şöyledir:

Plazma işlemine maruz bırakılmış cam lameller üzerinde hazırlanmış GO/GO- TiO_2 yüzeyleri, etüvde $40^\circ C$ 'de desikatör içerisindeki HI veya HI+Ac (10 mL hidroiyodik asit+25 mL asetik asit) karışım buharına 15, 21, 24 yada 36 saat maruz bırakılmış ve kaplamanın Grafene (G) indirgenmesi sağlanmıştır. İndirgenme işlemi sonrasında desikatörden alınan yüzeyler, sırasıyla; %5'lik sulu sodyum bikarbonat çözeltisi, saf su ve methanol ile yıkanarak desikatör içinde oda sıcaklığında kurutulmuştur.

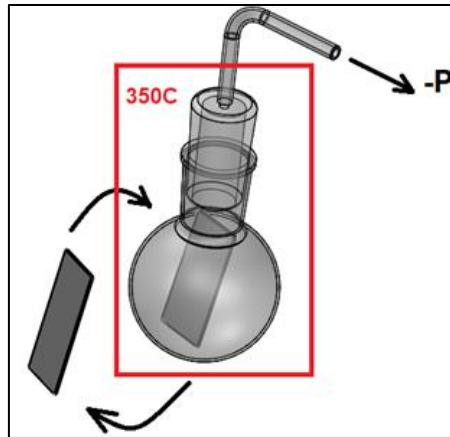
Balon joje içerisinde HI veya HI+Ac indirgeyici ortamında GO ve/veya GO- TiO_2 yüzeylerinin indirgenmesi prosedürleri şöyledir:

- i) Plazma işlemine maruz bırakılmış cam lameller üzerinde düşük konsantrasyonlu GO dispersiyonları kullanılarak hazırlanmış GO/GO- TiO_2 yüzeyleri, etüvde $40^\circ C$ 'de balon joje içerisinde 0.35 ml indirgeyici miktarında (HI veya HI+Ac (1:13 oranı)) indirgeyici buharına maruz bırakılmış ve kaplamanın Grafene (G) indirgenmesi sağlanmıştır. İndirgenme işlemi sonrasında balon jodeden alınan yüzeyler, desikatörde bir gün bekletilmiş ya da sırasıyla; %5'lik sulu sodyum bikarbonat çözeltisi, saf su ve methanol ile yıkanarak desikatör içinde oda sıcaklığında kurutulmuştur.

- ii) Kimyasal indirgeme (K) çalışmaları, HI + Ac (HI:Ac, 1:13) karışımı indirgeyici ortamında 250 mL indirgeme ortam hacminde (balon joje), 350 μ L indirgeyici miktarında, 75°C indirgeme sıcaklıkta ve 4 saat indirgeme süresinde yüksek konsantrasyonlu GO dispersiyonlarından hazırlanan GO ve GO-TiO₂ yüzeyler için gerçekleştirilmiş ve bu koşullar yüksek iletkenlik koşulları için optimum olarak belirlenmiştir. Kahverengi renge sahip GO-TiO₂ yüzeyleri, kimyasal indirgeme sonrasında gri renkli rGO-TiO₂ (rK-GO-TiO₂) yüzeylerine indirgenmiştir.

5.3.2. Termal Olarak GO-TiO₂ Yüzeylerin İndirgenmesi

Termal olarak (T) GO ya da GO-TiO₂ yüzeylerinin indirgenmesi işlemi vakum altındayken 350°C sıcaklıktaki fırın içerisinde 10 dakika bekletilmesi ve yavaş soğuması ile gerçekleştirilmiştir. Böylece indirgenmiş rGO-TiO₂ (rT-GO-TiO₂) yüzeyinin termal olarak indirgenmeyle elde edilmesinin yanı sıra TiO₂'nin kalsinasyonu sağlanmıştır. (Şekil 5.9).



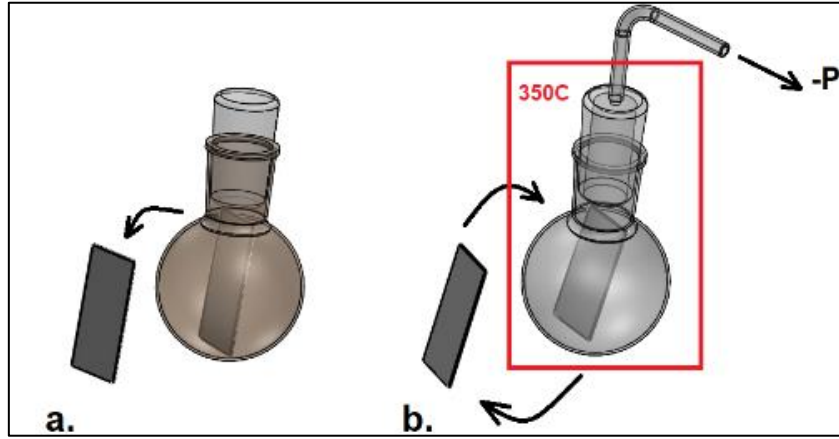
Şekil 5.9. GO ve GO-TiO₂ yüzeylerinin termal olarak indirgeme sürecinin temsili şematik gösterimi.

5.3.3. Kimyasal+Termal ya da Termal+Kimyasal Olarak GO-TiO₂ Yüzeylerin İndirgenmesi

Kimyasal+Termal indirgeme (K+T) ve Termal+Kimyasal İndirgeme (T+K) çalışmaları iki adımda gerçekleştirilen indirgeme çalışmalarıdır. K+T indirgeme işleminde önce kimyasal indirgenme ardından termal indirgenme işlemi yapılırken, T+K indirgeme işleminde önce Termal indirgeme ardından kimyasal indirgeme işlemi gerçekleştirilir. Yani değişiklik indirgeme türünün önceliğinden kaynaklanır.

K+T indirgeme işleminde birinci aşama olan kimyasal indirgeme aşaması GO-TiO₂ yüzeyinin balon joje içerisinde optimum koşullarda indirgenmesi ile gerçekleştirilmiştir.

Sonrasında elde edilen rK-GO-TiO₂ yüzeylerinin HI+Ac buharından tam olarak arındığından emin olmak için iki gün-0.5 bar vakum ve 40°C sıcaklık şartında eser miktardaki kalıntıların uzaklaştırılması sağlanmıştır. İkinci aşamada ise kimyasal olarak indirgenmiş r_K-GO-TiO₂ yüzeylerinin termal indirgenmesi; ısıya dayanıklı cam içerisinde vakum altında 350°C sıcaklıktaki fırın içerisinde 10 dakika tutulması ve yine vakum altında yavaş soğuma ile gerçekleştirilmiştir. Böylece kimyasal indirgenmiş r_K-GO-TiO₂ yüzeyinin ekstra termal olarak indirgenmesiyle r_{K+T}-GO-TiO₂ yüzey elde edilmiştir. TiO₂'nin kalsinasyonu, yüzey özellikleri ve iletkenlik sonuçlarında değişim yaratıp yaratmadığı değerlendirilmiştir. Şekil 5.10'da, kimyasal indirgeme sonrası ikinci adım olarak vakum altında termal indirgeme süreci temsili olarak gösterilmektedir. T+K indirgeme işlemi de K+T işleminde olduğu gibi gerçekleştirilmiş sadece birinci aşamada termal indirgenme ikinci aşamada kimyasal indirgenme işlemi gerçekleştirilmiştir.



Şekil 5.10. a. GO'nin kimyasal indirgenmesi, **b.** kimyasal indirgeme sonrası termal indirgeme basamaklarının arka arkaya uygulanarak kimyasal+termal indirgemenin temsili şematik gösterimi.

5.4. Kaygan Yüzeylerin Hazırlanması ve Akıllı Malzeme Performanslarının Belirlenmesi

GO, GO-TiO₂ ve indirgenmiş rGO-TiO₂ yüzeyler; pürüzlülük ve iletkenlik değişimine bağlı olarak 50, 100, 350 ve 500 cSt viskoziteli silikon yağı (Verpol, Türkiye) emdirilmiş kaygan yüzeylerin üretimi gerçekleştirilmiştir. Kayganlaştırıcı silikon yağı emdirilmiş kaygan yüzeylerin (SLIPS) üretiminde genel üretim prosedürü şöyledir:

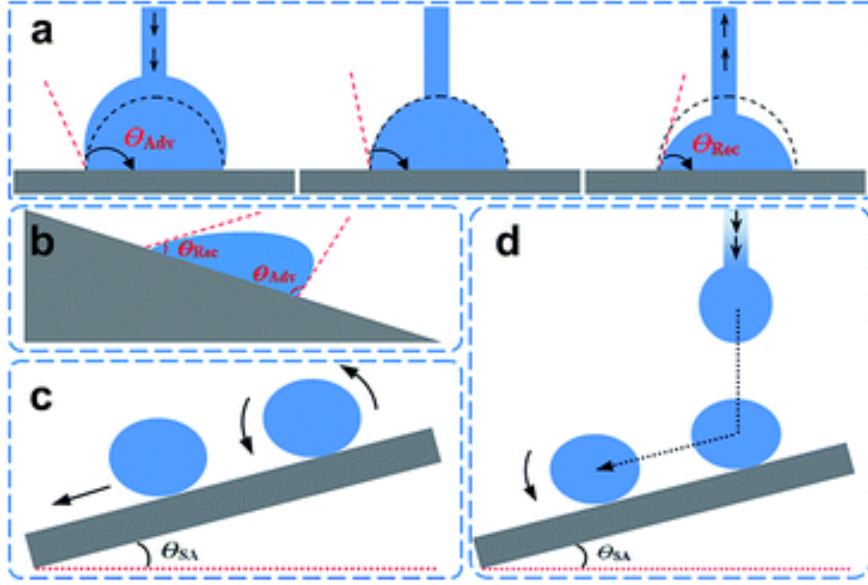
Yüzey silikon yağı içerisine 100 mm/dak hızla daldırarak kaplama yöntemi ile daldırılmış ve belli bir süre bekletilerek dik konumda çıkarılmış ve fazla yağ akana kadar bekletilmiştir. Hazırlanan kaygan yüzeyler uygulama yapılana kadar yatay konumda desikatör içerisinde muhafaza edilmiştir.

Düz, pürüzlü ve mikrodeseanlı rGO-TiO₂ SLIPS yüzeylerin performansının belirlenmesine yönelik; kayma açısının ve dinamik ilerleme ve gerileme açılarının belirlenmesi, kayma hızı ve ivmesinin belirlenmesi, kendini yenileme/onarma davranışının tespitine dair çalışmalar gerçekleştirilmiştir.

5.4.1. Kayma Açısının ve Dinamik İlerleme/Gerileme Açılarının Belirlenmesi

Kayma açısını (SA, α); yatay haldeki yağ emdirilmiş altlık yüzeyine (kaygan yüzey) belirli miktardaki (2, 5, 8 μ L) sıvı damlanın (KCl veya DI-su test sıvısı) eğim kazandırılmış yüzeye damlatılması ile bulunmuştur. Altlığın üzerinde konumlandırıldığı tablanın 45° açığa getirilerek damlanın yüzeye sakince bırakılmasıyla ilk kayma denemesi yapılmıştır. Kayma yaşanması durumunda daha düşük açı değerleri, kaymama halinde ise daha yüksek açı değerleri sayısal analiz mantığıyla ikiye bölme metodu iterasyonu ile kayma açısı bulunmuştur. Sıvı damlanın hareket etmeye başladığı eğikliğin açı değeri kadrajdan yani kamera görsellerinden belirlenmiştir.

İlerleme ve gerileme açıları statik ve dinamik yöntemlerle belirlenebilir. Statik yöntemde sıvı damla yüzeyde büyütülerek ilerleme açısı, küçültülerek gerileme açısı belirlenir. Damla eğimli bir yüzey üzerinde hareket ediyorsa veya başka bir deyişle katı-sıvı-gaz fazının sınırında hareket ediyorsa, damlanın önünde oluşan açığa dinamik ilerleme açısı (θ_a , θ_{adv}), arkasında oluşan açığa ise dinamik gerileme açısı (θ_r , θ_{rec}) denir (Erbil, 2006) (Şekil 5.11). Dinamik ilerleme ve gerileme açılarının belirlenmesi işlemi; yüzey kayma açısında sıvı damlanın kayma yönünde önünde yaptığı açı ilerleme açısı olarak ve arkasında yaptığı açı gerileme açısı olarak ölçülmüştür. Ayrıca yüzeyin pürüzlülük ve kimyasal heterojenliğinin önemli bir göstergesi olan temas açısı karmaşası ($CAH = \theta_a - \theta_r$) ilerleme ve gerileme açıları arasındaki farktan hesaplanmıştır.



Şekil 5.11. a. Statik ve b. Dinamik ilerleme ve gerileme temas açıları, c. ve d. Sıvı damlanın kayma açısında eğimli bir yüzeyde kayması.

Kaynak: (Li vd., 2016)

5.4.2. Kayma Hızı ve İvmesinin Belirlenmesi

Temas açısı cihazından, kayma açısı ya da farklı kayma açıları için sayısal türev formülleri kullanılmıştır (Burden & Faires, 2010). Damlanın kaymaya başladığı zamandaki ($t-h$) ilk konum $x@(t-h)$ ve zaman ile damlanın cihazın kadrajından çıktığı andaki ($t+h$) son konum $x@(t+h)$ ve zamanın kaydedildiği fotoğraflar cihazdan alınmış ve bilgisayar destekli tasarım programına (CAD) atılarak programda iki konum arasındaki mesafe belirlenmiştir. Eğimli yüzey üzerinde hareket eden cismin hızı, konum fonksiyonunun zamana göre türevidir (x') yani zaman içindeki konum değişimidir ($\frac{\Delta x}{\Delta t}$). Eğimli yüzey üzerinde hareket eden sıvı damlanın zaman içindeki konum değişimi kayma hızı ($V(t)$) olarak Şekil 5.12 de temsil edilen görsel temelinde Denklem 5.1'e (Üç/Orta Nokta formülüne) göre hesaplanmıştır ve birimi mm/sn'dir. Denklem 5.1'de $\Delta t = 2h$; damlanın kadrajdan çıkmadan önceki zamanı (yani $t+h$) ile damlanın kaymaya başladığı ilk zaman ($t-h$) arasındaki farktır. h ise damlanın hareket ettiği toplam sürenin yarısıdır ($\Delta t/2$) yani yatay eksenini t (zaman) olan grafiğin eşit skala aralığıdır ve bu noktadaki konum ise $[x(t)]$ 'dir. Damlanın kaymaya başladığı $t-h$ anındaki ilk konumu $[x(t-h)]$ ve damlanın $t+h$ anındaki son konumu $[x(t+h)]$ 'dir.

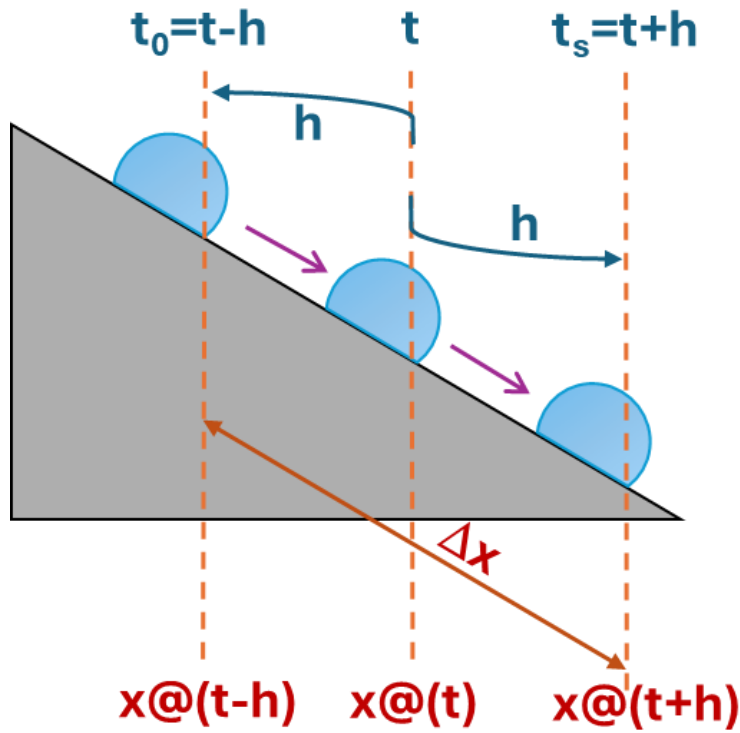
$$V(t) = x' = \frac{\Delta x}{\Delta t} = \frac{1}{2h} [x(t+h) - x(t-h)] \quad (5.1)$$

Son noktadaki hızı tespit için Eşitlik 5.2 (Üç Nokta Geri formülü) kullanılmıştır. Bu hesap ivme hesabının doğruluğunu sağlamak için yapılmıştır.

$$V = x' = \frac{1}{-2h} [-3x(t) + 4x(t-h) - (t-2h)] \quad (5.2)$$

İvme belirlenmesinde ise, hız belirlenmesine benzer şekilde ancak bu kez cihazdan başlangıç (t-h) ve bitiş (t+h) zaman ve konumlarına dışında, damlanın Delta $\Delta t/2=h$ anından alınan damla profiline ait görüntüde dahil edilir (Şekil 5.12). Konum zaman fonksiyonunu veren tablo değerlerinden sayısal analiz (üç nokta yöntemi) ile 2. türevi alınarak Denklem 5.3'e göre ivme (a) hesaplaması yapılmıştır. Hız ve ivme hesaplamaları sonunda hız ve ivmesi ters işaretli olan sıvı damlanın yavaşlayarak hareket ettiği, kız ve ivmesi aynı işaretli olan sıvı damlanın ise hızlanarak eğim düzlemde hareket ettiği sonucunda varılmıştır.

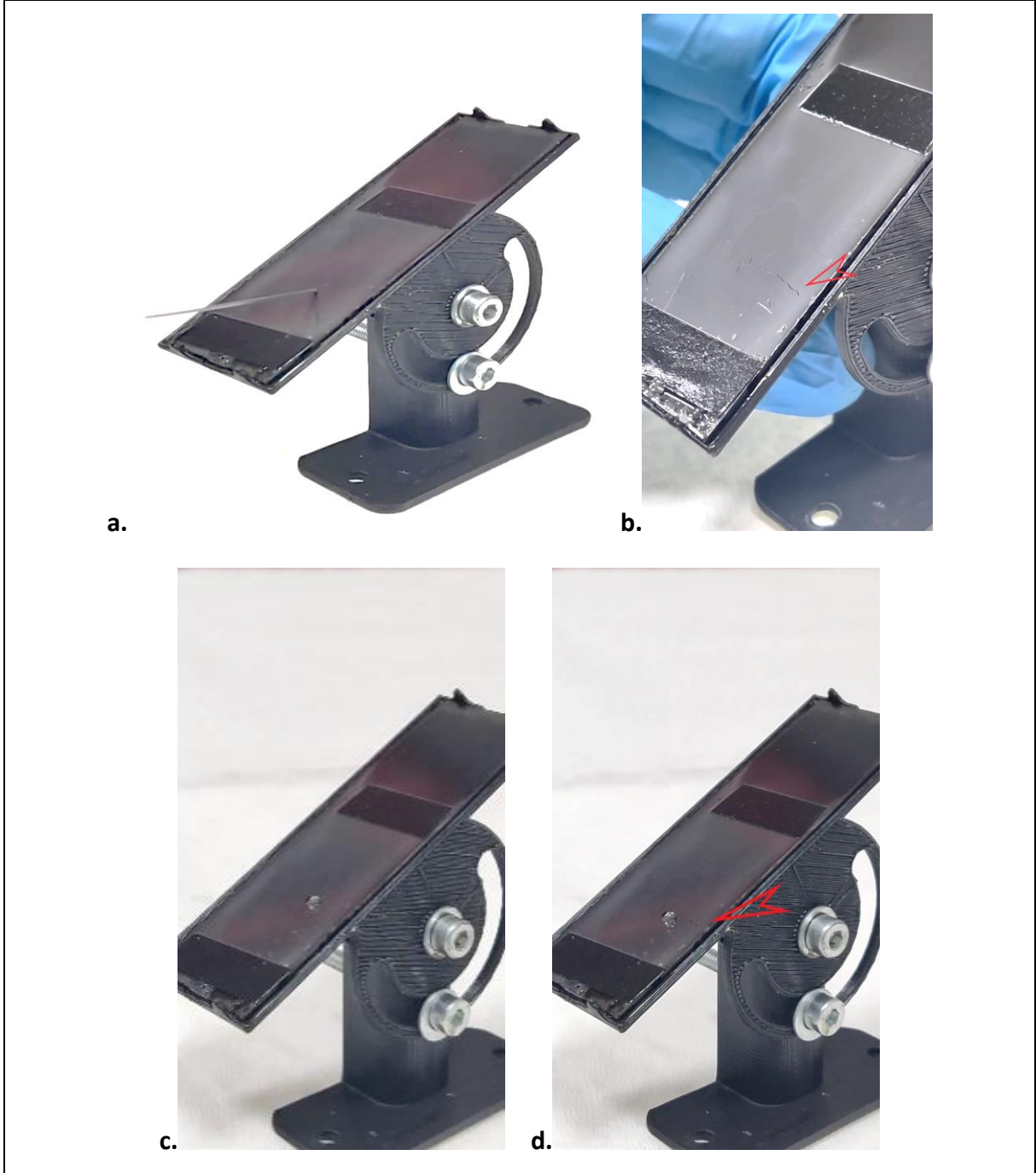
$$a(t) = \frac{\Delta V}{\Delta t} = \frac{\Delta^2 x}{\Delta t^2} = x'' = \frac{1}{h^2} [x(t-h) - 2x(t) + x(t+h)] \quad (5.3)$$



Şekil 5.12. Eğimli yüzeyde kayan sıvı damlasının konum ve zaman bileşenleri.

5.4.3. Kendini Yenileme/Onarma Davranışının Belirlenmesi

Kaygan yüzey üzerine kayma açısında iğne ile çizik atılması ve hemen sonrasında yüzeye sıvı damla damlatılarak defekt oluşturulan yüzeyden sıvı damlanın geçme davranışı ve süresinin görüntülenerek ve izlenerek belirlenmesi esasına göre çalışmalar gerçekleştirilmiştir. Şekil 5.13'te kendini yenileme/onarma davranışı sergileyen rGO-TiO₂ yüzeyinin deneyler sırasında alınmış dijital fotoğrafı yer almaktadır.



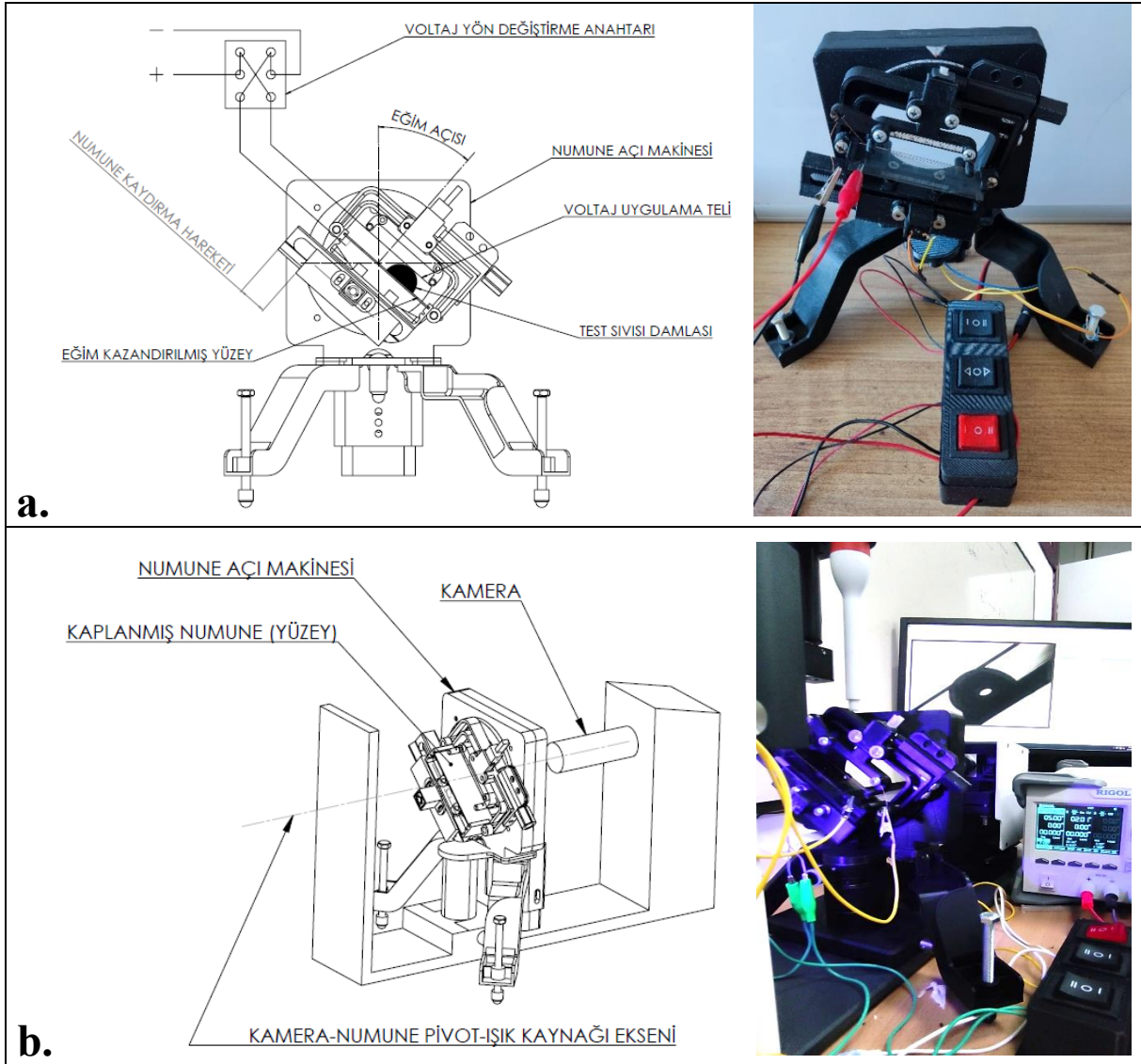
Şekil 5.13. Kaygan G-TiO₂ yüzeyinin kendini onarma performansı testi sırasında alınmış dijital fotoğraflar.

5.4.4. Kaygan Yüzeylerin Akıllı Malzeme Performansının Belirlenmesi

G-TiO₂ yüzeylerin, “kaygan yüzey olma” potansiyellerinin olup olmadığı ve performans değerlendirilmeleri için farklı derişimlerdeki (0.1M, 0.5M, 1M KCl) test sıvıları (Deiyonize Su-Dİw ve KCl) için farklı hacimlerdeki (3, 5, 8 µL) kayma açıları (SA), yüzeylere dış uyaran olarak düşük voltaj (elektrik) kullanılarak damlanın durdurulması hareket ettirilmesi

ve yönlendirilmesi sağlanmıştır. Bunun için Şekil 5.14.a'da verilen makine tasarlanıp 3D yazıcıda da üretilerek, optik temas açısı ölçüm cihazına Şekil 5.14.b'deki gibi monte edilmiştir.

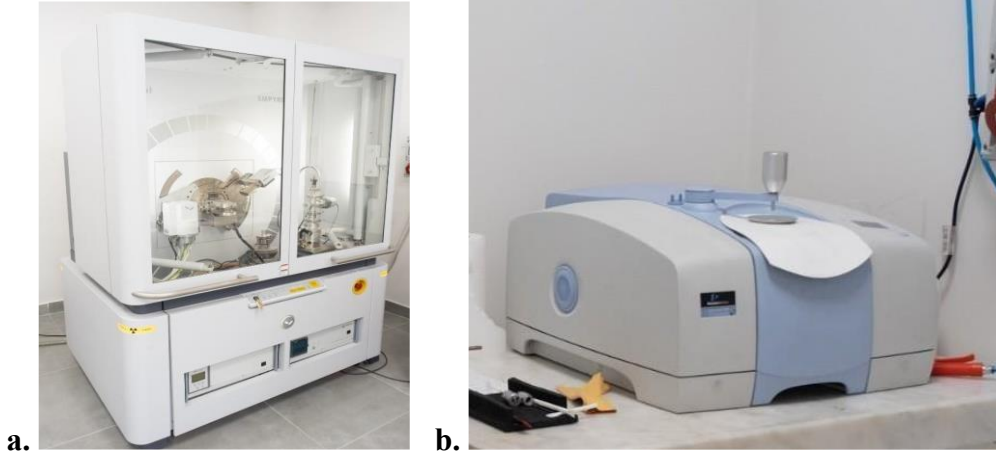
Şekil 5.14.a'da gösterildiği biçimde, eğim açısı kazandırılmış olan kayganlaştırılmış yüzey üzerindeki test sıvısı damlasının, altındaki yüzeye bu yüzeye paralel olan voltaj uygulama teli arasında kayması sağlanmıştır. Alttailetken ve kaygan hale getirilmiş yüzey ile tel arasında, test sıvısının kayması sağlanmış ve voltaj uygulanarak damlanın durdurulması ya da damlanın yukarı (eğim yönü aksine) hareketi manipülasyonları gerçekleştirilmiştir.



Şekil 5.14. a. Kaplanmış numune yüzeyine eğim kazandırmak ve voltaj uygulaması yapabilmek için özel tasarlanıp üretilmiş makinenin şematik izahı ve dijital görseli, **b.** bu makinenin optik temas açısı ölçüm cihazına montajlanmasının şematik izahı ve dijital görseli.

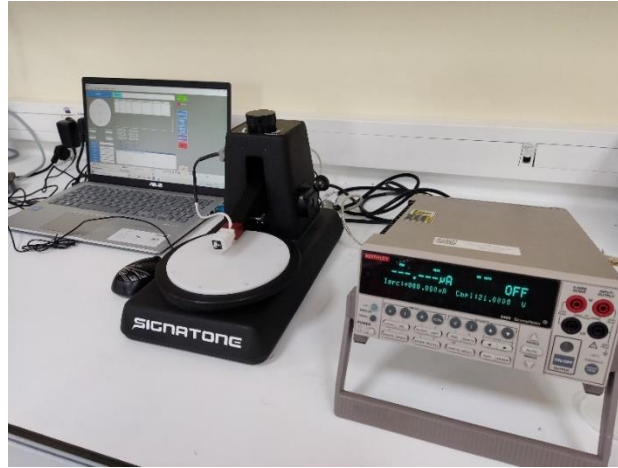
5.5. Malzeme ve Yüzey Karakterizasyonu

GrO, GO, rGO, GO-TiO₂ ve G-TiO₂'nin kimyasal ve yapısal özellikleri Fourier Dönüşümlü Kızılötesi Spektrometresi (FTIR) ve X-Işını Kırınımı (XRD) kullanılarak belirlenmiştir. Panalytical/Empyrean marka XRD cihazı ve Perkin Elmer / Spectrum 100 marka FTIR cihazına ait dijital fotoğraflar Şekil 5.15'te verilmiştir.



Şekil 5.15. a. XRD ve b. FTIR cihazlarının dijital fotoğrafları.

İndirgenmiş GO ve GO-TiO₂ yüzeylerin elektriksel iletkenlikleri dört problu iletkenlik ölçüm cihazı (Signatone) kullanılarak belirlenmiştir ve Şekil 5.16'da dijital fotoğrafı yer almaktadır. İletkenlik ölçüm sonuçları, beş ölçümün ortalaması şeklindedir.



Şekil 5.16. Dört problu iletkenlik ölçüm cihazının dijital fotoğrafı.

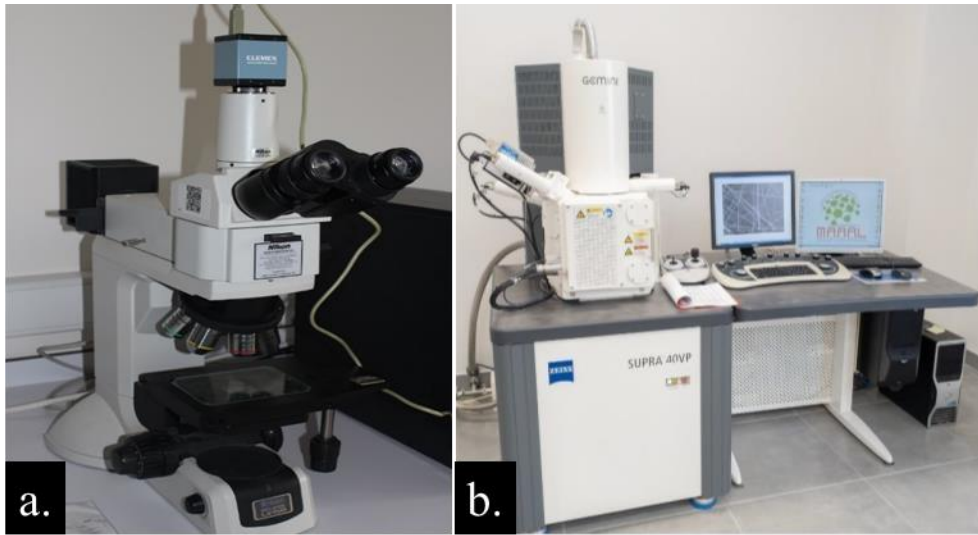
İndirgenmiş ve indirgenmemiş GO ve GO-TiO₂ yüzeylerin statik ve dinamik yüzey özelliklerinin belirlenmesi amacıyla; denge temas açısı, ilerleyen ve gerileyen temas açıları, kayma açısı ve kayma hızları optik temas açısı ölçüm cihazı (Biolin Scientific-Theta Lite) kullanılarak belirlenmiştir (Şekil 5.17). Temas açısı ölçümlerinde test sıvısı olarak DI-su ve KCl kullanılmıştır. Denge temas açısı ölçümleri, yatay şekilde yerleşmiş yüzeye 4µL test sıvısının

damlatılması ve temas açısı cihazında fotoğraflanması sonrasında belirlenmiştir. Temas açısı ölçüm sonuçları üç ölçümün ortalaması alınarak bulunmuştur. Dinamik ilerleme ve gerileme temas açıları farklı test sıvısı miktarları ve kayma açıları için Bölüm 5.4.1. de belirtildiği gibi belirlenmiştir.



Şekil 5.17. Optik temas açısı ölçüm cihazının dijital fotoğrafı.

GO, rGO, GO-TiO₂ ve rGO-TiO₂ yüzeylerinin morfolojik özelliklerinin belirlenmesi amacıyla Nikon Eclipse LV150 marka optik mikroskop ve ZEISS/Supra 40 VP marka tarama elektron mikroskobu kullanılmıştır ve Şekil 5.18’da dijital fotoğrafları verilmiştir.



Şekil 5.18. Görsel karakterizasyonda kullanılan **a.** optik mikroskop ve **b.** tarama elektron mikroskobu.

6. BULGULAR ve TARTIŞMA

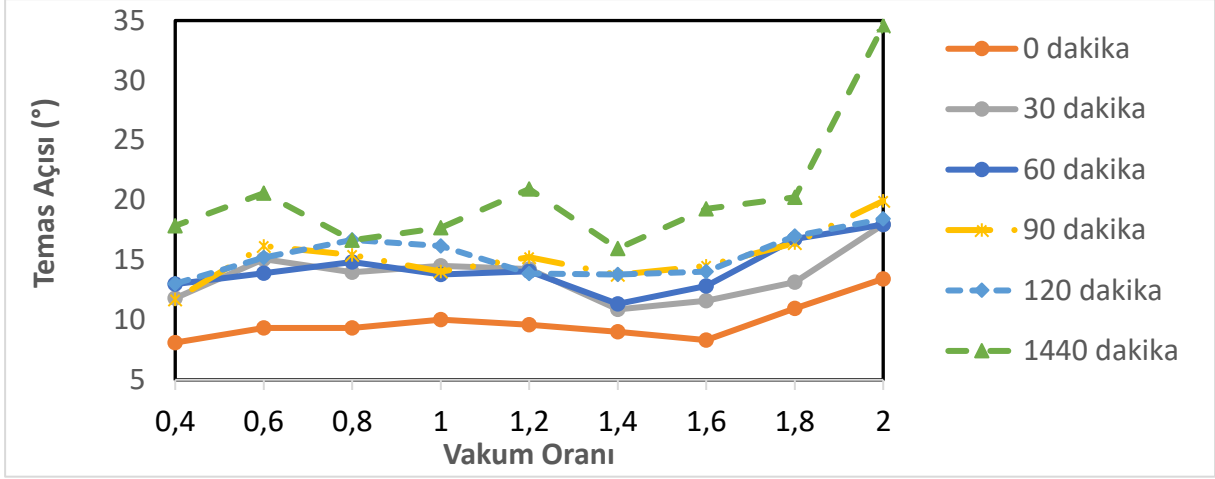
6.1. Cam ve Mikrodesenli PDMS Altlıkların Yüzey Özelliklerinin Optimizasyonu Çalışmaları

Düz, pürüzlü ve mikrodesenli altlık olarak kullanılan altlıklar üzerine GO ve GO-TiO₂ dispersiyonların iyi tutunmasını ve homojen dağılmasını sağlamak amacıyla yüzeylerin hidrofobluk dereceleri optimize edilmiştir.

6.1.1. Düz ve Pürüzlü Cam Altlıkların Yüzey Özelliklerinin Optimizasyonu

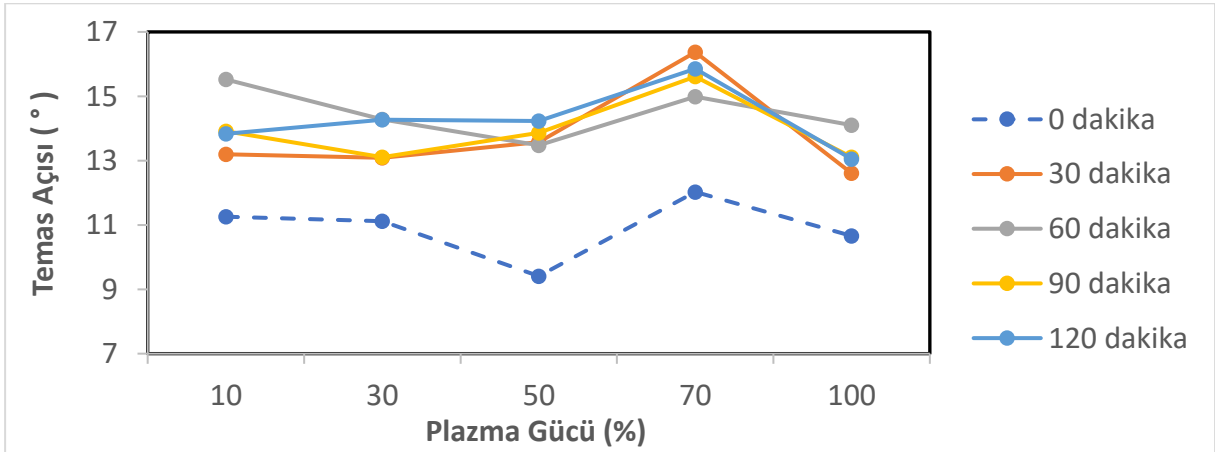
Altık malzeme olarak kullanılacak cam yüzeylerin (76x26 mmxmm), yüzey özelliklerinin optimizasyonu için atmosferik plazma ortamında yüzey modifikasyonu gerçekleştirilmiştir. Çünkü yüzey modifikasyonu gerçekleştirilmeyen cam yüzeyler hidrofobluk sınırına yakın aralıkta (60-80° aralığında temas açısı) yüzey davranışı göstermekte ve bu durum hidrofil özellik gösteren GO ve GO-TiO₂ yüzeylerinin yüzeye tutunma ve homojen dağılma performansının etkilemektedir. GO ve GO-TiO₂ yüzeylerinin yüzeye tutunma ve homojen dağılma performansının en etkin olduğu plazma vakum oranı ve plazma gücünün belirlenmesi amacıyla iki adımlı bir optimizasyon çalışması gerçekleştirilmiştir.

Plazma vakum oranı (0.4-2) ile plazma işlemi sonrasında cam altlıkların 0-24 saat süresi boyunca kararlılığını koruma performansı hidrofobluk derecesinin kontrol edilmesi ile sağlandığı ilk optimizasyon çalışmasında (Şekil 6.1), %50 güç (50W) ve farklı vakum oranlarında 60s plazmalanan cam altlık yüzeylerinde en küçük temas açısının (CA=8°) ile 0,4 vakum oranında (600mbar) elde edildiği belirlenmiştir. Ayrıca en küçük temas açısına yani hidrofobluk derecesine sahip cam altlığın plazma işleminden hemen sonrasında (0. dakika) ait olduğu ve zamana bağlı olarak aynı numunede temas açısının arttığı görülmüştür. Plazma işlemi sonrasında cam altlığın 30-120 dakika arasında bekletilmesi sonrasında temas açısı değerinde ortalama 5° olmak üzere çok büyük artışın olmadığı, ancak 1440 dakika (24 saat) bekletme sonrasında temas açısında 10-16° aralığında seyreden bir artışla büyük farkların meydana geldiği ölçülmüştür (Şekil 6.1.). Birinci optimizasyon çalışması sonrasında optimum koşullar: 60 sn plazmalama süresi, %50 güç (50W), 0.4 vakum oranı (600mbar) için altlıkların modifiye edildikten sonra 2 saate kadar 8-14° aralığında kullanılabileceği belirlenmiştir.



Şekil 6.1. Plazma vakum oranı ve plazma işlemi sonrasında bekleme zamanına bağlı olarak cam lameller üzerindeki temas açısı değişimi, (Plazma Gücü=%50, plazma süresi=60s).

Birinci optimizasyon çalışması sonucunda 60 sn plazmalama süresi, %50 güç (50W), 0.4 vakum oranı (600mbar) ve plazma sonrası 2 saate kadar altlığın kullanılabilceği şeklinde belirlenen optimum koşullarda sadece plazma gücünün değişiminin etkisini belirlemek amacıyla ikinci optimizasyon çalışması gerçekleştirilmiştir. İkinci optimizasyon çalışmasında farklı güç oranlarında (%10-100) plazmaya tabi tutulan cam altlıkların plazmalama işlemi sonrasında ve plazma işlemi sonrasında 2 saate kadar bekletilerek altlıkların kullanılabilme süresinin temas açısı üzerine etkisi incelenmiştir (Şekil 6.2). Deney sonucunda %50 güç ayarında en düşük temas açısının (8°) elde edildiği ve yine plazma sonrası beklemeksizin alınan ölçümlerin en düşük temas açısı değerlerinde olduğu görülmüştür (Şekil 6.2). Sonuç olarak plazma koşullarının, cam yüzeylerin hidrofobluk derecesini (8-14°) oldukça düşürdüğü ve altlıkların plazma işlemi sonrasında neredeyse 2 saat süreye boyunca kullanılabilceği ve cam altlıklar için 60 sn plazmalama süresi, %50 güç (50W), 0.4 vakum oranı (600mbar) şartlarının optimum şartlar olduğu belirlenmiştir.

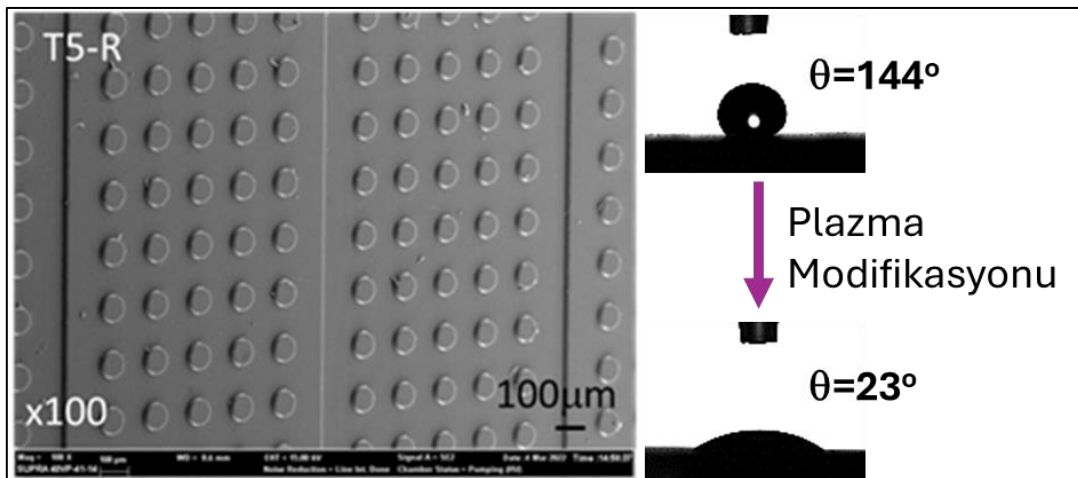


Şekil 6.2. Plazma gücüne ve zamana bağlı olarak temas açısının cam lameller üzerindeki değişimi (Vakum Ayarı=0.4 [600mbar], t=60s)

6.1.2. Mikrodesenli PDMS Altlıkların Yüzey Özelliklerinin Optimizasyonu

Bölüm 5.1.1’de tasarım detayları verilen kanal ve kanal içi ve üstünün silindirik pillarla donatıldığı iki katlı litografi yöntemi ile üretilen T5-R tasarımına sahip mikrodesenli Si-altaştan, Verpol RTV240 kalıp silikonu kullanılarak çoğaltılan mikrodesenli PDMS altlıkların yüzey ve kesit mikroskop görüntüleri Şekil 5.4’te verilmiştir. Kesit görüntülerinden görüldüğü gibi silindirik mikro desenler (pillalar) kanal içinde ve kanallar arasında kot farklı bulunan yüksekteki (kanal üstü) yüzeylerde yer almaktadır ve çapları yaklaşık 100 µm iken yükseklikleri 40 µm civarındadır. Litografi yöntemi ile üretilen Si-altaştan çoğaltılan mikrodesenli PDMS altlık için herhangi bir temizlik işlemi gerçekleştirilmemiştir

Verpol RTV 240 kalıp silikonundan üretilen mikrodesenli PDMS T5-R altlık üzerine; GO ve GO-TiO₂ filmlerinin sıkı tutunmasını ve homojen film dağılımını sağlamak amacıyla atmosferik plazma işleme maruz bırakma koşulları cam yüzeylerde optimize edilen %50 güç (50W), 0.4 vakum oranı (600mbar) olarak 60 sn süre ile gerçekleştirilen denemelerde yüzeyin hidrofobluk derecesinin (CA=118) yeterli düzeyde düşmediği belirlenmiştir ve atmosferik plazmaya maruz bırakma süresi 10 dak ya çıkarıldığında temas açısı 23° ye kadar düşmüştür ve yüzey süperhidrofilik davranış göstermiştir. Düz PDMS yüzeyi 100° temas açısına sahiptir ve mikrodesenli olarak PDMS yüzeyinin pürüzlendirilmesi ile temas açısı değerleri 144°ye artarak süperhidrofobiklik sınırına ulaşmıştır. %50 güç (50W), 0.4 vakum oranı (600mbar) olarak 10 dak atmosferik plazma işleme maruz bırakılan mikrodesenli PDMS altlıkta ise temas açıları 23° olmuş ve PDMS altlık süperhidrofil hale getirilmiştir. Şekil 6.3’de mikrodesenli T5-R tasarımı PDMS altlığa ait SEM görüntüsü ve plazma işleme maruz kalmadan önce/sonrası için temas açısı görselleri yer almaktadır.



Şekil 6.3. Mikrodesenli PDMS altlığa ait SEM görüntüsü ve plazma modifikasyonu öncesi/sonrası temas açısı görselleri.

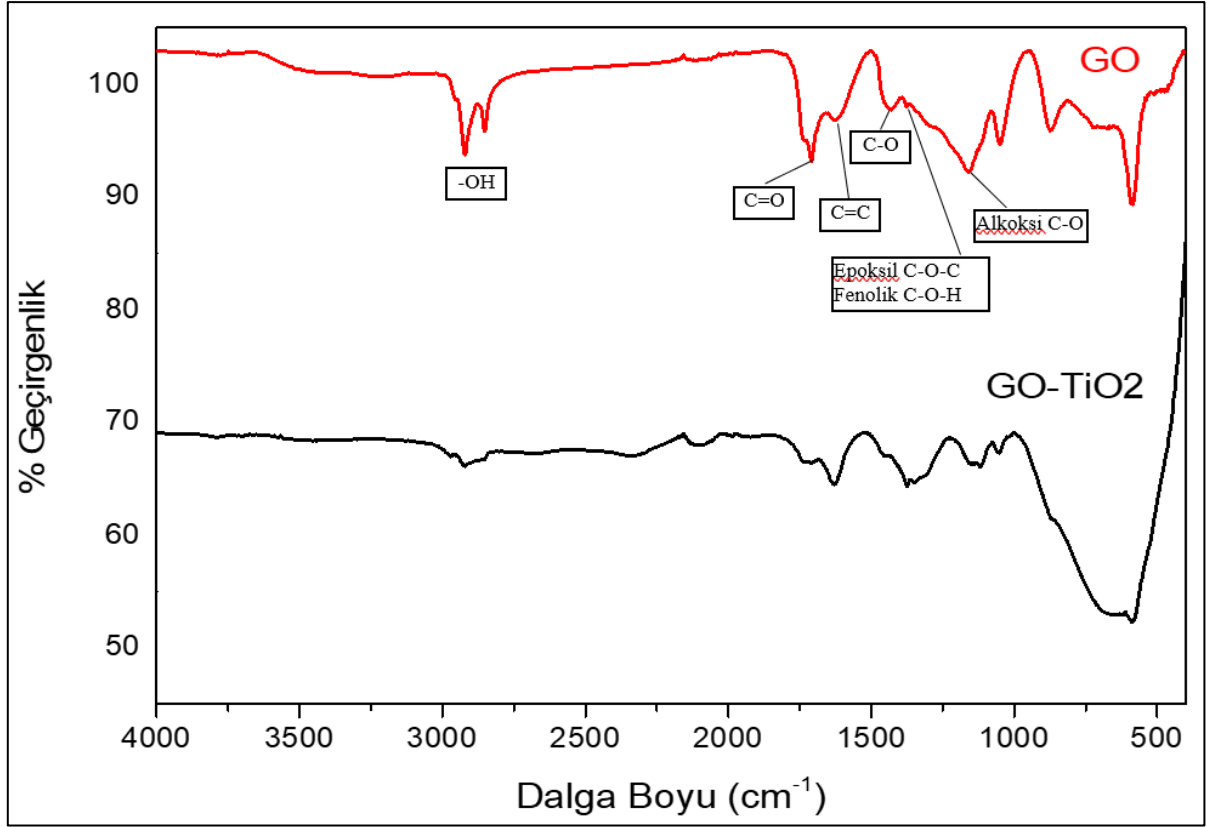
Sonuç olarak hem düz cam ve pürüzlü cam altlıklar hem de PDMS altlıklar SiO_2 bakımından zengindir ve bu durum atmosferik plazma işlemi ile yüzeydeki kirliliklerin uzaklaşması, yüzey enerjisinin artışı ile temas açısının azalması ve yüzeyde OH gruplarının zenginleşmesi gibi etkilerden dolayı yüzeylere kaplamaların daha iyi tutunmasında etkin olduğu söylenebilir ve bu durum literatürde (Avcı vd., 2024) yer alan bilgilerle uyumludur.

6.2. Düşük Konsantrasyonlu GO-TiO₂ Dispersiyonlarından Düz Cam Altlık Üzerine GO-TiO₂ Yüzeylerinin Üretim ve Karakterizasyon Çalışmaları

6.2.1. GO ve GO-TiO₂ Dispersiyonlarının Karakterizasyonu

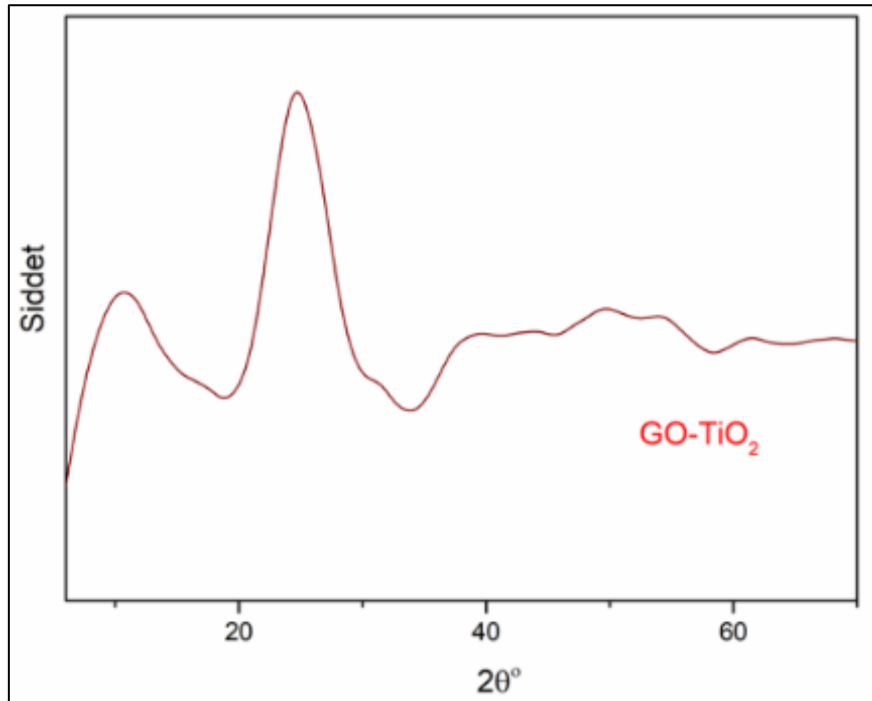
Düşük konsantrasyonlu GO dispersiyonu (GO Stok 1) kullanılarak ağırlıkça %33 TiO₂ katkılanmış GO-TiO₂ dispersiyonu (GO-TiO₂ Stok-1) Bölüm 5.2.2.1’de detayları verildiği şekilde hazırlanmıştır. GO ve GO-TiO₂ dispersiyonlarına ait FTIR ve XRD analizleri sırasıyla Şekil 6.4 ve Şekil 6.5’te verilmiştir.

GO dispersiyonu için FTIR spektrumunda (Şekil 6.4); 1627 cm^{-1} ’deki pik oksitlenmemiş C=C bağlarından ve "2800-3000 cm^{-1} " bölgesindeki pikler -OH titreşim stresinden kaynaklanmaktadır. "2000-2250 cm^{-1} " arası pikler indirgenmiş grafen oksitin (rGO) varlığına işaret etmektedir (Atalay, 2021). "1750-1040 cm^{-1} " arasındaki bölge karboksillere ait olup sırasıyla, 1708 cm^{-1} ’deki pik C=O, 1430 cm^{-1} ’deki pik C-O, 1375 cm^{-1} ’deki pik C-O-C (Epoksil) veya C-O-H (Fenolik) yapılarına karşılık gelmektedir. 1154 cm^{-1} ’deki pik ise Alkoksil C-O karboksilini tanımlamaktadır. Elde edilen sonuçlar GO’ye özgü oksijen içeren grupların varlığını doğrulamaktadır. GO-TiO₂ kompozitinde GO’de görülen oksijen fonksiyonel gruplarına ait piklerin şiddetinde belirgin bir azalma ya da kaybolma olduğu ve "500-900 cm^{-1} " aralığında Ti-O-Ti ve Ti-O-C gerilimlerine ait yeni piklerin oluştuğu belirlenmiştir (Ribao vd., 2017).



Şekil 6.4. GO ve GO-TiO₂ FTIR spektrumu.

GO-TiO₂ kompozitinin XRD analizinde (Şekil 6.5) yaklaşık olarak $2\theta=11^\circ$ 'de GO'ye özgü tipik pik görülmektedir ve ayrıca, yaklaşık $2\theta=26^\circ$ 'de yer alan yayvan şiddetli pik grafen ve Titanyuma özgü piklerdir (Raja vd., 2017; Joshi vd., 2020).



Şekil 6.5. GO-TiO₂ kompozitinin XRD analizi.

GO ve GO-TiO₂ dispersiyonlarının katı madde analizi için petri kabı içerisinde etüvde 80°C sıcaklıkta kurutulması sonucunda petri kabı yüzeyinde oluşan film üzerinde alınan iletken ölçümü sonucunda; GO-TiO₂ katı maddesinde iletkenliğin GO katı maddesine kıyasla çok daha yüksek olduğu her bir numune için 2 farklı ölçümle belirlenmiştir (Tablo 6.1. ve Tablo 6.2.). Bu bulgu, rGO-TiO₂ oluşumunun karakteristiği olan $2\theta \approx 26^\circ$ 'deki XRD zirvesinin gösterdiği gibi, indirgenmiş bir grafen oksit-titanyum oksit (rGO-TiO₂) kompozitinin basit bir ultrasonikasyon süreciyle oluşmaya başladığını göstermektedir (He & He, 2016.)

Tablo 6.1. Düşük Konsantrasyonlu GO ve GO-TiO₂ dispersiyonlarının katı maddesine ait iletkenlik ölçümleri.

Akım (mA)	0.005	Kalınlık (μm)	1			
Ölçüm Noktası	Rs (ohm/sq)	Res (ohm-cm)	V/I	Özgül İletkenlik σ	S/m	S
1@GO	15996.3350	1.5996	4034.8403	0.62514	0.006251	0.000248
2@GO	22661.5527	2.2662	4965.2769	0.44128	0.004413	0.000201
1@GO-TiO ₂	4831.685547	0.483169	1302.066284	2.06967	0.020697	0.000768
2@GO-TiO ₂	4300.179199	0.430018	859.313416	2.32548	0.023255	0.001164

6.2.2. Düşük Konsantrasyonlu GO-TiO₂ Dispersiyonlarından GO-TiO₂ Yüzeylerin Üretimi ve Karakterizasyonu

Bu bölümdeki çalışmalar, düşük konsantrasyonlu GO-TiO₂ dispersiyonlarından farklı kaplama yöntemi ve şartlarındaki değişime bağlı olarak GO-TiO₂'nin altlık yüzeyine homojen olarak en iyi bağlandığı şartların belirlenmesi amacıyla gerçekleştirilmiştir.

6.2.2.1. Döndürerek Kaplama Yöntemi ile GO-TiO₂ Yüzeylerin Üretimi, Karakterizasyonu ve Taguchi Metoduyla Doğrulaması

Bu çalışma GO-TiO₂ Stok-1 dispersiyonun düz cam altlıklara (cam altlıklar farklı plazma süresinde modifiye edilmiştir) farklı döndürerek kaplama şartlarında (döndürme hızı, döndürme süresi, dispersiyon hacmi) kaplanması sonucunda üretilen GO-TiO₂ yüzeylerinde; döndürerek kaplama şartlarındaki değişime ve plazma modifikasyon süresine bağlı olarak temas açısı sonuçlarının değişimi istatistiksel Taguchi metoduyla doğrulanarak araştırılmıştır. Tez kapsamında gerçekleştirilen bu çalışma Mugla Journal of Science dergisinde yayınlanmıştır (Balkaya vd., 2024a).

Çalışma üç aşamada gerçekleştirilmiştir: L16 ortogonal deneysel tasarım, Pareto Varyans Analizi (Pareto ANOVA) ve doğrulama. Deneysel parametreler; döndürme hızı, (SCR;

rpm), döndürme süresi (SCT; s), dispersiyon hacmi (V; ml) ve plazma Süresi (Pls T; s) olarak tanımlanmıştır (Tablo 6.2).

Tablo 6.2. Döndürerek kaplama deney parametreleri ve çalışma seviyeleri.

Proses parametreleri	Birim	Sembol	Seviye			
			1	2	3	4
Döndürme Hızı (SCR)	rpm	A	500	1000	1500	2000
Döndürme Süresi (SCT)	s	B	5	10	15	20
Dispersiyon Hacmi (V)	ml	C	0.2	0.3	0.4	0.5
Plazma Süresi (Pls T)	s	D	5	15	25	35












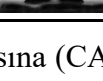
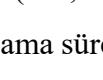


Denge temas açısı (θ_e) yanıtı için excel kullanılarak Taguchi'nin en iyi büyük formüllü (Denklem 6.1) kalite karakteristiğine sahip istatistiksel deney tasarımı yöntemi kullanılmıştır (Veeresh vd., 2020).

$$\frac{s}{N} \text{ratio} = -10 \log \left(\frac{1}{n} \sum_{i=1}^n \frac{1}{y_i^2} \right) \quad (6.1)$$

Pareto Varyans Analizi, veri analizi ve süreç optimizasyonu için Pareto prensibini kullanır ve parametrik tasarım veri analizi için kısa bir hesaplama süresi sağlar. Ayrıca, ayrı bir ANOVA tablosu gerektirmez, böylece Fisher testine olan ihtiyacı ortadan kaldırır. Bu kolaylıklar nedeniyle, mühendisler ve endüstri personeli için daha uygun olduğu ifade edilmektedir (Veeresh Nayak, C. vd., 2020). Pareto Varyans Analizi hesaplaması, döndürme hızı (SCR), döndürme süresi (SCT), dispersiyon hacmi (V; ml) ve plazma Süresi (Pls T) faktörlerinden elde edilen S/N oranı değerleri temel alınarak gerçekleştirilmiştir.

Kaplamalar iki gün boyunca 75°C 'de fırında ve ardından bir gün boyunca desikatörde bekletildikten sonra CA ölçümleri alınmış, her bir kaplama deneyinden elde edilen üç ölçümün ortalaması, temas açısı (CA) damla görüntüleri ve S/N oranları, deneysel tasarım tablosuna dahil edilmiştir (Tablo 6.3.).

Tablo 6.3. Döndürerek kaplama için L16 ortogonal dizi deneyi, temas açısı ölçümleri ve S/N oranları.

Deney No	Girdi parametreleri (Kodlanmış)				Girdi parametreleri (Kodlanmamış)				Çıktıların ortalama değerleri	Çıktıların ortalama S/N oranı değerleri	
	SCR (rpm)	SCT (s)	V (ml)	PLS T (s)	SCR (rpm)	SCT (s)	ml	PLS T (s)	CA (θ)°	dB	
L1	1	1	1	1	500	5	0,2	5	64°		36.12
L2	1	2	2	2	500	10	0.3	15	56°		34.96
L3	1	3	3	3	500	15	0.4	25	52°		34.32
L4	1	4	4	4	500	20	0.5	35	51°		34.15
L5	2	1	2	3	1000	5	0.3	25	52°		34.32
L6	2	2	1	4	1000	10	0.2	35	51°		34.15
L7	2	3	4	1	1000	15	0.5	5	58°		35.27
L8	2	4	3	2	1000	20	0.4	15	45°		33.06
L9	3	1	3	4	1500	5	0.4	35	39°		31.82
L10	3	2	4	3	1500	10	0.5	25	55°		34.81
L11	3	3	1	2	1500	15	0.2	15	43°		32.67
L12	3	4	2	1	1500	20	0.3	5	60°		35.56
L13	4	1	4	2	2000	5	0.5	15	43°		32.67
L14	4	2	3	1	2000	10	0.4	5	49°		33.80
L15	4	3	2	4	2000	15	0.3	35	45°		33.06
L16	4	4	1	3	2000	20	0.2	25	51°		34.15

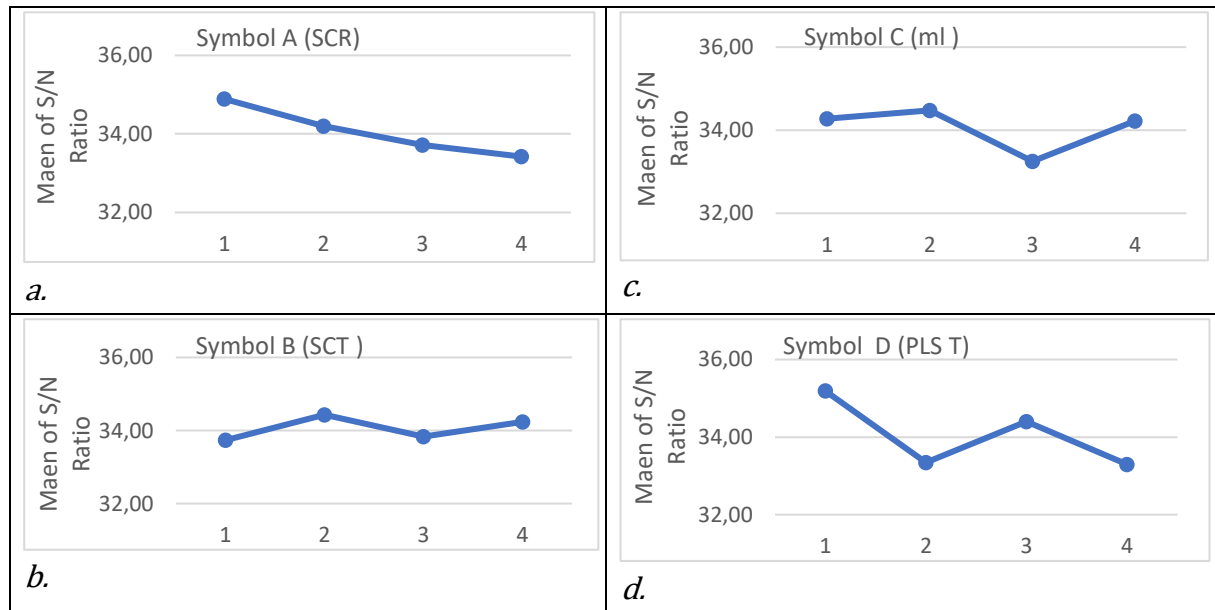
Çalışma sonucunda (Tablo 6.3), kaplama hızının (SCR) temas açısına (CA; θ_e) katkısı %24,926 olarak bulunmuştur. Dispersiyon miktarı (ml), temas açısına (CA; θ_e) %18.171 oranında katkıda bulunan bir sonraki ana faktör olarak belirlenmiştir. Kaplama süresinin (SCT)

ve plazma süresinin (PLS T) etkileri sırasıyla %6.606 ve %50.297 olarak bulunmuştur. Optimum deneysel parametre, deneysel tasarımdaki deneylerden birine karşılık gelebilir veya farklı şekilde düzenlenebilir (Meral vd., 2011). Optimum deneysel parametrelerin A1B2C2D1 olarak tasarlandığı bulunmuştur (Tablo 6.4).

Pareto ANOVA sonuçlarından (Tablo 6.4) elde edilen optimum seviyeler, faktör seviyeleri için ortalama sinyal-gürültü (S/N) oranı grafikleriyle de Şekil 6.6'da gösterilmiştir.

Tablo 6.4. Döndürerek kaplama deneylerinde temas açısı yanıtları için Pareto ANOVA.

Süreç Parametreleri	Seviyeler	A	B	C	D
	1	139.56	134.93	137.10	140.76
Faktör Seviyelerinin	2	136.80	137.73	137.91	133.37
Toplamı	3	134.86	135.32	133.01	137.60
	4	133.69	136.93	136.90	133.19
Farkların Karelerinin Toplamı		78.969	20.928	57.566	159.345
Yüzde Katkı Oranı (%)		24.926	6.606	18.171	50.297
Kümülatif Katkı Oranı (%)		24.926	31.532	49.703	100.0
Optimal Seviyeler		A1	B2	C2	D1
Optimal Seviye Parametreleri		SCR:500 rpm	SCT:10s	V:0.3ml	PlsT:5s



Şekil 6.6. Faktör seviyeleri için ortalama sinyal-gürültü (S/N) oranı grafikleri.

Regresyon analizi sonuçları (Tablo 6.5), tüm değişkenlerin birlikte temas açısı (CA; θ) ile %70 gibi yüksek ve pozitif bir korelasyona sahip olduğunu ve tüm değişkenlerin CA boyutundaki toplam varyansın %49'unu açıkladığını göstermektedir.

Tablo 6.5. L16 deneysel tasarım kaplama deneyi için regresyon istatistikleri.

Çoklu R	R-kare	Standard Hata	Gözlem
0.70	0.49	5.67	16

Regresyon analizinden elde edilen p-değerleri (Tablo 6.6) deneysel tasarımdan elde edilen etkinlik sonuçları (Şekil 6.6) bağlamında incelendiğinde, %50.297 etkinlik ile plazma süresinin (Pls T) ve ikinci en yüksek etkinliğe sahip spin hızının (SCR) istatistiksel olarak anlamlı olduğu görülmektedir ($p < 0.05$). 18.171'lik etkinliğe sahip dağılım miktarı (ml) ve zayıf etkinlik değerlerine (%6.606) sahip sıkma süresi (SCT) istatistiksel anlamlılık göstermemektedir ($p > 0.05$).

Tablo 6.3, en yüksek ortalama CA'nın genellikle en düşük hız olan 500 rpm'lik deney sınıfında olduğunu göstermektedir. Ayrıca, her hız grubunda, plazma süresi (Pls T) 5 saniyeye ayarlandığında tekil maksimumlar elde edilmektedir. Bu sonuçlar, regresyon ve Pareto ANOVA yüzde katkı oranlarından elde edilen anlamlılıkla tutarlıdır (Tablo 6.6).

Tablo 6.6. L16 kaplama deneyi için regresyon ve Pareto ANOVA sonuçları.

Faktörler	Katsayılar	Standard Hata	P-değeri	Yüzdellik Katkı Oranı (%)
Kesişim	65.7000	6.94393	1.282E-06	-
SCR (rpm)	-0.0057	0.00254	0.04605	24.926
SCT (s)	0.0700	0.25356	0.78761	6.606
V (ml)	-8.5000	12.67783	0.51639	18.171
PLS T (s)	-0.2800	0.12678	0.04934	50.297

Tahmini temas açısı değerleri regresyon katsayıları kullanılarak hesaplanmış, Tablo 6.7'de verilmiştir.

Tablo 6.7. Tahmini temas açısı hesaplaması.

Faktörler	Katsayı	Faktör Girdi Değeri	Sonuç
Kesişim (Sabit)	65.7		65.7
SCR (rpm)	-0.0057	500	-2.850
SCT (s)	0.07	10	0.700
ml	-8.5	0.300	-2.550
PLS T (s)	-0.28	5	-1.400
Tahmini CA°			59.60

D1 seviyesi, %50.297'lik önemli katkısı ve $p < 0.05$ güvenilirliği ile baskın parametre olan plazma süresine (PLS T) karşılık gelmektedir. Spin hızı (SCR: %24.926) ve dağılım hacmi (V: %18.171) değerleri birbirine yakındır ve bu nedenle tahmini S/N oranı hesaplamasına dahil edilmemiştir. Tahmini S/N değeri Denklem 6.2 (Serencam, 2019) kullanılarak hesaplanmıştır.

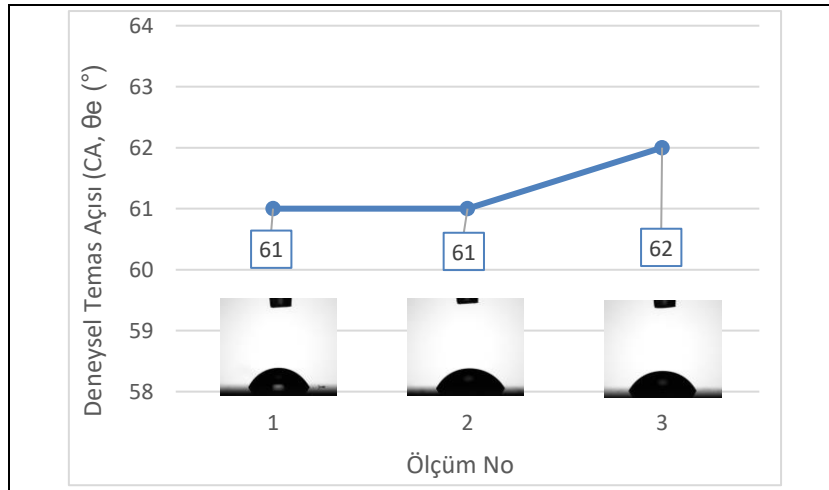
$$\eta_{opt} = \eta_m + \sum_{i=1}^j (\eta_i - \eta_m) \quad (6.2)$$

Denklem 6.2’de η_m : Ortalama S/N, η_i : En etkili Faktör(ler)in optimum seviyelerinin ortalama S/N oranıdır. Denklem 6.2’nin çözümü $\eta_{opt} = 34,06 + (35,19 - 34,06) = 35,19$ (dB) şeklinde olur.

Doğrulama deneylerinin sonuçları optimizasyonun başarılı olduğunu göstermektedir. Tahmini ve deneysel S/N oranlarının yanı sıra temas açıları da yüksek derecede tutarlılık göstermektedir (Tablo 6.8 ve Şekil 6.7).

Tablo 6.8. Doğrulama deney sonuçları ve temas açıları.

Performans Kriteri	Optimum Süreç Parametresi	
	Tahmini	Deneysel
Seviye	A1B2C2D1	A1B2C2D1
Temas Açısı (CA; θ_e . °)	59.6	61.33
S/N (dB)	35.19	35.75



Şekil 6.7. Doğrulama deney sonucu temas açısı.

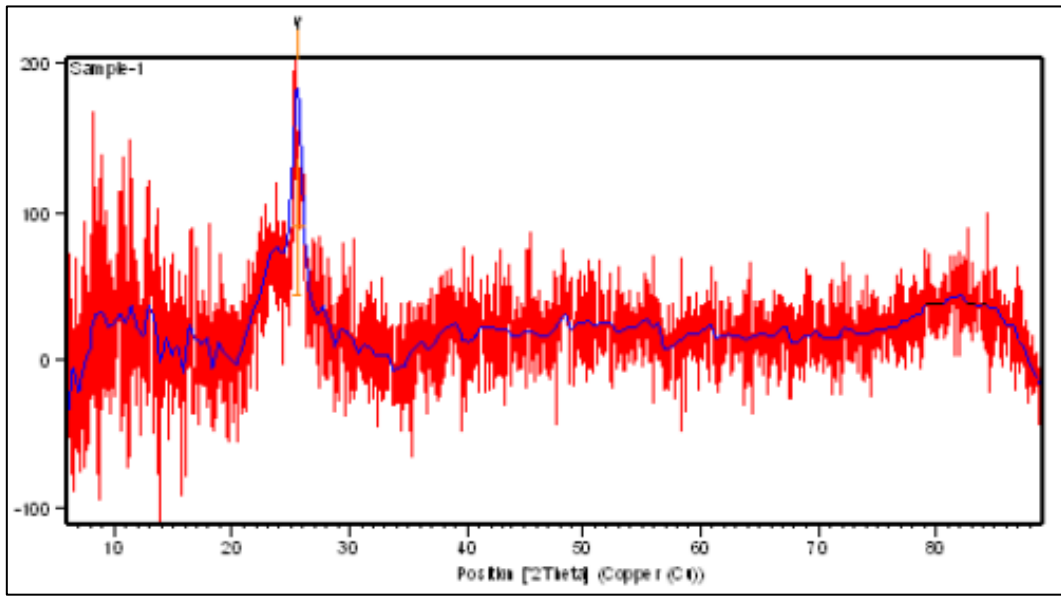
Bera ve arkadaşları, cam üzerindeki GO kaplamaları için 56° ’lik bir temas açısı ölçmüştür (Bera vd., 2018). Karşılaştırıldığında, son kaplama deneylerinde elde edilen temas açıları yaklaşık 61° ’dir (Şekil 6.7), bu da literatürle tutarlıdır ve göreceli bir iyileşme göstermektedir.

0.3 ml GO-TiO₂ stok 1 dispersiyonunun 5s plazma modifikasyonuna maruz bırakılmış cam altlık üzerine 500 rpm döndürme hızında, 10 s döndürme süresinde döndürerek kaplanması ile hazırlanan GO-TiO₂ yüzeyine (SC500) ait XRD grafiği Şekil 6.8’de verilmiştir ve XRD kırınımında GO’ye özgü $2\theta \approx 11^\circ$ ve TiO₂’e özgü $2\theta \approx 26^\circ$ pikler yer almaktadır. GO-TiO₂

kompozitinin XRD analizinden elde edilen pik değerleri kullanılarak elde edilen kaplama filminin kalınlığı ve katman sayısı, Scherrer Denklemi (Denklem 6.3) (El Radaf & Abdelhameed, 2018) ve katman sayısı formülü (Denklem 6.4) (Songkeaw vd., 2019) kullanılarak hesaplanmıştır. Şekil 6.8'deki XRD kırınım sonuçlarından $K=0.90$; $\lambda=1.5406\text{\AA}$; d -aralığı = 3.48443\AA , β (Maksimumun Yarısında Tam Genişlik. FWHM, rad) = 0.9984 ve θ (Bragg açısı. $^{\circ}2\theta$) = 25.5436 değerleri elde edilmiş ve Denklem 6.3'ün çözümünden kaplama kalınlığı (t) = $0.00816\ \mu\text{m}$ ve Katman Sayısı(N) = 24 olarak belirlenmiştir.

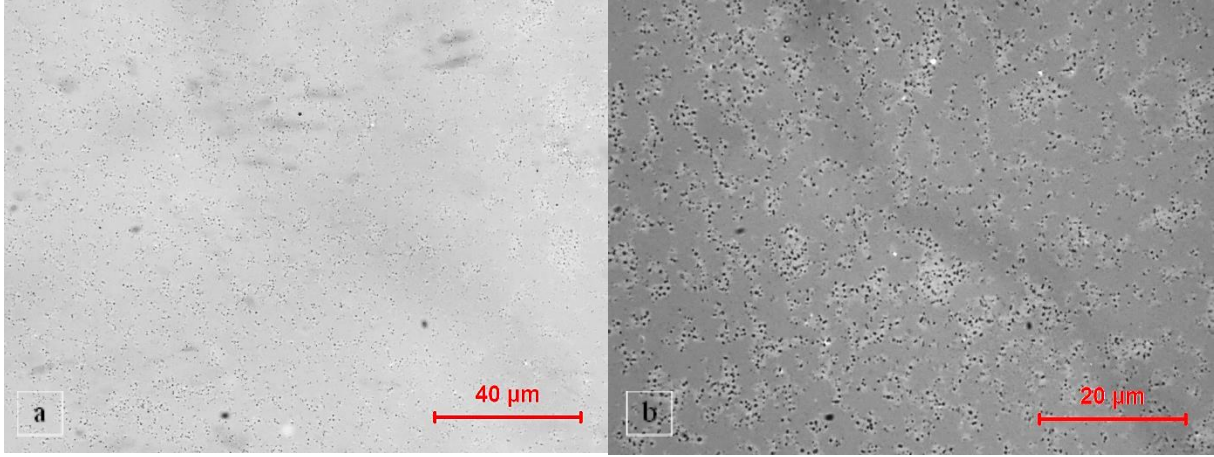
$$t = K \cdot \lambda / \beta \cdot \cos\theta \quad (6.3)$$

$$N = 1 = t/d \quad (6.4)$$

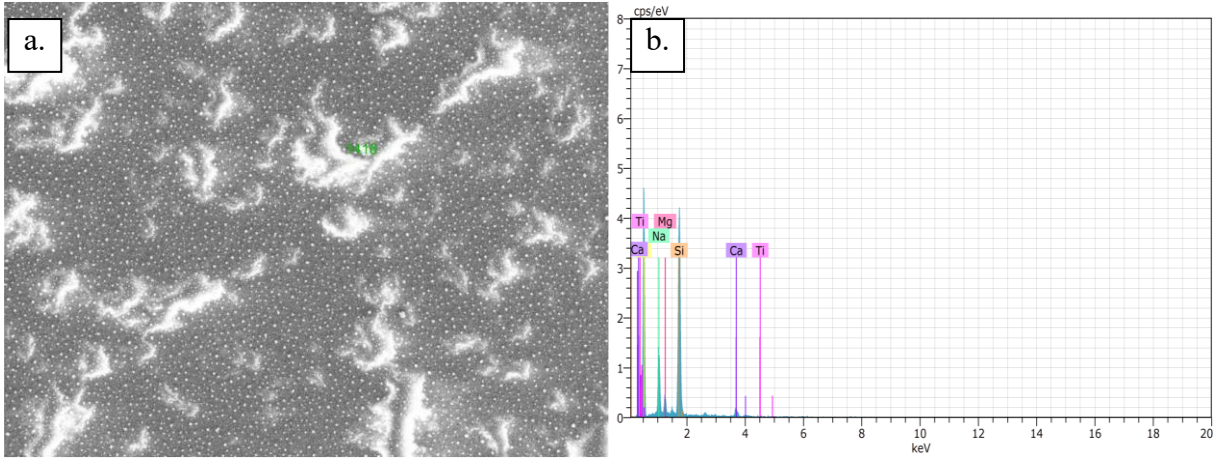


Şekil 6.8. Döndürerek kaplama yöntemi ile üretilen GO-TiO₂ yüzeyine ait XRD kırınımı.

0.3 ml GO-TiO₂ stok 1 dispersiyonunun 5s plazma modifikasyonuna maruz bırakılmış cam altlık üzerine 500 rpm döndürme hızında, 10 s döndürme süresinde döndürerek kaplanması ile hazırlanan GO-TiO₂ yüzeyine (SC500) ait optik mikroskop görselleri incelediğinde, GO yüzey içinde TiO₂'ce zengin beyaz bölgeler (Şekil 6.9.a ve b) görülmektedir. Ayrıca bu yüzeyin SEM görüntüsünden (Şekil 6.10 a) ve EDX sonucundan elde edilen elementel analiz sonuçlarından (Şekil 6.10.b) TiO₂'ce zengin bölgeler daha net bir şekilde ortaya konmuştur ve filmde santrifüj yönünü de tarif eden dalgalanmalar, açıklıklar olduğu bunun SEM-EDX sonuçlarına da yansıtıldığı görülmüştür.




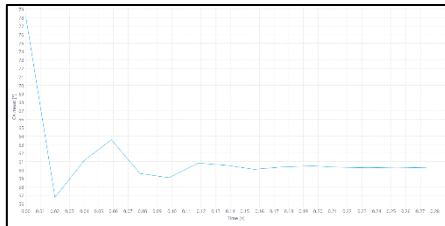
Şekil 6.9. Döndürerek kaplama yöntemiyle elde edilen (SC500) GO-TiO₂ ince film kaplamanın **a.** 500X, **b.** 1000X büyütmedeki optik mikroskop görüntüsü.



Şekil 6.10. Döndürerek kaplama yöntemiyle elde edilen (SC500) GO-TiO₂ ince film kaplamanın **a.** 2000X büyütmedeki tarama elektron mikroskobu (SEM) görüntüsü ve **b.** 2000X büyütmede alınan EDS sonuçları.

Döndürerek kaplama yöntemi ile GO-TiO₂ yüzeylerinin üretimi çalışmasında, optimizasyon çalışmasında bulunan değerler olarak; 500 devir/dakika hızda 15s süreyle döndürme ve 0.3 mL kararlı dispersiyonun kullanıldığı deneyde 61° civarında, optimizasyon çalışmasındaki ile oldukça uyumlu sonuç elde edilmiştir. Temas açısındaki değişimin çok hızlı şekilde zaman eksenine paralel hale geldiği görülmüştür (Tablo 6.9).

Tablo 6.9. Döndürerek kaplamada optimum şartlara göre temas açısı ve zamanla değişimi.

Numune Kod	Temas Açısı (°)	Temas Açısı Görseli	Temas Açısı Değişimi
SC500 GO-TiO ₂	61		

Deneyisel sonuçlar, öngörülen ve gerçek sinyal-gürültü (S/N) oranlarının ve temas açılarının yüksek derecede uyum gösterdiğini ortaya koymuştur. Bu uyum, optimizasyon sürecinin etkili olduğunu ve istenen film özelliklerine ulaşıldığını göstermektedir.

Kaplama sürecinde en etkili parametre, %50.297'lik katkı ve $p < 0.05$ 'lik güvenilirlikle plazma işlem süresi (PLS T) olarak bulunmuştur. Güvenilirlik koşulunu ($p < 0.05$) sağlayan ikinci önemli faktörün ise %24.926'lık katkısıyla döndürme hızı (SCR) olduğu belirlenmiştir.

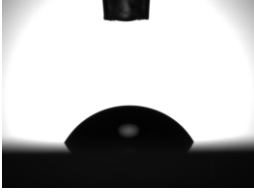
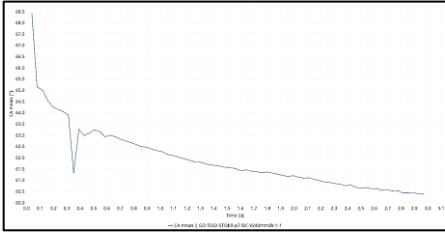

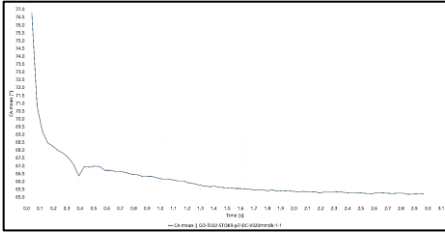

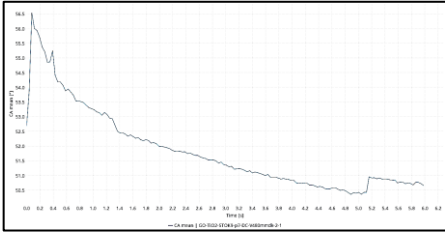

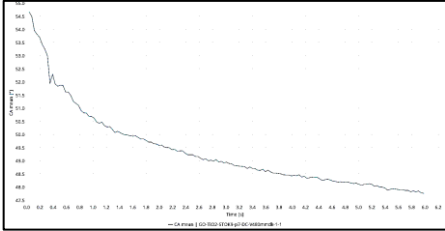
Sonuç olarak, GO dispersiyonuna TiO_2 eklenmesinde ultrasonikasyonun kullanılması bir dereceye kadar grafen oluşumuna yol açarak iletkenliğin artmasına neden olmuştur. Döndürerek kaplama yönteminde, TiO_2 partikülleri yüzeye çok homojen bir dağılımla yapışmış ve çok ince bir kaplama performansı elde edilmiştir.

6.2.2.2. Düşük Konsantrasyonlu GO- TiO_2 Dispersiyonu ile GO- TiO_2 Yüzeylerin Üretiminde Kaplama Yönteminin Yüzey Özelliklerine Etkisi

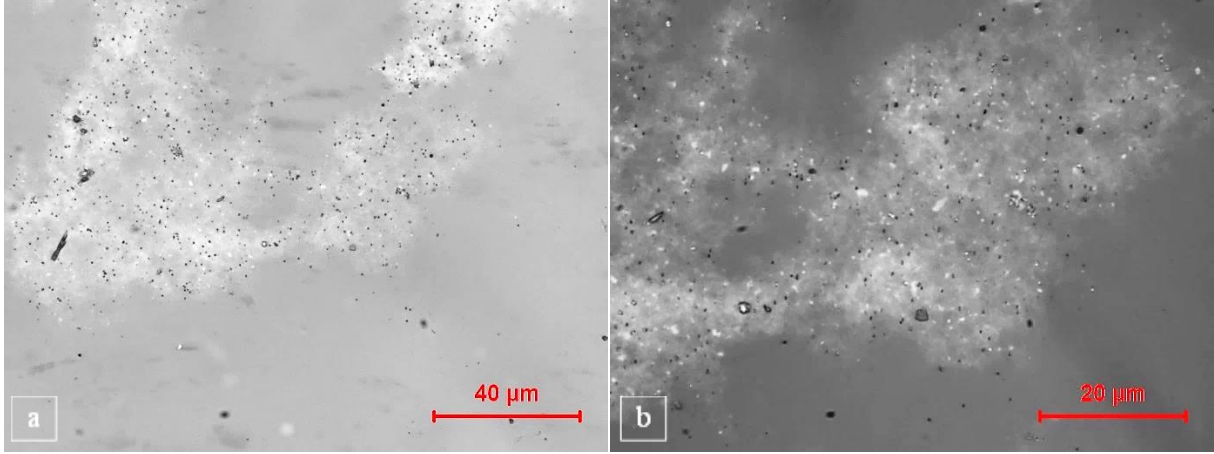
Düşük konsantrasyonlu GO- TiO_2 Stok 1 dispersiyonu kullanılarak hangi kaplama yönteminin yüzey özelliklerine olumlu etkisi olduğunun belirlenmesi amacıyla döndürerek kaplama (Bölüm 6.2.2.1 de elde edilen optimum sonuçlu yüzey), daldırarak kaplama ve püskürterek kaplama yöntemleri ile GO- TiO_2 yüzeyler üretilmiş ve yüzey özellikleri incelenmiştir. Bu çalışma "European Journal of Technique" dergisinde yayıma kabul edilmiştir (Balkaya vd., 2024b).

Tablo 6.10'da düz cam altlıklar üzerine sırasıyla 240, 320, 400 ve 480 mm/dakika daldırma hızında daldırarak kaplama yöntemiyle üretilen, GO- TiO_2 yüzeylerine ait temas açısı değişim sonuçları verilmiştir. Tablo 6.10'dan görüldüğü gibi, kaplama hızının artmasıyla temas açısı değerlerinde düşüş görülmüştür. Temas açısı ölçümlerinde en tutarlı açısız değişim eğrisi 320 mm/dakika daldırma hızında üretilen GO- TiO_2 yüzeyinde (DC320) elde edilmiştir ve temas açısı 2s altında zaman eksenine asimtotik hale gelmiştir. 240 mm/dakika daldırma hızında üretilen GO- TiO_2 yüzeyi (DC240); 400 mm/dakika (DC400) ve 480 mm/dakika (DC480) daldırma hızlarında üretilen yüzeylerin temas açısı-zaman eğrilerine göre düzgün bir değişim eğrisi gösterse de 3s'lik ölçüm sonunda eğrinin, zaman eksenine asimtotik olamadığı anlaşılmaktadır. 400 mm/dakika (DC400) ve 480 mm/dakika (DC480) daldırma hızlarında üretilen yüzeylerin temas açısı-zaman temas açısı eğrilerinin 3s sonunda halen düşüşte olması nedeniyle test süreleri 6s çıkarılmasına rağmen açı değerinin sürekli düştüğü ve asla asimtotik olamadığı tespit edilmiştir.

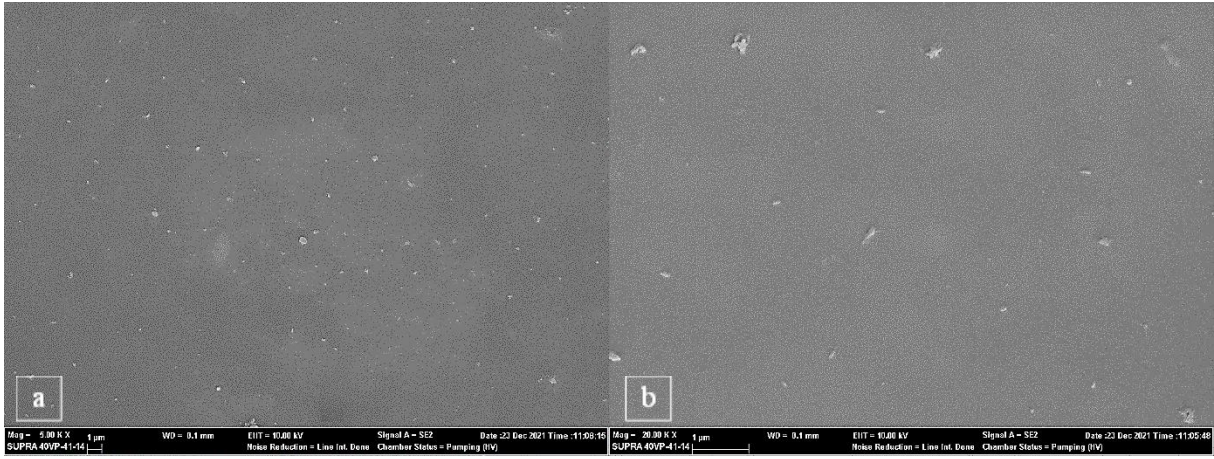
Tablo 6.10. Daldırarak kaplamada daldırma hızına göre temas açıları ve zamanla değişimi.

Numune Kod	Temas Açısı (°)	Temas Açısı Görseli	Temas Açısı Değişimi
DC240	60.4		
DC320	65.5		
DC400	50.7		
DC480	47.7		

Daldırarak kaplama yöntemiyle üretilen GO-TiO₂ yüzeylere ait optik mikroskop görüntülerinden, GO-TiO₂ ince film kaplamada Ti'ca zengin (açık renkli) bölgelerin varlığı (Şekil 6.11.a ve b.) döndürerek kaplamaya (Şekil 6.9.a ve b.) göre çok daha geniş olduğu görülmektedir. Şekil 6.12'de, daldırma yöntemiyle elde edilen (DC320) GO-TiO₂ ince film kaplamanın iki kat Platin kaplama ile alınabilmiş SEM görüntüsü yer almaktadır. Döndürerek kaplama yöntemiyle elde edilen (SC500) GO-TiO₂ ince film kaplamanın yapısı (Şekil 6.10.a) daldırma ile kaplamayla (Şekil 6.12.) birlikte değerlendirildiğinde GO içinde TiO₂'ce zengin beyaz bölgelerin her iki kaplamada da mevcut olduğu, TiO₂ parçacıklarının döndürerek kaplamada çok daha homojen dağılım gösterdiği, ancak daldırma ile kaplamada film süreksizliğinin olmadığı, dolayısıyla kesintisizlik adına daldırarak kaplamanın daha etkin sonuç verdiği anlaşılmıştır.



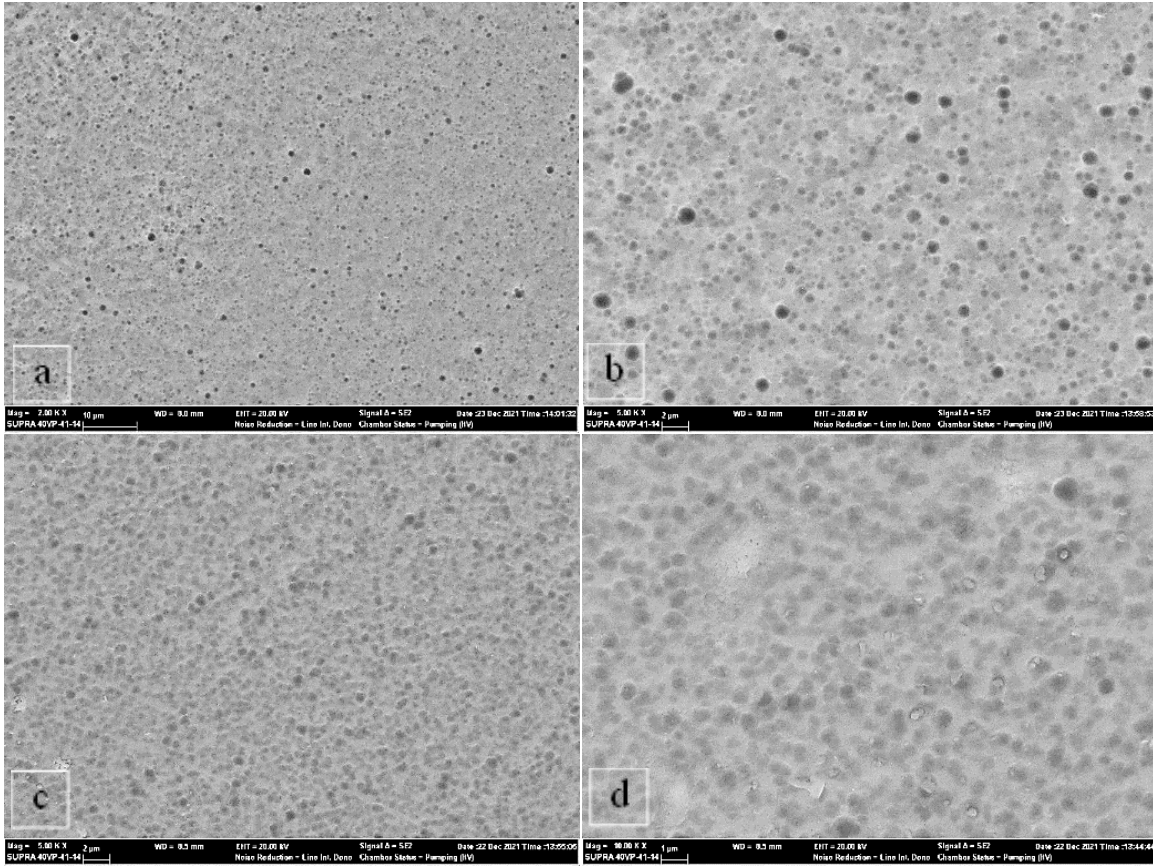
Şekil 6.11. Daldırma yöntemiyle elde edilen (DC320) GO-TiO₂ ince film kaplamanın **a.** 500X ve **b.** 1000X büyütmedeki optik mikroskop görüntüleri



Şekil 6.12. Daldırma yöntemiyle elde edilen (DC320) GO-TiO₂ ince film kaplamanın **a.** 5000X ve **b.** 20000X büyütmedeki tarama elektron mikroskobu (SEM) görüntüleri.

Püskürterek kaplama yöntemiyle GO-TiO₂ yüzeylerin üretiminde yaklaşık 300°C sıcaklığa ısıtılmış cam altık malzeme üzerine GO-TiO₂ püskürtülerek uygulanmış ve ani kuruma sonrası numuneler hızlıca sıcak yüzeyden alınarak oda sıcaklığında soğumaya bırakılmıştır. İşlemin doğası gereği, bu yüzey üzerinde ani olarak kuruyan damlacıkların varlığı nedeniyle tepecik ve çukurcuklardan müteşşekkil bir yapının varlığı SEM görsellerinde net bir şekilde görülmektedir. Püskürtme ile kaplamanın, GO-TiO₂ (Şekil 6.13.a ve b.) ve HI asitle indirgenmiş rK-GO-TiO₂ (Şekil 6.13.c ve d.) türleri birbirleriyle kıyaslandığında, indirgenen numunelerde daha düzgün ve homojen yapının varlığı, döndürerek ve daldırma kaplama yöntemleri ile uyumludur. GO-TiO₂'e ait yüzeyin yapısı 2000 (Şekil 6.13.a.) ve 5000 (Şekil 6.13.b.) büyütmede elde edilebilirken, bu yüzeylerin rK-GO-TiO₂ halleri için benzer görsel özellikler, 5000 (Şekil 6.13.c) ve 10000 (Şekil 6.13.d) büyütmede elde edilebilmiştir. Yüzeylere ait görsellerden (Şekil 6.13.) anlaşıldığı üzere homojen kaplama oluşumu elde edilememiştir.

Bunun yanında, homojen ve tekrarlanabilir kalınlıkta kaplama elde etmek mümkün olamamıştır.



Şekil 6.13. Püskürterek kaplama yöntemiyle elde edilen GO-TiO₂ ince film kaplamanın **a.** 2000X, **b.** 5000X ve r-GO-TiO₂ ince film kaplamanın **c.** 5000X, **d.** 10000X büyütmedeki tarama elektron mikroskobu (SEM) görüntüsü

6.3. Düşük Konsantrasyonlu GO-TiO₂ Dispersiyonlarından Düz Cam Altlık Üzerine Üretilen GO-TiO₂ Yüzeylerinin İndirgenmesi ile r-GO-TiO₂ Yüzeylerinin Üretim ve Karakterizasyon Çalışmaları

Düşük konsantrasyonlu GO-TiO₂ dispersiyonlarından düz cam altlık üzerine üretilen GO-TiO₂ yüzeylerinin indirgenmesi ile rGO-TiO₂ yüzeylerinin üretimi çalışmalarında öncelikle GO-TiO₂ yüzeylerin üretiminde en büyük katkı malzemesi olan GO'in indirgenme şartlarının belirlenmesine yönelik çalışmalar gerçekleştirilmiştir.

6.3.1. Düşük Hacimli İndirgeyici Ortamında GO'in İndirgenmesiyle rGO Yüzeylerin Üretim ve Karakterizasyonu

Bu çalışmada düşük konsantrasyonlu GO Stok 2 ve Stok 3 dispersiyonları kullanılarak konsantrasyon artışına bağlı olarak kaplama kalınlığının artırılması ve düşük indirgeyici

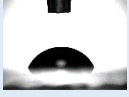









konsantrasyonunda GO'in indirgenme derecesinin belirlenmesi amacıyla gerçekleştirilmiştir. GO Stok 2 ve GO Stok 3 dispersiyonları Bölüm 6.2.2 de optimize edilen daldırarak kaplama (320 mm/dk kaplama hızı) ve döndürerek kaplama (dönme hızı 500 rpm) şartları kullanılarak düz cam altlık üzerine üretilmiş ve sonrasında Şekil 6.14 de yer alan desikatörün içerisine indirgeyici (HI veya HI+Ac) ve GO yüzeylerinin yerleştirilmesi ve etüvde 40°C'de 24 saat bekletilmesi ile indirgeme işlemi gerçekleştirilmiştir. İndirgeme işleminin detayları Bölüm 5.3.1'de desikatör içerisinde indirgenme prosedüründe yer almaktadır. Termal indirgeme çalışmaları Bölüm 5.3.2'de detaylandırıldığı şekilde 350°C'de gerçekleştirilmiştir.



Şekil 6.14. GO yüzeylerin HI buharına maruz bırakılması ile grafene indirgenme işleminin gerçekleştirildiği desikatörün dijital fotoğrafı.

Tablo 6.11'de daldırarak kaplama (DC) ve döndürerek kaplama (SC) yöntemiyle hazırlanan yüzeylerin farklı indirgeme metotları için iletkenlik ve temas açısı sonuçları yer almaktadır. Tablo 6.11'den görüldüğü gibi döndürerek kaplama yöntemi ile GO-stok -2'den (1.72 mg/mL) üretilen GO yüzeyinin kimyasal indirgenmesi sonucunda iletkenlik ölçümü alınamamıştır. Ancak GO dispersiyon konsantrasyonunun 4.09 mg/mL yükselmesi (GO Stok 3) ile döndürerek kaplama yöntemiyle üretilen GO yüzeylerinin kimyasal veya kimyasal+termal indirgenmesi ile iletken grafen yüzeyler elde edilebilmiştir. Döndürerek kaplama yöntemiyle üretilen GO yüzeyinin indirgenmesi ile üretilen GO yüzeyleri için en yüksek iletkenlik değeri kimyasal+termal indirgenme sonucunda elde edilen grafen yüzeyi için 0.345 S/cm olarak bulunmuştur. Bu değer literatürdeki ince film grafen yüzeyleri ile uyumludur (Che vd., 2017).

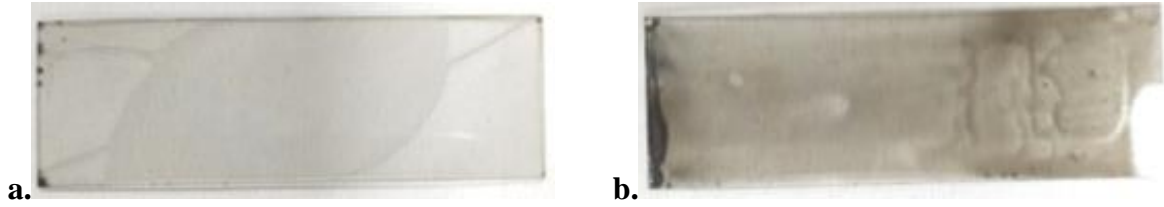
Tablo 6.11. Daldırarak kaplama ve döndürerek kaplama yöntemiyle hazırlanan GO yüzeylerinin Kimyasal veya Kimyasal+Termal indirgenmesi ile üretilen grafen yüzeylerine ait iletkenlik ve temas açısı sonuçları.

GO Konsantrasyonu (mg/ml)	Kaplama Yöntemi	İndirgeme Türü (Koşulu)	Direnç (Ω .cm)	İletkenlik (S/cm)	Temas Açısı ($^{\circ}$)
1.72	SC	Kimyasal (36sa@HI+Ac)	0	0	66 
4.09	SC	Kimyasal (15sa@HI)	3.078	0.325	86 
4.09	SC	Kimyasal (21sa@HI)	3.209	0.312	96 
4.09	SC	Kimyasal (21sa @HI) Termal (16sa@200°C)	3.078	0.345	87 
4.09	SC	Kimyasal (36sa@HI)	4.056	0.247	93 
4.09	DC	Kimyasal (36sa@HI+Ac)	2.754	0.363	83 
4.09	DC	Kimyasal (15sa@HI)	1.600	0.625	104 
4.09	DC	Kimyasal (21sa@HI)	1.643	0.609	105 
4.09	DC	Kimyasal (21sa@HI) Termal (16sa@200°C)	1.218	0.821	108 
4.09	DC	Kimyasal (36sa@HI)	1.645	0.608	107 

GO dispersiyon konsantrasyonunun daha yüksek olduğu (4.09mg/mL) GO stok 3 dispersiyonundan üretilen grafen yüzeylerde, konsantrasyonu düşük (1.72 mg/mL) olan GO dispersiyonundan üretilen grafen yüzeylere göre daha yüksek iletkenlik elde edilmiştir. En yüksek iletkenliğin daldırarak kaplama yöntemi ile üretilen ve kimyasal+termal yöntemle indirgenmesi şartında(0.821 S/cm) olduğu belirlenmiştir. Tüm GO yüzeylerin grafene indirgenmesi sonrasında temas açısı değerleri yüzeydeki oksijen içeren grupların kaybolması nedeniyle artmıştır ve ayrıca iletkenlikteki artışa bağlı olarak da temas açısı değerleri literatürle uyumlu olarak yükselmiştir (Atalay Gengeç, 2021; Wang vd., 2018).

Şekil 6.15'te daldırarak ve döndürerek kaplama yöntemi ile üretilen GO yüzeyinin HI asit ile 21sa 40°C'de indirgenmesi sonucunda üretilen grafen yüzeylerine ait dijital fotoğraflar

yer almaktadır. Şekil 6.15'ten görüldüğü gibi başlangıçta kahverengi olan GO yüzeyler, indirgenme sonrasında bir miktar griye doğru renk değişimine uğramıştır ki bu renk değişimi indirgenmenin gerçekleştiğinin görsel bir kanıtı olarak literatürde de yer almaktadır (Pei & Cheng, 2012).

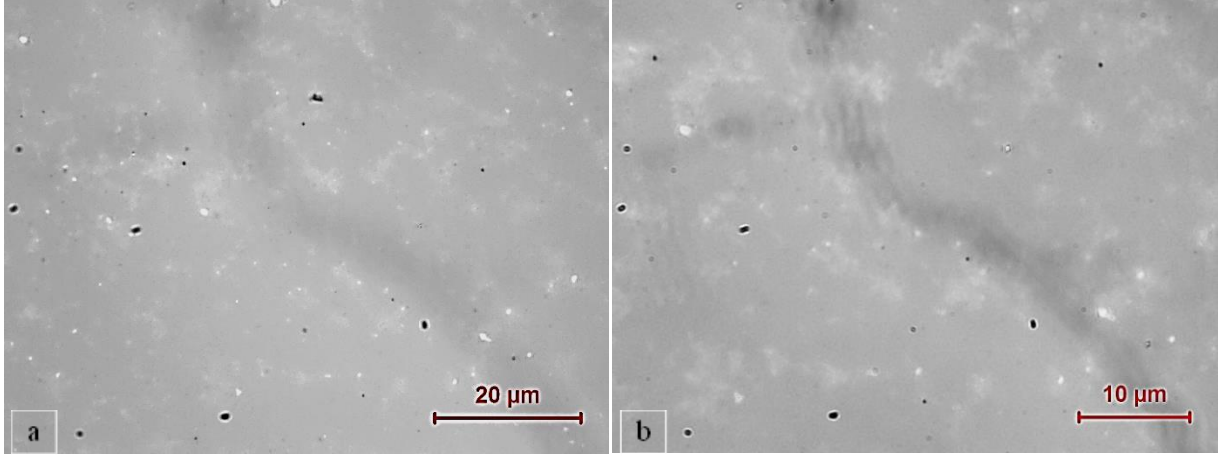


Şekil 6.15. a. Döndürerek kaplama ile üretilen GO yüzeyinin HI asit ile 21sa 40°C'de indirgenmesi sonucunda üretilen grafen yüzeyinin, **b.** Daldırarak kaplama yöntemi ile üretilen GO yüzeyinin HI asit ile 21sa 40°C'de indirgenmesi sonucunda üretilen grafen yüzeyinin dijital görüntüleri.

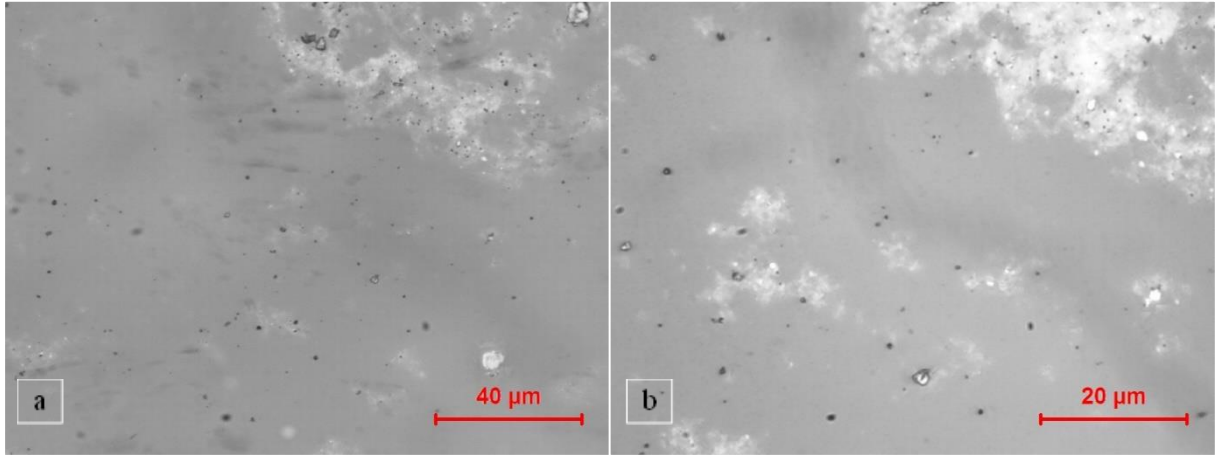
6.3.2. Düşük Hacimli İndirgeyici Ortamında GO-TiO₂'nin İndirgenmesiyle rGO-TiO₂ Yüzeylerin Üretim ve Karakterizasyonu

Bu çalışmada düşük konsantrasyonlu GO Stok 1 dispersiyonuna %33 TiO₂ katkılanması ile daldırarak ve döndürerek kaplama yöntemi optimizasyon çalışmaları sonucunda belirlenen optimum koşullarda (500 rpm döndürme hızı) üretilmiş GO-TiO₂ yüzeyinin HI ortamında indirgenmesi sonucunda elde edilen r-GO-TiO₂ yüzeylerinin iletkenlik davranışını incelemek amacıyla gerçekleştirilmiştir. GO-TiO₂ yüzeyleri Bölüm 6.2.2 de optimize edilen döndürerek kaplama (dönme hızı 500 rpm) şartları kullanılarak düz cam altlık üzerine üretilmiştir ve sonrasında desikatörün içerisine indirgeyici (HI) ve GO-TiO₂ yüzeylerinin yerleştirilmesi ve etüvde 40°C'de 24 saat bekletilmesi ile kimyasal olarak indirgeme işlemi gerçekleştirilmiştir. İndirgeme işleminin detayları Bölüm 5.3.1'de desikatör içerisinde indirgenme prosedüründe yer almaktadır.

Daldırarak kaplama ve döndürerek kaplama yöntemleri ile üretilen GO-TiO₂ yüzeylerinin kimyasal olarak indirgenmesi ile üretilen rK-GO-TiO₂ yüzeylerine ait SEM görüntüleri Şekil 6.16 ve Şekil 6.17 de verilmiştir. SEM görüntülerinde, daldırarak kaplama yöntemi ile üretilen rGO-TiO₂ yüzeylerinin daha pürüzlü ve TiO₂ aglomerasyonunun daha fazla olduğu, döndürerek kaplama yöntemiyle üretilen GO-TiO₂'nin indirgenmesi ile üretilen rGO-TiO₂ yüzeyinin ise daha pürüzsüz ve TiO₂ aglomerasyonunun olmadığı görülmektedir.



Şekil 6.16. Döndürerek kaplama yöntemiyle elde edilen (SC500) rGO-TiO₂ ince film kaplamanın **a.** 1000X, **b.** 1500X büyütmedeki optik mikroskop görüntüsü



Şekil 6.17. Daldırma yöntemiyle elde edilen (DC320) rGO-TiO₂ ince film kaplamanın **a.** 500X ve **b.** 1000X büyütmedeki optik mikroskop görüntüleri.

6.4. Yüksek İletkenlikte r-GO Yüzeylerin Üretimi İçin Optimum Şartların Belirlenmesi Çalışmaları


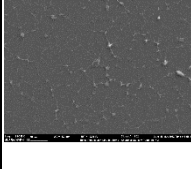
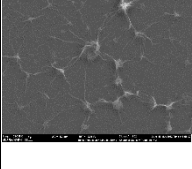
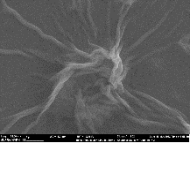
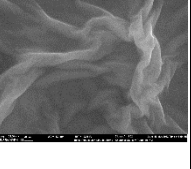

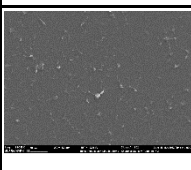
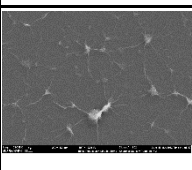
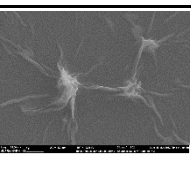
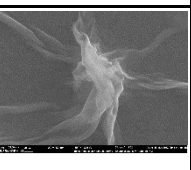
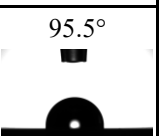
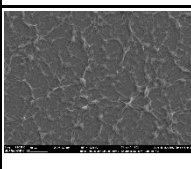
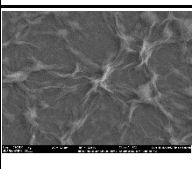
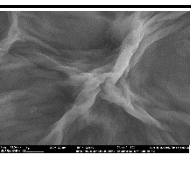
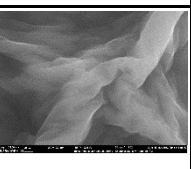
Tez kapsamında bu bölüme kadar gerçekleştirilen çalışmalar düşük konsantrasyonlu GO dispersiyonları kullanılarak yapılmıştır. Ancak GO dispersiyon konsantrasyonunun yükselmesinin iletkenliği artırdığı sonucuna varılmıştır. Ayrıca daldırarak kaplama yöntemi ile yüzey homojenliğinin daha iyi sağlandığı belirlenmiştir. Bu edinimler sonunda her ne kadar iletken grafen yüzeyler elde edilmiş olsa da daha konsantre bir gaz ortamı ve daha yüksek konsantrasyonlu GO dispersiyonunun kullanılması ile iletkenliğin artırılacağı öngörülmüştür. Bu öngörü doğrultusunda indirgenme ortamının hacmi küçültülerek, desikatör yerine 250mL'lik balon joje içerisinde ve daha yüksek konsantrasyonlu GO dispersiyonu (GO Stok 4) (8mg/mL) ile daha kısa indirgeme sürelerde (240dak.) ve farklı sıcaklıklarda (75 ve 80°C) GO'in grafene indirgenme çalışmaları yapılmıştır. GO-stok 4 dispersiyonunda 1600

mm/dk daldırma hızında kaplanan GO yüzeylerin indirgeme türü ve şartlarındaki değişime bağlı olarak iletkenlik ve temas açısı değerlerindeki değişim Tablo 6.11’de yer almaktadır.

Düşük hacimli indirgeme ortamı kullanılarak GO’ın grafene indirgenme çalışmalarında indirgeyici olarak HI mı, yoksa HI+Ac karışımını mı kullanmanın, iletkenlik üzerine daha etkili olduğunu belirlemek için gerçekleştirilen çalışmalar neticesinde aynı indirgeme ortamı ve sıcaklığı için HI+Ac indirgeyici ortamının kullanımının daha elverişli olduğu belirlenmiştir (Tablo 6.12). İndirgeme sıcaklığının 75°C’den ve 80°C’ye yükseltilmesi ile iletkenlik yaklaşık 74 S/cm’den 39 S/cm’ye düşmüştür. Bu durum düşük hacimli indirgeme ortamında sıcaklıktaki küçük bir değişikliğin iletkenlik üzerinde oldukça etkin değişikliğe neden olduğunu göstermiştir (Tablo 6.12). HI ve HI+Ac ortamında indirgeme sonucunda üretilen grafen yüzeylerin temas açıları ve iletkenlikleri kıyaslandığında, aynı indirgeme şartında HI kimyasal indirgeyicisinin kullanımı HI+Ac kullanımına göre daha düşük temas açısı ve iletkenlik değeri elde edilmiştir.

Düşük hacimli indirgeme ortamında yüksek konsantrasyonlu GO dispersiyonu ile üretilen GO yüzeyinin HI ve HI+Ac ortamında kimyasal olarak indirgenmesi üretilen iletken yüzeylerin SEM görüntülerinde indirgeme sıcaklığının düşmesi tabakalanmanın artmasına ve yüzeyde pürüzlülüğün artmasına neden olmuştur (Tablo 6.12). Bu durum literatür verilerini doğrulamaktadır (Rabchinskii vd. 2018). Ayrıca literatürde cam altık üzerine üretilen grafen filmlerin katman (tabaka) sayısının, temas açısı ile alakalı olduğu ve katman sayısı arttıkça temas açısının arttığı belirtilmektedir (Rafiee vd. 2012). Bu durum düşük konsantrasyonlu GO yüzeylerinin indirgenmesi ile üretilen yüzeylerde düşük iletkenlikler ve temas açısı değerleri elde edilmesi ve yüksek konsantrasyonlu GO dispersiyonların indirgenmesi ile iletkenlik ve temas açısındaki artış verileri ile uyumludur.

Tablo 6.12. İndirgeme ortamı olarak HI ve HI+Ac kullanımı ile daldırarak kaplama şartlarında üretilen ve farklı şartlarda indirgenerek yüksek iletkenlik elde edilen yüzeylere ait iletkenlik, temas açısı ve SEM görüntüleri.

İndirgenme Şartları	Temas Açısı ve Görseli	İletkenlik (S/cm)	SEM Görüntüleri			
			x2000	x5000	x20000	x50000
HI T=80°C t=240 dak. RA=0.35ml @250ml	93° 	27.398				
HI+Ac T=80°C t=240 dak. RA=0.35ml @250ml	97° 	39.889				
HI+Ac T=75°C t=240 dak. RA=0.35ml @250ml	95.5° 	74.072				

Sonuç olarak düşük hacimli indirgeme ortamında gerçekleştirilen, çalışmalar sonucunda grafen iletkenlik değerini artırmak için düşük hacimli indirgeme ortamında indirgeme ortamı olarak HI+Ac kullanımı ile optimum indirgenme şartları: 250mL indirgeme hacmi, 75°C indirgeme sıcaklığı, indirgeme süresi 4sa, 1:13 oranına sahip 0.35mL hacminde indirgeyici HI+Ac asit karışımı olarak belirlenmiştir.

6.5. Yüksek Konsantrasyonlu Grafen Oksit-Titanyum Oksit (GO-TiO₂) Kararlı Dispersiyonlarının Hazırlanması

Bu bölümde kullanılan yüksek konsantrasyonlu GO stok 4 dispersiyonunun DI su (DIw) ile seyreltilmesi ile hazırlanan GO-TiO₂ stok 2'nin hazırlama prosedürü Bölüm 5.2.2.2. de detayları yer almaktadır. Bu bölümde öncelikle tez kapsamında maksimum TiO₂ katkılama oranında kararlılığını koruyan GO dispersiyon konsantrasyonunun belirlenmesine yönelik çalışma gerçekleştirilmiştir. Ardından belirlenen konsantrasyon için ağırlıkça %1, 3, 5, 7 ve 10 TiO₂ katkılanarak kararlılık durumu araştırılmıştır. Tablo 6.13'te kararlı GO-TiO₂ dispersiyonu hazırlanmasında kullanılan reçetelerin detayları ve kararlılık durumları yer almaktadır.

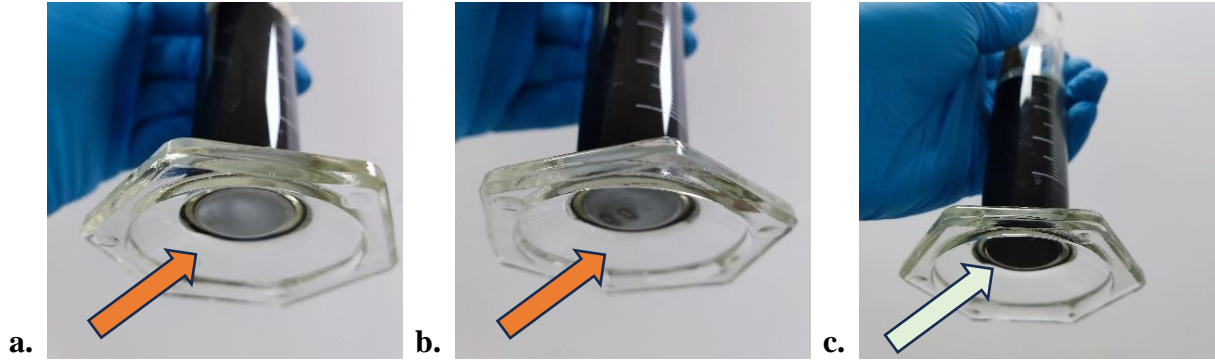
Tablo 6.13. Kararlı GO-TiO₂ dispersiyonu hazırlanmasında kullanılan dispersiyon reçetelerinin detayları.

Dispersiyon kodu	GO Kons. (mg/ml)	GO Hacmi (ml)	GO Ağırlığı (mg)	TiO ₂ Ağırlığı (mg)	%wt TiO ₂	TiO ₂ (mg)/GO(ml)	pH @22°C	Dispersiyon Kararlılık Durumu
GO-1	10	90	900	-	-	-	2.52	Jel
GO-2	8	90	720	-	-	-	2.60	Kararlı
GO-TiO ₂ -1	8	90	720	80.00	10	80/90=0.89	2.52	Kararlı
GO-TiO ₂ -2	4	90	360	40.00	10	40/90=0.44	2.76	Kararsız
GO-TiO ₂ -3	2	90	180	20.00	10	20/90=0.22	2.42	Kararsız
GO-TiO ₂ -4	8	50	400	21.04	5	21.04/50=0.42	2.62	Kararlı
GO-TiO ₂ -5	8	50	400	4.04	1	4.04/50=0.08	2.60	Kararlı

GO dispersiyon konsantrasyonu 8, 4 ve 2 mg/mL olacak şekilde kararlı GO stok 4 dispersiyonlarına her bir konsantrasyon için ağırlıkça sabit TiO₂ miktarında (ağırlıkça %10) dispersiyonlar katılarak 1 gün sonunda TiO₂'nin çöküp/çökmeme durumu izlenmiştir. Yapılan çalışma neticesinde ağırlıkça birim GO miktarı başına düşen TiO₂ miktarı sabit olmasına rağmen, birim GO hacmindeki TiO₂ miktarındaki azalmaya bağlı olarak 4 ve 2 mg/mL GO konsantrasyonlu dispersiyonlar kullanılarak hazırlanan GO-TiO₂ dispersiyonlarının kararsız oldukları ve TiO₂ katısının mezür tabanına çöktüğü görülmüştür (Şekil 6.18. a ve b.). Şekil 6.18.a'da GO konsantrasyonunun 4mg/mL'den 2 mg/mL'ye azalması ile TiO₂ çökme davranışının arttığı görülmüştür. Bu durum literatürde farklı şekillerde izah edilmektedir. TiO₂ kümelerinin oluşumu dolayısıyla dispersiyonda çökme davranışı, mekanik kuvvet uygulanarak veya parçacıkların yüzeyinde adsorbe olan ve kümeleşmelerini bastıran dağıtma maddelerinin eklenmesiyle elektrostatik, sterik veya elektrosterik etkileşim yoluyla zayıf çekici kuvvetlerin üstesinden gelinerek engellenebilir (Vidmar vd. 2016). Ayrıca pH da TiO₂ parçacıklarının aglomere olmasında etkin bir parametredir (Mahbubul vd. 2017). GO elektrostatik olarak yüklenme eğilimi ve negatif yük yoğunluğu yüksek bir malzemedir ve GO konsantrasyonunun azalması (DIw pH değeri 5.5 civarındadır ve GO konsantrasyonunun seyreltilerek azaltılması ile GO'in doğal pH değeri (≈ 2.5) su ilavesi nedeni ile artar ve dolayısıyla elektrostatik çekim kuvvetlerinin etkinliğini azaltarak TiO₂'nin daha fazla çökmesine neden olabilir. TiO₂ dispersiyonlarının kararlılığında önemli diğer bir parametre ise sonikasyon süresidir ve sonikasyon süresindeki artış belli bir süreye kadar TiO₂ parçacıklarının iyi dağılmasına neden olurken, belli bir süre sonrasında ise partiküllerin aglomere olmasına neden olmaktadır. 8 mg/mL GO dispersiyonu daha asidik pH değerine sahipken konsantrasyonun azalması ile pH değeri artar ki bu durum TiO₂ parçacıklarının daha fazla çökme eğilimine sahip olmasına neden olabilir. Tablo 4.14'te GO-TiO₂-2 ve GO-TiO₂-4 dispersiyonlarında birim GO hacmi başına düşen TiO₂ miktarı aynı olmasına rağmen, farklı GO dispersiyon hacmindeki azalma ile daha

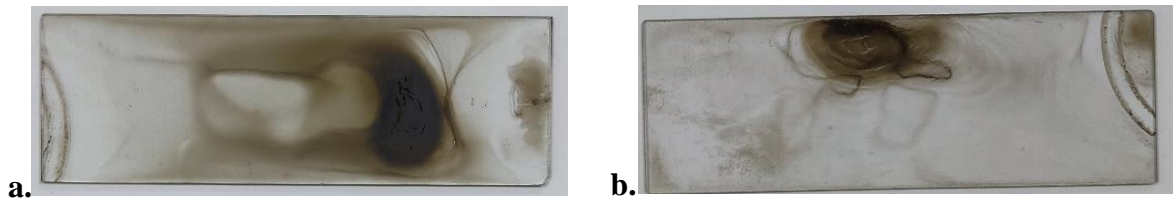
düşük ağırlıkta TiO₂ parçacığı eklenmesine karşın kararsız olan GO-TiO₂-2 dispersiyonu kararlı GO-TiO₂-4 dispersiyonuna dönüşmüştür.

Her iki düşük GO konsantrasyonlu (4 ve 2 mg/mL) dispersiyona ait görsellerde, cam mezürün üst kesimlerinde koyu siyaha yakın GO ve mezür tabanında çöken TiO₂ katısı görülmektedir (Şekil 6.18. a ve b.). 8 mg/mL konsantrasyonlu GO-TiO₂ dispersiyonunda çökmenin olmadığı ve beyaz renkli TiO₂ katısının iyi dağılması nedeniyle dispersiyon renginin diğer iki dispersiyona kıyasla, hafif gri ton barındırdığı gözlenmiştir (Şekil 6.18.c).



Şekil 6.18. Ağırlıkça %10 TiO₂ ihtiva eden **a.** 2 mg/mL GO konsantrasyonlu GO-TiO₂ dispersiyonunda TiO₂ çökmesi, **b.** 4 mg/mL GO konsantrasyonlu GO-TiO₂ dispersiyonunda TiO₂ çökmesi, **c.** kararlı olan 8 mg/mL GO konsantrasyonlu GO-TiO₂ dispersiyonunda çökme olayının gerçekleşmemesi.

Ayrıca çöken düşük GO konsantrasyonlu (4 ve 2 mg/mL) GO-TiO₂ dispersiyonlarının manyetik karıştırıcı ile karıştırma işlemi yapılarak homojenliği artırılmaya çalışılmış, ancak kaplamanın cam altlık üzerinde başarılı bir şekilde film oluşturamadığı görülmüştür (Şekil 6.19).



Şekil 6.19. **a.** 4 mg/mL GO konsantrasyonlu GO-TiO₂ dispersiyonundan elde edilen başarısız kaplamaya ait görsel, **b.** 2 mg/mL GO konsantrasyonlu GO-TiO₂ dispersiyonundan elde edilen başarısız kaplamaya ait görsel.

4 ve 2 mg/mL GO konsantrasyonlu GO-TiO₂ dispersiyonlarının kararsız ve kaplama kabiliyetlerinin yetersiz olması nedeniyle, 8mg/mL konsantrasyonlu GO dispersiyonundan ağırlıkça farklı oranlarda TiO₂ ihtiva eden GO-TiO₂ dispersiyonları hazırlanmıştır (Tablo 6.14). Hazırlanan dispersiyonların kararlı olduğu ve kaplama yapmaya elverişli olduğu gözlemlenmiştir.

Tablo 6.14. Kararlı GO-TiO₂ dispersiyonu hazırlanmasında kullanılan dispersiyon reçeteleri.

GO Kons. (mg/ml)	V GO-Dİw (ml)	W _{GO} (mg)	%wt TiO ₂	Eklenen W _{TiO2} (mg)
8	50	400	10	44.44
8	50	400	7	30.11
8	50	400	5	21.05
8	50	400	3	12.37
8	50	400	1	4.04

6.6. Yüksek Konsantrasyonlu GO-TiO₂ Dispersiyonlarından GO-TiO₂ Yüzeylerin Hazırlanması, GO-TiO₂ Yüzeylerin İndirgenmesi ile rGO-TiO₂ Yüzeylerin Üretimi ve Karakterizasyonu

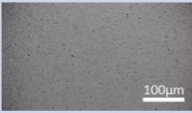
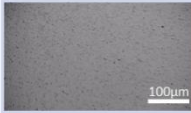
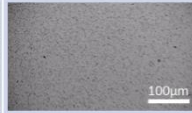
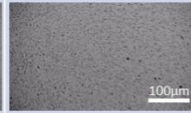
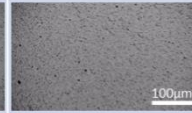
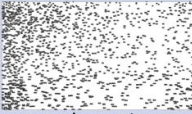

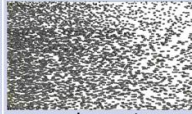
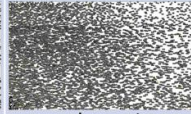
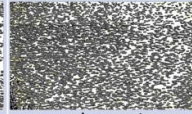
Yüksek konsantrasyonlu GO-TiO₂ dispersiyonlarından GO-TiO₂ yüzeylerin hazırlanmasına yönelik çalışmalar yukarıdaki bölümlerde optimize edilen kaplama şartları (daldırarak kaplama), dispersiyon konsantrasyonu (8mg/mL) ve indirgenme şartında (HI+Ac(1:13), 75°C, 4saat) düz cam, pürüzlü cam ve mikrodesezli PDMS altlıklar üzerinde hazırlanmıştır ve her bir altlık için ayrı başlıklar halinde verilmiştir.

6.6.1. Düz/Pürüzlü Cam Altlık Üzerine GO-TiO₂ Yüzeylerin Hazırlanması ve Karakterizasyonu

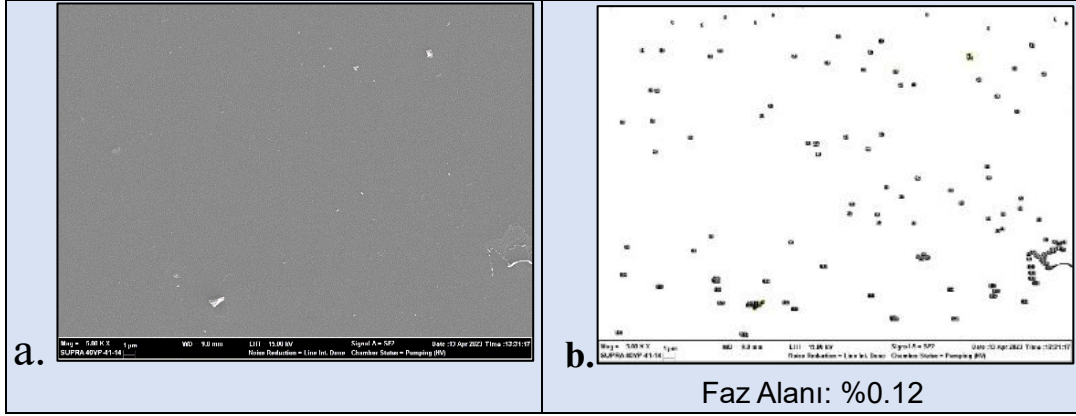
Bu bölümde üretilen GO-TiO₂ yüzeyleri konsantrasyonun artması ve TiO₂ eklenmesi nedeniyle daldırma hızı 360mm/dak'dan 1600 mm/dak'ya çıkarılarak üretilmiştir. Daldırarak kaplama işlemi sonrasında kaplanmış yüzeyler hızlı kuruyarak kaplama homojenliğinin artırılması için ön ısıtma işlemine tabi tutulmuştur. GO-TiO₂ kaplı yüzeylerin ön ısıtma işlemi, önceden ısıtılmış sıcak tabla (125°C) yüzeyinden 3 cm yukarıda olacak şekilde kenarlarından askıya alınmış, kaplama yüzeyleri kurduğunda sıcak tabla üzerinden alınmıştır. Ön kurutma sonrasında, tam kurutma işleminde GO-TiO₂ kaplı cam yüzeyler vakum etüvünde -0.5 bar vakumda ve 40°C sıcaklıkta bir gün bekletilerek suyun kaplamadan tümüyle uzaklaştırılması sağlanmıştır.

Tablo 6.14'te verilen oranlarda hazırlanan kararlı GO-TiO₂ dispersiyonlarından daldırarak kaplama yöntemiyle cam lameller üzerine hazırlanan GO-TiO₂ kaplamaların TiO₂ yüzdelere bağlı olarak yüzeye çıkma davranışını incelemek için optik mikroskop ve SEM görüntüleri Image-J analiz programında işlenerek yüzeye çıkan olası TiO₂ pürüzlülükleri için oransal analiz yapılarak bir öngörüye sahip olunmaya çalışılmıştır (Şekil 6.20 ve Şekil 6.22). Şekil 6.20'de optik mikroskopta alınan görüntülerin Image-J analiz programında işlenmesi elde edilen pürüzlülük oranlarının belirlenmesine ait temsili bir örnek yer almaktadır. Şekil 6.20'de

görüldüğü gibi TiO₂ katkılama oranına bağlı olarak pürüzlülük derecesi (oranı) artmıştır ve %5 ve %10 TiO₂ katkılama dışında üretilen yüzeylerdeki faz oranı, katkılama oranından %0.11-0.16 nispetinde yüksek bulunmuştur. Şekil 6.21’de TiO₂ katkılanmamış GO yüzeyine ait x5000 büyütmedeki SEM görüntüsü ve Image-J analiz programında işlenmesi sonrasındaki fotoğrafı yer almaktadır ve GO yüzeyinin bu büyütmedeki pürüzlülük derecesi oldukça düşüktür. GO yüzeyinin analiz sonucunda pürüzlülük yüzdesi %0.12’dir. Şekil 6.22’de ise farklı katkılama oranına bağlı olarak üretilen GO-TiO₂ yüzeylerin x5000 büyütmede alınan SEM görüntülerinin Image-J analiz programında işlenmesi elde edilen pürüzlülük oranları yer almaktadır. Optik mikroskop görüntüleri (Şekil 6.20) ile benzer şekilde TiO₂ katkılama oranına bağlı olarak pürüzlülük derecesi SEM görüntülerinde artmıştır. Ancak %5 ve %10 TiO₂ katkılama oranı dışında optik mikroskop görüntülerine göre daha fazla faz ayırım bölgesi tespit edilmiştir. Bu durum büyütmenin artması ile GO’ye ait tabakalı yapıdan kaynaklı pürüzlülüğün görüntülenebilir sınırlar içerisine girmesinden kaynaklanmaktadır ki; bu durum Şekil 6.21’de TiO₂ katkılanmamış GO yüzeyin dahi %0.12 pürüzlülük oranına sahip olması ile uyumludur. Sonuç olarak GO-TiO₂ yüzeylerinde TiO₂’den kaynaklı pürüzlülüklerin olduğu, SEM görüntülerinin optik mikroskop görsellerine kıyasla çok daha küçük bir alanı örneklediği ve özellikle optik mikroskop analizlerinde, artan TiO₂ bileşimine bağlı olarak pürüzlülüğün de katkılama oranına yakınsayan sayısal değerlerle arttığı görülmektedir.

Dispersiyon Türü	8mg/ml GO %1(w)TiO ₂	8mg/ml GO %3(w)TiO ₂	8mg/ml GO %5(w)TiO ₂	8mg/ml GO %7(w)TiO ₂	8mg/ml GO %10(w)TiO ₂
Düz Cam Altlık Üzerinde 8mg/mL GO + %X(w)TiO ₂ Kaplama					
Image-J Hesaplama Görselleri					
	Faz Alanı: %1,16	Faz Alanı: %3,14	Faz Alanı: %4,97	Faz Alanı: %7,11	Faz Alanı: %9,89

Şekil 6.20. Daldırarak kaplama yöntemiyle elde edilen farklı bileşimlerde TiO₂ içeren GO-TiO₂ yüzeylerine ait optik mikroskop ve Image-J analizi görüntüleri.



Şekil 6.21. Daldırarak kaplama yöntemiyle elde edilen GO kaplamaya ait **a.** SEM (x5000) ve **b.** Image-J analizi görüntüleri.

Dispersiyon Türü	8mg/ml GO %1(w)TiO ₂	8mg/ml GO %3(w)TiO ₂	8mg/ml GO %5(w)TiO ₂	8mg/ml GO %7(w)TiO ₂	8mg/ml GO %10(w)TiO ₂
Düz Cam Altlık Üzerinde 8mg/mL GO + %X(w)TiO ₂ Kaplama SEM (X5000)					
Image-J Hesaplama Görselleri SEM (X5000)	 Faz Alanı: %2,43	 Faz Alanı: %3,49	 Faz Alanı: %4,92	 Faz Alanı: %7,12	 Faz Alanı: %8,62

Şekil 6.22. Daldırarak kaplama yöntemiyle elde edilen %X TiO₂ içeren kaplamalara ait x5000 SEM ve bunlara ait Image-J analizi görselleri.

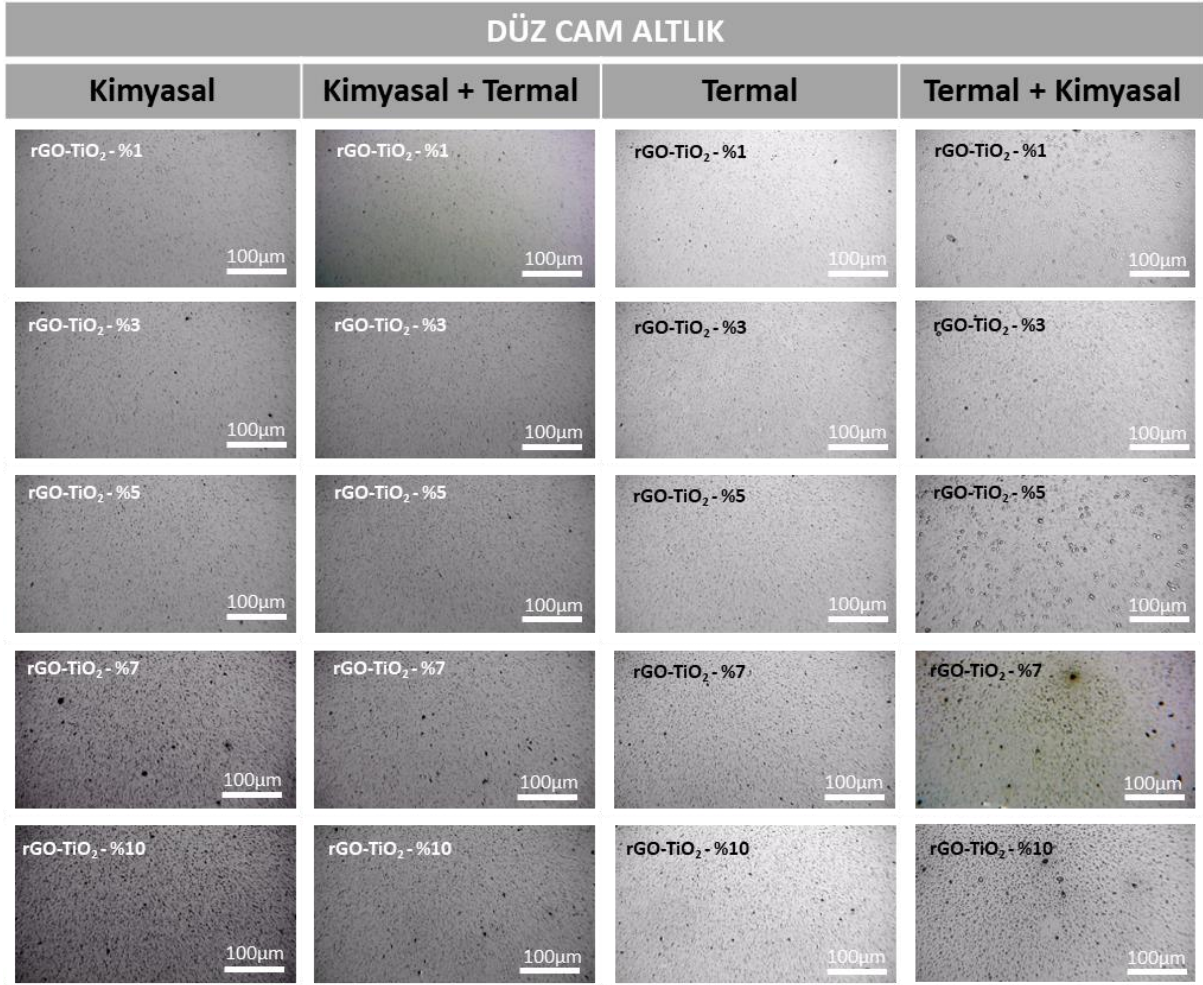
6.6.2. Düz/Pürüzlü Cam Altlık Üzerine Hazırlanan GO-TiO₂ Yüzeylerin İndirgenmesi ile rGO-TiO₂ Yüzeylerin Hazırlanması ve Karakterizasyonu

Farklı katkılama oranlarında düz ve pürüzlü cam altlık üzerine Bölüm 6.6.1 de detayları verildiği şekilde düz cam ve pürüzlü cam altlıklar üzerinde üretilen GO-TiO₂ yüzeyleri kimyasal (K), termal (T) kimyasal/termal (K+T), ve termal/kimyasal (T+K) indirgeme olmak farklı indirgeme prosedürü kullanılarak rGO-TiO₂ yüzeylerine indirgenmiştir. Düz ve pürüzlü cam altlık üzerine üretilen rGO-TiO₂ yüzeylere ait optik mikroskop görüntüleri sırasıyla Şekil 6.23 ve Şekil 6.24'te verilmiştir.

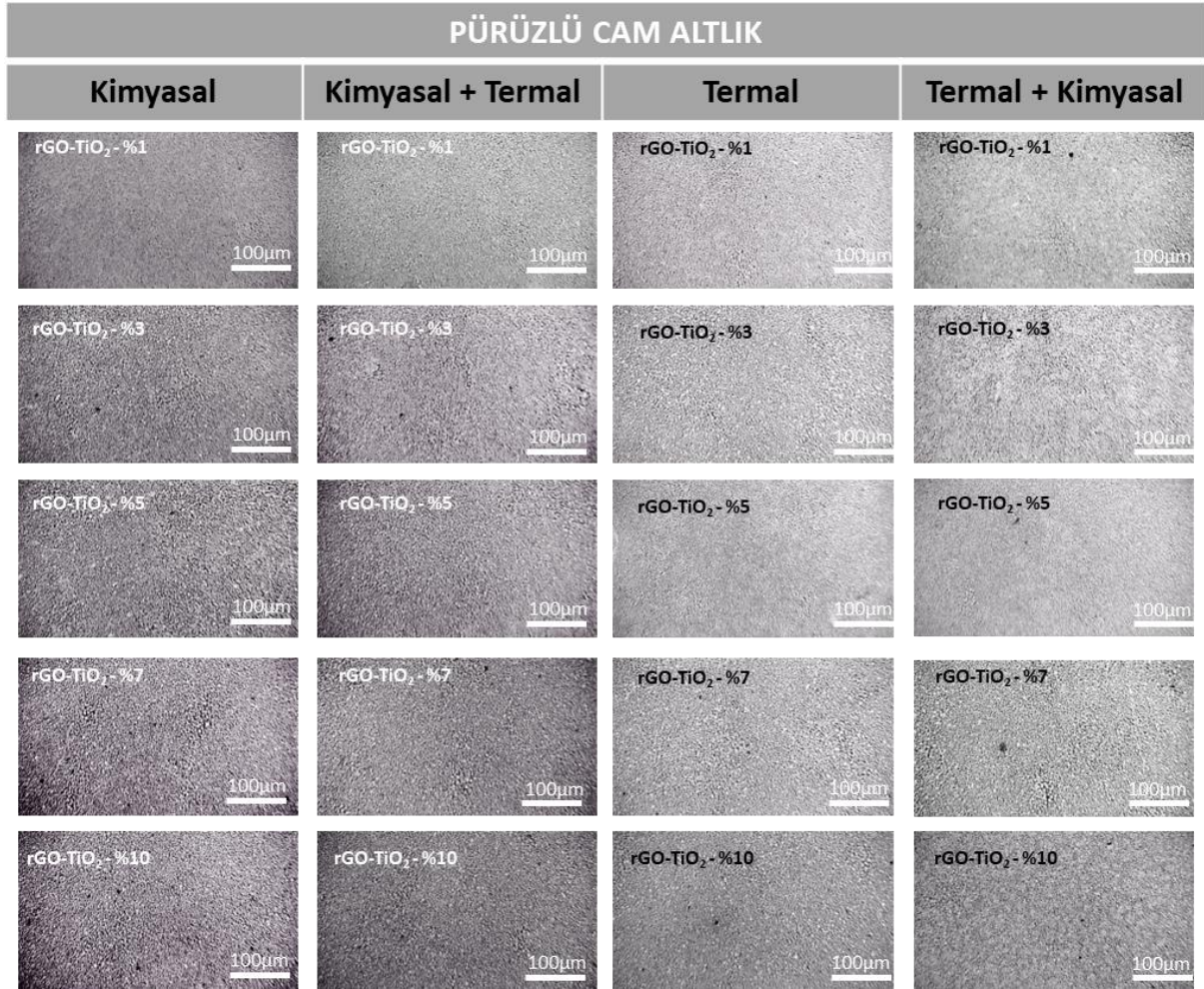
Şekil 6.23 ve Şekil 6.24'teki görsellere ait birinci sütunda yukarıdan aşağıya doğru farklı bileşimlerde ağırlıkça %1, %3, %5, %7, %10 TiO₂ katkılanması ile hazırlanan GO-TiO₂ yüzeylerin kimyasal olarak indirgenmesi ile üretilen rGO-TiO₂ yüzeylerinin optik mikroskop görüntüleri yer almaktadır. Benzer şekilde; ikinci sütunda kimyasal+termal olarak, üçüncü sütunda termal olarak ve dördüncü sütunda termal+kimyasal olarak indirgenmiş rGO-TiO₂ yüzeylerinin optik mikroskop görüntüleri yer almaktadır. Şekil 6.23 ve Şekil 6.24'te görüldüğü

gibi düz ve pürüzlü cam altlıklar üzerindeki farklı bileşenlerdeki TiO_2 katkılamasına sahip GO- TiO_2 yüzeylerinin 4 farklı indirgeme yöntemi ile indirgenmesi ile yüzeyde TiO_2 den kaynaklı pürüzlülükler yer almaktadır. Pürüzlü cam altlık üzerinde hazırlanan rGO- TiO_2 yüzeyler, düz camlar üzerinde hazırlanan yüzeylere göre beklendiği üzere daha pürüzlüdür. Bu durum kaplama kalınlığının düşük olması nedeni ile altlık pürüzlülüğünün yüzeyde etkin olmasından kaynaklanır. Farklı TiO_2 bileşimlerine sahip termal indirgenme ihtiva eden rT-GO- TiO_2 , rT+K-GO- TiO_2 ve rK+T-GO- TiO_2 yüzeylerde, kimyasal indirgenmiş yüzeylere göre daha az pürüzlülük sergilediği görülmektedir. Pürüzlülüğün temel olarak TiO_2 partiküllerinden kaynaklanması nedeniyle, termal indirgeme işlemi neticesinde bu partiküllerin kalsinasyona uğraması literatürle (Li vd., 2018) uyumludur.

Düz ve pürüzlü cam altlıklar üzerinde, kimyasal ve termal indirgenme işlemlerinin ardı ardına farklı sıralama ile gerçekleştirilmesi ile üretilen rT+K-GO- TiO_2 ve rK+T-GO- TiO_2 yüzeyler kıyaslandığında, termal indirgeme sonrasında kimyasal indirgeme işleminin (rT+K-GO- TiO_2) yüzeyde defektlere neden olduğu görülürken, kimyasal indirgeme sonrasında termal indirgeme işleminin (rK+T-GO- TiO_2) böyle bir etki yaratmadığı görülmektedir (Şekil 6.23 ve Şekil 6.24).



Şekil 6.23. Farklı TiO_2 bileşimlerinde düz ve pürüzlü altlık (altlık) üzerine hazırlanmış GO- TiO_2 yüzeylerinin farklı indirgenme şartlarında indirgenmesi ile üretilen rGO- TiO_2 yüzeylerine ait optik mikroskop görüntüleri.



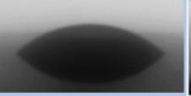
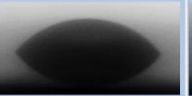








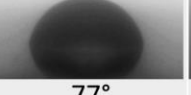














Şekil 6.24. Farklı TiO₂ bileşimlerinde düz ve pürüzlü altlık (altlık) üzerine hazırlanmış GO-TiO₂ yüzeylerinin farklı indirgenme şartlarında indirgenmesi ile üretilen rGO-TiO₂ yüzeylerine ait optik mikroskop görüntüleri.

6.6.2.1. Cam altlık Üzerine Hazırlanan GO-TiO₂ ve rGO-TiO₂ Yüzeylerin Karakterizasyonu: Yüzey Özellikleri

GO-TiO₂ ve rGO-TiO₂ yüzeylerinin yüzey karakterizasyonunda; temas açısı ölçümleri, Optik mikroskop ve Taramalı elektron mikroskobu (SEM-EDX) kullanılmıştır. Şekil 6.25'te yer alan GO-TiO₂ ve rGO-TiO₂ yüzeylerine ait temas açısı sonuçlarından görüldüğü gibi, GO-TiO₂ yüzeylerinde %5 TiO₂ katkılama kadar temas açısı değeri azalma eğilimi gösterirken, %5'ten % 10'a kadar TiO₂ katkılama temas açısında artış eğimine neden olmuştur. Bu temas açısı trendi hem kimyasal hem de kimyasal+termal indirgenme sonrasında da gözlenmiştir. Ayrıca kimyasal indirgeme sonrasında hidrofobluk derecesi her bir bileşen kendi içerisinde değerlendirildiğinde artarken, kimyasal+termal indirgenme işleminde ise termal indirgeme sonrasında %5'e kadar açıda düşme sonrasında artma trendi korunduğu halde daha hidrofilyk yüzeyler üretilmiştir. Termal indirgemedede yüzeylerin temas açıları, artan TiO₂ ile artış göstermiştir. Termal+kimyasal indirgemedede yine artan TiO₂ ile temas açısında artış görülse de

yalnız termal indirgeme muadillerine göre daha hidrofobtur, yani daha yüksek temas açlarına sahip olmuşlardır. Bu durum kimyasal+termal indirgemedede yüzeylerin kendi muadillerine kıyasla daha hidrofil hale gelmeleriyle uyumludur, tutarlıdır. Kimyasal indirgeme işleminin GO'ın indirgemesi için baskın özellik göstermesi ve bunun neticesinde temas açısının oksijen içeren grupların azalmasına bağlı olarak artışından kaynaklanırken, kimyasal+termal indirgenmenin TiO_2 'in kalsinasyonu sonucunda temas açısının azalmasından kaynaklanır. Temas açısındaki değişim iki farklı malzemenin (GO ve TiO_2 veya G ve TiO_2) farklı temas açısı değerine sahip olmasından kaynaklı kimyasal heterojenlik değişiminden ve yüzeydeki pürüzlülük değişimine bağlıdır.

İndirgeme	8mg/ml GO %1(w) TiO_2	8mg/ml GO %3(w) TiO_2	8mg/ml GO %5(w) TiO_2	8mg/ml GO %7(w) TiO_2	8mg/ml GO %10(w) TiO_2
Kimyasal + Termal	 53°	 48°	 43°	 51°	 62°
Kimyasal	 86°	 83°	 80°	 88°	 90°
İndirgenme Yok	 82°	 80°	 77°	 81°	 83°
Termal	 51°	 56°	 70°	 73°	 75°
Termal + Kimyasal	 58°	 64°	 68°	 71°	 83°

Şekil 6.25. Farklı TiO_2 katkılama oranlarında katkılanarak düz cam altlık üzerine hazırlanmış GO- TiO_2 yüzeyleri ve bu yüzeylerin kimyasal+termal, kimyasal, termal ve termal+kimyasal olarak indirgenmesi ile G- TiO_2 yüzeylerine ait temas açısı sonuçları.

Şekil 6.26'da cam altlıkların, 8mg/mL GO içeren dispersiyona farklı miktarlarda TiO_2 katkılanmasıyla elde edilmiş GO- TiO_2 dispersiyonlarına daldırarak kaplanmasıyla elde edilen GO- TiO_2 yüzeylerin ve bu yüzeylerin kimyasal ve kimyasal+termal olarak indirgenmesi ile üretilen rK-GO- TiO_2 ve rK+T-GO- TiO_2 yüzeylerinin SEM görüntüleri ve karbon ve Ti bileşimleri filtrelenerek SEM-EDX'ten belirlenen yüzey kimyasal bileşimleri yer almaktadır. Şekil 6.26'daki SEM görüntülerinden ve SEM-EDX sonuçlarından görüldüğü gibi, GO'ye TiO_2 katkılanması ile tüm katkılanan GO- TiO_2 yüzeylerinde TiO_2 parçacıkları mevcuttur ve sahip

olduğu TiO₂ katkısı nispetinde artan şekilde, GO'ye ve grafene özgü tabakalanmış yüzey yapısının, içine gömülmüş ya da üzerine tutunmuş partiküller halinde pürüzlülükler yer almaktadır. Ayrıca termal indirgeme sonrasında kalsine olan TiO₂ nedeni ile partikül boyutlarında azalış gözlenmiştir. %1, 3, 5, 7 ve 10 TiO₂ katkılama için SEM-EDX sonuçlarından elde edilen Ti bileşim oranları sırasıyla 1.71, 2.02, 3.35, 1.84 ve 4.03 olarak belirlenmiştir. Temas açısı sonuçlarına benzer şekilde %5 TiO₂ katkılama oranına kadar katkılama oranıyla paralel şekilde yüzeydeki Ti bileşimi artarken, % 7 ve % 10 TiO₂ katkılama sonrasında yüzeye çıkan Ti bileşimi azalma göstermiştir. Kimyasal indirgenme işleminde TiO₂'in kalsinasyonu etkin değilken, GO'in oksijen içeren gruplarının azalmasına neden olur. Bu nedenle kimyasal indirgenme sonrasında yüzeyde Ti bileşimi ne kadar fazla ise GO'ye özgü oksijen içeren grupların azalma oranı o kadar düşecek ve karbon bileşimi artacak ve dolayısıyla Ti bileşimi azalacaktır diyebiliriz. Bu kabul göz önüne alındığında kimyasal indirgeme işlemi sonucunda Ti bileşimi %3 ve %7 TiO₂ katkılanmış yüzeyler dışında azalmıştır ve kimyasal+termal indirgeme sonrasında ise %7 TiO₂ katkılama dışında Ti bileşimi azalmıştır.



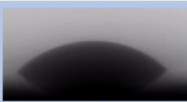


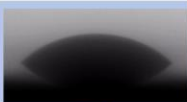





















Şekil 6.26. 8mg/mL konsantrasyonlu GO dispersiyonuna farklı bileşimlerde TiO₂ katkılanmasıyla elde edilen GO-TiO₂ dispersiyonlarından daldırarak kaplama yöntemi kaplanmış GO-TiO₂ yüzeylerine ve bu yüzeylerin kimyasal (rK-GO-TiO₂) ve kimyasal+termal indirgenme ile üretilen (rK+T-GO-TiO₂) yüzeylerine ait SEM, SEM-EDX ve temas açısı ölçüm sonuçları.

GO yüzeyi yaklaşık 70° temas açısına sahiptir ve literatüre göre, 70° temas açısının altındaki temas açısı değerine sahip yüzeylerde pürüzlülükteki artış temas açısını düşürme eğilimi gösterir (Erbil, 2006; Atalay Gengeç vd, 2016). Ancak burada, GO yüzeylerinin cam altlığına daha iyi yapışmasının ve dolayısıyla daha ince kaplama atılabilmesinin sonucunda GO'nin tabaka sayısının azalmasına bağlı olarak OH, COOH gruplarının azalmasıyla hidrofilitik derecesinin azalması şeklinde açıklanabilecek durum neticesinde daha yüksek; 77° - 83° arası açılar gözlenmiştir. TiO_2 partiküllerinin (bileşim miktarının) artışıyla, TiO_2 partiküllerinin hidrofilitik doğası nedeniyle ve yüzeyde nano partikül olarak homojen dağılımıyla temas açısında düşmeye neden olmuştur. Bu eğilim %5 TiO_2 içeriğine kadar olan tüm GO ve G yüzeylerinde görece olarak gözlenmiştir. %7 ve %10 TiO_2 içeren yüzeylerde durum tersine dönerek artan TiO_2 miktarı ile artan pürüzlülüğün etkisiyle temas açısında artış yaşanmıştır ve bu eğilim tüm GO ve G yüzeylerinde görülmüştür.

SEM-EDX sonuçlarına göre (Şekil 6.26), $350^\circ C$ 'de termal indirgenme sonrası üretilen rK+T-GO- TiO_2 yüzeylerin pürüzlülüğü, indirgenmemiş GO- TiO_2 yüzeylerine ve kimyasal indirgenmiş rK-GO- TiO_2 yüzeylerine kıyasla azalmıştır. Bu durum Şekil 6.25'teki temas açısı değerlerini doğrular niteliktedir. Ayrıca, kimyasal indirgenmiş rK-GO- TiO_2 yüzeylerinde indirgenmeye bağlı olarak yani grafen yüzeylere dönüşmeyle, yani; GO'ye özgü OH, COOH gruplarını kaybolması/azalmasıyla, indirgenmemiş olan GO- TiO_2 yüzeylerine göre temas açılarında artış kaydedilmiştir. Özetle, tablo formundaki görsellere (Şekil 6.24) ait satırlar ayrı ayrı ele alındığında, her satırda soldan sağa doğru artan TiO_2 miktarına bağlı olarak pürüzlülükte artış ve soldan sağa doğru, ağırlıkça %1, %3, %5 TiO_2 ihtivasında sırayla temas açısında azalma; %7, %10 TiO_2 ihtivasında sırasıyla temas açısında artış görülmektedir. Şekil 6.26'da her sütün ayrı ayrı ele alındığında yukarıdan aşağı doğru; GO- TiO_2 yüzeylerin, kimyasal indirgenmiş rK-GO- TiO_2 yüzeylere dönüşmesiyle pürüzlülükte bir miktar azalış ve temas açısında artış, kimyasal indirgenmiş rK-GO- TiO_2 yüzeylerin termal indirgenmesiyle elde edilen kimyasal+termal indirgeme (rK+T-GO- TiO_2) yüzeylerinde bir önceki hallerine göre pürüzlülükte ve temas açısında azalış görülmektedir. Hidrofobik malzemelerde pürüzlülük artışı temas açısı değerinin artmasına neden olur. Sonuçlar, hidrofob ve hidrofil malzeme karıştırıldığında yüzeye çıkan malzemenin hidrofobluk derecesine bağlı olarak temas açısının artabileceği, azalabileceği bilgisi ile uyumludur (Atalay Gengeç vd., 2016) ve GO ve TiO_2 hidrofilitik özellik gösterirken, GO'nin indirgenmesi ile üretilen grafen yüzeyler hidrofobik özellik göstermektedir (Atalay Gengeç, 2021). İndirgenmiş rGO- TiO_2 yüzeylerinin hepsinde

grafene özgü ağımsı tabakalı yapı ve TiO₂'e özgü aglomere yapılar literatürle uyumludur (Biswas vd., 2018; Ramanathan vd., 2021; Zhang vd., 2014).

Farklı TiO₂ bileşimine (% w 1, 3, 5, 7 ve 10) sahip GO-TiO₂ yüzeyleri temizleme ve modifikasyon işlemine tabi tutulmuş pürüzlü cam altlıkların 1600mm/dak kaplama hızında daldırarak kaplama yöntemi ile kaplanması ile hazırlanmıştır. Pürüzlü cam üzerine üretilen indirgenmemiş ve indirgenmiş GO-TiO₂ yüzeylerin temas açısı sonuçları ve damla profilleri şekil 6.27'de verilmiştir. Şekil 6.27'den görüldüğü gibi tüm indirgeme türleri için temas açısı indirgeme işlemi sonrasında düşmüştür. Bu durum düz cam üzerinde üretilen GO-TiO₂ yüzeylerindeki temas açısı trendiyle kimyasal indirgeme türü dışında paraleledir.

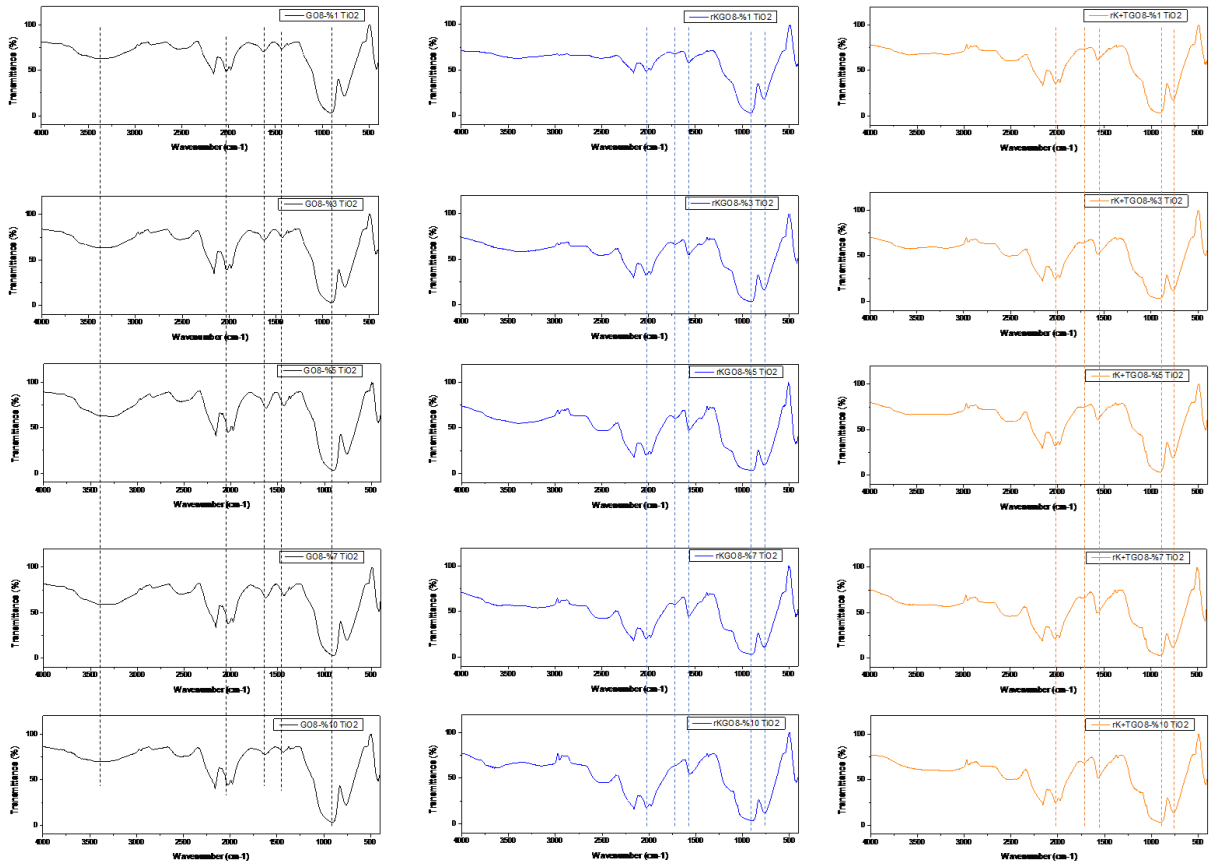
İndirgeme	8mg/ml GO %1(w)TiO ₂	8mg/ml GO %3(w)TiO ₂	8mg/ml GO %5(w)TiO ₂	8mg/ml GO %7(w)TiO ₂	8mg/ml GO %10(w)TiO ₂
Kimyasal + Termal	 42°	 36°	 40°	 39°	 51°
Kimyasal	 75°	 60°	 73°	 94°	 96°
İndirgenme Yok	 108°	 106°	 87°	 98°	 107°
Termal	 54°	 44°	 51°	 74°	 90°
Termal + Kimyasal	 59°	 55°	 51°	 59°	 64°

Şekil 6.27. Farklı TiO₂ katkılama oranlarında katkılanarak pürüzlü cam altlık üzerine hazırlanmış GO-TiO₂ yüzeyleri ve bu yüzeylerin kimyasal+termal, kimyasal, termal ve termal+kimyasal olarak indirgenmesi ile G-TiO₂ yüzeylerine ait temas açısı sonuçları.

6.6.2.2. Cam Altlık Üzerinde Üretilen GO-TiO₂ ve rGO-TiO₂ Yüzeylerin Karakterizasyonu: Yapısal ve Kimyasal Özellikleri

Farklı TiO₂ bileşiminde üretilen GO-TiO₂ yüzeyleri, bu yüzeylerin kimyasal (rK-GO-TiO₂) ve termal+kimyasal (rK+T-GO-TiO₂) indirgenmiş hallerine ait FTIR spektrumları Şekil 6.28'de verilmiştir. FTIR spektrumunda GO'ye özgü karakteristik bantlar şöyledir: 3396 ve 1151 cm⁻¹'deki bant hidroksil gruplarından, 1575 cm⁻¹'de polisiklik aromatik grafen halkasındaki çift

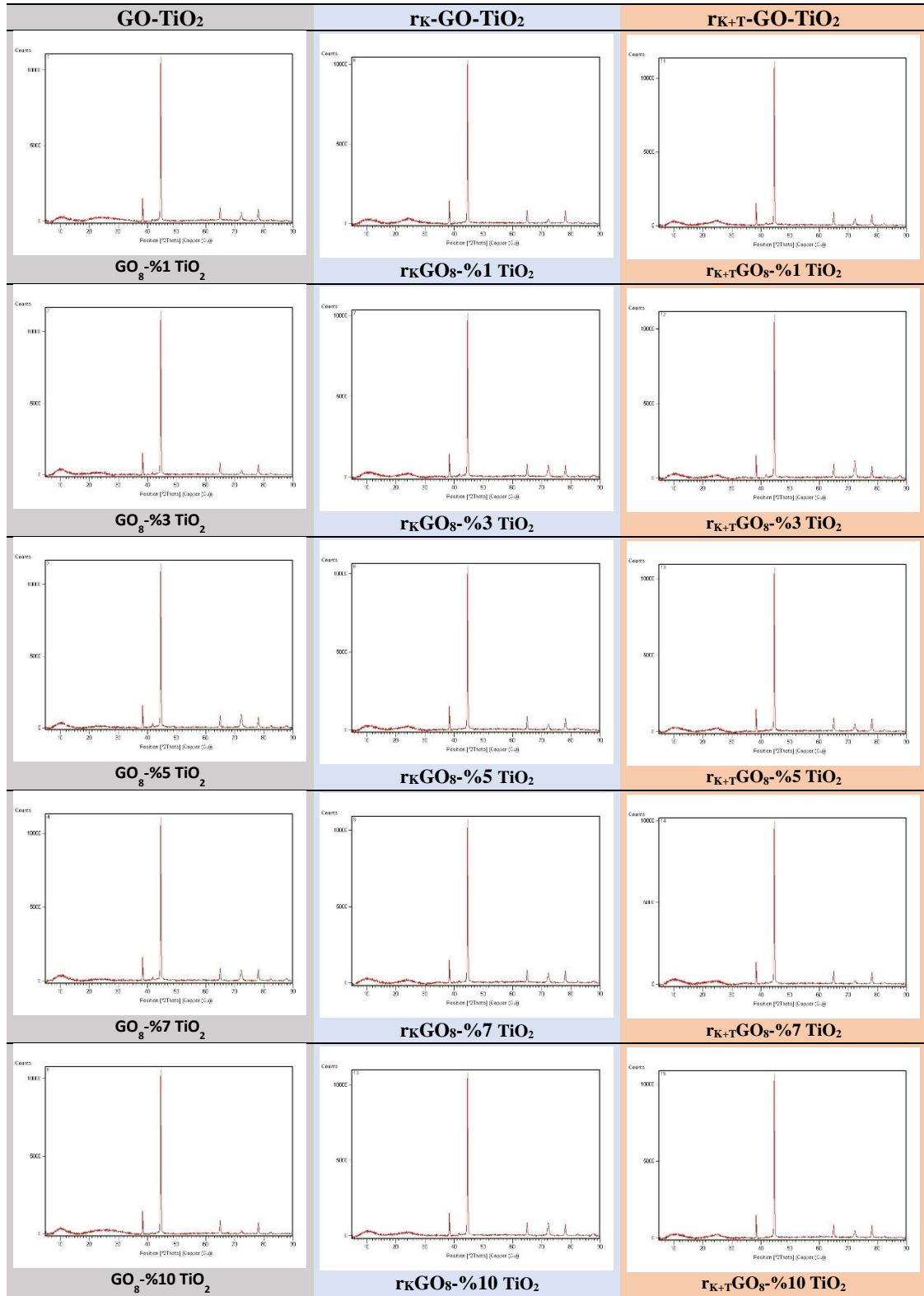
bağların özelliği olan C=C gerilim bandından ve 1078 cm^{-1} 'de epoksi gruplarından kaynaklı C-O-C bantlarına aittir. C=O bandı, molekül içi hidrojen bağının etkileşimleri ile daha düşük bir frekansta yer değiştirir ve bu da C=C bandı ile örtüşmeye neden olur. TiO_2 ye ait karakteristik pikler ise şu şekildedir: $3000\text{-}3500\text{ cm}^{-1}$ 'deki geniş bant TiO_2 'nin hidroksil grubu titreşim geriliminden sorumludur ve bu bant aralığı GO içinde vardır ve iki pik girişim yapar. 1630 civarındaki bant suyun Ti-OH bükülmesinden kaynaklanır, 1361 cm^{-1} de TiO bağlarından kaynaklanır ve $500\text{-}900\text{ cm}^{-1}$ aralığı Ti-O-Ti ve Ti-O-C gerilimlerine aittir. $2000\text{-}2250\text{ cm}^{-1}$ bölgesindeki bantlar ise indirgenmiş grafen oksitin (rGO) varlığına işaret eder. Şekil 6.28'den görüldüğü gibi GO kendine özgü karakteristik piklere sahiptir ve TiO_2 katkılanması ile TiO_2 'ye özgü yeni karakteristik pikler oluşmuştur. Ayrıca indirgenme sonrasında GO'ye özgü bantlar kaybolmuş ve grafene özgü bantlar oluşmuştur. FTIR sonuçları GO- TiO_2 , rK-GO- TiO_2 ve rK+T-GO- TiO_2 yüzeylerinin başarılı şekilde üretildiğini göstermektedir (Valencia vd., 2018; Leon vd., 2017; Atalay Gengeç, 2021).



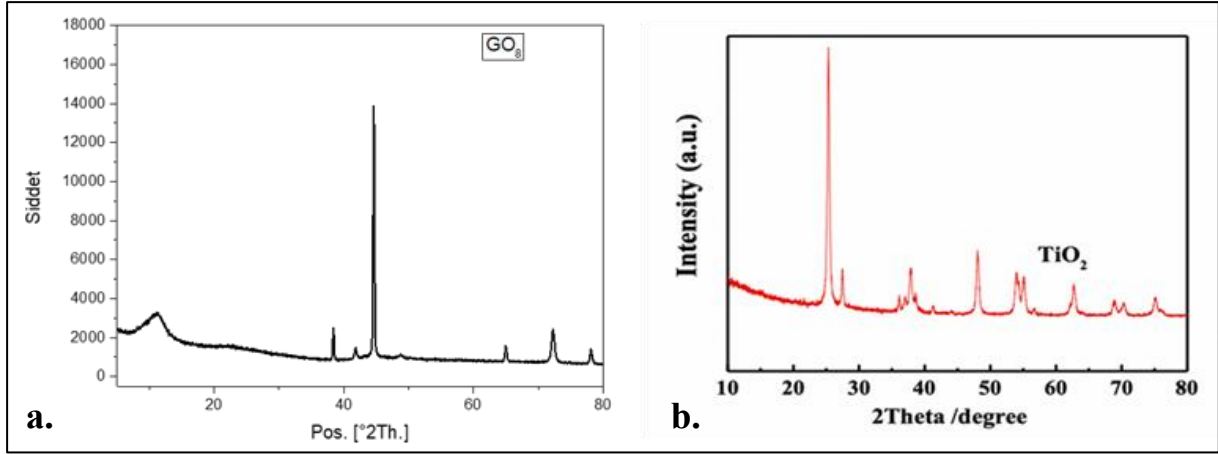
Şekil 6.28. Farklı TiO_2 bileşiminde üretilen GO- TiO_2 yüzeyleri, bu yüzeylerin kimyasal (rK-GO- TiO_2) ve kimyasal+termal (rK+T-GO- TiO_2) indirgenmiş hallerine ait FTIR spektrumları.

Farklı TiO_2 bileşiminde üretilen GO- TiO_2 yüzeyleri, bu yüzeylerin kimyasal (rK-GO- TiO_2) ve kimyasal+termal (rK+T-GO- TiO_2) indirgenmiş hallerine ait XRD kırınımları Şekil 6.29'da verilmiştir. $2\theta=11$ ve 44° civarında karakteristik pikler GO'ye (Şekil 6.30.a.) ve $2\theta=24^\circ$

civarındaki pik grafene ve yaklaşık $2\theta = 23.5, 38.3, 41.8, 44.6$ ve 56.6° pikleri ise Titanyum oksite özgüdür (Şekil 6.29, Şekil 6.30.b.) (Raja vd., 2017; Joshi vd., 2020; http1).



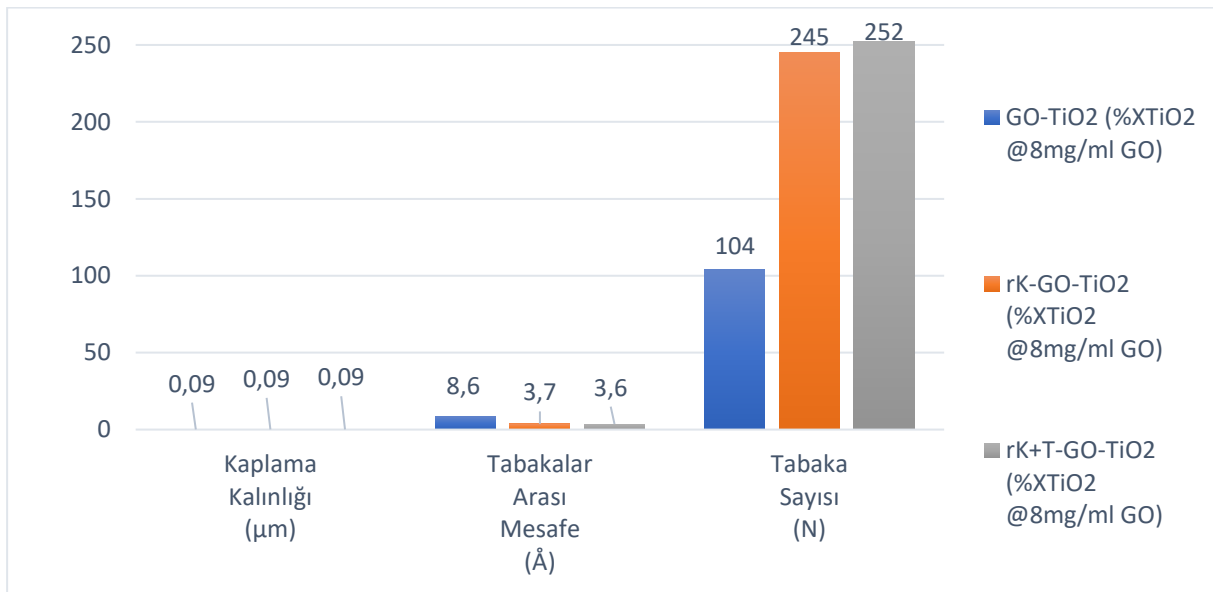
Şekil 6.29. Farklı TiO₂ bileşiminde üretilen GO-TiO₂ yüzeyleri, bu yüzeylerin kimyasal (rK-GO-TiO₂) ve termal+kimyasal (rK+T-GO-TiO₂) indirgenmiş hallerine ait XRD kırınımları.



Şekil 6.30. a. GO yüzeylerine ait XRD kırınımları, **b.** TiO₂ XRD kırınımı ([http1](#))

İndirgeme sonrasında GO'ye özgü karakteristik piklerin pik şiddetlerinde azalma olduğu ve grafene özgü ve TiO₂'e özgü 23.5° civarındaki pikin yerini 24° civarındaki grafen pikine bıraktığı ve bu pikin şiddetinin arttığı görülmektedir (Şekil 6.29 ve Şekil 6.30).

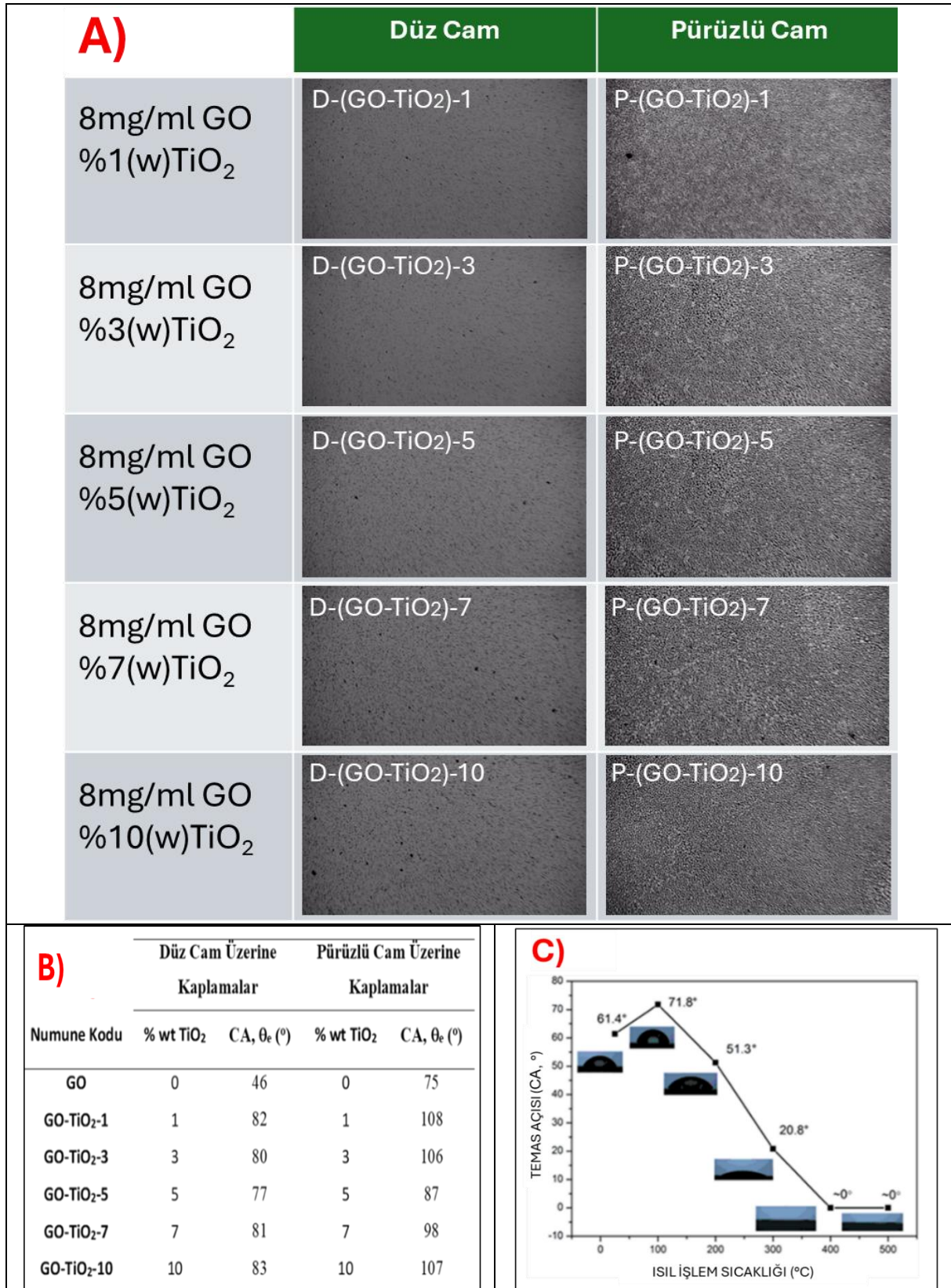
XRD pik tablosu değerleri Scherrer Denklemi'nde (6.3) yerine koyularak kaplama kalınlığının yaklaşık olarak 0,09µm gibi sabit değerde elde edilebildiği hesaplanmıştır. Bunun yanında; sabit kaplama kalınlığında, tabakalar arası mesafenin indirgeme öncesi yaklaşık olarak 9 Å (Angstrom) olduğu ve sırasıyla kimyasal, kimyasal+termal indirgeme sonrası 3.7 ve 3.6 Å gerilediği anlaşılmıştır. Sabit kaplama kalınlığında, tabakalar arası mesafenin azalması tabaka sayısının artması anlamına gelmektedir ki; GO yüzeyde 104 olan tabaka sayısı kimyasal indirgeme ile 245'e, sonrasında yapılan termal indirgeme ile 252'ye çıkmıştır (Şekil 6.31). Bu durum artan iletkenlik ile uyumludur ve doğrular niteliktedir.



Şekil 6.31. İndirgeme durumuna göre Scherrer Denklemi'nden elde edilen tabaka kalınlığı, tabakalar arası mesafe ve tabaka sayısı.

6.6.2.3. Cam Altlık Üzerinde Üretilen GO-TiO₂ ve rGO-TiO₂ Yüzeylerin Karakterizasyonu: Elektriksel Özelliklerin Temas Açısı ile Değişimi

Düz cam (D) ve pürüzlü cam (P) altlıklar üzerinde farklı TiO₂ bileşimlerinde daldırarak kaplama yöntemi ile hazırlanan GO-TiO₂ yüzeylerine ait denge temas açısı sonuçları ve optik mikroskop görüntüleri Şekil 6.32'de verilmiştir. Şekil 6.32.a'dan görüldüğü gibi, GO'ye TiO₂ katkılanması ile pürüzlülük artmıştır. GO yüzeyi pürüzsüzdür ve TiO₂ katkılanması ile pürüzlülük artmıştır. Şekil 6.32.b'de yer alan denge temas açısı sonuçlarına göre hem düz hem de pürüzlü cam altlık kullanılarak üretilen GO yüzeyler hidrofob özellik gösterirken, düz cam altlık üzerine kaplanan GO-TiO₂ yüzeyler hidrofobluk sınırında ve pürüzlü cam altlık üzerine kaplanan GO-TiO₂ yüzeyler ise %5 TiO₂ katkılanmış dışında hidrofob özellik göstermektedir. Şekil 6.32.c.'de literatürde (Li vd., 2018) sol-jel yöntemi ile üretilen TiO₂ yüzeyinin farklı kalsinasyon sıcaklıklarında temas açısı sonuçları yer almaktadır. Literatürdeki çalışmada, TiO₂ kalsinasyon işlemi öncesinde yaklaşık 61° temas açısına sahiptir, tez çalışmasında üretilen GO'in temas açısı ise 48'dir. Bu durum GO-TiO₂ yüzeylerinde TiO₂'in yüzeye çıkma eğilimindeki artış temas açısında artışa neden olması beklentisini oluşturur ve ayrıca pürüzlülükteki artış temas açısının artışına neden olan diğer bir etken olması beklentisini oluşturur. Ayrıca hem pürüzlü hem de düz cam altlıklar üzerinde üretilen GO-TiO₂ yüzeylerinde TiO₂ katkılama oranının %5'e kadar artması ile temas açısı azalırken, TiO₂ katkılanma miktarının %5'ten %10'a artması ile temas açısı artmıştır.



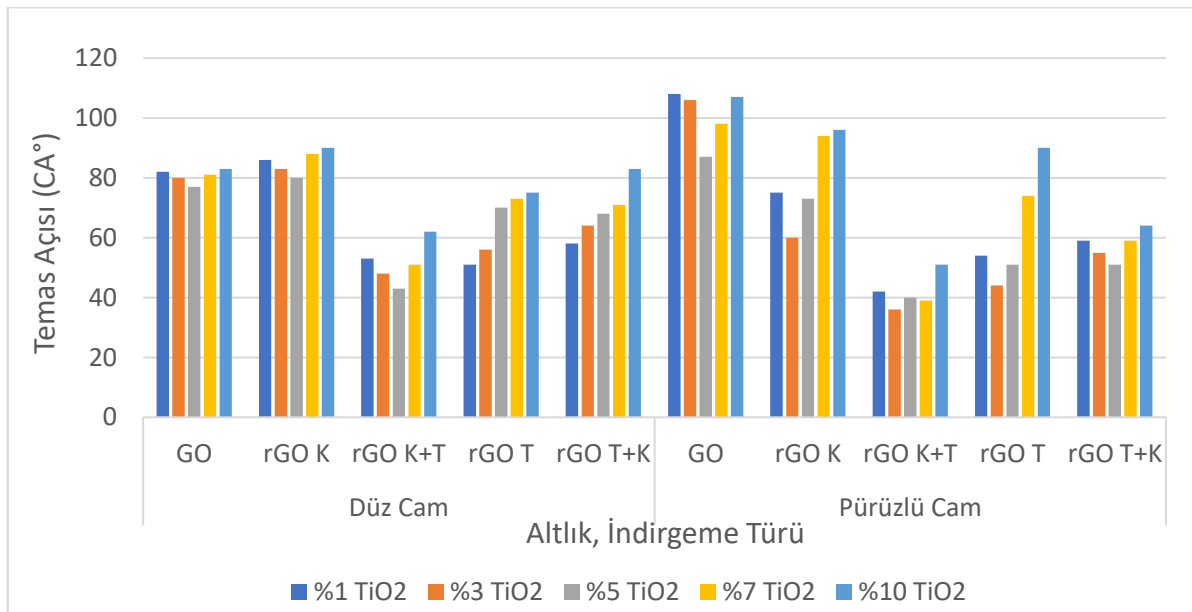
Şekil 6.32. Düz cam ve pürüzlü cam altlıklar üzerinde farklı TiO₂ bileşimlerinde daldırarak kaplama yöntemi ile hazırlanana GO-TiO₂ yüzeylerine ait (A) mikroskop görüntüleri ve (B) temas açısı ölçüm sonuçları ve (C) literatürde sol-jel yöntemiyle üretilen TiO₂ yüzeyinin farklı ısı iyileştirme sıcaklıkları sonrası temas açısı değişim grafiği.

Kaynak: C için (Li, 2018)

Düz ve pürüzlü altlıklar üzerinde %w 1, 3, 5, 7 ve 10 TiO₂ bileşiminde üretilen GO-TiO₂ yüzeylerinin, farklı indirgeme şartlarında indirgenmesi ile üretilen rGO-TiO₂ yüzeylerine ait temas açısı ölçümleri Tablo 6.15'te ve iletkenlik sonuçları Şekil 6.33'te kıyaslamalı olarak görülmektedir.

Tablo 6.15. Altlık türü, indirgeme türü ve %TiO₂ miktarı parametrelerine göre temas açıları (CA).

Altlık	Kaplama Türü	%1 TiO ₂	%3 TiO ₂	%5 TiO ₂	%7 TiO ₂	%10 TiO ₂
		Temas Açısı (CA, °)				
Düz Cam	GO	82	80	77	81	83
	rGO K	86	83	80	88	90
	rGO K+T	53	48	43	51	62
	rGO T	51	56	70	73	75
	rGO T+K	58	64	68	71	83
Pürüzlü Cam	GO	108	106	87	98	107
	rGO K	75	60	73	94	96
	rGO K+T	42	36	40	39	51
	rGO T	54	44	51	74	90
	rGO T+K	59	55	51	59	64



Şekil 6.33. Daldırarak kaplama yöntemiyle elde edilen farklı TiO₂ katkılanmış GO-TiO₂ yüzeylerin K, K+T, T ve T+K olarak indirgenmesiyle elde edilen rGO-TiO₂ yüzeylerin indirgeme ve altlık türüne göre temas açısı kıyaslanması.

Düz ve pürüzlü cam altlık kullanılarak hazırlanan rGO-TiO₂ yüzeyleri göz önüne alındığında, TiO₂ katkılama bileşiminin değişimiyle uyumlu olarak düz cam altlıklar için GO-TiO₂, (rGO-TiO₂)-K ve (rGO-TiO₂)-K+T yüzeyleri ve pürüzlü altlıklar için ise GO-TiO₂ ve (rGO-TiO₂)-T+K yüzeylerinin temas açısı trendleri paraleldir ve %5 TiO₂ bileşiminde en düşük

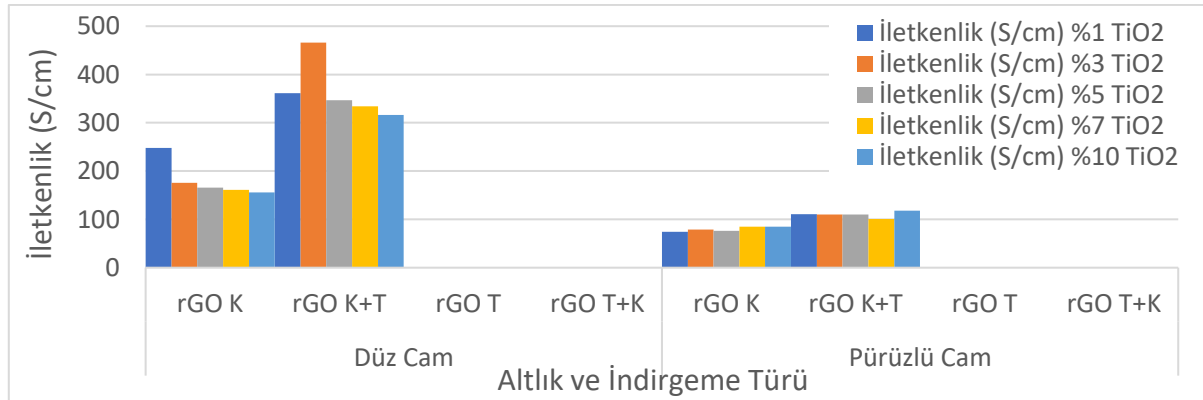
temas açısı değerleri elde edilmiştir (Tablo 6.14 ve Şekil 6.33). Düz cam altlıklar üzerinde üretilen GO-TiO₂, (rGO-TiO₂)-K ve (rGO-TiO₂)-K+T yüzeyleri için TiO₂ bileşiminin %1'den 5'e çıkarılması ile temas açısı değerleri azalmış ve TiO₂ bileşiminin %5'ten 10'a artması ile de temas açısı değerleri artmıştır, yani %5 TiO₂ bileşiminde faz dağılımı en etkin olmuştur. Pürüzlü cam yüzeylerde ise en düşük temas açısı %3 TiO₂ bileşiminde elde edilmiştir. GO'nin indirgenme işlemi oksijen içeren grupların kaybolması nedeni ile temas açısı ve iletkenlik değerinde artışa neden olurken (Atalay Gengec, 2021), TiO₂'in termal olarak indirgenmesi TiO₂'in kalsinasyonundan dolayı temas açısının azalmasına ve iletkenliğinin artmasına neden olur (Li, 2018; Tahir vd., 2018). Bu nedenle sadece kimyasal indirgenmenin olması Grafen açısından temas açısında artışa neden olurken, TiO₂ açısından önemli bir etki sağlamaz ve bu nedenle TiO₂ bileşimindeki artış ile temas açısındaki azalma yüzeye çıkan TiO₂ bileşiminin artması ile ilişkilidir. Termal indirgenme işlemi ise grafen temas açısını artırırken TiO₂ in temas açısını azaltıcı etki gösterdiği için K+T indirgenmede temas açısındaki azalma yüzeye çıkan TiO₂ bileşiminin artması ile ilişkilidir. Sonuç olarak Tablo 6.14 ve Şekil 6.33'ten düz cam altlıklar için %5 TiO₂ bileşiminde yüzeyde TiO₂ bileşiminin en fazla olduğu söylenebilir. Ayrıca kimyasal indirgeme akabinde gerçekleştirilen termal indirgeme sonucu elde edilen kimyasal+termal (K+T) indirgemiş yüzeylerde temas açısı değerlerinin düştüğü, daha hidrofil yüzeyler elde edilmesinin sebebi, GO'nin indirgemesi için baskın özellik göstermesi ve bunun neticesinde temas açısının oksijen içeren grupların azalmasına bağlı olarak artışından kaynaklanırken, kimyasal+termal indirgenmenin TiO₂'in kalsinasyonu sonucunda temas açısının azalmasından kaynaklanabilir. Yapılan kaplamalarda iki farklı malzemenin (GO ve TiO₂ veya rGO ve TiO₂) bulunması ve bunların farklı temas açısı değerine sahip olmasından kaynaklı kimyasal heterojenlik diğer bir etkendir ve TiO₂ in yüzeye çıkma eğilimine bağlı olarak kimyasal heterojenlik değişir; bu durum literatürle uyumludur (Atalay Gengec vd., 2016; Atalay Gengec, 2021). Buna ek olarak T indirgeme üzerine K indirgeme ile yapılan K+T indirgeme süreci sonunda temas açısındaki artış K indirgemenin temas açısına olumlu etki yaptığını gösterir. Zira düz camda çok düşük olan termal indirgeme iletkenliklerinin kimyasal etki ile çok az arttığı görülmektedir. Elde edilen değer çok düşük olsa da bu kimyasal indirgemenin temas açısı üzerindeki olumlu etkinin üçüncü kez sağlamasıdır. Genel olarak termal indirgemenin, kaplama üzerindeki olumsuz etkilerinin olduğu ve tercih edilen yöntem olmadığı belirtilmektedir (Bedeloğlu & Taş, 2016).

Farklı TiO₂ bileşimlerinde düz ve pürüzlü cam altlık üzerine hazırlanmış GO-TiO₂ yüzeylerinin farklı indirgenme süreçleri sonrası üretilen rGO-TiO₂ yüzeylerine ait ve iletkenlik sonuçları Tablo 6.16’da verilmiştir.

Tablo 6.16. Farklı TiO₂ bileşimlerinde düz ve pürüzlü cam altlık üzerine hazırlanmış GO-TiO₂ yüzeylerinin farklı indirgenme şartlarında indirgenmesi ile üretilen rGO-TiO₂ yüzeylerine ait ve iletkenlik sonuçları.

Altlık	Kaplama Türü	%1 TiO ₂	%3 TiO ₂	%5 TiO ₂	%7 TiO ₂	%10 TiO ₂
		İletkenlik (S/cm)				
Düz Cam	rGO K	248	176	166	161	156
	rGO K+T	361	466	347	334	316
	rGO T	1.09	1.08	0	0	0
	rGO T+K	1.13	1.17	0	0	0
Pürüzlü Cam	rGO K	74	79	76	85	85
	rGO K+T	111	110	110	101	118
	rGO T	0	0	0	0	0
	rGO T+K	0	0	0	0	0

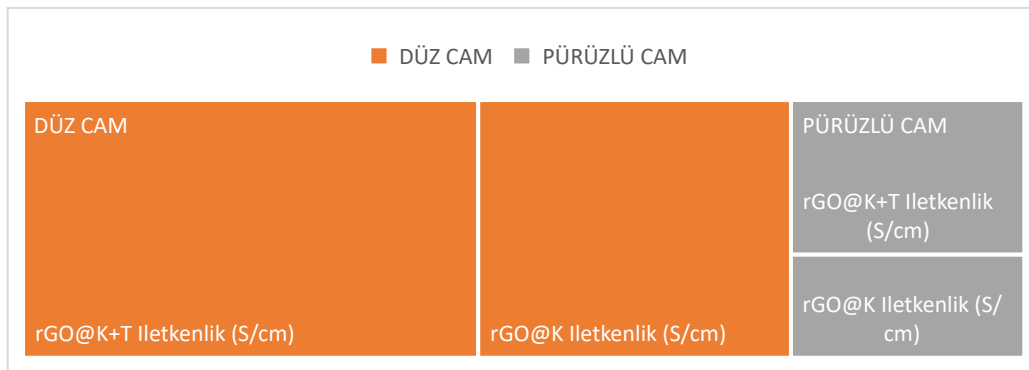
İndirgeme türüne göre temas açısı (Tablo 6.14 ve Şekil 6.34) ve iletkenlik özellikleri (Tablo 6.15 ve Şekil 6.34) toplu olarak değerlendirildiğinde; GO, K ve K+T indirgenmiş yüzeylerde, her iki altlık türünde de %TiO₂ miktarındaki artışla önce temas açısında azalma sonra artış görülmektedir. Aynı şekilde her iki altlık türü için K+T indirgemede, iletkenliklerde önceki haline (K) göre artış görülmektedir (Tablo 6.15 ve Şekil 6.34). Ayrıca her iki altlık türünde de K indirgemededen K+T indirgemeye geçişte açı düşüşü yaşanması ısıl işlemin temas açısı üzerine negatif etkisi açısından tutarlıdır (Tablo 6.15 ve Şekil 6.34). Her iki altlık türünde, T indirgemede artan TiO₂ miktarıyla temas açısı artışı mevcuttur (Tablo 6.15 ve Şekil 6.34). Pürüzlü cam altlıklı yüzeylerde, indirgeme sonrası kaplamadaki malzeme kaybıyla uyumlu olarak iletkenlikteki düşüş tutarlıdır.



Şekil 6.34. Farklı TiO₂ bileşimlerinde hazırlanmış GO-TiO₂ yüzeylerinin farklı indirgenme şartlarında indirgenmesi ile üretilen rGO-TiO₂ yüzeylerine ait iletkenlik sonuçlarının düz ve pürüzlü altlık türüne göre kıyaslanması.

TiO₂'nin artmasıyla temas açısında düşüş görülmesi (Kavitha vd., 2020) ve bu düşüşün belli bir noktadan sonra artışa dönüşmesi literatürle uyumludur (Wu & Then, 2021; Azani vd., 2019). Ayrıca, literatürde 350°C'de yapılan ısı işlem sonucunda temas açısında azalma olduğunu ifade edilmektedir (Azani vd., 2019). Sonuç olarak literatür sonuçları bizim sonuçlarımızı desteklemektedir ve kimyasal indirgenmiş yüzeylere kıyasla kimyasal+termal indirgeme sonrasında TiO₂'nin kalsinasyonundan dolayı daha fazla temas açısı düşüşü olması sonuçlarını doğrulamaktadır.

Pürüzlü cam üzerine yapılan x% TiO₂ içeren GO kaplamaların temas açısında, düz cam altlık üzeri GO kaplamalara göre ciddi artış olduğu görülmesi (Tablo 6.14 ve Şekil 6.33), aksi durumu tarif eden; GO yüzeyinin yaklaşık 70° temas açısına sahip olması ve 70° temas açısının altındaki temas açısı değerine sahip yüzeyler de pürüzlülükteki artışın temas açısını düşürme eğilimi (Erbil, 2006; Atalay Gengeç vd., 2016) açısından literatürle uyumludur. Ancak pürüzlü cam altlık üzerine elde edilen GO-TiO₂ yüzeylerde, K indirgeme ile temas açısında düşüş olduğu ve bu düşüşün T indirgeme ile daha şiddetli yaşandığı görülmektedir, ki; bu durum düz camla kıyaslandığında iletkenlikteki düşüşle tamamıyla örtüşmektedir (Tablo 6.15 ve Şekil 6.34). Zira kaplamaların pürüzlü yüzeye tutunma sorunuyla karşı karşıya olduğu optik mikroskop görüntülerinden ve en yüksek iletkenliklerin elde edildiği K ve K+T indirgemelerde altlık türü kıyaslamasının yapıldığı Şekil 6.35'ten anlaşılmaktadır. Şekil 6.35'te görüldüğü gibi, iletkenlik değerleri toplamı çalışmanın evreni olmak üzere, yüksek iletkenlik değerler dağılımı öncelikle düz cam altlık üzerindeki kaplamalardadır ve daha özelinde K+T indirgemede gerçekleşmektedir ve pürüzlü cam altlık üzerindeki yüzeylerde iletkenlik görece çok düşüktür.



Şekil 6.35. Kimyasal ve Kimyasal+Termal indirgemede, altlık türüne göre iletkenlik değerlerinin kıyaslanması.

TiO₂'nin artmasıyla temas açısında düşüş görülmesi (Kavitha vd., 2020) ve bu düşüşün belli bir noktadan sonra artışa dönüşmesi literatürle uyumludur (Wu & Then, 2021; Azani vd., 2019). Ayrıca, literatürde 350°C'de yapılan ısı işlem sonucunda temas açısında azalma

olduğunu ifade edilmektedir (Azani vd., 2019). Sonuç olarak literatür sonuçları bizim sonuçlarımızı desteklemektedir ve kimyasal indirgenmiş yüzeylere kıyasla K+T indirgeme sonrasında TiO_2 'nin kalsinasyonundan dolayı daha fazla temas açısı düşüşü olması sonuçlarını doğrulamaktadır.

İndirgeme türüne göre temas açısı (Şekil 6.33) ve iletkenlik özellikleri (Şekil 6.34) toplu olarak değerlendirildiğinde TiO_2 'nin artması ile tüm yüzeylerde %5 TiO_2 miktarına kadar temas açısında azalma sonrasında artan TiO_2 miktarıyla temas açısında artış gözlenmektedir. Kimyasal indirgemedede iletkenlik değerinde ise, artan TiO_2 miktarıyla sürekli bir düşüş olduğu ve en yüksek iletkenliğin (248 S/cm) %1 TiO_2 katkılama miktarında olduğu anlaşılmaktadır. Artan TiO_2 miktarıyla, uzaklaştırılması gereken oksijen miktarının artması ve indirgemenin artan TiO_2 miktarıyla görece olarak zorlaşacak olması beklenen doğal durumdur. K+T indirgemelerde her TiO_2 miktarı özelinde kimyasal indirgenmiş hallerine göre kıyaslandığında, yüksek iletkenlik artışı söz konusudur. TiO_2 'nin %1'den %3'e artmasıyla temas açısı azalırken iletkenlik özelliği artarak maksimum değer olan 466 S/cm'ye ulaşmaktadır. Sonrasında, %5 ve takip eden artan TiO_2 miktarlarında iletkenlik görece olarak düşmektedir (Şekil 6.33 ve Şekil 6.34). TiO_2 'nin artmasıyla temas açısında düşüş görülmesi (Kavitha vd., 2020) ve bu düşüşün belli bir noktadan sonra artışa dönüşmesi literatürle uyumludur (Wu & Then, 2021; Azani vd., 2019). Ayrıca, literatürde 350°C'de yapılan ısı işlem sonucunda temas açısında azalma olduğunu ifade edilmektedir (Azani vd., 2019). Sonuç olarak literatür sonuçları bizim sonuçlarımızı desteklemektedir ve kimyasal indirgenmiş yüzeylere kıyasla kimyasal+termal indirgeme sonrasında TiO_2 'nin kalsinasyonundan dolayı daha fazla temas açısı düşüşü olması sonuçlarını doğrulamaktadır.

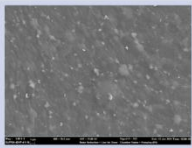
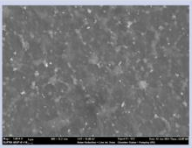
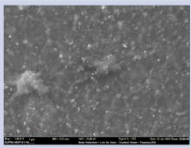
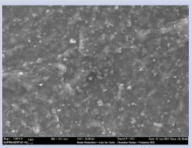
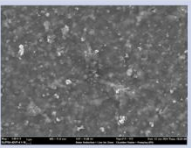
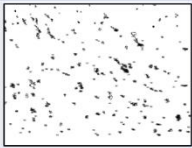
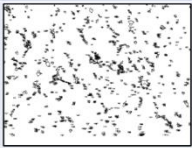
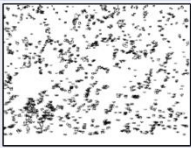
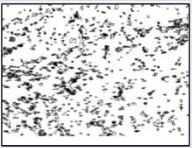
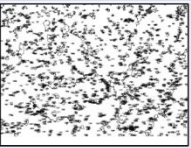
GO'in grafene indirgenmesi çalışmalarının ana basamağında elde edilen kimyasal indirgeme için ≈ 70 S/cm iletkenlik değerlerinin TiO_2 katkılama ile 156-248 S/cm arası değerlere yükseltildiği, kimyasal+termal indirgeme için ise; iletkenliğin 316-466 S/cm arası değerlere çıkarıldığı görülmektedir. TiO_2 katkılamanın iletkenliği arttırmada önemli rol oynadığını göstermektedir. Kimyasal prosedürle indirgenmiş TiO_2 içermeyen grafen kaplamanın iletkenliği (≈ 70 S/cm), TiO_2 içeren grafen yüzeylerinin iletkenlik değerlerinden çok daha düşüktür. Li vd. (Li, vd., 2020), bu durumu, elektronların TiO_2 ile oluşan kompleks yapıyı kullanarak, TiO_2 ve Grafen arasında hızla transfer olduğu ve bunun yüksek elektrik iletkenliği sağladığı şeklinde açıklamışlardır.

6.6.3. Mikrodesenli PDMS Altlık Üzerinde rGO-TiO₂ Yüzeylerin Hazırlanması ve Karakterizasyonu

6.6.3.1. Mikrodesenli PDMS Altlık Üzerinde GO-TiO₂ Yüzeylerin Hazırlanması ve Karakterizasyonu

Farklı TiO₂ katkılama oranlarında (% wt 1, 3, 5, 7 ve 10) üretilen yüksek konsantrasyonlu GO-TiO₂ dispersiyonlarının T5-R tasarımında sahip PDMS altlık üzerine 160 mm/dak daldırma hızında kaplanması ve bir gün açık atmosferde, iki gün desikatör içinde -0,5 bar'da silikajelle bekletilerek kurutması ile mikrodesenli GO-TiO₂ yüzeyler hazırlanmıştır. T5R mikrodesenli PDMS altlıkların, farklı TiO₂ oranlarında katkılanması ile hazırlanan GO-TiO₂ dispersiyonlarından (GO8-%xTiO₂ burada x: TiO₂ katkılama oranını temsil eder) daldırarak kaplama yöntemi ile hazırlanan mikrodesenli GO-TiO₂ yüzeylerine ait SEM görüntülerinin Image-J analiz programında işlenmesiyle (Şekil 6.34), katkılama oranına bağlı yüzeye çıkan olası TiO₂ parçacıkları için oransal analiz yapılmış ve SEM görsellerinin incelenmesiyle de indirgeme öncesi-sonrası pürüzlülük durumları karşılaştırılmıştır.

Mikrodesenli GO-TiO₂ yüzeylerinin Image-J analizi sonucunda %1, %3, %5, %7, %10 TiO₂ katkılama oranı için pürüzlülük yüzdeleri sırasıyla; %1.13, %2.82, %5.14, %6.91, %10.24'tür (Şekil 6.36). Elde edilen değerler katkılama oranlarına büyük oranda karşılık gelmektedir. Katkılama yüzdesinden fazla olarak elde edilen analiz sonuçları, cam altlık üzerine yapılan daldırarak kaplama çalışmasındaki yaklaşık %0.12 gibi bir değerle bizzat salt GO'in kendinden kaynaklanması sonucuyla uyumludur. Cam altlık üzerine yapılan kaplama çalışmasındakine benzer şekilde artan TiO₂ katkılama oranına bağlı olarak pürüzlülük derecesinin arttığı SEM görüntülerinden anlaşılmaktadır.

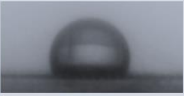











Dispersiyon Türü (%x (wt) TiO ₂)	%1 (T5R-PDMS-GO8-%1TiO ₂)	%3 (T5R-PDMS-GO8-%3TiO ₂)	%5 (T5R-PDMS-GO8-%5TiO ₂)	%7 (T5R-PDMS-GO8-%7TiO ₂)	%10 (T5R-PDMS-GO8-%10TiO ₂)
T5R Desenli PDMS Altlık Üzerine 8mg/ml GO + %x(wt) TiO ₂ Kaplama Görselleri (SEM - x5000)					
Image-J Hesaplama Görselleri (SEM - x5000)					
	Faz alanı: %1,13	Faz alanı: %2,82	Faz alanı: %5,14	Faz alanı: %6,91	Faz alanı: %10,24

Şekil 6.36. Daldırarak kaplama yöntemiyle elde edilen %x TiO₂ içeren mikrodesenli GO-TiO₂ yüzeylerine ait x5000 SEM ve bunlara ait Image-J analizi görselleri.

6.6.3.2. Mikrodesenli PDMS Altlık Üzerinde rGO-TiO₂ Yüzeylerin Hazırlanması ve Yüzey Özelliklerinin Karakterizasyonu

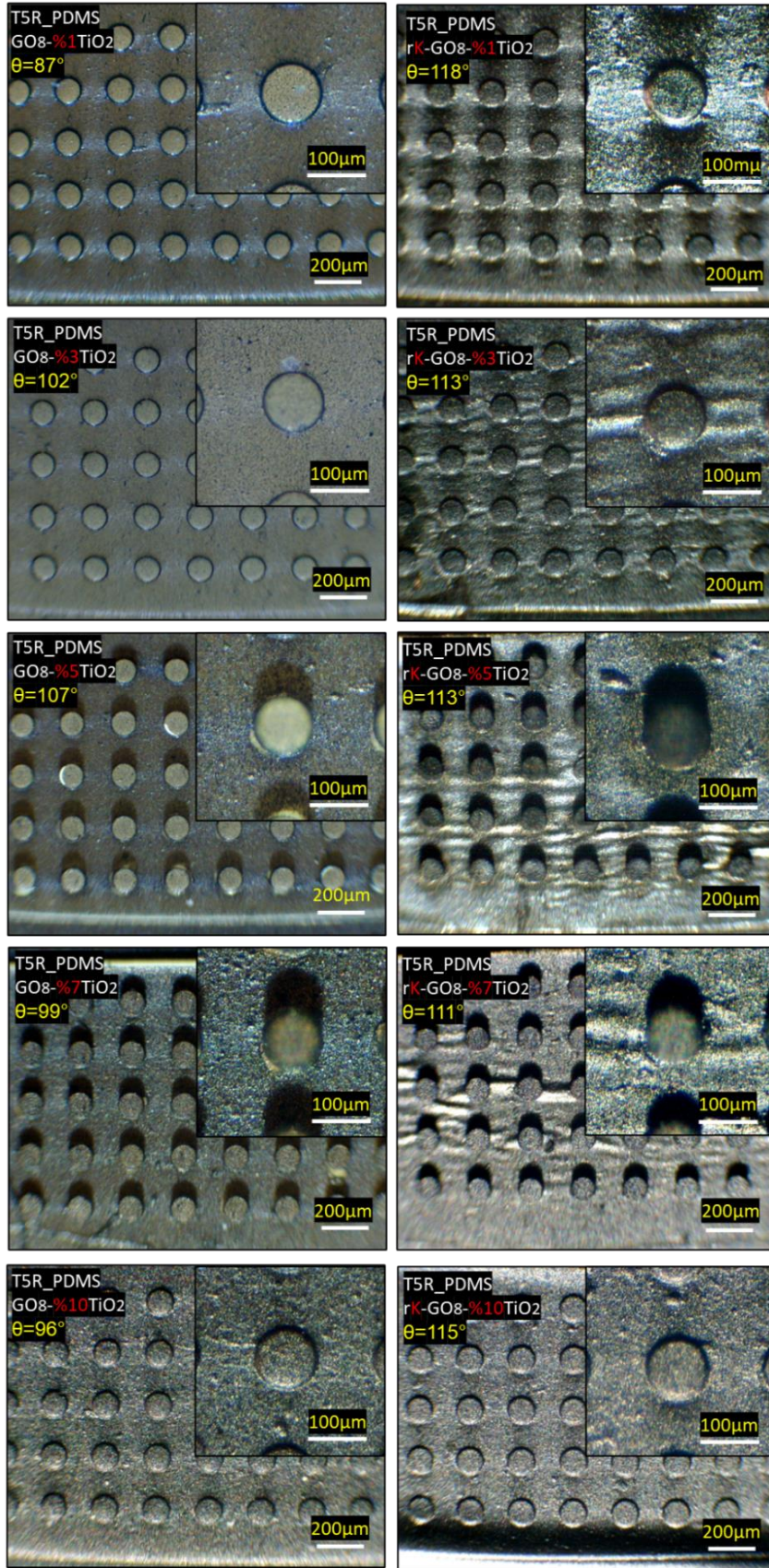
Hazırlanan mikrodesenli GO-TiO₂ yüzeylerin altlık hammaddesi PDMS'dir ve PDMS cam altlıklar için termal indirgeme şartı olan 350°C'de yumuşamaktadır. Bu nedenle mikrodesenli GO-TiO₂ yüzeylerin indirgenmesinde sadece kimyasal indirgeme işlemi kullanılmıştır. PDMS altlık üzerinde Bölüm 6.6.3.1 de detayları verilen mikrodesenli GO-TiO₂ yüzeylerinin kimyasal indirgeme (K) çalışmaları, cam yüzeyler için sabitlenmiş olan prosedüre göre; hidroiyodik asit + asetik asit (HI:Ac, 1:13) indirgeyici karışımı, 250mL indirgeme ortam hacminde (balon joje), 350µL indirgeyici miktarında, 75°C indirgeme sıcaklığı ve 4 saat indirgeme süresi olacak şekilde gerçekleştirilmiştir. Süreç öncesi, kahverengi renge sahip mikrodesenli GO-TiO₂ yüzeyleri süreç sonrasında gri renkli mikrodesenli rGO-TiO₂ yüzeylerine indirgenmiştir. Mikrodesenli rGO-TiO₂ yüzeylerinin yüzey karakterizasyonunda; optik mikroskop, temas açısı ölçümleri, taramalı elektron mikroskobu (SEM-EDX) kullanılmıştır.

Şekil 6.37'de farklı bileşimlerde TiO₂ katkılanarak hazırlanan mikrodesenli GO-TiO₂ (GO8-%xTiO₂) ve GO-TiO₂ yüzeylerinin kimyasal olarak indirgenmesi ile hazırlanan mikrodesenli rK-GO-TiO₂ (rK-GO8-%xTiO₂) yüzeylerine ait DI-w damla profilleri ve temas açısı sonuçları yer almaktadır. Plazma modifikasyonuna maruz kalmadan önce PDMS altlık 118° temas açısına sahipken, plazma modifikasyonu sonrasında süperhidrofilik özellik göstermiştir. Bu durum, GO-TiO₂ yüzeylerinin PDMS altlık üzerinde homojen ve iyi tutunmuş kaplamanın elde edilmesine olanak sağlamıştır. Şekil 6.37'den görüldüğü gibi, GO8-%xTiO₂ yüzeylerde %5 TiO₂ katkılamaya kadar temas açısı değeri artış eğilimi gösterirken, %5 sonrasındaki TiO₂ katkılama oranlarında temas açısında azalma olmuştur. Ayrıca kimyasal indirgeme sonrasında hidrofobluk derecesi her bir bileşen kendi içerisinde değerlendirildiğinde, artmıştır ve bu durum cam altlık üzerine yapılan çalışmalarla uyumludur. Bu durum kimyasal indirgeme işleminin GO'nin indirgenmesi için baskın özellik göstermesi ve bunun neticesinde temas açısının artması, oksijen içeren grupların azalmasına bağlı olarak artışından kaynaklanır. Temas açısındaki değişim iki farklı malzemenin (GO ve TiO₂ veya rGO ve TiO₂) farklı temas açısı değerine sahip olmasından kaynaklı kimyasal heterojenlik değişimine ve yüzeydeki pürüzlülük değişimine bağlıdır. Hangi etkinin daha baskın olduğunu anlamak için daha detaylı karakterizasyon işlemleri gerçekleştirilmiş ve aşağıda sonuçları tartışılmıştır.

T5R Desenli PDMS Altık (Plazmasız)	T5R Desenli PDMS Altık (10'Plazma)				
 $\theta=118^\circ$	 $\theta=18^\circ$				
Dispersiyon Türü (%x (wt) TiO ₂)	%1	%3	%5	%7	%10
T5R Desenli PDMS Altık Üzerine 8mg/ml GO + %x(wt) TiO ₂ Kaplama Temas Açısı Görselleri (İndirgeme Yok)	 $\theta=87^\circ$ (T5R-PDMS-GO ₈ -%1TiO ₂)	 $\theta=102^\circ$ (T5R-PDMS-GO ₈ -%3TiO ₂)	 $\theta=107^\circ$ (T5R-PDMS-GO ₈ -%5TiO ₂)	 $\theta=99^\circ$ (T5R-PDMS-GO ₈ -%7TiO ₂)	 $\theta=96^\circ$ (T5R-PDMS-GO ₈ -%10TiO ₂)
T5R Desenli PDMS Altık Üzerine 8mg/ml rK GO + %x(wt) TiO ₂ Kaplama Temas Açısı Görselleri	 $\theta=118^\circ$ (T5R-PDMS-rK-GO ₈ -%1TiO ₂)	 $\theta=113^\circ$ (T5R-PDMS-rK-GO ₈ -%3TiO ₂)	 $\theta=113^\circ$ (T5R-PDMS-rK-GO ₈ -%5TiO ₂)	 $\theta=111^\circ$ (T5R-PDMS-rK-GO ₈ -%7TiO ₂)	 $\theta=115^\circ$ (T5R-PDMS-rK-GO ₈ -%10TiO ₂)

Şekil 6.37. Plazma öncesi-sonrası T5R PDMS altık yüzeylerinde, GO₈-%xTiO₂ yüzeylerinde ve rK-GO₈-%xTiO₂ yüzeylerinde DIw damlasının damla profil görselleri ve ait temas açısı sonuçları.

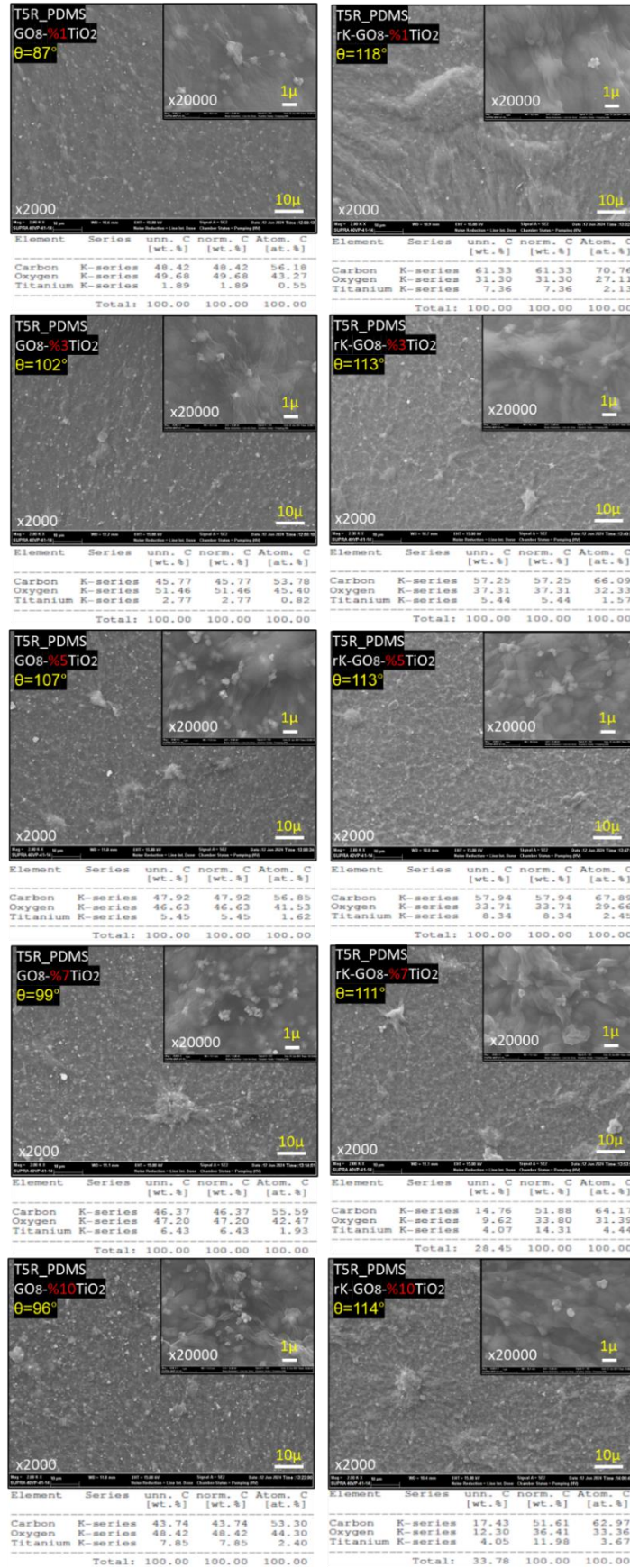
Şekil 6.38'de farklı bileşimlerde TiO₂ katkılanarak T5R desenli PDMS altıklar üzerine kaplanmış mikrodeseşli GO₈-%xTiO₂ yüzeyleri ve bu yüzeylerin kimyasal olarak indirgenmesi ile üretilen mikrodeseşli rK-GO₈-%xTiO₂ yüzeylerinin optik mikroskop görselleri yer almaktadır. Şekil 6.38'den görüldüğü gibi hem GO-TiO₂ hem de rK-GO-TiO₂ yüzeyleri mikrodeseşli altık yüzeyini kaplamıştır ve silindirik mikrodeseşli kanal yapısı korunmuştur. Ayrıca indirgeme sonrasında yüzeylerdeki temas açıları ve pürüzlülükleri artmıştır.



Şekil 6.38. Farklı bileşimlerde TiO₂ katkılanmış mikrodeseanlı GO-TiO₂ (GO8-%xTiO₂) yüzeylerine (indirgenmemiş-sol sütun) ve mikrodeseanlı rGO-TiO₂ (rK-GO8-%xTiO₂) yüzeylerine (indirgenmiş-sağ sütun) ait optik mikroskop görselleri.

Farklı bileşimlerde TiO_2 katkılanarak PDMS altlıklar üzerine kaplanmış mikrodesenli $GO8-xTiO_2$ yüzeyleri ve bu yüzeylerin kimyasal olarak indirgenmesi ile üretilen mikrodesenli $rK-GO8-xTiO_2$ yüzeylerinin SEM görüntüleri ile karbon ve Ti bileşimleri filtrelenerek elde edilmiş SEM-EDX'ten belirlenen yüzey kimyasal bileşimleri Şekil 6.39'da yer almaktadır. Şekil 6.39'daki ilk sütunda yukarıdan aşağıya doğru sırasıyla ağırlıkça %1, %3, %5, %7, %10 TiO_2 katkılanması ile hazırlanan $GO8-xTiO_2$ yüzeyleri yer almaktadır. İkinci sütun, aynı sırayı takip eder şekilde kimyasal indirgenmiş $rK-GO8-xTiO_2$ yüzeylere aittir. Farklı bileşimlerde TiO_2 katkılanması hazırlanan mikrodesenli $GO-TiO_2$ ve $rK-GO-TiO_2$ yüzeylerinde sahip olduğu TiO_2 katkısı nispetinde artan şekilde TiO_2 parçacıkları içeri gömülmüş ya da yüzeye tutunmuş partiküller halinde mevcuttur ve ayrıca kompozit yüzeylerde GO 'e ve rGO 'e ait tabakalanmış yüzey morfolojisi yer almaktadır. $rGO-TiO_2$ yüzeylerinin hepsinde grafene özgü ağımsı tabakalı yapı ve TiO_2 'e özgü aglomere yapılar literatürle uyumludur (Biswas vd., 2018; Ramanathan vd., 2021; Zhang vd., 2014).

%1, 3, 5, 7 ve 10 TiO_2 katkılama için SEM-EDX sonuçlarından elde edilen Ti bileşim oranları indirgenmemiş mikrodesenli $GO-TiO_2$ yüzeylerinde (sol sütun) sırasıyla %1.89, %2.77, %5.45, %6.43 ve %7.85 olarak belirlenmiştir (Şekil 6.39). Bu sonuçlar, x5000 SEM büyütmede görselin yaklaşık %50'sine yakın bir alandan bölgesel olarak alınmış sonuçlar olarak, katkılama miktarını ve Image-J analizini genel olarak oldukça yakın bir şekilde doğrulamaktadır.



Şekil 6.39. Mikrodeseanlı (PDMS altıklık) GO8-%xTiO₂ yüzeylere (sol sütun) ve bu yüzeylerin kimyasal indirgenmesiyle ile üretilen mikrodeseanlı rK-GO8-%xTiO₂ yüzeylerine (sağ sütun) ait SEM, SEM-EDX ve temas açısı ölçüm sonuçları.

Genel olarak, düz ve pürüzlü cam altlık üzerindeki kaplamalarda, TiO₂ partiküllerinin (bileşimdeki miktarının) artışıyla, TiO₂ partiküllerinin hidrofilik doğası nedeniyle ve yüzeyde nano partikül olarak homojen dağılımıyla temas açısında düşmeye neden olmuş ancak, bu eğilim %5 TiO₂ içeriğine kadar olan tüm GO-TiO₂ ve genel olarak da r-GO-TiO₂ yüzeylerinde görece şekilde gözlenmiştir. %7 ve %10 TiO₂ içeren kompozit yüzeylerde durum tersine dönerek artan TiO₂ miktarı ile artan pürüzlülüğün etkisiyle temas açısında artış yaşanmıştır ve bu eğilim tüm cam altlıklar üzerinde üretilen GO-TiO₂ ve r-GO-TiO₂ yüzeylerinde görülmüştür. Kanallı bir yapıya sahip ve kanal içi ve üstünün 100µm çapında ve yaklaşık 40µm yüksekliğe sahip sütunlardan (pillar) oluşan mikrodeseleli pürüzlülüğün mikropürüzlülük kontrolü PDMS altlıktan kaynaklanırken, nano pürüzlülük kompozit kaplamadan kaynaklanır. Hidrofobik malzemelerde pürüzlülük artışı temas açısı değerinin artmasına neden olur ve bu nedenle cam altlıklara göre PDMS altlık üzerinde hazırlanan mikrodeseleli GO-TiO₂ ve r-GO-TiO₂ yüzeylerinde temas açısı artmıştır. Ayrıca hidrofob ve hidrofil malzeme karıştırıldığında yüzeye çıkan malzemenin hidrofobluk derecesine bağlı olarak temas açısının değişir (Atalay Gengec vd., 2016) ve mikrodeseleli kompozit yüzeylerde kimyasal indirgeme sonrasında yüzeye çıkan TiO₂ miktarındaki artış temas açısında düşmeye, grafen miktarındaki artış ise temas açısında artışa neden olur. Çünkü, GO ve TiO₂ hidrofilik özellik gösterirken, GO'nin indirgenmesi ile üretilen grafen yüzeyler hidrofobik özellik göstermektedir (Atalay Gengec, 2021).

6.6.3.3. Mikrodeseleli PDMS Altlık Üzerinde rGO-TiO₂ Yüzeylerin Yapısal ve Kimyasal Özelliklerinin Karakterizasyonu

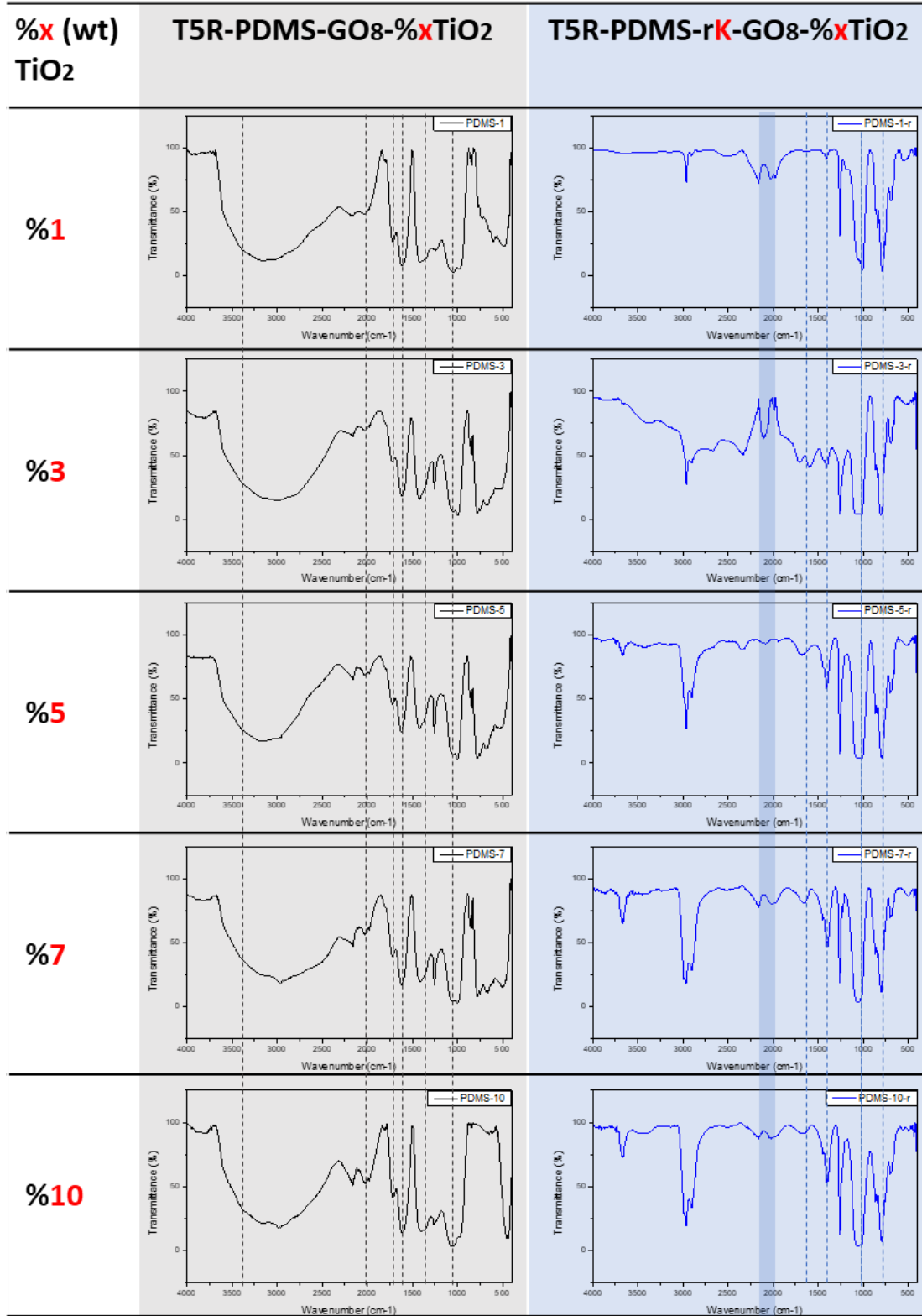
Mikrodeseleli GO-TiO₂ ve rK-GO-TiO₂ yüzeylerinin yapısal ve kimyasal özelliklerinin karakterizasyonunda FTIR ve XRD analizleri kullanılmıştır. Farklı TiO₂ bileşiminde üretilen mikrodeseleli GO-TiO₂ yüzeyleri, bu yüzeylerin kimyasal olarak indirgenmesi ile hazırlanan mikrodeseleli rK-GO-TiO₂ yüzeylerine ait FTIR spektrumları Şekil 6.40'ta verilmiştir. FTIR spektrumunda GO'ye özgü karakteristik bantlar şöyledir: 3430 cm⁻¹ ve 1250 cm⁻¹ civarındaki bant GO'ye özgü hidroksil gruplarından, 1720 cm⁻¹ civarındaki bant polisiklik aromatik grafen halkasındaki çift bağ özelliği olan C=C gerilim bandından ve 1060 cm⁻¹ civarındaki bant epoksi gruplarından kaynaklı C-O-C bantlarına aittir. C=O bandı, molekül içi H bağının etkileşimleri ile daha düşük bir frekansta yer değiştirir ve bu da C=C bandı ile örtüşmeye neden olur. TiO₂ ye ait karakteristik pikler ise şu şekildedir: 2800-3500 cm⁻¹'deki geniş bant TiO₂'nin hidroksil grubu titreşim geriliminden sorumludur ve bu bant aralığı GO içinde vardır ve iki pik girişim yapar. 1615 cm⁻¹ civarındaki bant suyun Ti-OH bükülmesinden kaynaklanır, 1370 cm⁻¹ civarındaki bant TiO bağlarından kaynaklanır ve 500-900 cm⁻¹ aralığı Ti-O-Ti ve Ti-O-C

gerilimlerine aittir. 2000-2200 cm^{-1} bölgesindeki bantlar ise indirgenmiş grafen oksitin (rGO) varlığına işaret eder. Şekil 6.40'tan görüldüğü gibi GO kendine özgü karakteristik piklere sahiptir ve TiO_2 katkılanması ile TiO_2 'ye özgü yeni karakteristik pikler oluşmuştur. Ayrıca indirgenme sonrasında GO'ye özgü bantlar kaybolmuş ve grafene özgü bantlar oluşmuştur. FTIR sonuçları T5R desenli PDMS altlık üzerinde mikrodesezli GO8- TiO_2 ve rK-GO8- $\%x\text{TiO}_2$ yüzeylerinin başarılı şekilde üretildiği desteklemektedir (Valencia vd., 2018; Leon vd., 2017; Atalay Gengeç, 2021).

Ayrıca, kimyasal indirgenmiş rK-GO8- $\%x\text{TiO}_2$ yüzeylerinde indirgenmeye bağlı olarak, yani grafen yüzeylere dönüşmeyle birlikte; GO'ye özgü OH, COOH gruplarını kaybolması/azalmasıyla, indirgenmemiş GO- TiO_2 yüzeylerine göre temas açılarında artış kaydedilmiştir. SEM-EDX sonuçlarında C, O ve Ti filtrelenerek sonuçlar alınmış, indirgeme işlemi sonucunda, ağırlıkça % O miktarındaki azalmanın ortalama %14 civarında olduğu görülmüştür (Tablo 6.17).

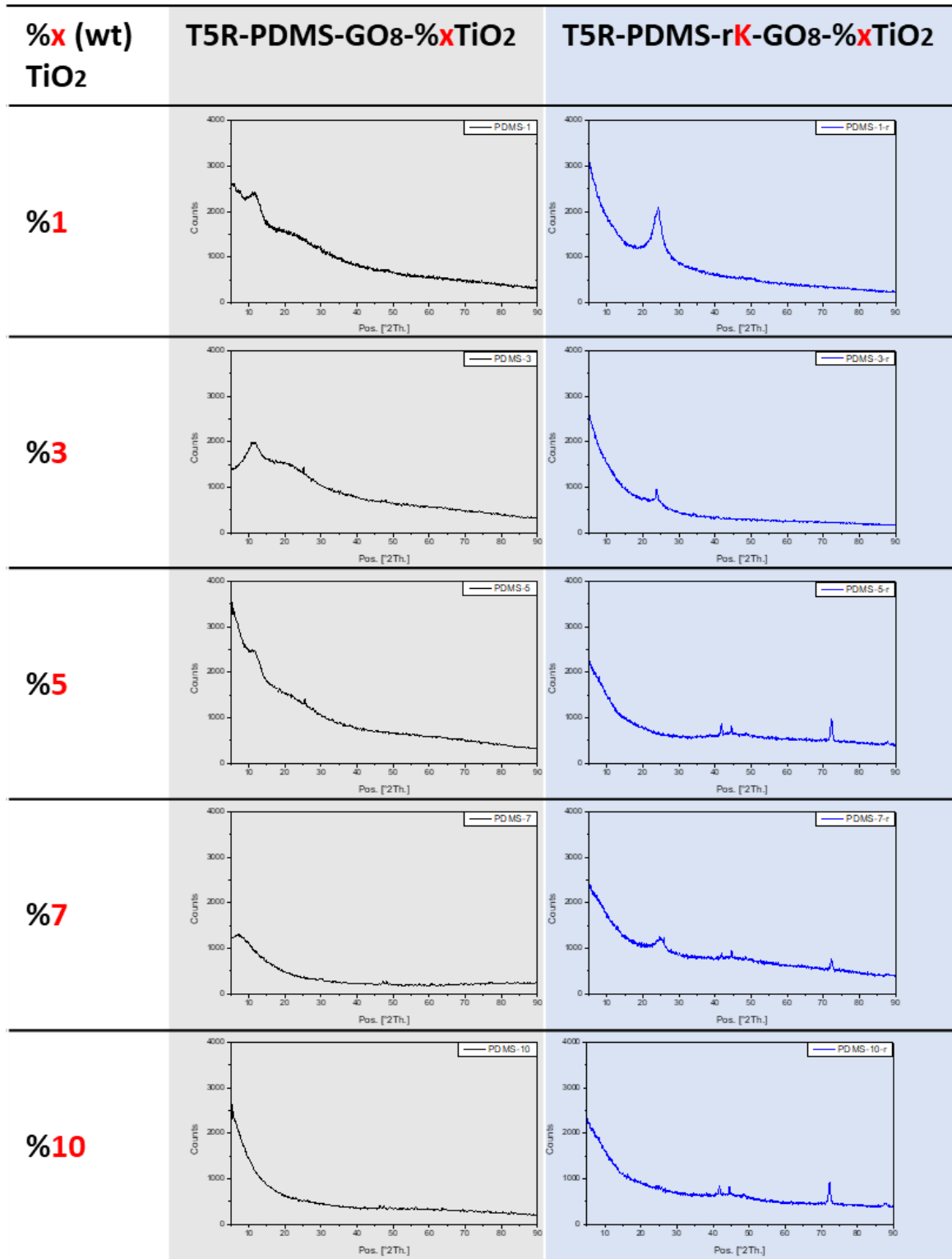
Tablo 6.17. Farklı TiO_2 katkılama oranlarında hazırlanmış mikrodesezli GO8- $\%x\text{TiO}_2$ yüzeylerinde ve bu yüzeylerin kimyasal olarak indirgenmesi sonrasında elde edilen mikrodesezli rK-GO8- $\%x\text{TiO}_2$ yüzeylerinde ağırlıkça % O miktarlarındaki azalma.

$\%(\text{wt})\text{TiO}_2$	$\%(\text{wt})@\text{GO}$ Yüzey	$\%(\text{wt})@\text{rGO}$ Yüzey	FARK
1	49.7	31.3	18.4
3	51.5	37.3	14.2
5	46.5	33.7	12.8
7	47.2	33.8	13.4
10	48.4	36.4	12



Şekil 6.40. Farklı TiO₂ bileşiminde üretilen mikrodesenli GO-TiO₂ yüzeyleri, bu yüzeylerin kimyasal olarak indirgenmesi ile üretilen mikrodesenli rK-GO-TiO₂ yüzeylerine ait FTIR spektrumları.

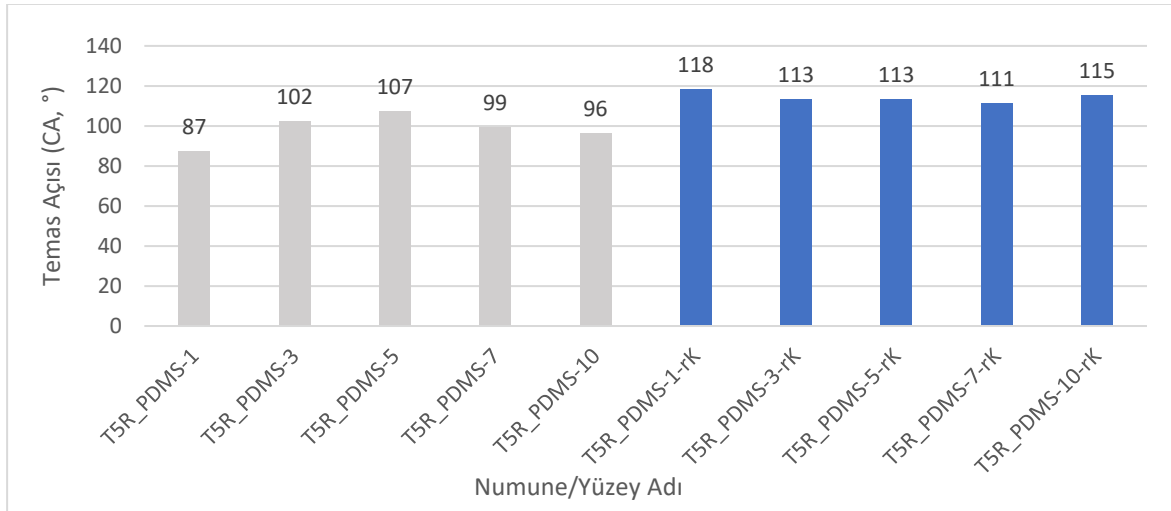
Farklı TiO_2 bileşiminde üretilen mikrodeseanlı GO- TiO_2 yüzeyleri, bu yüzeylerin kimyasal olarak indirgenmesi ile üretilen mikrodeseanlı rK-GO- TiO_2 yüzeylerine ait XRD kırınımları Şekil 6.41’de verilmiştir. Şekil 6.39’da $2\theta=11$ civarında karakteristik pikler GO’ye ve $2\theta=24^\circ$ civarındaki pik grafene ve yaklaşık $2\theta= 24, 42, 45^\circ$ pikleri ise Titanyum oksite özgüdür (Raja vd., 2017, Joshi vd., 2020; http1). Mikrodeseanlı GO- TiO_2 kompozit yüzeylerinin indirgenmesi sonrasında GO’ye özgü karakteristik piklerin yok olduğu ve TiO_2 ’e özgü piklerin yerini 24° civarındaki grafen pikine bıraktığı görülmektedir (Şekil 6.41). $2\theta= 24^\circ$ pikin en belirgin olduğu yüzeyler %1 ve 3 TiO_2 katkılama oranlarında elde edilmiştir.



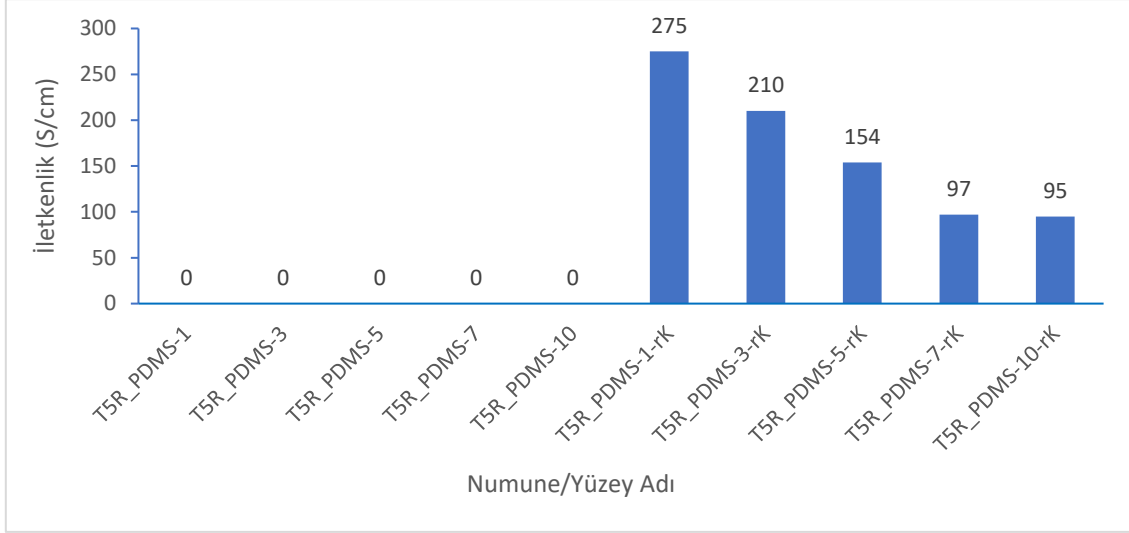
Şekil 6.41. Farklı TiO₂ bileşiminde üretilen mikrodesezneli GO-TiO₂ yüzeyleri ve rK-GO-TiO₂ yüzeylerine ait XRD kırınımaları.

6.6.3.4. Mikrodesenli PDMS Altlık Üzerinde rGO-TiO₂ Yüzeylerin Temas Açısı ve İletkenlik Sonuçlarının Değerlendirilmesi

T5R desenli PDMS altlık üzerinde üretilen farklı bileşimlerde TiO₂ katkılanarak hazırlanan mikrodesenli GO-TiO₂ yüzeylerde pivot noktası cam altlıklarda olduğu gibi %5 TiO₂ katkılama oranıdır ancak, bu sefer trendin tersi olarak TiO₂ katkılama oranı %5'e kadar artış sonrasında ise azalma görülmektedir. Ayrıca farklı bileşimlerde TiO₂ katkılanarak hazırlanan mikrodesenli rK-GO-TiO₂ yüzeylerinde indirgenme sonrasındaki TiO₂ katkılama oranı %5'e kadar temas açısındaki azalma, sonrasındaki tekrar artış görülme davranışı cam altlıklara benzerdir. Kimyasal indirgeme durumunda temas açısı (Şekil 6.42) ve iletkenlik özellikleri (Şekil 6.43) toplu olarak değerlendirildiğinde, en yüksek temas açısı ve iletkenlik değeri %1 TiO₂ katkılama oranındayken (118°-275 S/cm), TiO₂ katkılama oranının artmasıyla ciddi bir düşüş ve yine artan TiO₂ katkılama miktarıyla temas açısında lineer sayılabilecek hafif bir azalma gözlenmektedir (Şekil 6.42). %7'ye kadar TiO₂ katkılmış indirgenmiş kompozit yüzeylerde iletkenlikteki düşüş lineer seyrederken, takip eden %10 TiO₂ katkılama miktarında iletkenlik hafif bir düşüşle neredeyse aynı seviyede kalmaktadır (Şekil 6.43). Artan TiO₂ katkılama miktarıyla, uzaklaştırılması gereken oksijen miktarının artması ve indirgemenin artan TiO₂ miktarıyla görece olarak zorlaşacak olması beklenen doğal durumdur ve cam altlıklı sonuçlarla uyumludur zira, desenli PDMS altlıklardaki çıkıntılar (pillerlerin) çapları 100µm, derinlikleri yaklaşık 43µm'dir, dolayısıyla düz cam altlıklarla benzer indirgeme trendi göstermesi doğaldır. TiO₂'nin artmasıyla temas açısında düşüş görülmesi (Kavitha vd., 2020) ve bu düşüşün belli bir noktadan sonra artışa dönüşmesi literatürle (Wu & Then, 2021; Azani vd., 2019) uyumludur.



Şekil 6.42. Farklı TiO₂ katkılama oranında hazırlanan T5R mikrodesenli PDMS altlıklı GO8-%xTiO₂ ve rK-GO8-%xTiO₂ yüzeylerinin temas açısı (CA°) değerleri.



Şekil 6.43. Farklı TiO_2 katkı oranında hazırlanan T5R mikrodeseanlı PDMS altlıklı GO8-% TiO_2 ve rK-GO8-% TiO_2 yüzeylerinin iletkenlik (S/cm) değerleri.

Düz cam altlık üzerine hazırlanan GO yüzeyinin kimyasal indirgenmesi sonucunda ≈ 70 S/cm olan iletkenlik değeri, TiO_2 katkıyla 156-248 S/cm arası değerlere yükselmiştir. T5R desanlı PDMS altık üzerine %1 TiO_2 katkılanmış mikrodeseanlı rGO- TiO_2 yüzeyinde ise 275 S/cm daha yüksek iletkenlik değeri, desanlı mikroyapı nedeniyle yüzey alanının artmasının doğal bir sonucudur. Desenlerin, pürüzlü cama göre oldukça kaba pürüzlülük meydana getiriyor olması, kaplamanın ve indirgenmenin; yani düz cam altlığına benzer kaplama tutunmasının ve indirgenme/iletkenlik başarımının geliştirdiğini doğrulamaktadır. TiO_2 içeren grafen yüzeylerinin iletkenlik değerlerinin içermeyenlere yüksek iletkenliklere sahip olması Li vd. (Li vd., 2020), tarafından, elektronların TiO_2 ile oluşan kompleks yapıyı kullanarak, TiO_2 ve Grafen arasında hızla transfer olması ve bunun yüksek elektrik iletkenliği sağladığı şeklinde açıklanmıştır.

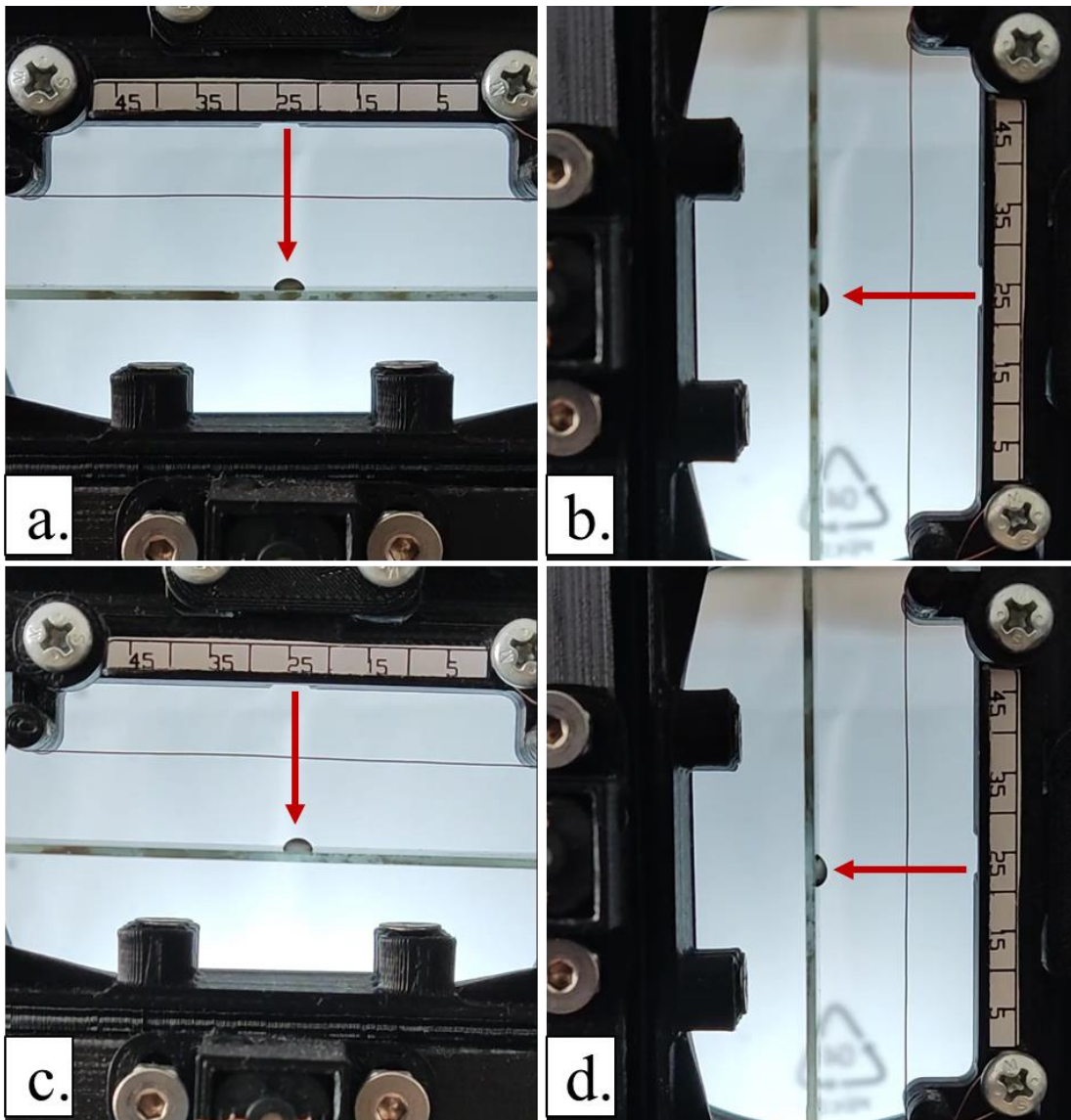
6.7. Kaygan rGO- TiO_2 Yüzeylerinin Üretimi, Performansının Belirlenmesi ve Dış Uyarı karşısında akıllı tepki verme Kabiliyetlerinin Belirlenmesi

Kaygan yüzeyler genel olarak kompozit yüzeyin silikon yağı içerisine daldırılıp bekletilmesi, geri çıkarılarak dik konumda fazla yağ akana kadar bekletilmesi ve böylece yağ emdirilmiş kaygan yüzeylerin (SLIPS, SLIS) üretimi esasına göre hazırlanmıştır. Bu bölümde düz ve pürüzlü cam altlıklar ve mikrodeseanlı PDMS altlıklar üzerine farklı TiO_2 katkı oranında yüksek konsantrasyonlu GO- TiO_2 dispersiyonlarından üretilen GO- TiO_2 yüzeylerinin indirgenmesi ile hazırlanan iletken rGO- TiO_2 yüzeylerinin silikon yağı ile yağlanması sonucunda kaygan yüzeylerin üretimi gerçekleştirilmiştir. Üretilen rGO- TiO_2 kaygan yüzeyleri üzerinde kayma açısının belirlenmesi, farklı miktarda DIw ve KCl test sıvılarının kayma hızı

ve ivmesindeki deęişimin belirlenmesi, srtnme kayıplarının belirlenmesi ve dıř uyararı karřısında akıllı tepki verme potansiyelleri test edilmesi alıřmaları gerekleřtirilmiřtir.

6.7.1. Cam Altlık zerindeki Yaęlanmıř rGO-TiO₂ Yzeylerin Kaygan Yzey Olma Potansiyellerinin Belirlenmesi

%3 TiO₂ katkılanması retilen yaę emdirilmemiř haldeki dz cam altlıklı GO8-%3TiO₂ ve rK+T-GO8-%3TiO₂ yzeylerinin kaymama davranıřı Őekil 6.44'te verilmiřtir. Őekil 6.44'ten grldę gibi, yaę emdirme ncesinde en yksek damla hacminde dahi rK+T-GO8-%3TiO₂ yzeyinde sıvı damlanın kaymadıęı temsili olarak grlmektedir ve tm cam altlıklı GO-TiO₂ ve rGO-TiO₂ yzeyleri iin bu durum geerlidir.



Őekil 6.44. İndirgenmemiř dz cam altlıklı GO8-%3TiO₂ (a, b) ve kimyasal+termal indirgememiř rK+T-GO8-%3TiO₂, (c, d) numunelerde yaęlama ncesi kaymama durumu grselleri.

6.7.1.1. Düz Cam Altık Üzerindeki Yağlanmış rGO-TiO₂ Yüzeylerin Kaygan Yüzey Olma Potansiyellerinin Belirlenmesi

Yüksek iletkenliğe sahip olduğu belirlenen, düz cam altık üzerine farklı TiO₂ katkılama oranlarında hazırlanarak Kimyasal+Termal olarak indirgenmiş rK+T-GO-TiO₂ yüzeyleri 2, 5, 8 µl deiyonize saf su (DIw) ve 0.1M KCl test sıvıları kullanılarak kaygan yüzey olma potansiyelleri araştırılmıştır. Kaygan yüzey oluşturma çalışmasında cam altıklı yüzeyler için 500cSt viskoziteye sahip Si-Oil kullanılmıştır. Şekil 6.45'te farklı test sıvısı miktarı (2,5 ve 8 µL) ve türü (DIw ve KCl) için düz cam altık üzerinde farklı TiO₂ katkılama oranında hazırlanmış rK+T-GO-TiO₂ yüzeylerinin yağlanması sonrası belirlenen kayma açılarının CAD programıyla tespit edildiği damla görselleri, SA değerleri ve damlanın ilerleme (θ_a) ve gerileme (θ_r) açıları yer almaktadır. Şekil 6.45'te yer alan görseller eğimli yüzeydeki damla profillerinin yatay hale dönüştürülmesi ile elde edilen fotoğrafları göstermektedir. Tablo 6.18'de düz cam altık üzerinde farklı TiO₂ katkılama oranında (%1, 3, 5, 7 ve 10) hazırlanmış rK+T-GO-TiO₂ yüzeylerinin iletkenlik sonuçları ve yağlanması sonrası CAD programıyla tespit edilen DI-w test sıvısı için SA, θ_a , θ_r ve CAH değerleri yer almaktadır. Düz cam üzerinde farklı TiO₂ katkılama oranında hazırlanan rK+T-GO-TiO₂ yüzeyleri arasında en yüksek iletkenlik değeri % 3 TiO₂ katkılanarak hazırlanan rK+T-GO8-%3 TiO₂ yüzeyinde elde edilmiştir (Tablo 6.17). Bu durum Şekil 6.26'da yer alan SEM-EDX sonuçlarıyla uyumludur. Şöyle ki; %1, 3, 5, 7 ve 10 TiO₂ katkılama oranlı rK+T-GO-TiO₂ yüzeylerinin SEM-EDX sonuçlarından elde edilen Ti bileşimleri sırasıyla 0.88, 1.90, 1.36, 3.72 ve 3.42'dir. Her ne kadar Ti katkılama oranındaki değişime bağlı olarak tüm yüzeylerde katkılama oranından daha düşük Ti bileşimleri elde edilmiş olsa da, katkılama oranına göre yüzeye çıkan Ti miktarı; katkılanan miktarın sırasıyla %88, 63, 27, 53 ve 34'ü şeklindedir. Dolayısıyla yüzeye en fazla çıkma eğilimi % 1 ve 3 TiO₂ katkılanmış rK+T-GO-TiO₂ yüzeylerinde elde edilmiştir. Ayrıca % 1 ve %3 TiO₂ katkılanmış rK+T-GO-TiO₂ yüzeylerinde SEM görüntülerinde (Şekil 6.26) yüzeye çıkan TiO₂ partiküllerinin % 3 katkılama oranında en düşük aglomerasyona sahip olduğu görülmektedir. Bu sonuçlar rK+T-GO-TiO₂-%3 TiO₂ yüzeyinde en yüksek iletkenlik elde edilmesini doğrulamaktadır.

Kaplama Kodu Substrat	V DIw (μ l)		
	2	5	8
r _{K+T} GO8-%1 TiO ₂ Düz Cam			
r _{K+T} GO8-%3 TiO ₂ Düz Cam			
r _{K+T} GO8-%5 TiO ₂ Düz Cam			
r _{K+T} GO8-%7 TiO ₂ Düz Cam			
r _{K+T} GO8-%10 TiO ₂ Düz Cam			
Kaplama Kodu Substrat	V 0,1M KCl (μ l)		
	2	5	8
r _{K+T} GO8-%1 TiO ₂ Düz Cam			
r _{K+T} GO8-%3 TiO ₂ Düz Cam			
r _{K+T} GO8-%5 TiO ₂ Düz Cam			
r _{K+T} GO8-%7 TiO ₂ Düz Cam			
r _{K+T} GO8-%10 TiO ₂ Düz Cam			

Şekil 6.45. Farklı test sıvısı miktarı (2,5 ve 8 μ L) ve türü (DIw ve KCl) için düz cam altlık üzerinde farklı TiO₂ katkılama oranında (%1, 3, 5, 7 ve 10) hazırlanmış r_{K+T}-GO8-%xTiO₂ yüzeylerinin yağlanması sonrası damla görselleri ve CAD programıyla tespit edilen SA, θ_a ve θ_r değerleri (500 cSt Si yağı).

Tablo 6.18’den görüldüğü gibi, %3 TiO₂ katkılama oranında tüm test sıvısı (DI-w) hacimleri için en düşük kayma açısı elde edilmiştir ve test sıvısı miktarının artması ile SA değeri düşmüştür. θ_a temas açısı yüzeydeki kimyasal heterojenlikten daha çok etkilenirken, θ_r yüzey topografyasıyla daha fazla değişir. θ_a ve θ_r temas açılarının birlikte değerlendirilebildiği yani yüzey topografyası ve kimyasal heterojenliğin bir göstergesi olan CAH değer ise test sıvısı miktarındaki artışa bağlı olarak artmış ve 10° den düşük olması nedeniyle yüzeyler kaygan özellik göstermektedir.

Tablo 6.18. Düz cam altlık üzerinde farklı TiO₂ katkılama oranında (%1, 3, 5, 7 ve 10) hazırlanmış rK+T-GO-TiO₂ yüzeylerinin iletkenlik sonuçları ve yağlanması sonrası CAD programıyla tespit edilen DI-w test sıvısı için SA, θ_a , θ_r ve CAH değerleri.

Kaplama Kodu Altlık İletkenlik (S/cm)	V _{DIw} (µL)											
	2				5				8			
	SA (°)	θ_a (°)	θ_r (°)	CAH (°)	SA (°)	θ_a (°)	θ_r (°)	CAH (°)	SA (°)	θ_a (°)	θ_r (°)	CAH (°)
rK+T-GO8-%1 TiO₂ Düz Cam 361 S/cm	20	71	71	0	15	70	68	2	10	84	75	9
rK+T-GO8-%3 TiO₂ Düz Cam 466 S/cm	15	67	67	0	12.5	77	76	1	7.5	88	82	6
rK+T-GO8-%5 TiO₂ Düz Cam 347 S/cm	22.5	74	74	0	15	78	76	2	10	86	78	8
rK+T-GO8-%7 TiO₂ Düz Cam 334 S/cm	25	72	72	0	15	68	66	2	10	74	67	7
rK+T-GO8-%10 TiO₂ Düz Cam 316 S/cm	25	69	69	0	15	70	68	2	10	76	71	5

Tablo 6.19’da düz cam altlık üzerinde farklı TiO₂ katkılama oranında (%1, 3, 5, 7 ve 10) hazırlanmış rK+T-GO-TiO₂ yüzeylerinin iletkenlik sonuçları ve yağlanması sonrası CAD programıyla tespit edilen 0.1M KCl test sıvısı için SA, θ_a , θ_r ve CAH değerleri yer almaktadır. Tablo 6.19’den görüldüğü gibi su test sıvısı sonuçlarına (Tablo 6.18) benzer olarak test sıvısı miktarının artması ile SA değeri düşmüştür. Bu durum damla hacminin artması ile damla ağırlığından kaynaklanan damla akış yönündeki kuvvet bileşeninin, damla-yüzey arasındaki kuvvetleri yenmesinin doğal bir sonucudur. CAH değer ise test sıvısı miktarındaki artışa bağlı olarak artmış ve neredeyse 10° den düşük olması nedeniyle yüzeyler kaygan özellik göstermektedir.

Tablo 6.19. Düz cam altlık üzerinde farklı TiO₂ katkılama oranında (%1, 3, 5, 7 ve 10) hazırlanmış rK+T-GO-TiO₂ yüzeylerinin iletkenlik sonuçları ve yağlanması sonrası CAD programıyla tespit edilen 0.1M KCl test sıvısı için SA, θ_a , θ_r ve CAH değerleri.

Kaplama Kodu Altlık İletkenlik (S/cm)	V _{0.1M KCl} (µL)											
	2				5				8			
	SA (°)	θ_a (°)	θ_r (°)	CAH (°)	SA (°)	θ_a (°)	θ_r (°)	CAH (°)	SA (°)	θ_a (°)	θ_r (°)	CAH (°)
rK+T-GO8-%1 TiO₂ Düz Cam 361 S/cm	35	71	71	0	25	81	75	6	20	86	75	11
rK+T-GO8-%3 TiO₂ Düz Cam 466 S/cm	25	67	67	0	20	71	68	3	15	74	66	8
rK+T-GO8-%5 TiO₂ Düz Cam 347 S/cm	30	69	69	0	20	80	76	4	17.5	81	71	10
rK+T-GO8-%7 TiO₂ Düz Cam 334 S/cm	30	69	69	0	20	75	71	4	17.5	88	79	9
rK+T-GO8-%10 TiO₂ Düz Cam 316 S/cm	30	67	67	0	22.5	71	68	3	15	80	73	7

6.7.1.2. Pürüzlü Cam Altlık Üzerindeki Yağlanmış rGO-TiO₂ Yüzeylerin Kaygan Yüzey Olma Potansiyellerinin Belirlenmesi

Yüksek iletkenliğe sahip olduğu belirlenen, pürüzlü cam altlık üzerine farklı TiO₂ katkılama oranlarında hazırlanarak Kimyasal+Termal olarak indirgenmiş rK+T-GO-TiO₂ yüzeyleri 2, 5, 8 µl deiyonize saf su (DIw) ve 0.1M KCl test sıvıları kullanılarak kaygan yüzey olma potansiyelleri belirlenmiştir. Şekil 6.46'da farklı test sıvısı miktarı (2,5 ve 8 µL) ve türü (DIw ve KCl) için pürüzlü cam altlık üzerinde farklı TiO₂ katkılama oranında (%1, 3, 5, 7 ve 10) hazırlanmış rK+T-GO-TiO₂ yüzeylerinin yağlanması sonrası damla görselleri ve CAD programıyla tespit edilen SA, θ_a ve θ_r değerleri yer almaktadır. Pürüzlü cam altlık üzerinde farklı TiO₂ katkılama oranında (%1, 3, 5, 7 ve 10) hazırlanmış rK+T-GO-TiO₂ yüzeylerinin iletkenlik sonuçları ve yağlanması sonrası CAD programıyla tespit edilen DIw ve KCl test sıvıları için SA, θ_a , θ_r ve CAH değerleri Tablo 6.20 ve 6.21'de yer almaktadır.

Kaplama Kodu Substrat	V DIw (μ)		
	2	5	8
rK+TGO8-%1 TiO ₂ Pürüzlü Cam			
rK+TGO8-%3 TiO ₂ Pürüzlü Cam			
rK+TGO8-%5 TiO ₂ Pürüzlü Cam			
rK+TGO8-%7 TiO ₂ Pürüzlü Cam			
rK+TGO8-%10 TiO ₂ Pürüzlü Cam			
Kaplama Kodu Substrat	V 0,1M KCl (μ)		
	2	5	8
rK+TGO8-%1 TiO ₂ Pürüzlü Cam			
rK+TGO8-%3 TiO ₂ Pürüzlü Cam			
rK+TGO8-%5 TiO ₂ Pürüzlü Cam			
rK+TGO8-%7 TiO ₂ Pürüzlü Cam			
rK+TGO8-%10 TiO ₂ Pürüzlü Cam			

Şekil 6.46. Pürüzlü cam altlık üzerinde farklı TiO₂ katkılama oranında (%1, 3, 5, 7 ve 10) hazırlanmış rK+T-GO8-%xTiO₂ yüzeylerinin farklı test sıvısı miktarı (2, 5 ve 8 μ L) ve türü (DIw ve KCl) için yağlanması sonrası damla görselleri ve CAD programıyla tespit edilen SA, θ_a ve θ_r değerleri (500 cSt Si yağı).

Tablo 6.20’den görüldüğü üzere pürüzlü cam altlık kullanılarak farklı TiO₂ katkılama oranlarında hazırlanan GO-TiO₂ yüzeylerinin kimyasal+termal olarak indirgenmesi ile hazırlanan rK+T-GO-TiO₂ yüzeylerinin hepsi iletken ve 109±9 S/cm arasında kompozit yüzey iletkenlikleri değişmektedir. Farklı test sıvısı hacmi için en düşük kayma açısı %3 TiO₂ katkılanmış rK+T-GO-TiO₂ yüzeylerinde elde edilmiştir ve test sıvısı hacminin 2’den 8 µL’ye artması ile kayma açıları da her bir TiO₂ katkılama oranı için kendi içinde azalmıştır. Ayrıca 2µL DI-w test sıvısı hacmi için CAH değeri tüm TiO₂ katkılama oranları için rK+T-GO-TiO₂ yüzeylerde yaklaşık 0’dır. CAH değeri yüzeyin pürüzlülük ve kimyasal heterojenliğinin bir ölçütüdür ve 2µL DI-w test sıvısı hacmi için sıvının yüzey ile etkileşiminin minimum/homojen olmasından kaynaklanır. Test sıvısı miktarının artması ile her bir TiO₂ katkılama oranı için kendi içinde CAH değeri artmıştır, ki bu durum sıvının yüzeyle daha fazla etkileşime girdiğini göstermektedir. Tüm rK+T-GO-TiO₂ yüzeylerinde CAH değeri 10°’nin altındadır ve yüzeyler kaygan özellik gösterir. CAH değerini etkileyen θ_a ve θ_r değerlerinden, θ_a yüzeyin kimyasal heterojenliğinden etkilenirken, θ_r yüzey pürüzlülüğünden daha çok etkilenir. Bu noktada genel olarak 5µL ve 8 µL DIw test sıvısı hacmi için, test sıvısı hacminin artışı θ_a açısında göreceli artışa ve θ_r açısında ise küçük bir derecede azalmaya neden olmuştur. Bu nedenle, test sıvısı hacmindeki artış ile yüzeydeki pürüzlülükten ziyade kimyasal heterojenliğin daha baskın hale geldiği söylenebilir.

Tablo 6.20. Pürüzlü cam altlık üzerinde farklı TiO₂ katkılama oranında (%1, 3, 5, 7 ve 10) hazırlanmış rK+T-GO-TiO₂ yüzeylerinin iletkenlik sonuçları ve yağlanması sonrası CAD programıyla tespit edilen DI-w test sıvısı için SA, θ_a, θ_r ve CAH değerleri.

Kaplama Kodu Altlık İletkenlik (S/cm)	V _{DIw} (µL)											
	2				5				8			
	SA (°)	θ _a (°)	θ _r (°)	CAH (°)	SA (°)	θ _a (°)	θ _r (°)	CAH (°)	SA (°)	θ _a (°)	θ _r (°)	CAH (°)
rK+TGO8-%1 TiO ₂ Pürüzlü Cam 111 S/cm	10	71	71	0	10	73	64	9	7.5	81	71	10
rK+TGO8-%3 TiO ₂ Pürüzlü Cam 110 S/cm	7.5	69	69	0	7.5	77	73	4	5	76	70	6
rK+TGO8-%5 TiO ₂ Pürüzlü Cam 110 S/cm	15	67	67	0	10	76	70	6	7.5	78	68	10
rK+TGO8-%7 TiO ₂ Pürüzlü Cam 101 S/cm	25	70	70	0	10	78	71	7	7.5	79	70	9
rK+TGO8-%10 TiO ₂ Pürüzlü Cam 118 S/cm	25	67	67	0	15	74	69	5	10	74	67	7

Tablo 6.21’de görüldüğü gibi, farklı KCl test sıvısı hacmi için en düşük kayma açısı %3 TiO₂ katkılanmış rK+T-GO-TiO₂ yüzeylerinde elde edilmiştir ve bu durum DI-w sonuçları ile de paraleldir. Test sıvısı hacminin 2’den 8 µL’ye artması ile kayma açıları da her bir TiO₂ katkılama oranı için kendi içinde azalmıştır ve bu durum DI-w sonuçları ile de paraleldir. Ayrıca 2µL DI-w test sıvısı hacmi için CAH değeri tüm TiO₂ katkılama oranları için rK+T-GO8-TiO₂ yüzeylerde yaklaşık 0’dır ve ve DI-w sonuçlarında olduğu gibi sıvının yüzey ile etkileşiminin minimum/homojen olduğu söylenebilir. Test sıvısı miktarının artması ile her bir TiO₂ katkılama oranı için kendi içinde CAH değeri artmıştır, ki bu durum sıvının yüzeyle daha fazla etkileşime girdiğini göstermektedir. KCl test sıvısının kullanımı DI-su test sıvısının kullanımına göre tüm yüzeylerde daha yüksek kayma açıları elde edilmiştir. Bu durum KCl test sıvısının yüzey geriliminin DI-w’dan daha düşük olmasından kaynaklanır. Genel olarak 5µL ve 8 µL DI-w test sıvısı hacmi için, test sıvısı hacminin artışı θ_a ve θ_r açısında artışa neden olmuştur. Bu nedenle, DI-w test sıvısından farklı olarak, KCl test sıvısı hacmindeki artış ile yüzeydeki pürüzlülük ve kimyasal heterojenliğin etkin olduğu söylenebilir.

Tablo 6.21. Pürüzlü cam altlık üzerinde farklı TiO₂ katkılama oranında (%1, 3, 5, 7 ve 10) hazırlanmış rK+T-GO-TiO₂ yüzeylerinin iletkenlik sonuçları ve yağlanması sonrası CAD programıyla tespit edilen KCl test sıvısı için SA, θ_a, θ_r ve CAH değerleri.

Kaplama Kodu Altlık İletkenlik (S/cm)	V _{0,1M KCl} (µL)											
	2				5				8			
	SA (°)	θ _a (°)	θ _r (°)	CAH (°)	SA (°)	θ _a (°)	θ _r (°)	CAH (°)	SA (°)	θ _a (°)	θ _r (°)	CAH (°)
rK+TGO8-%1 TiO ₂ Pürüzlü Cam 111 S/cm	22.5	73	73	0	15	79	70	9	10	84	72	12
rK+TGO8-%3 TiO ₂ Pürüzlü Cam 110 S/cm	15	75	75	0	12.5	81	75	6	10	80	72	8
rK+TGO8-%5 TiO ₂ Pürüzlü Cam 110 S/cm	20	71	71	0	17.5	74	65	9	12.5	89	77	12
rK+TGO8-%7 TiO ₂ Pürüzlü Cam 101 S/cm	30	69	69	0	15	83	74	9	12.5	88	77	11
rK+TGO8-%10 TiO ₂ Pürüzlü Cam 118 S/cm	30	68	68	0	25	70	65	5	15	86	76	10

Düz ve pürüzlü cam altlıklar üzerinde üretilen farklı TiO₂ katkılama oranlarındaki iletken rK+T-GO-TiO₂ yüzeyleri kayma açısı ve test sıvısı türü ve miktarı açısından değerlendirildiğinde (Tablo 6.22), tüm yüzeylerde artan damla hacmi ile kayma açısı (SA) arasında ters orantı mevcuttur.

Tablo 6.22. Altlık türü, %TiO₂ miktarı, test sıvısı türü ve damla hacmi parametrelerine göre kayma açıları (SA).

Altlık	Test Sıvısı	V (µl)	Kayma Açısı (SA, °)				
			%1 TiO ₂	%3 TiO ₂	%5 TiO ₂	%7 TiO ₂	%10 TiO ₂
Düz Cam	KCl	2	35	25	30	30	30
		5	25	20	20	20	22.5
		8	20	15	17.5	17.5	15
	DIw	2	20	15	22.5	25	25
		5	15	12.5	15	15	15
		8	10	7.5	10	10	10
Pürüzlü Cam	KCl	2	22.5	15	20	27.5	30
		5	15	12.5	17.5	15	25
		8	12.5	10	12.5	12.5	15
	DIw	2	10	7.5	15	15	20
		5	10	7.5	10	10	15
		8	7.5	5	7.5	7.5	10

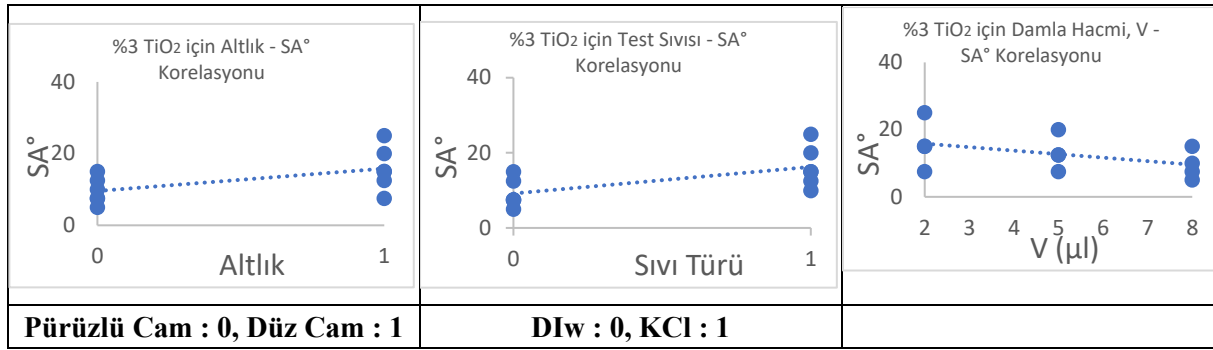
Düz ve pürüzlü cam altlıklar üzerinde üretilen farklı TiO₂ katkılama oranlarındaki iletken rK+T-GO-TiO₂ yüzeyleri için altlık türü, %TiO₂ miktarı, test sıvısı türü ve damla hacmi parametrelerine göre kayma açısı değişimini istatistiksel olarak ortaya koymak ve tutarlılığı değerlendirmek adına yapılan korelasyon hesabının sonuçlarına göre (Tablo 6.23) yüksek-orta denebilecek mertebede negatif yani ters orantıya haiz ilişki SA-damla hacmi açısından ortaya koyulmaktadır. Yine, korelasyon hesaplarının ve kayma açılarının değerleri incelendiğinde DIw'dan KCl'ye geçişle kayma açısında artış görülmüş ve yüksek-orta mertebede pozitif ilişki saptanmıştır. Pürüzlü-düz cam altlık ikili değişkeninde, düz cam altlıklı yüzeylerde kayma açısındaki artış arasında yine pozitif ve orta derecede ilişki olduğu görülmektedir (Tablo 6.23).

Tablo 6.23. Altlık türü, %TiO₂ miktarı, test sıvısı türü ve damla hacmi parametrelerine göre kayma açısı korelasyon tablosu.

Değişkenler	YÜZEY/KAPLAMA DEĞİŞKENİ					Ortalama Korelasyon	Korelasyon Açıklaması
	%1 TiO ₂	%3 TiO ₂	%5 TiO ₂	%7 TiO ₂	%10 TiO ₂		
	KORELASYON (r)						
Altlık	0.52	0.56	0.45	0.36	0.03	0.39	Orta, Pozitif
Test Sıvısı	0.63	0.64	0.52	0.48	0.52	0.56	Orta, Pozitif
V (µl)	-0.50	-0.46	-0.68	-0.74	-0.83	-0.64	Orta, Negatif

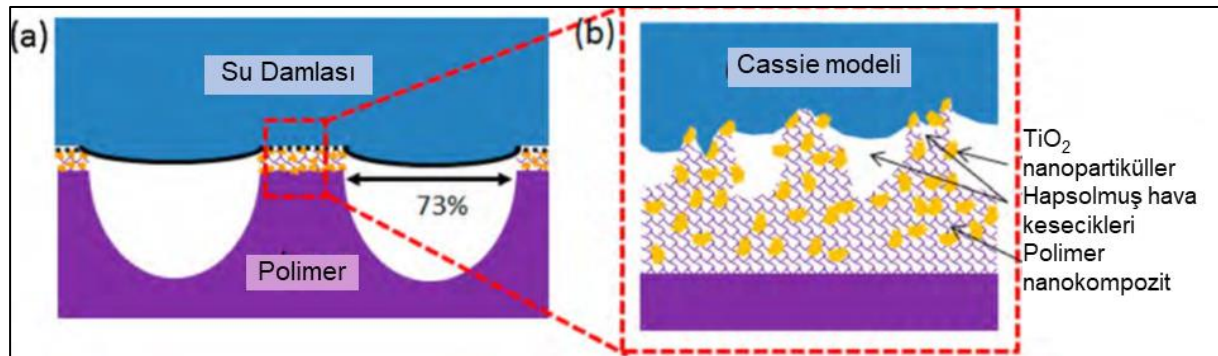
r=0: İlişki Yok - 0.01≤r≤0.29: Düşük - 0.30≤r≤0.70: Orta - 0.71<r<0.99: Yüksek - r=1: Tam ilişki

Tablo 6.23'te yer alan; Altlık Türü, %TiO₂ miktarı, Test Sıvısı Türü ve Damla Hacmi parametrelerine göre kayma açısı korelasyon hesaplamalarından elde edilen sonuçların "Altlık Türü-SA", "Test Sıvısı Türü-SA" ve "Test Sıvısı Miktarı-SA" korelasyon Şekil 6.47'de grafiksel olarak görselleştirilmiştir.



Şekil 6.47. Altlık türü, %TiO₂ miktarı, test sıvısı türü ve damla hacmi parametrelerine göre kayma açısı korelasyon grafikleri.

TiO₂ katkılanmış grefen kompozit yüzeylerin genel olarak düz cam altlık kullanımı durumunda 5-8µl hacimde daha düşük kayma açısına sahip oldukları ve bu durumun pürüzlü cama geçişle daha da geliştiği yani daha düşük kayma açılarında sahip olduğu anlaşılmaktadır. Bu durum, literatürde Cassie modelinin başarımında nanokompozit yüzeyin, mikrodan nano ölçeğe kadar değişen hiyerarşik pürüzlülüğe sahip olmasının (Şekil 6.48) etkili olduğu şeklinde ifade edilmekte ve düşük kayma açısı ve kendi kendini temizleme özellikleri sergilediğine vurgu yapılmaktadır (Banerjee vd., 2015).



Şekil 6.48. a. Hiyerarşik yapısal pürüzlülüğe sahip TiO₂- yüksek yoğunluklu polietilen (HDPE) nanokompozit yüzeyindeki su-hava arayüzünün şematik gösterimi, **b.** mikro pürüzlülük üzerindeki nano pürüzlülüğün detay gösterimi.

Kaynak: (Banerjee vd., 2015).

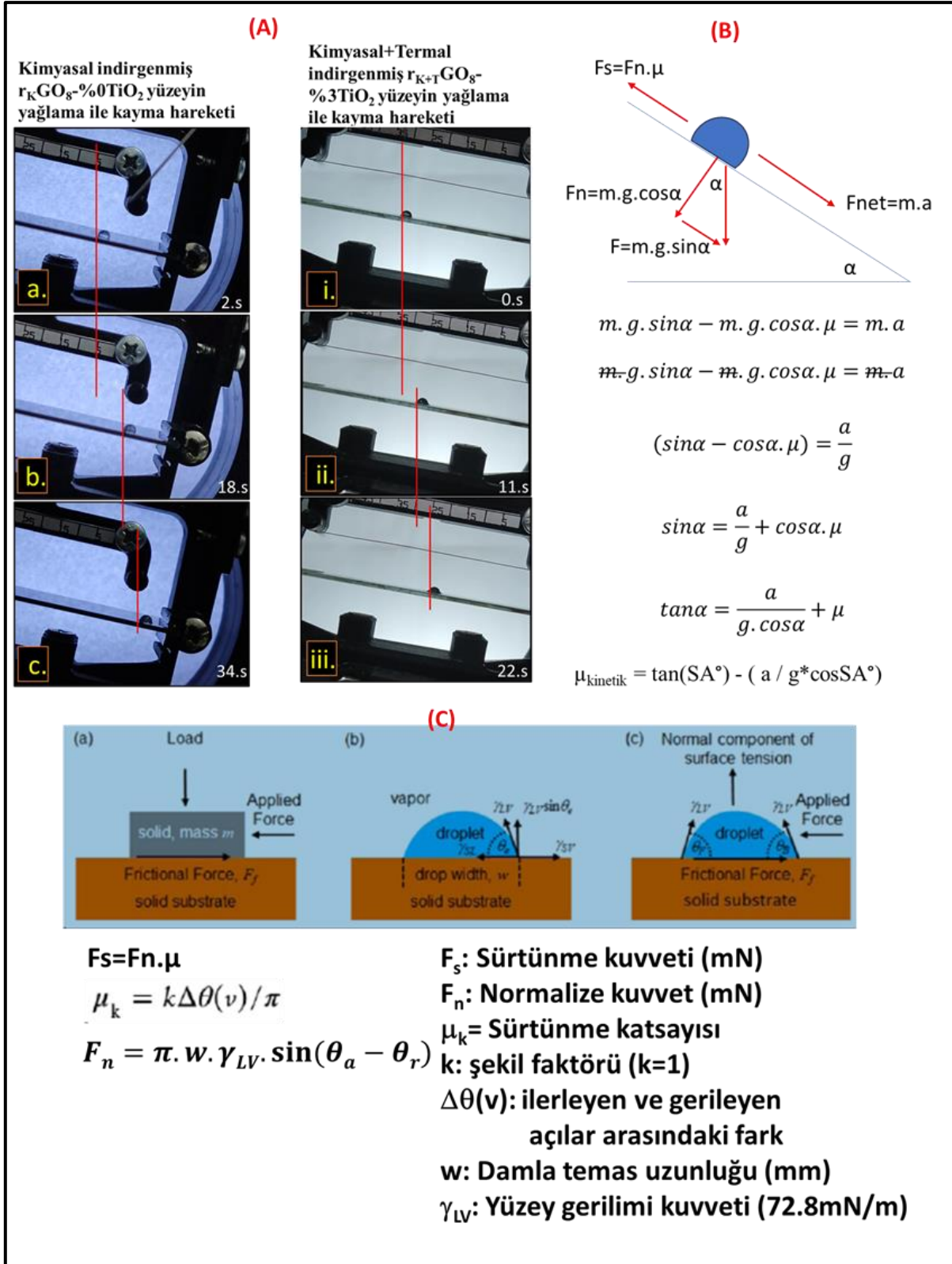
6.7.1.3. Düz ve Pürüzlü Cam Altlıklar Üzerinde Hazırlanan İletken rGO-TiO₂ Yüzeylerin Kayma Hızı ve İvmesinin Belirlenmesi

Farklı TiO₂ katkılama oranlarında hazırlanmış rGO-TiO₂ yüzeyleri arasında en yüksek iletkenlik ve düşük kayma açısına sahip olması nedeniyle indirgenmiş %0 TiO₂ içeren rK-GO-TiO₂ ve %3 TiO₂ içeren rK+T-GO-TiO₂ kaygan yüzeyleri üzerinde test sıvısının kayma davranışının görselleri Şekil 6.49.a'da verilmiştir. Tüm kaygan yüzeyler kayma hızlarına bağlı olarak bu davranışı sergilemektedir. Eğimli yüzeylerde kayma hızını etkileyen en önemli

parametrelerden birisi sürtünme kuvvetidir. Bu nedenle bu bölümde düz ve pürüzlü cam altlıklar üzerine hazırlanmış farklı TiO_2 katkılama oranındaki rK+T-GO- TiO_2 kaygan yüzeyler için sürtünme kuvveti belirlenerek damla dinamiklerine etkileri incelenmiştir.

Sıvı damlanın dış uyaran karşısında akıllı tepki performanslarının dinamiğini teorik olarak anlayabilmek ve deneysel sonuçlarla karşılaştırmak için iki farklı yöntem ile kinetik sürtünme katsayısı (μ) ve normal kuvvet (F_n) ve sürtünme kuvveti (F_s) hesaplamaları gerçekleştirilmiştir. Gerçekleştirilen hesaplamaların temelini anlamaya sağlayacak kuvvetleri tanımlayan eğik düzlem şekli Şekil 6.49.b'de verilmiştir. Şekil 6.49.b'de mg yerçekimi kuvvetinin y yönündeki normal bileşeni F_n , sürtünme kuvveti F_s ve damlanın kayma kuvveti F_{net} olarak tanımlanmıştır.

Sürtünme kuvvetinin belirlenmesinde iki farklı yöntem kullanılmış ve elde edilen sonuçlar birbiri ile karşılaştırılmıştır. Birinci yöntemde, sıvının yüzey gerilimi kuvvetlerinden yararlanılmak suretiyle (McHale, 2022) damla kinetiği baz alınmasıyla F_n belirlenmiştir (Şekil 6.49.c). İkinci yöntemde ise kayma hızı sabit olduğu için (ivme ≈ 0 olur) sürtünme kuvveti kayma açısının tanjantına eşit olur (Şekil 6.49.b) ve hesapla sürtünme kuvveti belirlenir. İkinci yöntemden hareketle test sıvısı damlasının potansiyel enerjisi kolayca hesaplanır. Oluşturulan damla hızı hesap analizi tablosunda kinetik enerjinin hesaplanması yapılır. Potansiyel enerji ile kinetik enerji arasındaki fark sürtünme işine eşit olacağından, buradan kolaylıkla sürtünme katsayıları hesaplanmıştır.



Şekil 6.49. a. K+T indirgenmiş %3 TiO₂ içeren r-GO-TiO₂ yüzeyine ait yağlanmış yüzeyde damlanın konum değişiminin temsili görüntüsü, b. yüzey gerilimi kuvvetleri dışında sıvı damla eğik yüzeyde kayarken etkin olan kuvvetler, c. yüzey gerilimi kuvvetleri için bağıntının ifadesi.

Kaynak: c için (McHale, 2022).

Mikroskop kamerası kullanılarak kayma açısı ya da farklı kayma açıları için, damlanın kaymaya başladığı ilk konum ve zaman ile, damlanın belli bir mesafede kadrajından çıkmadan önceki konum ve zamanın belirlendiği fotoğraflar alınarak ve bilgisayar destekli tasarım ortamına atılarak programda iki konum arasındaki mesafe belirlenerek Denklem 5.1'e göre sıvı damlanın eğimli yüzeyde kayma hızı belirlenmiştir.

Son noktaya göre hız tespiti için Denklem 5.2 (Üç Nokta Geri formülü) kullanılmıştır. Bu hesap ivme hesabının doğruluğunu sağlamak için yapılmıştır.

İvme belirlenmesinde ise, hız belirlenmesine benzer şekilde ancak bu kez cihazdan başlangıç ($t=0$) ve bitiş (t_{son}) konum ve zamanlarının dışında, damlanın $\Delta t/2$ anında cihazdan alınan damla profiline ait görüntüde dahil edilir. Konum zaman fonksiyonunu veren tablo değerlerinden ile 2. türevi alınarak Denklem 5.3'ten (Üç Nokta formülü) ivme (a) hesaplaması yapılmıştır.

Tablo 6.24, 6.25, 6.28, 6.29 ve 6.31'de farklı türde altlıklar için Denklem 5.1, 5.2 ve 5.3 kullanılarak elde edilmiş hız ve ivme hesaplarının sonuçları yer almaktadır. Tablo 6.24'te düz cam altlık üzerine farklı TiO_2 bileşimlerinde katkılanmış iletken $rK+T-GO8-TiO_2$ yüzeylerinin 500cSt Si-Oil emdirilmesi ile hazırlanan $rK+T-GO8-TiO_2$ kaygan yüzeylerinde; test sıvısı türü, $\%TiO_2$ miktarı ve damla hacmi parametrelerine göre hız ve ivme değerleri yer almaktadır. Düz cam altlıklar üzerinde üretilen farklı TiO_2 bileşimlerinde katkılanmış $rK+T-GO8-TiO_2$ kaygan yüzeylerinde test sıvısı türündeki değişim etkisi incelendiğinde (Tablo 6.24); KCl test sıvısının kullanımında, DIw test sıvısının kullanımına göre kayma hızı genel olarak artırmışken, sadece $2\mu L$ damla hacminde $\%5$ ve daha yüksek oranda TiO_2 katkılanmış kaygan yüzeylerde kayma hızı KCl test sıvısının kullanımı ile azalmıştır. Ayrıca ivme değerleri tüm test sıvısı türü ve miktarları için negatif ve sıfıra yakınsayan (virgülden sonra üçüncü basamak) değere sahiptir yani sıvı damla kayarken yavaşlayarak hareket etmektedir. Bu durum, üçüncü nokta hızının, ortalama hızdan düşük çıkmasını tam olarak doğrulamaktadır ve üçüncü noktadaki hızın geçerliliğini ispatlamaktadır.

Eğimli yüzey üzerinde kayan damlanın hızının belirlenmesi çalışmaları çok kısa mesafe ve zaman diliminde gerçekleştiği için, damlanın hareketi genellikle sürekli ve hızdaki değişim çok küçük olmaktadır. Ortalama hız hesabı, daha uzun mesafelerde ve zaman dilimlerinde kullanıldığında daha anlamlıdır, çünkü hareketin başlangıç ve bitiş noktalarındaki toplam mesafe üzerinden hesaplanır ve kısa mesafe aralığında hızdaki değişimler ortalama hızı fazlaca etkiler. Bu nedenle, ivme hesabını da sağlayan üçüncü noktaya göre kayma hızları

değerlendirmeye esas alınmış, sürtünme kuvveti hesapları da bu ivme değerleri hesaplamaya dahil edilerek yapılmıştır.

Tablo 6.24. Düz cam altlıklı K+T indirgenmiş rGO-TiO₂ yüzeylerinde test sıvısı türü, %TiO₂ miktarı ve damla hacmi parametrelerine göre hız ve ivmeler (Si-Oil Visk. 500cSt).

Numune (GO:8mg/mL+%wt XTiO ₂)	İletkenlik (S/cm)	Sıvı Türü	V (μ L)	SA ($^{\circ}$)	CAH ($^{\circ}$)	Vort (mm/s)	V@[x3] (mm/s)	a (mm/s ²)
rK+T-GO8+%wt1TiO₂ Düz Cam Altlık	361	DIw	2	20	0	0.381	0.312	-0.004
			5	15	2	0.362	0.303	-0.003
			8	10	9	0.486	0.271	-0.019
		0.1M KCl	2	35	0	0.550	0.423	-0.012
			5	25	6	0.540	0.455	-0.007
			8	20	11	0.708	0.446	-0.023
rK+T-GO8+%wt3TiO₂ Düz Cam Altlık	466	DIw	2	15	0	0.196	0.162	-0.001
			5	12.5	1	0.209	0.135	-0.003
			8	7.5	6	0.164	0.098	-0.002
		0.1M KCl	2	25	0	0.342	0.279	-0.004
			5	20	3	0.390	0.275	-0.006
			8	15	8	0.406	0.321	-0.004
rK+T-GO8+%wt5TiO₂ Düz Cam Altlık	347	DIw	2	22.5	0	0.332	0.282	-0.003
			5	15	2	0.330	0.233	-0.005
			8	10	8	0.338	0.234	-0.006
		0.1M KCl	2	30	0	0.279	0.201	-0.004
			5	20	4	0.344	0.271	-0.004
			8	17.5	10	0.477	0.381	-0.006
rK+T-GO8+%wt7TiO₂ Düz Cam Altlık	334	DIw	2	25	0	0.475	0.500	0.002
			5	15	2	0.348	0.302	-0.002
			8	10	7	0.233	0.140	-0.003
		0.1M KCl	2	30	0	0.387	0.332	-0.004
			5	20	4	0.410	0.321	-0.005
			8	17.5	9	0.734	0.569	-0.025
rK+T-GO8+%wt10TiO₂ Düz Cam Altlık	316	DIw	2	25	0	0.366	0.380	0.001
			5	15	2	0.218	0.166	-0.002
			8	10	5	0.223	0.153	-0.002
		0.1M KCl	2	30	0	0.350	0.317	-0.002
			5	22.5	3	0.511	0.411	-0.007
			8	15	7	0.358	0.294	-0.003

Tablo 6.25'te pürüzlü cam altlık üzerine farklı TiO₂ bileşimlerinde katkılanmış iletken rK+T-GO-TiO₂ yüzeylerinin 500cSt Si-Oil emdirilmesi ile hazırlanan rK+T-GO-TiO₂ kaygan yüzeylerinde; test sıvısı türü, %TiO₂ miktarı ve damla hacmi parametrelerine göre Denklem 5.1, 5.2 ve 5.3 kullanılarak hesaplanan hız ve ivme değerleri yer almaktadır. Pürüzlü cam altlıklar üzerinde üretilen farklı TiO₂ bileşimlerinde katkılanmış rK+T-GO-TiO₂ kaygan yüzeylerinde test sıvısı türündeki değişim etkisi incelendiğinde (Tablo 6.25); rK+T-GO-TiO₂ kaygan

yüzeylerinde KCl test sıvısının kullanımı DIw test sıvısının kullanımına göre kayma hızını artmasına neden olmuştur. Düz cam altlıklı yüzeylerle kıyaslandığında farklılaşmanın 5% TiO₂ üzeri tüm katkılama oranları yerine sadece 5% TiO₂ içeren 2µL damla hacminde gerçekleşmiş olmasıdır. Bu durum pürüzlülüğün artması ve KCl test sıvısının DIw test sıvısından daha düşük yüzey gerilimine sahip olmasından kaynaklanabilir. Ayrıca ivme değerleri tüm test sıvısı türü ve miktarları için yine virgülden sonra üçüncü basamak olarak ele alındığında negatif değere sahiptir yani çok küçük de olsa sıvı damla kayarken yavaşlayarak hareket etmektedir. Kayma açıları test sıvısı miktarı arttıkça azalmaktadır ve ayrıca kayma hızında genel olarak bu durumla uyumlu olarak azalmaktadır.

Tablo 6.25. Pürüzlü cam altlıklı K+T indirgenmiş için test sıvısı türü, %TiO₂ miktarı ve damla hacmi parametrelerine göre hız ve ivmeler (Si-Oil Visk. 500cSt).

Numune (GO:8mg/mL+%wt XTiO ₂)	İletkenlik (S/cm)	Sıvı Türü	V (µL)	SA (°)	CAH (°)	Vort (mm/s)	V@[x3] (mm/s)	a (mm/s ²)
rK+T-GO8+%wt 1 TiO₂ Pürüzlü Cam Altlık	111	DIw	2	10	0	0.137	0.104	-0.001
			5	10	9	0.273	0.141	-0.004
			8	7.5	10	0.203	0.130	-0.002
		0.1M KCl	2	22.5	0	0.408	0.381	-0.002
			5	15	9	0.321	0.230	-0.005
			8	10	12	0.376	0.270	-0.008
rK+T-GO8+%wt 3 TiO₂ Pürüzlü Cam Altlık	110	DIw	2	7.5	0	0.112	0.092	-0.001
			5	7.5	4	0.171	0.083	-0.003
			8	5	6	0.126	0.086	-0.001
		0.1M KCl	2	15	0	0.202	0.161	-0.001
			5	12.5	6	0.381	0.215	-0.022
			8	10	8	0.335	0.194	-0.014
rK+T-GO8+%wt 5 TiO₂ Pürüzlü Cam Altlık	110	DIw	2	15	0	0.277	0.266	0.000
			5	10	6	0.212	0.175	-0.001
			8	7.5	10	0.165	0.109	-0.002
		0.1M KCl	2	20	0	0.214	0.183	-0.001
			5	17.5	9	0.288	0.222	-0.004
			8	12.5	12	0.275	0.185	-0.004
rK+T-GO8+%wt 7 TiO₂ Pürüzlü Cam Altlık	101	DIw	2	25	0	0.343	0.329	-0.001
			5	10	7	0.235	0.167	-0.004
			8	7.5	9	0.228	0.164	-0.003
		0.1M KCl	2	30	0	0.595	0.503	-0.009
			5	15	9	0.394	0.281	-0.008
			8	12.5	11	0.317	0.220	-0.005
rK+T-GO8+%wt 10 TiO₂ Pürüzlü Cam Altlık	118	DIw	2	25	0	0.274	0.209	-0.003
			5	15	5	0.268	0.196	-0.004
			8	10	7	0.267	0.184	-0.004
		0.1M KCl	2	30	0	0.455	0.399	-0.003
			5	25	5	0.641	0.586	-0.007
			8	15	10	0.416	0.317	-0.008

6.7.1.4. Düz ve Pürüzlü Cam Altlıklar Üzerinde Hazırlanan İletken rGO-TiO₂ Yüzeylerin Sürtünmeyi Azaltma Potansiyellerinin Belirlenmesi

Farklı bileşimdeki TiO₂ katkılanmış rK+T-GO8-TiO₂ yüzeylerine 5uL DIw damlatılması sonucunda birinci ve ikinci yöntemle hesaplanan sürtünme kuvveti ve hesaplamalarda kullanılan parametreler sırasıyla Tablo 6.26 ve Tablo 6.27’de verilmiştir. Tablo 6.26’den görüldüğü gibi düz cam altlığı üzerinde tüm TiO₂ katkılama oranları için hazırlanan rK+T-GO8-TiO₂ kaygan yüzeylerinde CAH \approx 2 sabittir. Bu durum yüzeylerin pürüzlülük ve kimyasal heterojenlik bakımından birbirine eşdeğer özellikler sergilediğini göstermektedir. Ancak sürtünme kuvveti sıvının damla ile temas ettiği uzunluk ile TiO₂ katkılama oranından bağımsız olarak paralel trendde değişmiştir. Düz ve pürüzlü altlıklar üzerinde üretilen rK+T-GO8-TiO₂ kaygan yüzeylerinde en düşük sürtünme kuvveti %3 TiO₂ katkılanmış yüzeyde elde edilmiştir ki bu yüzeyler en yüksek iletkenliğe sahip yüzeylerdir.

Tablo 6.26. Yüzey gerilimi kuvveti, damla temas uzunluğu ve CAH temel alınarak farklı bileşimdeki TiO₂ katkılanmış K+T indirgenmiş rGO8-%xTiO₂ yüzeylerine 5uL DIw damlatılması sonucunda hesaplanan sürtünme kuvveti ve diğer parametreler.

Altlık	F, $\Delta\theta$	%1 TiO ₂	%3 TiO ₂	%5 TiO ₂	%7 TiO ₂	%10 TiO ₂
Düz Cam	Fn (μ N)	22.51	10.26	20.91	23.15	22.43
	Fs,kinetik (μ N)	6.03	2.27	5.60	6.20	6.01
	CAH= $\theta_a-\theta_r$ (°)	2	1	2	2	2
	θ_e (°)	53	48	43	51	62
	μ_k	0.268	0.222	0.268	0.268	0.268
	L (mm)	2.82	2.57	2.62	2.9	2.81
	θ_a (°)	70	77	78	68	70
	θ_r (°)	68	76	76	66	68
Pürüzlü Cam	Fn (μ N)	78.88	41.80	64.07	73.58	55.21
	Fs,kinetik (μ N)	13.91	5.50	11.30	12.97	14.79
	CAH= $\theta_a-\theta_r$ (°)	7	4	6	7	5
	θ_e (°)	42	36	40	39	51
	μ_k	0.176	0.132	0.176	0.176	0.268
	L (mm)	2.83	2.62	2.68	2.64	2.77
	θ_a (°)	73	77	76	78	74
	θ_r (°)	64	73	70	71	69

Tablo 6.27’den görüldüğü gibi düz cam altlığı üzerinde üretilen rK+T-GO8-TiO₂ kaygan yüzeylerinde en düşük sürtünme kuvveti %3 TiO₂ katkılanmış yüzeyde elde edilmiştir ki bu yüzeyler en yüksek iletkenlikte yüzeylerdir. Birinci yöntem ve ikinci yöntem sonucunda elde edilen sürtünme kuvvetleri arasında neredeyse 2 kat fark vardır. Birinci yöntemde, ikinci yönteme göre daha düşük ve anlamlı sürtünme kuvveti değerleri elde edilmiştir.

Tablo 6.27. İkinci yöntem (bir cismin eğik düzlem üzerinde yuvarlanması) temelinde sabit hızda hareket eden 5µL DIw test sıvısı damlası için kinetik sürtünme hesapları sonuçları (µkin. = tan(SA°) - (a/g*cosSA°)

Parametreler	%1 TiO ₂	%3 TiO ₂	%5 TiO ₂	%7 TiO ₂	%10 TiO ₂
a (mm/s ²)	-0.0032	-0.0032	-0.0049	-0.0025	-0.0024
µkinetik	0.268288	0.222031	0.268463	0.268208	0.268207
Fn (µN)	47.2934	47.8011	47.2934	47.2934	47.2934
Fs (µN)	12.6883	10.6133	12.6965	12.6845	12.6844

Tablo 6.28’de düz cam altlık üzerinde farklı bileşimlerde TiO₂ katkılanmış rK+T-GO8-TiO₂ yüzeylerde test sıvısı türü, %TiO₂ miktarı ve damla hacmi parametrelerine göre hız, ivme ve sürtünme kuvveti değerleri verilmiştir. Tablo 6.28’den görüldüğü gibi test sıvısı hacmindeki artışla sürtünme katsayısı azalmış ve sürtünme kuvveti artmıştır. Bu durum Tablo 6.29’da pürüzlü altlıklar üzerine hazırlanan kaygan kompozit yüzeylerde de her iki test sıvısı türü için benzer trenddedir.

Tablo 6.28. Düz cam altlık üzerinde farklı bileşimlerde TiO₂ katkılanmış rK+T-GO-TiO₂ yüzeylerde test sıvısı türü, %TiO₂ miktarı ve damla hacmi parametrelerine göre hız, ivme ve sürtünme kuvveti değerleri.

Numune (GO:8mg/mL+%wt XTiO ₂)	Sıvı Türü	V (µL)	İletkenlik (S/cm)	Vort (mm/s)	V@[x3] (mm/s)	a (mm/s ²)	Fs (µN)	µK
rK+T-GO8+%wt 1 TiO₂ Düz Cam Altlık		2	361	0.381	0.312	-0.004	6.710325	0.364
	DIw	5		0.362	0.303	-0.003	12.694834	0.268
		8		0.486	0.271	-0.019	13.627079	0.176
	0.1M KCl	2		0.550	0.423	-0.012	11.253325	0.700
		5		0.540	0.455	-0.007	20.728850	0.466
		8		0.708	0.446	-0.023	26.840533	0.364
rK+T-GO8+%wt 3 TiO₂ Düz Cam Altlık		2	466	0.196	0.162	-0.001	5.077995	0.268
	DIw	5		0.209	0.135	-0.003	10.616251	0.222
		8		0.164	0.098	-0.002	10.243621	0.132
	0.1M KCl	2		0.342	0.279	-0.004	8.291672	0.466
		5		0.390	0.275	-0.006	16.775849	0.364
		8		0.406	0.321	-0.004	20.311721	0.268
rK+T-GO8+%wt 5 TiO₂ Düz Cam Altlık		2	347	0.332	0.282	-0.003	7.508156	0.414
	DIw	5		0.330	0.233	-0.005	12.694872	0.268
		8		0.338	0.234	-0.006	13.627551	0.176
	0.1M KCl	2		0.279	0.201	-0.004	9.809933	0.577
		5		0.344	0.271	-0.004	16.775877	0.364
		8		0.477	0.381	-0.006	23.598767	0.315

Tablo 6.28. Tablonun devamı.

rK+T-GO8+%wt 7 TiO₂ Düz Cam Altlık	DIw	2	334	0.475	0.500	0.002	8.291615	0.466		
		5		0.348	0.302	-0.002	12.694844	0.268		
		8		0.233	0.140	-0.003	13.627780	0.176		
	0.1M KCl	2		0.387	0.332	-0.004	9.809877	0.577		
		5		0.410	0.321	-0.005	16.775830	0.364		
		8		0.734	0.569	-0.025	23.597175	0.315		
	rK+T-GO8+%wt 10 TiO₂ Düz Cam Altlık	DIw		2	316	0.366	0.380	0.001	8.291702	0.466
				5		0.218	0.166	-0.002	12.694950	0.268
				8		0.223	0.153	-0.002	13.627758	0.176
0.1M KCl		2	0.350	0.317		-0.002	9.809886	0.577		
		5	0.511	0.411		-0.007	18.770175	0.414		
		8	0.358	0.294		-0.003	20.311768	0.268		

Tablo 6.29. Pürüzlü cam altlık üzerinde farklı bileşimlerde TiO₂ katkılanmış rK+T-GO8-TiO₂ yüzeylerde test sıvısı türü, %TiO₂ miktarı ve damla hacmi parametrelerine göre hız, ivme ve sürtünme kuvveti değerleri.

Numune (GO:8mg/mL+%wt XTiO ₂)	Sıvı Türü	V (µL)	İletkenlik (S/cm)	Vort (mm/s)	V@[x3] (mm/s)	a (mm/s ²)	Fs (µN)	µK		
rK+T-GO8+%wt 1 TiO₂ Pürüzlü Cam Altlık	DIw	2	111	0.137	0.104	-0.001	3.406960	0.176		
		5		0.273	0.141	-0.004	8.517331	0.176		
		8		0.203	0.130	-0.002	10.243567	0.132		
	0.1M KCl	2		0.408	0.381	-0.002	7.508116	0.414		
		5		0.321	0.230	-0.005	12.694855	0.268		
		8		0.376	0.270	-0.008	16.985654	0.222		
	rK+T-GO8+%wt 3 TiO₂ Pürüzlü Cam Altlık	DIw		2	110	0.112	0.092	-0.001	2.560905	0.132
				5		0.171	0.083	-0.003	6.402231	0.132
				8		0.126	0.086	-0.001	6.839921	0.087
0.1M KCl		2	0.202	0.161		-0.001	5.077994	0.268		
		5	0.381	0.215		-0.022	10.615741	0.222		
		8	0.335	0.194		-0.014	13.627253	0.176		
rK+T-GO8+wt 5 TiO₂ Pürüzlü Cam Altlık		DIw	2	110		0.277	0.266	0.000	5.077973	0.268
			5			0.212	0.175	-0.001	8.517345	0.176
			8			0.165	0.109	-0.002	10.243596	0.132
	0.1M KCl	2	0.214		0.183	-0.001	6.710397	0.364		
		5	0.288		0.222	-0.004	14.749423	0.315		
		8	0.275		0.185	-0.004	16.985941	0.222		

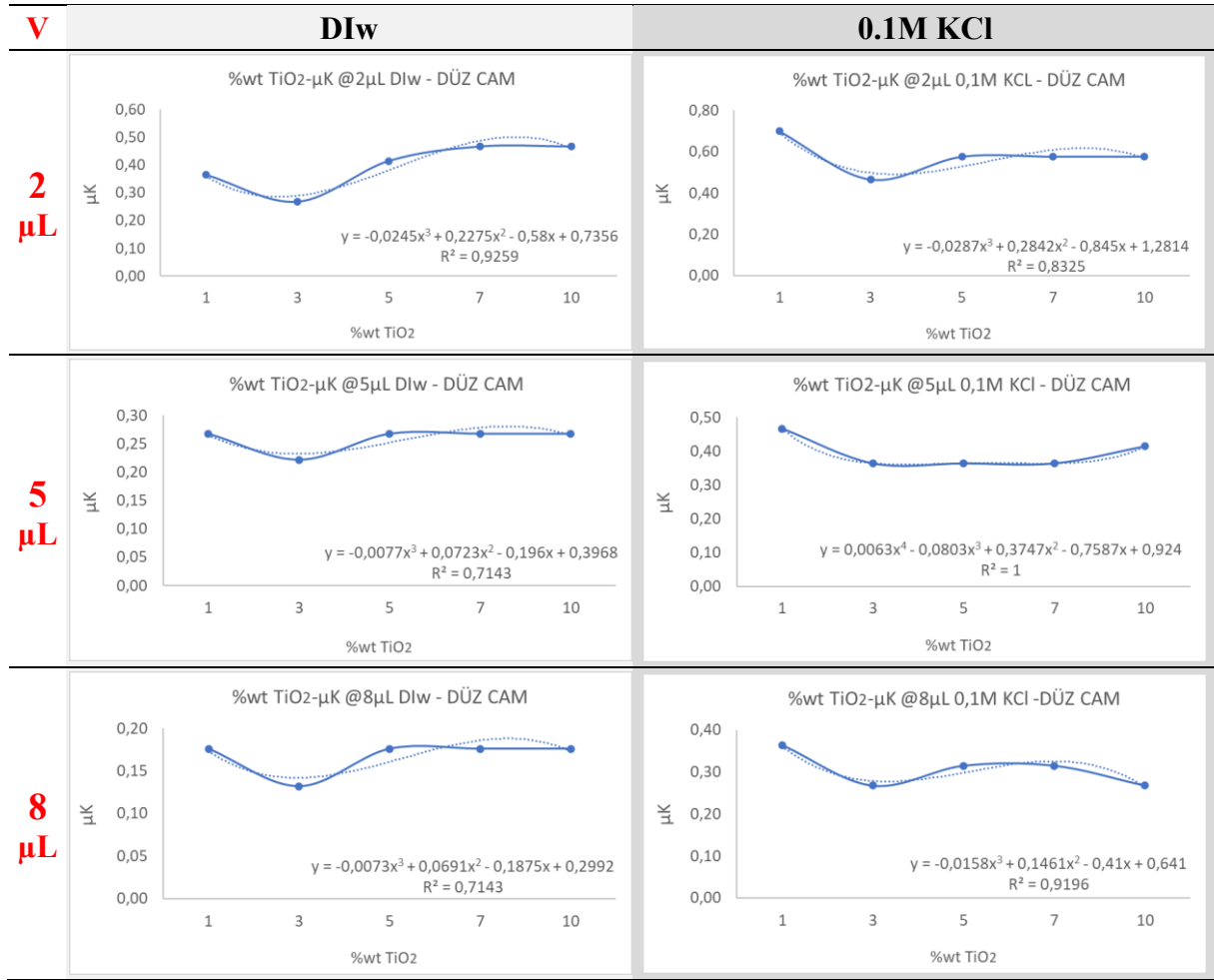
Tablo 6.29. Tablonun devamı

rK+T-GO8+%wt 7 TiO₂ Pürüzlü Cam Altlık	DIw	2	101	0.343	0.329	-0.001	5.077924	0.268		
		5		0.235	0.167	-0.004	8.517283	0.176		
		8		0.228	0.164	-0.003	10.243488	0.132		
	0.1M KCl	2		0.595	0.503	-0.009	9.059230	0.521		
		5		0.394	0.281	-0.008	12.694729	0.268		
		8		0.317	0.220	-0.005	16.985845	0.222		
	rK+T-GO8+%wt 10 TiO₂ Pürüzlü Cam Altlık	DIw		2	118	0.274	0.209	-0.003	6.710373	0.364
				5		0.268	0.196	-0.004	12.694906	0.268
				8		0.267	0.184	-0.004	13.627671	0.176
0.1M KCl		2	0.455	0.399		-0.003	9.809869	0.577		
		5	0.641	0.586		-0.007	20.728443	0.466		
		8	0.416	0.317		-0.008	20.311466	0.268		

Tablo 6.29 ve 6.30'da her iki cam altlık türü için damla hacminde artışla sürtünme katsayısının azalması buna mukabil sürtünme kuvvetindeki artış kayma açısındaki azalışla uyumludur. Çünkü kayma açısı (SA) (Tablo 6.24 ve 6.25) azaldıkça yüzeyin normaline etkiyen kuvvet vektörü artmaktadır dolayısıyla hız çok genel olarak (birkaç istisna dışında) düşmektedir. Artan hacimle SA ve dolayısıyla hız düşerken kayma hareketinin ≈ 0 ivme ile gerçekleşmesi, artan damla hacmiyle azalan μK olarak karşımıza çıkmaktadır.

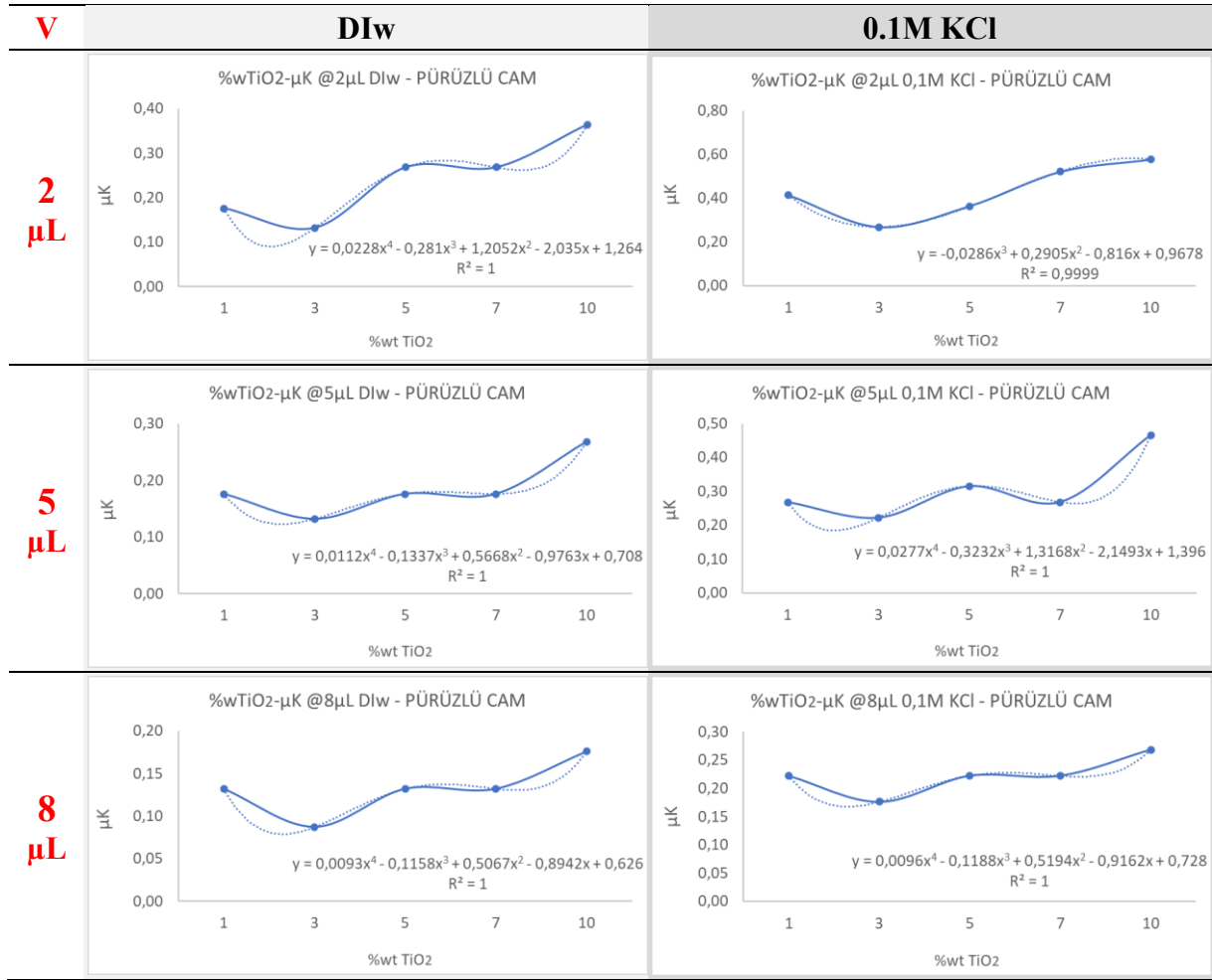
Belirli bir kayma açısında (SA) ortaya çıkan yüzey-damla arasındaki kuvvet bileşenlerinden bir ürünü olan sürtünme katsayısı bu anlamda bu kavramların da özeti niteliğinde olduğundan yüzey pürüzlüğü anlamında %TiO₂ katkısı açısından belirleyici önem arz eder. Aynı zamanda bu durum iletkenliğe de atıfta bulunmaktadır. Şekil 6.50 ve Şekil 6.51'de sırasıyla düz ve pürüzlü cam altlıklı kimyasal+termal indirgenmiş kayganlaştırılmış yüzeylerde %TiO₂ katkılama oranlarına göre DIw ve KCl test sıvılarının her test hacmi için (2, 5, 8 μ L) olmak üzere sürtünme katsayısı sonuçlarına göre regresyon analizi sonuçları, eğrideki pik sayısının bir fazlası dereceden polinom kuralıyla yer almaktadır.

Şekil 6.50'de düz cam için görülebilecek en önemli çıktı; en yüksek iletkenliğe sahip %3 TiO₂ katkılama oranında μk değerinde belirgin bir düşme eğilimi olduğudur. Diğer bir önemli sonuç ise R² değerlerinin genel olarak yüksek olmakla birlikte 0.1M KCl sıvısında daha yüksek olduğudur.



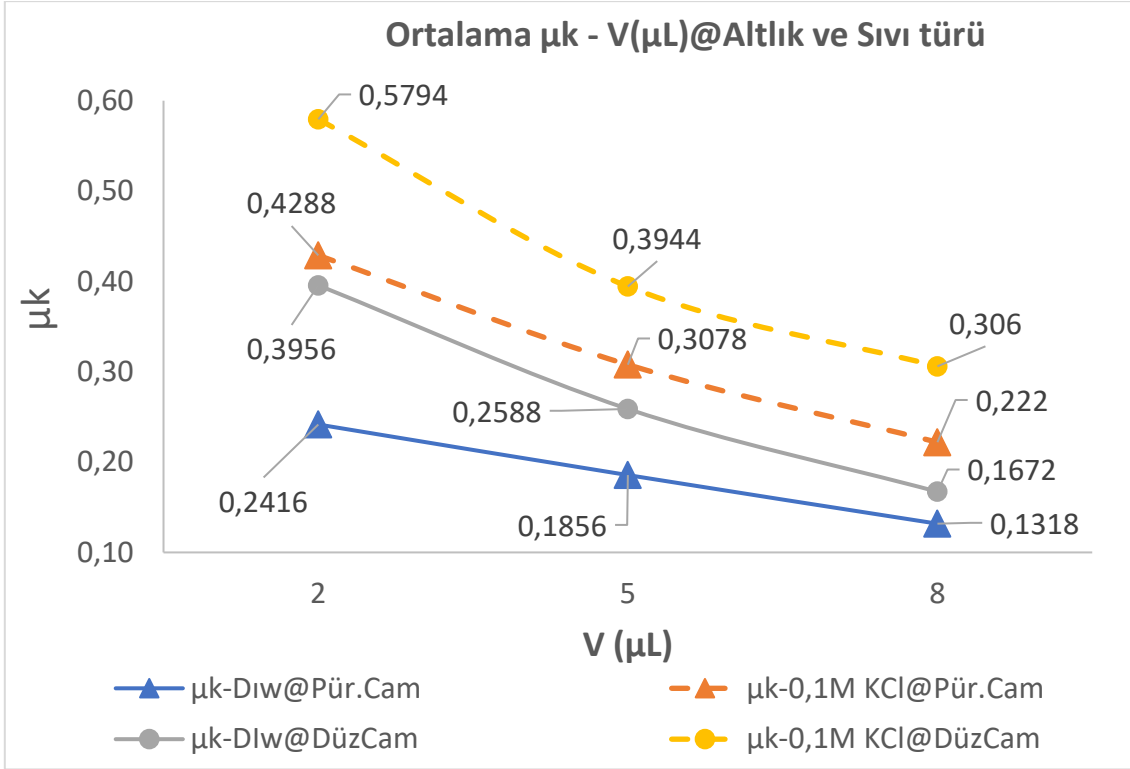
Şekil 6.50. Farklı TiO₂ katkılama oranlarında düz cam altlıklar üzerinde hazırlanan rK+T-GO8-TiO₂ kaygan yüzeylerine ait kinetik sürtünme katsayısı (μ K) arasındaki ilişki.

Şekil 6.51’de pürüzlü cam altık için farklı %TiO₂ görülebilecek en önemli çıktı; aynı düz camda olduğu gibi %3 TiO₂ katkılama oranında μ K değerinde belirgin bir düşme olduğudur ve düşüş düz cam altık yüzeylerde (Şekil 6.50) kıyasla çok daha belirgindir. Burada düz cam altıklı yüzeylerden ayrılan olgu, iletkenliklerin tüm TiO₂ oranlarında birbirlerine yakın değerlere sahip olmasıdır. R² değerleri düz cam altık yüzeylerle (Şekil 6.50) kıyaslandığında sıvı türü fark etmeksizin çok daha genelleyici şekilde ve daha büyük oldukları görülmektedir. Bu durum, yüzey özelliklerinin pürüzlü cam altığa ait pürüzlülüğünden kuvvetle etkilendiğini ortaya koymaktadır.



Şekil 6.51. Farklı TiO₂ katkı oranlarında pürüzlü cam altlıklar üzerinde hazırlanan rK+T-GO8-TiO₂ kaygan yüzeylerine ait kinetik sürtünme katsayısı (μK) ilişkisi.

Şekil 6.50 ve Şekil 6.51'in ortalama kinetik sürtünme katsayısı bağlamında kıyaslaması Şekil 6.52'da görselleştirildiği gibidir. Kıyaslama sonucunda en düşük ortalama kinetik sürtünme katsayısının DIw test sıvısında ve pürüzlü cam altlıklı kayganlaştırılmış yüzeylerde olduğu görülmektedir. İkinci en düşük ortalama sürtünme katsayısının yine DIw test sıvısında ve düz cam altlıklı kayganlaştırılmış yüzeylerde olduğu görülmektedir. 0.1M KCl test sıvısında da aynı DIw test sıvısında olduğu gibi kinetik sürtünme katsayısı sıralaması pürüzlü ve düz cam altlıklı kayganlaştırılmış yüzey şeklindedir. Bu davranış her damla hacminde tutarlı şeklindedir ve 2, 5, 8μL için lineer veya lineere yakın azalma göstermektedir.



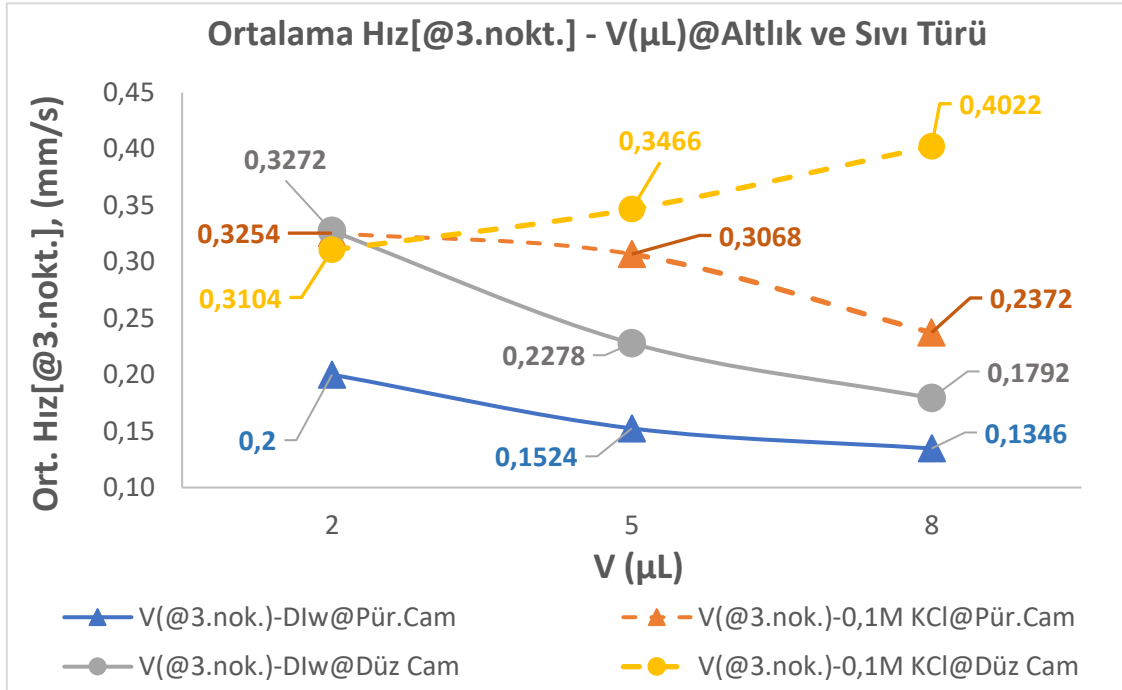
Şekil 6.52. Farklı TiO_2 katkılama oranlarında düz ve pürüzlü cam altlıklar üzerinde hazırlanan rK+T-GO8- TiO_2 kaygan yüzeylerine ait kinetik sürtünme katsayısı (μk) – damla hacmi ilişkisi.

Şekil 6.53'te kayganlaştırılmış rK+T-GO8- TiO_2 yüzeylerde, düz ve pürüzlü cam altlık değişkenlerine bağlı olarak eş damla hacmindeki üçüncü nokta hızları ile %w TiO_2 katkılama miktarı arasındaki ilişkiyi gösteren regresyon toplu olarak gösterilmektedir. Her iki test sıvısı (Dİw – 0.1M KCl) için de geçerli olmak üzere, her eş damla hacminde %3 TiO_2 katkılama miktarının kritik önem arz ettiği bir kez daha ortaya koyulmuştur. Sürtünme katsayısı ve regresyon grafiklerinde (Şekil 6.50 ve 6.51) olduğu gibi hız ve regresyon hesaplamalarını gösteren grafiklerde de en yüksek iletkenliğe sahip cam altlık türü farketmeksizin %3 TiO_2 katkılama oranında Dİw test damlası için en düşük hız değerlerinin olduğu görselleştirilmiştir (Şekil 6.53). 0.1M KCl sıvısında, yine cam altlık türü farketmeksizin %3 ve %5 TiO_2 katkılama oranlarında genel olarak tüm damla hacimlerinde, birbirlerine çok yakın olmak üzere en düşük hız değerleri görülmektedir. Bu durum, TiO_2 katkılama ve altlık pürüzlülüğündeki farklılaşma ile yüzeydeki damla hızının değiştirilebileceğini ortaya koymaktadır. Buradaki tek istisnai durum çok küçük bir farkla 0.1M KCl sıvısında 2 μL damla hacminde yaşanmıştır, zira çok küçük damla hacimleri çok küçük kuvvetler nedeniyle etkilenmeye oldukça açıktır. Regresyonun durumu yordama ifadesi olan R^2 değerlerinin yüksekliği tutarlılığı ortaya koymaktadır.



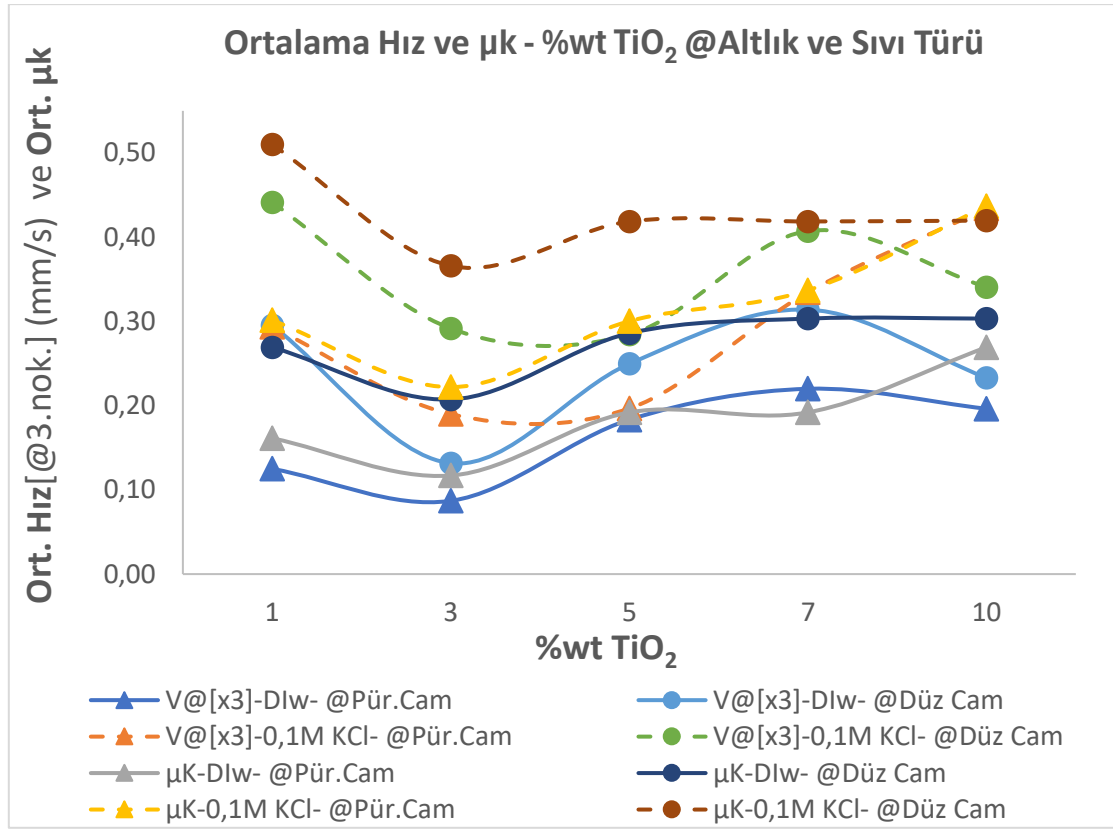
Şekil 6.53. Farklı TiO₂ katkılama oranlarında düz ve pürüzlü cam altlıklar üzerinde hazırlanan rK+T-GO8-TiO₂ kaygan yüzeylerine ait üçüncü noktaya göre hız ilişkisi.

Şekil 6.54'te kayganlaştırılmış rK+T-GO8-TiO₂ yüzeylerde, düz ve pürüzlü cam altlık değişkenlerine bağlı olarak eş damla hacmindeki üçüncü nokta hızlarının ortalamaları sıvı türü bağlamında ayrı ayrı gösterilmektedir. 0.1M KCl-Pürüzlü cam ikili değişkeninde 5 ve 8µL dışında, tüm sıvı türü-damla hacmi-altlık türü kombinasyonlarında artan damla hacmiyle hızın azaldığı ortaya koyulmaktadır. Genel olarak, 2 µL damla hacminde çok yakın hızların elde edilmiş olması çok küçük damla hacminde yüzey kuvvetlerinin daha etkin olduğunun defaaten göstergesidir. Damla hacminin artmasıyla hızdaki düşüşün görülmesi (Şekil 6.54), artan hacimde azalan kayma açısı (Tablo 6.24 ve 6.25) bulgularıyla uyumludur. Yalnız hacim bazlı bir değerlendirme yapıldığında; 2, 5 ve 8µL için sırasıyla 0.29, 0.26 ve 0.24 mm/s lik ortalama hızlar elde edildiği görülmektedir.



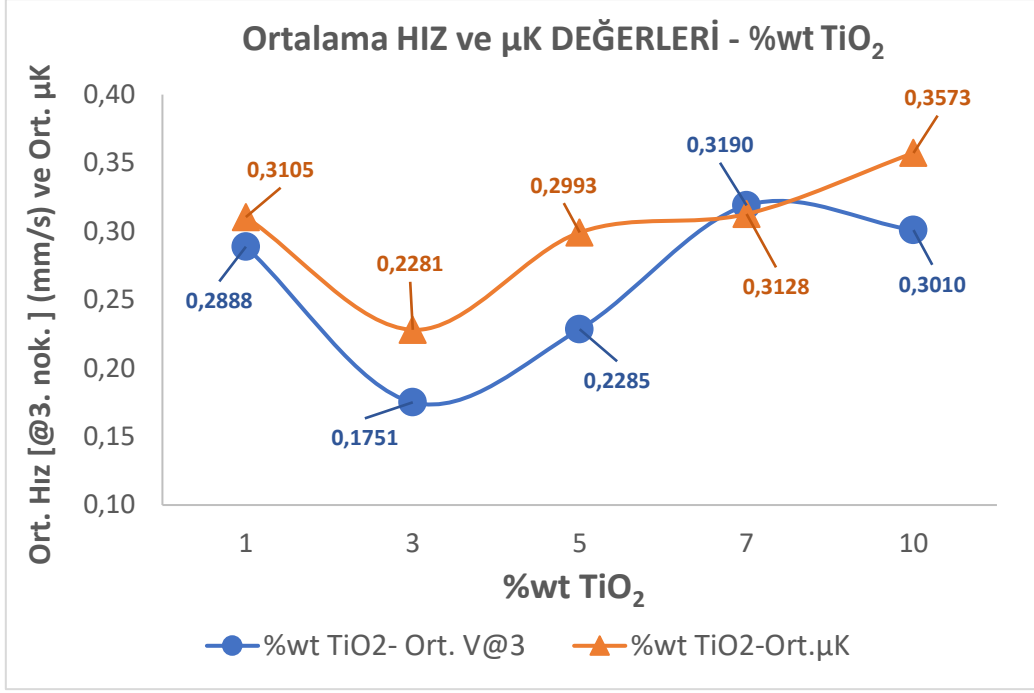
Şekil 6.54. Düz ve pürüzlü cam altlıklarda DIw ve KCl test sıvıları için rK+T-GO8-%xTiO₂ yüzeyinde eş damla hacminde altlık ve sıvı türü değişkenlerine göre üçüncü noktaya göre ortalama hızlar..

Durumun aynı katkılama oranı için tüm hacimlerin, hızlarının ortalamalarına ve sürtünme katsayılarının ortalamalarına ait veriler Şekil 6.55'te verilmektedir. Şekil 6.55'te, %3 TiO₂ değerinin önemli bir nokta olduğu tekraren görülmektedir. Bu değerde, %1 TiO₂'e kıyasla bir miktar düşüş, daha sonraki oranlarda genel bir artış davranışı baskın trend olarak göze çarpmaktadır.



Şekil 6.55. Düz ve pürüzlü cam altlıklarda DIW ve KCl test sıvıları için rK+T-GO8-%xTiO₂ yüzeyinde TiO₂ oranına karşılık gelen sürtünme katsayısı ve üçüncü noktaya göre ortalama hızlar.

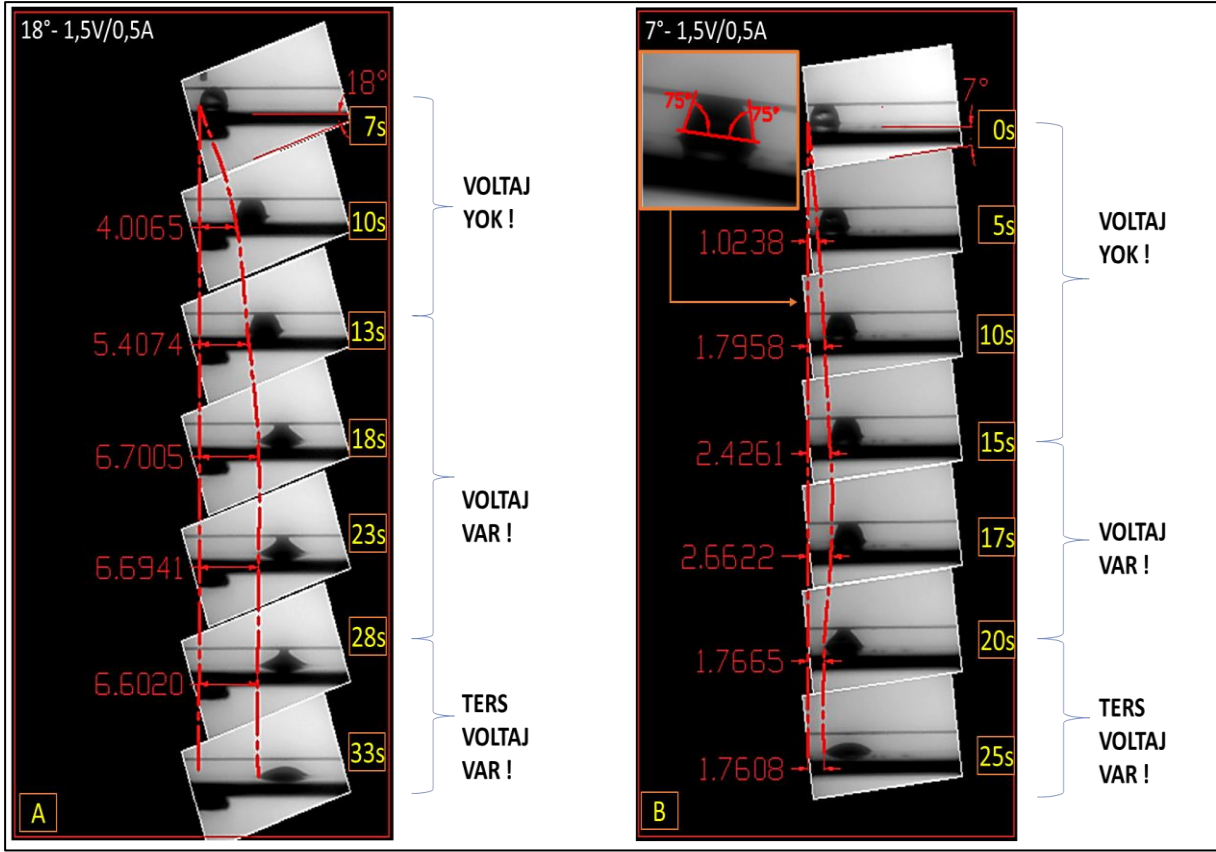
Şekil 6.56'da, Şekil 6.55'in cam altlık ve test sıvısı türünden bağımsızlaştırılmış; yani her iki kombinasyonun ortalamalarının alınmış halini ifade eden grafik yer almaktadır. En yüksek iletkenliğe sahip %3 TiO₂ katkılanmış rK+T-GO8-TiO₂ kayganlaştırılmış yüzeyde en düşük hız ve sürtünme katsayısı davranışı daha net görülmektedir. %7 TiO₂ katkılama oranının hız ve sürtünme katsayısı davranışı açısından dönüm noktası olduğu yani yüzeydeki parçacık miktarının daha baskın bir rol üstelendiği anlaşılmaktadır. Çünkü %5 katkılama oranına kadar sürtünme katsayısı ve kayma hızı grafiği benzer değişim davranışı gösterirken %7 TiO₂ katkılama oranlarında bu eş güdümün küçük bir farkla olsa da bozulduğu, %10 TiO₂ katkılama ile tekrar önceki (%1, %3 ve %5) katkılama oranlarındaki trende döndüğü görülmektedir. %TiO₂ katkılama miktarı için; %1 değerinde 0,29 mm/s olan hız, %3, %5, %7 ve %10 için sırasıyla 0.18, 0.23, 0.32, 0.30 şeklinde gerçekleşmiştir.



Şekil 6.56. Cam altlık ve test sıvısı türünden bağımsız olarak rK+T-GO8-%xTiO₂ yüzeyinde TiO₂ oranına karşılık gelen ortalama sürtünme katsayısı ve üçüncü noktaya göre ortalama hızlar.

6.7.1.5. Düz Cam Altlıklar Üzerinde Hazırlanan İletken rGO-TiO₂ Yüzeylerin Dış Uyaran Karşısında Akıllı Tepki Potansiyellerinin Belirlenmesi






Düz cam altlıklar üzerinde farklı TiO₂ katkılama oranlarında hazırlanan iletken rGO-TiO₂ yüzeylerin dış uyaran karşısında akıllı tepki potansiyellerinin belirlenmesi çalışmalarında dış uyaran olarak elektrik kullanımı ile sıvı damlanın manipüle edilip edilemeyeceği araştırılmıştır. Bu noktada en yüksek iletkenliğe sahip % 3 TiO₂ katkılama oranlı rK+T-GO8-%3TiO₂ yüzeyi kullanılmıştır. Şekil 6.57'de 0.1M KCl damlasının manipülasyonuna ait görseller verilmektedir. Şekil 6.57.a'da 8µl 0.1M KCl damlasının 18° eğimli yüzey ile yüzeye paralel bakır tel arasındaki kayma hareketinin 1,5V uygulamanarak durdurulmasını, sonrasında ters yönde uygulanan elektrik ile damlanın telden koparılıp kaplama yüzeyine yapışması gösterilmektedir. Şekil 6.57.b'de ise aynı voltaj uygulaması 7° eğimde verilerek damlanın durdurulması ve Şekil 6.57.a'dan farklı olarak damlanın bir miktar geri; eğimli yüzeye yukarı doğru ters hareketi görülmektedir. Bu durum, tele artı yük verildiğinde damladaki artı iyonlarla yağlayıcı altında bulunan iletken yüzeydeki eksi yükler arasında oluşan çekim ile açıklanmaktadır (Che vd., 2017).



Şekil 6.57. Düz cam altlıklı rK+T-GO8-3%TiO₂ yüzeyinde dinamik damla hareketine yönelik a. 18° kayma açısında, b. 7° kayma açısında manipülasyon davranışı.

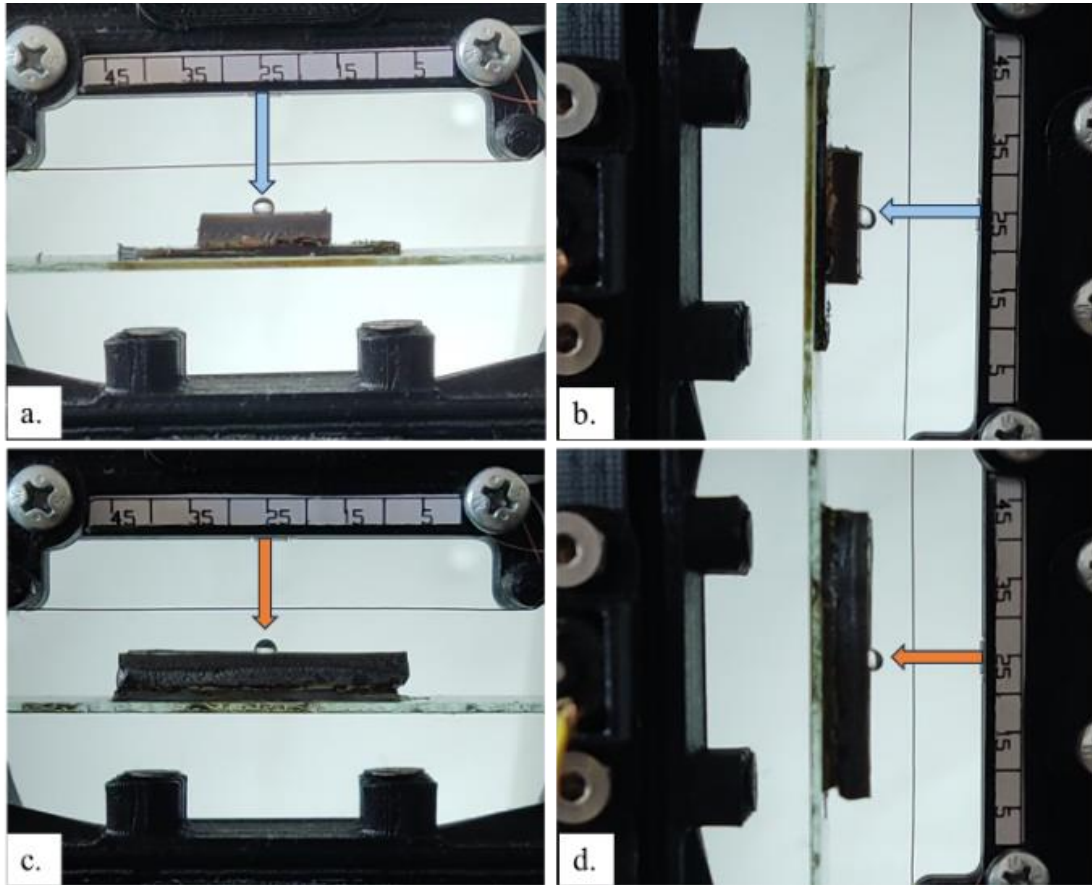
6.7.2. Kaygan Mikrodeseanlı PDMS Altlıklı rGO-TiO₂ Yüzeylerinin Üretimi, Performansının Belirlenmesi ve Dış Uyaran Karşısında Akıllı Tepki Verme Kabiliyetlerinin Belirlenmesi

Kaygan yüzeylerin üretiminde kullanılan yağlama prosedürü cam altlıklı yüzeylerde olduğu gibi kaplanmış numunelerin Si yağı içerisine daldırılıp beklendikten sonra aynı hızla geri çıkarılarak dik konumda beklemeye bırakılması ve bu suretle yüzeydeki Si yağının fazlası atılması şeklindedir. Bu şekilde, T5R desene sahip PDMS altlık üzerine farklı TiO₂ katkılama oranında hazırlanmış mikrodeseanlı rGO-TiO₂ yüzeylerine yağ emdirilmesi ile kaygan yüzeyler üretilmiştir. Şekil 6.58'de kimyasal olarak indirgemiş farklı TiO₂ katkılama oranında hazırlanmış T5R-PDMS-rK-GO8-%xTiO₂ kaygan yüzeylerin temas açısı değerlerinde ortalama 18°'lik bir düşüş olduğu görülmektedir. Açılı düşüş değerleri yağlanmamış halleriyle orantılı seyretmektedir.

Dispersiyon Türü (%x (wt) TiO ₂)	%1	%3	%5	%7	%10
Yağlanmış (SiOil) T5R Desenli PDMS Altlık Üzerine 8mg/ml rK GO + %x(wt) TiO ₂ Kaplama Temas Açısı Görselleri	 θ=100° (T5R-PDMS-rK-GO ₈ -%1TiO ₂)	 θ=95° (T5R-PDMS-rK-GO ₈ -%3TiO ₂)	 θ=95° (T5R-PDMS-rK-GO ₈ -%5TiO ₂)	 θ=96° (T5R-PDMS-rK-GO ₈ -%7TiO ₂)	 θ=94° (T5R-PDMS-rK-GO ₈ -%10TiO ₂)

Şekil 6.58. Kimyasal indirgenmiş T5R-PDMS-rK-GO₈-%xTiO₂ numunelerde yağlama sonrası temas açısı değerleri.

%1 TiO₂ katkılanması üretilen yağ emdirilmemiş mikrodesenli PDMS altlıklı GO₈-%1TiO₂ ve rK-GO₈-%1TiO₂ yüzeylerinin kaymama davranışı Şekil 6.59'da verilmiştir. Şekil 6.59'dan görüldüğü gibi, yağ emdirme öncesinde, en yüksek damla hacmi olan 8μL'de dahi rK-GO-TiO₂ yüzeyinde sıvı damlanın kaymadığı görülmektedir ve tüm TiO₂ katkılama oranları için hazırlanan GO-TiO₂ ve rGO-TiO₂ yüzeyleri için bu durum geçerlidir.



Şekil 6.59. İndirgenmemiş mikrodesenli PDMS altlıklı GO-%1TiO₂ (a, b) ve kimyasal indirgenmiş mikrodesenli rK-GO₈-%1TiO₂, (c, d) numunelerde yağlama öncesi kaymama durumu görselleri.

6.7.2.1. Mikrodesenli rGO-TiO₂ Kaygan Yüzeylerinin Kaygan Yüzey Olma Performanslarının Belirlenmesi

Yağ emdirilmemiş rGO-TiO₂ yüzeyler üzerine 8 μ L test sıvısı 90° eğiklikte dahi kaymazken, tüm TiO₂ katkılama oranları için yağ emdirilmiş rGO-TiO₂ kaygan yüzeylerinde test sıvısının kaydığı belirlenmiştir. Tablo 6.30’da rGO-TiO₂ kaygan yüzeylerinde DIw (2-5-8 μ L) ve 0.1M KCl (8 μ L) test sıvıları kullanılarak telli ve telsiz olarak kayma açıları ve iletkenlik değerleri verilmiştir. Tablo 6.30’dan görüldüğü üzere iletkenlik artışıyla kayma açısında azalma eğilimi mevcuttur. Ayrıca her bir TiO₂ katkılama oranı için telli olarak kayma açısının belirlenmesinde, kayma açısı telin damla üzerindeki negatif etkisinden dolayı arttığı görülmüştür. TiO₂ katkılama oranına bağlı olarak iletkenlik düşmüş, kayma açısı ise her bir test sıvısı türü ve hacmi için kendi içinde tutarlı olarak artmıştır.

Tablo 6.30. Farklı TiO₂ katkılama oranlarında katkılanarak hazırlanmış kimyasal olarak indirgenmiş rK-GO8-%xTiO₂ kaygan yüzeylerinde kayma açısı ve iletkenlik değerleri (SiOil Visk.: 50cSt).

Numune	Sıvı Türü	V (μ L)	Kayma Açısı (SA, °)				
			%1TiO ₂	%3TiO ₂	%5TiO ₂	%7TiO ₂	%10TiO ₂
T5R-PDMS-rK-GO8-%xTiO ₂ T5R PDMS Altık	DIw	2	16	24	20	27	28
		5	11	20	18	21	25
		8	6	12	15	17	19
	DIw TELLİ	8	18	23	27	27	37
	0.1M KCl	8	21	16	19	19	25
	0.1M KCl TELLİ	8	29	26	25	25	26
İletkenlikler (S/cm)			275	210	154	97	95

Mikrodesenli PDMS altlıklı yüzeylerde, en yüksek iletkenliğe sahip %1 TiO₂ katkılanmış rGO-TiO₂ kaygan yüzeyi için; hız, ivme, sürtünme kuvvetleri hesapları test sıvısı damlasının sahip olduğu potansiyel enerji ile ortaya çıkan kinetik enerji farkından faydalanılarak yapılmıştır (Tablo 6.31). Tablo 6.31’den görüldüğü üzere, 8 μ L DIw damlası-tel sisteminde, telin varlığı sayesinde sürtünme katsayısı 2 μ L DIw damlasının sahip olduğu sürtünme katsayısına yakınsamaktadır. 8 μ L 0.1M KCl damlasının telsiz sürtünme katsayısı 8 μ L DIw damlası-tel sisteminin sürtünme katsayısına yakın olmakla birlikte fazladır. 8 μ L 0.1M KCl damlası-tel sisteminde en yüksek sürtünme katsayısı mevcuttur. 0.1M KCl’nin DIw’dan daha yüksek kayma açısı ve sürtünme katsayılarına sahip olması cam altlık üzerine yapılan kaplama deneyleriyle benzerdir. Kayma hızı DIw damla hacminin artması ile artmıştır ve sürtünme katsayısı azalmıştır. Ancak Sürtünme kuvvetindeki değişim test sıvısı hacmi, kayma açısı

değişim trendinden farklı olarak üçüncü nokta kayma hızındaki değişim trendine paralel olarak değişmiştir.

Tablo 6.31. %1(wt)TiO₂ katkılama oranlarında katkılanarak hazırlanmış ve kimyasal olarak indirgenmiş rK-GO8-%1TiO₂ mikrodeseanlı PDMS altlıklı yüzeylerde kayma hızı ve sürtünme kuvvetleri hesapları (SiOil Visk.: 50cSt).

Numune	Sıvı Türü	V (µL)	İletkenlik (S/cm)	Vort (mm/s)	V@[x3] (mm/s)	a (mm/s ²)	Kayma Açısı (SA, °)	Fs (µN)	µK
T5R-PDMS- rK-GO8- %1TiO ₂ T5R PDMS Altlık	DIw	2	275	1,273	1,309	0,007	16	5,40687	0,287
		5		1,420	1,020	-0,080	11	9,35569	0,194
		8		1,600	1,022	-0,128	6	8,19642	0,105
	DIw (TELLİ)	8		1,800	1,578	-0,049	18	24,24381	0,325
	0.1M KCl	8		2,267	1,667	-0,200	21	28,10989	0,384
	0.1M KCl (TELLİ)	8		1,100	0,875	-0,028	26	38,04516	0,554

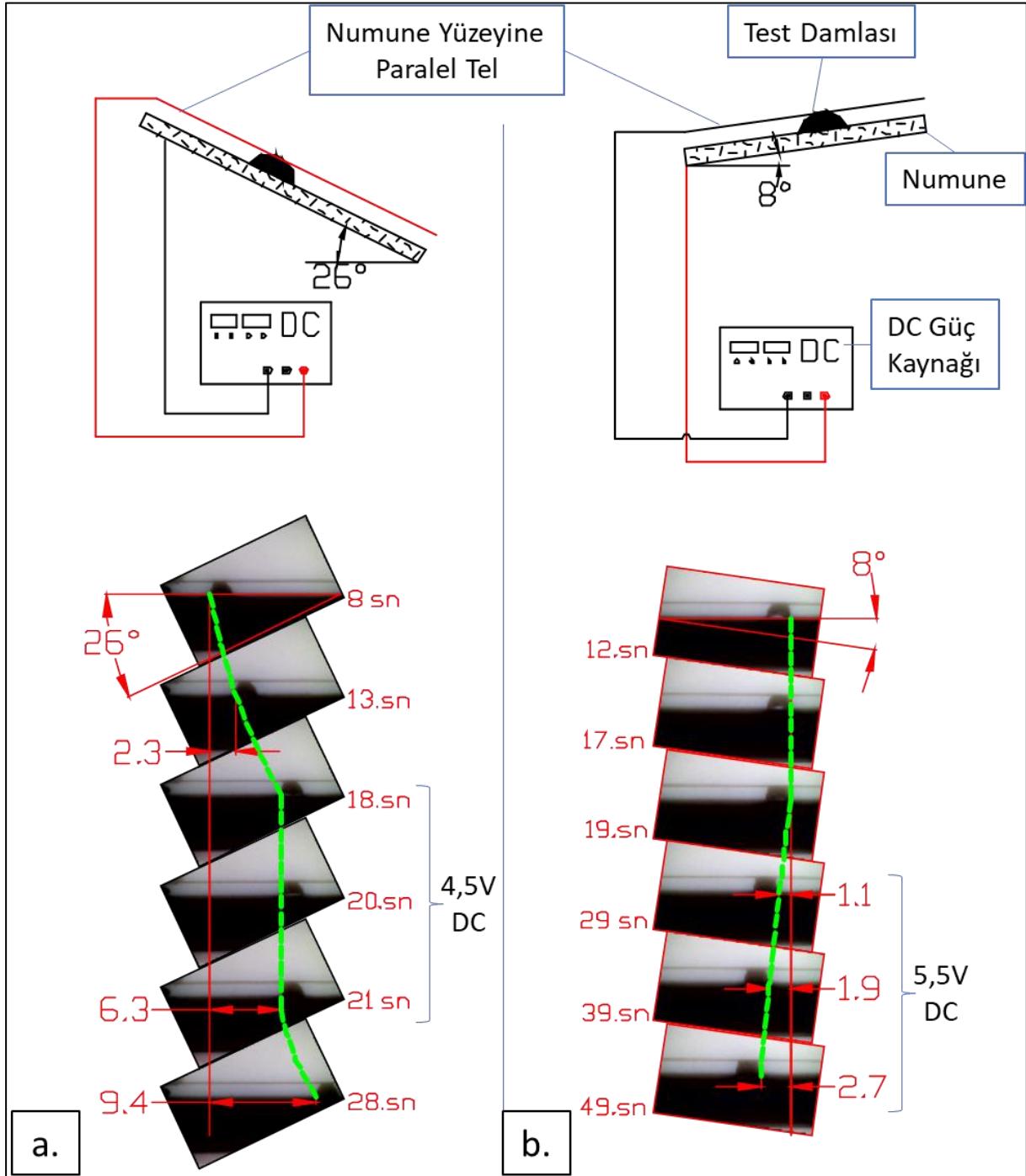
Telin varlığı, sıvı türü fark etmeksizin telsiz duruma göre sürtünme katsayısına yaklaşık +0,2 değerinde bir artış sağladığı anlaşılmaktadır. Yani tel-damla arasında oluşan sürtünme katsayısının 0,2 olduğu sonucuna varılmıştır.

6.7.2.2. Mikrodeseanlı PDMS Altlıklı rGO-TiO₂ Kaygan Yüzeylerde Damla Manipülasyonu ile Akıllı Tepki Davranışının Belirlenmesi

Damla manipülasyonu çalışmalarında 8µL 0.1M KCl kullanılmıştır. Damlanın manipülasyonuna ait görseller Şekil 6.60'ta verilmiştir. 8µl 0.1M KCl damlasının 26° eğimli yüzey ve bu yüzeye paralel bakır tel arasındaki kayma hareketinin 4,5V uygulanarak durdurulması sağlanmıştır (Şekil 6.60.a.). Daha sonra yüzey aksi yönde ve kayma açısının çok altında olan 8° eğim açısında durağan haldeki damlanın harekete geçirilmesi ve daha sonra voltajın kesilmesiyle damlanın durması sağlanmıştır (Şekil 6.60.b.).

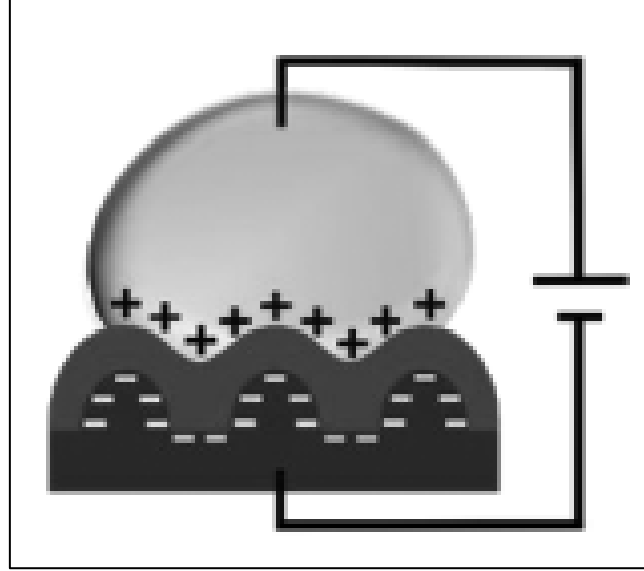
Durağan damlanın hareket ettirilmesi, düz cam altık üzerinde nano pürüzlülük halini ifade eden indirgenmiş yüzeylerde, daha yüksek iletkenliklere haiz olmasına rağmen başaramamıştır. Zira damla durduğunda ve hatta geri harekete geçtiğinde, geçen zamanla birlikte yağın test sıvısına nüfuziyeti, kaplamanın voltaj ve damla etkisiyle deformasyonu söz konusudur. Ancak PDMS'deki desanlı yapı sayesinde yağ ve yüzeyin kendisinin voltaj anındaki ömründe artış ve dolayısıyla damlanın yüzeyin kendisine doğrudan temasında gecikme sağlanmıştır. Mikrodeseanlı altlık üzerine elde edilen nano pürüzlülükteki kayganlaştırılmış

yüzey yapısı literatürde ifade edilen Cassie-Baxter modeline karşılık gelen mikro üzeri nano hiyerarşik yapı oluşturulmuştur (Shome vd., 2022).



Şekil 6.60. Mikrodesenli PDMS altlıklı rK-GO-%1TiO₂ kaygan kompozit yüzeyinde voltaj uygulamalarında **a.** DC kutup başlarının aksi yönüne eğilmiş yüzeyde damlanın durdurulması (4,5V), **b.** DC kutup başlarının ters çevrilmesiyle aksi yönüne eğilmiş yüzeyde durağan halde bulunan damlanın harekete geçirilmesi (5,5V).

Damla manipülasyonundaki bu durum, tele artı yük verildiğinde damladaki artı iyonlarla yağlayıcıdaki altındaki iletken yüzeyde oluşan eksi yükler arasında oluşan çekim ile damlanın durması şeklinde açıklanmaktadır (Şekil 6.61) (Che vd., 2017).



Şekil 6.61. Damla manipülasyonunda tele artı yük verildiğinde damladaki artı iyonlarla yağlayıcı altındaki iletken yüzeyde oluşan eksi yükler arasında oluşan çekim.

Kaynak: (Che vd., 2017).

Che ve arkadaşlarının (Che vd., 2017) yapmış olduğu silikon yağı ile kaygan hale getirilmiş grafen yüzeyde voltaj uygulanarak $2\mu\text{L}$ hacminde KCl damlasının durdurulması söz konusu iken, bu çalışma kapsamında üretilen cam altlıklı silikon yağı ile kayganlaştırılmış rGO-TiO₂ yüzeylerde aynı voltaj (1.5V) değerinde $8\mu\text{L}$ damla hacminde KCl durdurulmuş ve buna ek olarak damlanın kayma yönünün aksine doğru geri hareketi sağlanabilmiştir. Ayrıca, düz cam altlıklı yüzeylere kıyasla daha düşük iletkenlik değerine sahip mikrodeseanlı PDMS altlıklı silikon yağı ile kayganlaştırılmış rGO-TiO₂ yüzeylerde ise; yine $8\mu\text{L}$ KCl damla hacminde, kaymakta olan damlanın 4.5V'ta durdurulmasına ek olarak kayma açısında bulunmayan (kayma açısından çok daha düşük eğim açısına sahip) yüzeyde durağan haldeki damlanın 5.5V'ta harekete geçirilmesi başarılmıştır.

7. SONUÇLAR

Düz, pürüzlü ve mikrodeseanlı altlık olarak kullanılan altlıklar üzerine GO ve GO-TiO₂ dispersiyonların iyi tutunmasını ve homojen dağılmasını sağlamak amacıyla yüzeylerin hidrofobluk dereceleri optimize edilmiştir. Yüzey modifikasyonu gerçekleştirilmeyen cam yüzeyler hidrofobluk sınırına yakın aralıkta (60-80° aralığında temas açısı) yüzey davranışı göstermekte ve bu durum hidrofilyk özellik gösteren GO ve GO-TiO₂ yüzeylerinin yüzeye tutunma ve homojen dağılma performansının etkilemektedir. Bu nedenle GO ve GO-TiO₂ yüzeylerinin yüzeye tutunma ve homojen dağılma performansının en etkin olacağı plazma koşullarının belirlenmesi amacıyla plazma vakum oranı ve plazma gücündeki değişimin cam altlıkların hidrofobluk derecesini zaman içerisinde nasıl değiştirdiği incelenmiştir. Gerçekleştirilen çalışmalar neticesinde, cam altlıklar için optimum tutunma ve homojen dağılım gösterebilme kabiliyeti gösterebilmesi bakımından plazma koşullarının, 5 sn plazmalama süresi, %50 güç (50W), 0.4 vakum oranı (600mbar) şartlarında altlıkların plazma işlemi sonrasında neredeyse 2 saat süreye kadar kullanılabilceği belirlenmiştir. Verpol RTV 240 kalıp silikonundan üretilen düz PDMS yüzeyi 100° temas açısına sahiptir ve mikrodeseanlı olarak pürüzlendirilmiş PDMS yüzeyinin temas açısı değerleri ise 144°'dir ve süperhidrofobiklik sınırındadır. Mikrodeseanlı PDMS T5-R altlık üzerine; GO ve GO-TiO₂ filmlerinin sıkı tutunmasını ve homojen film dağılımını sağlamak amacıyla atmosferik plazma işlemine maruz bırakma koşulları %50 güç (50W), 0.4 vakum oranı (600mbar) ve atmosferik plazmaya maruz bırakma süresi 10 dak olarak belirlenmiştir ve plazma işlemi sonrasında mikrodeseanlı PDMS altlık yüzeyinde temas açısı 23° ye kadar düşmüştür ve süperhidrofilyk davranış göstermiştir. Düz, pürüzlü ve mikrodeseanlı PDMS altlık yüzeylerinde plazma modifikasyonu sonrasında süperhidrofilyk altlıklar üretilmiştir. Bu durum düz/pürüzlü cam ve PDMS altlıkların SiO₂ bakımından zengin doğasından dolayı atmosferik plazma modifikasyonu sonrasında altlıkların, kirliliklerinden uzaklaşması, yüzey enerjisinin artışı ile temas açısının azalması ve yüzeyde OH gruplarının zenginleşmesi gibi etkilerden dolayı süperhidrofilyk davranış sergilemesi ve plazma modifikasyonunun altlıklara kaplamaların daha iyi tutunmasında etkin bir işlem olduğu söylenebilir.

Düşük veya yüksek konsantrasyonlu GO dispersiyonları ve bu dispersiyonlardan hazırlanan GO-TiO₂ dispersiyonlarının FTIR analizlerinde GO'e özgü oksijen içeren pikler ve GO-TiO₂ dispersiyonlarında ise TiO₂'e ve rGO'ya özgü ayırt edici piklerin oluştuğu GO'ya özgü piklerin neredeyse kaybolduğu gözlenmiştir. Ayrıca XRD analizleri de FTIR sonuçlarını

doğrular şekilde çıkmıştır. Bu nedenle GO ve GO-TiO₂ dispersiyonları başarılı olarak üretilmiştir.

Düşük konsantrasyonlu GO-TiO₂ dispersiyonun düz cam altlıklara (cam altlıklar farklı plazma süresinde modifiye edilmiştir) farklı döndürerek kaplama şartlarında kaplanması sonucunda üretilen GO-TiO₂ yüzeylerinde; döndürerek kaplama şartlarındaki değişime ve plazma modifikasyon süresine bağlı olarak temas açısı sonuçlarının değişimi istatistiksel Taguchi metoduyla doğrulanarak araştırılmıştır. En optimum plazma modifikasyon süresi 5s olarak belirlenmiştir. Çalışma sonucunda, kaplama şartlarındaki değişime bağlı olarak tahmini ve deneysel olarak belirlenen temas açısı sonuçları yüksek derecede tutarlılık göstermiştir. Ayrıca döndürerek kaplama yöntemine paralel olarak farklı kaplama şartlarında daldırarak kaplama ve püskürterek kaplama yöntemi ile GO-TiO₂ yüzeyler üretilmiştir. Daldırarak kaplama yöntemleri kullanılarak düz cam altlıklar üzerine düşük konsantrasyonlu GO-TiO₂ dispersiyonlardan üretilen yüzeylerin altlığa tutunma performansı, döndürerek kaplama yöntemiyle üretilen yüzeylere göre daha iyi olduğu görülmüştür.

Yüksek konsantrasyonlu GO-TiO₂ dispersiyonun düz ve pürüzlü cam altlıklara daldırarak kaplama yöntemi ile hazırlanması sonrasında kimyasal, kimyasal+termal, termal ve termal+kimyasal olarak dört farklı indirgeme prosedürü ile indirgenmiştir. Kimyasal indirgeme işleminin düşük hacimli (250mL) indirgeme ortamında HI+Ac (1:13) ideal karışımda ve termal indirgemenin 350°C'de gerçekleştirildiği kimyasal+termal indirgeme şartında en yüksek iletkenlikler elde edilmiştir. Ayrıca TiO₂ katkılama oranına bağlı olarak en yüksek iletkenlik kimyasal+termal olarak indirgenmiş %3 TiO₂ katkılama oranında cam altlıklı rGO-TiO₂ yüzeyde elde edilmiştir. Yüksek konsantrasyonlu farklı TiO₂ katkılama oranlarında GO-TiO₂ dispersiyonun PDMS altlıklar üzerinde daldırarak kaplanması ile üretilen mikrodeseleli GO-TiO₂ yüzeyleri PDMS altlığın termal indirgeme sırasında yapısının bozulması nedeni ile sadece HI+Ac ortamında kimyasal olarak indirgenebilmiştir. Farklı TiO₂ katkılama oranlarında hazırlanmış mikrodeseleli GO-TiO₂ yüzeylerinin kimyasal olarak indirgenmesi sonucu üretilen mikrodeseleli rGO-TiO₂ yüzeylerinde en yüksek iletkenlik %1 TiO₂ katkılama oranında elde edilmiştir. Ayrıca indirgeme öncesi ve sonrasında kanal içi ve üstünün silindirik pillarla donatıldığı mikrodesele formu korunmuş ve kaplamanın etkisi ile mikrodeseleli yüzeylere nanopürüzlülükler eklenerek hiyerarşik yapılar elde edilmiştir.

Düz, pürüzlü iletken yüzeylere 500cSt ve mikrodeseleli iletken yüzeylere 50cSt silikon yağı emdirilerek kaygan rGO-TiO₂ kompoziti yüzeylerin başarımı sağlanmıştır. Tüm altlıklar ve iki farklı test sıvısı için rGO-TiO₂ kaygan kompozit yüzeylerine ait kayma açısı, kayma hızı,

sürtünme kuvveti değişkenleri temas açısı ölçüm cihazında belirlenen damla profillerinden hesaplamalarla gerçekleştirmiştir. Düz ve pürüzlü yüzeyler için en iyi kaygan yüzey olma performansı iletkenlikle paralel trendde olan %3 TiO₂ katkılanarak hazırlanan kompozit kaygan yüzeyinde elde edilmiştir. Mikrodeseanlı PDMS altlıklı yüzeyler için ise en iyi kaygan yüzey olma performansı iletkenlikle paralel trendde olan %1 TiO₂ katkılanarak hazırlanan kompozit kaygan yüzeyinde elde edilmiştir.

rGO-TiO₂ kaygan yüzeylerinin akıllı davranış sergileme davranışı incelemek için dış uyarıcı olarak elektrik kullanılarak sıvı damlanın manipülasyonu yüksek iletkenlikteki düz ve mikrodeseanlı rGO-TiO₂ yüzeyleri üzerinde gerçekleştirilmiştir. Gerçekleştirilen manipülasyon ile 18° eğimli düz cam altlıklı yüzeye 1.5V elektrik voltajı uygulanarak 0.1M KCl test sıvısının durdurulması, sonrasında ters yönde uygulanan elektrik ile damlanın telden koparılıp kaplama yüzeyine yapışması ve böylece manipülasyonu sağlanmıştır. Ayrıca daha düşük kayma açısında (7°) sıvı damlanın sürtünme kuvvetlerini yenerek geri hareketi sağlanarak düz cam altlıklı kayganlaştırılmış %3 TiO₂ katkılı yüzeyde akıllı malzeme tepkisi belirlenmiştir. Mikrodeseanlı %1 TiO₂ katkılanmış yüksek iletkenlikteki rGO-TiO₂ kaygan yüzeyinin 26° kayma açısında bakır tel aracılığıyla 4.5V elektrik dış uyarıcı uygulanarak durdurulması, sonrasında yüzeyin aksi yönde ve 8° eğim açısına iken duran damlanın 5.5V ile harekete geçirilmesi ve daha sonra voltajın kesilmesiyle damlanın durması sağlanmıştır. Bu nedenle mikrodeseanlı rGO-TiO₂ kaygan yüzeyi düşük voltajda manipülasyonu yapılabilmiş ve akıllı malzeme davranışı sergilemiştir.

Sürtünme katsayısının iletkenlikle yüksek oranda ilişkili olduğu ve en yüksek iletkenlikte en düşük sürtünme katsayısının meydana geldiği ortaya koyulmuştur. Ayrıca pürüzlü cam altlıklı iletken kaygan yüzeylerde düz cama oranla daha düşük sürtünme katsayıları elde edilirken sıvı türünde deiyonize saf suyun 0.1M KCl çözeltisinden daha düşük sürtünme katsayısı ile kaydığı belirlenmiştir.

rGO-TiO₂ kaygan yüzeylerde katkılama oranına bağlı olarak yüzey özelliklerinin değiştirilebildiği ve damla kayma hızının artırılıp azaltılabildiği ortaya koyulmuştur. 2, 5 ve 8µL damla hacmi için sırasıyla, 0.29, 0.26 ve 0.24 mm/s'lik ortalama hızlar ve yine 2, 5 ve 8µL için sırasıyla 0.41, 0.29, 0.21 olarak artan hacim ile azalan ortalama sürtünme katsayıları elde edilmiştir.

Sıvı türünden bağımsız olarak TiO₂ katkılama miktarı açısından değerlendirildiğinde katkılama oranına bağlı olarak %1 TiO₂ katkılama oranından sonra gelen %3 TiO₂ oranında

hızda düşüş, sonrasında artan TiO₂ miktarına bağlı olarak hızda da görece artış sağlanmıştır. Bu sayede katkılama miktarıyla yüzey özelliklerinin değiştirilmesi ve bu şekilde 0,18-0,32 mm/s arasında değişen hız trendi elde edilmiştir.

Tez kapsamında gerçekleştirilen düşük konsantrasyonlu GO-TiO₂ dispersiyonların hazırlanan yüzeylerden 2 adet; Index COPERNICUS&TR Dizin ve EBSCO&TR Dizin indekslerinde taranan yayın yapılmıştır. Ayrıca düz cam altlıklar üzerinde üretilen kaygan GO-TiO₂ yüzeyleri çalışmasından “Sürtünmeyi azaltan dış uyaran duyarlı düz GO-TiO₂ kaygan yüzeylerin sentezi”; pürüzlü cam altlıklar üzerinde üretilen kaygan GO-TiO₂ yüzeyleri çalışmasından “Yağlayıcı sıvı emdirilmiş pürüzlü GO-TiO₂ yüzeylerinin üretimi ve kaygan yüzey olma performansının belirlenmesi” ve ayrıca PDMS altlıklar üzerinde üretilen kaygan mikrodeseanlı GO-TiO₂ yüzeyleri çalışmasından “Sürtünmeyi azaltan dış uyaran duyarlı mikrodeseanlı yağlayıcı sıvı emdirilmiş GO-TiO₂ kaygan yüzeylerin üretimi ve akıllı malzeme olma potansiyelinin belirlenmesi” başlıklarını kapsayan 3 adet yüksek etki değerli SCI yayın hazırlanma aşamasındadır. Tez kapsamında elde edilen rGO-TiO₂ kaygan yüzeyler elektrik duyarlı düşük maliyetli ve nispeten kolay sentezleneme kabiliyetine sahip yüksek performanslı yeni sensörlerin geliştirilmesi için umut vaat eden çıktılar elde edilmiştir.

KAYNAKÇA

Aghamohammadi, H., Eslami-Farsani, R., Torabian, M., & Amousa, N. (2020). Recent advances in one-pot functionalization of graphene using electrochemical exfoliation of graphite: A review study. *Synthetic Metals*, 269, 116549.

Ahamed, R., Choi, S. B., & Ferdous, M. M. (2018). A State of Art on Magneto-Rheological Materials and Their Potential Applications. *Journal of Intelligent Material Systems and Structures*, 29(10), 2051-2095.

Atalay Gengeç N. (2021). The Effect of Graphene Oxide Exfoliation Degree on Graphene Film Properties. *Bilecik Şeyh Edebali Üniversitesi Fen Bilim Dergisi*, 8, 345–355. <https://doi.org/10.35193/bseufbd.900732>.

Avcı, R., Çakıcı, U. G., Çetinkaya, B., & Öktem, M. F. (2024). Effect of atmospheric plasma treatment and wet blast on adhesion characteristics of carbon fiber reinforced LM-PAEK thermoplastic composites. *Composites Part B: Engineering*, 278, 111394.

Azani, A., Halin, D. S. C., Razak, K. A., Abdullah, M. M. A. B., Salleh, M. A. A. M., Mahmed, N., ... & Chobpattana, V. (2019). Self-cleaning property of graphene oxide/TiO₂ thin film. *AIP Conference Proceedings*, 2129(1).

Badenhorst, H. (2019). A Review of the Application of Carbon Materials in Solar Thermal Energy Storage. *Solar Energy*, 192, 35-68.

Bahl, S., Nagar, H., Singh, I., & Sehgal, S. (2020). Smart materials types, properties and applications: A review. *Materials Today: Proceedings*, 28, 1302-1306.

Balkaya, İ. F., Atalay Gengeç, N., Mindivan, H. (2024a). A Statistical Taguchi Method Study for Graphene Oxide-Titanium Oxide (GO-TiO₂) Thin Film Coating on Glass Substrates Using the Spin Coating Method. *Mugla Journal of Science and Technology*, (2), 59-67. DOI: 10.22531/muglajsci.1548897

Balkaya, İ. F., Mindivan, H., Atalay Gengeç, N. (2024b). Comparison of Graphene Oxide-Titanium Oxide (GO-TiO₂) Composite Film Coating Methods on Glass Substrates and Surface Characterization Study. *European Journal of Technique*. Accepted.

Banerjee, S., Dionysiou, D. D., & Pillai, S. C. (2015). Self-cleaning applications of TiO₂ by photo-induced hydrophilicity and photocatalysis. *Applied Catalysis B: Environmental*, 176, 396-428.

- Bansal, T., Durcan, C. A., Jain, N., Jacobs-Gedrim, R. B., Xu, Y., & Yu, B.** (2013). Synthesis of few-to-monolayer graphene on rutile titanium dioxide. *Carbon*, *55*, 168-175
- Baumli, P., D'Acunzi, M., Hegner, K. I., Naga, A., Wong, W. S., Butt, H. J., & Vollmer, D.** (2021). The challenge of lubricant-replenishment on lubricant-impregnated surfaces. *Advances in Colloid and Interface Science*, *287*, 102329.
- Bedeloğlu, A., & Taş, M.** (2016). Grafen ve Grafen Üretim Yöntemleri. *Afyon Kocatepe Üniversitesi Fen ve Mühendislik Bilimleri Dergisi*, *16*(3), 544-554.
- Bera, M., Gupta, P., & Maji, P. K.** (2018). Facile one-pot synthesis of graphene oxide by sonication assisted mechanochemical approach and its surface chemistry. *Journal of nanoscience and nanotechnology*, *18*(2), 902-912.
- Berg, J. M., Eriksson, L. T., Claesson, P. M., & Borve, K. G. N.** (1994). Three-component Langmuir-Blodgett films with a controllable degree of polarity. *Langmuir*, *10*(4), 1225-1234.
- Bhuyan, M. S., Uddin, M. N., Islam, M. M., Bipasha, F. A., & Hossain, S. S.** (2016). Synthesis of graphene. *International Nano Letters* *6* (2), 65–83. <https://doi.org/10.1007/s40089-015-0176-1>
- Biswas, M. R. U. D., Ali, A., Cho, K. Y., & Oh, W. C.** (2018). Novel synthesis of WSe₂-Graphene-TiO₂ ternary nanocomposite via ultrasonic technics for high photocatalytic reduction of CO₂ into CH₃OH. *Ultrasonics Sonochemistry*, *42*, 738-746.
- Blin, J. L., & Stébé, M. J.** (2004). Perfluorodecalin Incorporation in Fluorinated Surfactant–Water System: Tailoring of Mesoporous Materials Pore Size. *The Journal of Physical Chemistry B*, *108*(31), 11399-11405.
- Burden, R. L., & Faires, J. D.** (2010). Numerical Analysis, ninth edit. *Richard Stratton*.
- Castro Neto, A. H., Guinea, F., Peres, N. M., Novoselov, K. S., & Geim, A. K.** (2009). The electronic properties of graphene. *Reviews of modern physics*, *81*(1), 109-162.
- Carvalho, A. F., Kulyk, B., Fernandes, A. J., Fortunato, E., & Costa, F. M.** (2022). A review on the applications of graphene in mechanical transduction. *Advanced Materials*, *34*(8), 2101326. <https://doi.org/10.1002/adma.202101326>.
- Che, P., Heng, L., & Jiang, L.** (2017). Lubricant-Infused Anisotropic Porous Surface Design of Reduced Graphene Oxide Toward Electrically Driven Smart Control of Conductive Droplets' Motion. *Advanced Functional Materials*, *27*(22), 1606199.)

Chen, H., Zhang, P., Zhang, L., Liu, H., Jiang, Y., Zhang, D., ... & Jiang, L. (2016). Continuous directional water transport on the peristome surface of *Nepenthes alata*. *Nature*, 532(7597), 85-89. <https://doi.org/10.1038/nature17189>

Chenxing, W. (2016). *Growth of Epitaxial Graphene on Sic (0001) by Thermal Decomposition in Argon and its Etching in Oxygen Atmosphere*. (Yayımlanmamış Yüksek Lisans Tezi). Nagoya Üniversitesi, Japonya.

Choi, K., & Park, H. G. (2017). Smart Reinvention of the Contact Lens with Graphene. *ACS Nano*, 11(6), 5223-5226.

Choi, W., Tuteja, A., Mabry, J. M., Cohen, R. E., & McKinley, G. H. (2009). A modified Cassie–Baxter relationship to explain contact angle hysteresis and anisotropy on non-wetting textured surfaces. *Journal of colloid and interface science*, 339(1), 208-216.

Daniel, D., Mankin, M. N., Belisle, R. A., Wong, T. S., & Aizenberg, J. (2013). Lubricant-infused micro/nano-structured surfaces with tunable dynamic omniphobicity at high temperatures. *Applied Physics Letters*, 102(23).

De Volder, M. F., Tawfick, S. H., Baughman, R. H., & Hart, A. J. (2013). Carbon nanotubes: present and future commercial applications. *Science*, 339(6119), 535-539.

Dimiev, A. M., Khannanov, A., Vakhitov, I., Kiiamov, A., Shukhina, K., & Tour, J. M. (2018). Revisiting the mechanism of oxidative unzipping of multiwall carbon nanotubes to graphene nanoribbons. *ACS nano*, 12(4), 3985-3993.

Dong, X., Hu, M., He, J., Tian, Y., & Wang, H. T. (2015). A new phase from compression of carbon nanotubes with anisotropic Dirac fermions. *Scientific reports*, 5(1), 10713, pp. 1-7.

Duerig, T., Pelton, A., & Stöckel, D. (1999). An overview of nitinol medical applications. *Materials Science and Engineering: A*, 273, 149-160. [https://doi.org/10.1016/S0921-5093\(99\)00294-4](https://doi.org/10.1016/S0921-5093(99)00294-4)

El Radaf, I. M., & Abdelhameed, R. M. (2018). Surprising performance of graphene oxide/tin dioxide composite thin films. *Journal of Alloys and Compounds*, 765, 1174-1183.]

Ensafi, A. A., Sohrabi, M., Jafari-Asl, M., & Rezaei, B. (2015). Selective and sensitive furazolidone biosensor based on DNA-modified TiO₂-reduced graphene oxide. *Applied Surface Science*, 356, 301-307

Erbil, H. Y. (2006). *Surface chemistry of solid and liquid interfaces* (pp. 150-165). Oxford OX4 2DQ, UK: Blackwell Pub.

Firsova, N. E., & Ktitorov, S. A. (2020). Complex Conductivity of Monolayer Graphene and Zitterbewegung. *Fullerenes, Nanotubes and Carbon Nanostructures*, 28(3), 226-228.

Gengec, N. A., Cengiz, U., & Erbil, H. Y. (2016). Superhydrophobic perfluoropolymer/polystyrene blend films induced by nonsolvent. *Applied Surface Science*, 383, 33-41.

Gogolides, E., Ellinas, K., & Tserepi, A. (2015). Hierarchical micro and nano structured, hydrophilic, superhydrophobic and superoleophobic surfaces incorporated in microfluidics, microarrays and lab on chip microsystems. *Microelectronic Engineering*, 132, 135-155.

Goodarzi, S., Da Ros, T., Conde, J., Sefat, F., & Mozafari, M. (2017). Fullerene: biomedical engineers get to revisit an old friend. *Materials Today*, 20(8), 460-480.

Goswami, A., Pillai, S. C., & McGranaghan, G. (2021). Surface Modifications to Enhance Dropwise Condensation. *Surfaces and Interfaces*, 101143.

Haider, A. J., Jameel, Z. N., & Al-Hussaini, I. H. (2019). Review on: titanium dioxide applications. *Energy Procedia*, 157, 17-29.

He, R., & He, W. (2016). Ultrasonic assisted synthesis of TiO₂-reduced graphene oxide nanocomposites with superior photovoltaic and photocatalytic activities. *Ceramics International*, 42(5), 5766-5771

Hernaiz, M., Zamarreño, C. R., Melendi-Espina, S., Bird, L. R., Mayes, A. G., & Arregui, F. J. (2017). Optical fibre sensors using graphene-based materials: A review. *Sensors*, 17(1), 155.

Heydarian, S., Jafari, R., & Momen, G. (2021). Recent Progress in the Anti-Icing Performance of Slippery Liquid-Infused Surfaces. *Progress in Organic Coatings*, 151, 106096.

Horvath, I. T.; Acena, J. L.(2012). *Fluorous Chemistry*; Springer: Heidelberg.

http1: [Erişim: 31.12.2024, <https://www.acsmaterial.com/blog-detail/black-titanium-dioxide.html?srsId=AfmBOooYB6qoituzwZ7BQIYZctJD-ACbQ7m0EwE5hwuS-a8ZJWz7-AIP>]

http2: [Erişim: 30.12.2024, <https://alpinecreations.com/understanding-water-repellent-technologies/>]

- Hughes, K. J., Iyer, K. A., Bird, R. E., Ivanov, J., Banerjee, S., Georges, G., & Zhou, Q. A.** (2024). Review of carbon nanotube research and development: materials and emerging applications. *ACS Applied Nano Materials*, 7(16), 18695-18713.
- Huo, P., Shi, X., Zhang, W., Kumar, P., & Liu, B.** (2021). An overview on the incorporation of graphene quantum dots on TiO₂ for enhanced performances. *Journal of Materials Science*, 56(10), 6031-6051
- Iijima, S.** (1991). Helical microtubules of graphitic carbon. *Nature*, 354(6348), pp. 56-58.
- Jamjoom, H. A. A., Umar, K., Adnan, R., Razali, M. R., & Mohamad Ibrahim, M. N.** (2021). Synthesis, characterization, and photocatalytic activities of graphene oxide/metal oxides nanocomposites: A review. *Frontiers in chemistry*, 9, 752276
- Jara, A. D., Betemariam, A., Woldetinsae, G., & Kim, J. Y.** (2019). Purification, Application and Current Market Trend of Natural Graphite: A Review. *International Journal of Mining Science and Technology*, 29(5), 671-689.
- Jayasena, B., & Subbiah, S.** (2011). A Novel Mechanical Cleavage Method for Synthesizing Few-Layer Graphenes. *Nanoscale Research Letters*, 6(1), 1-7.
- Jiang, Y., & Choi, C. H.** (2020). Droplet retention on superhydrophobic surfaces: a critical review. *Advanced Materials Interfaces*, 8(2), 2001205. 10.1002/admi.202001205
- Jinkai, X., Qianqian, C., Zhanjiang, Y., Zhongxu, L., Jiwen, T., & Huadong, Y.** (2021). Fabrication and application of metal-based slippery liquid-infused porous surface. *Progress in Chemistry*, 33(6), 958.
- Joshi, N. C., Congthak, R., & Gururani, P.** (2020). Synthesis, adsorptive performances and photo-catalytic activity of graphene oxide/TiO₂ (GO/TiO₂) nanocomposite-based adsorbent. *Nanotechnology for Environmental Engineering*, 5, 1-13.
- Kamble, V. G., Kolekar, S., Panda, H. S., Ammourah, S., & Jagadeesha, T.** (2021). Magneto rheological fluid: Fabrication and characterization of its temperature-dependent properties. *Materials Today: Proceedings*, 45, 4813-4818.
- Kaushik, B. K., Majumder, M. K., Kaushik, B. K., & Majumder, M. K.** (2015). Carbon nanotube: Properties and applications. *Carbon Nanotube Based VLSI Interconnects: Analysis and Design*, 17-37.

- Kavitha, M. K., Rolland, L., Johnson, L., John, H., & Jayaraj, M. K.** (2020). Visible light responsive superhydrophilic TiO₂/reduced graphene oxide coating by vacuum-assisted filtration and transfer method for self-cleaning application. *Materials Science in Semiconductor Processing*, *113*, 105011.
- Kim, P., Kreder, M. J., Alvarenga, J., & Aizenberg, J.** (2013). Hierarchical or not? Effect of the length scale and hierarchy of the surface roughness on omniphobicity of lubricant-infused substrates. *Nano letters*, *13*(4), 1793-1799.
- Kim, Y. J., & Matsunaga, Y. T.** (2017). Thermo-responsive polymers and their application as smart biomaterials. *Journal of Materials Chemistry B*, *5*(23), 4307-4321.
- Kruskopf, M., & Elmquist, R. E.** (2018). Epitaxial Graphene for Quantum Resistance Metrology. *Metrologia*, *55*(4), R27.
- Kurzweil, P., & Brandt, K.** (2019). Overview of Rechargeable Lithium Battery Systems. *Electrochemical Power Sources: Fundamentals, Systems, and Applications*. Elsevier 47-82.
- Lafuma, A., & Quéré, D.** (2003). Superhydrophobic states. *Nature materials*, *2*(7), 457-460. <https://doi.org/10.1038/nmat924>
- Lathe, S. S., Sutar, R. S., Bhosale, A. K., Nagappan, S., Ha, C. S., Sadasivuni, K. K., ... & Xing, R.** (2019). Recent developments in air-trapped superhydrophobic and liquid-infused slippery surfaces for anti-icing application. *Progress in Organic Coatings*, *137*, 105373.
- Law, K. Y., & Zhao, H.** (2016). *Surface wetting: characterization, contact angle, and fundamentals*. Basel, Switzerland: Springer International Publishing.
- Lawal, A. T.** (2019). Graphene-based nano composites and their applications. A review. *Biosensors and Bioelectronics*, *141*, 111384.
- Li, G., He, D., Lin, Y., Chen, Z., Liu, Y., & Peng, X.** (2016). Fabrication of biomimetic superhydrophobic surfaces by a simple flame treatment method. *Polymers for Advanced Technologies*, *27*(11), 1438-1445.
- Li, H., Li, L., Lin, R. B., Zhou, W., Zhang, Z., Xiang, S., & Chen, B.** (2019). Porous metal-organic frameworks for gas storage and separation: Status and challenges. *EnergyChem*, *1*(1), 100006.

- Li, S., Huang, J., Chen, Z., Chen, G., & Lai, Y.** (2017). A review on special wettability textiles: theoretical models, fabrication technologies and multifunctional applications. *Journal of Materials Chemistry A*, 5(1), 31-55.
- Li, S., Jiang, H., Yang, K., Zhang, Z., Li, S., Luo, N., ... & Wei, R.** (2018). Three-dimensional hierarchical graphene/TiO₂ composite as high-performance electrode for supercapacitor. *Journal of Alloys and Compounds*, 746, 670-676
- Li, X., Cai, W., An, J., Kim, S., Nah, J., Yang, D., Piner, R., Velamakanni, A., Jung, I. ve Tutuc, E.** (2009). Large-area synthesis of high-quality and uniform graphene films on copper foils, *Science*, 324 (5932), 1312-1314.
- Li, Y., E, T., Liu, L., Yang, S., Qian, J., & Ma, Z.** (2020). Preparation of needle-like TiO₂/Graphene for electrical conductive analysis. *Journal of Materials Science*, 55, 670-679.
- Li, Y., Xia, B., & Jiang, B.** (2018). Thermal-induced durable superhydrophilicity of TiO₂ films with ultra-smooth surfaces. *Journal of Sol-Gel Science and Technology*, 87, 50-58
- Li, Z., Wu, P., Wang, C., Fan, X., Zhang, W., Zhai, X., Zeng, C., Li, Z., Yang, J. ve Hou, J.** (2011). Low-temperature growth of graphene by chemical vapor deposition using solid and liquid carbon sources, *ACS nano*, 5 (4), 3385-3390.
- Liang, J., Zhao, Y., Guo, L., & Li, L.** (2012). Flexible free-standing graphene/SnO₂ nanocomposites paper for Li-ion battery. *ACS applied materials & interfaces*, 4(11), 5742-5748.
- Liu, Y., Chen, X., & Xin, J. H.** (2009). Can superhydrophobic surfaces repel hot water?. *Journal of Materials Chemistry*, 19(31), 5602-5611.
- Liu, Y., Liu, J., Deng, C., & Zhang, X.** (2011). Graphene and graphene oxide: two ideal choices for the enrichment and ionization of long-chain fatty acids free from matrix-assisted laser desorption/ionization matrix interference. *Rapid Communications in Mass Spectrometry*, 25(21), 3223-3234.
- Liu, Y., Wu, M., Guo, C., Zhou, D., Wu, Y., Wu, Z., ... & Zhang, Z.** (2022). A Review on Preparation of Superhydrophobic and Superoleophobic Surface by Laser Micromachining and Its Hybrid Methods. *Crystals*, 13(1), 20.
- Liu, Z., Zhang, Z. F., Tam, H. Y., & Tao, X.** (2019). Multifunctional smart optical fibers: Materials, fabrication, and sensing applications. *Photonics*, 6(2), 48.

- Luo, H., Xu, K., Gong, Z., Li, N., Zhang, K., & Wu, W. (2021).** NH₃, PH₃, AsH₃ adsorption and sensing on rare earth metal doped graphene: DFT insights. *Applied Surface Science*, 566, 150390.
- Madias, J. (2014).** Electric Furnace Steelmaking. *Treatise on Process Metallurgy 3: Industrial Processes* 271-300.
- Mahbulbul, I. M., Elcioglu, E. B., Saidur, R., & Amalina, M. A. (2017).** Optimization of ultrasonication period for better dispersion and stability of TiO₂-water nanofluid. *Ultrasonics sonochemistry*, 37, 360-367.
- Marcano, D. C., Kosynkin, D. V., Berlin, J. M., Sinitskii, A., Sun, Z., Slesarev, A., ... & Tour, J. M. (2010).** Improved synthesis of graphene oxide. *ACS Nano*, 4(8), 4806-4814. <https://doi.org/10.1021/nn1006368>
- Martin, J. W., McIntosh, G. J., Arul, R., Oosterbeek, R. N., Kraft, M., & Söhnel, T. (2017).** Giant fullerene formation through thermal treatment of fullerene soot. *Carbon*, 125, 132-138.
- Maurya, K. K., Rawat, A., & Jha, G. (2020).** Smart materials and electro-mechanical impedance technique: A review. *Materials Today: Proceedings*, 33, 4993-5000.
- McHale, G., Gao, N., Wells, G. G., Barrio-Zhang, H., & Ledesma-Aguilar, R. (2022).** Friction coefficients for droplets on solids: the liquid-solid Amontons' laws. *Langmuir*, 38(14), 4425-4433.
- Meral, G., Sarıkaya, M., & Dilipak, H. (2011).** Delme işlemlerinde kesme parametrelerinin Taguchi yöntemiyle optimizasyonu. *Erciyes Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Fen Bilimleri Dergisi*, 27(4), 332-338.)
- Mochane, M. J., Motaung, T. E., & Motloun, S. V. (2018).** Morphology, Flammability, and Properties of Graphite Reinforced Polymer Composites. Systematic Review. *Polymer Composites*, 39(S3), E1487-E1499.
- Moosa, A., & Abed, M. (2021).** Graphene Preparation and Graphite Exfoliation. *Turkish Journal of Chemistry*, 45(3), 493-519.
- Murthy, H. A., Ghotekar, S., Vinay Kumar, B., & Roy, A. (2021).** [Retracted] Graphene: a multifunctional nanomaterial with versatile applications. *Advances in Materials Science and Engineering*, 2021(1), 2418149. <https://doi.org/10.1155/2021/2418149>

- Norimatsu, W., & Kusunoki, M.** (2014). Growth of Graphene from Sic {0001} Surfaces and its Mechanisms. *Semiconductor Science and Technology*, 29(6), 064009.
- Novoselov, K. S., & Neto, A. C.** (2012). Two-dimensional Crystals-based Heterostructures: Materials with Tailored Properties. *Physica Scripta*, 2012(T146), 014006.
- Oh, I., Keplinger, C., Cui, J., Chen, J., Whitesides, G. M., Aizenberg, J., & Hu, Y.** (2018). Dynamically actuated liquid-infused poroelastic film with precise control over droplet dynamics. *Advanced Functional Materials*, 28(39): 1-9. 1802632.
- Oh, J. S., & Choi, S. B.** (2017). State of the Art of Medical Devices Featuring Smart Electro-Rheological and Magneto-Rheological Fluids. *Journal of King Saud University-Science*, 29(4), 390-400.
- Padmanabhan, N. T., Thomas, N., Louis, J., Mathew, D. T., Ganguly, P., John, H., & Pillai, S. C.** (2021). Graphene coupled TiO₂ photocatalysts for environmental applications: A review. *Chemosphere*, 271, 129506.
- Pankhurst, Q. A., Connolly, J., Jones, S. K., & Dobson, J.** (2003). Applications of magnetic nanoparticles in biomedicine. *Journal of physics D: Applied physics*, 36(13), R167.
- Pei S., & Cheng H.M.** (2012). The reduction of graphene oxide. *Carbon*. 50(9). 3210-3228
- Prakash, C. J., & Prasanth, R.** (2020). Recent Trends in Fabrication of Nepenthes Inspired Slips: Design Strategies For Self-Healing Efficient Anti-Icing Surfaces. *Surfaces and Interfaces*, 100678.
- Pumera, M.** (2011). Graphene-based nanomaterials and their electrochemistry. *Chemical Society Reviews*, 41(8), 4138-4149
- Qiu, R., Zhang, Q., Wang, P., Jiang, L., Hou, J., Guo, W., & Zhang, H.** (2014). Fabrication of slippery liquid-infused porous surface based on carbon fiber with enhanced corrosion inhibition property. *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, 453, 132-141.
- Rabchinskii, M.K., Dideikin, A.T., Kirilenko, D.A. Baidakova, M.V, Shnitov, V.V, Roth, F., Konyakhin, S.V., Besedina, N.A., Pavlov, S.I., Kuricyn, R.A., Lebedeva, N.M., Brunkov, P.N., Vul, A.Y.** (2018). Facile reduction of graphene oxide suspensions and films using glass wafers. *Sci Rep* 8, 14154 <https://doi.org/10.1038/s41598-018-32488-x>

- Rafiee, J., Mi, X., Gullapalli, H., Thomas, A. V., Yavari, F., Shi, Y., ... & Koratkar, N. A.** (2012). Wetting transparency of graphene. *Nature materials*, *11*(3), 217-222.
- Raja, R., Govindaraj, M., Antony, M. D., Krishnan, K., Velusamy, E., Sambandam, A., ... & Rayar, V. W.** (2017). Effect of TiO₂/reduced graphene oxide composite thin film as a blocking layer on the efficiency of dye-sensitized solar cells. *Journal of Solid State Electrochemistry*, *21*, 891-903.
- Ramanathan, S., Thamilselvan, A., Radhika, N., Padmanabhan, D., Durairaj, A., Obadiah, A., ... & Vasanthkumar, S.** (2021). Development of rutin-rGO/TiO₂ nanocomposite for electrochemical detection and photocatalytic removal of 2, 4-DCP. *Journal of the Iranian Chemical Society*, *18*, 2457-2472.
- Ramazani, A., Moghaddasi, M. A., Malekzadeh, A. M., Rezayati, S., Hanifehpour, Y., & Joo, S. W.** (2021). Industrial oriented approach on fullerene preparation methods. *Inorganic Chemistry Communications*, *125*, 108442.
- Regan, D. P., & Howell, C.** (2019). Droplet Manipulation with Bioinspired liquid-infused Surfaces: A review of Recent Progress and Potential for Integrated Detection. *Current Opinion in Colloid & Interface Science*, *39*, 137-147.
- Ribao, P., vd.** (2017). TiO₂ structures doped with noble metals and/or graphene oxide to improve the photocatalytic degradation of dichloroacetic acid. *Environ Sci*, *24*, 12628-12637.
- Ribao, P., Rivero, M. J., & Ortiz, I.** (2017). TiO₂ structures doped with noble metals and/or graphene oxide to improve the photocatalytic degradation of dichloroacetic acid. *Environmental Science and Pollution Research*, *24*, 12628-12637.
- Ryzhkov, I. I., Shchurkina, M. A., Mikhлина, E. V., Simunin, M. M., & Nemtsev, I. V.** (2021). Switchable ionic selectivity of membranes with electrically conductive surface: Theory and experiment. *Electrochimica Acta*, *375*, 137970.
- Saleh, T. A., Fadillah, G., & Ciptawati, E.** (2021). Smart Advanced Responsive Materials, Synthesis Methods and Classifications: From Lab to Applications. *Journal of Polymer Research*, *28*(6), 1-15.
- Schmitt, R.** (2021). Synthetic Graphite in Nuclear Applications. *Industrial Carbon and Graphite Materials, Volume I: Raw Materials, Production and Applications*, *1*, 349-363.

- Scidà, A., Haque, S., Treossi, E., Robinson, A., Smerzi, S., Ravesi, S., ... & Palermo, V.** (2018). Application of graphene-based flexible antennas in consumer electronic devices. *Materials Today*, 21(3), 223-230.
- Serencam, H., & Uçurum, M.** (2019). Taguchi Deney Tasarımı Kullanılarak Uçucu Kül ile Ni (II) Gideriminde Bazı Adsorpsiyon Parametrelerinin Etkinliğinin İrdelenmesi. Niğde Ömer Halisdemir Üniversitesi Mühendislik Bilimleri Dergisi, 8(1), 336-344.
- Shahraz, A., Borhan, A., & Fichthorn, K. A.** (2012). A theory for the morphological dependence of wetting on a physically patterned solid surface. *Langmuir*, 28(40), 14227-14237.
- Shen, Y., Wu, X., Tao, J., Zhu, C., Lai, Y., & Chen, Z.** (2019). Icephobic materials: Fundamentals, performance evaluation, and applications. *Progress in Materials Science*, 103, 509-557.
- Shome, A., Das, A., Borbora, A., Dhar, M., & Manna, U.** (2022). Role of chemistry in bio-inspired liquid wettability. *Chemical Society Reviews*, 51(13), 5452-5497.
- Singh, J., & Nayak, P.** (2023). pH-responsive polymers for drug delivery: trends and opportunities. *Journal of Polymer Science*, 61(22), 2828-2850.
- Sohn, J. W., Kim, G. W., & Choi, S. B.** (2018). A State of the Art Review on Robots and Medical Devices Using Smart Fluids and Shape Memory Alloys. *Applied Sciences*, 8(10), 1928.
- Songkeaw, P., Onlaor, K., Thiwawong, T., & Tunhoo, B.** (2019). Reduced graphene oxide thin film prepared by electrostatic spray deposition technique. *Materials Chemistry and Physics*, 226, 302-308
- Spahn, D.** (1999). Blood substitutes. Artificial oxygen carriers: Perfluorocarbon emulsions. *Critical Care*, 3, 1-5.
- Stefanescu, D. M.** (2015). *Science and engineering of casting solidification*. Switzerland: Springer International Publishing.
- Sun, L., Guo, P., Li, X., & Wang, A.** (2017). Comparative study on structure and wetting properties of diamond-like carbon films by W and Cu doping. *Diamond and related materials*, 73, 278-284.
- Sun, L., Wang, X., Wang, Y., & Zhang, Q.** (2017). Roles of carbon nanotubes in novel energy storage devices. *Carbon*, 122, 462-474.

Sunny, S., Vogel, N., Howell, C., Vu, T. L., & Aizenberg, J. (2014). Lubricant-infused nanoparticulate coatings assembled by layer-by-layer deposition. *Advanced functional materials*, 24(42), 6658-6667.

Swaroop, K. V., Aruna, M. N., Kumar, H., & Rahman, M. R. (2021). Investigation of steady state rheological properties and sedimentation of coated and pure carbonyl iron particles based magneto-rheological fluids. *Materials Today: Proceedings*, 39, 1450-1455.

Tahir, M. B., Hajra, S., Khalid, N. R., Rizwan, M., & Watto, G. N. (2018). Development of Sol Gel Derived Nanocrystalline TiO₂ Thin Films via Indigenous Spin Coating Method. *Journal of Inorganic and Organometallic Polymers and Materials*, 28, 1-8

Thalgaspitiya, W. R., Kapuge, T. K., He, J., Deljoo, B., Meguerdichian, A. G., Aindow, M., & Suib, S. L. (2020). Multifunctional transition metal doped titanium dioxide reduced graphene oxide composites as highly efficient adsorbents and photocatalysts. *Microporous and Mesoporous Materials*, 307, 110521.

Tuo, Y., Zhang, H., Chen, W., & Liu, X. (2017). Corrosion protection application of slippery liquid-infused porous surface based on aluminum foil. *Applied Surface Science*, 423, 365-374.

Tuteja, A., Choi, W., Ma, M., Mabry, J. M., Mazzella, S. A., Rutledge, G. C., ... & Cohen, R. E. (2007). Designing superoleophobic surfaces. *Science*, 318(5856), 1618-1622. <https://doi.org/10.1126/science.1148326>

Vadahanambi, S. (2013). An Ionic Liquid-Assisted Method for Splitting Carbon Nanotubes to Produce Graphene Nano-Ribbons by Microwave Radiation. *Carbon*, 53, 391-398.

Valencia, C., Valencia, C. H., Zuluaga, F., Valencia, M. E., Mina, J. H., & Grande-Tovar, C. D. (2018). Synthesis and application of scaffolds of chitosan-graphene oxide by the freeze-drying method for tissue regeneration. *Molecules*, 23(10), 2651.

Vasić, B., Ralević, U., Zobenica, K. C., Smiljanić, M. M., Gajić, R., Spasenović, M., & Vollebregt, S. (2020). Low-friction, wear-resistant, and electrically homogeneous multilayer graphene grown by chemical vapor deposition on molybdenum. *Applied Surface Science*, 509, 144792.

Veeresh Nayak, C., Manjunath Patel, G. C., Ramesh, M. R., Desai, V., & Samanta, S. K. (2020). Analysis and optimization of metal injection moulding process. *Materials Forming, Machining and Post Processing*, 41-74.

- Vera, M., Mella, C., & Urbano, B. F.** (2020). Smart polymer nanocomposites: Recent advances and perspectives. *Journal of the Chilean Chemical Society*, 65(4), 4973-4981.
- Vidmar, J., Milačič, R., Golja, V., Novak, S., & Ščančar, J.** (2016). Optimization of the procedure for efficient dispersion of titanium dioxide nanoparticles in aqueous samples. *Analytical Methods*, 8(5), 1194-1201.
- Villegas, M., Zhang, Y., Abu Jarad, N., Soleymani, L., & Didar, T. F.** (2019). Liquid-infused surfaces: a review of theory, design, and applications. *Acs Nano*, 13(8), 8517-8536.
- Vladkova, T. G., Staneva, A. D., & Gospodinova, D. N.** (2020). Surface Engineered Biomaterials and Ureteral Stents Inhibiting Biofilm Formation and Encrustation. *Surface and Coatings Technology*, 126424.
- Wandelt, K.,** (2012a). Surface and Interface Science Volume 1. *Concepts and Methods-Wiley-VCH*.
- Wandelt, K.,** (2012b). Surface and Interface Science Volume 7. *Liquid and Biological Interfaces-Wiley-VCH*.
- Wang, J., Gao, W., Zhang, H., Zou, M., Chen, Y., & Zhao, Y.** (2018). Programmable wettability on photocontrolled graphene film. *Science Advances*, 4(9), <https://doi.org/10.1126/sciadv.aat7392>.
- Wang, S., Liu, K., Yao, X., & Jiang, L.** (2015). Bioinspired surfaces with superwettability: new insight on theory, design, and applications. *Chemical reviews*, 115(16), 8230-8293.
- Wissler, M.** (2006). Graphite and Carbon Powders for Electrochemical Applications. *Journal of Power Sources*, 156(2), 142-150.
- Wong, T. S., Kang, S. H., Tang, S. K., Smythe, E. J., Hatton, B. D., Grinthal, A., & Aizenberg, J.** (2011). Bioinspired self-repairing slippery surfaces with pressure-stable omniphobicity. *Nature*, 477(7365), 443-447. <https://doi.org/10.1038/nature10447>
- Wu, D., Ma, L., Zhang, F., Qian, H., Minhas, B., Yang, Y., ... & Zhang, D.** (2020). Durable deicing lubricant-infused surface with photothermally switchable hydrophobic/slippery property. *Materials & Design*, 185, 108236.
- Wu, X. H., & Then, Y. Y.** (2021). Fabrication and Characterization of Superhydrophobic Graphene/Titanium Dioxide Nanoparticles Composite. *Polymers*, 14(1), 122

- Xiang, T., Zheng, S., Zhang, M., Sadig, H. R., & Li, C.** (2018). Bioinspired slippery zinc phosphate coating for sustainable corrosion protection. *ACS Sustainable Chemistry & Engineering*, 6(8), 10960-10968.
- Xiang, T., Liu, J., Liu, Q., Wei, F., Lv, Z., Yang, Y., ... & Xu, G.** (2021). Self-healing solid slippery surface with porous structure and enhanced corrosion resistance. *Chemical Engineering Journal*, 417, 128083.
- Xing, B., Zhang, C., Cao, Y., Huang, G., Liu, Q., Zhang, C., ... & Yu, J.** (2018). Preparation of synthetic graphite from bituminous coal as anode materials for high performance lithium-ion batteries. *Fuel processing technology*, 172, 162-171.
- Xu, T., Shen, W., Huang, W., & Lu, X. J. M. T. N.** (2020). Fullerene micro/nanostructures: controlled synthesis and energy applications. *Materials Today Nano*, 11, 100081.
- Xu, Y., Cao, H., Xue, Y., Li, B., & Cai, W.** (2018). Liquid-phase exfoliation of graphene: an overview on exfoliation media, techniques, and challenges. *Nanomaterials*, 8(11), 942.
- Yadav, R., & Dixit, C. K.** (2017). Synthesis, Characterization and Prospective Applications of Nitrogen-Doped Graphene a Short Review. *Journal of Science Advanced Materials and Devices*, 2(2), 141-149.
- Yan, W., He, F., Gai, S., Gao, P., Chen, Y., & Yang, P.** (2014). A novel 3D structured reduced graphene oxide/TiO₂ composite: synthesis and photocatalytic performance. *Journal of Materials Chemistry A*, 2(10), 3605-3612.
- Yang, S., Qiu, R., Song, H., Wang, P., Shi, Z., & Wang, Y.** (2015). Slippery liquid-infused porous surface based on perfluorinated lubricant/iron tetradecanoate: Preparation and corrosion protection application. *Applied Surface Science*, 328, 491-500.
- Yang, Y., Zeng, W., Huang, P., Zeng, X., & Mei, L.** (2021). Smart materials for drug delivery and cancer therapy. *View*, 2(2), 20200042.
- Yao, C. W., Tang, S., Sebastian, D., & Tadmor, R.** (2020). Sliding of water droplets on micropillar-structured superhydrophobic surfaces. *Applied Surface Science*, 504, 144493.
- Yi, H., Zeng, G., Lai, C., Huang, D., Tang, L., Gong, J., ... & Xiong, W.** (2017). Environment-friendly fullerene separation methods. *Chemical Engineering Journal*, 330, 134-145.

- Yu, S., Guo, Z., & Liu, W.** (2015). Biomimetic transparent and superhydrophobic coatings: from nature and beyond nature. *Chemical Communications*, 51(10), 1775-1794.
- Yu, X., Cheng, H., Zhang, M., Zhao, Y., Qu, L., & Shi, G.** (2017). Graphene-based smart materials. *Nature Reviews Materials*, 2(9), 1-13. doi:10.1038/natrevmats.2017.46.
- Yu, X., Cheng, H., Zhang, M., Zhao, Y., Qu, L., & Shi, G.** (2017). Graphene-based smart materials. *Nature Reviews Materials*, 2(9), 1-13. doi:10.1038/natrevmats.2017.46
- Yuan, Y., & Lee, T. R.** (2013). Contact angle and wetting properties. In Bracco, G., Holst, B., (Eds.) *Surface science techniques* (pp. 3-34); Springer: Berlin.
- Zaghloul, M. M. Y., Zaghloul, M. Y. M., & Zaghloul, M. M. Y.** (2017). Experimental and modeling analysis of mechanical-electrical behaviors of polypropylene composites filled with graphite and MWCNT fillers. *Polymer Testing*, 63, 467-474.
- Zhang, M., Feng, S., Wang, L., & Zheng, Y.** (2016). Lotus effect in wetting and self-cleaning. *Biotribology*, 5, 31-43.
- Zhang, Y., Li, D., Tan, X., Zhang, B., Ruan, X., Liu, H., ... & Ruoff, R. S.** (2013). High quality graphene sheets from graphene oxide by hot-pressing. *Carbon*, 54, 143-148.
- Zhang, Y., Xiao, S., Xie, J., Yang, Z., Pang, P., & Gao, Y.** (2014). Simultaneous electrochemical determination of catechol and hydroquinone based on graphene–TiO₂ nanocomposite modified glassy carbon electrode. *Sensors and Actuators B: Chemical*, 204, 102-108.