الجمهورية العربية السورية

جامعة دمشق

كلية الهندسة الكهربائية والميكانيكية

هندسة ميكانيك الصناعات النسيجية وتقاناتها

هندسة تكنولوجيا الغزل

أطروحة أعدت لنيل شهادة الدكتوراه في هندسة ميكانيك الصناعات النسيجية وتقانتها

اختصاص هندسة تكنولوجيا غزل

"أسس تصنيع خيط ناقل للكهرباء معالج بالغرافين النانومتري"

إعداد:

المهندسة ميسم محمد الأحمر

إشراف:

الأستاذ المساعد الدكتور المهندس باسل يونس

جامعة دمشق-كلية الهندسة الكهربائية والميكانيكية-قسم هندسة ميكانيك الصناعات النسيجية وتقاناتها

الأستاذ المساعد الدكتور إبراهيم الغريبي

جامعة دمشق – كلية العلوم – قسم الفيزياء

2022-2023

شكر وتقدير

نحمد الله الذي وفقنا لإتمام مشروعنا هذا على أكمل وجه...

ونتوجه بالشكر إلى وطني الغالي بلد الياسمين، وإلى من قدم لنا العلم والمعرفة...

آملين في المستقبل أن نرد هذا الجميل ونرتقي به إلى أعلى المراتب ...

ونتوجه بجزيل الشكر إلى من قدموا العطاء، لنصل لنجاحنا هذا، وإلى من لم يبخلوا علينا بعلم ومعرفة... وإلى كل من مدَّ لنا يد العون والمساعدة، وكان له الفضل في نجاح هذا المشروع...

إلى من علموني طريق النجاح... وإلى من فرشوا لي الطريق ممهدة لأتابع على دروب العلم لأقتبس منه ما أشاء.. وإلى من مهدوا لي يد العون والمساعدة في أحلك الأوقات...وإلى أستاذي الكريمين القدوة العظيمة التي افتخر، فلهما كل الحب والوفاء، جزاهما الله خيراً..

أ.م.د.باسل يونس و أ.م.د.إبراهيم الغريبي

ونتوجه بالشكر الكبير والامتنان إلى رئاسة قسم هندسة ميكانيك الصناعات النسيجية المتمثلة ب الأستاذ الدكتور المهندس طاهر رجب قدار

وإلى من قدموا لنا هذا الإنجاز والنصيحة والدعم

ومن قدموا لنا يد العون وإلى أساتذة قسم هندسة الصناعات النسيجية وتقاناتها وجميع المهندسين وجميع كادرها التدريسي، وإلى كل طالب علم يصرّ على النجاح بشغف..

إلى أمي الغالية بارك الله في عمرها وإلى أخي الغالي ووالدي رحمه الله .....

فهرس المحتويات

الملخص: 16

الفصل الأول 18

1.1. المقدمة Introduction: 19

2.1.الإشكالية البحثية the research problem: 21

3.1.مبررات البحث Justifications for the research : 22

4.1.خطوات البحثSteps of the research : 22

5.1.مناهج البحث وأدواتهResearch Methodologies and Tools : 23

6.1.هدف البحثResearch Objective : 24

الفصل الثاني 25

1.2. تمهيد: 25

2.2.الغرافين Graphene: 25

1.2.2. الغرافين: 25

2.2.2. الغرافيت Graphite: 27

3.2.2. خصائص الغرافين Graphene properties : 28

3.2.أكسيد الغرافين (Graphene Oxide): 30

4.2. طرائق تحضير الغرافين ومشتقاتهMethods of Graphene Preparation and its Derivatives : 32

1.4.2. الطرائق الصعوديةbottom- up 34

2.4.2. الطرائق النزولية To-down: 36

5.2. طريقة (همرHummers) لتحضير أكسيد الغرافين: 39

6.2.أكسيد الغرافين المرجَع(rGO): 41

7.2. تطبيقات الغرافين ومشتقاته: 42

1.7.2.الإلكترونياتElectronics : 43

2.7.2. تخزين الطاقةEnergy storage : 43

3.7.2. تنقية المياهWater purification : 43

4.7.2. التطبيقات الطبيةMedical applications : 44
5.7.2. امتصاص الأمواج الراديويةRadio wave absorption : 44
6.7.2. تقنيات الأجهزة القابلة للارتداءWearable device technologies : 46
الفصل الثالث..... 47
1.3. تمهيد:..... 48
2.3.الدراسة الأولى: دراسة بعنوان: استراتيجيات إرجاع أكسيد الغرافين –مراجعة شاملة:..... 49
3.3. الدراسة الثانية استراتيجيات إنتاج وتطبيقات أكسيد الغرافين:..... 50
4.3.الدراسة الثالثة: تحسين الموصلية الكهربائية للقطن عن طريق معالجته بأكسيد الغرافين المرجع :..... 51
5.3.الدراسة الرابعة: حمالة صدر رياضية مرنة وقابلة للغسل مصنعة من الغرافين. 53
6.3.الدراسة الخامسة: دراسة الخصائص المورفولوجية والبصرية والكهربائية لأكسيد الغرافين:..... 54
7.3.الدراسة السادسة: سخان كهربائي حراري عالي الكفاءة قائم على قماش معالج بحبر الغرافين والتورمالين: 55
8.3.الدراسة السابعة: خيوط المشبك الاصطناعي المستخدمة كأجهزة إلكترونية قابلة للارتداء قائمة على أكسيد الغرافين المرجع:... 57
9.3.الدراسة الثامنة: أقطاب كهربائية مرنة قائمة على خيوط البولي أميد المطلية بحبر الغرافين وأكسيد الغرافين:..... 58
10.3.الدراسة التاسعة: إنتاج مكثف قائم على الخيوط القطنية المعالجة بأكسيد الغرافين المرجع بالأشعة السينية: 59
11.3.الدراسة العاشرة تصميم وتوصيف النسيج القطني المعالج بالغرافين الناقل للكهرباء للإلكترونيات القابلة للارتداء :..... 60
12.3.الملخص:..... 61
الفصل الرابع..... 62
1.4. تمهيد:..... 63
2.4. المواد والأدوات والتجهيزات:..... 63
3.4. أجهزة التوصيف:..... 66
1.3.4. أجهزة التوصيف المورفولوجي (الشكلي): 66
2.3.4. أجهزة التوصيف البنيوي:..... 69
3.3.4. أجهزة التوصيف الوظيفي:..... 75
4.3.4. أجهزة توصيف الخصائص الميكانيكية:..... 77
.4.4 معالجة الغرافيت معالجة كيميائية ليصبح موسع الأبعاد(Expandable Graphene):..... 79
5.4. تحضير عينات أكسيد الغرافين بالطريقة الكيميائية باستخدام طريقة همر:..... 80

6.4. تحضير أكسيد الغرافين المرجَع: 83

7.4. التوصيف مورفولوجي : 86

8.4. التوصيف البنيوي: 89

9.4. دراسة الخواص الكهربائية: 96

10.4. دراسة الخواص البنيوية لعينة أكسيد الغرافين المرجع بالهيدرازين عن طريق تحليل طيف رامان: 99

11.4. تحضير العينات المدروسة: 102

12.4. التوصيف الضوئي: 106

13.4. النمذجة الرياضية: 108

14.4. النتائج: 123

15.4. معالجة الخيوط القطنية بحبر الغرافين: 125

16.4. تطبيق توليد الحرارة: 142

17.4. تطبيق الإضاءة: 146

18.4. تطبيق حساس في دارة كهربائية: 147

19.4. النتائج: 148

20.4. نموذج أول: طلاء بتصميم معين (سخان كهربائي). 149

21.4. التحليل الحراري لدارة السخان الكهربائية المطبوعة بحبر الغرافين: 150

22.4. نموذج ثانٍ: طباعة الشاشة على القماش بحبر الغرافين (طلاء كامل): 155

23.4. طباعة حبر الغرافين على القماش على شكل دارة إضاءة: 161

الفصل الخامس 163

1.5. تمهيد: 164

2.5. نتائج البحث: 164

4.5. التوصيات: 168

5.5. المقترحات: 168

المراجع : 169

ملحق –1– 178

فهرس الجداول

الجدول (1-1-0) ; تطبيقات GO وrGO حسب المعهد البريطاني للمعايير BSI	45
الجدول (4- 1): المواد المستخدمة في العمل المخبري ومواصفاتها.	64
الجدول (4- 2): المواد المستخدمة.	65
الجدول (4- 3): الأدوات والتجهيزات المستخدمة في تحضير العينات.	66
الجدول (4-4): البارامترات المدروسة ومستويات الدراسة لكل بارامتر.	102
الجدول (4-5): قيم المقاومة الكهربائية للخيوط القطنية عند تغير البارامترات المدروسة (الزمن-التركيز-درجة الحرارة)	104
الجدول (4-6): قيم P-Value لجميع المعاملات المستقلة والتأثير المتبادل فيما بينها.	114
الجدول (4-7): طرق الطباعة المختلفة والمواصفات المطلوبة لكل منها.	126
الجدول (4-8): قراءات قوة شد الخيوط قبل وبعد المعالجة بحبر الغرافين.	135
الجدول (4-9): ملخص لنتائج المقارنة بين الخواص البنيوية والكهربائية للخيوط (المسرح-التوربيني-الممشط) المعالجة بحبر الغرافين بطريقة الطلاء السطحي	139

جدول الأشكال.

الشكل(2–1): شريحة الغرافين ثنائية البعد	26
الشكل (2–2): شكل توضيحي للبنى الغرافيتية، a) الفولورين b) انابيب الكربون النانوية	27
الشكل (2–3): رسم توضيحي لبنية أكسيد الغرافين	30
الشكل (2–4): النماذج الأكثر قبولاً لأكسيد الغرافين	31
الشكل (2–5): إرجاع أكسيد الغرافين إلى أكسيد الغرافين المرجَع	32
الشكل (2–6): شكل توضيحي لتحضير الغرافين بالمنهجيتين الصعودية والنزولية	33
الشكل (2–7): تحضير الغرافين وفق طريقة ترسيب الأبخرة الكيميائية	34
الشكل(2–8): الطريقة الكهروكيميائية لتحضير الغرافين ومشتقاته	37
الشكل(2–9): التفاعلات الكيميائية المرافقة للطرائق الكيميائية لتحضير أكسيد الغرافين	39
الشكل (2–10): شكل توضيحي لطريقة Hummer لتحضير أكسيد الغرافين	40
الشكل (3–1): مخطط طرق إرجاع أوكسيد الغرافين	49
الشكل (3–2): طريقة الإرجاع الكيميائي لأكسيد الغرافين	50
الشكل (3–3): تأثير عدد مرات الغمس على المقاومة الكهربائية للخيط المعالج بالغرافين	52
الشكل (3–4): التوصيل الكهربائي للقطن المعالج بأكسيد الغرافين وأكسيد الغرافين المرجع	52
الشكل (3–5): طريقة الغمس والتجفيف لصباغة القماش بأكسيد الغرافين المرجع عن طريق الإرجاع الحراري	53
الشكل (3–6): مخطط الأشعة فوق البنفسجية (UV) لأكسيد الغرفين في أزمنة تفاعل مختلفة	54
الشكل (3–7): صور بواسطة كاميرا IR لليد المعالجة بالسخان الكهربائي القابل للارتداء وذلك عند تشغيل الجهد وإطفاء الجهد 10V	56
الشكل (3–8): مخطط للإرجاع الكهروكيميائي لأكسيد الغرافين المرجع على الخيوط	57
الشكل (3–9): مخطط تأثير عدد مرات الغمس على المقاومة الكهربائية لخيوط البولي أميد المعالجة بحبر الغرافين	58
الشكل (3–10): مخطط لعملية طلاء الخيوط بأكسيد الغرافين وأكسيد الغرافين المرجع	59
الشكل (3–11): التوصيل الكهربائي للقماش القطني المعالج ب17 طبقة من حبر الغرافين لإضاءة ليد, B– مخطط دارة التوصيل الكهربائي	60
الشكل (4–1): صورة لجهاز مجهر القوة الذرية	67
الشكل (4–2) صورة لجهاز المجهر الماسح الالكتروني	68
الشكل (4–3): صورة لجهاز انعراج الأشعة السينية	70
الشكل (4–4): صورة لجهاز الأشعة تحت الحمراء	71
الشكل (4–5): صورة لجهاز الأشعة المرئية – فوق البنفسجية	72
الشكل (4–6): صورة لجهاز تحليل التركيب العنصري	74
الشكل (4–7): صورة لجهاز جهاز الرامان	75
الشكل (4–8): منصة جهاز قياس الناقلية الكهربائية المباشرة DC–σ	76
الشكل (4–9): صورة لجهاز قياس قوة شد واستطالة الخيط	77

الشكل (4–10): صورة لجهاز قياس اللزوجة	78
الشكل(4–11) بوردة الغرافيت المعالجة	80
الشكل (4–12): خطوات تحضير GO باستخدام طريقة همر لأكسيد الغرافين بعد التجفيف والإذابة في الماء المقطر بتركيز $1\ mg/ml$	81
الشكل (4–13): مخطط توضيحي لتحضير أكسيد الغرافين من خلال عملية الأكسدة الكيميائية	82
الشكل (4–14): صورة محلول GO المحضر باستخدام طريقة همر	82
الشكل (4–15):a–هيدرات الهيدرايزين،b–أكسيد الغرافين،c–خلط الهيدرايزين وأكسيد الغرافين،d–وضع الخليط في الاتوكلاف،e– وضع الاتوكلاف في المجففة، f–الغسيل والتجفيف	84
الشكل (4–16): الإرجاع ببورو هيدريد الصوديوم	85
الشكل (4–17): صور AFM ثلاثية (b) وثنائية البعد(2μm×2μm) (a) لسطح أكسيد الغرافين المرجع بالهيدرازين	86
الشكل (4–18): صور AFM ثلاثية (b) وثنائية البعد(a) (2μm × 2μm) لسطح أكسيد الغرافين المرجع ببورو هيدريد الصوديوم	87
الشكل(4–19): صور المجهر الإلكتروني الماسح لأكسيد الغرافين المرجع بالهيدرايزين	88
الشكل(4–20): صور المجهر الإلكتروني الماسح لأكسيد الغرافين المرجع ببورو هيدريد الصوديوم	88
الشكل(4–21): طيف الأشعة تحت الحمراء لأكسيد الغرافين	89
الشكل (4–22): طيف الأشعة تحت الحمراء لأكسيد الغرافين المرجع بالهيدرايزين	90
الشكل(4–23): طيف الأشعة تحت الحمراء لأكسيد الغرافين المرجع ببورو هيدريد الصوديوم	91
الشكل(4–24): مخطط تحليل التركيب العنصري لأكسيد الغرافين المرجع بالهيدرايزين	92
الشكل(4–25): تحليل التركيب العنصري لأكسيد الغرافين المرجع ببورو هيدريد الصوديوم	92
الشكل(4–26): مخطط انعراج الأشعة السينية لأكسيد الغرافين المرجع بالهيدرايزين	93
الشكل(4–27): مخطط انعراج الأشعة السينية لأكسيد الغرافين المرجع ببورو هيدريد الصوديوم	94
الشكل(4–28) طيف الأشعة الفوق البنفسجية لأكسيد الغرافين.	95
الشكل(4–29) طيف الأشعة الفوق البنفسجية لأكسيد الغرافين المرجع بالهيدرازين	95
الشكل(4–30): توضيع النقاط الاربعة من معجونة الفضة الغروية لأكسيد الغرافين المرجع	97
الشكل (4–31): المخطط البياني للجهد والتيار الكهربائي (I–V) الخاص بأكسيد الغرافين بأكسيد الغرافين المرجع بالهيدرايزين	97
الشكل (4–32): المخطط البياني للجهد والتيار الكهربائي (I–V) الخاص بأكسيد الغرافين بأكسيد الغرافين المرجع ببورو هيدريد الصوديوم	98
الشكل(4–33):a–b صور (SEM)لسطح أكسيد الغرافين المرجع بالهيدرازين بمقياس 200nm	99
الشكل(4–34): طيف تحليل التركيب العنصري لعينة أكسيد الغرافين المرجع بالهيدرازين	99

الشكل (4–35) طيف الرامان لأكسيد الغرافين المرجع والهيدرازين وبودرة الغرافيت	101
الشكل (4–36): عملية الإرجاع لأكسيد الغرافين بشكل مباشر على الخيوط القطنية	103
الشكل (4–37): صور (SEM)لسطح الخيط المعالج بأكسيد الغرافين المرجع	107
الشكل (4–38): مخطط تحليل التركيب العنصري للخيط المعالج بأكسيد الغرافين المرجع	108
الشكل (4–39): مخطط باريتو لتأثير مقادير الدخل على المقاومة الكهربائية	110
الشكل (4–40): مخطط تأثير مُعاملات الدخل المستقلة على المقاومة الكهربائية	110
الشكل (4–41): مخطط التأثير المتبادل لمُعاملات الدخل على المقاومة الكهربائية	112
الشكل (4–42): مخطط تنبؤي لقيم المقاومة الكهربائية بالنسبة للمعاملات المدروسة	113
الشكل (4–43): مخطط ثلاثي الأبعاد لسطح الاستجابة للمعاملات المدروسة عند ثبات الزمن	115
الشكل (4–44): مخطط ثلاثي الأبعاد لسطح الاستجابة للمعاملات المدروسة عند ثبات درجة الحرارة	117
الشكل (4–45): مخطط ثلاثي الأبعاد لسطح الاستجابة للمعاملات المدروسة عند ثبات التركيز	117
الشكل (4–46): مخطط ثلاثي الأبعاد لشبكة قيم مجالات المقاومة الكهربائية بالنسبة للمعاملات المدروسة	118
الشكل (4–47): الشكل العام للعلاقة بين المقاومة الكهربائية والمعاملات المدروسة (التركيز–الزمن–درجة الحرارة)	119
الشكل (4–48): تشكيل الكترود من الخيط المعالج بأكسيد الغرافين المرجع	120
الشكل (4–49): قياس التوزع الحراري ضمن الالكترود من خلال الكاميرا الحرارية بالأشعة تحت الحمراء IR	121
الشكل (4–50): علاقة الزمن ودرجة الحرارة بسماكة الطبقات حبر الغرافين المعالج بها الخيط	121
الشكل (4–51): العلاقة بين الزمن ودرجة الحرارة عندما تم تطبيق جهد 20 فولت لمدة 8 دقائق بشكل متناوب (on–off)	122
الشكل (4–52): إزالة المواد الشمعية والشوائب من الخيوط القطنية قبل المعالجة بحبر الغرافين	124
الشكل (4–53): حبر الغرافين بلزوجة مختلفة عند إضافة نسب مختلفة من البوليمر	125
الشكل(4–54): مخطط العلاقة بين اللزوجة وعدد الدورات المطبقة في الثانية	126
الشكل (4–55): A– B: اثناء طلاء الخيوط القطنية بحبر الغرافين. C: الخيوط القطنية بعد المعالجة بحبر الغرافين (التوربيني– الممشط–المسرح)	127
الشكل (4–56): تصميم جهاز لطلاء الخيوط القطنية بطريقة الطلاء السطحي	128
الشكل (4–57): مخطط المقاومة الكهربائية للخيوط القطنية (التوربيني– الممشط –المسرح)	129
الشكل (4–58): مخطط الناقلية الكهربائية للخيوط المعالجة بحبر الغرافين (المسرح – الممشط – التوربيني)	130
الشكل (4–59): المقارنة بين المقاومة الكهربائية للخيط المسرح المعالج بطريقة الطلاء السطحي والخيط المسرح المعالج طريقة الإرجاع على الموقع	131
الشكل(4–60): (a) صورة SEM لشرائح كبيرة من الغرافين على سطح غزل قطني توربيني يبلغ [nm]100 ،(b) صورة SEM لشرائح الغرافين على سطح الخيط التوربيني [nm]200 ،(d–c) صورة SEM لشرائح الغرافين الكبيرة على سطح الخيط التوربيني	132

بمقدار[µm] 1،(e) صورة SEM لشرائح من الغرافين على سطح غزل قطني توربيني بمقدار[µm] 2، (f) صورة SEM لشرائح كبيرة من الغرافين على سطح غزل قطني توربيني[µm] 20	
الشكل (4–61): مخطط تحليل التركيب العنصري(EDS) للخيط التوربيني المعالج بحبر الغرافين	132
الشكل(4–62): (a) صورة SEM لشرائح كبيرة من الغرافين على سطح غزل قطني مسرح بمقياس يبلغ [nm]100 ،(b–c) صورة SEM لشرائح الغرافين على سطح الخيط المسرح بمقياس يبلغ [nm]200 ،(d–e) صورة SEM لشرائح الغرافين على سطح الخيط التوربيني بمقياس يبلغ [µm] 1 ،(f) صورة SEM لشرائح من الغرافين على سطح غزل قطني مسرح بمقياس يبلغ[µm] 20	133
الشكل (4–63): مخطط تحليل التركيب العنصري(EDS) للخيط المسرح المعالج بحبر الغرافين	133
الشكل(4–64): (a) صورة SEM لشرائح من الغرافين على سطح غزل قطني ممشط بمقياس يبلغ [nm]100 ،(b–c) صورة SEM لشرائح الغرافين على سطح الخيط الممشط بمقياس يبلغ [nm]200 ،(d–e) صورة SEM لشرائح الغرافين على سطح الخيط الممشط بمقياس يبلغ [µm] 1 ،(f) صورة SEM لشرائح من الغرافين على سطح غزل قطني ممشط بمقياس يبلغ [µm] 10	134
الشكل (4–65): مخطط تحليل التركيب العنصري(EDS) للخيط الممشط المعالج بحبر الغرافين	134
الشكل(4–66):اختبار قوة الشد للخيوط (المسرح–التوربيني–الممشط) قبل المعالجة وبعد المعالجة بحبر الغرافين	136
الشكل(4–67):المقارنة بين قوة الشد للخيط المسرح المعالج بطريقة الطلاء السطحي والخيط المسرح المعالج طريقة الإرجاع على الموقع	137
الشكل (4–68): علاقة عدد مرات الغسيل مع المقاومة الكهربائية للخيط التوربيني المعالج بالغرافين	138
الشكل(4–69): علاقة عدد مرات الغسيل مع المقاومة الكهربائية للخيط المسرح المعالج بالغرافين	138
الشكل(4–70): علاقة عدد مرات الغسيل مع المقاومة الكهربائية للخيط الممشط المعالج بالغرافين	139
الشكل (4–71): الخيط المعالج بحبر الغرافين على شكل الكترود بأشكال مختلفة	140
الشكل (4–72): صور الكاميرا الحرارية (IR) للخيط المعالج بحبر الغرافين (a–b) الالكترود بأشكال مختلفة.	141
الشكل (4–73): علاقة الزمن ودرجة الحرارة مع سماكة طبقات حبر الغرافين	142
الشكل (4–74): علاقة الزمن ودرجة الحرارة والاستطاعة الكهربائية عند قيم مختلفة للجهد المطبق	143
الشكل (4–75): علاقة الزمن ودرجة الحرارة عند جهد مطبق 20 فولت ولمدة 8 دقائق (on–off)	144
الشكل (4–76): a– مخطط التوصيل الكهربائية للدارة لدارة الإضاءة b–إضاءة اللدات بالخيوط المعالجة بالغرافين c–لغة الكود التي رفعها للمتحكم d– متحكم (Ardoino)	145
الشكل (4–77): دارة الحساس التي تعمل عند انقطاع الخيط المعالج بحبر الغرافين بإصدار منبه الإنذار	146
الشكل (4–78): مخطط التوصيل الكهربائي لدارة الحساس	146
الشكل (4–79): خطوات الطباعة على القماش: تصميم مخطط السخان الكهربائي، b: تنفيذ التصميم وفقًا لـ CNC الذي يتم من خلاله طباعة الحبر على القماش، d: دارة السخان الكهربائية مطبوعة على القماش	147

الشكل (4–80): علاقة الزمن ودرجة الحرارة بسماكةكطبقات حبر الغرافين	149
الشكل (4–81): العلاقة بين الاستطاعة الكهربائية ودرجة الحرارة والزمن والجهد الكهربائي	150
الشكل (4–82): العلاقة بين درجة الحرارة والزمن مع الجهد الكهربائي المطبق لمدة 8 دقائق متقطعة	151
الشكل (4–83): العلاقة بين درجة الحرارة والزمن والمساحة الطولية للالكترود المطبوع بحبر الغرافين على القماش	152
الشكل (4–84): العلاقة بين درجة الحرارة والزمن والمساحة العرضية للالكترود المطبوع بحبر الغرافين على القماش	152
الشكل (4–85): قماش مطبوع بطلاء كامل بحبر الغرافين	153
الشكل (4–86): علاقة الزمن ودرجة الحرارة بسماكة طبقات حبر الغرافين التي تم طلاءها على القماش	154
الشكل (4–87): العلاقة بين الاستطاعة الكهربائية ودرجة الحرارة والزمن والجهد الكهربائي	155
الشكل (4–88): العلاقة بين درجة الحرارة والزمن مع الجهد الكهربائي المطبق لمدة 8 دقائق متقطعة	156
الشكل (4–89): صورة التوزع الحراري على القماش المطبوع بحبر الغرافين من خلال الكاميرا الحرارية	156
الشكل (4–90): العلاقة بين درجة الحرارة والزمن والمساحة الطولية للقماش المطبوع بحبر الغرافين	157
الشكل (4–91): العلاقة بين درجة الحرارة والزمن والمساحة العرضية للالكترود المطبوع بحبر الغرافين على القماش	158
الشكل (4–92) :التوصيلات الكهربائية للدارة الكهربائية المطبوعة بحبر الغرافين على القماش	160
الشكل (4–93): مخطط الدارة الكهربائية	160
الشكل (4–94): تطبيق Android على الهاتف المحمول	160

جدول الاختصارات.

Atomic Force Microscopy	AFM
Fourier-transform Infrared Spectroscopy	FTIR
Graphene Oxide	GO
Reduced graphene oxide	rGO
Reduced graphene oxide by hydrazine	rGO_H
Reduced graphene oxide by borohydride sodium	rGO_B
Scanning Electron microscope	SEM
X-Ray Diffraction	XRD
Ultraviolet-visible Spectroscopy	UV-Vis
Energy dispersive Spectroscopy	EDS

الملخص:

في هذا البحث حُضّر بنجاح حبر الغرافين الموصل للتيار الكهربائي باتباع طريقة جديدة من خلال دمج الطريقة الكيميائية مع الطريقة الهيدروحرارية، والتحكم بنوع المصدر الأساسي لمعامل الإرجاع وهما الهيدرايزين وبورو هيدريد الصوديوم. شخصت العينات المحضرة بنيوياً وضوئياً وكهربائياً باستخدام مجهر القوة الذرية والمجهر الالكتروني الماسح ومطيافية الأشعة تحت الأحمر ومطيافية الأشعة المرئية والفوق البنفسجية ومطيافية الرامان، والتركيب العنصري بواسطة مطيافية تشتت طاقة الأشعة السينية وتحديد المسافة البينية والتوجه البلوري بواسطة انعراج الأشعة السينية، والخصائص الكهربائية بطريقة تسلسل النقاط الأربعة. تم الحصول على شرائح بأبعاد نانوية باختلاف نوع عامل الإرجاع، وأكد كل من التحاليل بواسطة مطيافية الأشعة تحت الحمراء والانعراج السينية ومطيافية الأشعة المرئية والفوق البنفسجية ومطيافية الرامان وتحليل التركيب العنصري الحصول على بصمة مميزة للغرافين المرجع بتلك المادتين، وذلك من خلال انخفاض في شدة قمة زمرة الهيروكسيل وظهور الأشكال التآصلية للكربون، وظهور قمة عند الزاوية $2\theta=23°$ بتوجيه بلوري سائد (002)وغياب للقمة عند الزاوية$2\theta=10°$، وظهور ثلاث قمم رئيسية مميزة لكل من الغرافيت والغرافين المتقشر وهي Dو G و2D ، والتي كانت شدتها أعلى في الغرافين المتقشر، وظهور قمة امتصاص عند الطول الموجي262 نانومتر، ولابد من الإشارة أن هذه الخواص البنيوية والضوئية كانت أفضل عند استخدام الهيدرازين مقارنة مع المرجع بورو هيدريد الصوديوم، وقياساً للناقلية الكهربائية التي كانت أفضل ب10 أضعاف في عينة أكسيد الغرافين المرجع باستخدام الهيدرازين مقارنةً مع إرجاعها من خلال بورو هيدريد الصوديوم.

وبعد الحصول على الغرافين المحضر بجودة بنيوية وكهربائية عالية باستخدام الهيدرازين كعامل مرجع، حضر الحبر بإضافة نسب محددة من بوليمر كربوكسي متيل السيللوز، وتم انتقاء اللزوجة الأمثل للحبر لاستخدامه في معالجة الخيوط والأقمشة. عُولجت الخيوط القطنية بحبر الغرافين بطريقتين مختلفتين وهما طريقة الإرجاع على الموقع وطريقة الطلاء السطحي، وتم أمثلة طريقة الإرجاع على الموقع بمعاملات مختلفة وهي درجة الحرارة وتركيز أكسيد الغرافين

والزمن، وكما تم معالجة 3 أنواع من الخيوط القطنية وهي المسرح والممشط والتوربيني، ووصفت بنيوياً وميكانيكاً وكهربائياً فكانت الخواص الأفضل للخيط التوربيني، وعند مقارنة الخواص الميكانيكية والكهربائية والبنيوية للخيط المسرح المعالج بطريقة الإرجاع على الموقع وطريقة الطلاء السطحي، تبين أن الخيط المعالج بطريقة الطلاء السطحي هو الأفضل. وتم تنفيذ ميكانزم تطبيقي لمعالجة الخيوط القطنية بطريقة الطلاء السطحي. انتهى العمل بطباعة حبر الغرافين على القماش بهدف المقارنة بين الخصائص الحرارية والكهربائية وذلك من خلال إدراج الخيوط والأقمشة المعالجة بحبر الغرافين في عدة تطبيقات كهربائية وحرارية وهي الحساسات وتطبيقات توليد الحرارة وتطبيقات توليد الإضاءة مع التحكم بشدتها.

الكلمات المفتاحية:

أكسيد الغرافين، الهيدرازين، بورو هيدريد الصوديوم، الغرافيت، الخيط.

الفصل الأول

1.1. المقدمة Introduction:

تعد مادة الغرافين من أهم هذه المواد النانوية التي جذبت اهتمام معظم الباحثين، لما لها من خصائص فريدة، تتمتع بها كالمرونة العالية، وخفة الوزن، والسماكة القليلة التي تعادل سماكة ذرة كربون واحدة، والتوصيل الكهربائي، والتوصيل الحراري والصلابة، والنفوذية العالية في المجال المرئي من الطيف الكهرومغناطيسي [2,1].

"ومن المعلوم أن الغرافيت يتكون من شرائح من ذرات الكربون المتموضعة في شبكة سداسية وتتوضع هذه الشرائح فوق بعضها بعض. ما كنا نسلم به، هو أنه لا يمكن عزل شريحة مفردة من هذه المادة، لكن مجتمع الفيزياء كان مذهولاً عندما أعلن Konstantin Novoselov و Andre Geim وزملاؤهما عام 2004 أنه يمكن عزل هذه الشريحة والحفاظ على ثباتها" [3].

وكتبت هذه العبارة في الصفحة الأولى من تقرير لجنة جائزة نوبل في الفيزياء للعام 2010، وتم منح الجائزة في ذلك العام للعالمين Konstantin Novoselov و Andre Geim من جامعة مانشستر البريطانية "لتجاربهما الرائدة في عزل الغرافين المادة ثنائية البعد 2D"، ليكون الغرافين أول مادة بلورية ثنائية البعد مستقرة في درجة حرارة الغرفة.

ويُحضّر الغرافين بطرائق مختلفة من اهمها:

1- الاصطناع الأخضر [4].

2- التقشير الميكانيكي بآلية التمييع الميكانيكي الدقيق(Micro fluidization) [5].

3- التقشير الكهركيميائي [6,7,8].

4- التوضيع بالتبخير الحراري الكيميائي Chemical Vapor Deposition (CVD) [9,10].

5- التقشير الكيميائي (Chemical Exfoliation)[11,12].

وتَكمُن أهمية طريقة التقشير الكيميائي كونها من أهم التقنيات شيوعاً في مجال تحضير الغرافين كونها تقنية بسيطة، وذات تكلُفة منخفضة، وغير معقّدة، بالإضافة إلى إمكانية إنتاج كميات كبيرة من الغرافين، ولا تحتاج إلى درجات حرارة عالية.

يواصل العالم مسيرته الثابتة نحو عصر الذكاء الاصطناعي، والروبوتات، وشبكات الاستشعار اللاسلكية، وإنترنت الأشياء (IOT) والبيانات الضخمة [13]، وابتكار طرق لتصنيع الدوائر الالكترونية المرنة القابلة للارتداء المستخدمة في الملابس الذكية (E−Textile)، التي تقدم وظائف معقدة استنادًا إلى المكونات النشطة التي من شأنها أن تتطور لتصبح جهاز كمبيوتر كامل ويمكن ارتداؤه في مرحلة ما في المستقبل [14]. ومن أجل تصنيع هذه المنسوجات الإلكترونية، عادةً ما يتم تطوير الأحبار الموصلة واستخدامها لتغليف الأقمشة الذكية المفردة أو المنسوجات الكاملة.

ويتم استخدام المكونات التالية لإنشاء هذه الأحبار:

1) مادة الحشو الموصلة: التي يمكن أن تكون جسيمات نانوية معدنية، أو غير معدنية أو كليهما، والتي تحدد الموصلية الكلية للحبر.

2) المادة اللاصقة: هي عادة مادة بوليمرية وتنظم توزيع الحبر والتصاق السطح والدقة واللزوجة والتجانس.

3) المذيب: هو وسيط يمكن أن تذوب فيه مادة الحشو الموصلة (جسيمات نانوية، أو معدنية، أو كليهما)، ويمكن دمج الحشو بشكل موحد [15,16].

ويحاول العلماء في مراكز البحث العلمي (Graphene center) حول العالم تحضير الغرافين ومشتقاته والاستفادة من خواصها الفريدة لإدراجها في العديد من التطبيقات المختلفة، التي تبدأ من الدوائر الالكترونية المرنة[17] ، والخلايا الشمسية والفضاء[18] ، لذلك سنقدم في هذه الأطروحة إسهاماً في مجال تحضير مشتقات الغرافين، وبالتحديد أكسيد

الغرافين المرجّع Reduced Graphene Oxide، ومن ثم تطبيقه في معالجة الخيوط القطنية لجعلها ناقلة للكهرباء وإدراجها في التطبيقات المختلفة.

2.1. الإشكالية البحثية the research problem:

على مدى العقود القليلة الماضية (من عام1990)، جرت مساعٍ حثيثة في مجالات العلوم والهندسة لتطوير أنواع جديدة ومحسنة للمنتجات النسيجية الناقلة للكهرباء، إلا أن هذه المواد تعاني من عيوب عديدة، تتمثل بعدم الثباتية لعمليات الغسيل وأنها غير مرنة بشكل كافٍ لاستخدامها في عدة أشكال. كما أن الأقمشة الذكية القائمة على الأحبار المعدنية تتطلب درجات حرارة عالية، وهذا يحد من استخدامها مع أنواع مختلفة من النسيج والخيوط. كما أن تكلفتها عالية وعملية تصنيعها ملوثة للبيئة، وغير خضراء، وعليه ظهرت الحاجة الفعلية لإنتاج منتجات نسيجية جديدة تكون موصلة للتيار الكهربائي. وتقوم بتلافي عيوب ومساوئ الأقمشة الذكية الناقلة للكهرباء، والقائمة على الأسلاك النحاسية، أو الأحبار المعدنية.

وهنا ظهرت المادة المثالية لتقنيات المستقبل، ألا وهي مادة الغرافين تلك المادة التي تم اكتشافها في بداية القرن الواحد والعشرين، ولقبت بمادة القرن الواحد والعشرين لما تمتلكه هذه المادة من مزايا موصلية كهربائية وحرارية عالية تفوق موصلية النحاس، بالإضافة إلى قوتها العالية التي تفوق قوة الألماس، كذلك المرونة العالية، والصلابة التي تفوق صلابة الفولاذ ب 300 مرة، بالإضافة إلى خواصه الالكترونية، وكونه صديق للبيئة، وفي ظل صراع العصر بين الجودة والتكلفة في المواد المستخدمة في صناعة المنسوجات الذكية، فقد تم في هذا البحث دراسة إمكانية تغطية الخيوط والأقمشة النسيجية بحبر الغرافين للحصول على قماش ناقل للكهرباء [16,17].

مع إجراء اختبارات ميكانيكية على الخيوط والأقمشة الناتجة، ومناقشة النتائج وذلك بعد التطور الكبير في صناعة الغرافين، واستخداماته الواسعة في شتى مجالات الصناعة والتقانة.

3.1. مبررات البحث Justifications for the research :

- التنافس العالمي حول إنتاج الغرافين بأقل عدد من الطبقات.
- إنتاج حبر ناقل للكهرباء.
- الوصول للطريقة المثلى لبناء لزوجة مثلى لمادة البوليمير المستخدم كعامل ملين ومانع للترسيب طبقات الغرافين في محلول الطباعة من دون التأثير السلبي لنقل للكهرباء.
- الحاجة للتكنولوجيا الكهربائية مع المرونة والمتانة العالية.
- تزايد الطلب على هذه الخيوط المعالجة بالغرافين، بسبب خصائصها الممتازة، وقلة تكاليف إنتاجها، وتوفر المادة الأولية بشكل واسع.
- معالجة الخيوط بالغرافين من أجل الحصول على الخيوط الناقلة للكهرباء ومولدة للحرارة، التي تستخدم كمنسوجات ذكية قابلة للارتداء والتي تستخدم في مختلف التطبيقات الصناعية والتقنية.

4.1. خطوات البحثSteps of the research :

1) إجراء دراسة معمقة عن آلية تصنيع الغرافين بطرائق مختلفة، وتطبيقاته الواعدة في العديد من المجالات.

2) إجراء التجارب العملية للحصول على حبر الغرافين والتي تتضمن:

- دراسة متغيرات عملية التقشير الكيميائي للحصول على أكسيد الغرافين.
- دراسة متغيرات عملية استخلاص مجموعات الأوكسجين لجعله ناقلاً للكهرباء.

3) توصيف فيزيائي للغرافين المحضر.

4) دراسة عملية التغطية للخيوط والأقمشة النسيجية بحبر الغرافين للحصول على خيوط وأقمشة ناقلة للكهرباء.

5) إجراء اختبارات ميكانيكية على الخيوط المعالجة بالغرافين، بهدف دراسة الجدوى الاقتصادية.

6) التوصل للنتائج ومناقشتها.

7) كتابة الاطروحة والنشر.

5.1. مناهج البحث وأدواتهResearch Methodologies and Tools :

- **منهج البحث:**

يعتمد البحث أسلوب المنهج العلمي الوصفي التجريبي، من خلال دراسة عملية التغطية للخيوط والأقمشة النسيجية بحبر الغرافين للحصول على خيط وقماش ناقل للكهرباء.

- **أدوات البحث:**

أدوات مخبرية وأجهزة توصيف كمجهر القوة الذرية، وجهاز قياس الناقلية الكهربائية، وجهاز مطيافية الأشعة تحت الحمراء، وجهاز مطيافية الأشعة الفوق بنفسجية، وجهاز المفاعل الحرارري(الاتوكلاف) في قسم الفيزياء/كلية العلوم جامعة دمشق–وجهاز المجهر الإلكتروني الماسح، وجهاز مطيافية الرامان، وجهاز تحليل التركيب العنصري في جامعة (shahrood University of technology) في طهران/ إيران– وجهاز قياس اللزوجة، وجهاز قياس قوة الشد في مركز الاختبارات الصناعية/دمشق.

- **الجهات المستفيدة:**

بعض الشركات مثل شركة الساحل للغزل التابعة للمؤسسة العامة للصناعات النسيجية، وشركات الألبسة الجاهز.

6.1. هدف البحثResearch Objective :

يهدف هذا البحث إلى الأمور الآتية:

1- تصنيع الغرافين الناقل للكهرباء بطرائق بسيطة:

- الطريقة النزولية: التقشير الكيمائي حيث يتم تحضير أكسيد الغرافين GO بالطريقة الكيميائية التقليدية Hummer's method.
- دراسة عملية استخلاص مجموعات الأوكسيجين في أكسيد الغرافين للحصول على أكسيد الغرافين المرجع (rGO) من أجل جعله ناقلاً للكهرباء.

2- توصيف الغرافين بنيوياً بواسطة المجاهر الالكترونية، ومطيافية جهاز رامان، ومطيافية جهاز الأشعة تحت الحمراء وجهاز مطيافية الأشعة الفوق البنفسجية، وجهاز انعراج الأشعة السنية، وجهاز قياس الناقلية الكهربائية.

3- دراسة طرائق تغطية الخيوط والمواد النسيجية بحبر الغرافين الناقل للكهرباء.

4- توصيف فيزيائي وميكانيكي وكهربائي للخيط المعالج بالغرافين من أجل إدراجه في مختلف التطبيقات.

5- إجراء اختبارات ميكانيكية على الخيوط المعالجة بالغرافين بهدف دراسة الجدوى الاقتصادية.

6- التوصل للنتائج ومناقشتها.

7- كتابة الاطروحة والنشر.

الفصل الثاني

1.2. تمهيد:

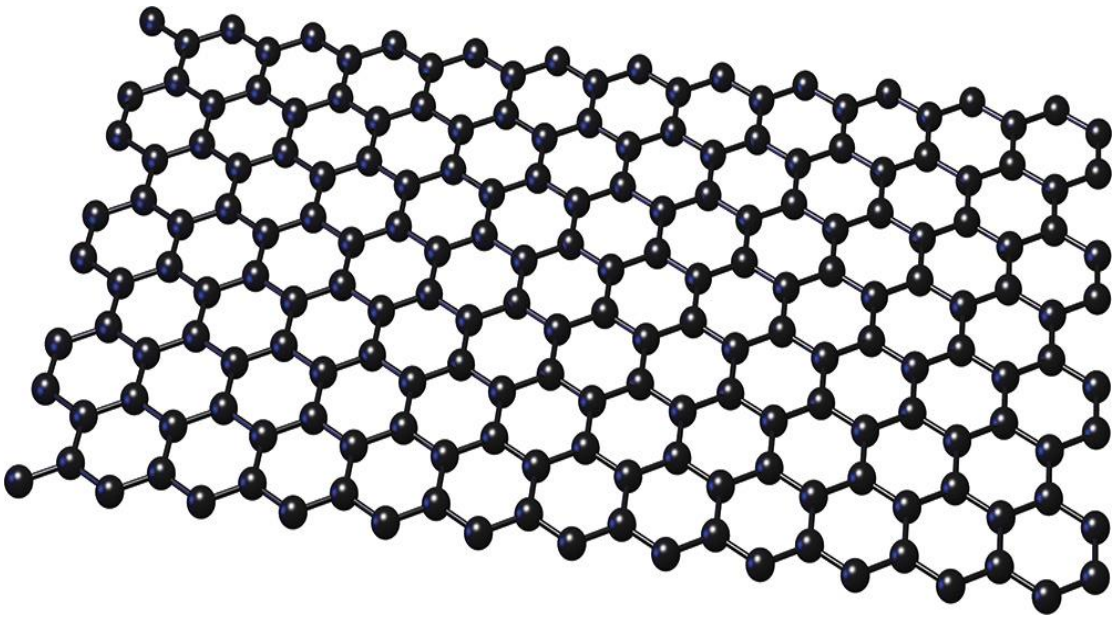
في هذا الجزء سوف نتعرف على مادة الغرافين، وطرق تصنيعها المختلفة، وأهم خصائصها المميزة، التي جعلتها مادة القرن الواحد والعشرين. كما سيتم التطرق للتطبيقات المتنوعة في مختلف المجالات، خاصةً في الأقمشة القابلة للارتداء والمستخدمة لأداء وظائف كهربائية وفيزيائية متنوعة.

2.2. الغرافين Graphene:

تم تخصيص هذا القسم للحديث بشكل مفصل عن مادة الغرافين وطرائق تحضيرها وخواصها ومشتقاتها، وبالتحديد أكسيد الغرافين وأكسيد الغرافين المرجَع وخواصهما، وطرائق الحصول على كل منهما. وللسهولة يمكن أن نطلق مصطلح مشتقات الغرافين على أكسيد الغرافين وأكسيد الغرافين المرجَع.

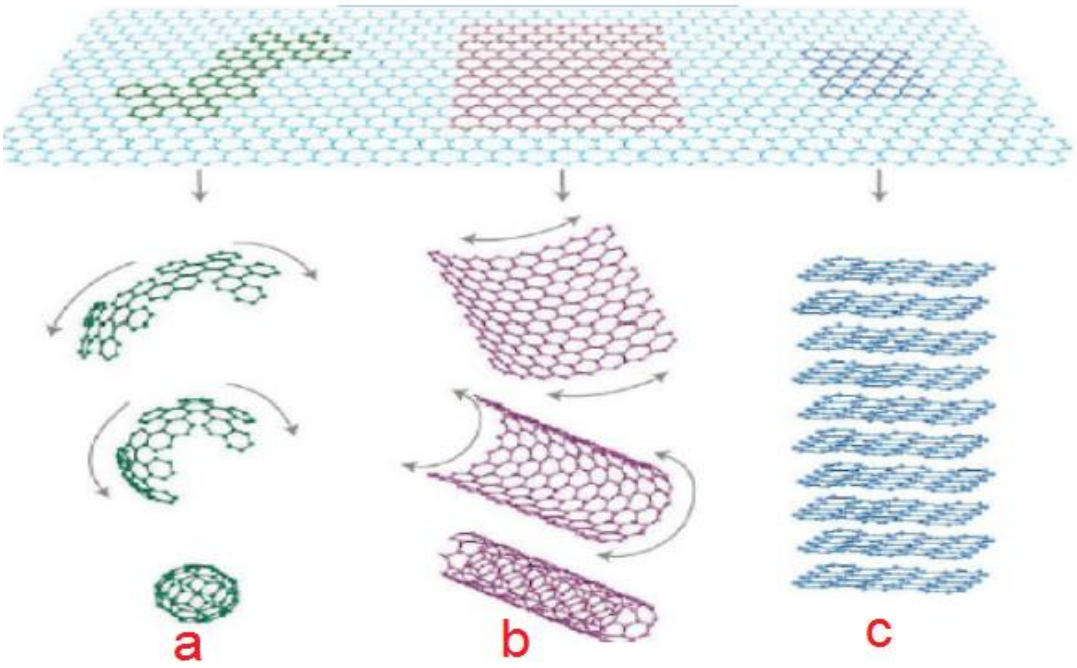
1.2.2. الغرافين:

يعدّ الغرافين أحد الأشكال التآصلية للكربون، أي يتألف من طبقة ذرية واحدة مسطحة من ذرات الكربون. كما في الشكل (2−1) ذات التهجين sp^2 ، حيث أن (s) هو المدار الأساسي والأقل طاقة في ذرة الكربون ويتسع لاستيعاب ما يصل إلى 2 إلكترون، وكما أن (p) هو المدار الثانوي ويأتي بعد المدار S في الطاقة ويتسع لاستيعاب ما يصل إلى 6 إلكترونات، وتكون هذه ذرات مرصوفة في شبكة ثنائية البعد (2D) two−dimensional على هيئة سداسيات شبيهة بخلية العسل [19].



الشكل (2-1): شريحة الغرافين ثنائية البعد [19].

ونظرياً يمكن عدّ الغرافين حجر البناء الأساسي للبنى الغرافيتية الأخرى الموضحة في الشكل (2-2)، عند طيّ شرائح الغرافين، يمكن حصول على الفولورين fullerene، أو أنابيب الكربون النانوية carbon nanotube، وعند تكديسها، يتشكل ما يسمى الغرافيت graphite [20].



الشكل (2-2): شكل توضيحي للبنى الغرافيتية، a) الفولورين b) انابيب الكربون النانوية[20] .

2.2.2. الغرافيت Graphite:

كان الاعتقاد السائد في الأوساط العلمية أنه لا يمكن أن توجد مواد ثنائية البعد 2D مثل الغرافين ثابتة ترموديناميكياً في درجة حرارة الغرفة، وذلك وفق ما يطرحه Landau and Peierls في الثلاثينيات من القرن العشرين [20].

وبقيت فكرة عزل طبقة أحادية من الغرافين عملية مستحيلة لعقود عديدة، حتى عام 2004 عندما قام Geim and Novoselov [21] بنشر طريقة جديدة وبسيطة لتقشير الغرافيت باستخدام شريط لاصق وفق القشر الميكرو ميكانيكي micromechanical cleavage.

ونتيجة لهذا العمل، فقد تم في عام 2010 منح جائزة نوبل للفيزياء للعالمين جيم ونوفوسيلوف Geim and Novoselov، وذلك لعملهما التجريبي الرائد في أبحاث الغرافين، واستطاعا تقشير الغرافيت ميكانيكياً حتى الوصول

إلى طبقة أحادية الذرة (الغرافين) الثابتة ترموديناميكياً في درجة حرارة الغرفة، وقد كان هذا هو الاثبات التجريبي الأول على وجود الطبقات الذرية ثنائية البعد [21].

ويعتقد أن أول عزل تجريبي للغرافين كان عام 1962 على يد بوم Boehm et al وزملائه، لكنه لم يكن ثابتاً كيميائياً بالإضافة إلى عدم القدرة على التوصيف الدقيق للمادة المحضرة، هذا ويعدّ بوم Boehm أول من اشتق اللفظ غرافين عام 1986 [22].

أما الورقة البحثية الأولى التي حملت في عنوانها لفظ الغرافين، فقد نشرت عام 2004 من قبل بريغير Berger et al وزملائه، تحت عنوان" الغرافيت فائق الرقة والطريق نحو الإلكترونيات النانوية القائمة على الغرافين" [23].

3.2.2. خصائص الغرافين Graphene properties :

1. الخصائص البنيوية:

ذرات الكربون في الغرافين ذات تهجين sp^2، ترتبط كل ذرة كربون بثلاث ذرات مجاورة بروابط من النوع σ، ما يخلق شبكة من الحلقات السداسية (شبكة خلية العسل honeycomb lattice).

أما المدارات p غير المهجنة، فتتوضع بشكل عمودي على الشبكة، مما يخلق نطاقاً من النوع $\pi-\pi$ الذي يعطي الشبكة البلورية طابعها العطري [24]. وإن البعد بين ذرات الكربون في شريحة الغرافين حوالي $0.142\ nm$، في حين يبلغ البعد بين طبقات الغرافين في الغرافيت حوالي $0.35\ nm$.

2. الخصائص الكيميائية:

تمنح البنية ثنائية البعد 2D ذرات الغرافين ومشتقاته قدرة على المشاركة في التفاعلات الكيميائية من الوجهين، كما يمكن تطعيم الغرافين بذرات أخرى. والمعروف أن العيوب البلورية – الثقوب في الشبكة – التي ترافق الغرافين في أثناء التحضير، تعد مصدراً آخر للتفاعلات الكيميائية للغرافين [25].

والغرافين النقي غير قابل للذوبان في معظم المذيبات، ويتفكك قبل الانصهار[24] .

ويصعب التعامل مع الغرافين للحصول على البنية المطلوبة، للحصول على طبقة مستقرة من الغرافين يجب توضيعها على ركيزة صلبة [26]، وعند التموضع فإن هذه الطبقات تعاني من انحناءات أو تتكدس فوق بعضها بعض بفعل تأثيرات الرابطة $[\boldsymbol{\pi - \pi}]$ والتأثيرات الكارهة للماء hydrophobic interactions [19]. كما أن الغرافين النقي يظهر تقبلاً ضعيفاً للتفاعل مع الجزيئات الصغيرة والبوليميرات [27]، ما يحد من إمكانية استخدامه في المواد المركبة في حال لم يتم ربط ذراته مع زمر وظيفية.

وانطلاقاً من هذه العوامل، فإنه للاستفادة من خواص الغرافين واستخدامه في التطبيقات المختلفة، لا بد من تعديل الخواص السطحية والبنيوية لشرائح الغرافين، وذلك عن طريق ارتباط ذرات الكربون مع زمر وظيفية تعدل من الخواص الميكانيكية والضوئية والكيميائية للغرافين. إلا أنها تضعف من ناقليته الكهربائية والحركية الالكترونية، ما يعني ضرورة اختيار التشكيل المناسب لمادة الغرافين حسب التطبيق المطلوب.

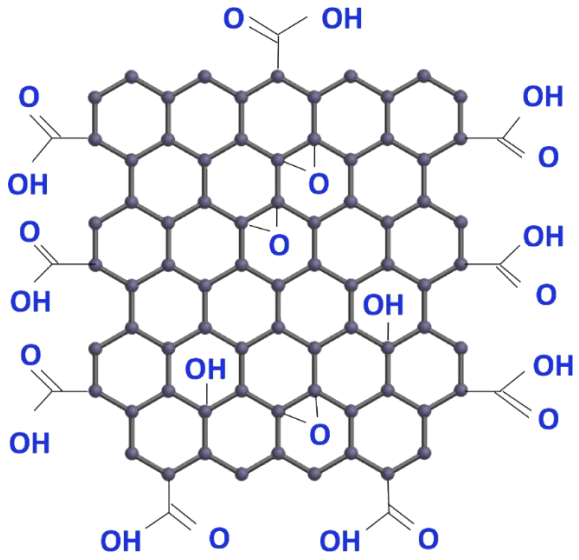
3. الخصائص الفيزيائية:

إن الخصائص الميكانيكية والكهربائية والحرارية غير الاعتيادية للغرافين، تجعله مادة مثيرة للاهتمام البحثي، وقد تصل الناقلية الحرارية للغرافين أحادي الطبقة عند درجة حرارة الغرفة إلى $[W\ mK^{-1}]$5300، التي تمثل حوالي عشرة أضعاف الناقلية الحرارية للنحاس. أما ميكانيكياً، فيعد الغرافين من أقوى المواد الموصفة المعروفة، ويصل عامل يانغ (مقياس صلابة المادة) للغرافين إلى حوالي واحد تيرا باسكال $[TPa]$ 1 [28].

وتزيد الحركية الإلكترونية في الغرافين عن $[cm^2V^{-1}s^{-1}]$ 15000 ، وذلك في درجة حرارة الغرفة، أما بالنسبة للخواص الضوئية، فإن الغرافين يعطي شفافية تصل إلى [%]97 من أجل الطول الموجي $[nm]$ 550 [28].

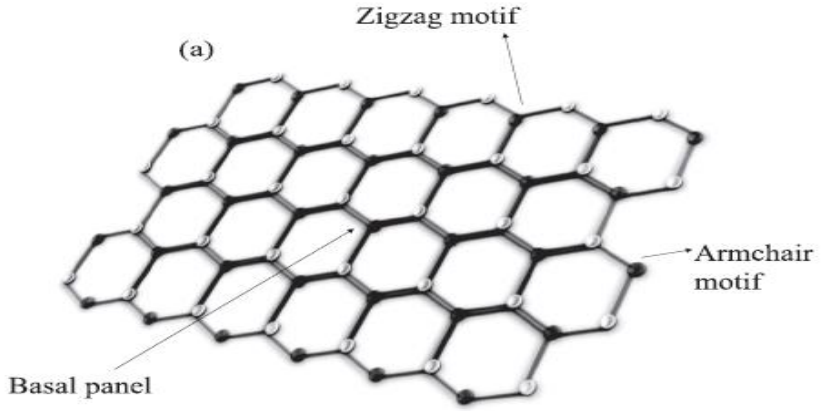
3.2. أكسيد الغرافين (Graphene Oxide):

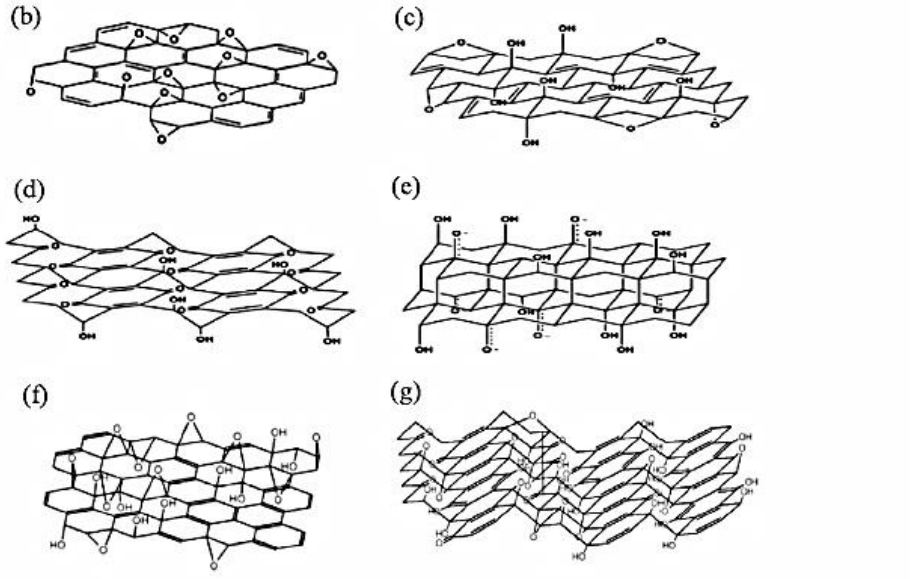
أكسيد الغرافين GO هو أحد مشتقات الغرافين الغني بالوظائف الأكسجينية على سطحه وعلى حوافه (الشكل 2-3)، ويحوي على وظائف الهيدروكسيل hydroxyl والإبوكسيد epoxide على سطحه، في حين تتوضع وظائف الكربوكسيل والكربونيل على حواف الشرائح[29] .



الشكل (2-3): رسم توضيحي لبنية أكسيد الغرافين [29].

إن GO مركب مكون من الكربون والهدروجين والأكسجين، وهو مركب ذو بنية غير ستيكيومترية non-stoichiometric، وهذا يعني أنه لا يملك تركيبة كيميائية ثابتة، مما يؤدي إلى حدوث تباين في الخصائص والتركيب البلوري لأكسيد الغرافين، حيث أنها تختلف باختلاف توزع ذرات الأكسجين على الشبكة الكربونية، ويعتمد ذلك بشكل كبير على طريقة تحضيره [29]. نتيجة لذلك، تم تقديم عدة نماذج لبنية GO، والنماذج الأكثر قبولاً يوضحها الشكل (2-4) [30].

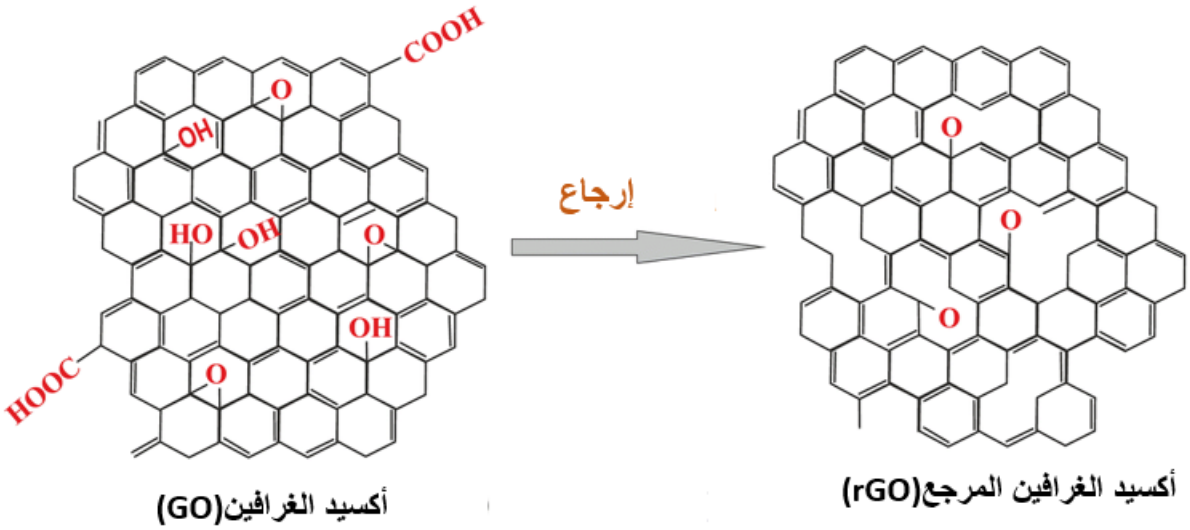




الشكل (2-4): النماذج الأكثر قبولاً لأكسيد الغرافين a) بنية الغرافين النقي، b) نموذج Hofmann، c) نموذج Ruess، d) نموذج Scholz-Boehm، e) نموذج Nakajima-Matsuo، f) نموذج Lerf-Klinowski.[30]

وإن عملية الأكسدة القوية المتبعة في الطريقة الكيميائية للحصول على GO تتسبب في وجود عيوب بنيوية structural attributes في بنية GO، ما يؤثر في الخواص الفيزيائية للمادة.

لاستعادة بعض خواص الغرافين فإنه يمكن تحويل GO إلى أحد المشتقات الأخرى للغرافين، وهو أكسيد الغرافين المرجَع rGO (2-5) وذلك عبر الإرجاع بطرق فيزيائية، أو كيميائية، للحصول على rGO بنسبة (C/O)، تقع بين 6:1 إلى 8:1 [31].

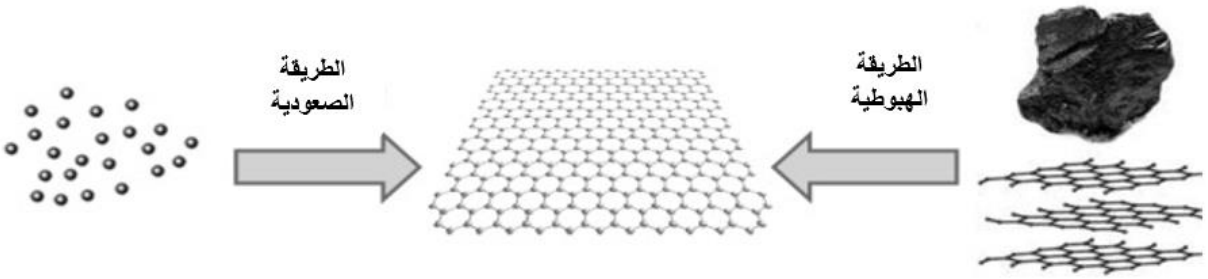


الشكل (2-5): إرجاع أكسيد الغرافين إلى أكسيد الغرافين المرجَع[31] .

4.2. طرائق تحضير الغرافين ومشتقاته Methods of Graphene Preparation and its Derivatives:

تماماً كغيره من المواد الهندسية النانوية، فإنه عند تحضير الغرافين ومشتقاته، يجب أخذ النقاط الآتية بالحسبان: التكلفة التنافسية، الجودة والنقاوة العالية [32].

ولذلك سنركز في هذه الفقرة على طرائق التصنيع والمقارنة بينها من حيث هاتين النقطتين وإن تحضير الغرافين يتم من خلال منهجيتين رئيسيتين، هما: المنهجية الصعودية bottom–up ، والمنهجية النزولية top–down الموضحان في الشكل (2–6).



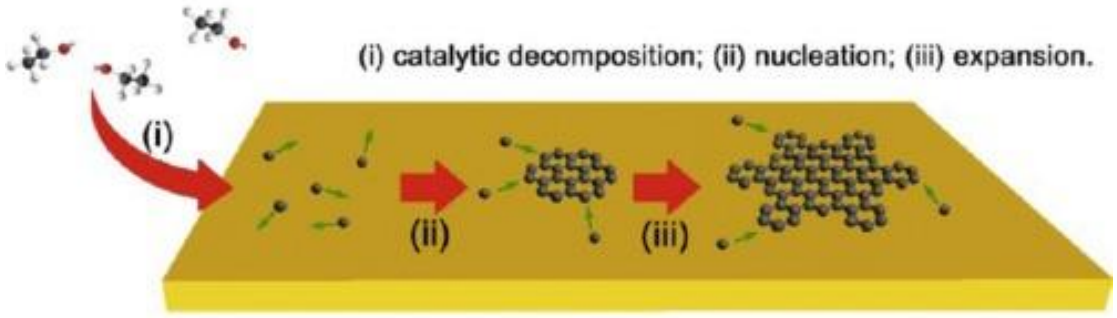
الشكل (2–6): شكل توضيحي لتحضير الغرافين بالمنهجيتين الصعودية والنزولية [32].

والطرائق النزولية تعتمد على الغرافيت كمادة ابتدائية، ويتم عزل طبقات الغرافيت عن بعضها. وبشكل عام فإن معظم هذه الطرائق تنتج مواد، يمكن تطويرها والتعديل عليها بشكل كبير. كما أنها لا تحتاج لمعدات متطورة أو ذات تكلفة عالية، لكنها تواجه العديد من الصعوبات مثل عدم القدرة على إنتاج كميات تجارية، كما أن المواد الناتجة تعتمد في تركيبها بشكل كبير على الغرافيت الابتدائي المستخدم، وتتضمن هذه الطريقة عمليات تنقية وغسيل من أجل الحصول على الغرافين.

وفي حين تعتمد الطرائق الصعودية على مصادر أخرى غير الغرافيت، وتكون المواد الابتدائية، هي مواد غازية غالباً حاوية على الكربون. وعلى الرغم من أن هذه الطرائق تنتج مواد غرافين بمساحة كبيرة وخالية من العيوب تقريباً إلا أنها تعاني من التكلفة العالية، والحاجة لأجهزة وبنى تحتية متطورة ولكنها لا تتطلب عمليات غسيل وتنقية مقارنة بالطريقة النزولية.

1.4.2. الطرائق الصعودية bottom− up

A. توضيع الابخرة الكيميائي Chemical Vapor deposition(CVD):



الشكل (2−7): تحضير الغرافين وفق طريقة ترسيب الأبخرة الكيميائية [33].

في هذه الطريقة (الشكل 2−7) تستخدم غازات هيدروكربونية مثل الميثان CH_4 أو الأسيتيلين (C_2H_2)، الإيثيلين C_2H_4 ، ومواد الكتلة الحيوية الأخرى ضمن جو من الهدروجين في درجة حرارة مرتفعة تصل إلى[C^{O}] 1000 لترسيب ذرات الكربون على ركيزة معدنية (مثل النحاس أو النيكل) [33].

وتلعب الركيزة دور المحفز أيضاً، حيث أنه عند ملامسة جزيئات الغاز السطح الساخن للمحفز المعدني، تتفكك جزيئات الغاز إلى الهدروجين والكربون، ومن ثم تتوضع ذرات الكربون على السطح المعدني وفق بنية الغرافين[34] .

وتنتج هذه الطريقة (توضيع الأبخرة الكيميائي) الغرافين بجودة عالية مع عيوب منخفضة وبنية شديدة الترابط ومساحة كبيرة للشرائح.

ومع ذلك، فإن لها عيوبًا، مثل تكلفة الإنتاج المرتفعة، وانخفاض الإنتاجية، والحاجة إلى تقنيات إضافية إلى إزالة المحفز المتبقي، ونزع الغرافين، ونقله إلى ركائز أخرى [35]، وعادة تكون هذه الركائز بوليميرية.

B. النمو التنضيدي Expitaxial growth:

تعتمد طريقة النمو التنضيدي على التحلل الحراري لركيزة من كربيد السيليكون SiC في درجة حرارة مرتفعة بحدود $1200 - 1600\ [C^O]$ في جو من غاز خامل تؤدي درجة الحرارة المرتفعة بمفعول جول إلى تسامي السيليكون الذي تبلغ درجة حرارة انصهاره$[C^O]$ 1100 تاركاً ذرات الكربون التي تتجمع وفق بنية الغرافين [36]، من مساوئ هذه الطريقة، التجهيزات المتقدمة التي تحتاجها، ومن ثم الكلفة المرتفعة للإنتاج، بالإضافة إلى المردود المنخفض.

هناك العديد من الطرائق الأخرى غير واسعة الاستخدام مثل:

C. الطور الغازي الخالي من الركيزة (SFGP) Substrate–free gas–phase:

تعد هذه الطريقة جديدة نسبيًا لتحضير الغرافين، على الرغم من قلة الأبحاث المنشورة حولها، من خلال الطور الغازي دون وجود أي ركائز [37].

ويتم نقل خليط الهباء الجوي من الإيثانول السائل وغاز (Argon gas) إلى بلازما مولدة بالميكروويف في الظروف الجوية. ويتكون الغرافين عندما تتبخر قطرات الإيثانول وتتفكك في منطقة البلازما على مدى فترة زمنية قدرها[Sec] 1 [38].

وتم إنتاج ما يقرب من $[mg/min]$ 2 من الغرافين بهذه العملية من $[mg/min]$ 164 من تغذية الإيثانول حسب التجارب التي أجراها Zhang وزملاؤه [39].

D. التحضير العضوي كلياً Total organic synthesis :

في التخليق العضوي الكلي، يتم تصنيع الغرافين بناءً على الخصائص الفريدة للهيدروكربونات العطرية متعددة الحلقات (PAHs)، وغالباً ما توصف الهيدروكربونات العطرية متعددة الحلقات على أنها جزء من الغرافين ثنائي الأبعاد، يتكون من الكربون sp^2 نظراً لحجمها الهيكلي الذي يقع بين المراحل الجزيئية والجزيئية الكبيرة [40]، وتتمثل الخطوة الرئيسية في هذه العملية في اختيار السلائف المناسبة، لتقديم إنتاجية عالية، وجودة عالية من الغرافين عبر مسار تفاعل بسيط.

2.4.2. الطرائق النزولية To-down:

A. التقشير الميكانيكي Mechanical exfoliation:

الطريقة الأولى التي تم تحضير الغرافين بواسطتها هي التقشير الميكانيكي، ويتم في هذه الطريقة تقشير قطعة من الغرافيت ذات الجودة البلورية العالية باستخدام شريط لاصق بواسطة لصقه على الغرافيت وانتزاعه ليترك خلفه عدداً من طبقات الغرافين. ومن ثم تعاد العملية على الطبقات الموجودة على الشريط اللاصق، وهكذا إلى أن نحصل على طبقة واحدة فقط من الغرافين التي أعطت عينات فائقة الجودة ولكن بكميات منخفضة بحيث لا يمكن استخدامها لإنتاج كميات تجارية، في التقشير يجب التغلب على قوى فاندر فالس التي تربط بين الطبقة الأولى والثانية، وذلك من دون الإخلال بالقوى التي تربط بين الطبقات التالية مما يوفر الحصول على طبقة مفردة.

B. فك الأنابيب النانوية الكربونية(CNT):

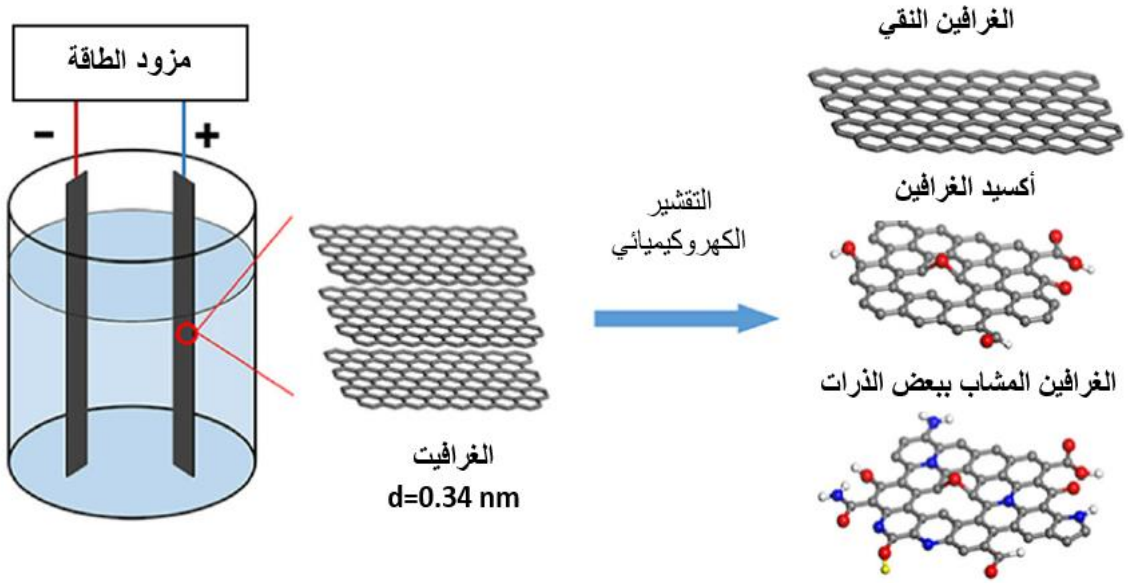
يتضمن فتح أو فك الأنابيب النانوية الكربونية قطع الهيكل الأسطواني ليأخذ الشكل المسطح الذي هو الغرافين أحادي الطبقة أو ثنائيها أو قليل الطبقات. بشكل عام. ويتطلب فك الأنابيب النانوية الكربونية معدل إجهاد مرتفع لكسر الرابطة C – C إما في الاتجاه المحوري أو الطولي [41]. ومن مساوئ هذه الطريقة هو المردود المنخفض والتخريب الكبير الذي يصيب بعض أنابيب الكربون في أثناء الفك، كما أنها غير مجدية اقتصادياً.

C. التقشير الكهروكيمياوي(Electrochemical exfoliation):

تعد طريقة التقشير الكهروكيمياوي طريقة حديثة لتصنيع الغرافين ومشتقاته وفق المنهجية النزولية، وذلك لما تقدمه من ميزات كونها عملية بسيطة ذات تكلفة منخفضة. ويمكن إلى حد ما التحكم بشروط التجربة تغيير خواص المادة الناتجة حتى الوصول إلى المادة المطلوبة [42].

العناصر الأساسية في الطريقة الكهروكيميائية:

العناصر الأساسية في هذه الطريقة هي: المساري المستخدمة electrodes ، والكهرليت السائل liquid electrolytes، ومنبع الطاقة الكهربائية power supply.



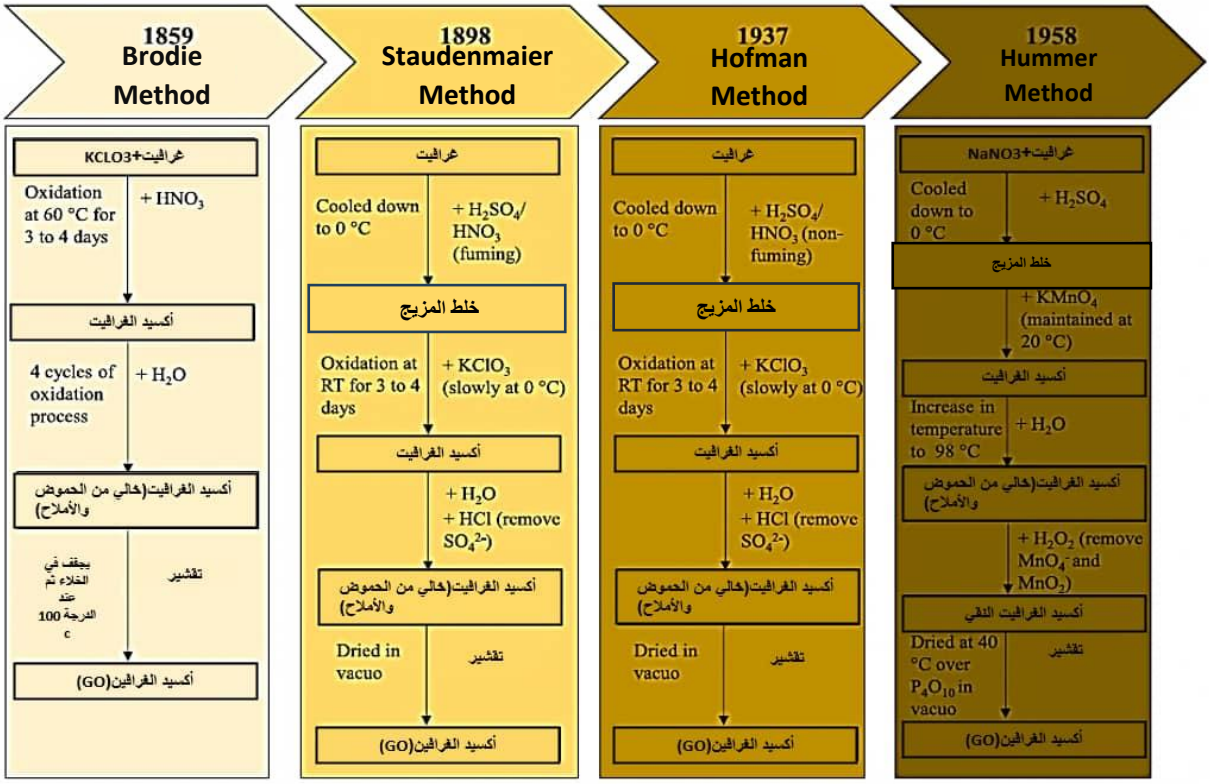
الشكل(2-8): الطريقة الكهروكيميائية لتحضير الغرافين ومشتقاته [42].

الغرافيت المستخدم في مسرى العمل، يمكن أن يكون على شكل قضيب أو رقائق أو مسحوق مضغوط أو أوراق الغرافيت. أما مسرى العمل، فيمكن أن يكون هو المسرى السالب وفيه تهاجم الأيونات الموجبة مسرى العمل أو المسرى الموجب وذلك حسب الكهرليت المستخدم، حيث يتم توصيل الجهاز بالتيار الكهربائي ووضع الغرافيت سطح الجهاز ثم يتم تغميس جزء من مادة الغرافيت في المحلول الكهروكيماوي بواسطة الكهرباء المارة من خلاله، وتتفاعل المواد الكيميائية في المحلول مع مادة الغرافيت فيتم تقشيرها إلى أكسيد الغرافين تحت تأثير التيار الكهربائي، ثم تكرر العملية للحصول على جودة بالتقشير، ثم يتم إرجاع أكسيد الغرافين بطرق الإرجاع الكيميائية او الحرارية للحصول على الغرافين كما هو موضح في الشكل(2-8).

وإن شروط التجربة من حيث اختيار المادة الابتدائية والكهرليت المستخدم بالإضافة إلى فرق الكمون ومدة التجربة، جميعها تؤدي دوراً كبيراً في خواص الغرافين الناتج ومردوده، وكون هذه الطريقة بدأت بالانتشار الواسع خلال السنوات القليلة الماضية، فإن الأبحاث ما زالت تجري للوصول إلى أفضل الشروط التي تختلف حسب خواص الغرافين المطلوب خاصة أن هناك عدة مساوئ لهذه الطريقة، فقد يؤدي تطبيق التيار الكهربائي إلى عيوب بسطح المادة الناتجة وتآكل، وبالتالي تغير بالخواص الفيزيائية للمادة الناتجة وأيضاً النفايات الصلبة والسائلة التي تخلفها هذه الطريقة واستخدام مواد وتجهيزات باهظة الثمن في بعض الأحيان للحصول على الخواص المطلوبة .

D. الطريقة الكيميائية لتحضير أكسيد الغرافين(Chemical exfoliation):

تعتمد الطريقة الكيميائية لتحضير أكسيد الغرافين GO على طريق التقشير المؤكسد للغرافيت. وتاريخياً هناك أربع طرق رئيسية لتحضير GO. وتشمل طرائق Brodie وStau– denmaier وHofmann وHummers. ويوضح الشكل (2–9) التفاعلات الكيميائية المرافقة لكل طريقة من هذه الطرائق [43].

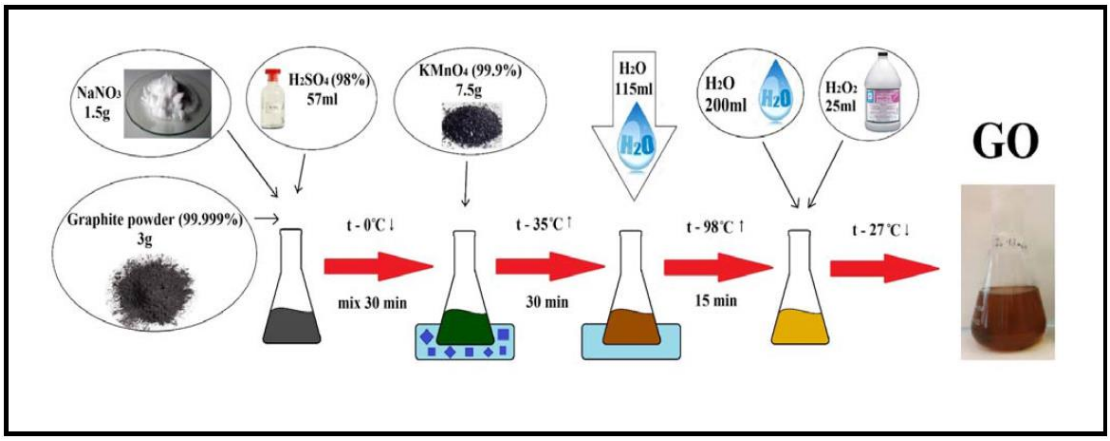


الشكل (2−9): التفاعلات الكيميائية المرافقة للطرائق الكيميائية لتحضير أكسيد الغرافين [43].

تتم هذه التفاعلات في درجة حرارة دون[C^{O}] 100، ومن المستحسن أن تكون درجة الحرارة منخفضة نسبياً للحفاظ على تكلفة الإنتاج المنخفضة. ومن مساوئ هذه الطرائق في التحضير هي إنتاج غازات سامة مثل أكاسيد النتروجين NO_2 وN_2O_4 خاصة في طريقة (Brodie) [44]، وبعضها كطريقة (Stau− denmaier وHofmann) تنتج غازات قابلة للانفجار مثل ثاني أكسيد الكلور (ClO_2).

5.2. طريقة (همرHummers) لتحضير أكسيد الغرافين:

الطريقة الأكثر استخداماً من بين الطرق الأربع آنفة الذكر، هي طريقة Hummers (2−10)، كونها الأسرع والأكثر أماناً نسبيًا وعلاوة على ذلك، فإنه لا ينتج عنها غازات قابلة للانفجار مثل ثاني أكسيد الكلور (ClO_2).



الشكل (2−10): شكل توضيحي لطريقة Hummer لتحضير أكسيد الغرافين [45].

حيث يلاحظ من الشكل (2−10) يتم خلط الغرافيت مع نترات الصوديوم، ضمن محلول من حمض الكبريت ضمن حمام ثلجي، ثم يتم إضافة برمنغنات البوتاسيوم، فيتحول لون المحلول للون الأخضر الذي يدل على حصول الأكسدة، ثم يتم إضافة الماء المقطر لتبريد الخليط، وأخيراً يتم إضافة الماء الأكسجيني من أجل إيقاف التفاعل ويتحول بذلك المزيج للون الأصفر، ثم يتبع ذلك عمليات غسيل وتنظيف للحصول على محلول أكسيد الغرافين ذو اللون البني.

ومع الاستخدام الكبير لطريقة Hummers، أدخلت عليها تعديلات عديدة، يهدف معظمها للوصول إلى الطريقة الأكثر أماناً والأقل أثراً في البيئة، على سبيل المثال، ألغت الطريقة المحسّنة improved Hummers استخدام $NaNO_3$، وبالتالي خفضت تكلفة الإنتاج وكانت أقل ضرراً بالبيئة [45].

وتؤدي أكسدة الغرافيت إلى زيادة المسافة بين طبقات الغرافيت من $[nm]$ 0.335 إلى حوالي $[nm]$ 0.600 أو أكثر نتيجة لإنتاج مركبات من تقشير الغرافيت [46].

وتضعف قوى فان درفالس التي تربط طبقات الغرافين ببعضها بعض ضمن الغرافيت. ويمكن أن ينتج أكسيد الغرافين GO عن طريق التقشير اللاحق بواسطة تطبيق الأمواج فوق الصوتية في مذيبات قطبية مناسبة [49]، كالماء، أو الإتيلين غليكول، أو غيرها من المذيبات العضوية القطبية.

ومزايا هذه الطريقة هي:

1-المردود المرتفع من شرائح الغرافين.

2- يمكن التحكم ببارامترات عملية الأكسدة والإرجاع من خلال اختيار تراكيز معينة من المؤكسدات والمرجعات ودرجات الحرارة للحصول على أعلى جودة من التقشير.

3-لا تحتاج إلى تجهيزات ضخمة.

5- منخفضة التكلفة.

6-لا تحتاج إلى درجات حرارة عالية.

6.2. أكسيد الغرافين المرجَع(rGO):

إن بنية أكسيد الغرافين هي عبارة عن شبكة من ذرات الكربون $(C-C)$ ذات التهجين sp^2 ، بالإضافة إلى نسبة تصل إلى 55% من ذرات الكربون المرتبطة بالأكسجين $(C-O)$ ذات التهجين sp^3 أو الروابط $C=O$ ، إن وجود هذه الروابط القطبية يمنح أكسيد الغرافين إمكانية الانحلال في المذيبات القطبية لكنه في الوقت نفسه، يخفض من الناقلية الكهربائية بشكل كبير جداً، ما يعني خسارة إحدى أهم خواص الغرافين [47].

وإن إزالة معظم هذه الوظائف الأكسجينية من بنية أكسيد الغرافين، يعطينا ما يسمى بأكسيد الغرافين المرجَع rGO، ويعيد للمادة ناقليتها الكهربائية بشكل ملحوظ. ويمكن استغلال هذه النقطة في تحضير مواد مركبة بوليميرية ناقلة للتيار الكهربائي[48] .

ويمكن إرجاع أكسيد الغرافين بطرق كيميائية أو حرارية أو ضوئية أو كهروكيميائية، ويجب أن تحقق الطريقة المستخدمة في الإرجاع عدة نقاط، أهمها:

1. البنية الأقرب إلى الغرافين النقي من ذرات الأكسجين بشكل كامل، وذلك للحصول على خواص الغرافين المميزة.

2. التكلفة المنخفضة.

3. عدم انطلاق غازات ومخلفات سامة.

4. إمكانية الاستخدام لإنتاج كميات كبيرة [49].

7.2. تطبيقات الغرافين ومشتقاته:

يعِد الغرافين بتطبيقات ضخمة في مجال الصناعات الإلكترونية، والاتصالات، والتجهيزات الطبية، وغيرها من المجالات.

إنّ ناقلية الغرافين الفائقة للكهرباء والحرارة، جعلت منه المادة الأساسية المخطط لاستخدامها في جميع الصناعات الإلكترونية القادمة، فناقلية الغرافين الكهربائية تزيد على ناقلية السيليكون المستخدم حالياً في كل المعالجات الحاسوبية، فباستبدال السيليكون بالغرافين في المعالجات الحاسوبية، ستزيد سرعتها من 10 إلى 20 مرة، أي ستبلغ سرعة المعالجات التيرا هرتز [50].

كما يستفاد من الخواص الميكانيكية للغرافين كالقساوة وقابلية الطي، في صنع إلكترونيات قابلة للطي ومقاومة للكسر. كما أنّ شفافية الغرافين بالإضافة إلى الخاصتين السابقتين، تجعل الأجهزة الالكترونية المستقبلية تتمتّع بالشفافية والمتانة وقابلية الطي.

1.7.2. الإلكترونياتElectronics :

يدخل الغرافين في تصنيع العديد من الأجهزة الالكترونية، ويستخدم حالياً في تصنيع ترانزستور التأثير FET [49]، كما يستخدم rGO في الحساسات الكيميائية[51] ، الحساسات الكهروكيميائية[52] . ويدخلrGO كبديل عن (ITO) وهو اختصار لـ Indium Tin Oxide، وهو نوع من الزجاج الموصل الشفاف، ويتكون ITO من طبقة رقيقة من أكسيد القصدير والإنديوم، و(FTO)وهو اختصار لـ Fluorine–doped Tin Oxide، وهو نوع آخر من الزجاج الموصل الشفاف حيث يتكون FTO من طبقة رقيقة من أكسيد القصدير المطعم بالفلورين، الذي يستخدم في صناعة المساري الشفافة transparent electrode [53]، وحالياً تستخدم العديد من الشركات الغرافين في تصنيع الخلايا الشمسية والديودات المصدرة للضوء LEDs.

2.7.2. تخزين الطاقةEnergy storage :

تتميز المواد المركبة النانوية ذات مادة التقوية rGO بمساحة سطح عالية بالإضافة إلى الناقلية الكهربائية الجيدة، ما يجعلها مناسبة للاستخدام في المكثفات الفائقة وبطاريات الليثيوم أيون ذات سعة التخزين العالية والمولدات النانوية Nanogenerators.

3.7.2. تنقية المياهWater purification :

تم اكتشاف أن المواد المركبة من الغرافين قادرة على السماح لجزئيات الماء بالعبور ومنع الأيونات الثقيلة [54]، ذلك حسب المادة الرابطة المستخدمة، لذلك يستخدم الغرافين بشكل واسع حالياً في مجال تنقية المياه. وفي عام 2011 استخدم مبدأ التناضح العكسي باستخدام مواد مركبة تحوي GO لتنقية المياه [54]. كما تم في عام 2015 تحقيق تنقية المياه بنسبة 95% باستخدام أوراق الغرافين، وحالياً تدخل مشتقات الغرافين بشكل فعلي في مجال أجهزة تنقية المياه.

4.7.2. التطبيقات الطبيةMedical applications :

تستخدم مشتقات الغرافين على نطاق واسع في مجال الصناعات الطبية الحيوية، يدخل في أنظمة التوصيل الدوائي drug delivery system، والتعويضات الطبية، وعلاج الأورام السرطانية.

5.7.2. امتصاص الأمواج الراديويةRadio wave absorption :

إن طبقات الغرافين المرسبة على ركائز زجاجية قادرة على امتصاص الأمواج الراديوية ضمن المجال $[GHz]$ $125 - 165$ ، وحالياً يستعمل الغرافين في طلاءات الأسطح والنوافذ لمنع تداخل الأمواج الراديوية [55].

يوضح الجدول (1−1) تطبيقات مشتقات الغرافين GO وrGO في عدد من القطاعات الهندسية، والبيئية، والطبية وذلك حسب المعهد البريطاني للمعايير BSI.

جدول (2-1) : تطبيقات GO وrGO حسب المعهد البريطاني للمعايير BSI [56].

الحساسات 1.الحساسات الكهروكيميائية(rGO). 2. الحساسات الكيميائية (GO). 3. حساسات الأمواج الميكروية(rGO). 4. حساسات الانفعال Strain sensors(rGO)	**تخزين الطاقة** 1. المدخرات(rGO). 2. المكثفات فائقة السعة(rGO). 3. مدخرات الهدروجين(rGO).
تحويل الطاقة 1. خلايا الوقود(rGO). 2. الخلايا الشمسية(rGO). 3. المولدات النانوية(rGO).	**المواد المركبة** 1. المواد المركبة الهيكلية Structural composites (GO). 2. المواد المركبة الناقلة للتيار الكهربائي (rGO). 3.المواد المركبة البوليمرية منخفضة النفوذية . (GO). 4. المواد المركبة المضادة للحريق(GO).
البيئة 1. تنقية المياه(GO). 2. التحفيز الضوئي(rGO).	**الطب الحيوي** 1.ارتفاع الحرارة المفرط Hyperthermia (GO). 2. التوصيل الدوائي(GO). 3. الحساسات البيولوجية(GO). 4. الأطراف الصناعية(GO).
الالكترونيات 1. الشاشات المرنة(rGO). 2. الترانزستورات(rGO). 3. الإلكترونيات عالية التواتر(rGO). 4. الإلكترونيات الدورانية Spintronics. (rGO)	**الالكترونيات الضوئية والبصريات** 1. المستشعرات الضوئية(rGO). 2. المعدلات البصرية Optical modulators(rGO). 3. الليزر(rGO).

6.7.2. تقنيات الأجهزة القابلة للارتداء Wearable device technologies :

مادة الغرافين مرنة جدًا، ما يجعلها مثالية لتقنيات الأجهزة القابلة للارتداء. وقد قام باحثون من معهد العلوم الضـــوئية في Institute of Photonic Sciences إسـبانيا بدمج الغرافين في لاصـقة أي فيلم مرن حسـاس للأشـعة فوق البنفسـجية ملحقة بالجلد مثل التقنيات التي قد تسـاعد في الإسـعافات الأولية، وكانت طبقة الغرافين الموجودة بالداخل حساسة للغاية، ويمكنها قياس معدل ضربات القلب وأكسجين الدم على الجلد، بالإضافة إلى نسبة التعرض للأشعة فوق البنفسجية، ما يوفر نظاماً مصغراً لمراقبة الصحة.

كما تم إضافة الغرافين إلى الأحذية الذكية عن طريق دمج خيوط معالجة بالغرافين في هيكل الأحذية والتي تكون قادرة على الاستشعار والتفاعل مع التغيرات في درجات الحرارة، مما يتيح لها التحذير من خطر الحرارة الزائدة، وكما يوجد نعل مزود بالخيوط المعالج بالغرافين مستخدم في جامعة كامبريدج، لمراقبة توزيع الضغط في القدم وتحليل الأداء الرياضي، وكما يعمل على تحسين توزيع الضغط على الأقدام وتقليل الضغط الزائد على مناطق معينة، مما يساعد في تقليل آلام القدم وتحسين الأداء الرياضي، وتكون هذه التقنيات مفيدة لمرضى السكري وأيضًا لأولئك الذين يمارسون الرياضة ويرغبون في تحسين أدائهم والحد من إصابتهم بآلام القدم [56].

الفصل الثالث

الدراسات المرجعية

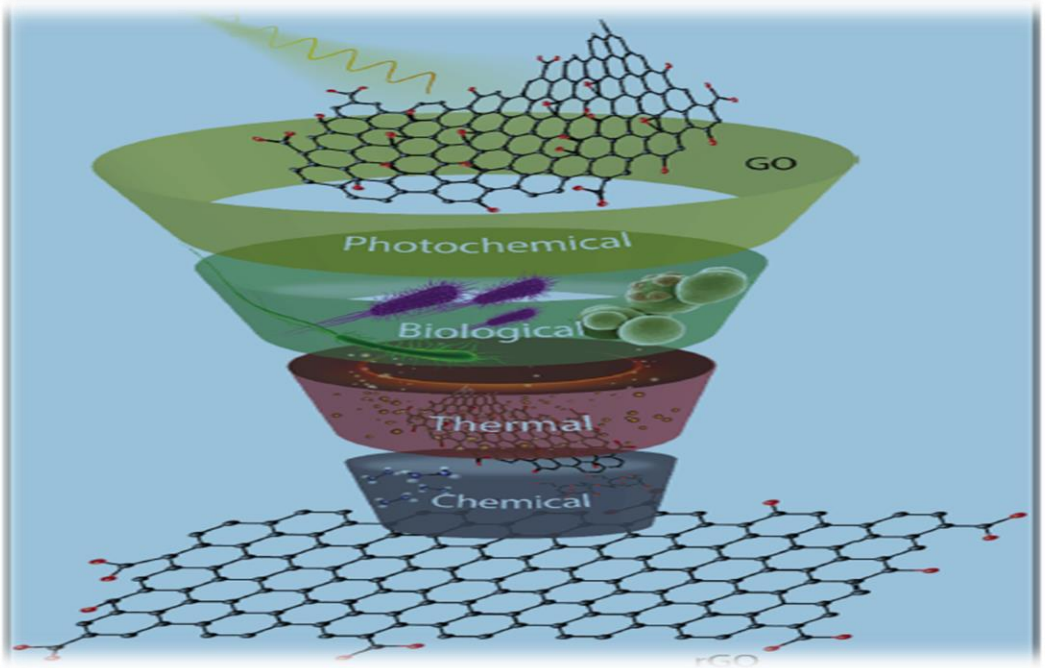
1.3. تمهيد:

تضمنت الدراسات المرجعية أولاً تطبيقات تصنيع حبر الغرافين بشكل عام وخصائصه وطرقه، ثم التركيز على الطريقة الكيميائية لإنتاج أكسيد الغرافين. كما تم التركيز على طرق إرجاع أكسيد الغرافين الكيميائية والحرارية، وجرى تناول دراسات مرجعية حول عملية معالجة الخيوط بحبر الغرافين بطريقة الإرجاع على الخيط وبطريقة الطلاء السطحي، وتم ذكر دراسات مرجعية حول تطبيقات الغرافين في القطاع النسيجي ومعالجة الأقمشة به، بهدف المقارنة بين الخصائص الحرارية والكهربائية في حال معالجة الخيوط والأقمشة بحبر الغرافين.

2.3. الدراسة الأولى: دراسة بعنوان: استراتيجيات إرجاع أكسيد الغرافين –مراجعة شاملة:

تناول الباحث **(Vipul.A)** في مقالته في عام 2021 أساليب مختلفة لإنتاج شرائح الغرافين النقية لإمكانية استخدامه في تطبيقات متنوعة، وذلك من خلال أنواع مختلفة من المرجعات، لإنتاج الغرافين العالي الجودة وبناقلية كهربائية عالية: (كالمرجعات الكيمائية، وتم استخدام مركب الهيدرايزين، المرجعات النباتية (كالشاي الأخضر)، والكائنات الدقيقة(البكتيريا)، والإرجاع الحرارية، والإرجاع الضوئية، والإرجاع الكهربائي).

وتبين أن أكسيد الغرافين المرجع الذي يتم الحصول عليه باستخدام الإرجاع الكيميائي لأكسيد الغرافين من خلال مركب الهيدرايزين ($N2H4 \cdot H2O$) أكثر تشابهاً مع الغرافين من حيث الخصائص الإلكترونية والكهربائية العالية الجودة. كما أن الإرجاع الحراري، يؤدي للحصول على شرائح الغرافين المرجعة ذات الخصائص الحرارية والكهربائية الجيدة لمختلف التطبيقات [57] .



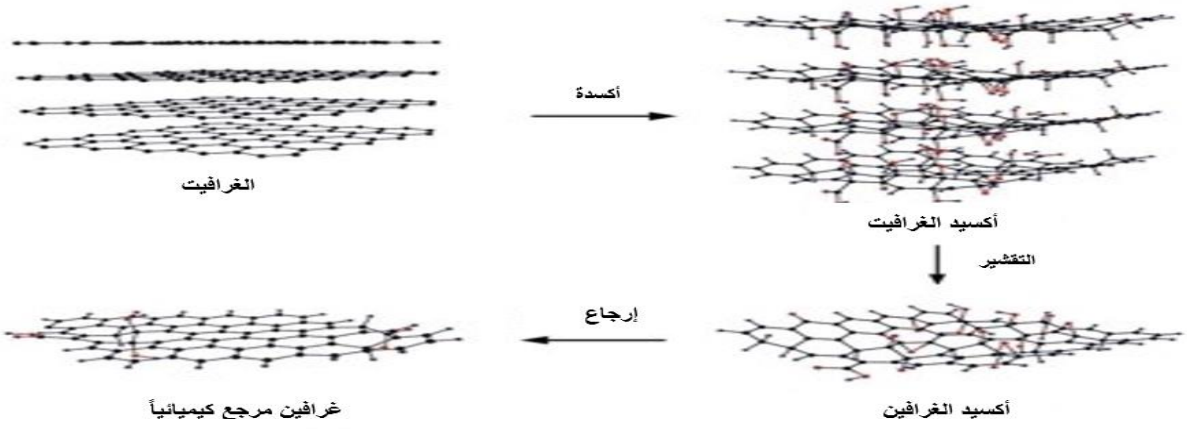
الشكل (3-1): طرق إرجاع أكسيد الغرافين. [57]

3.3. الدراسة الثانية استراتيجيات إنتاج وتطبيقات أكسيد الغرافين:

تناول الباحثون (**Kumar.R, Singh.P Singh**) في عام 2016 الطرق المبتكرة لإنتاج مواد الغرافين بما فيها التقشير الميكانيكي، والترسيب الكيميائي للبخار، والإرجاع الكيميائي لأكسيد الغرافيت، والإرجاع الحراري، والإرجاع بالليزر، طريقة فك ضغط الأنابيب النانوية الكربونية، من أجل استخدامه في نطاق واسع من التطبيقات مثل: توليد وتخزين الطاقة، والأجهزة البصرية، والأجهزة الالكترونية والفوتونية، والطاقة، وأجهزة الاستشعار الكيميائية والحيوية.

كما أنهم أشاروا إلى أهمية الغرافين في التطبيقات الآتية: المكثف، والتطبيقات البيولوجية، وتطبيقات الخلايا الشمسية، وتطبيقات أجهزة الاستشعار الحيوي.

كما تم ذكر طرق إرجاع مختلفة لأكسيد الغرافين منها: الإرجاع الكيميائي، والإرجاع الحراري، والإرجاع بالليزر حيث أن طرق الإرجاع الكيميائي بمادة الهيدرازين ومادة البوروهدريد الصوديوم، كانت أفضل من الطرائق الأخرى من حيث الخواص الكهربائية والبنيوية، في حين أن الإرجاع الحراري بأشعة الليزر يكون مفيداً إلى حد معين لأنه عند درجات الحرارة العالية، يتم التخريب في بنية الغرافين [58] .



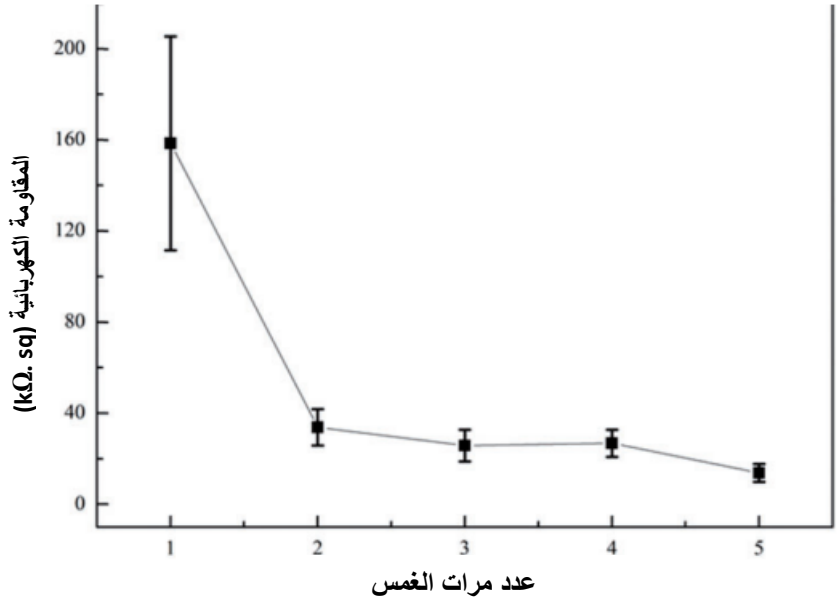
الشكل (3-2): طريقة الإرجاع الكيميائي لأكسيد الغرافين [58]

4.3.الدراسة الثالثة: تحسين الموصلية الكهربائية للقطن عن طريق معالجته بأكسيد الغرافين المرجع :

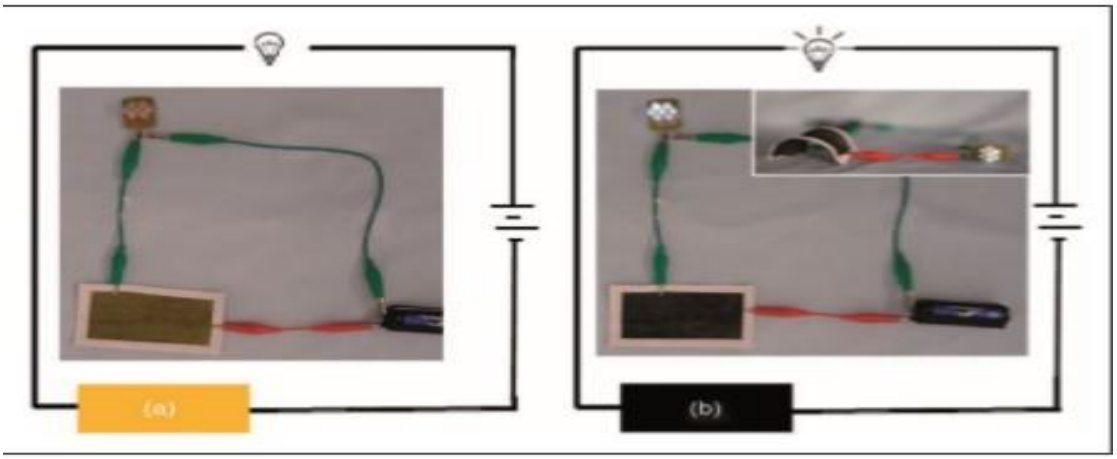
تناول الباحثون(**Shan.H, Binjie.X**) في عام 2018 تحضير نسيج قطني موصل كهربائياً بطريقة «الغمس والتجفيف» باستخدام معالجة القطن بأكسيد الغرافين المرجع بالهيدرازين. حيث تم طلاء نسيج القطن بعامل الهيدروسيلان قبل المعالجة بأكسيد الغرافين المرجع من أجل امتصاص كمية أكبر من أكسيد الغرافين الذي يرتبط بشكل مباشر مع المجموعات الوظيفية لعامل الاقتران الهيدروسيلان الوظيفي (KH−560)، فيعزز من قوة الارتباط بين أكسيد الغرافين والنسيج، التي أدت إلى زيادة خصائص متانة النسيج، ثم تم طلاء النسيج القطني بأكسيد الغرافين من خلال غمس القماش القطني بمحلول أكسيد الغرافين الممدد بتراكيز مختلفة [%] (0.4_0.6_0.8_1)، ثم تم إضافة الهيدرازين [ml] 150 من أجل حدوث عملية الإرجاع لأكسيد الغرافين، وذلك تحت درجة حرارة $95^{O}C$ وزمن [h] 5، يليها التجفيف بدرجة حرارة $80^{O}C$ خلال [h] 24.

أظهرت النتائج التجريبية أن الموصلية الكهربائية كانت الأمثل عند تركيز أكسيد الغرافين [%]0.8. كما أن الموصلية الكهربائية للنسيج، كانت أعلى بعد خمس دورات غمس بمحلول أكسيد الغرافين، حيث انخفضت المقاومة الكهربائية من160 KΩ إلى 40 KΩ عند الغمس للمرة الخامسة في محلول أكسيد الغرافين، كما هو موضح في الشكل(3−3)، وبذلك جرى تحسين خصائص المتانة والمرونة والموصلية الكهربائية من خلال معالجة القطن بالغرافين[59] .

ويلاحظ من الشكل (3−4) التوصيل الكهربائي لإثبات الناقلية الكهربائية للقماش المعالج بحبر الغرافين، ففي الصورة (a) تم التوصيل الكهربائي للقماش المعالج بأكسيد الغرافين بدون إرجاع، فلوحظ عدم إضاءة الليد نتيجة المقاومة الكبيرة لأكسيد الغرافين، في حين أضاء الليد في الصورة (b)عندما تم التوصيل الكهربائي للقماش المعالج بأكسيد الغرافين المرجع الناقل للكهرباء.



الشكل (3-3): تأثير عدد مرات الغمس على المقاومة الكهربائية[59].

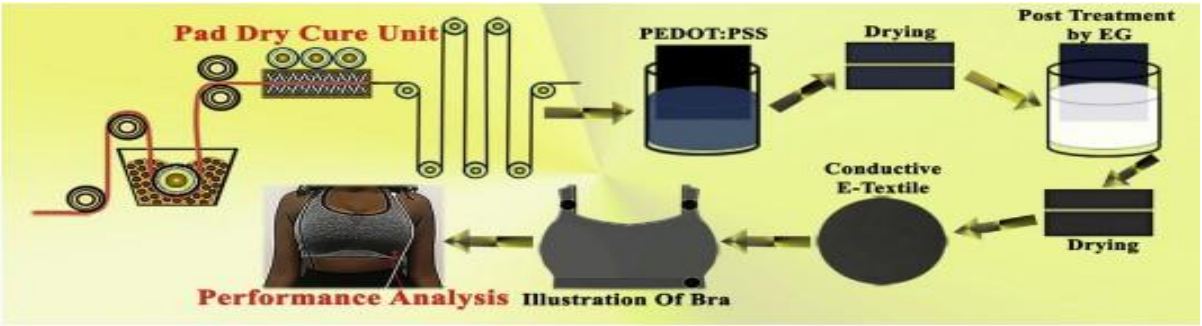


الشكل (3-4): التوصيل الكهربائي للقطن المعالج:a – بأكسيد الغرافينb- أكسيد الغرافين المرجع بالهيدرازين[59] .

5.3.الدراسة الرابعة: حمالة صدر رياضية مرنة وقابلة للغسل مصنعة من الغرافين.

قام الباحثون (**Shathi.M.A, Chen.M, Khoso.N.A and others**) في عام 2020 بتصنيع منسوجات بأقطاب عالية التوصيل ومرنة وقابلة للغسيل قائمة على الغرافين من خلال طريقة <<الغمس والتجفيف>> ، حيث تم صباغة القماش القطني في محلول من أكسيد الغرافين [mg](12.5_2.5) المذاب في [ml] 250 من الماء المقطر تحت درجة[C^O] 90 لمدة [min] 20 ، وعند[C^O]140، [h] 2−3 ، وجرى تحقيق الإرجاع الحراري لأكسيد الغرافين المصبوغ على القماش بمساعدة الأشعة فوق البنفسجية، وبعد ذلك تم تكرار العملية 10−12 مرة، من أجل الحصول على أكسيد الغرافين المرجع بجودة عالية، ومن ثم تم تجفيف مادة النسيج تحت درجة حرارة عادية تبلغ[C^O] 60 بعد كل دورة صباغة حتى تحققت الموصلية الكهربائية المطلوبة على النسيج حيث انخفضت المقاومة الكهربائية من [MΩ]3.5 إلى [KΩ] 400، و عندما تم إضافة بوليمير (PEDOT:PSS)، أدى بدوره إلى انخفاض المقاومة الكهربائية إلى [kΩ]50.

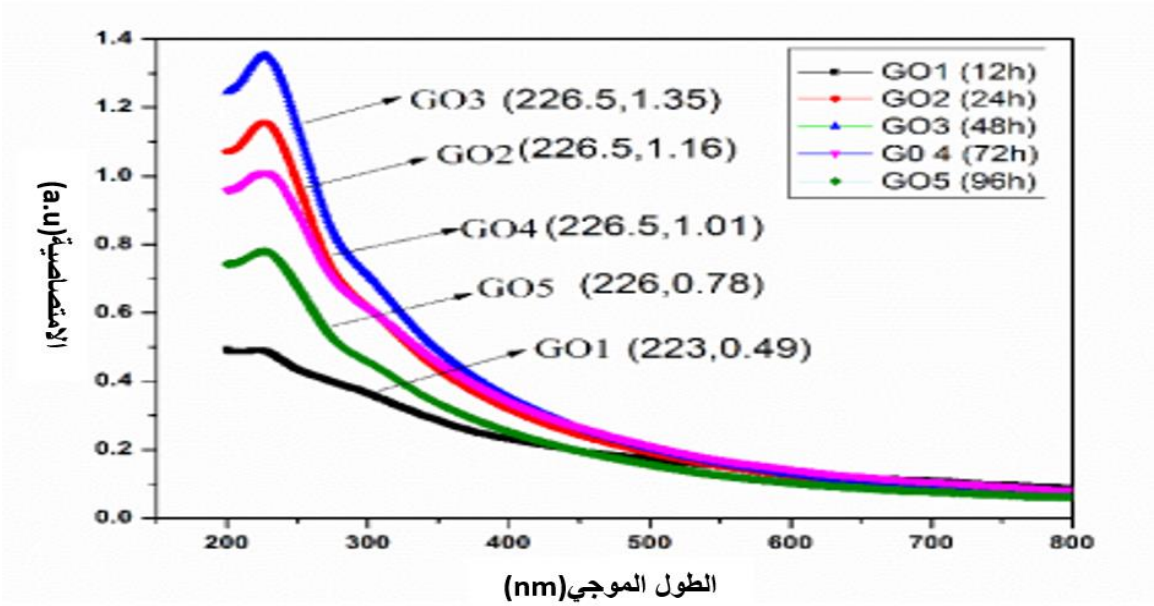
تظهر النتائج أن التوصيل الكهربائي تحسن بمعالجة القماش بالغرافين وإضافة البوليمر (PEDOT:PSS)، كما تم استخدام النسيج المعالج بالغرافين كأقطاب في أجهزة استشعار للمنسوجات الذكية القابلة للارتداء التي تعمل على قياس نبضات القلب وقياس ضغط الدم للجسم تحت الظروف المتغيرة، وبالتالي إن وجود أكسيد الغرافين المرجع أدى إلى إعطاء نسيج كفاءة بالموصلية الكهربائية، بمرونة عالية ومناسبة للإنتاج[60] .



الشكل (3−5): طريقة الغمس والتجفيف لصباغة القماش بأكسيد الغرافين المرجع عن طريق الإرجاع الحراري[60] .

6.3.الدراسة الخامسة: دراسة الخصائص المورفولوجية والبصرية والكهربائية لأكسيد الغرافين:

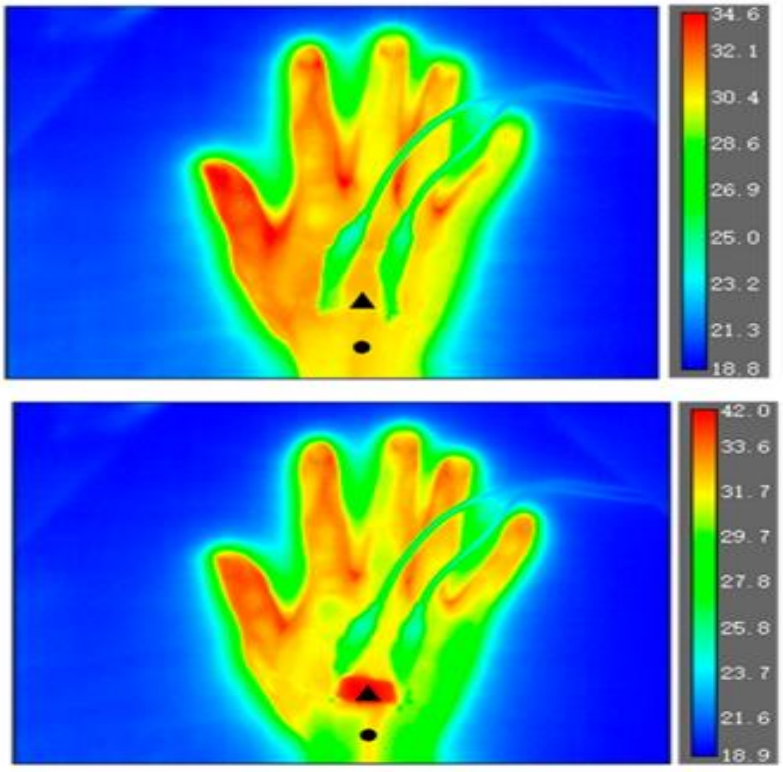
تناول الباحثون (**Kashief.M, Nagani.Z**) في عام 2018 بتصنيع أكسيد الغرافين بطريقة همر المعدلة، وذلك بمعالجة مسحوق الغرافيت ببرمنغنات البوتاسيوم، ومزيج من حمض الكبريت المركز وحمض الفوسفوريك في أزمنة تفاعل مختلفة [h](96, 72 ,48 ,24)، ثم جرى ترسيب أكسيد الغرافين على ركيزة زجاجية باستخدام طريقة الصب من أجل دراسة الخصائص الفيزيائية والكهربائية، وذلك باستخدام الفحص المجهري الالكتروني والتحليل الطيفي للأشعة فوق البنفسجية والأشعة الحمراء، وأظهرت النتائج أن لوقت التفاعل تأثير في عملية الأكسدة، مما أثر في خصائص أكسيد الغرافين. وتبين أنه عندما جرى التفاعل عند زمن [h] 48 هو الوقت الجيد لكمالية الأكسدة، حيث تبين من خلال التحليل الطيفي للأشعة تحت الحمراء والأشعة فوق البنفسجية وجود امتصاص أعلى، وامتلاء أكبر للأكسدة لأكسيد الغرافين الناتج عند زمن تفاعل [h] 48 [61].



الشكل (3-6): مخطط الأشعة الفوق بنفسجية لأكسيد الغرفين المصنع في أزمنة تفاعل مختلفة h(12-24-48-72-96) [61].

7.3. الدراسة السادسة: سخان كهربائي حراري عالي الكفاءة قائم على قماش معالج بحبر الغرافين والتورمالين:

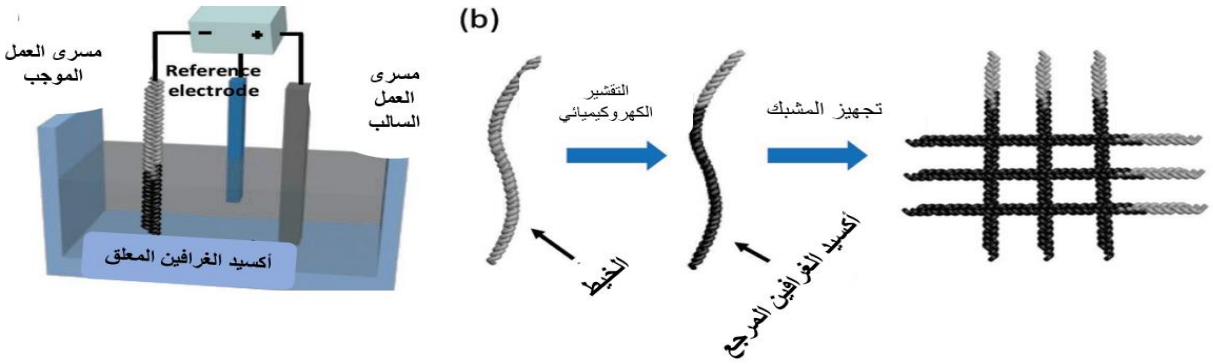
تناول الباحثون (**Mingewi.T, Yuna.H**) في عام 2018 بتصنيع سخان جول مقاوم للتآكل قائم على حبر الغرافين والتورمالين، حيث تم طلاء القماش القطني ببوليمر بولي يورثان القابل للذوبان في الماء كمادة مساعدة على الربط مع جزيئات حبر الغرافين المدمج بالتورمالين، ثم تم استخدام تقنية الرش لطلاء القماش بالحبر المركب من الغرافين والتورمالين، وجرى تشخيص السلوك الحراري والكهربائي والفيزيائي للنسيج فكانت النتائج أن النسيج المعالج بحبر الغرافين المدمج بالتورمالين أداء كهروحرارياً عالياً، وحقق درجة حرارة ثابتة[C^O] 56.2 في حوالي [s] 30 تحت [V] 8 مباشرة. كما حقق درجة[C^O] 75.4 في حوالي [S] 30 تحت جهد [V] 10 ، وكما أظهر السخان أداء عالياً في عمليات الغسيل ، حيث تنخفض المقاومة الكهربائية بنسبة [%] 21.1. وهي أقل بكثير من انخفاضها في الأقمشة المعالجة بأحبار أخرى [%] 87، وجرى استخدام النسيج المعالج في العلاج الحراري لليد، وأظهر ارتفاع في درجة الحرارة [C^O] 1.8 للأوعية الدموية حول السخان تحت جهد [V] 8، لذلك يمكن تطبيق سخان جول على نطاق واسع في الملابس الواقية الوظيفية والأجهزة الطبية القابلة للارتداء للتسخين الكهربائي في المجالات الطبية، مثل العلاج الكهربائي، والبطانية الطبية للحفاظ على درجة حرارة جسم المريض [62].



الشكل (3–7): صور بواسطة كاميرا IR لتأثير أقطاب القماش المعالج بالغرافين والتورمالين القابل للارتداء على اليد البشرية، وذلك عند تشغيل الجهد وإطفاء الجهدV 10 [62] .

8.3. الدراسة السابعة: خيوط المشبك الاصطناعي المستخدمة كأجهزة إلكترونية قابلة للارتداء قائمة على أكسيد الغرافين المرجع:

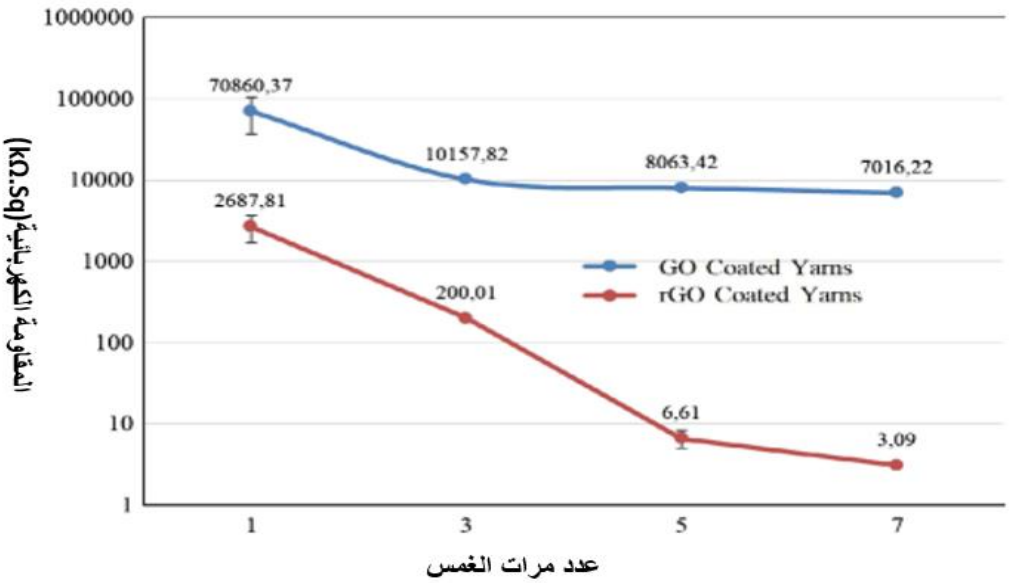
تناول الباحثون (**Lee.P**) في عام 2018 بتصنيع مشابك اصطناعية قائمة على الخيوط المعالجة بأكسيد الغرافين المرجع، التي تعمل كأجهزة عصبية يمكن ارتداؤها، حيث تم معالجة الخيوط القطنية بأكسيد الغرافين، ثم تم إرجاع أكسيد الغرافين على الخيوط مباشرة عن طريق الإرجاع الكهروكيميائي وذلك من خلال التفاعل بين أكسيد الغرافين على سطح الخيط كقطب موجب، والكهرليت السائل (Nacl)كقطب سالب، وذلك عند تطبيق جهد كهربائي، حيث يؤدي التفاعل الكهربائي الى عملية الإرجاع لأكسيد الغرافين على الخيط كما هو موضح بالشكل(3-8)، وتمّت دراسة الخصائص الكهربائية والفيزيائية والميكانيكية، وتطبيق الخيوط المعالجة بحبر الغرافين كإلكترونات قابلة للارتداء تحاكي المشابك العصبية في جسم الإنسان. وتبين أنه من خلال الإرجاع الكهروكيميائي أمكن التحكم بسعة النبضات المتولد من الخيوط المعالجة بحبر الغرافين، كما اختلفت الاستجابة للخيوط المعالجة بحبر الغرافين بحسب كمية الجهد المطبق الذي يولد تيار فيؤدي إلى حالة استرخاء لدى الجسم، أو حالة نشاط محفز، كما تتغير الاستجابة في حال تسخين الخيوط المعالجة، وتؤدي درجة الحرارة إلى تغير في بنية الغرافين، فيصبح مشابهاً لبنية الألماس، ما يؤدي إلى زيادة في الموصلية الكهربائي. وتميزت المشابك القائمة على الخيوط المعالجة بحبر الغرافين بقابليتها للانحناء، مع الحفاظ على الاستجابة، وبالتالي إن مستقبل الأجهزة الالكترونية القابلة للارتداء، سيكون قائماً على الخيوط المعالجة بالغرافين[63].



الشكل (3-8): مخطط للإرجاع الكهروكيميائي لأكسيد الغرافين المرجع على الخيوط [63].

9.3.الدراسة الثامنة: أقطاب كهربائية مرنة قائمة على خيوط البولي أميد المطلية بحبر الغرافين وأكسيد الغرافين:

تناول الباحثون (**Yasin.A, Mahmut.T**) في عام 2018 دراسة حول خيوط البولي الأميد المعالجة بمواد نانوية قائمة على حبر الغرافين، حيث تمّت معالجة الخيوط في محلول أكسيد الغرافين من خلال تقنية الغمس والتجفيف، ثم تم إرجاع أكسيد الغرافين كيميائياً من خلال حمض الاسكوربيك، وتمّت دراسة تأثير عدد مرات الغمس على الخصائص الكهربائية والفيزيائية فتبين أن المقاومة الكهربائية تنخفض بزيادة عدد مرات الغمس حيث أنها بلغت عند الغمس للمرة السابعة [kΩ.sq] 3.09 كما هو موضح بالشكل(3-9)، وتبين أنها انخفضت عن الغمس للمرة الأولى بمقدار 837 مرة، كما تبين زيادة امتصاص الضوء بحوالي [%] 40 مع ازدياد عدد مرات الغمس، وقد تم استخدام خيوط البولي أميد المغلفة بالغرافين كأقطاب مرنة في التطبيقات الكهربائية والخلايا الشمسية وأجهزة الاستشعار [64].



الشكل (3-9): مخطط تأثير عدد مرات الغمس في المقاومة الكهربائية لخيوط البولي أميد المعالجة بحبر الغرافين [64].

10.3. الدراسة التاسعة: إنتاج مكثف قائم على الخيوط القطنية المعالجة بأكسيد الغرافين المرجع بالأشعة السينية:

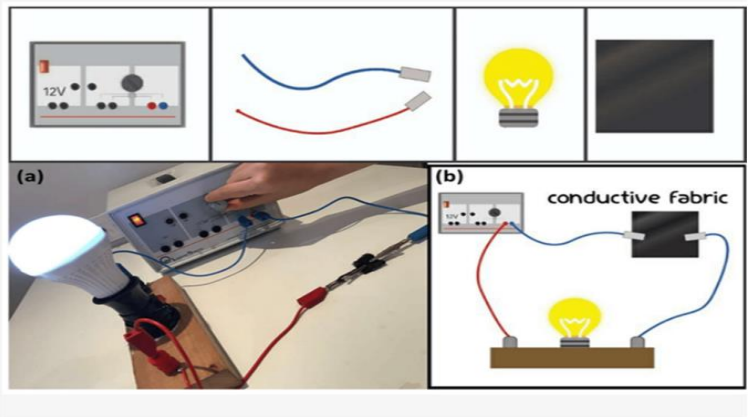
تناول الباحثون (**Abdel.M, S.Awed**) في عام 2021 إنتاج مكثف قابل للارتداء قائم على الخيوط القطنية المعالجة بحبر الغرافين، حيث تم طلاء الخيوط القطنية بأكسيد الغرافين، ثم تم إرجاع أكسيد الغرافين على الخيوط حرارياً من خلال الأشعة السينية حيث تحول لون الخيط القطني من اللون البني إلى اللون الأسود كما هو مبين في الشكل(3-10)، وجرى تشخيص خصائص الخيوط المعالجة والتأكد من عملية الإرجاع من خلال تحليل فوريه ومطيافية الأشعة تحت الحمراء(FTIR) ، وتحليل الأشعة السينية(XRD) ،والمجهر الإلكتروني(SEM) الماسح ،والتحليل الطيفي لرامان، واستخدام التحليل الطيفي (EDX). وبينت النتائج أن الخيوط المحملة بوزن أكبر من أكسيد الغرافين [mg]75 كانت أكثر انتظاماً في السطح، ولوحظ ظهور شرائح لأكسيد الغرافين المرجع بشكل كبير وكثيف على سطحها ، كما ساعد الإرجاع بالأشعة السينية على زيادة الموصلية الكهربائية، وتم استخدام الخيوط المعالجة كمكثف بأداء ممتاز من حيث الاستقرار الحراري والكهربائي [65].



الشكل (3-10): مخطط لعملية طلاء الخيوط بأكسيد الغرافين وأكسيد الغرافين المرجع [65].

11.3. الدراسة العاشرة تصميم وتوصيف النسيج القطني المعالج بالغرافين الناقل للكهرباء للإلكترونيات القابلة للارتداء:

تناول الباحثون(**Badawi.N, Batoo.K Hussain.S and others**) في عام 2023 معالجة النسيج القطني بالغرافين باستخدام طريقة الطلاء السطحي، حيث تم تشكيل حبر الغرافين من خلال إذابة الغرافين في محلول من بوليمر دوسيل سلفات الصوديوم المذاب في الماء من أجل إعطاء الحبر لزوجة مناسبة لعملية الطلاء، وكما تم إضافة منشط ثنائي ميثيل سلفوكسيد من أجل تحسين الخواص الحرارية والكهربائية حيث ينشط الزمر الوظيفية للغرافين، وجرى طلاء القماش ب 17 طبقة يليه التسخين عند 100 درجة مئوية، وتم تقييم خصائص النسيج المعالج بالغرافين من خلال استخدام المجهر الإلكتروني الماسح (SEM)، وتحليل التركيب العنصري(EDX) لفهم مورفولوجيا السطح والتركيبات العنصرية، وتحليل الطيفي للأشعة تحت الحمراء (FTIR)، وامتصاص الأشعة فوق البنفسجية، وانعراج الأشعة السينية (XRD) لتحديد التحليل الهيكلي، الذي كشف عن توزع جيد للغرافين على سطح النسيج القطني، وكما بلغت المقاومة الكهربائية للنسيج القطني المعالج ب17 طبقة من الغرافين 0.644 Ω.sq، والتي احتفظ بها حتى بعد شهرين، وتم توصيل النسيج المعالج ب17 طبقة من الغرافين بمصدر طاقة 12 فولت من أجل إضاءة لمبة بهدف إثبات الناقلية الكهربائية كما هو مبين في الشكل(3-11).فأظهرت العينة المطلية خواصاً حرارية وكهربائية مستقرة بشكل ملحوظ بسبب الجذب الكهروستاتيكي بين الركيزة القطنية وجزيئات الغرافين، مما يمكن من إدراج النسيج المعالج بالغرافين في تطبيقات لأقمشة الموصلة الذكية [66].



الشكل (3-11):a-التوصيل الكهربائي للقماش القطني المعالج ب17 طبقة من حبر الغرافين لإضاءة ليد,b- مخطط دارة التوصيل الكهربائي [66].

12.3.الملخص:

تبين من خلال الدراسة المرجعية المعمقة لطرائق تصنيع الغرافين وطرائق معالجة الخيوط والأقمشة به، أن معظم الدراسات قد استخدمت مواد أخرى مع الغرافين كمادة التورمالين، وأنواع من البولميرات الناقلة للكهرباء لتحسين الناقلية الكهربائية للغرافين المحضر بالطرائق التي تم ذكرها بالدراسات المرجعية، كطريقة التقشير الكيمائي وطريقة التقشير الحراري والكهركيميائي، وهذا يدل على أن التقشير للغرافين لم يكن بكفاءة عالية باستخدام منهجية الدراسات المرجعية، كما تناولت الدراسات المرجعية طرائق معالجة الخيوط والأقمشة بحبر الغرافين من خلال طريقة الإرجاع على الموقع وطريقة الطلاء السطحي، ولكنها لم تقارن فيما بينهم، فإن القيمة المضافة من دراستنا هي دمج الطريقة الكيميائية بالطريقة الهيدروحرارية في تصنيع حبر الغرافين لخصائص مميزة من الحبر، وأمثلة المعاملات في عمليات الإرجاع للحصول على حبر الغرافين بناقلية كهربائية عالية، ومن ثم معالجة الخيط بحبر الغرافين من خلال طريقتين(طريقة الإرجاع على الخيط، وطريقة الطلاء السطحي) والمقارنة فيما بينهما من حيث الخصائص الكهربائية والميكانيكية، وتطبيق نماذج أولية من الخيوط والأقمشة الناقلة للكهرباء القائمة على الغرافين، وإدراجها في عدة تطبيقات حرارية وكهربائية، واخيراً مقارنة الخصائص الكهربائية والحرارية في حال معالجة الخيط أو القماش بحبر الغرافين.

الفصل الرابع

الجزء العملي

1.4. تمهيد:

سوف نقوم بهذا الفصل بتحضير حبر الغرافين من خلال عملية التقشير الكيميائي المتضمنة الأكسدة والإرجاع، وسيتم ضبط بارامترات الإرجاع، وذلك من خلال دمج الطريقة الكيميائية مع الهيدرو حرارية، واستخدام مرجعات مختلفة (الهيدرازين، وبورو هيدريد الصوديوم)، ثم توصيف أكسيد الغرافين المرجع الذي تم تحضيره بكلا عاملي الإرجاع كهربائياً وفيزيائياً، ثم معالجة الخيوط القطنية(المسرح– التوربيني–الممشط) بحبر الغرافين وذلك من خلال طريقة الإرجاع في الموقع وطريقة الطلاء السطحي والمقارنة بين الطريقتين كهربائياً وميكانيكاً، وإدراج الخيوط المعالجة بتطبيقات مختلفة كهربائية وحرارية، ومن ثم المقارنة بالخصائص الكهربائية والحرارية في حال معالجة الخيط ومعالجة القماش بحبر الغرافين من خلال إدراجها في مختلف التطبيقات.

الجزء الأول: المواد والتجهيزات المستخدمة.

2.4. المواد والأدوات والتجهيزات:

استُخدم في هذا العمل عدد من المواد والتجهيزات لتحضير العينات وتوصيفها وهي متوفرة في مخبر النانو كلية العلوم في جامعة دمشق، ويُبين الجدول (4–1) المواد المستخدمة ومواصفاتها، كما يُبين الجدول (4–2) الأدوات والتجهيزات المستخدمة في تحضير العينات.

جدول (4- 1): المواد الكيميائية المستخدمة في العمل المخبري ومواصفاتها.

	المادة	المواصفات		المصدر
		الصيغة	النقاوة (%)	
1	بودرة الغرافيت	C	99%	Morgan Group
2	حمض الكبريت المركز	H_2SO_4 98%	–	Sham
3	نترات الصوديوم	$NaNO_3$	98%	Chem-Lap
4	ثنائي متيل فورم أميد DMF	C_3H_7NO	–	Merck
5	الإيثانول	C_2H_5-OH	–	Merck
6	حمض كلور الماء المركز	HCl 37%	–	Merck
7	برمنغنات البوتاسيوم	$KMnO_4$	99%	Merck
8	الماء الأكسجيني	H_2O_2	–	Merck
9	ماء مقطر	–	–	Sham
10	هيدرات الهيدرايزين	N_2H_4	–	Sigma Aldrich
11	بورو هيدريد الصوديوم	$NaBH_4$		Sigma Aldrich
12	كربوكسي ميتيل السليلوز	CMC	–	Sigma Aldrich
13	الأمونيا	NH_3		Sigma Aldrich

جدول(4- 2): العينات النسيجية المعالجة

	المادة	المواصفات	المصادر
1	خيوط قطنية	مسرح (12Ne, 12.6Cn/Tex, 124 برمة/بوصة) ممشط(24Ne, 15.1 Cn/Tex, 115 برمة/بوصة) توربيني(12Ne, 10.3Cn/Tex, 124 برمة/بوصة)	شركة غزل الساحل، وشركة جبلة للغزل
2	أقمشة ممزوجة	• غير منسوج (بوليستر 30%- قطن 70%) - (65%-35%).	تم شراؤها من السوق المحلية
3	أقمشة قطنية	• منسوج (تركيب نسيجي سادة 1/1)	تم شراؤها من السوق المحلية

جدول (4- 3): الأدوات والتجهيزات المستخدمة في تحضير العينات.

الأداة/التجهيز	الشركة المصنعة
فرن	شركة carbolite طراز CWF 1223-230SN
مجفف [c^{O}] (25-250)	Memmert
صحن تحريك وتسخين	AREC
قمع بوخنر	-
دوارق وبياشر زجاجية مختلفة الأحجام وشرائح زجاجية مع حافظات لها.	-
جهاز تنظيف بالأمواج فوق الصوتية	شركة TdrForce

	طرازDsa 100 –GL –4.0
ميزان حساس	Sartorius (LS1200)
ميزان كتلة إلكتروني دقته $[g]$ 0.00001	Shimadzu
شرائح زجاجية	–
خلاطات مغناطيسية (Magnetic Stirrer) مع منظّم للحرارة.	Shimadzu
مقياس درجة الحموضة (PH meter).	Shimadzu
جهاز قياس المقاومة الكهربائية (مقياسAVO)	Shimadzu
جهاز المفاعل الحراري (Autoclave)	تصنيع محلي

3.4. أجهزة التوصيف:

جرى توصيف العينات المُحضرة مخبرياً باستخدام عدد من الأجهزة والتقنيات:

1.3.4. أجهزة التوصيف المورفولوجي (الشكلي):

a) مجهر القوى الذرية Atomic Force Microscope:

أُجري الاختبار في كلية العلوم/مخبر النانو/ جامعة دمشق وفقاً للمواصفة القياسية (ISO 23729:2022) [67] حيث تم توصيف طبوغرافية وطبيعة الشرائح الناتجة عبر تصويرها بمجهر القوة الذرية Atomic Force Microscope (AFM) الشكل(4–1)، وهو من طراز easy Scan2، ومن تصنيع شركة Nanosurf السويسرية.

مبدأ العمل:

يتكون هذا المجهر من ذراع في نهايته مجس مكون من رأس حاد يعرف بالـ tip، ويستخدم لمسح سطح العينة، وتكون الذراع مصنوعة من مادة السيليكون أو نتريد السيليكون وبنصف قطر في حدود بضع نانومترات، وعندما يقترب المجس من سطح العينة، تتولد قوة بين رأس المجس وسطح العينة، وتؤدي هذه القوة إلى انحراف في الذراع.

ويتم تحويل مقدار انحراف الذراع في نقطة ما على السطح إلى إشارة كهربائية، ومن ثم معالجتها وإظهارها على شكل نقطة في صورة السطح.



الشكل (4-1) : صورة لجهاز مجهر القوة الذرية.

b) المجهر الماسح الإلكتروني(SEM)Scanning Electron Spectroscopy:

أُجري الاختبار في جامعة شاهرود/طهران في إيران وفقاً للمواصفة القياسية (ISO 16700:2016) [68] وجرى توصيف مورفولوجية العينات المحضرة عبر تصويرها بنوعين من المجهر الماسح الإلكتروني Scanning (SEM) Electron Microscope، الأول وهو من طراز MIRA3 TESCAN ومن تصنيع شركة TESCAN (El- Segundo, CA, USA) ، والثاني الذي يتمتع بانبعاث حقلي عالي الدقة وهو من طراز ZEISS ومن تصنيع شركة (ZEISS, USA) وكلا النوعان ينتج صوراً اعتماداً على مسح السطح بشعاع مركز من الإلكترونيات.

مبدأ العمل:

يعتمد مبدأ العمل على إرسال شعاع من الإلكترونات عالية الطاقة على سطح العينة التفاعل بين الإلكترونات والعينة لإنشاء صورة ثلاثية الأبعاد للعينة، وفيما يلي مبدأ عمل جهاز SEM بشكل مبسط:

1- إنتاج الإلكترونات: يتم إنتاج الإلكترونات في مصدر إلكتروني داخل الجهاز. يتم استخدام سلك ساخن أو قنبلة كهربائية لتوليد التيار الكهربائي العالي اللازم لإنتاج الإلكترونات.

2- تسريع الإلكترونات: يتم تسريع الإلكترونات باستخدام جهد عالي في جهاز التسريع، ويتم توجيه الإلكترونات المسرعة بواسطة أقطاب موجهة نحو سطح العينة.

3- تفاعل الإلكترونات مع العينة: عندما تصطدم الإلكترونات المسرعة بسطح العينة، تحدث تفاعلات معينة، ويتم استخدام هذه التفاعلات لتكوين الصورة، والمعلومات التي تنتج عن التفاعلات تشمل إشارات الإلكترونات الثانوية وإشارات الإلكترونات الخاصة بها.

4- جمع الإشارات: يتم جمع إشارات الإلكترونات المتفاعلة باستخدام أقطاب استشعار خاصة، ويتم تحليل هذه الإشارات لإنشاء صورة ثلاثية الأبعاد للعينة، ثم يتم عرض الصورة على جهاز الكمبيوتر الخاص بالمجهر الالكتروني SEM من أجل تحليل النتائج.



الشكل (4-2): صورة لجهاز المجهر الماسح الإلكتروني.

2.3.4. أجهزة التوصيف البنيوي:

جرى توصيف المواد المُحضرة بنيوياً باستخدام الأجهزة الآتية:

a) جهاز انعراج الأشعة السينية(X-ray diffraction (XRD :

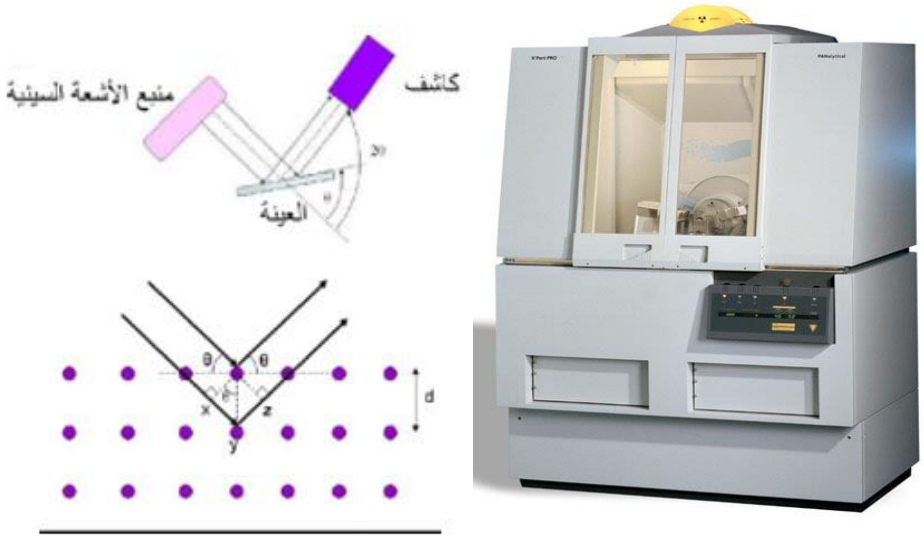
أُجري الاختبار في جامعة شاهرود/طهران في إيران وفقاً للمواصفة القياسية (ISO 23071:2021) [69] وكانت الشركة المصنعة لهذا الجهاز، هي Philips، وهو من طراز PHILIPS-PW3710-X-Ray-Diffractometer ، ومن تصنيع شركة PHILIPS (Amsterdam, Netherlands)، يتألف الجهاز من بلورات من ذرات مرتبة بشكل منتظم، ومن جهة أخرى الأشعة السينية وهي أمواج كهرطيسية ذات طول موجي من مرتبة المسافة بين ذرات هذه البلورات، وتلعب الذرات المرتبة دور مراكز تبعثر للأشعة السينية، ونتيجة لتداخل الأشعة المتبعثرة يكون هذا التداخل إما هداماً، ويحصل في معظم اتجاهات التبعثر، أو بناءً، ويحصل في بعض الاتجاهات القليلة. يلعب التداخل البناء دوراً أساسياً في تشكل الأشعة المنعرجة، وتتبع الأشعة السينية المنعرجة قانون براغ (Bragg's Law): $n\lambda = 2d\sin\theta$ حيث d هي المسافة بين مستويين شبكيين متجاورين، θ زاوية الانعراج، λ طول موجة الأشعة السينية المستخدمة، وnعدد صحيح يدل على مرتبة طول الموجة.

مبدأ العمل:

يبين الشكل (4-3) مبدأ عمل جهاز انعراج الأشعة السينية: حيث يقوم الكاشف بتسجيل الزاوية التي تنعرج عندها الأشعة السينية على المستويات البلورية وشدة هذه الأشعة، ولكي يتمكن الكاشف من كشف الأشعة المنعرجة، يتحرك على دائرة ليمسح جميع الزوايا الممكنة، وتولد المواضع الزاوية [θ] 2 وشدات القمم المنعرجة مخططاً ثنائي البعد، يدعى مخطط الأشعة السينية المنعرجة، وتمثل كل قمة على هذا المخطط حزمة أشعة سينية منعرجة على مجموعة من المستويات الشبكية (hkl) حيث أن h و K و L مؤشرات مستويات الشبكة، وتعبر عن الأطوال النسبية لتوجه الشبكة البلورية في ثلاثة اتجاهات متعامدة، ويعدّ هذا المخطط مميزاً للمادة المقاسة.

ويمكن تحديد شكل الخلية الواحدة ومعاملاتها من خلال المواضع لزاوية قمم الانعراج، بينما يتم تحديد توضع الذرات وضمن خلية الواحدة من شدات هذه القمم، ثمة طرائق رياضية وبرامج عدة تختص بتفسير مخطط الانعراج.

ويعمل هذا الجهاز بجهد عالٍ يصل حتى [KV] 60، ويستخدم إشعاع Cu−Kα ذو طول الموجة[nm] 0.154 =λ ويُسجَّل طيف العينات بتدرج [θ] 2 ضمن المجال $80^{\circ} \rightarrow 10^{\circ}$ ، ويتم وضع العينات المُحضرة (المساحيق) ضمن حامل خاص.



الشكل (4−3) : صورة لجهاز انعراج الأشعة السينية.

b) جهاز الأشعة تحت الحمراء(FTIIR)Fourier−transform infrared spectroscopy :

أُجري الاختبار في كلية العلوم/قسم الفيزياء في جامعة دمشق وفقاً للمواصفة القياسية (ISO 10640:2011) [70] والجهاز المُستخدم من (طراز BRUKER−VECTOR−22 ، ومن تصنيع شركة Bruker (Billerica, MA,

(USA، وقد سُجل طيف تحت الأحمر لجميع العينات في المجال [nm] 4000 → 400 ، حيث يتم مزج المساحيق المُحضرة مخبرياً مع الـ KBr ، وتُضغط على شكل أقراص، ومن ثم توضع ضمن الحامل المُرفق بالجهاز، حيث يساعد هذا الجهاز في فهم الروابط الكيميائية للمواد والتركيب الكيميائي للمواد

مبدأ العمل:

يعتمد مبدأ العمل على قياس الامتصاص الكمومي للأشعة تحت الحمراء بواسطة المركبات الكيميائية، حيث يتم إرسال شعاع ضوء تحت الأحمر عبر العينة، فيتفاعل الشعاع المار مع المركبات الكيميائية في العينة، ويتم تسجيل الشعاع المار المتفاعل وتحويله إلى إشارة كهربائية، ومن ثم يتم تحويل الإشارة الكهربائية باستخدام تحويل فورييه إلى طيف ترددي يمثل الأطوال الموجية للأشعة تحت الحمراء التي تمتصها المركبات الكيميائية في العينة، يتم استخدام هذا الطيف لتحليل وتحديد مكونات وهياكل المركبات الكيميائية في العينة.



الشكل (4-4) : صورة لجهاز الأشعة تحت الحمراء.

c) جهاز الأشعة المرئية – فوق البنفسجية(Ultraviolet (UV-Vis :

أُجري الاختبار في كلية العلوم/قسم الفيزياء في جامعة دمشق وفقاً للمواصفة القياسية (ISO/TS 17466:2015) [71]، ويسجل طيف الامتصاص للعينات في المجال المرئي وفوق البنفسجي باستخدام جهاز من طراز JASCO V–350، ومن تصنيع شركةJapan) JASCO ،Tokyo في المجال [nm] 800→700.

يستخدم جهاز تحليل الأشعة الفوق البنفسجية في كثير من المختبرات الكيميائية والإحصائية حيث يساعد في قياس تركيز مختلف العوامل مثل: الفوسفات، والنترات، والنتريت، والكبريتات، والسيليكات، والعناصر الثقيلة، والأصباغ، والسكر الخ، إضافةً إلى الاستخدامات التحليلية.

مبدأ العمل:

يعتمد مبدأ العمل لهذا للجهاز على طريقة كمية لقياس الامتصاصية أو الانعكاسية للعينة باستخدام الأطوال الموجية، والمبدأ الاساسي لهذه الطريقة على أن "كل مركب يمتص، أو يعكس الضوء من خلال مدى محدد من الأطوال الموجية، فيقوم الجهاز بقياس كمية الفوتونات الممتصة من قبل العينة عند مرور الضوء خلالها، وبالتالي نحصل على تركيز المادة المراد دراستها.



الشكل (4–5) صورة لجهاز الأشعة المرئية–الفوق بنفسجية

d) جهاز تحليل التركيب العنصري(Energy Dispersive Spectroscopy(EDS:

أُجري الاختبار في جامعة شاهرود/طهران في إيران وفقاً للمواصفة القياسية (ISO 22309:2011) [72]، وهو ملحق بجهاز SEM الذي تم تحديد نوعه مسبقاً، ويستخدم جهازEDS لتحليل تركيبة العناصر الكيميائية في العينات، ويعتمد على استخدام الأشعة السينية المنتشرة من العينة بعد تعرضها لأشعة X عالية الطاقة.

مبدأ العمل:

1. تعريض العينة للأشعة X: يتم تعريض العينة لأشعة X عالية الطاقة باستخدام مصدر أشعة X المناسب، وتعمل هذه الأشعة على تحفيز العناصر الكيميائية في العينة.

2. إنتاج الأشعة السينية المنتشرة: عندما تتفاعل الأشعة X مع العناصر في العينة، فإنها تنتج الأشعة السينية المنتشرة، وتتفاوت زوايا انتشار الأشعة السينية المنتشرة بناءً على تركيبة العناصر الكيميائية الموجودة في العينة.

3. جمع الأشعة السينية المنتشرة: يتم جمع الأشعة السينية المنتشرة باستخدام مستشعرات خاصة في الجهاز EDS، ويسجل المستشعر المعلومات المتعلقة بترددات وزوايا انتشار الأشعة السينية المنتشرة.

4. تحليل البيانات: تقوم البرامج المخصصة في جهاز EDS بتحليل البيانات المسجلة لتحديد التركيبة الكيميائية للعناصر الموجودة في العينة، ويتم مقارنة بيانات الأشعة السينية المنتشرة مع قواعد بيانات معروفة لتحديد العناصر الموجودة.

5. عرض النتائج: يتم عرض النتائج النهائية على شاشة الكمبيوتر المرتبطة بجهاز EDS ويمكن للمشغل تحليل وتفسير النتائج لتحديد تركيبة العناصر الكيميائية في العينة.



الشكل (4-6): صورة لجهاز تحليل التركيب العنصري.

e) جهاز رامان:

أُجري الاختبار في جامعة شاهرود/طهران في إيران وفقاً للمواصفة القياسية (ISO 6579:2002) [73] ، وجرى تحليل Raman الطيفي، وهو أحد أساليب التحليل الطيفي الجزيئي بواسطة جهاز من طراز React Raman 785 صنيع شركة METTLER TOLEDO ، حيث يتفاعل الضوء مع المادة لمعرفة مكونات المادة أو خصائصها، مثل تحويل الأشعة تحت الحمراء بنظام فوريه. المعلومات المتوفرة من خلال نتائج تحليل Raman الطيفي تنتج عن عملية تشتت الضوء، بينما تعتمد تقنية التحليل الطيفي لتحويل الأشعة تحت الحمراء على امتصاص الضوء، ويعطي تحليل Raman الطيفي معلومات حول الاهتزازات التي تحدث داخل الجزيئات ومن جزيء لآخر، ويمكن أن يوفر فهمًا إضافياً حول التأثير المتبادل بين الضوء والعينة، ويتميز تحليل Raman الطيفي بأنه يمكنه توفير معلومات إضافية حول مواقع التردد الدنيا، والاهتزازات التي توفر نظرة على الشبكة البلورية والهيكل الأساسي الجزيئي.

مبدأ العمل:

يساعد في تحديد تركيبة وهيكل الجزيئات في العينات، ويعتمد مبدأ عمل جهاز الرامان على ظاهرة الانبعاث المضاعف للضوء، حيث يعمل الجهاز على تسليط شعاع ضوء ليزر عالي الطاقة على العينة المراد دراستها، وعندما يتفاعل الضوء مع العينة، يحدث تباين في الترددات الضوئية نتيجة لتفاعل الجزيئات في العينة مع الضوء، فيتم جمع الضوء المنبعث وتحليل الترددات الناتجة عنه، لقياس التغيرات في الترددات

وقوة الضوء المنبعثة، مما يساعد في تحديد تركيب المواد وتحليل الروابط الكيميائية وتحديد الخواص الفيزيائية للعينة المراد تحليلها.



الشكل (4–7): صورة لجهاز الرامان الطيفي.

3.3.4. أجهزة التوصيف الوظيفي:

جرى التوصيف الوظيفي للعينات المحضرة من خلال قياس الناقلية الكهربائية:

1. الناقلية الكهربائية:

أُجري الاختبار في مخبر النانو/قسم الفيزياء في كلية العلوم جامعة دمشق وفقاً للمواصفة القياسية (ISO 7888:1985) [74] واختُبرت الناقلية الكهربائية–DC Conductivityوالتي تُرمّز بـ [σ] باستخدام تقنية المسبرين، باستخدام جهاز قياس الناقلية الكهربائية من تصنيع شركة KEITHELY(Bracknell,UK).ويوضح الشكل (4–8) مبدأ العمل الذي يتمثل في تطبيق جهد كهربائي على المادة وقياس التيار الناتج كاستجابة لهذا الجهد ثم حساب الناقلية الكهربائية باستخدام قانون الأوم لحساب ناقلية الكهرباء للمادة المتمثلة بالعلاقة التالية:

$$\sigma = \frac{1}{\rho} = \frac{l.I}{V.A} \qquad (1-4)$$

إذ أن:

σ : الناقلية الكهربائية S/cm.

ρ: المقاومة النوعية Ω.cm.

I: شدة التيار المار (أمبير).

V: فرق الجهد (فولط).

A: مساحة المقطع cross-section بـ cm^2.

l: المسافة بين المسبرين cm.



الشكل (4-8) : منصة جهاز قياس الناقلية الكهربائية المباشرة DC-σ.

4.3.4. أجهزة توصيف الخصائص الميكانيكية:

1. قياس قوة شد الخيط واستطالته:

تم إجراء الاختبار في مركز الاختبارات الصناعية في دمشق وفقاً للمواصفة القياسية (ISO 3377:2011) [75]، ويتألف الجهاز من فكين علوي ثابت، وسفلي متحرك، والمسافة بينهما تمثل طول العينة، وهو موضح في الشكل (4-9).



الشكل (4-9): صورة لجهاز قياس قوة شد واستطالة الخيط.

2. جهاز قياس اللزوجة:

أُجري الاختبار في مركز الاختبارات الصناعية في دمشق وفقاً للمواصفة القياسية (ASTM D44/2022) [76]. حيث تم استخدام جهاز (Brookfield) وهو من طراز شركة (Myr, Japan) وهو الجهاز الأكثر استخداماً في قياس اللزوجة.

مبدأ العمل:

يعتمد على قياس معدل القوة المطلوبة لتدوير صفيحة ضمن سائل، أي مقاومة سائل لحركة شيء فيه، ولوصف لزوجة سائل، يتم تحريك السائل المراد قياس لزوجته وذلك من خلال حوامل ميكانيكية تخضع لسرع دورانية، فيكون مقدار اللزوجة هو مقاومة السائل للحركة.

وهناك العديد من العوامل التي تؤثر على أداء جهاز قياس اللزوجة ويجب أخذها بعين الاعتبار ومن بين هذه العوامل والتي هي نوع السائل، وسرعة التدفق حيث أن السوائل قد تظهر سلوكًا مختلفًا عند مستويات سرعة التدفق المختلفة لذا يتطلب ضبط سرعة التدفق للحصول على قراءات دقيقة.





الشكل: (4-10) صورة لجهاز قياس اللزوجة.

الجزء الثاني: تحضير عينات أكسيد الغرافين المرجَع وتوصيفها:

حُضرت عينات من أكسيد الغرافين المرجع في مخبر النانو/كلية العلوم جامعة دمشق باستخدام طريقة التقشير الكيميائي (Chemical Exfoliation) المعززة بالاصطناع الهيدروحراري Hydrothermal synthesis لضبط درجة حرارة المحلول والمحافظة على حجمه تحت ضغط ثابت.

واستخدم مصدرين مختلفين لإتمام عملية إرجاع أكسيد الغرافين المحضر وهما الهيدرازين وبورو هيدريد الصوديوم. وبعد الحصول على أكسيد الغرافين المرجع من المصدرين المختلفين، طبق مباشرةً على الخيوط القطنية بطريقة الطلاء والغمس والتجفيف، وشُخصت الخواص الطبوغرافية والبنيوية والضوئية والكهربائية للغرافين المحضر باستخدام مجهر القوة الذرية (AFM) والمجهر الإلكتروني الماسح (SEM) ، وجرى تحليل التركيب العنصري بواسطة جهاز مطيافية تشتت الاشعة السينية (EDS)، ومطيافية تحت الأحمر لتحويل فوريه (FTIR)، وجودة الروابط والتركيب البنيوي من خلال مطيافية الرامان ، ونسبة التبلور بواسطة جهاز انعراج الأشعة السينية(XRD)، ودرست الناقلية الكهربائية I–V باستخدام جهاز قياس الناقلية الكهربائية المباشرة.

4.4. معالجة الغرافيت معالجة كيميائية ليصبح موسع الأبعاد(Expandable Graphene):

حيث تمت معالجة بودرة الغرافيت قبل عمليات الأكسدة والإرجاع وذلك من أجل توسيع الأبعاد بين طبقاته بحيث يسهل عملية فصل الطبقات أثناء عملية الأكسدة، وبالتالي يسهل عملية انتزاع ذرات الأوكسيجين ليصبح ناقل للكهرباء بكفاءة عالية. حُضر مزيج مكون هيدروسلفات الصوديوم $(NH_4)_2S_2O_8$ (15g) مضافاً له حمض الكبريت H_2SO_4 المركزة (9mL)، وتم إخضاع المزيج إلى الأمواج فوق الصوتية بمساعدة الماء لمدة 10 دقائق، ثم تم إضافة (2g) من الغرافيت الخام إلى الخليط وتحريك المزيج عن طريق الخلاط المغناطيسي لأكثر من 5 دقائق ثم الاحتفاظ بالمزيج لمدة 24 ساعة، تليها إزالة آثار

الحمض عن طريق غسله عدة مرات بالماء المقطر، ثم التجفيف في الفرن عند 80 درجة مئوية لمدة 24 ساعة. في الخطوة الثانية، تم تطبيق صدمة حرارية في فرن مغلق عند 260 درجة مئوية لمدة 60 ثانية، نحصل على غرافيت موسع الأبعاد ويتم ملاحظة ذلك من خلال انتفاخ حبيبات الغرافين بحيث تصبح بشكل أكبر مما كانت عليه [77]:



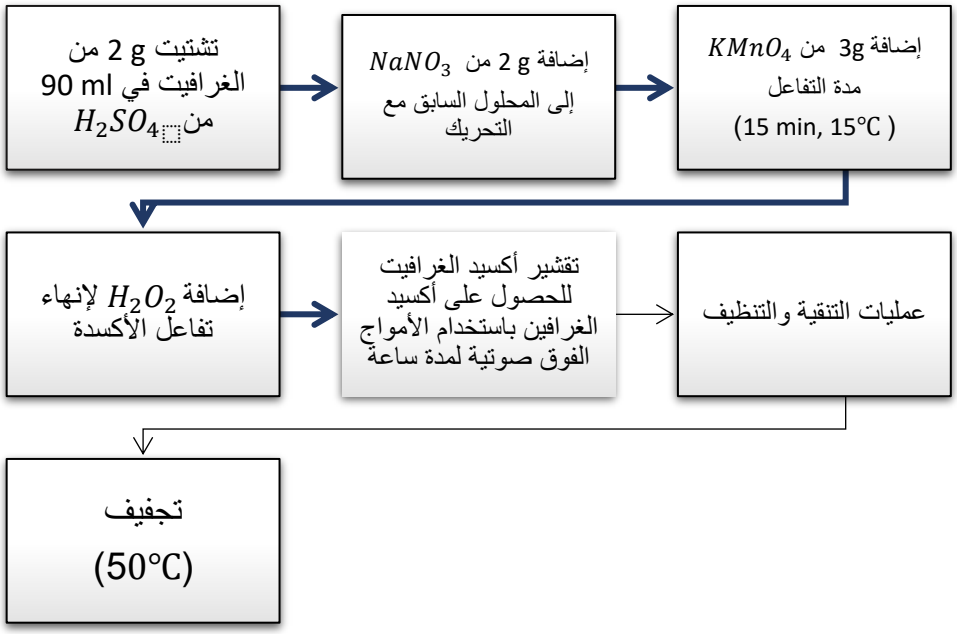
الشكل (4-11) بوردة الغرافيت المعالجة (expandable graphite)

5.4. تحضير عينات أكسيد الغرافين بالطريقة الكيميائية باستخدام طريقة همر:

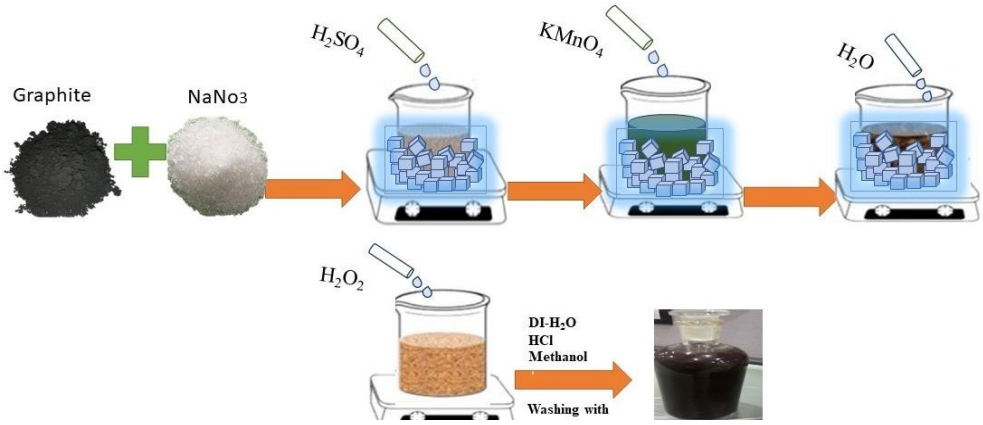
تم تصنيع أكسيد الغرافين في مخبر النانو/كلية العلوم جامعة دمشق باتباع طريقة همر من خلال عملية الأكسدة الكيميائية [78]، وجرى وضع 90[mL] من H_2SO_4 داخل دورق مستدير القاع في حمام جليدي للتحكم بدرجة حرارة التشغيل، التي تتراوح بين 0^oC – 6، ثم أضيف 2[g] من بودرة الغرافيت و2[g] من نترات الصوديوم إلى محلول حمض الكبريت الممدد مع التحريك المستمر لمدّة 20[min] ، بهدف الحصول على مزيج متجانس. وبعد ذلك، تمت إضافة 3[g] من $KMnO_4$ كعامل أكسدة تدريجياً، حتى يتم تحول لون المزيج إلى اللون الأخضر مع الاستمرار بالتحريك مع تثبيت درجة حرارة المزيج، بحيث

لا تزيد عن $15\ ^{O}C$ ولمدة [min]120. وبعدها تضاف كمية من الماء المقطر المنزوع الشوارد [mL]200 إلى المزيج يرافقه ارتفاع في درجة الحرارة إلى $98\ ^{O}C$ وبعد مرور [min]30 مع الاستمرار يضاف بعدها [ml]35 من محلول H_2O_2 بتركيز [%] 30 مع التحريك لمدّة [min]10، لضمان إنهاء التفاعل، يحفظ المزيج لمدة [h] 12 عند درجة حرارة $57C^{O}$ ، ولوحظ تغير لون المحلول من اللون الاصفر الفاتح إلى اللون البني الفاتح دليلاً على تشكل اكسيد الغرافين GO. ثم يُغسل الـ GO عدة مرات باستخدام حمام الأمواج الفوق صوتية لإزالة الشوائب وبقايا الحمض وأيونات المنغنيز، ويُغسل تباعاً ثلاث مرات بمحلول HCl بتركيز 0.1m والميتانول، وبعدها يجفيف المحلول الناتج عند $50\ ^{O}C$ للحصول على مسحوق صلب من أكسيد الغرافين.

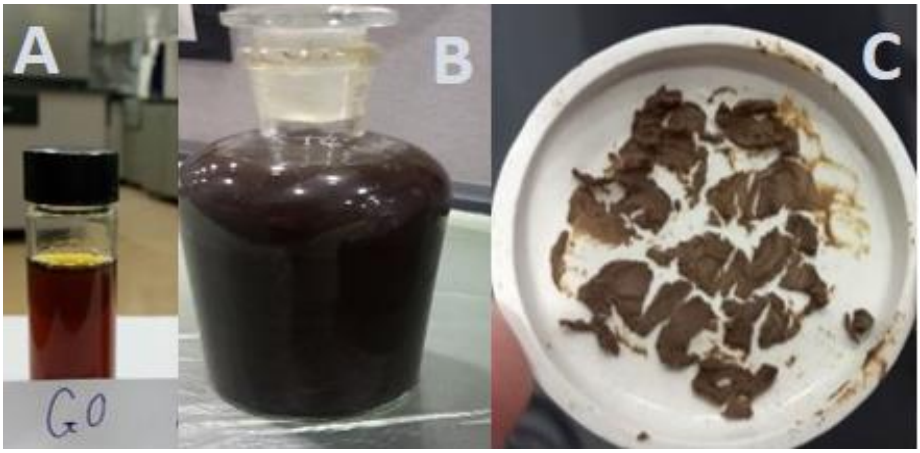
ويبين الشكل التوضيحي (4-12) الخطوات التفصيلية لطريقة تحضير GO باستخدام طريقة همر، ويظهر الشكل (4-13) صوراً للعينات التي قمنا بتحضيرها وفق هذه الطريقة، وذلك في أثناء عملية الأكسدة.



الشكل (4-12): خطوات تحضير GO باستخدام طريقة همر



الشكل (4–13): مخطط توضيحي لتحضير أكسيد الغرافين من خلال عملية الأكسدة الكيميائية.



الشكل (4–14): *صورة* محلول GO المحضر باستخدام طريقة همر a) الإذابة في الماء المقطر بتركيز

$$1\ mg/ml$$

b) أكسيد الغرافين بعد عمليات الاكسدة والتنقية ، c) أكسيد الغرافين بعد التجفيف.

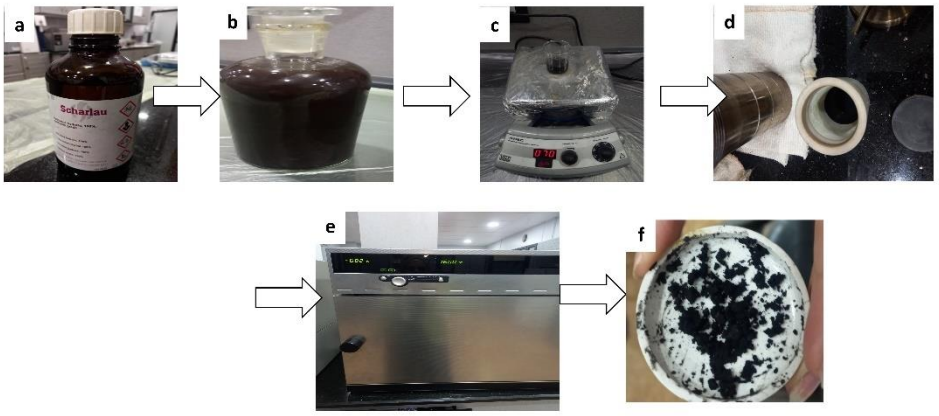
6.4. تحضير أكسيد الغرافين المرجَع:

تم في هذا العمل إرجاع أكسيد الغرافين المحضر بالطريقة الكيميائية باستخدام نوعين مختلفين من المواد المرجعة، هما هيدرات الهيدرايزين، وبورو هيدريد الصوديوم.

أولاً: باستخدام هيدرات الهيدرايزين:

لدراسة الإرجاع باستخدام هيدرات الهيدرايزين تم بعثرة [g] 2.57 من أكسيد الغرافين في DI-water باستخدام الأمواج الفوق صوتية لمدة [min] 30 ، تم الحصول على GO متجانس بلون بني، وإضافة الأمونيا لضبط درجة حموضة المحلول عند Ph=10.

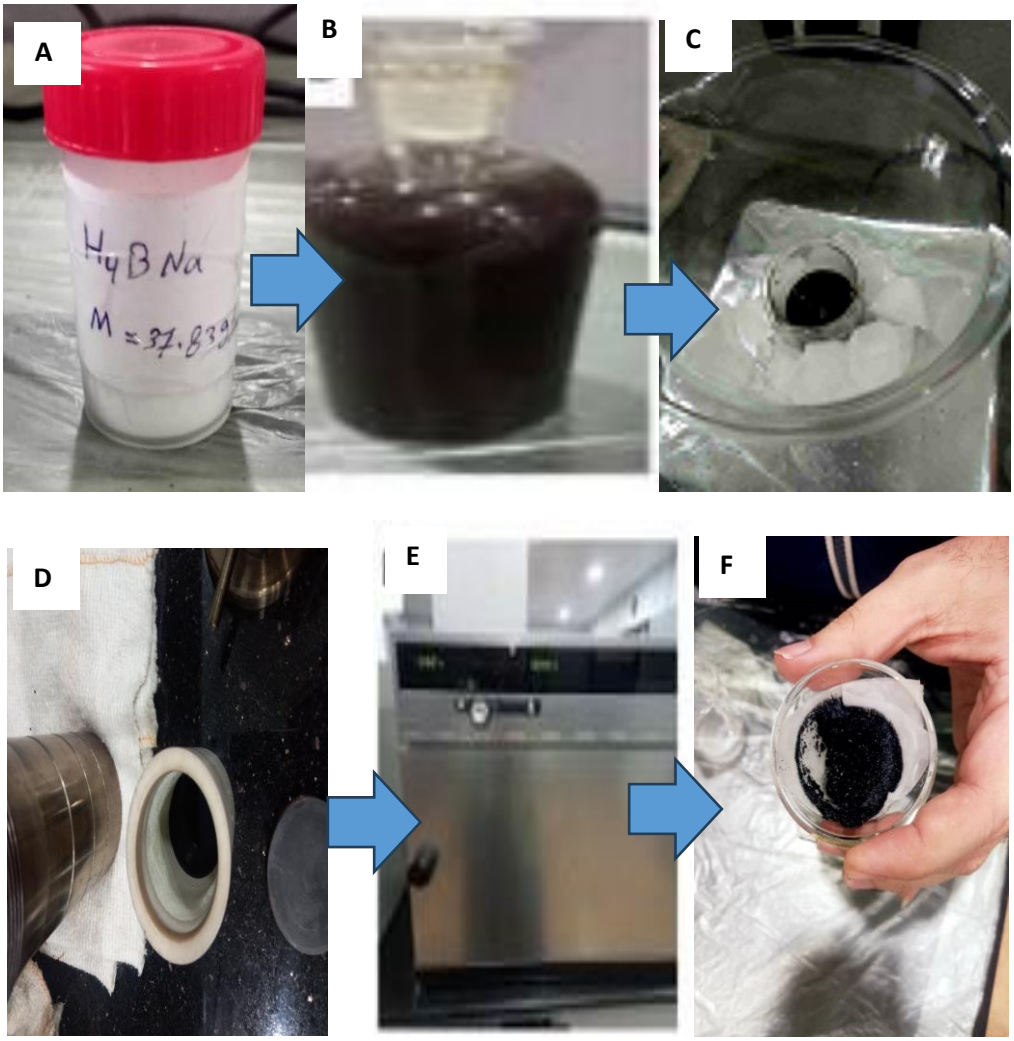
ومن ثم تم إضافة [ml]15 من هيدرات الهيدرازين حيث حددت هذه النسبة بعد إجراء العديد من التجارب الأولية، وتم إضافتها تدريجياً إلى محول GO ، فيتحول اللون للأسود مباشرةً بعد الإضافة ، وبعد بالانتهاء من الحصول على مزيج أسود من أكسيد الغرافين المرجع جزئياً[79]، يتم معالجته بالطريقة الهيدروحرارية من خلال وضعه في مفاعل حراري (autoclave)، ووضعه في المجففة عند درجة حرارة $180C^{O}$ ولمدة [h] 6، ويترك إلى اليوم الثاني لكي يبرد، يغسل محلول أكسيد الغرافين المرجع المتشكل عدة مرات بالإيثانول [%] 70، ويتبعها غسيل متكرر (ثلاث مرات) بالماء المنزوع الشوارد لضمان التخلص من جميع الشوائب العالقة والنتروجين الناتج عن استخدام الامونيا، ومن ثم يفصل عن طريقة الإبانة(عمليات الترسيب والغسيل)، ويجفف بعدها عند درجة حرارة الغرفة، وبالنتيجة الحصول على مسحوق ناعم أسود اللون من أكسيد الغرافين المرجع، ويحفظ بعدها في عبوات زجاجية ليتم دراسة خواصه الفيزيائية لاحقاً، ويوضح الشكل (4-15) الخطوات لعملية الإرجاع بواسطة محلول هيدرات الهيدرايزين.



الشكل (4-15):a-هيدرات الهيدرايزين،b-أكسيد الغرافين،c-خلط الهيدرايزين وأكسيد الغرافين،d-وضع الخليط في الاتوكلاف،e-وضع الاتوكلاف في المجفف،d-تجفيف أكسيد الغرافين المرجع

ثانياً: باستخدام بورو هيدريد الصوديوم:

تمّت دراسة معامل إرجاع آخر بواسطة بورو هيدريد الصوديوم أضيف [g] 2.57 من بودرة أكسيد الغرافين إلى كمية قليلة (25mL)من الماء المنزوع الشوارد، وشتّت بواسطة الأمواج الفوق صوتية لمدة 30 دقيقة بتواتر [KHZ] 33، بهدف الحصول على محلول متجانس من أكسيد الغرافين بلون بني، يضبط pH المحلول عند الدرجة 10 عن طريق إضافة تركيز معين من الأمونيا، وبعدها تتم عملية الإرجاع من خلال إضافة محلول بورو هيدريد الصوديوم [g] 0.47 ضمن حمام ثلجي لمنع انتشار الحرارة وإتمام التفاعل [80]. تستمر عملية التحريك حتى يتحول لون المحلول إلى اللون الأسود الذي يعدّ بمثابة مؤشر على تشكل أكسيد الغرافين المرجع (rGO_B)، وبالطريقة نفسها يتم استكمال عملية الإرجاع بالطريقة الهيدروحرارية آنفة الذكر، وبالشروط التجريبية نفسها.



الشكل (4-16): الإرجاع ببورو هيدريد الصوديوم:a-بورو هيدريد الصوديوم

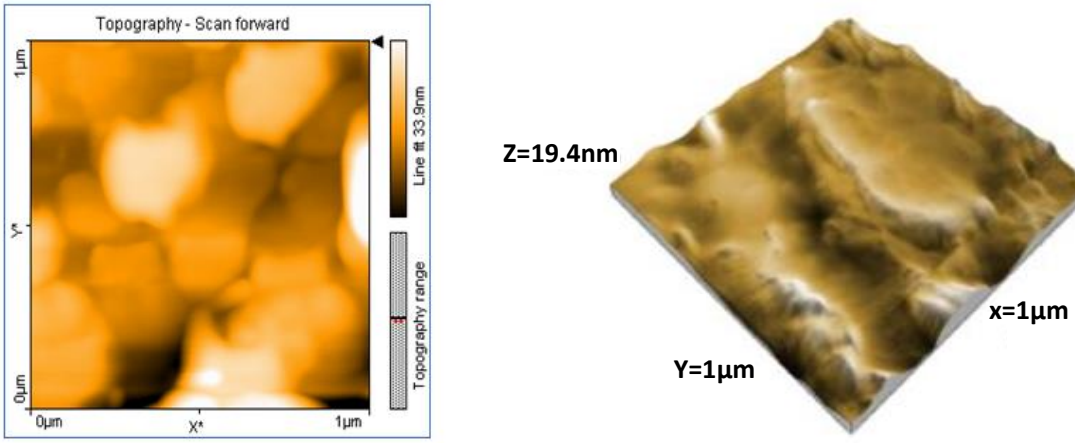
b- أكسيد الغرافينc-خليط أكسيد الغرافين وبورو هيدريد الصوديومd-وضع الخليط في الأتوكلافe-وضع الاتوكلاف في المجففةf-الغسيل والتجفيف والحصول على بوردة أكسيد الغرافين المرجع.

7.4. التوصيف مورفولوجي :

A: توصيف العينات بنيوياً بواسطة مجهر القوة الذرية (AFM):

A-1 أكسيد الغرافين المرجع بالهيدرايزين:

شُخصت طبغرافية السطح للعينتين بواسطة الـ AFM، يُظهر الشّكل (4-17) صور AFM ثنائية وثلاثية البُعد ($2\mu m \times 2\mu m$) لسطح rGO_H المحضر. نلاحظ من طبغرافية السطح تشكل شرائح رقيقة ومكدسة وبشكل كثيف على سطح هذه العينة، كما لوحظ وجود قمم بشكل بارز على سطح العينة والتي تدل على التقشير العال باستخدام عامل الهيدرازين، وتراوحت سماكة الشريحة الواحدة ما بين $(11 - 13)\pm1[nm]$.



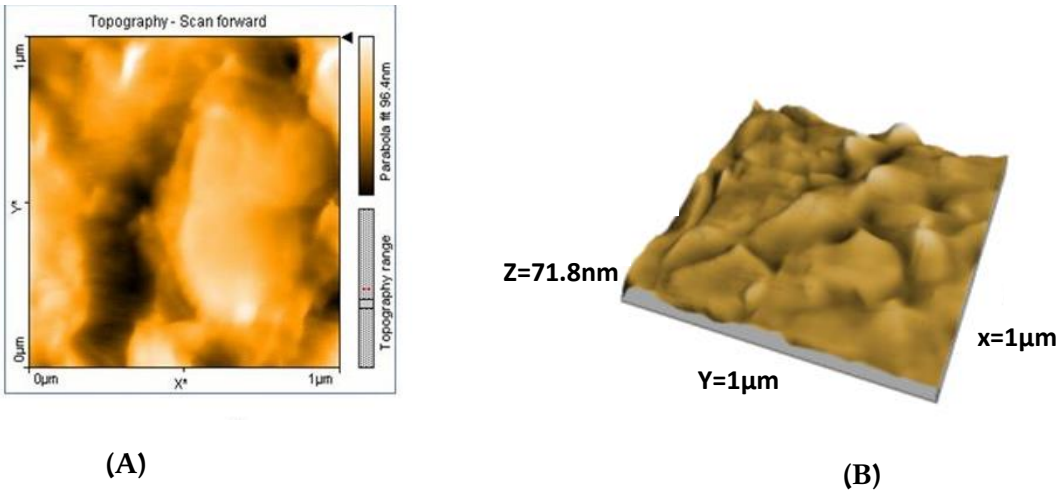
(A) **(B)**

الشكل (4-17): صور AFM ثلاثية (b) وثنائية البعد($2\mu m \times 2\mu m$) (a) لسطح أكسيد الغرافين المرجع بالهيدرازين.

A-2 أكسيد الغرافين المرجع بمحلول بورو هيدريد الصوديوم:

شُخصت أيضاً طبغرافية السطح لعينة rGO_B بواسطة الـ AFM، يُظهر الشّكل (4-18) صور AFM ثنائية وثلاثية البُعد ($2\mu m \times 2\mu m$) لسطح rGO_B، حيث ظهرت قمم لهذه الشرائح ولكنها كانت بشكل أقل كثافة

من تواجدها في عينة rGO_H، وقدرت سماكة الشريحة الواحدة بواسطة برنامج خاص مرفق بمجهر القوة الذرية التي تراوحت سماكتها. [nm] 0.04± 13.4–13



(A) **(B)**

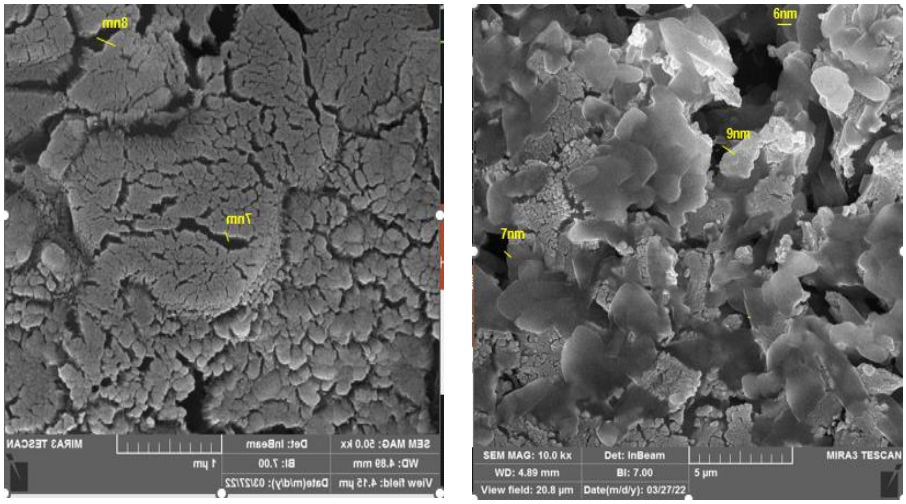
الشكل (4–18): صور AFM ثلاثية (b) وثنائية البعد(a) (2µm × 2µm)لسطح أكسيد الغرافين المرجع ببورو هيدريد الصوديوم.

بالمقارنة بين سماكة الشرائح للغرافين المحضر باستخدام معاملي إرجاع مختلفين لُوحظ أنَ الشرائح كانت بكثافة أكبر وبسماكة أقل في حالة استخدام محلول هيدرات الهيدرايزين وهذا يعود إلى كفاءة الإرجاع وكفاءة عملية انتزاع ذرات الأكسجين باستخدام عنصر النتروجين الموجود في عامل الهيدرازين.

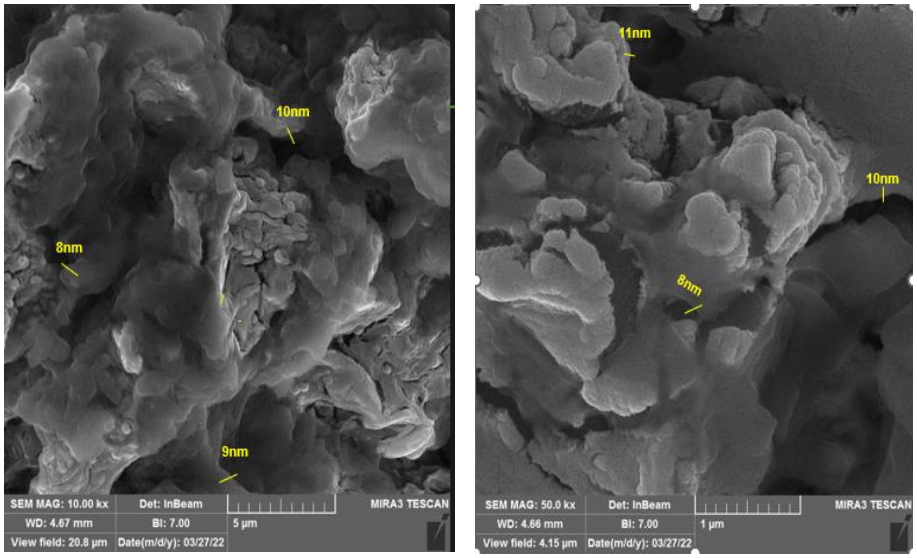
B : اختبار العينات من خلال جهاز المجهر الإلكتروني الماسح :

وصف شكل السطح للعينتين rGO_H وrGO_B من خلال جهاز المجهر الإلكتروني الماسح بمقاييس تكبير مختلفة [kx] (50,10)، وتظهر الصور وجود شرائح متجانسة، وبشكل كثيف ومكدس لهذه الشرائح في عينة الـ rGO_H كما هو واضح في الشكل (4–19)، وتراوحت سماكتها ما بين [nm] 1± (6–9) والتي تم قياسها من خلال ملحق خاص بالمجهر (Nanosurf easyscan software).

، في حين قدرت سماكتها في عينة الـ rGO_B [nm] 1± (8–11)، وكانت بكثافة أقل كما هو واضح في الشكل (4–20) وهذا يؤكد أن التقشير وانتزاع الأكسجين من أكسيد الغرافين باستخدام المُرجع الهيدرازين كان أفضل من المُرجع بورو هيدريد الصوديوم.



الشكل(4-19): صور المجهر الإلكتروني الماسح لأكسيد الغرافين المرجع بالهيدرايزين.

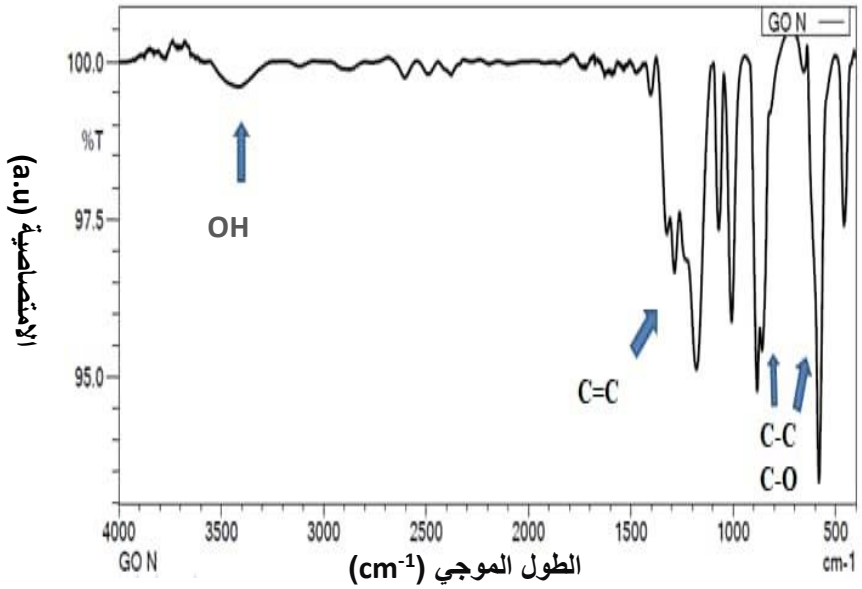


الشكل(4-20): صور المجهر الإلكتروني الماسح لأكسيد الغرافين المرجع بورو هيدريد الصوديوم.

8.4. التوصيف البنيوي:

دراسة مطيافية الأشعة تحت الحمراء:

تمَت دراسة مطيافية الأشعة تحت الحمراء FTIR (Fourier–transform infrared spectroscopy) لكل من GOوrGO_H وrGO_B ، ويبين الشكل (4–21) طيف FTIIR لـ GO، ويتَضح وجود زمر الهيدروكسيل (OH)عند [cm^{-1}] 3500 وكانت منخفضة مقارنةً مع الدراسة المرجعية[81]، وذلك يعود للمعالجة المسبقة لبودرة الغرافيت المستخدم ليصيح موسع الأبعاد كما يلاحظ ظهور قمم واضحة لرابطة اهتزاز الكربون (C=O) عند [cm^{-1}] 1200ورابطة الكربون أوكسيجين (C–O)عند[cm^{-1}] 700. وهذا يتوافق مع الدراسة المرجعية [81] حيث تظهر قمة امتصاص واضحة لزمرة الهيدروكسيل الذي يعدّ بمثابة بصمة لـ GO، وعدم حدوث إرجاع.

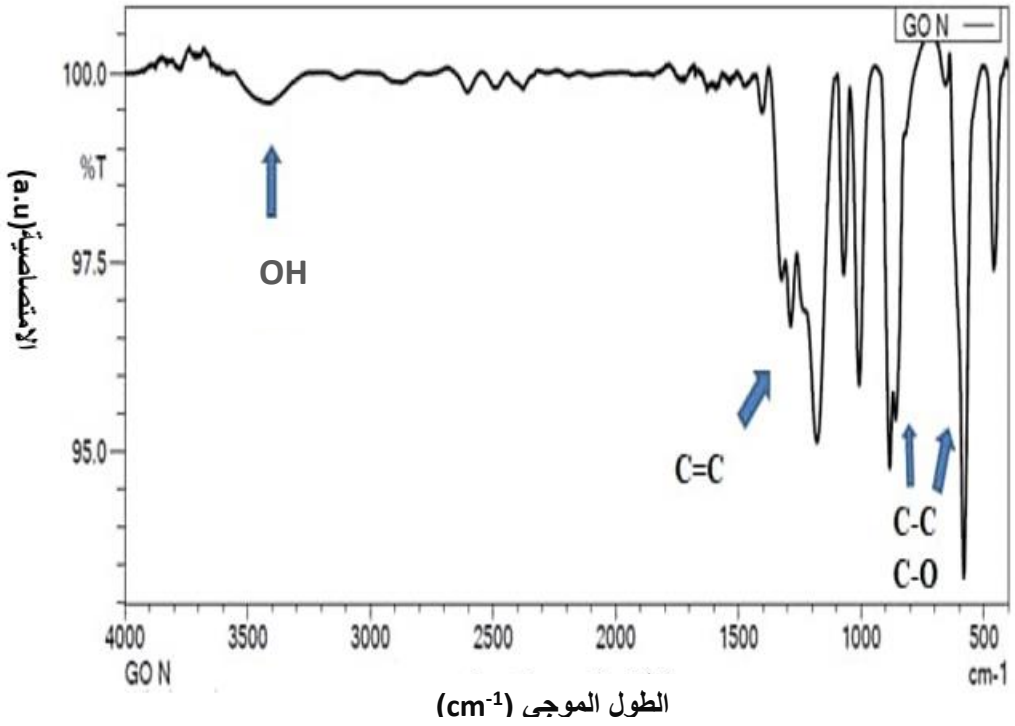


الشكل(4–21): طيف الأشعة تحت الحمراء (FTIIR) لأكسيد الغرافين .

كما يوضح الشكل(4–21) طيف النفوذية FTIR لعينة أكسيد الغرافين المرجع الهيدرايزين rGO_H ، ويتضح من الشكل انخفاض في قمة امتصاص زمر الهيدروكسيل (OH) المتشكلة عند[cm^{-1}] 3500

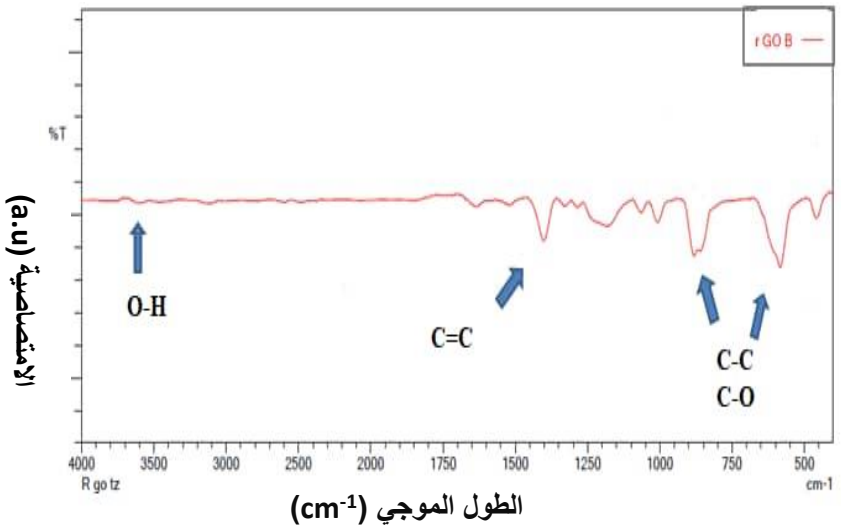
مقارنةً مع وجودها في عينة الـ GO. وهذا يدل على حدوث عملية الإرجاع، وغياب الأكسجين جزئياً، ويتضح ظهور قمم واضحة لرابطة اهتزاز الكربون (C=C) [cm^{-1}] 1200 للأشكال التأصلية للكربون وهذا يعني بمثابة بصمة لحدوث عملية الإرجاع، والحصول على أكسيد الغرافين المرجع.

وظهور رابطة اهتزاز الكربون للأكسجين (C–O) عند [cm^{-1}] 700، وهذه النسب تتوافق مع الدراسة المرجعية [81].



الشكل (4–22): طيف الأشعة تحت الحمراء(FTIIR) لأكسيد الغرافين المرجع بالهيدرايزين.

يبين الشكل (4–22) طيف النفوذية FTIR لعينة أكسيد الغرافين المرجع ببورو هيدريد الصوديوم rGO_B، ويلاحظ غياب وجود زمرة اهتزاز الهيدروكسيل (OH) الدالة على حدوث عملية الإرجاع بشكل كامل. كما يتضح أيضاً عدم تشكل زمرة كربونية واضحة (c=c) عند[cm^{-1}] 1200، وانخفاض في شدة هذه القمم الكربونية. وهذا يدل عدم تشكل اكسيد الغرافين المرجع بنسبة كربون عالية، في حين تظهر رابطة الكربون للأكسجين (c–o) عند [cm^{-1}] 700، وهذه النسب تتوافق مع الدراسة المرجعية[81].



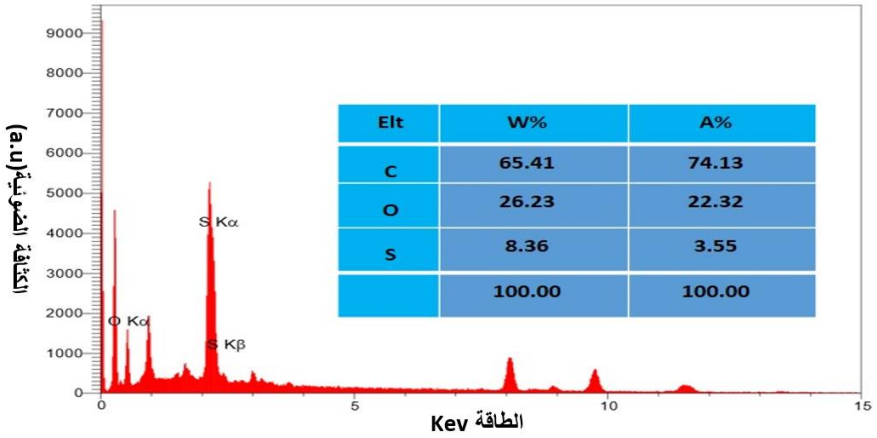
الشكل(4–23): طيف الأشعة تحت الحمراء(FTIIR) لأكسيد الغرافين المرجع ببورو هيدريد الصوديوم

اختبار التحليل العنصري:

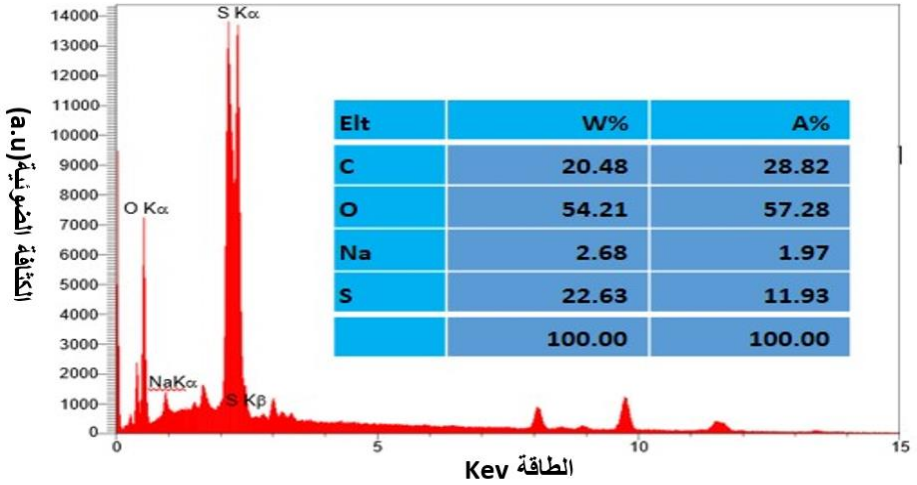
شخص التركيب العنصري من خلال جهاز مطيافية تشتت الأشعة السينية للعينتين rGO_H و rGO_B . ويظهر الشكل (4–24) طيف التحليل العنصري وجدول مدرج فيه النسب الوزنية والذرية للعناصر الموجودة في عينةrGO_H . ويظهر الشكل (4–25) وجود قمم من Cو O، يدل على تشكل أكسيد الغرافين المرجع وبنسبة وزنية وذرية للكربون والأوكسجين (c/o) تساوي [%] 2.49 و3.32 على الترتيب حيث يتضح أن نسبة الكربون أعلى من نسبة الأكسجين، كما تظهر بعض القمم مثل الكبريت [%] 8.36. وهذا يدل على وجود آثار قليلة من حمض الكبريت المستخدم، وعدم حدوث عملية التنقية بشكل جيد وهذا يتوافق مع الدراسة المرجعية [82].

كما يظهر الشكل (4–26) نتائج عينة rGO_Bوجود عدد قمم من c و o، ويدل على تشكل أكسيد الغرافين المرجع وبنسبة وزنية وذرية لـ c/o تساوي[%] 0.37 و0.5على الترتيب. ويتضح من هذه النسبة أن عملية الإرجاع لم تتم بشل كامل في عينة rGO_B وهذا يتوافق مع الدراسة المرجعية [82].

وهذا يتوافق مع مطيافية FTIR مع وجود آثار من الكبريت22.6% للسبب المذكور نفسه سابقاً، ونسبة [%] 2.68 للصوديوم الناتج من استخدام بورو هيدريد الصوديوم كعامل مرجع.



الشكل(4-24): مخطط تحليل التركيب العنصري لأكسيد الغرافين المرجع بالهيدرايزين.



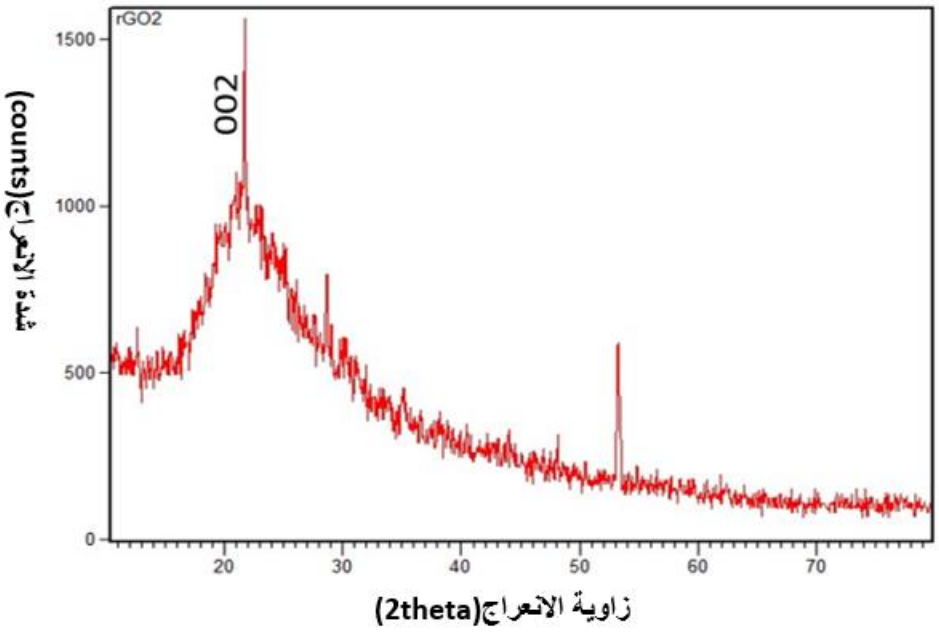
الشكل(4-25): مخطط تحليل التركيب العنصري لأكسيد الغرافين المرجع ببورو هيدريد الصوديوم.

اختبار العينات من خلال جهاز انعراج الأشعة السينية:

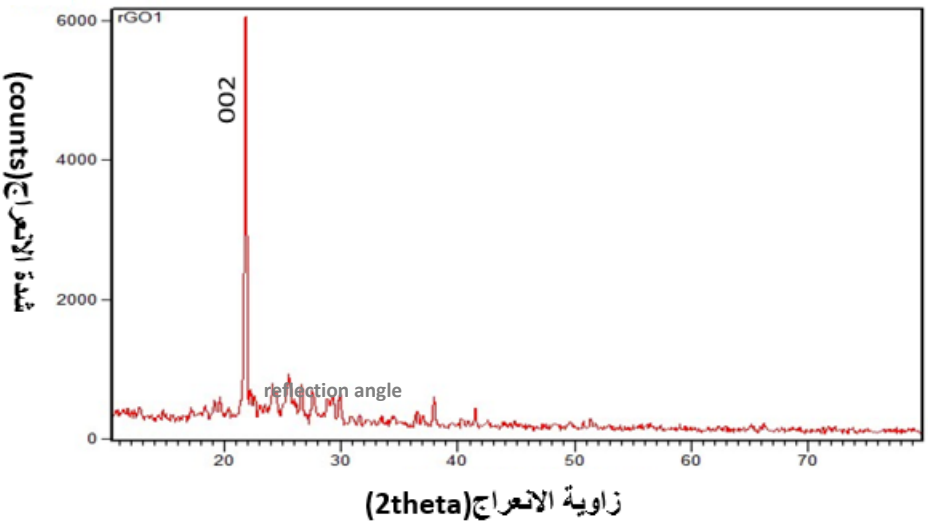
تم اختبار البنية للعينتين rGO_H و rGO_B من خلال جهاز انعراج الأشعة السينية ، وأظهرت النتائج ظهور قمة عند الزاوية $2\theta=23°$ ، وغياب للقمة عند الدرجة $2\theta=10°$ يدل على نجاح عملية الارجاع والحصول على أكسيد الغرافين المرجع وهذا يتوافق مع الدراسة المرجعية [81] لكلتا العينتين، مع ملاحظة أن عرض القمة عند التوجه البلوري يختلف باختلاف العامل المرجع، ونلاحظ أن عرض القمة عند التوجه البلوري 002 باستخدام هيدرات الهيدرايزين أكبر كما هو مبين في الشكل(4-26)، وهذا يدل على صغر سماكة الشرائح وزيادة في المسافة الذرية بين الشرائح التي تقدر بـ [A°] 4 والتي تم حسابها باستخدام

برنامج MATCH X-ray ، مقارنةً مع المسافة الذرية بين شرائح عينة بورو هيدريد الصوديوم التي تساوي 3,3 [A°] والتي تم حسابها بنفس الطريقة.

وهذا يشير إلى أن عملية الإرجاع كانت أفضل عند استخدام الهيدرايزين كعامل إرجاع حيث كانت نسبة الكربون للأكسجين أعلى في عينة أكسيد الغرافين المرجع بالهيدرايزين، كما كانت كثافة الشرائح أكبر وبسماكات أقل في هذه العينة، وظهور الأشكال التآصلية للكربون المرافقة لانخفاض زمرة الهيدروكسيل فيها مقارنةً مع الأشكال التآصلية للكربون التي كانت بشكل أقل في عينة أكسيد الغرافين المرجع ببورو هيدريد الصوديوم، والمسافة الذرية الأكبر بين شرائح عينة أكسيد الغرافين المرجع بالهيدرايزين .



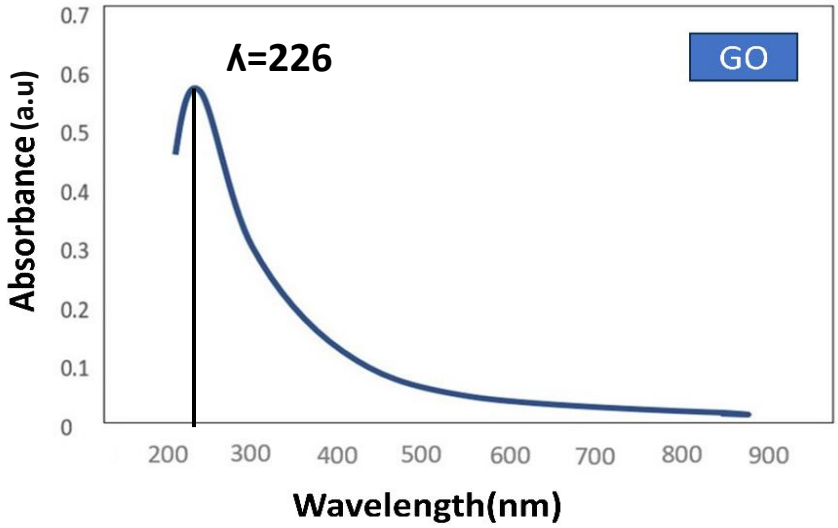
الشكل(4-26): مخطط اختبار XRD لأكسيد الغرافين المرجع بالهيدرايزين.



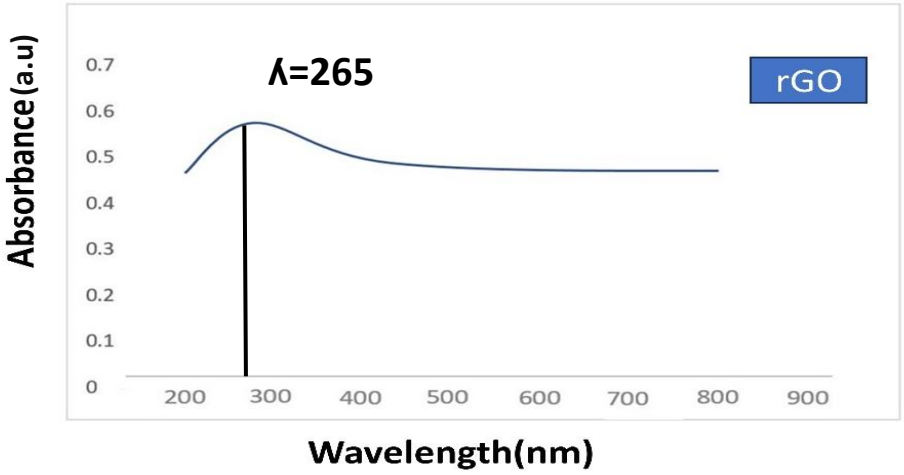
الشكل(4-27):مخطط اختبار XRD لأكسيد الغرافين المرجع ببورو هيدريد الصوديوم.

اختبار العينات من خلال جهاز الأشعة الفوق البنفسجية :

تم اختبار عينة أكسيد الغرافين وأكسيد الغرافين المرجع بالهيدرازين ذات الخصائص البنيوية والضوئية الأفضل من خلال مطيافية الأشعة الفوق البنفسجية لمقارنتها مع أكسيد الغرافين قبل عملية الإرجاع. حيث يبين الشكل (4-28) طيف الأشعة الفوق البنفسجية لعينة أكسيد الغرافين حيث تظهر قمة امتصاص عند طول موجي 226 نانومتر، وهذا يدل على تشكل أكسيد الغرافين كما هو موافق للدراسة المرجعية[82]، في حين بعد عملية إرجاع أكسيد الغرافين باستخدام الهيدرازين، لوحظ وجود قمة لأكسيد الغرافين المرجع عند طول موجي 262 نانومتر، وهذا يؤكد نجاح عملية إرجاع أكسيد الغرافين بسبب غياب القمة عند الطول الموجي 226 نانومتر كما هو موضح في الشكل(4-29) وهذا يتوافق مع الدراسة المرجعية [82].



الشكل (4-28) طيف الأشعة الفوق البنفسجية لأكسيد الغرافين.



الشكل(4-29) مطيافية الأشعة الفوق البنفسجية لأكسيد الغرافين المرجع بالهيدرازين.

9.4. دراسة الخواص الكهربائية:

1. الناقلية الكهربائية:

قيست الناقلية الكهربائية لأوكسيد الغرافين المرجع rGO_H وrGO_B بواسطة مقياس الناقلية الكهربائية بالنقاط الأربع(منبعين للتيار الكهربائي، ومنبعين للجهد الكهربائي)، وذلك عن طريق الترسيب المتجانس من محلول من أكسيد الغرافين المرجع بالهيدرازين وأكسيد الغرافين المرجع باستخدام بورو هيدريد الصوديوم على شرائح زجاجية بأبعاد (75mm*25mm*1mm) والتي يتم تنظيفها بشكل مسبق باستخدام محلول الإيثانول والماء المقطر، ومن ثمَ تم وضع أربع نقاط اتصال من الفضة الغروية (silver paste) كما موضح في الشكل (4−30). وحددت قيمة الناقلية الكهربائية من المنحنيات المميزة لقيم الجهد الكهربائي والتيار الكهربائي (I−V) حيث أن المقاومة الكهربائية هي مقلوب الميل، كما هو موضح من المخططين البيانين الآتيين لكل من rGO_H وrGO_B على التوالي. واعتماداً على العلاقة الآتية.

$$\boldsymbol{\sigma = \frac{L}{R.S}} \qquad (\mathbf{2-4})$$

حيث إن:

σ:الناقلية الكهربائية [S/cm].

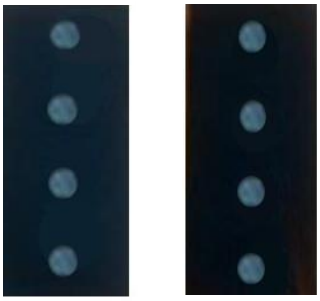
l: المسافة بين المسبرين وقدره [cm] 2.5.

R: المقاومة الكهربائية وهنا هي مقلوب الميل (m)وتقدر بالأوم.

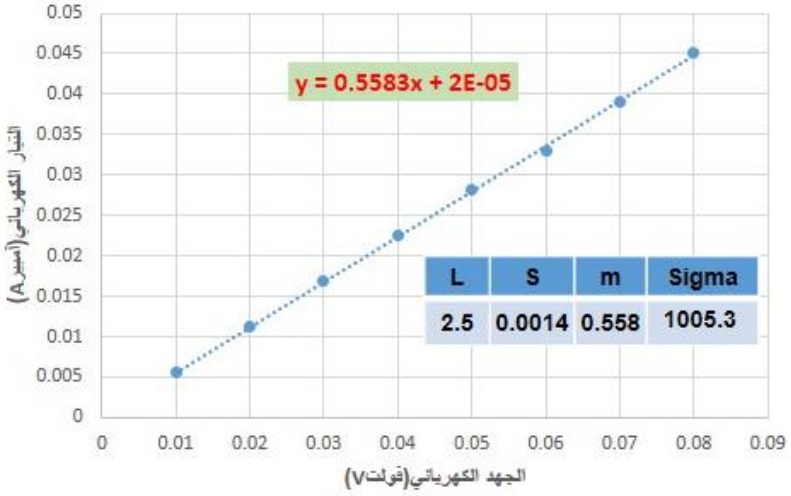
S : مساحة المقطع cross−section وقدره $0.0014[cm^2]$ ، علماً أن : الارتفاع [cm] 0.0014، والعرض [cm]1، حيث تم حساب(الارتفاع) والذي هو مقدار سماكة كتلة الغرافين m المترسبة على الشرائح الزجاجية باستخدام المعادلة التالية : $m=M_2-M_1=0.0065g$ $(\mathbf{3-4})$

حيث أن M_1: وزن الشريحة قبل ترسيب الغرافين،M_2: وزن الشريحة بعد ترسيب الغرافين، بعد ذلك تم حساب السماكة باستخدام العلاقة التالية: $d = \frac{m}{\rho.x.y}$ =0.0014cm $(\mathbf{4-4})$ حيث أن:

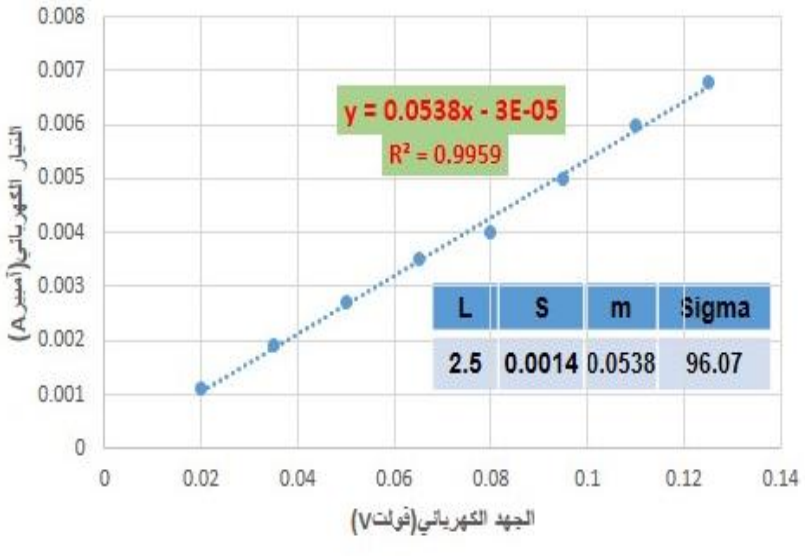
ρ كثافة المادة المتوضعة على الشريحة، وقيمتها بالنسبة للغرافين ($1.8\ g/cm^3$)، y، x أبعاد الشريحة بواحدة cm .



الشكل (4-30): توضيع النقاط الأربع من معجونة الفضة الغروية لأكسيد الغرافين المرجع : (A)بورو هيدريد الصوديوم-(B) الهيدرايزين.



الشكل (4-31): المخطط البياني للجهد والتيار الكهربائي (I-V) الخاص بقياس الناقلية الكهربائية لأكسيد الغرافين المرجع الهيدرايزين.



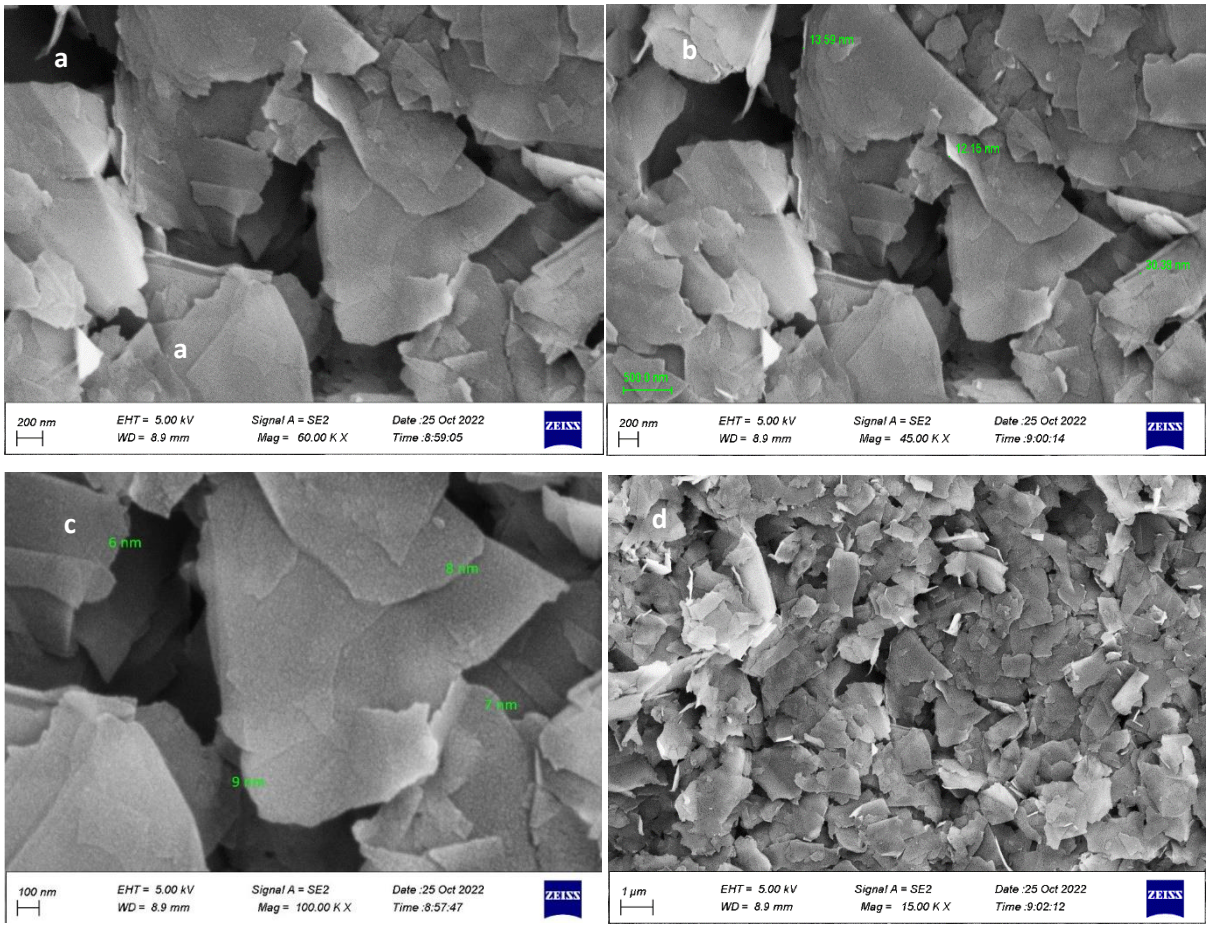
الشكل (4–32): المخطط البياني للجهد والتيار الكهربائي (I–V) الخاص بقياس الناقلية الكهربائية لأكسيد الغرافين المرجع ببورو هيدريد الصوديوم.

ومن المخططين البيانين وبتطبيق قانون أوم، تبين أن قيمة الناقلية الكهربائية تتقدر بـ $10^3 \pm 1$[S/cm]، $10^2 \pm 1$ [S/cm] لكل من rGO_H و rGO_B على الترتيب. ومنه نستنتج أنَ الناقلية الكهربائية لأكسيد الغرافين المرجع بالهيدرايزين أفضل ب 10 أضعاف من أكسيد الغرافين المرجع ببورو هيدريد الصوديوم، وذلك يعود إلى أن عملية الإرجاع، كانت أفضل باستخدام محلول الهيدرايزين من الإرجاع باستخدام بورو هيدريد الصوديوم وبالتالي اختلاف عامل الإرجاع يؤثر بشكل كبير في الناقلية الكهربائية.

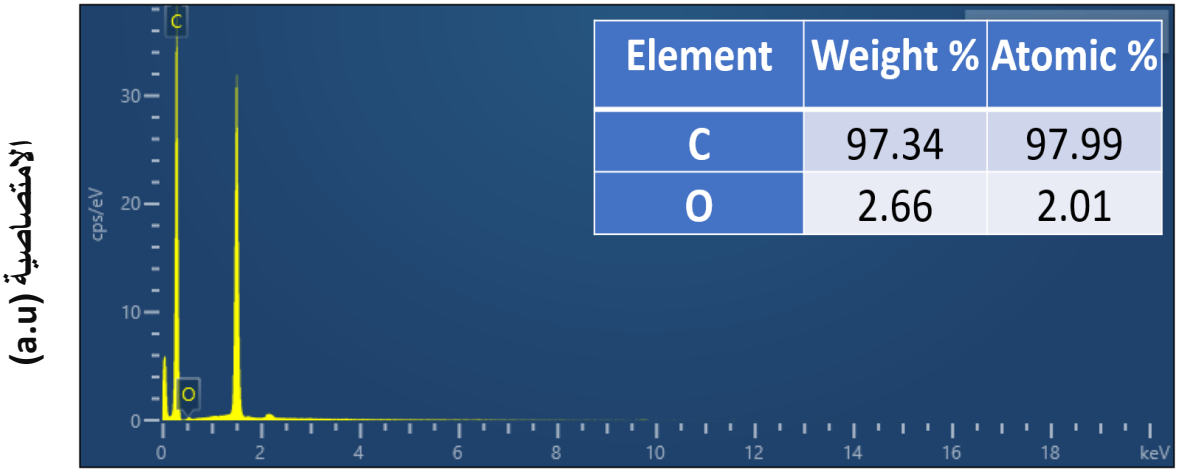
ولأن كفاءة الإرجاع كانت أفضل عن طريق استخدام الهيدرازين تم توصيف عينة أكسيد الغرافين المرجع بالهيدرازين بأجهزة توصيف أكثر دقة، حيث تم توصيفها من خلال مجهر الكتروني(SEM) ذو انبعاث حقلي عالي الدقة وبمقاييس تكبير مختلفة kx(100–50–45–15)، فتبين ظهور شرائح كثيفة ومكدس بشكل واضح، وبسماكات رقيقة تراوحت ما بين 6–12±1nm كما هو موضح بالشكل (4–33) والتي تم قياس سماكتها من خلال ملحق خاص بالمجهر (Nanosurf easyscan software).

ويظهر الشكل (4–34) طيف التحليل العنصري وجدول مدرج فيه النسب الوزنية والذرية للعناصر الموجودة في عينة rGO_H حيث نلاحظ وجود عدد قمم من C وO، وبنسبة وزنية وذرية للكربون والأوكسجين

(C/O)%(34–49) على الترتيب، وكانت نسبة الكربون أعلى من نسبة الأكسجين بشكل كبير وهذا يؤكد كفاءة عملية الإرجاع وبالتالي الناقلية الكهربائية العالية.



الشكل(4–33):a–b صور (SEM)لسطح أكسيد الغرافين المرجع بالهيدرازين بمقياس 200nm، c–صور(SEM)لسطح أكسيد الغرافين المرجع بالهيدرازين 100nm, d–صور (SEM)لسطح أكسيد الغرافين المرجع بالهيدرازين بمقياسµm (1).



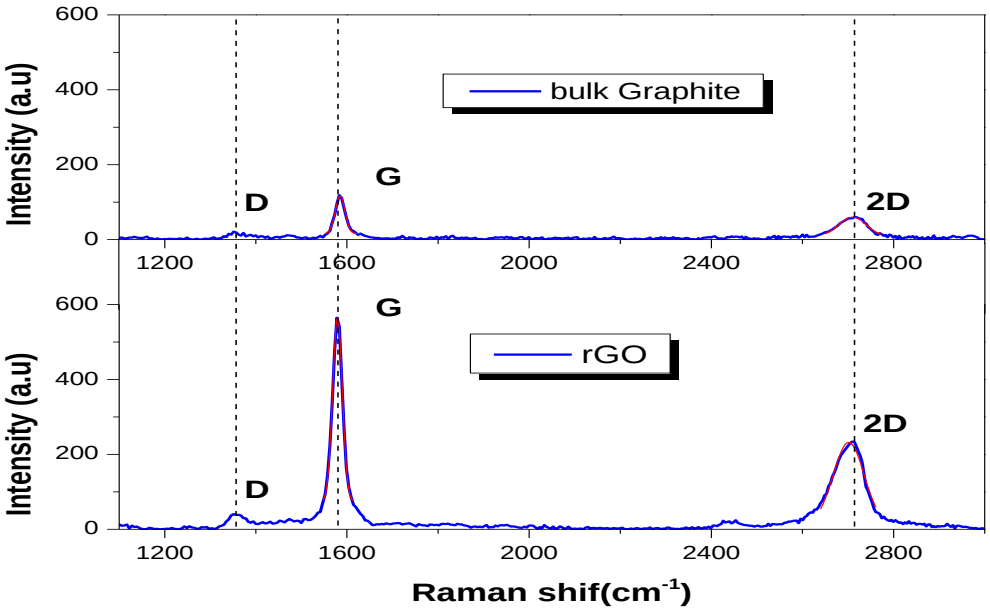
Element	Weight %	Atomic %
C	97.34	97.99
O	2.66	2.01

الشكل(4–34): طيف تحليل التركيب العنصري لعينة أكسيد الغرافين المرجع بالهيدرازين

يساعد تحليل الرامان على تحديد جودة الروابط وعدد الطبقات باستخدام تحليل الطيف الرامان، فهو من أدوات التوصيف الأكثر موثوقية حيث يلاحظ من الشكل (4-35) طيف الرامان للغرافيت والغرافين المتقشر (rGO_H)، فنلاحظ ظهور ثلاث قمم رئيسية مميزة في كل من الغرافيت والغرافين المتقشر D و G و2D، والتي تظهر عند طول موجي cm^{-1} (1300 – 1580 – 2700)على الترتيب، حيث أن كل من القمة D و Gتعبر عن الاضطراب أو النقاء في هيكل الغرافين المتشكل.

كما أن قيمة نسبة شدة I_{2D}/I_G تساعد في تحديد عدد طبقات الغرافين، فعندما تكون هذه النسبة حوالي 1 يكون أحادي الطبقة في حين عندما تكون هذه النسبة أقل من 1 يكون الغرافين متعدد الطبقات ونلاحظ من المخطط أن الغرافيت الطبيعي الأصلي نسبة الشدة I_{2D}/I_G=63.80/119.40=0.53 مع ذروة D منخفضة جدًا في حين أن الغرافين المتقشر كانت فيه نسبة الشدة I_{2D}/I_G=237.92/566.78=0.41 مع ذروة D أعلى قليلاً مقارنة بالغرافيت. استنادًا إلى نسبة الشدة المذكورة، يمكن تحديد أن الغرافين المتقشر هو غرافين متعدد الطبقات وبهيكل خالي من العيوب بسبب ارتفاع الذروة D,G في الغرافين المتقشر.

تتغير قيمة النصف القطر الكامل للذروة الثانية (FWHM) وتحدد طبقة الغرافين وجودتها، حيث كان نصف القطر الكامل للذروة 2D للغرافين المتقشر (67.98±6.80) أكبر من النصف القطر الكامل للذروة 2D للغرافيت السميك (60.18±4.3) وكما أن النصف القطر الكامل لذروة G للغرافين المتقشر (21.34±0.37) أكبر من النصف القطر الكامل لذروة G للغرافيت السميك (21.09±0.63). هذا يشير إلى جودة التقشير وجودة بنية الغرافين المتكون وهذا يتوافق مع الدراسة المرجعية[84-83].



الشكل (4-35) طيف الرامان لأكسيد الغرافين المرجع والهيدرازين وبودرة الغرافيت.

ونستنتج أن دمج الطريقة الكيميائية مع الطريقة الهيدروحرارية بعد انتقاء الشروط التجريبية المُثلى، أفاد بتحضير أكسيد الغرافين المرجع بخصائص فيزيائية جيدة. وتَبيّن أنَّ تغيير عامل الإرجاع يؤثر بصورة كبيرة في الخواص الفيزيائية للغرافين المحضر، حيث إن عملية الإرجاع لأكسيد الغرافين من خلال محلول هيدرات الهيدرايزين كان أفضل من الارجاع لأكسيد الغرافين بمحلول بورو هيدريد الصوديوم من حيث الخواص البنيوية والكهربائية والفيزيائية، مما يمكّن من استخدامه لاحقاً في معالجة الخيوط نسيجية لإدراجها ضمن تطبيقات الأقمشة الذكية الناقلة للكهرباء والمولدة للحرارة.

الجزء الثالث: تحضير وتوصيف الخيوط القطنية المعالجة بحبر الغرافين المرجع بهيدرات الهيدرايزين.

تم في هذا الجزء تحضير خيوط قطنية ناقلة للكهرباء، من خلال معالجتها بحبر الغرافين الناقل للكهرباء وذلك بواسطة تقنية الغمس والتجفيف. وجرى غمس الخيوط القطنية في محلول من أكسيد الغرافين المحضر بطريقة الأكسدة الكيميائية، ومن ثم إرجاع أكسيد الغرافين بشكل مباشر على الخيوط من خلال محلول الهيدرازين، وذلك ضمن حمام من الأمواج الفوق الصوتية حيث يتواجد هذ الجهاز في مخبر النانو قي

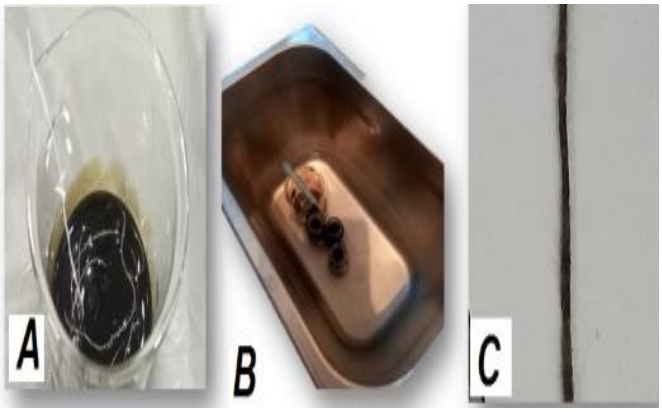
كلية العلوم جامعة دمشق، وتمّت دراسة العوامل المؤثرة في عملية الإرجاع وهي (الزمن، التركيز، درجة الحرارة)، كما تم توصيف الخيوط المعالجة بأكسيد الغرافين المرجع عليها بشكل مباشر كهربائياً من خلال قياس المقاومة الكهربائية للخيوط المعالجة، وإجراء نمذجة إحصائية لدراسة التأثير المتبادل بين هذه العوامل المدروسة وأهمية تأثير كل عامل في جودة عملية الإرجاع على الخيط ، وتَبيّن أنَّ تغيير شروط عملية الإرجاع يؤثر بصورة كبيرة في الخواص الكهربائية للغرافين المحضر على الخيط القطني. وشُخصت الخواص البنيوية والضوئية للخيوط المعالجة من خلال المجهر الإلكتروني الماسح (SEM)، وجهاز تحليل التركيب العنصري (EDS)، وكما تمّت دراسة السلوك الحراري للخيط المعالج بحبر الغرافين من خلال تطبيق جهد عليه، ودراسة البارامترات المؤثرة في السلوك الحراري، وذلك من أجل إدراج الخيوط المعالجة بالغرافين في الأقمشة الذكية المستخدمة في التطبيقات الكهربائية والحرارية.

11.4. تحضير العينات المدروسة:

تم استخدام أكسيد الغرافين المحضر مسبقاً باتباع طريقة همر من خلال عملية الأكسدة الكيميائية، ثم جرى بعثرة نسب وزن مختلفة من أكسيد الغرافين في DI–water باستخدام جهاز الأمواج الفوق صوتية لمدة [min]30 حيث تساعد هذه العملية على تحريض دخول ذرات محلول أكسيد الغرافين ومحلول الهيدرازين ضمن شعيرات الخيط وبالتالي إرجاع أكبر قدر ممكن من شرائح أكسيد الغرافين على شعيرات الخيط.

تم الحصول على GO متجانس بلون بني، وجرت إضافة الأمونيا لضبط درجة حموضة المحلول عند pH=10 عندها يتم غمس الخيط القطني المسرح 16Neفي المحلول، وذلك ضمن حمام مائي مطبق عليه الأمواج الفوق الصوتية، تليه عملية الإرجاع على الخيط بشكل مباشر من خلال إضافة [ml]15 من محلول الهيدرازين تدريجياً إلى محلول GO المغموس فيه الخيط القطني، حتى يتحول لون الخيط القطني المغموس في المحلول من اللون البني إلى اللون للأسود [85]. وبعد الانتهاء من الحصول على خيط قطني بلون أسود الذي يعود إلى حدوث عملية الإرجاع لأكسيد الغرافين بعد إضافة الهيدرازين، يتم

غسيل الخيط المعالج بأكسيد الغرافين المرجع (ثلاث مرات) بالماء المنزوع الشوارد ثم يجري تجفيفه وذلك بدرجة حرارة الغرفة، ويترك إلى اليوم الثاني، كما هو موضح بالشكل(4-36) .



الشكل (4-36): عملية الإرجاع لأكسيد الغرافين بشكل مباشر على الخيوط القطنيةa :-غمس الخيط القطني ضمن محلول أكسيد الغرافينb-إرجاع أكسيد الغرافين ضمن حمام من الأمواج فوق الصوتية c-الخيط المعالج بأكسيد الغرافين المرجع.

وتمّت دراسة عملية الإرجاع لأكسيد الغرافين بشكل مباشر على الخيوط القطنية عند معاملات مختلفة تم تحديدها استناداً للدراسات المرجعية [85]، كما هو موضح في الجدول (4-4).

جدول (4-4): المعاملات **المدروسة ومستويات الدراسة لكل بارامتر.**

مستوى الدراسة	البارامتر		
	الوقت	درجة الحرارة	التركيز لمادة أكسيد الغرافين
	Time	Temperature	Concentration
	(h)	(c^O)	(g/mL)
1	1	25	25
2	2.5	50	50
3	4	100	75

وتم قياس المقاومة الكهربائية لكل من الخيوط القطنية المحضرة بالمعاملات المدروسة، فكانت النتائج كما يأتي مبينة بالجدول(4-5) حيث يوضح مصفوفة الاختبارات الذي تم تشكيله من خلال برنامج إحصائي(**STATOGRAPHICS**) :

الجدول (4-5): قيم المقاومة الكهربائية للخيوط القطنية المسرحة 16Neعند المعاملات المدروسة (الزمن، التركيز، درجة الحرارة)

رقم التجربة	الوقت	درجة الحرارة	التركيز	المقاومة الكهربائية
	Time	**Temperature**	**Concentration**	**Electrical resistance**
	(h)	(c^O)	(g/mL)	(kΩ)
1	1	25	25	190±0.05
2	2.5	25	25	185±0.05
3	4	25	25	175±0.05
4	1	50	25	172±0.05
5	2.5	50	25	155±0.05
6	4	50	25	130±0.05
7	1	100	25	120±0.05
8	2.5	100	25	110±0.05
9	4	100	25	100±0.05
10	1	25	50	200±0.05

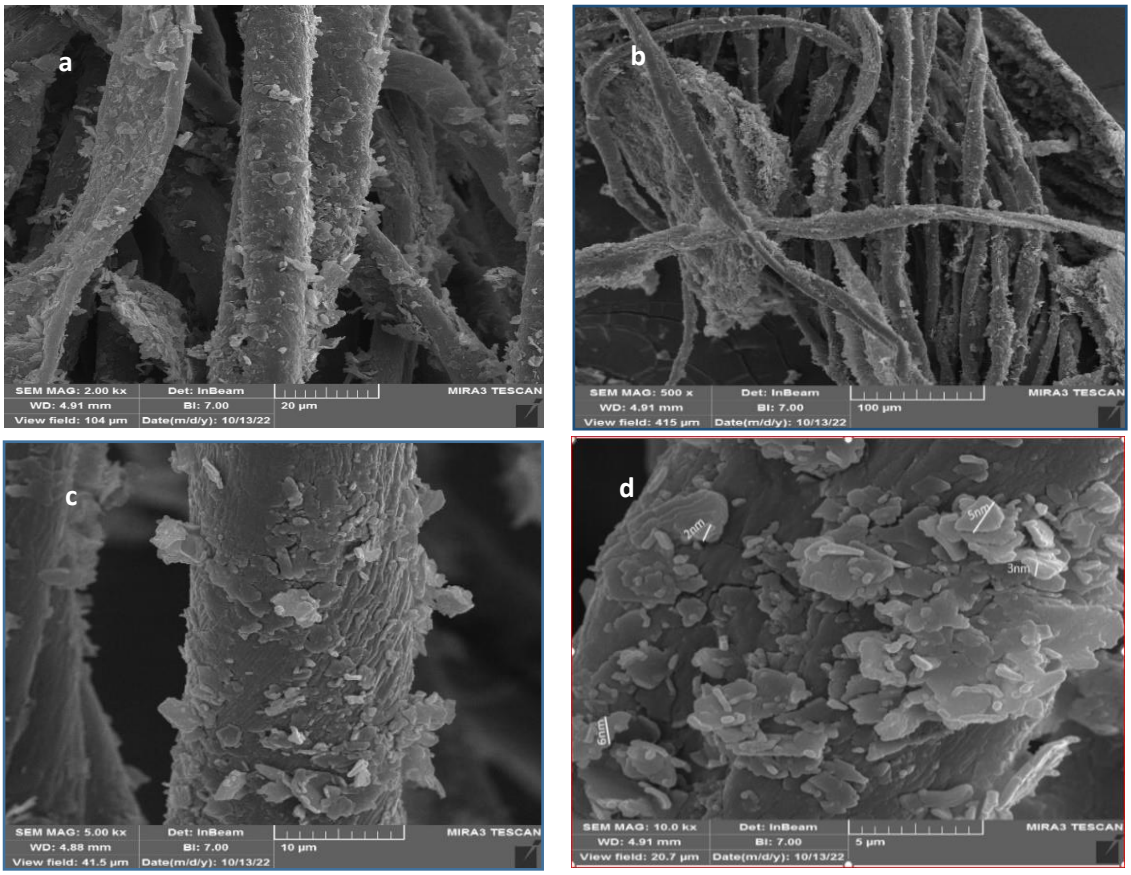
165±0.05	50	25	2.5	11
114±0.05	50	25	4	12
108±0.05	50	50	1	13
102±0.05	50	50	2.5	14
95±0.05	50	50	4	15
89±0.05	50	100	1	16
83±0.05	50	100	2.5	17
90±0.05	50	100	4	18
350±0.05	75	25	1	19
340±0.05	75	25	2.5	20
320±0.05	75	25	4	21
300±0.05	75	50	1	22
295±0.05	75	50	2.5	23
280±0.05	75	50	4	24
270±0.05	75	100	1	25
250±0.05	75	100	2.5	26
220±0.05	75	100	4	27

ويلاحظ من الجدول (4–4)، تغير المقاومة الكهربائية للعينات المدروسة الناتجة عن تغير العوامل المدروسة، التي هي درجة الحرارة[C^{O}] (100–50–25) ، والزمن [h] (4–2.5–1) والتركيز [g/ml](75–50–25).

وكانت أقل مقاومة كهربائية [kΩ]0.05±83 أي ما يعادل [Ω. square] 0.5±125.76 للخيط القطني المعالج بأكسيد الغرافين المرجع، حيث إنّ قطر الخيط [mm] 0.29 وطول الخيط [cm] 60، وعلماً أن العرض هو (3.14*0.29)، وبنسبة المقاومة الكهربائية إلى (نسبة الطول إلى العرض) تكون المقاومة[Ω. square] 0.5±125.76 ، وذلك عند درجة حرارة 100 درجة مئوية، وزمن ساعتين ونصف وتركيز [g/ml] 50 من أكسيد الغرافين.

12.4. التوصيف الضوئي:

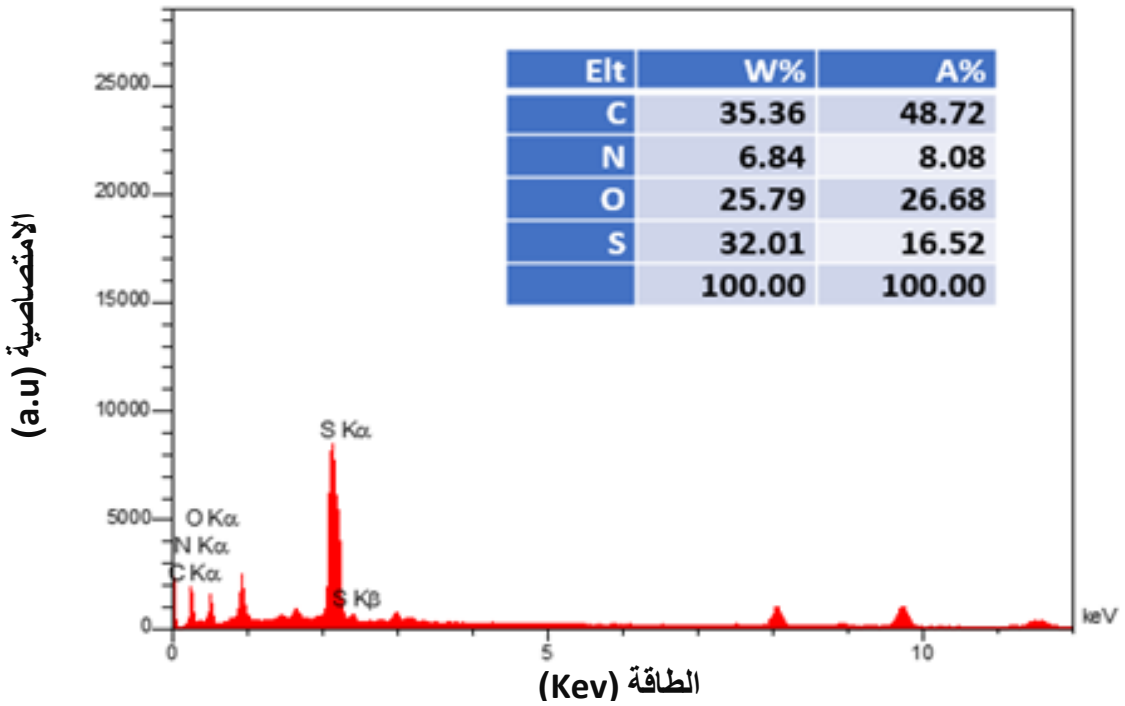
تم توصيف الخيط المسرح المعالج بطريقة الإرجاع على الموقع والذي كان الأفضل من حيث الخصائص الكهربائية من خلال المجهر الالكتروني الماسح الموجود في جامعة شاهرود/طهران في إيران حيث تم أخذ صور لسطح الخيط المدروس بمقاييس تكبير مختلفة kx(2-5-10-500)، فلوحظ من الصور وجود شرائح نانوية متراكمة بشكل غير كثيف على سطح شعيرات الخيط المدروس كما هو موضح في الشكل(4-37)، ولكنها كانت بسماكات قليلة في عينة أكسيد الغرافين المرجع والتي تم قياسها بمحلق خاص بالجهاز، وقد تراوحت سماكتها [nm]1± (1-6) حيث تم قياس سماكة الشرائح بملحق خاص بالجهاز (Nanosurf easyscan software).



الشكل (4-37): صور (SEM)لسطح الخيط المعالج بأكسيد الغرافين المرجع :A- صور (SEM) لشرائح الغرافين على سطح شعيرة الخيط المعالج بالغرافين بمقياس µm(5)،B - صور (SEM) لشرائح الغرافين على سطح شعيرة الخيط المعالج بالغرافين بمقياس µm(10)،C - صور (SEM) لشرائح الغرافين على سطح شعيرات الخيط المعالج بالغرافين بمقياس µm(20)، D- صور (SEM) لشرائح الغرافين على سطح شعيرات الخيط المعالج بمقياس µm(100)

كما يبين الشكل (4-38) تحليل التركيب العنصري للخيط المعالج بأكسيد الغرافين المرجع، ونلاحظ وجود قمم لكل من عنصر C و O ، يدل على تشكل اكسيد الغرافين المرجع على سطح الخيط، وبنسبة وزنية وذرية للكربون والأوكسجين (c/o)% 1.82 و1.37على الترتيب، حيث يتضح أن نسبة الكربون كانت أعلى من نسبة الاكسجين كما تظهر بعض القمم مثل(S) الكبريت% 16.52، وهذا يدل على وجود آثار قليلة من حمض الكبريت المستخدم، وعدم حدوث عملية التنقية بشكل جيد لأكسيد الغرافين. كما نلاحظ

وجود قمم لعنصر(N) النتروجين% 8.08 ، وتعود إلى الهيدرازين المستخدم في عملية الإرجاع لأكسيد الغرافين.



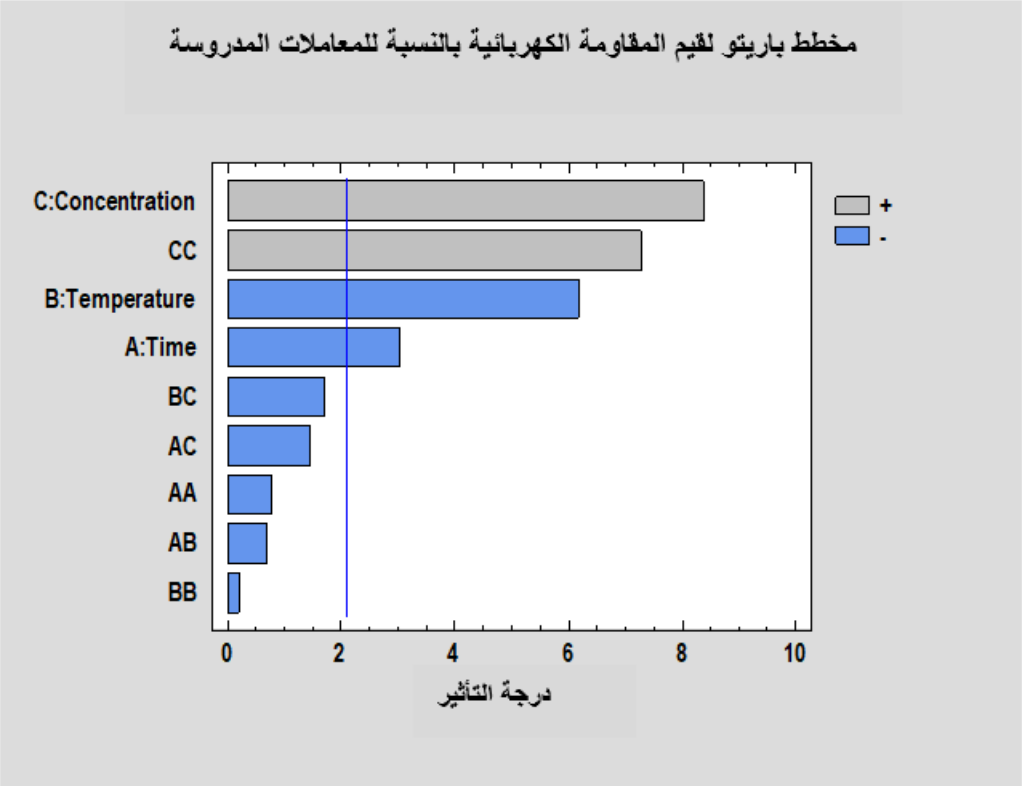
الشكل (4-38): القيم المبينة لتحليل التركيب العنصري للخيط المعالج بأكسيد الغرافين المرجع.

13.4. النمذجة الرياضية:

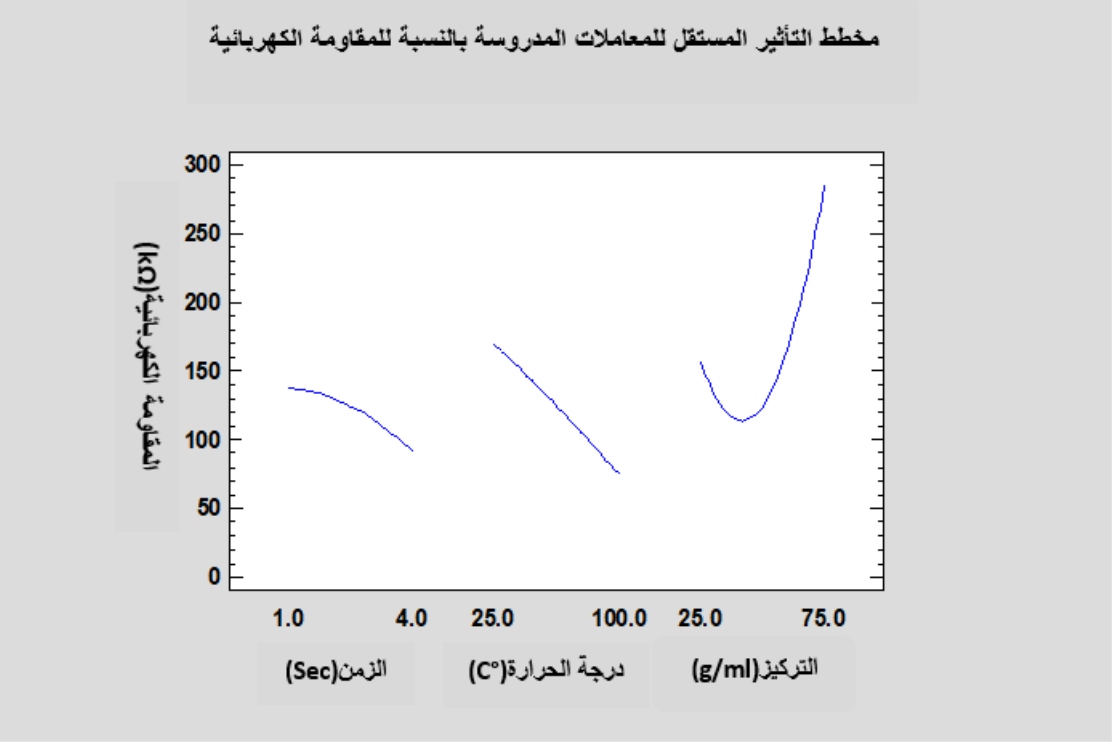
تم استخدام النمذجة الإحصائية باستخدام برنامج **(STATOGRAPHICS)**، وذلك من خلال تحليل الانحدار الخطي، لدراسة تأثير كل من التركيز، والزمن، ودرجة الحرارة، على المقاومة الكهربائية للخيوط القطنية المعالجة بحبر أكسيد الغرافين المرجع، والتأكد من نتائج التجارب المخبرية، ولدراسة العلاقة بين جميع المعاملات المستقلة والتأثير المتبادل فيما بينها، وخلصت نتائج الدراسة إلى القيم المبينة في الجدول (4-6).

أولاً: مخطط باريتو (parito):

يتّضح في الشكل (4-39) مخطط تأثير مقادير الدخل في المقاومة الكهربائية للخيوط القطنية المعالجة، حيث يلاحظ أن عامل تركيز أكسيد الغرافين(A) هو المؤثر الأكبر في المقاومة الكهربائية فتزداد المقاومة الكهربائية بزيادته والعكس بالعكس، وذلك يعود إلى عدم استكمال عملية الإرجاع لأكسيد الغرافين عند تحميل الخيط بتراكيز كبيرة من أكسيد الغرافين، يليه عامل درجة الحرارة (B) تأثيراً على المقاومة الكهربائية، وبشكل عكسي، فكلما زادت درجة الحرارة، تنخفض المقاومة الكهربائية للخيط القطني المعالج، وذلك بسبب تأثير درجة الحرارة على تفكك الهيدرازين، وبالتالي زيادة تفاعل النتروجين مع الأكسجين وهذه بدوره يؤدي إلى انخفاض المقاومة الكهربائية وتحسن الناقلية كلما ازدادت درجة الحرارة. بالنسبة لعامل الزمن(C)، فكان أقل تأثيراً في المقاومة الكهربائية وتأثيره عكسياً بشكل مماثل لدرجة الحرارة، فكلما ازداد الزمن، تنخفض المقاومة الكهربائية للخيط القطني المعالج بأكسيد الغرافين المرجع، ويعود ذلك لزيادة عملية نزع ذرات الأكسجين من أكسيد الغرافين بشكل كبير مع زيادة الزمن وهذا يؤدي لانخفاض المقاومة الكهربائية وتحسن الناقلية الكهربائية، أما بالنسبة للتأثير المتبادل لدرجة الحرارة والتركيز (BC)، هو بتأثير عكسي في قيم المقاومة الكهربائية وأكبر من التأثير المتبادل لكل لعامل درجة الحرارة والزمن(AB)، والتأثير المتبادل الزمن والتركيز (AC)، وأكبر من التأثير المتبادل (CC-BB-AA) بين مستويات كل معامل(التركيز – الحرارة – الزمن)على الترتيب، وهذا مؤشر أخر على التأثير المهم للتركيز ودرجة الحرارة على عملية الإرجاع وبالتالي على المقاومة الكهربائية.



الشكل (4-39): مخطط باريتو لتأثير مقادير الدخل على المقاومة الكهربائية.

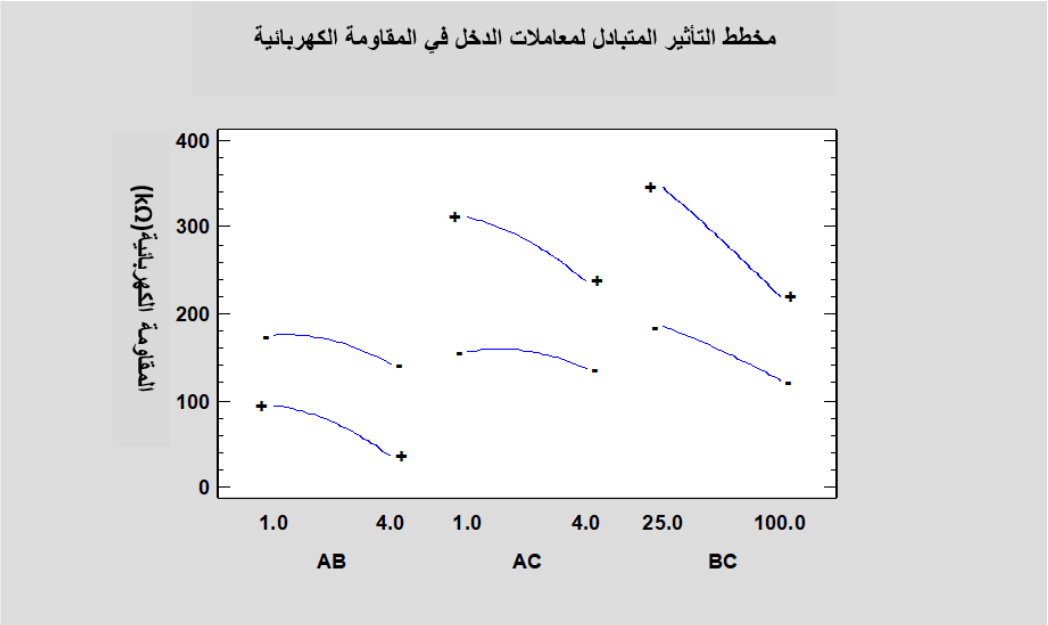


الشكل (4-40):مخطط التأثير المستقل تأثير لمُعاملات الدخل على المقاومة الكهربائية.

يبين الشكل (4–40) مخطط تأثير معاملات الدخل المستقلة في المقاومة الكهربائية للخيط القطني المعالج بأكسيد الغرافين المرجع، ونلاحظ انخفاض قيمة المقاومة الكهربائية للخيط المعالج من [KΩ] 95 إلى [KΩ] 135 ، مع زيادة زمن الإرجاع بشكل مستقل من (1) إلى (4) وهذا يعود إلى أنه مع زيادة الزمن تزداد عملية تفاعل الهيدرازين مع أكسيد الغرافين وبالتالي يتم انتزاع كمية أكبر للأكسجين من أكسيد الغرافين، وهذا بدوره يؤدي إلى ناقلية كهربائية عالية. كما تنخفض أيضاً قيمة المقاومة الكهربائية من 83 [KΩ] إلى [KΩ] 175، مع زيادة عامل درجة الحرارة بشكل مستقل من [C^O] 25 وحتى[C^O] 100 وهذا يعود إلى تأثير زيادة درجة الحرارة على تفكك محلول الهيدرازين وبالتالي زيادة تفاعل كمية أكبر من النتروجين مع الأكسجين الذي يؤدي إلى زيادة عملية الإرجاع وبالتالي انخفاض بالمقاومة الكهربائية وتحسن الناقلية الكهربائية. في حين أن المقاومة الكهربائية تنخفض من [KΩ] 130 إلى [KΩ] 155 مع زيادة عامل التركيز بشكل مستقل من (g/ml)(25) إلى [g/ml]50، ثم مع زيادة التركيز من 50 [g/ml] إلى [g/ml] 75 تبدأ المقاومة الكهربائية للخيوط القطني المعالجة بأكسيد الغرافين المرجع بالارتفاع من جديد من [KΩ]130 إلى [KΩ] 300 وهذا يعود إلى أنه مع ارتفاع نسبة تركيز أكسيد الغرافين على سطح شعيرات الخيط بشكل كبير تصبح عملية الإرجاع غير مستكملة وغير شاملة مقارنةً مع جودتها عند حد معين من التركيز والذي كان عند 50g/mL ، ونتيجة لذلك تزداد المقاومة الكهربائية عند التراكيز الكبيرة لمحلول أكسيد الغرافين.

ويبين الشكل (4–41) مخطط التأثير المتبادل لمُعاملات الدخل في المقاومة الكهربائية للخيط القطني المعالج بأكسيد الغرافين المرجع، ونلاحظ أنه لا يوجد تأثير متبادل مهم بين عامل الزمن وعامل درجة الحرارة على انخفاض المقاومة الكهربائية أي في الوقت الذي تنخفض فيه المقاومة الكهربائية بزيادة الزمن تنخفض فيه المقاومة الكهربائية بزيادة درجة الحرارة. كما نلاحظ أنه لا يوجد تأثير متبادل مهم بين عامل الزمن وعامل التركيز على انخفاض المقاومة الكهربائية، أي في الوقت الذي تنخفض فيه المقاومة الكهربائية بزيادة الزمن تنخفض فيه المقاومة الكهربائية بزيادة التركيز، في حين نلاحظ أنه يوجد ميلان

بسيط للتأثير المتبادل لعامل درجة الحرارة وعامل التركيز ولكنه لم يكن بذو أهمية كبيرة على تأثير انخفاض المقاومة الكهربائية، أي في الوقت الذي تنخفض فيه المقاومة الكهربائية بزيادة التركيز، تنخفض فيه المقاومة الكهربائية بزيادة درجة الحرارة، وبذلك نجد أن التأثير المتبادل الأهم على المقاومة الكهربائية هو التأثير المتبادل لعامل التركيز ودرجة الحرارة.



الشكل (4−41): مخطط التأثير المتبادل لمُعاملات الدخل في المقاومة الكهربائية.

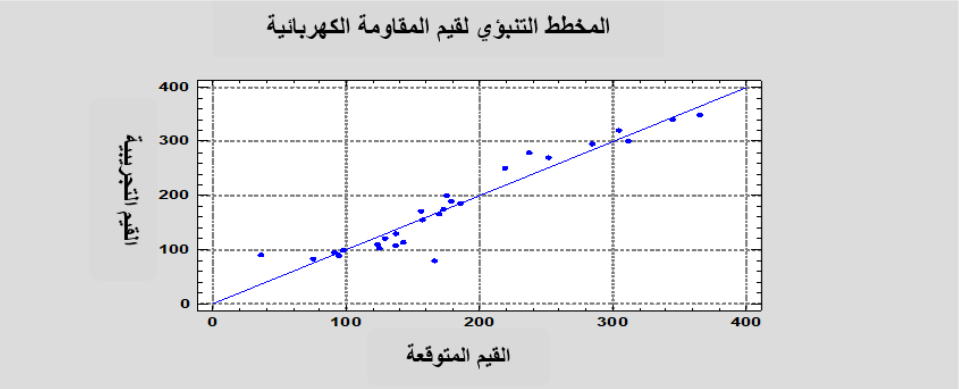
تم اختبار النموذج التنبؤي من خلال البرنامج برسم مخطط التأثير الخطي بين مُعاملات الدخل، وقيم الخواص المقاسة، وتم الحصول على المخطط (4−42) الذي يبين العلاقة بين القيم المتوقعة والقيم التجريبية للمقاومة الكهربائية.

كما استخدم دليل الارتباط (R sq) لقياس جودة الموديل الرياضي، وتمت الاستعانة ببرنامج (**STATGRAPHICS**)، للحصول على نموذج رياضي تنبؤي لقيم المقاومة الكهربائية، وكانت النتائج موضحة في المعادلة (**4 − 5**):

$$\text{Electrical resistance} = 346.877 + 33.0494*A + 0.0908642*B + 10.8656*C - 4.61728*A^2 - 0.115556*A*B - 0.362222*A*C - 0.00169877*B^2 - 0.0168889*B*C + 0.153778*C^2 \qquad (5-4)$$

ويلاحظ قيمة دليل الارتباط [%] (R sq = 91.223)، وبالتالي يوجد ارتباط مهم بين قيم معاملات الدخل المدروسة (تركيز المحلول، وزمن الغمر، ودرجة الحرارة) وقيم المقومة الكهربائية.

وكما نلاحظ من الشكل (4-42)، تبعثر قيم المقاومة الكهربائية بشكل قريب جداً من الخط المستقيم، وهذا يدل على أن القيم التجريبية مطابقة بشكل كبير للقيم المقاسة.



الشكل (4-42): مخطط التنبؤي لقيم المقاومة الكهربائية، بالنسبة للمعاملات المدروسة.

ثانياً: تحليل ((one-way analysis of variance :ANOVA))

تم الاستعانة بتحليل (ANOVA)لدراسة أهمية تأثير كل من معاملات الدخل في المقاومة الكهربائية وتحليلها، ويظهر الجدول (4-6) الذي يوضح تحليل التباين بين المعاملات المدروسة والتأثير المتبادل بينها في قيمة المقاومة الكهربائية، حيث أنّ للتركيز ودرجة الحرارة تأثيراً مهماً من الناحية الإحصائية على المقاومة الكهربائية، وبلغت قيمة P-value للتركيز والحرارة 0.0000 أما الزمن فهو ذو تأثير منخفض نسبياً لكل من درجة الحرارة والتركيز حيث بلغت قيمة P-value للزمن 0.0076، كما نلاحظ أنّ قيمة

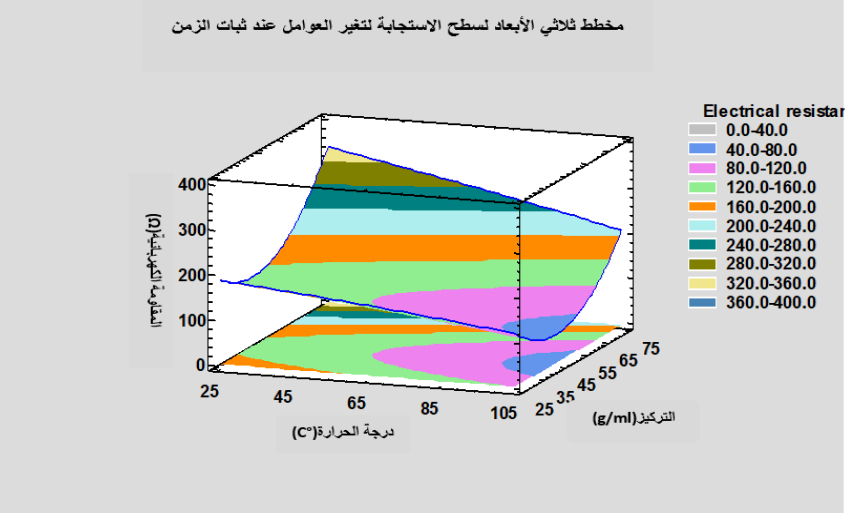
F-Ratio الأكبر، هي لعامل التركيز 70.13، وبالتالي هو العامل الأكثر تأثيراً في المقاومة الكهربائية للخيط المعالج بأكسيد الغرافين المرجع، ويليه عامل درجة الحرارة، ثم عامل الزمن.

الجدول (4-6): قيم P-Value لجميع المعاملات المستقلة والتأثير المتبادل فيما بينها.

العوامل المدروسة	البارامترات المدروسة والتأثير المتبادل فيما بينها	مجموع المربعات	درجات الحرية	مجموع المتوسطات	نسبة التباين بين المجموعات إلى التباين داخل المجموعات	الدلالة الإحصائية للفروق بين المجموعات المدروسة
	Source	Sum of Squares	Df	Mean Square	F-Ratio	P-Value
الزمن (h)	A:Time	9568.06	1	9568.06	9.16	0.0076
درجة الحرارة(C^O)	B:Temperature	39856.1	1	39856.1	38.17	0.0000
التركيز(g/ml)	C:Concentration	73216.9	1	73216.9	70.13	0.0000
التأثير المتبادل بين مستويات الزمن	AA	647.574	1	647.574	0.62	0.4418
التأثير المتبادل بين الزمن ودرجة الحرارة	AB	507.0	1	507.0	0.49	0.4953

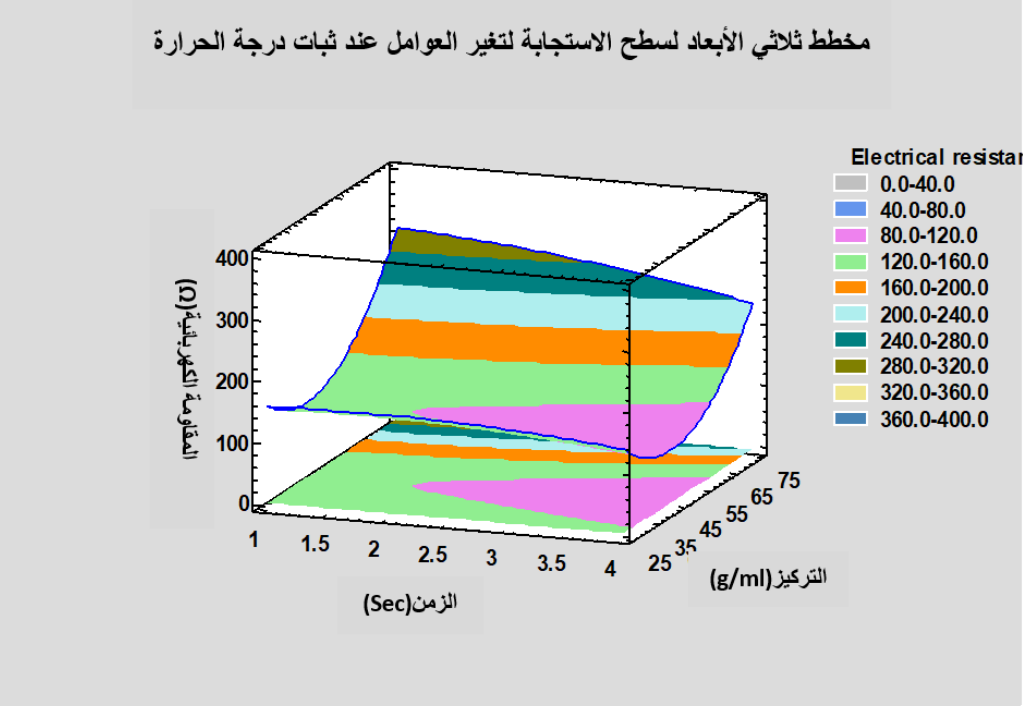
التأثير المتبادل بين الزمن والتركيز	AC	2214.08	1	2214.08	2.12	0.1635
التأثير المتبادل بين مستويات درجة الحرارة	BB	34.2407	1	34.2407	0.03	0.8584
التأثير المتبادل بين التركيز ودرجة الحرارة	BC	3008.33	1	3008.33	2.88	0.1078
التأثير المتبادل بين مستويات التركيز	CC	55424.1	1	55424.1	53.08	0.0000

وبتوزيع قيم المقاومة الكهربائية على مخطط ثلاثي الأبعاد للسطح الذي يمثل مُعاملات الدخل نحصل على المخطط شكل (4-43)، ويوضح الشكل وجود انحناء بسيط على السطح، وهذا يعود إلى تأثير تبادلي ضعيف بين المعاملات المدروسة ضمن مجال تغير قيم درجة الحرارة والتركيز، وذلك عند زمن ثابت [h] 2.5.



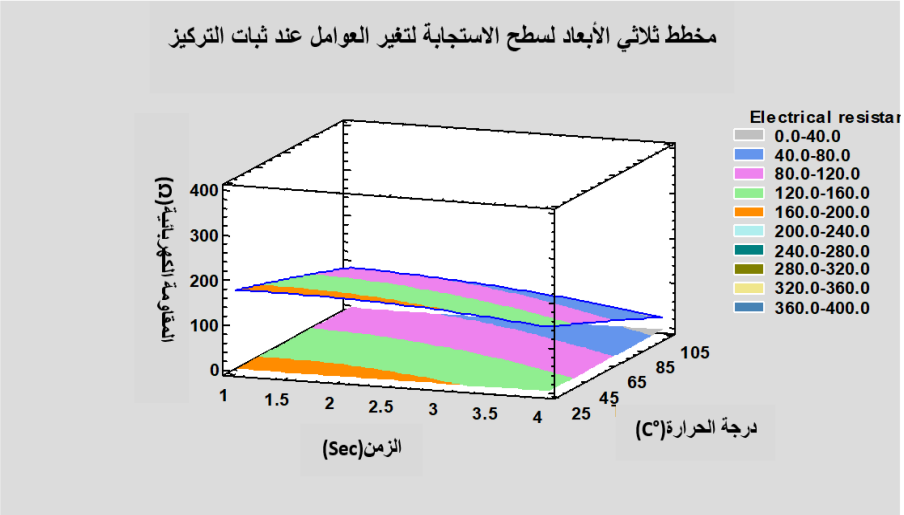
الشكل (4-43): مخطط ثلاثي الأبعاد لسطح استجابة العوامل المدروسة عند ثبات الزمن.

كما يبين الشكل (4-44) مخطط ثلاثي الأبعاد لقيم المقاومة الكهربائية عند تغير المعاملات المدروسة. ويلاحظ وجود انحناء بسيط على السطح، وهذا يعود إلى تأثير تبادلي ضعيف بين المعاملات المدروسة، وذلك ضمن مجال تغير قيم درجة الحرارة والتركيز، وذلك عند تركيز ثابت [ml]50.

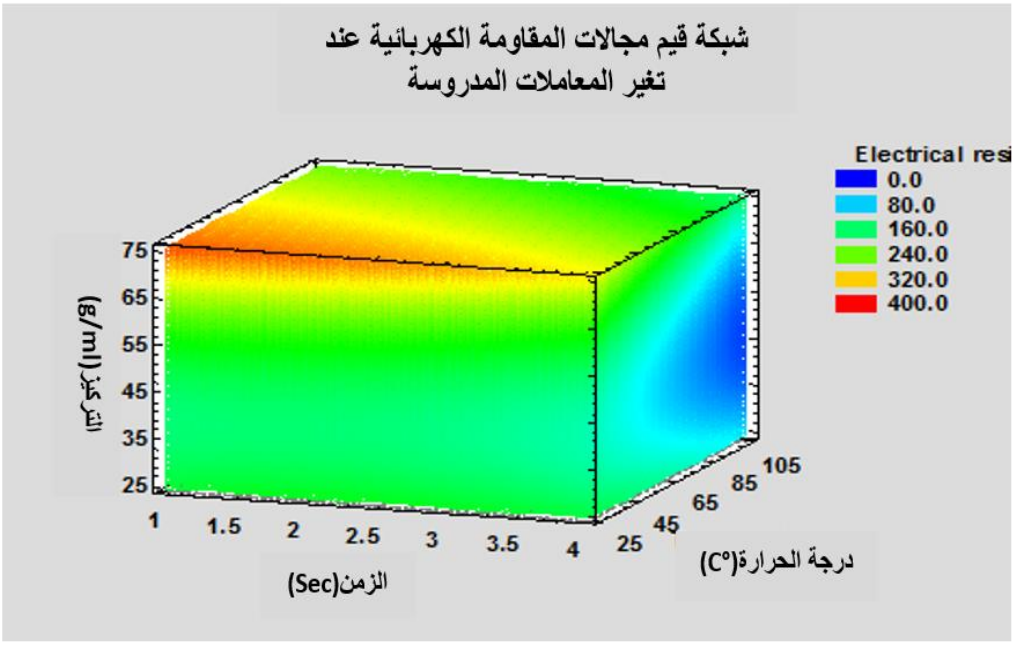


الشكل (4-44): مخطط ثلاثي الأبعاد لسطح استجابة العوامل المدروسة عند ثبات درجة الحرارة.

كما يبين الشكل (4-45) مخطط ثلاثي الأبعاد لقيم المقاومة الكهربائية عند تغير المعاملات المدروسة. ويلاحظ أن السطح بشكل مستو، ولا يوجد فيه انحناء، وهذا يعود إلى عدم وجود تأثير تبادلي بين المعاملات المدروسة ضمن مجال تغير قيم الزمن، والتركيز، وذلك عند درجة حرارة ثابتة[C^{O}] 50.



الشكل (4-45): مخطط ثلاثي الأبعاد لسطح استجابة العوامل المدروسة عند ثبات التركيز.

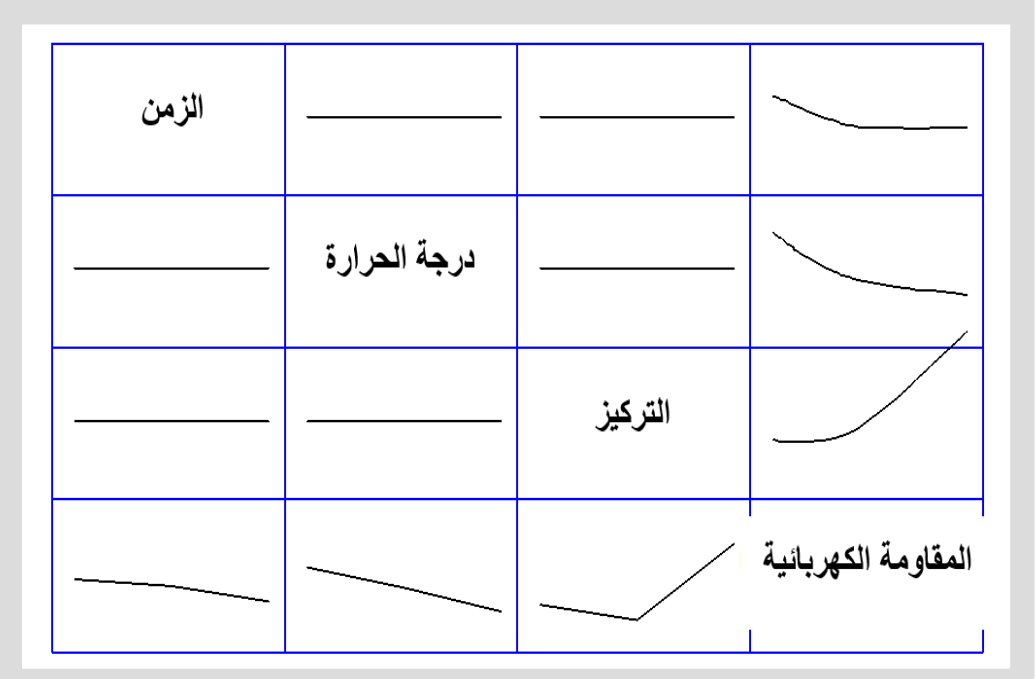


الشكل (4-46) :شبكة قيم مجالات المقاومة الكهربائية عند تغير المعاملات المدروسة.

نلاحظ من الشكل (4-46) مخطط توزع تغير قيم المقاومة الكهربائية، مع تغير المعاملات المدروسة (الزمن، التركيز، درجة الحرارة)، ونلاحظ أيضاً أن مجال انخفاض قيم المقاومة الكهربائية، كان أكبر عند أعلى قيمة لعامل درجة الحرارة [C^{O}] 100، وزيادة التركيز إلى حد معين [ml] 50، وعند أعلى قيمة للزمن، وهي ساعتان.

ويمكن تلخيص ما سبق في الشكل (4–46) الذي يوضح أن المقاومة الكهربائية للخيوط المعالجة بأكسيد الغرافين تزداد طرداً مع التركيز، وعكساً مع الزمن ودرجة الحرارة، أي أن الناقلية الكهربائية تكون أفضل مع ارتفاع الزمن، ودرجة الحرارة، وانخفاض التركيز، ويعزى ذلك إلى أنه مع زيادة الزمن، تزداد عملية

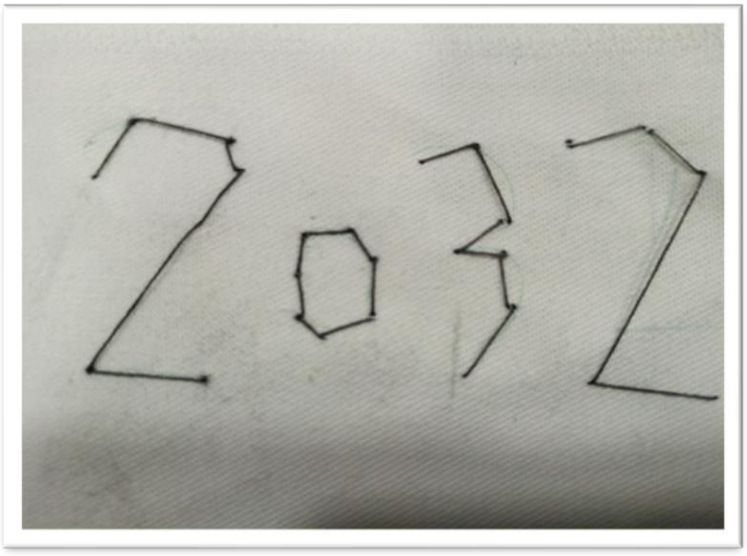
الإرجاع، أي يتم زيادة نزع ذرات الأوكسجين من طبقات أكسيد الغرافين. وكذلك الأمر بالنسبة لعامل درجة حرارة الذي يعزز بارتفاعه من عملية الإرجاع، وبالتالي زيادة تغلغل ذرات الهيدرازين بين طبقات أكسيد الغرافين، وهذا بدوره يؤدي إلى تحسين الناقلية الكهربائية. في حين أنه كلما زاد تركيز أكسيد الغرافين، تنخفض المقاومة الكهربائية، ولكن عند حد معين من تركيز أكسيد الغرافين، الذي هو [ml] 50، وبعد هذا التركيز، ترتفع المقاومة الكهربائية من جديد، وهذا يعزى إلى عدم استكمال عملية الإرجاع لعدد من طبقات أكسيد الغرافين على الخيط عند التراكيز الكبيرة لأكسيد الغرافين، وذلك ضمن شروط المدروسة، ويمكن تلخيص العلاقة بالمخطط شكل(4–47).



الشكل (4–47): ملخص للشكل العام بين المقاومة الكهربائية، والمعاملات المدروسة (التركيز، الزمن، درجة الحرارة)

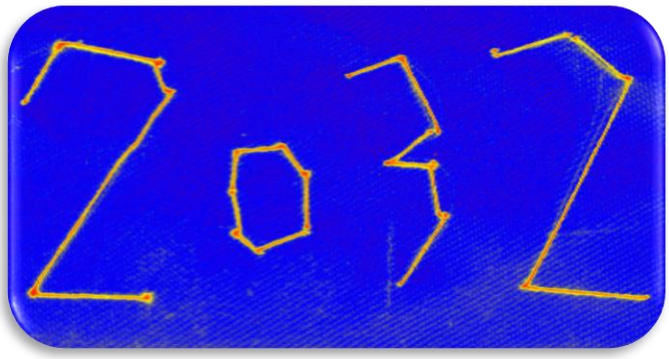
كما نستنتج أن أقل مقاومة كهربائية للخيط المعالج بأكسيد الغرافين المرجع، هي 125.76= 83k Ω [Ω. square]، وقد تم الحصول عليها عند إرجاع أكسيد الغرافين على الخيط بشروط معينة (درجة حرارة[C^O] 100 ، وزمن ساعتين ونصف، وتركيز [g/ml] (50).

ولاختبار صلاحية استخدام تقنية الإرجاع على الموقع لمعالجة الخيوط بحبر الغرافين في تطبيقات الأقمشة الذكية، تم إدراج الخيط القطني المسرح 16Ne المعالج بأكسيد الغرافين المرجع ذو المقاومة الكهربائية الأقل[Ω. square] 125.76±0.5 في تطبيق توليد الحرارة، حيث تم تشكيل الكترود محاك من الخيط المسرح المعالج كما هو موضح بالشكل (4-48)، وتم دراسة سلوكه الحراري لاستخدامه كنموذج أولي لتطبيق الحرارة، حيثُ طبق عليه جهد [V]20، فكان التيار المار [A] 0.05، كما كانت الاستطاعة الكهربائية [watt]1 والتي هي (I*V=0.05*20=1watt)، وتم قياس درجة الحرارة المتولدة من الخيط المسرح المدروس فكانت [C^O] 38.



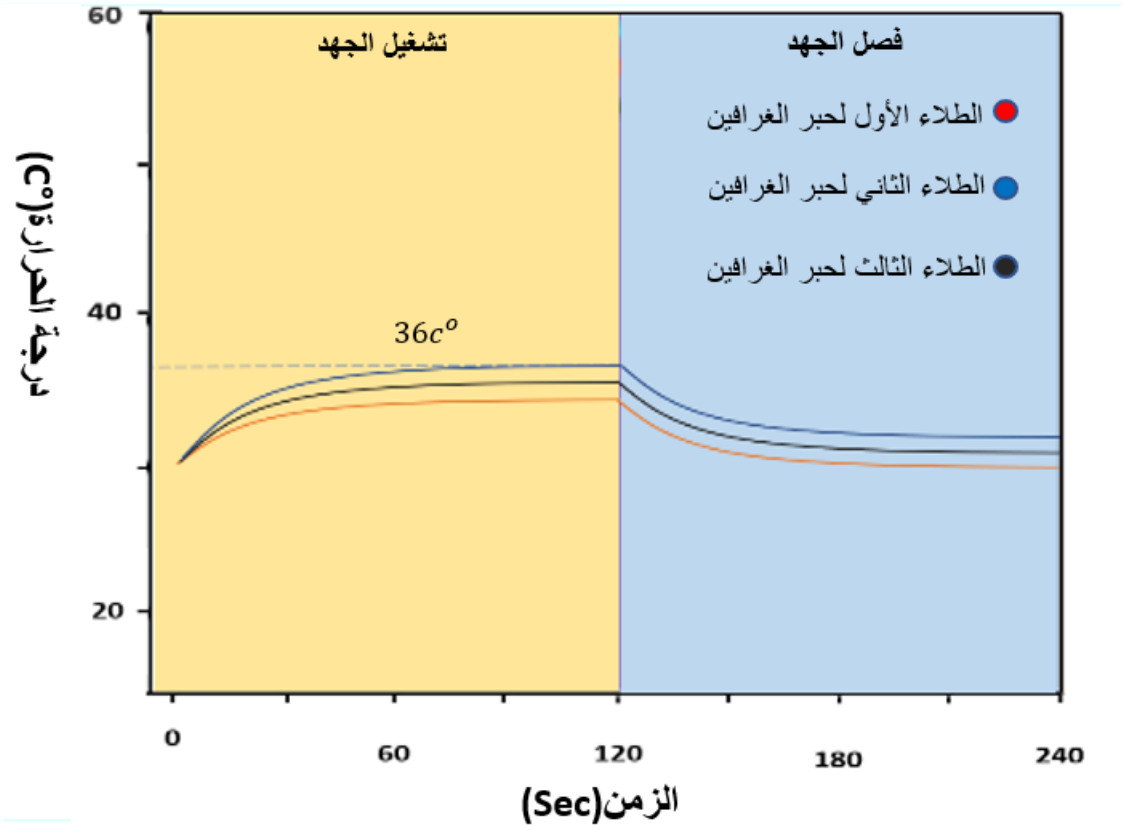
الشكل (4-48): تشكيل الكترود من الخيط المعالج بأكسيد الغرافين المرجع

وكما تم قياس التوزع الحراري ضمن الالكترود من خلال كاميرا حرارية بالأشعة تحت الحمراء IR باستخدام برنامج Thermal camera photo، كما هو موضح في الشكل (4-49)، حيث تم التصوير باستخدام الأشعة تحت الحمراء بدلاً عن الضوء المرئي، وبالتالي عوضاً عن الطول الموجي [nm]450-750 للضوء المرئي، يتم استخدام طول موجي للأشعة الحمراء [nm] 1400، فكانت الأشعة متوهجة، وبتوزع حراري على طول الالكترود، ونلاحظ أنها بكثافة متوسطة في الأجزاء القصيرة منه، حيث إنّ طول الالكترود يؤثر في التوزع الحراري ضمنه.



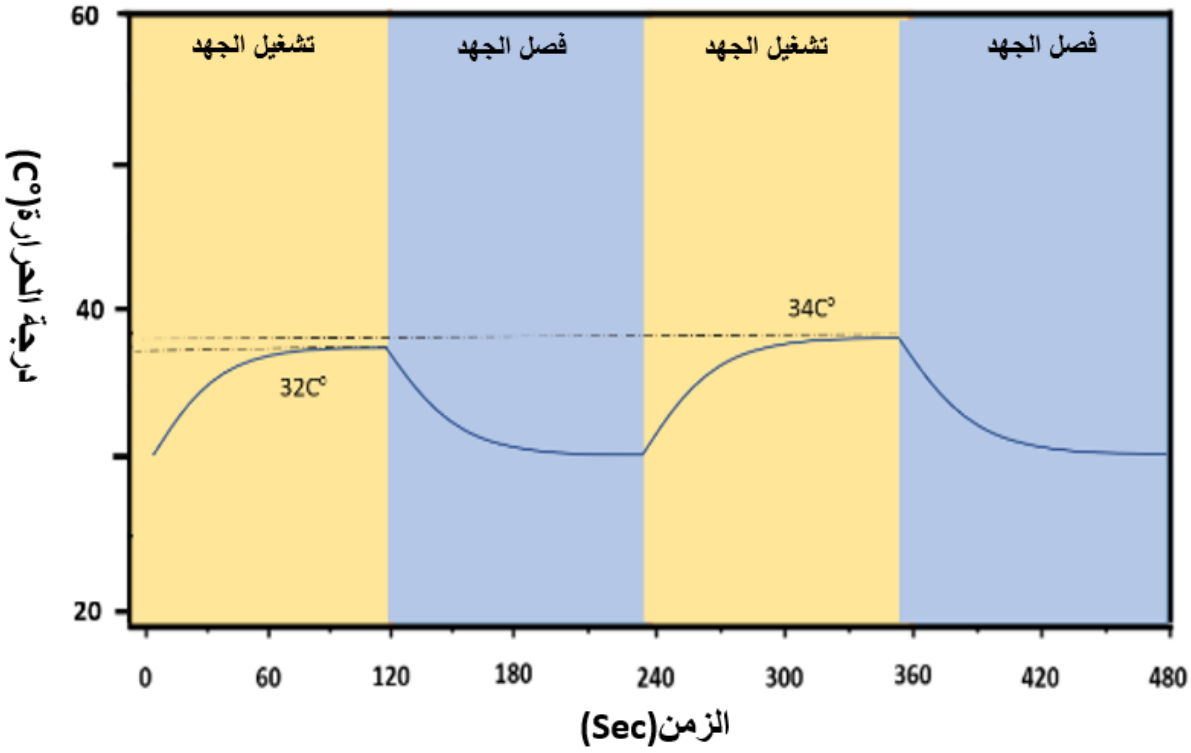
الشكل (4-49): قياس التوزع الحراري ضمن الالكترود من خلال الكاميرا الحرارية بالأشعة تحت الحمراء IR

كما تمّت دراسة المعاملات المؤثرة في درجة الحرارة المتولدة من الخيط المعالج بحبر الغرافين، ويوضح الشكل (4–50) علاقة الزمن، ودرجة الحرارة بسماكة طبقات حبر الغرافين المعالج بها الخيط. حيث تم معالجة الخيط المسرح 3 مرات بحبر الغرافين، وفي كل مرة طُبق عليه جهد [V]20، فلوحظ ارتفاع في درجة الحرارة من درجة حرارة الغرفة[C^O] 30، حتى وصلت إلى [C^O]36 بعد [S] 120 ، وذلك عند الطلاء الثالث، بعد أن كانت درجة الحرارة[C^O] 32عند الطلاء الأول، وبالتالي إن الدرجة [C^O]36، هي أعلى قيمة تم الوصول إليه عندما جرى معالجة الخيط لثلاث مرات بحبر الغرافين، ثم مع إيقاف تشغيل الجهد تنخفض درجة الحرارة لتعود إلى درجة حرارة الغرفة. وبالتالي زيادة عدد الطبقات، تؤدي إلى ارتفاع درجة الحرارة، بسبب زيادة نقاط اتصال طبقات وشرائح حبر الغرافين مما يؤدي إلى زيادة الناقلية الكهربائية وزيادة الطاقة الحرارية المتولدة منه.



الشكل (4–50) :علاقة الزمن ودرجة الحرارة بسماكة طبقات حبر الغرافين المعالج بها الخيط.

يوضح الشكل(4-51) العلاقة بين الزمن ودرجة الحرارة عندما تم تطبيق جهد [V]20لمدة [min]8بشكل متناوب (on-off)، متضمنة [min]2 طور تشغيل، و[min]2 طور إيقاف على التناوب وذلك عند مرة واحدة من غمر الخيط المسرح في أكسيد الغرافين المرجع، حيث تم تطبيق جهد [V]20 لمدة [min]2، فلوحظ ارتفاع درجة الحرارة المتولدة من الخيط المعالج بحبر الغرافين من درجة حرارة الغرفة إلى[C^O] 32 ، وعندما تم فصل الجهد لمدة [min]2، انخفضت درجة الحرارة إلى درجة حرارة الغرفة، وعند العودة إلى طور التشغيل لمدة [min]2، ارتفعت درجة الحرارة من جديد حتى وصلت إلى [C^O]34 ، ويعود سبب ارتفاعها إلى هذه القيمة، إلى احتفاظ الخيط بكمية قليلة من الحرارة من طور التشغيل السابق، ثم انخفضت درجة الحرارة من جديد إلى درجة حرارة الغرفة بعد فصل منبع الجهد المطبق على الخيط المعالج بحبر الغرافين.



الشكل (4-51): العلاقة بين الزمن ودرجة الحرارة عندما تم تطبيق جهد 20 فولت لمدة 8 دقائق بشكل متناوب (on-off)

14.4. النتائج:

نستنتج أنَّ تغيير شروط عملية الإرجاع يؤثر بصورة كبيرة في الخواص الكهربائية للغرافين المحضر على الخيط القطني من خلال الإرجاع المباشر عليها، وقد أظهرت نتائج النمذجة الرياضية لهذه المعاملات ما يأتي:

- انخفاض المقاومة الكهربائية للخيوط المسرحة 16Ne المعالجة بأكسيد الغرافين طرداً مع التركيز، وعكساً مع الزمن ودرجة الحرارة، وتم الحصول على أفضل ناقلية كهربائية للخيط المعالج بهذه الطريقة حيث كانت المقاومة الكهربائية[Ω. square] 0.5 ± 125.76= 0.05 ± 83K Ω للخيط القطني المعالج بأكسيد الغرافين المرجع عند درجة حرارة[C^O] 100 وساعتين ونصف، وتركيز[g/ml]50 من أكسيد الغرافين.

- من خلال دراسة شكل سطح شعيرات الخيط المسرح المعالج بالغرافين ذي المقاومة الكهربائية الأفضل 83 k Ω، بواسطة جهاز المجهر الالكتروني الماسح (SEM)، تبين ظهور شرائح نانوية متراكمة وبكثافة متوسطة على سطح الخيط وبسماكات قليلة، تراوحت سماكتها [nm]1 ± (6 −1)، وهذا يدل على حدوث عملية الإرجاع لأكسيد الغرافين، ولكنها لم تكن بشكل كامل لشرائح أكسيد الغرافين، لذا كان بكثافة قليلة على سطح شعيرات الخيط المعالج.

- من خلال دراسة التركيب العنصري بواسطة جهاز تحليل التركيب العنصري للخيط المعالج بأكسيد الغرافين المرجع ذي المقاومة الكهربائية[Ω. square] 0.5 ± 125.76، لوحظ وجود قمم لكل من عنصر C وO والتي تدل على تشكل أكسيد الغرافين المرجع على سطح الخيط المعالج، وبنسبة وزنية، وذرية للكربون والاوكسجين(c/o)% 1.82 و1.37على الترتيب، ويتضح أن نسبة الكربون، كانت أعلى من نسبة الأكسجين. وهذا يدل على حدوث عملية الإرجاع، مع ظهور بعض القمم مثل الكبريت% (16.52). وهذا يدل ايضاً على وجود آثار قليلة من حمض الكبريت المستخدم، وعدم

حدوث عملية التنقية بشكل جيد لأكسيد الغرافين، كما نلاحظ وجود قمم لعنصر النتروجين%(8.08)، وتعود إلى الهيدرازين المستخدم في عملية الإرجاع لأكسيد الغرافين.

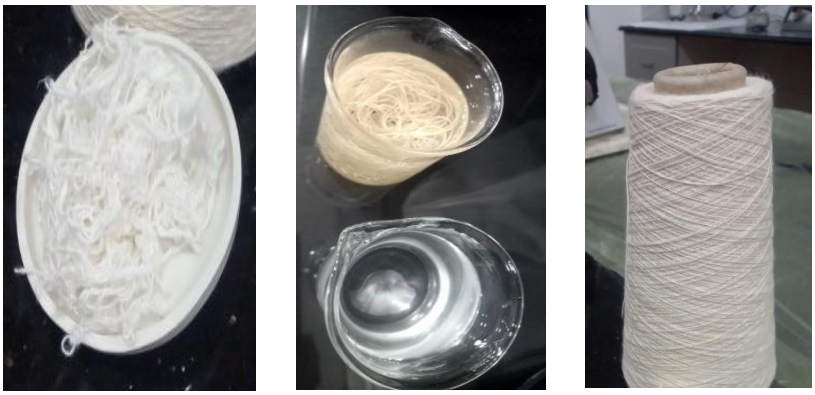
- عندما تمّت دراسة البارامترات المؤثرة على درجة الحرارة المتولدة من الخيط المسرح16Ne المعالج بحبر الغرافين ذي المقاومة الكهربائية[Ω. square] 0.5 ± 125.76، وتم تطبيق جهد عليه [V]20، كانت درجة الحرارة المتولد عنه[C^O] 32عند طلاء الأول بحبر الغرافين، وتزداد هذه القيمة بزيادة عدد طبقات الحبر على الخيط، فقد ارتفعت درجة الحرارة إلى[C^O] 36 وذلك عند الطبقة الثالثة من حبر الغرافين على الخيط، وعند قيمة جهد[V]20.

وبالتالي: إن تغير العوامل المدروسة لعملية إرجاع أكسيد الغرافين على الخيط، يؤثر بشكل كبير في ناقلية الخيوط القطنية المعالجة بهذه الطريقة، وستتم معالجة الخيوط القطنية بالغرافين بطريقة أخرى (الطلاء السطحي) للمقارنة بالخواص المختلفة للخيوط المعالجة بكلتا الطريقتين، لاختيار أفضل طريقة لمعالجة الخيوط بحبر الغرافين، وإدراجها في التطبيقات الكهربائية والحرارية في الأقمشة الذكية القابلة للارتداء.

الجزء الرابع: معالجة الخيوط القطنية بطريقة الطلاء السطحي بحبر الغرافين.

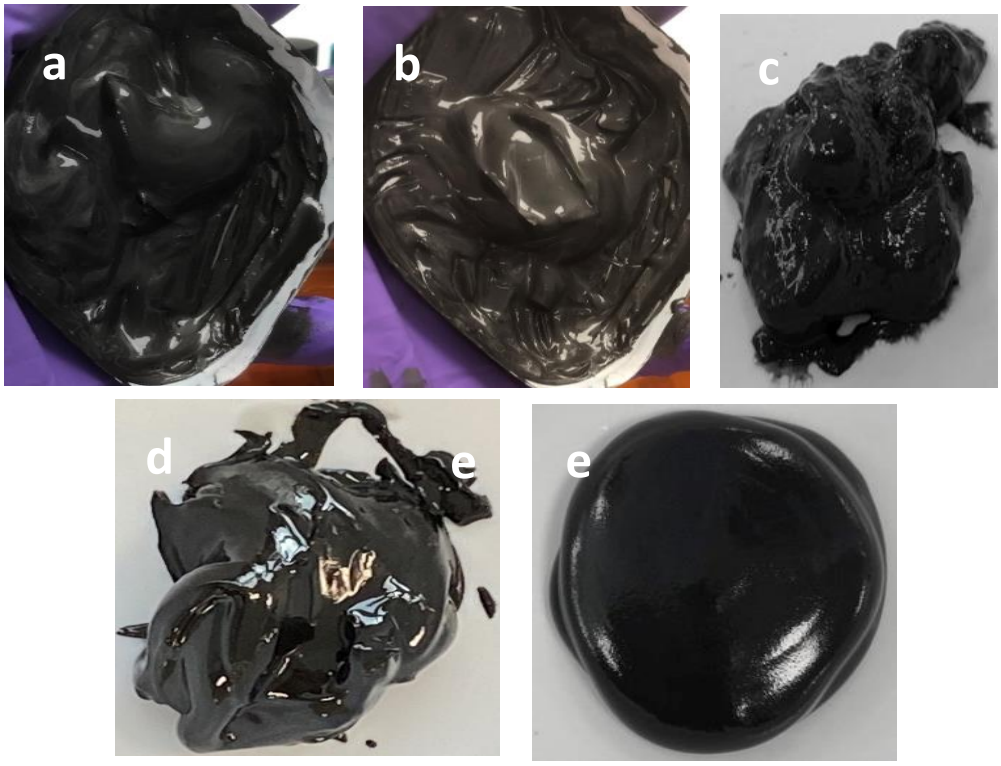
15.4. معالجة الخيوط القطنية بحبر الغرافين:

تمّت استخدام الخيوط القطنية(المسرح، الممشط، التوربيني) المقصورة مسبقاً من الشركة المصنعة والتي هي شركة الساحل للغزل وشركة غزل جبلة قبل المعالجة بحبر الغرافين، وللتأكد من إزالة المواد الشمعية والشوائب تم نقع هذه الخيوط في محلول الاسيتون لمدة 6 ساعات، ومن ثم تليها عملية الغسيل والتجفيف كما هو موضح في الشكل(4−52).



الشكل(4-52) إزالة المواد الشمعية والشوائب من الخيوط القطنية قبل المعالجة بحبر الغرافين

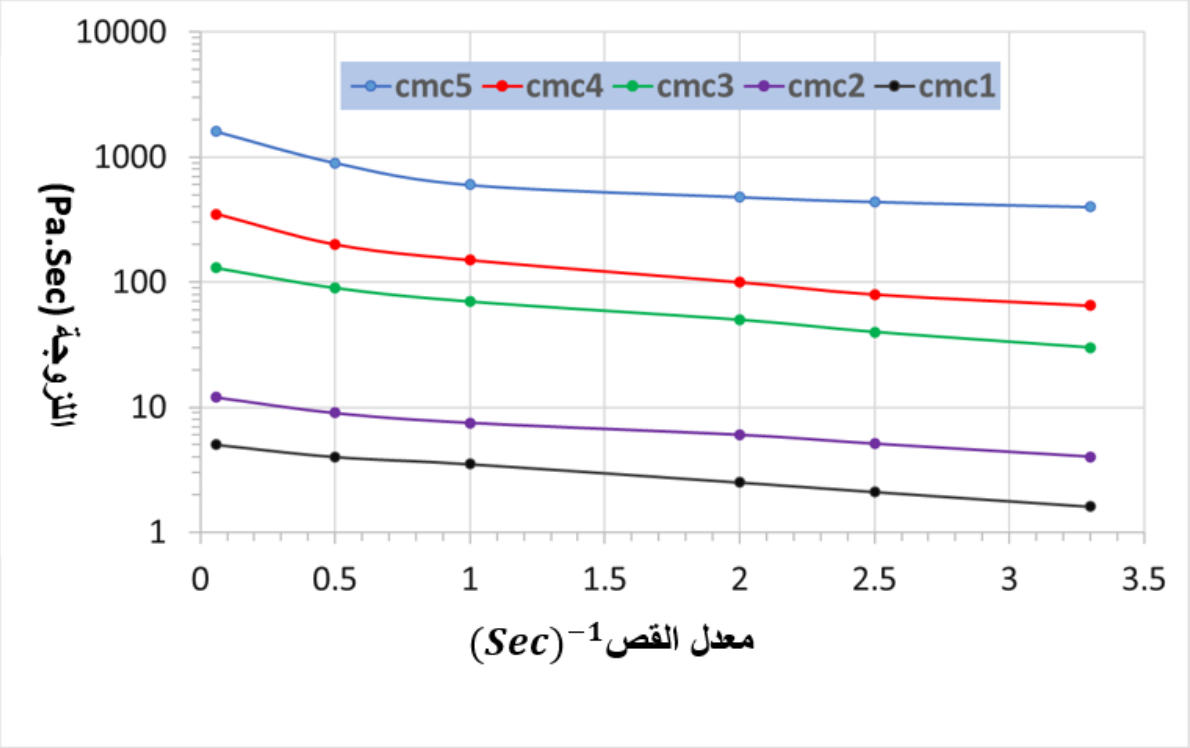
تم تجهيز حبر الغرافين المناسب لعملية الطلاء السطحي من خلال مزج أكسيد الغرافين المرجع الذي تم تحضيره مسبقاً (الطريقة الكيميائية المدمجة بالطريقة الهيدروحرارية)، مضافاً له بوليمر كربوكسي ميثيل السيللوز (**CMC**) للوصول للزوجة المناسبة، حيث جرت إضافة بوليمر كربوكسي ميثيل السيللوز (**CMC**) بنسب مختلفة [86] إلى الحبر المحضر ويتم الخلط حتى التجانس، كما هو موضح بالشكل (4−53):



الشكل (4-53): لزوجة حبر الغرافين بنسب مختلفة من البوليمر.

a- 1% CMC- b- 2% CMC -c-3% CMC -d-4% CMC - e-5% CMC

وتم قياس لزوجة كل من الأحبار المحضرة بنسب مختلفة من البوليمر، وذلك من خلال جهاز قياس اللزوجة الدوراني، الذي يعتمد على هياكل أسطوانية توضع فيها السوائل. وهذه الهياكل الأسطوانية تتحرك بسرع دورانية معينةrpm (30–60–90–120–150–180–210) بسبب المحرك المتصل بها، وفي هذه الحالة المقاومة لمجال الحركة، تختلف حسب لزوجة الحبر المحضر، وتقاس المقاومة اعتماداً على سرعة الدوران. ويوضح الشكل مخططاً لعلاقة اللزوجة وعدد الدورات المطبقة في الثانية. ونلاحظ من المخطط انخفاض لزوجة الحبر المحضر، مع ازدياد سرعة الدوران المطبقة من30rpm وحتى 210rpm، كما هو موضح في الشكل (4–53). ويوضح أن اللزوجة المناسبة لطلاء الخيوط والأقمشة هي [%]2، وهي اللزوجة المثلى لثباتية عالية، وذلك وفقاً لمتطلبات الطباعة المذكورة في الجدول (4–7)، ولم تؤثر في الناقلية الكهربائية للخيط المعالج، أما عند اللزوجات العالية، كانت الناقلية الكهربائية تنخفض مع زيادة اللزوجة، وذلك من خلال التجارب الأولية، وعليه تم اختيار اللزوجة [%]2 ، من أجل عملية الطلاء والطباعة.



الشكل (4-53): قيم العلاقة بين اللزوجة، وعدد الدورات المطبقة في الثانية.

جدول (4-7) :طرق الطباعة المختلفة والمواصفات المطلوبة لكل منها[87] .

تقنية الطباعة	سرعة الطباعة (م/د)	الحد الأدنى المطلوب من الحجم(µm)	سماكة الحبر المطلوبة(µm)	اللزوجة المطلوبة (cP)
(Flexographic)	50-100	30-75	0.5-8	50-500
(Cravure)	20-1000	20-75	0.1-5	50-200
(Offcset)	15-1000	20-50	0.5-2	20000-100000
(Screen)	10-100	50-100	3-100	500-50000
(Inject)	1-100	20-50	0.3-20	1-40

توضح الدراسة المرجعية [87] الجدول (4-7) الذي يبين اللزوجة المطلوبة عند عمليات الطباعة المختلفة حيث إنّ كل طريقة للطباعة، تتطلب لزوجة معينة للحبر، وذلك حسب الاستخدام المطلوب، حيث كانت متطلبات الطباعة والطلاء السطحي الموافق لطريقة طباعة الشاشة هي بين50-50000 cp ، وبما أن نسبة اللزوجة 2% تعادل10p.sec أي ما يعادل 10000cp فهي ضمن حدود هذه الطريقة من الطباعة.

ثم تم طلاء الخيوط القطنية بأنواعها الثلاثة (مسرح، ممشط، توربيني) بحبر الغرافين ذي اللزوجة المناسبة 2% بطريقة يدوية مبتكرة والتي تعتمد على إدخال الخيط ضمن قمع مفتوح من نهايته بثقب(1mm) ثم تم تنقيط كمية من الحبر (3mm) ضمن تجويف القمع ثم تم سحب الخيط المغطى بحبر الغرافين بانسيابية ويتم تعليقه للتجفيف في درجة حرارة الغرفة، كما هو موضح في الشكل (4-55):

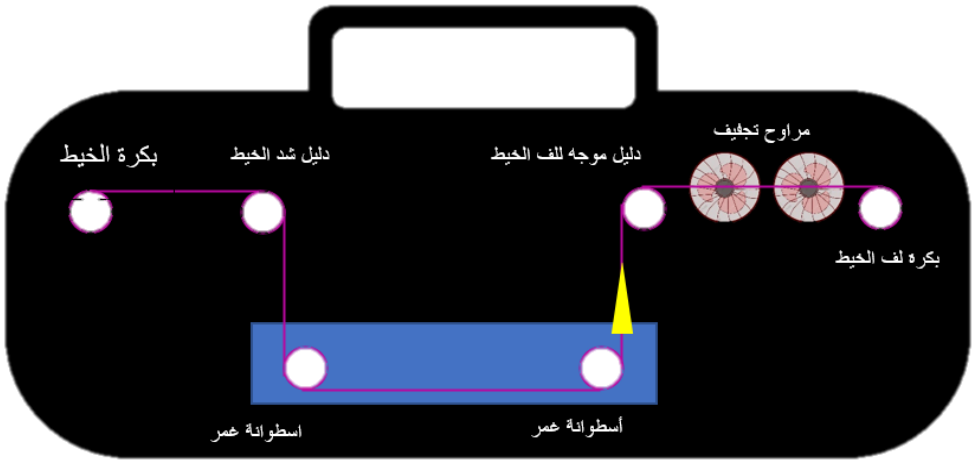




الشكل (4-55) A- B: طلاء الخيوط القطنية بحبر الغرافين.

C: الخيوط القطنية بعد المعالجة بحبر الغرافين (التوربيني- الممشط-المسرح)

ولأن هذه الطريقة لا تصلح صناعياً تم ابتكار تكنولوجيا لتحميل الحبر على الخيوط القطنية من خلال تصميم جهاز كميكانزيم تطبيقي كما هو موضح في (الملحق –1–) لطريقة الطلاء السطحي بحبر الغرافين على الخيوط.



الشكل (4–56): تصميم جهاز لطلاء الخيوط بحبر الغرافين الناقل للكهرباء.

تم قياس المقاومة الكهربائية للخيوط (المسرح، الممشط، التوربيني) المعالجة بطريقة الطلاء السطحي بحبر الغرافين من خلال مقياس المقاومة، وكانت هذه الخيوط المعالجة بطول[60[cm، وقطر [mm](0.45–0.25–0.29)على الترتيب، ونمرة Ne(16–24–16) على الترتيب، فكانت المقاومة الكهربائية للخيط القطني المسرح [KΩ] 1±0.05، أي [Ω.square] 1.51 بناءً على نسبة المقاومة الكهربائية إلى نسبة الطول إلى العرض، وكما بلغت المقاومة الكهربائية للخيط القطني الممشط [KΩ] 2±0.05 ، أي 2.7 [Ω.square] ، والمقاومة الكهربائية للخيط التوربيني [Ω] 400±0.5 أي[Ω.square] 0.94، بينما المقاومة النوعية للخيط(التوربيني، المسرح، الممشط)على الترتيب[Ω. m](0.23–0.106–0.037). كما هو موضح في الشكل (4–57).

وتم حساب المقاومة النوعية لكل من الخيوط الثلاثة، وذلك من قانون الناقلية الكهربائية :

$$\boldsymbol{\rho = \frac{R.S}{L}} \qquad (\mathbf{6-4})$$

S : مساحة المقطع cross–section وقدره $[cm^2]$.علماً أن العرض الذي هو جداء (قطر الخيط *3.14)[cm] ، وt التي هي سماكة الحبر على الخيوط المعالجة وتم حسابها بطريقة ووزنية، حيث كانت سماكة حبر الغرافين على الخيط المسرح (7 µm)، وعلى الخيط الممشط(9 µm)، والخيط التوربيني(4 µm).

l: هنا طول الخيط المعالج 60[cm].

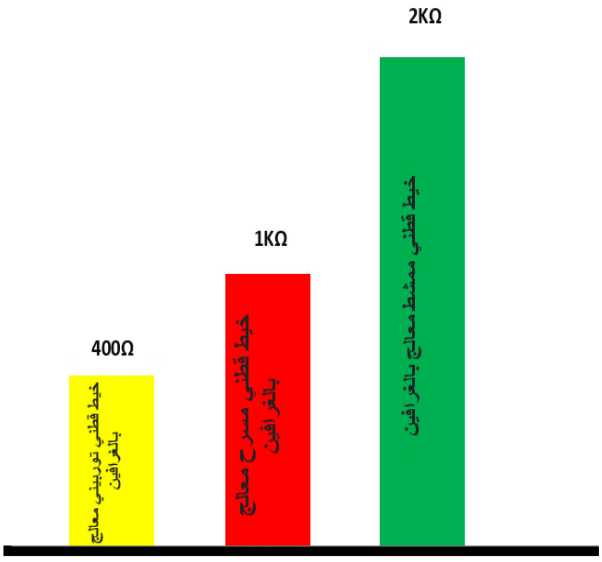
R: المقاومة الكهربائية وتقدر بالأوم.

ρ: المقاومة النوعية وتقدر ب [Ω.cm].

وبذلك يتم حساب الناقلية الكهربائية، كما هو موضح بالشكل (8) للخيوط الثلاثة كما يأتي:

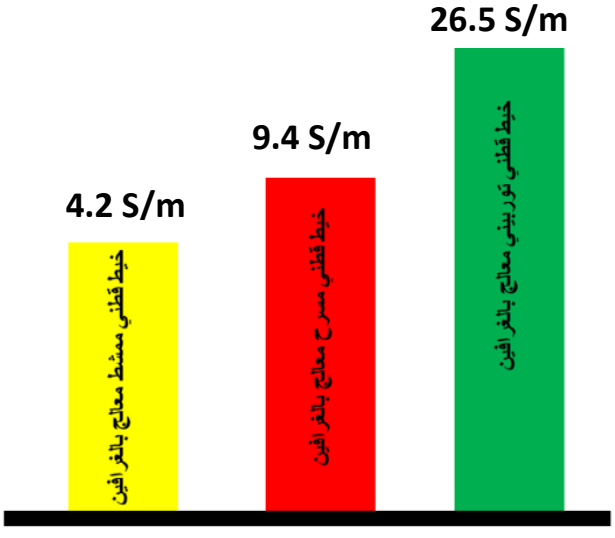
$$\boldsymbol{\sigma = \frac{1}{\rho}} \qquad (\mathbf{7-4})$$

حيث إنّ σ هي الناقلية الكهربائية وتقدر ب [s/cm] أو [s/m]



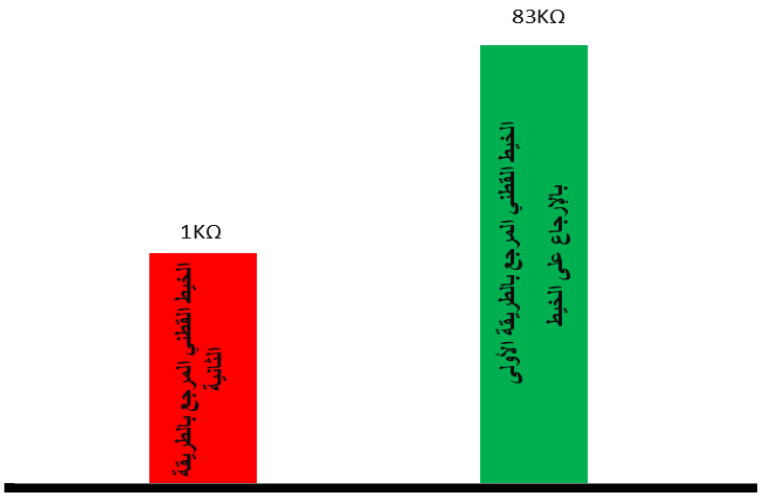
الشكل (4-57): قيم المقاومة الكهربائية للخيوط القطنية (التوربيني، الممشط، المسرح)

وبلغت الناقلية الكهربائية للخيوط المعالجة بالغرافين (المسرح، الممشط، التوربيني)، كما هو موضح في الشكل (4-58)، فكانت الناقلية الكهربائية للخيط القطني المسرح [S/cm]9.4 ، والناقلية الكهربائية للخيط القطني الممشط [S/cm] 4.2 ، والناقلية الكهربائية للخيط التوربيني[S/cm]26.5 وكانت الناقلية الكهربائية للخيط التوربيني، هي الأعلى، ثم يليها الخيط المسرح، ثم الخيط الممشط. وهذا يعود إلى تغلغل حبر الغرافين ضمن الجيوب الهوائية الموجودة بين شعيرات الخيط التوربيني وهذا بدوره يؤدي إلى زيادة نقاط الاتصال بين طبقات الغرافين وبالتالي زيادة سرعة حركة الالكترونات مما يؤدي إلى ناقلية كهربائية عالية ضمنه، مقارنة مع الخيوط القطنية الممشطة والمسرحة ذات الجيوب الهوائية القليلة التي تؤدي على تشرب الحبر ضمن شعيراتها بشكل أقل وبالتالي مقاومة كهربائية أعلى وناقلية كهربائية أقل من الخيط التوربيني.



الشكل (4-58): قيم الناقلية الكهربائية للخيوط القطنية (التوربيني، الممشط، المسرح)

وعند المقارنة بين الخيط المسرح ذو النمرة 16Ne المعالج بطريقة الإرجاع على الموقع والخيط المسرح ذو النمرة 16Ne المعالج بالطريقة السطحية من حيث المواصفات الكهربائية كما يظهر في الشكل (59-4) نجد أن الخيط المسرح المعالج بطريقة الطلاء السطحي يتمتع بمقاومة أقل من الخيط المسرح المعالج بطريقة الإرجاع على الموقع ب83 مرة وهذا يدل على جودة تكنولوجيا المعالجة من خلال طريقة الطلاء السطحي.

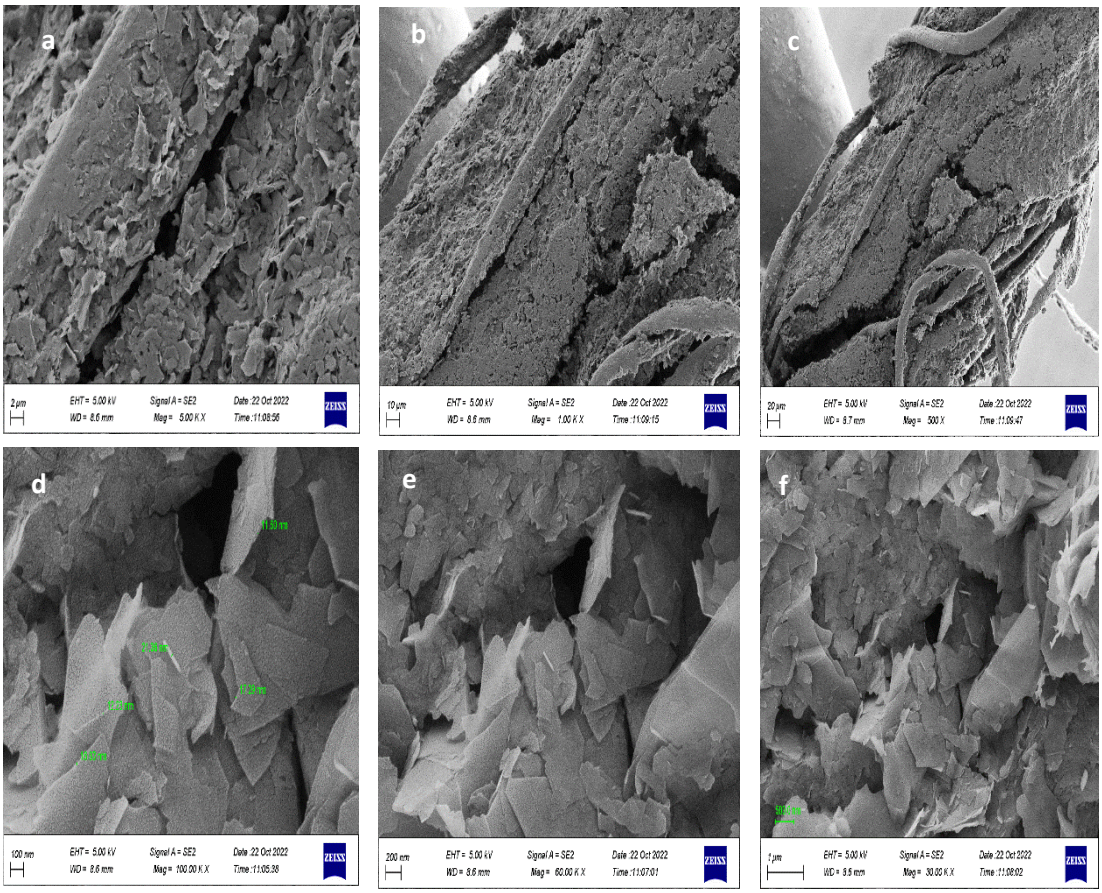


الشكل (4-59): المقارنة بين المقاومة الكهربائية للخيط المسرح المعالج بطريقة الطلاء السطحي والخيط المسرح المعالج بطريقة الإرجاع على الموقع

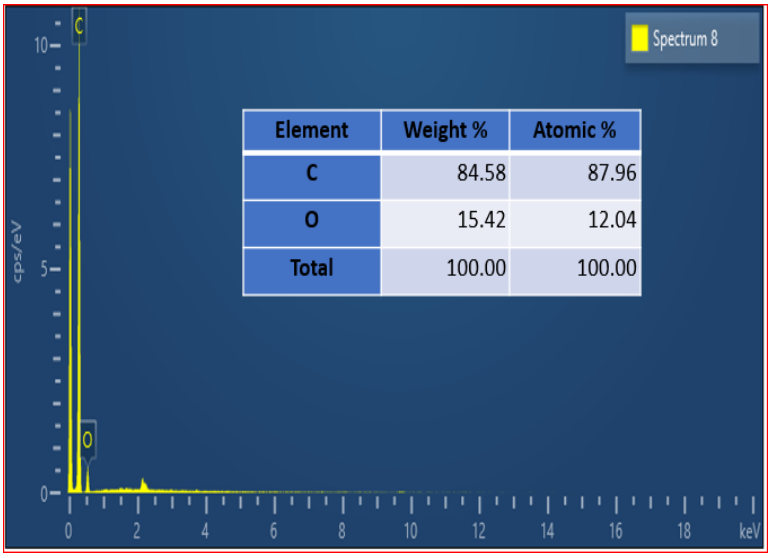
ويُظهر اختبار SEM صورًا مجهرية لكل من الخيوط القطنية (المسرحة، الممشطة، التوربيني)، حيث يوضح الشكل (4-60) وجود شرائح الغرافين النانوية بشكل واضح، بشكل كثيف ومكدس ومتراكم وبسماكات قليلة على سطح الخيط القطني التوربيني. بينما كانت شرائح الغرافين النانوية أقل تراكماً وكثافةً على سطح (الخيط القطني المسرح)، كما هو موضح في الشكل (4-62). ويليه الخيط القطني الممشط حيث ظهرت شرائح الغرافين النانوية على سطحه بسماكات قليلة، ولكنها بكثافة قليلة مقارنة مع الخيط المسرح والتوربيني كما هو موضح في الشكل (4-64). ويعود سبب ظهور شرائح الغرافين بكثافة أعلى في الخيط (التوربيني) من الخيط (المسرح والممشط)، إلى تغلغل حبر الغرافين ضمن الجيوب الهوائية الموجودة بين شعيرات الخيط التوربيني بنسبة أكبر من الخيوط المسرحة والممشطة ذات الجيوب الهوائية

الأقل وهذا يتوافق مع اختبار تحليل التركيب العنصري(EDS) للخيوط الثلاثة (التوربيني، الممشط، المسرح)، حيث نلاحظ وجود قمم من الكربون والأوكسجين في الخيوط (المسرح، الممشط، التوربيني) ولكنها على اختلاف بنسب وجودها في كل خيط، وكانت النسبة الوزنية والذرية للكربون والاوكسجين (c/o) 5.4–7.3% على الترتيب الأعلى في الخيط التوربيني. كما موضح في الشكل (4–61).

بينما كانت النسبة الوزنية والذرية للكربون والأوكسجين (c/o) % (3.4–4.6) على الترتيب أقل في الخيط المسرح كما موضح في الشكل (4–63). بينما كانت أقل نسبة وزنية وذرية للكربون والأوكسجين (c/o) %(2.7–3.6) على الترتيب في الخيط الممشط كما هو موضح في الشكل(4–65).



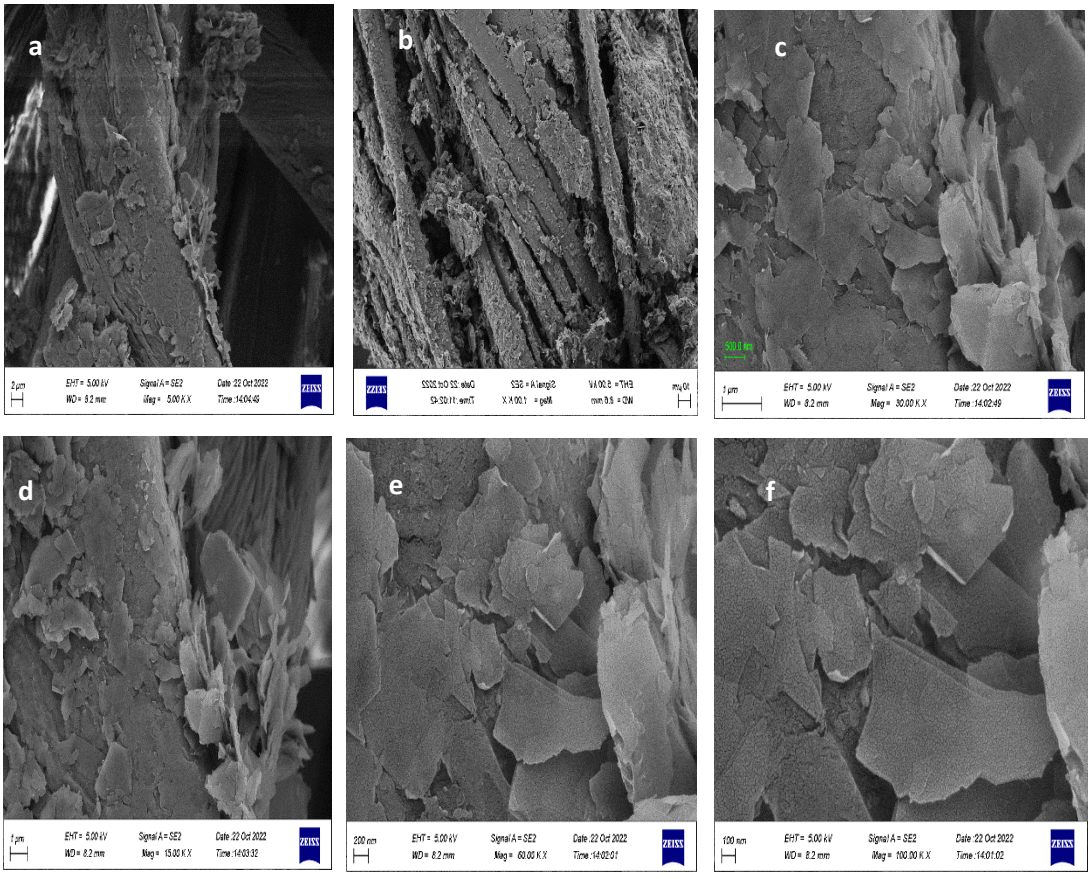
الشكل(4–60): (a) صورة SEM لشرائح كبيرة من الغرافين على سطح الخيط القطني التوربيني بمقياس يبلغ [µm]1،(b) صورة SEM لشرائح الغرافين على سطح الخيط التوربيني بمقياس يبلغ [µm]2،(c) صورة SEM لشرائح الغرافين الكبيرة على سطح الخيط التوربيني بمقياس يبلغ [µm]10 ،(d) صورة SEM لشرائح من الغرافين على سطح غزل قطني توربيني بمقياس يبلغ[µm]20 ،(e) صورة SEM لشرائح من الغرافين على سطح غزل قطني توربيني بمقياس يبلغ 100nm،(f) صورة SEM لشرائح من الغرافين على سطح غزل قطني توربيني بمقياس يبلغ 200nm



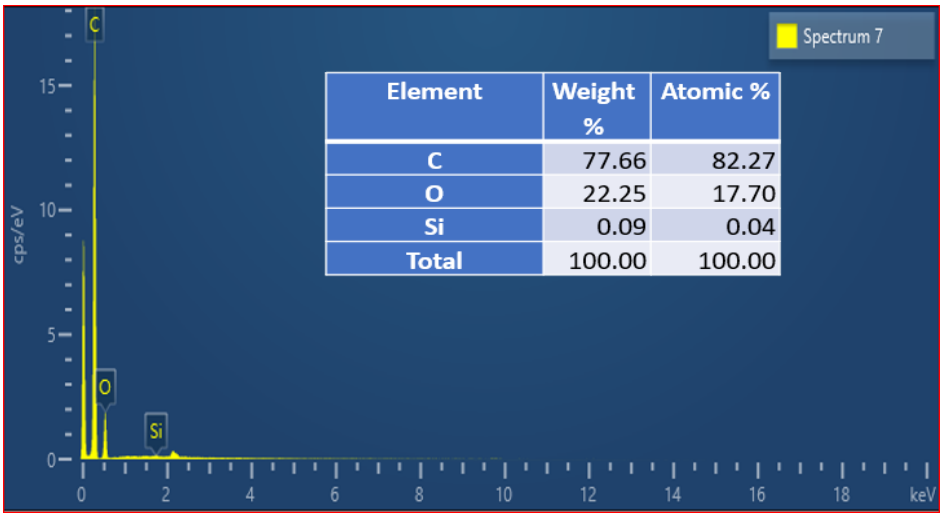
الإمتصاصية (a.u)

الطاقة(kev)

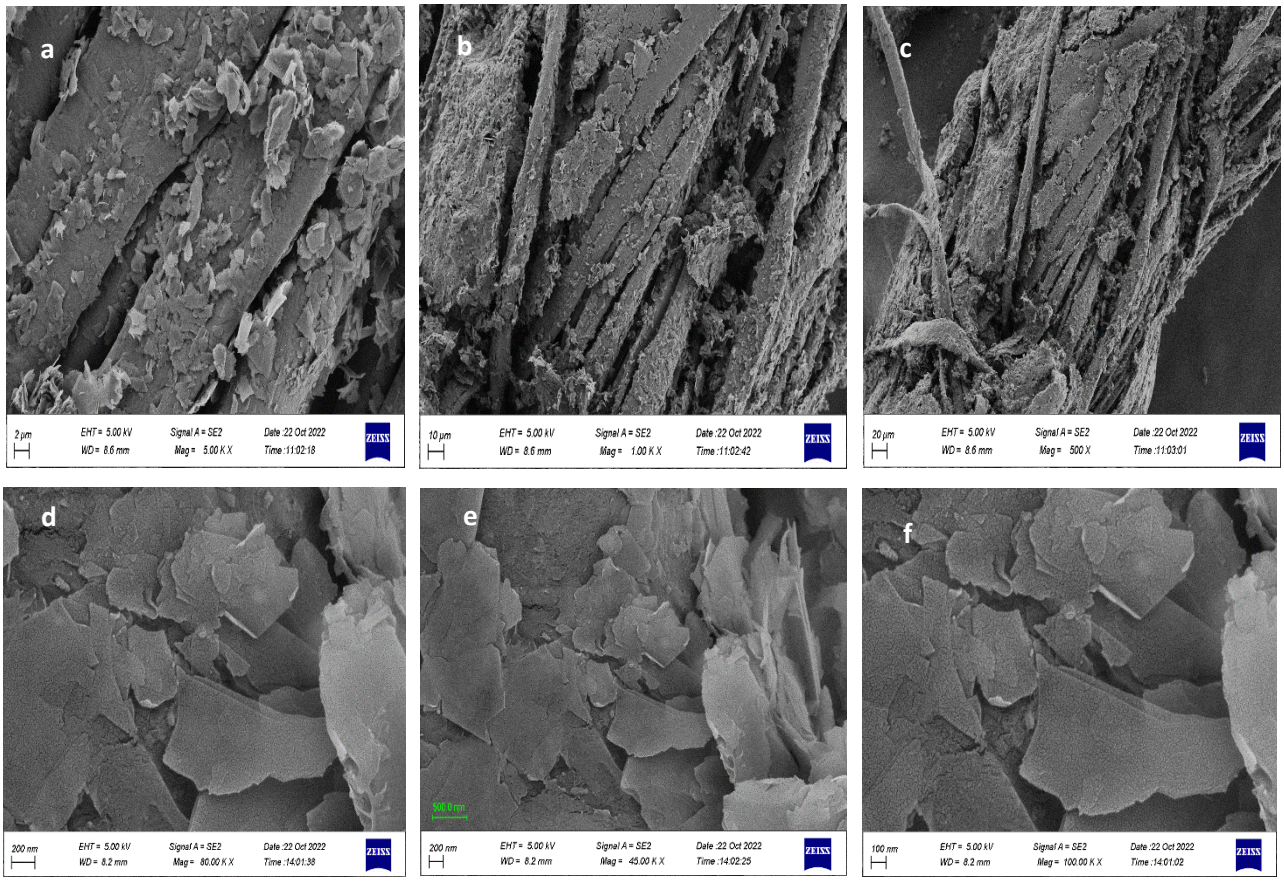
الشكل (4-61): مخطط قيم تحليل التركيب العنصري (EDS) للخيط التوربيني المعالج بحبر الغرافين.



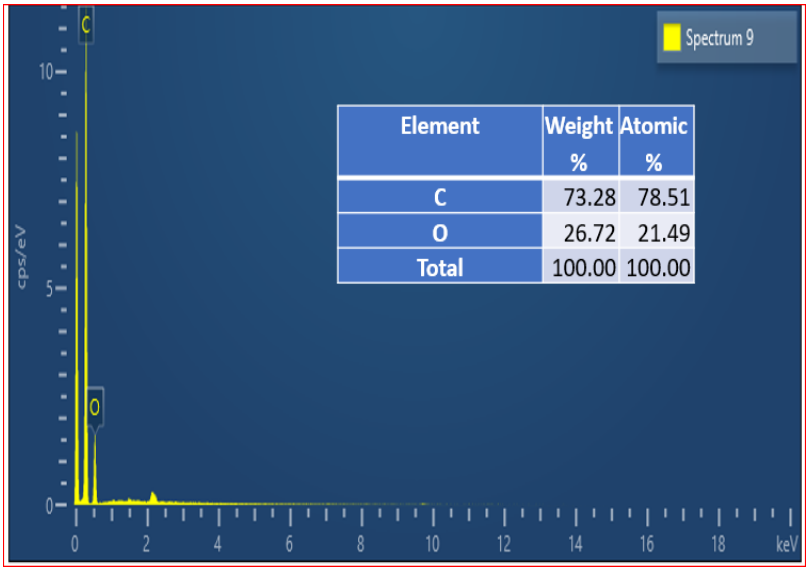
الشكل(4-62):(a) صورة SEM لشرائح كبيرة من الغرافين على سطح الخيط القطني المسرح بمقياس يبلغ[µm]1 (b) صورة SEM لشرائح الغرافين على سطح الخيط المسرح بمقياس يبلغ [µm]2،(c) صورة SEM لشرائح الغرافين الكبيرة على سطح الخيط المسرح بمقياس يبلغ [µm]10 ،(d) صورة SEM لشرائح من الغرافين على سطح غزل قطني مسرح بمقياس يبلغ[µm]20 ،(e) صورة SEM لشرائح من الغرافين على سطح غزل قطني مسرح بمقياس يبلغ 100nm،(f) صورة SEM لشرائح من الغرافين على سطح غزل قطني مسرح بمقياس يبلغ200nm



الشكل (4-63): مخطط قوة شد الخيط المسرح المعالج بحبر الغرافين بطريقة الإرجاع على الموقع وطريقة الطلاء السطحي .



الشكل (4-64): (a) صورة SEM لشرائح كبيرة من الغرافين على سطح الخيط القطني الممشط بمقياس تكبير (b) صورة SEM لشرائح الغرافين على سطح الخيط الممشط بمقياس يبلغ [µm]2،(c) صورة SEM لشرائح الغرافين الكبيرة على سطح الخيط الممشط بمقياس يبلغ [µm]10،(d) صورة SEM لشرائح من الغرافين على سطح غزل قطني ممشط بمقياس يبلغ[µm]20 ،(e) صورة SEM لشرائح من الغرافين على سطح غزل قطني ممشط بمقياس يبلغ 100nm،(f) صورة SEM لشرائح من الغرافين على سطح غزل قطني ممشط بمقياس يبلغ200nm



الامتصاصية (a.u)

الطاقة(kev)

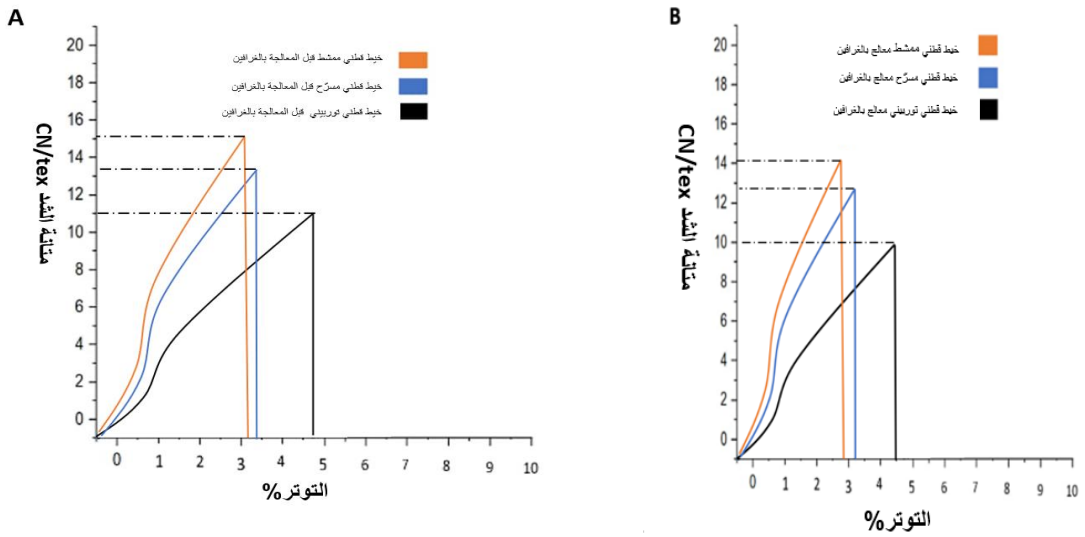
الشكل (4-65): مخطط قوة شد الخيط المسرح المعالج بحبر الغرافين بطريقة الإرجاع على الموقع وطريقة الطلاء السطحي .

كما تم توصيف الخيوط المعالجة بالغرافين بشكل ميكانيكي، وجرى اختبار قوة الشد للخيوط المعالجة بالغرافين بهذه الطريقة من خلال جهاز قوة الشد، حيث تم أخذ خمسة قراءات لقوة شد الخيوط(المسرح-التوربيني-الممشط) قبل وبعد المعالجة بحبر الغرافين، ثم تم حساب المتوسط الحسابي لجميع القراءات الخاصة بقوة شد الخيوط المدروسة كما هو موضح بالجدول (4-8).

جدول (4-8) قراءات قوة شد الخيوط قبل وبعد المعالجة بحبر الغرافين.

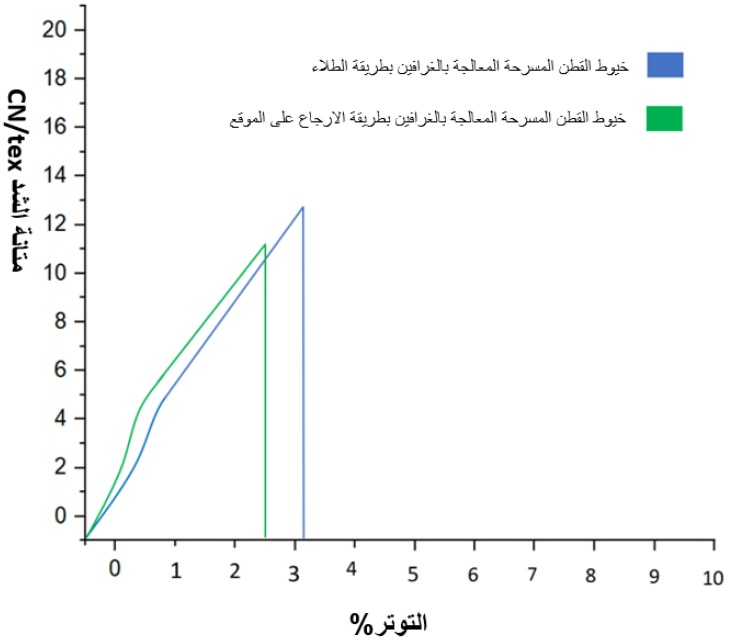
نوع الخيط	قراءة الأولى لقوة الشد (cN/tex)	قراءة الثانية لقوة الشد (cN/tex)	قراءة الثالثة لقوة الشد (cN/tex)	قراءة الرابعة لقوة الشد (cN/tex)	قراءة الخامسة لقوة الشد (cN/tex)	المتوسط الحسابي لمجموع قراءات قوة الشد (cN/tex)
الخيط المسرح (قبل المعالجة)	13.5	13.6	13.8	13.6	13.5	13.6±0.05
الخيط المسرح (بعد المعالجة بطريقة الطلاء السطحي)	12.9	12.8	13	12.8	13	12.9±0.05
الخيط الممشط (قبل المعالجة)	15.1	15.2	15	15.2	15	15.1±0.05
الخيط الممشط (بعد المعالجة بطريقة الطلاء السطحي)	14.5	14	13.9	14.2	14	14.1±0.05
الخيط التوربيني (قبل المعالجة)	11	10.9	11.1	11.1	10.9	11±0.05
الخيط التوربيني (بعد المعالجة بطريقة الطلاء السطحي)	9.8	10	10.2	10.1	9.9	10±0.05
الخيط المسرح المعالج بطريقة الإرجاع على الموقع	11	10.9	11.1	11.1	10.9	11±0.05

وكانت النتيجة كما هو موضح في الشكل (4–66) الذي يبين متانة شد الخيوط القطنية (المسرح، التوربيني، الممشط) بعد المعالجة بحبر الغرافين باستخدام طريقة الطلاء السطحي وقبل المعالجة، ونلاحظ أن متوسط متانة الشد للخيط القطني الممشط، كان قبل المعالجة بحبر الغرافين يقدر [cN/tex] 15.1±0.05، في حين أنه أصبح بعد المعالجة بحبر الغرافين [cN/tex] 14.1±0.05، بينما كان متوسط متانة الشد قبل المعالجة بحبر الغرافين للخيط القطني المسرح يقدر [cN/tex] 13.5±0.05، وأصبح بعد المعالجة بحبر الغرافين [cN/tex] 12.9±0.05. أما بالنسبة لمتوسط متانة الشد للخيط القطني التوربيني قبل المعالجة بحبر الغرافين فيقدر [cN/tex] 11±0.05، وبعد المعالجة بحبر الغرافين أصبح يقدر [cN/tex] 10±0.05، وبالتالي لوحظ انخفاض طفيف في متانة الشد في الخيوط القطنية (المسرح–الممشط–التوربيني) بعد المعالجة بحبر الغرافين بشكل طفيف جداً عن ما قبل المعالجة، ويعود ذلك إلى زيادة مقطع الخيط القطني بعد الطلاء السطحي بحبر الغرافين، وطبيعة حبر الغرافين المركب من نسبة خفيفة من بوليمر كربكسي ميتيل السيللوز مع الغرافين ذو البنية الصفائحية والتي لا تتوازى مع محور الشد المطبق على شعيرات الخيوط، مما يؤدي إلى انخفاض طفيف جداً في متانة الشد.



الشكل (4–66): مخطط قوة شد الخيوط (المسرح–التوربيني–الممشط) قبل وبعد المعالجة بحبر الغرافين باستخدام طريقة الطلاء السطحي

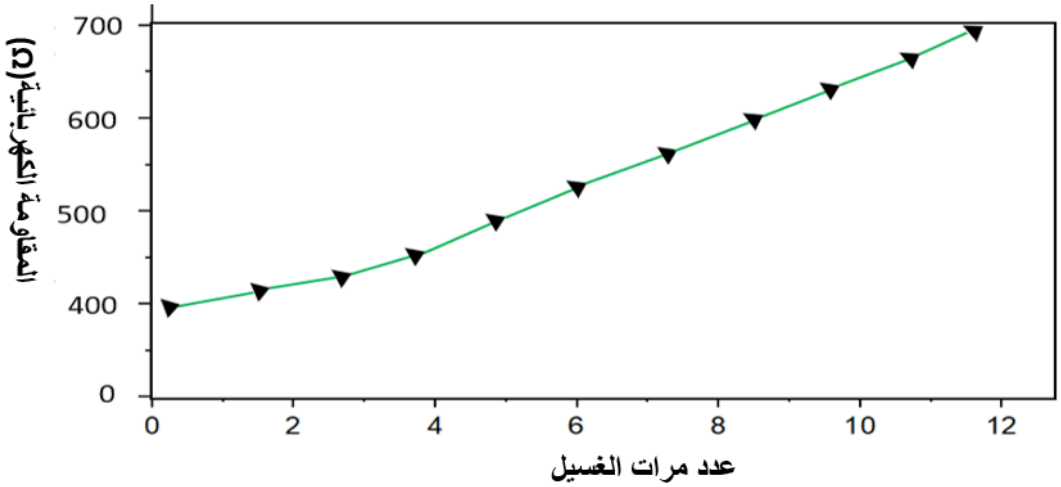
وكما أُجريت مقارنة بين الخيط المسرح ذو النمرة 16Ne المعالج بطريقة الإرجاع على الموقع والخيط المسرح ذو النمرة 16Ne المعالج بالطريقة السطحية من حيث المواصفات الميكانيكية، حيث يظهر الشكل(4-67) انخفاض في متانة الشد بشكل كبير للخيط المسرح المعالج بطريقة الإرجاع على الموقع، حيث انخفض متوسط متانة الشد بعد المعالجة بطريقة الإرجاع على الموقع إلىcN/tex 11.1±0.05 ويعود ذلك بسبب تعرض الخيط المعالج بهذه الطريقة لدرجات الحرارة بشكل مباشر أثناء عملية الإرجاع، وهذا من شأنه يدل على جودة الخصائص الميكانيكية باستخدام تكنولوجيا الطلاء السطحية لمعالجة الخيوط بحبر الغرافين.



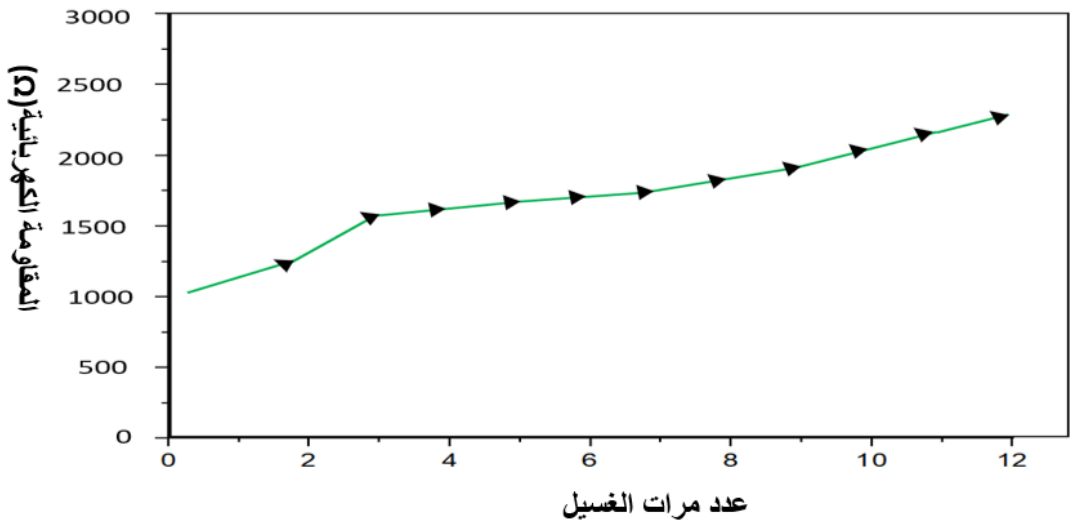
الشكل (4-67): مقارنة بين قوة شد للخيط المسرح المعالج بطريقة الطلاء السطحي وطريقة الإرجاع على الموقع

كما تمّت دراسة ثباتيه كل من الخيوط (المسرح، الممشط، التوربيني) المعالجة بحبر الغرافين، وجرى غسيل كل من هذه الخيوط 12 مرة والتجفيف بعد كل مرة غسيل وقياس المقاومة الكهربائية. وتبين زيادة المقاومة الكهربائية مع زيادة عدد مرات الغسيل، فكانت المقاومة الكهربائية للخيط التوربيني المعالج بحبر الغرافين [Ω] 700±0.5 بعد 12 مرة غسيل، كما هو في الشكل (4-68)، في حين أنها في الخيط المسرح

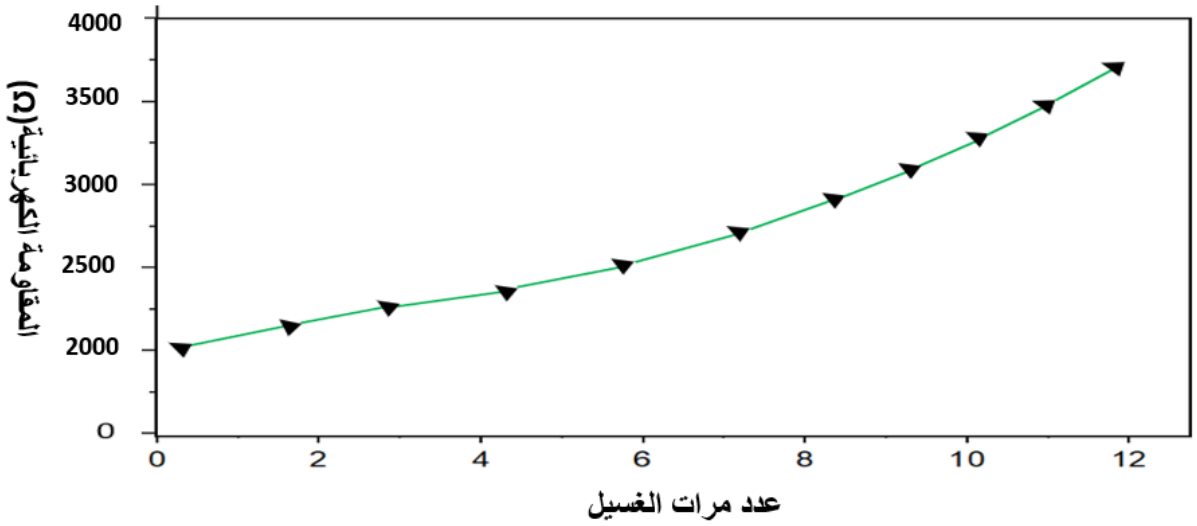
المعالج بحبر الغرافين كانت [KΩ] 2.5±0.05 بعد 12 مرة غسيل، كما هو في الشكل (4-69) ، أما في الخيط الممشط المعالج بحبر الغرافين، فأصبحت [KΩ] 3.7±0.05 ، كما هو في الشكل (4-70) بعد 12 مرات غسيل. وتبين أن أقل زيادة للمقاومة الكهربائية كانت في الخيط التوربيني، ويعود ذلك إلى زيادة تغلغل حبر الغرافين في الجيوب الهوائية بين شعيرات الخيط التوربيني بشكل أكبر من تغلغله في الخيط القطني المسرح والممشط ونتيجة هذا التغلغل تزداد نقاط اتصال طبقات الحبر فيؤدي إلى ثباتية أعلى حتى مع عدد كبير من دورات الغسيل.



الشكل (4-68) :علاقة عدد مرات الغسيل مع المقاومة الكهربائية للخيط التوربيني المعالج بالغرافين.



الشكل (4-69) :علاقة عدد مرات الغسيل مع المقاومة الكهربائية للخيط المسرح المعالج بالغرافين.



الشكل(4-70): علاقة عدد مرات الغسيل مع المقاومة الكهربائية للخيط الممشط المعالج بالغرافين.

ويوضح الجدول(4-9) ملخص لنتائج المقارنة بين الخواص البنيوية والكهربائية بين الخيوط (المسرح-التوربيني-الممشط) المعالجة بحبر الغرافين بطريقة الطلاء السطحي:

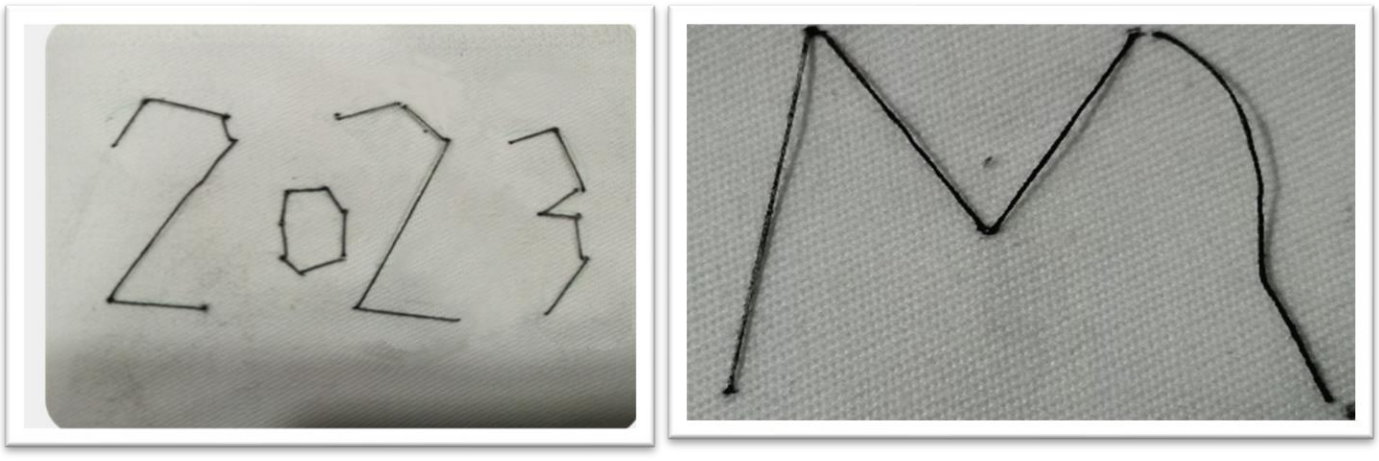
نوع المقارنة	الخيط التوربيني المعالج بطريقة الطلاء السطحي	الخيط المسرح المعالج بطريقة الطلاء السطحي	الخيط الممشط لمعالج بطريقة الطلاء السطحي
المقاومة الكهربائية(Ω)	400±0.5	1000±0.5	2000±0.5
الناقلية الكهربائية(S/m)	26.5±1	9.4±1	4.2±1
نسبة C/O %	5.5	3.4	2.7
كثافة الشرائح النانوية على سطح الشعيرات	متوسطة	قليلة	عالية
قوة الشد بعد المعالجة بحبر الغرافين(cN/tex)	14.1±0.05	12.9±0.05	10±0.05
الثباتية لعمليات الغسيل	ثباتية عالية	ثباتية متوسطة	ثباتية قليلة

مما سبق نستنتج أن الخيط التوربيني هو الأفضل من حيث الخواص الكهربائية والفيزيائية والميكانيكية وذلك بسبب تغلغل حبر الغرافين ضمن الجيوب الهوائية الموجودة ضمن شعيراته، والذي بدوره يؤدي إلى زيادة نقاط اتصال شرائح الغرافين بشكل أكبر من اتصالها في الخيط المسرح والممشط.

وبهدف إثبات الناقلية الكهربائية للخيط المعالج بالغرافين، تم إدراج الخيط التوربيني المعالج بالغرافين بطريقة الطلاء السطحي الأفضل من حيث الخصائص الكهربائية في عدة تطبيقات:

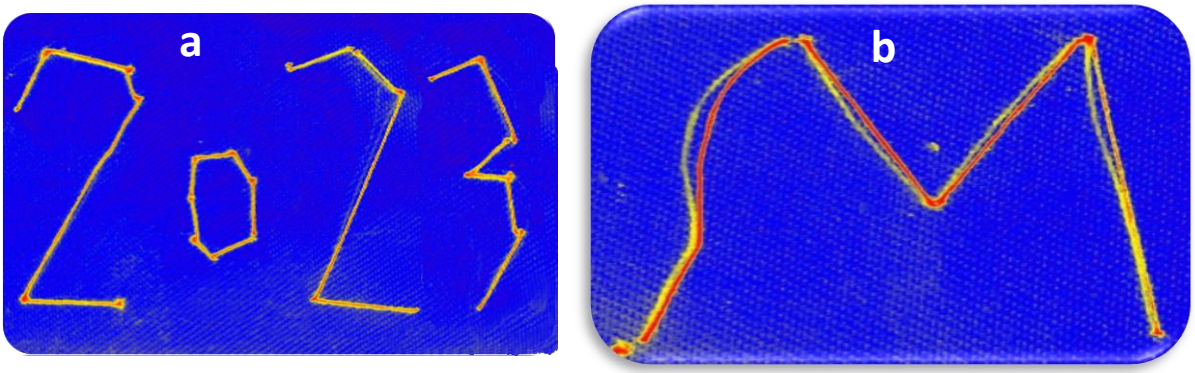
16.4. تطبيق توليد الحرارة:

تم إدراج الخيط القطني التوربيني ذو النمرة16Ne والمقاومة الكهربائية الأقل[Ω. square] 0.94 المعالج بحبر الغرافين بطريقة الطلاء السطحي في تطبيقات توليد الحرارة، حيث تم خياطة الخيط المعالج بحبر الغرافين على شكل الكترود بأشكال مختلفة، كما هو مبين في الشكل (4–70). وجرى تطبيق جهد [V] 20، فكان التيار المار[A] 0.05 أمبير. كما كانت الاستطاعة الكهربائية [Watt]1، وتم قياس درجة الحرارة المتولدة عن الخيط فكانت[C^{O}] 55.



الشكل (4–70): الخيط المعالج بحبر الغرافين على شكل الكترود بأشكال مختلفة.

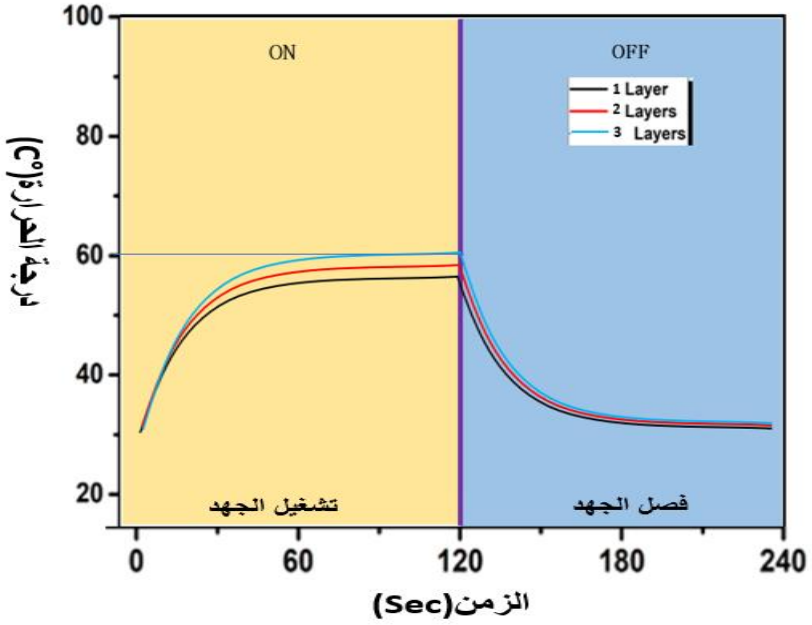
تم قياس التوزع الحراري ضمن الإلكترودين من خلال كاميرا الحرارية بالأشعة تحت الحمراء IR، كما هو موضح في الشكل (4-71) وجرى التصوير باستخدام الأشعة تحت الحمراء بدلاً عن الضوء المرئي وبالتالي عوضاً عن الطول الموجي750-450nm للضوء المرئي، يتم استخدام طول موجي للأشعة الحمراء 1400nm، فكانت الأشعة متوهجة وبكثافة أكبر في الالكترود (A)، وبشكل أكبر من كثافة توزعها في الالكترود (B) وهذا يتعلق بطول الالكترود، فكلما كان الالكترود أقصر كانت درجة الحرارة المتولدة ضمنه أكبر، وكثافة التوزع الحراري ضمنه أكبر.



الشكل (4-71): صور الكاميرا الحرارية (IR) للخيط التوربيني16Ne المعالج بحبر الغرافين (a-b) الالكترود بأشكال مختلفة.

كما تمَّت دراسة البارامترات المؤثرة على درجة الحرارة المتولدة من الخيط المعالج بحبر الغرافين[62]، حيث يوضح الشكل (4-72) علاقة الزمن ودرجة الحرارة بسماكة الطبقات (حبر الغرافين) المعالج بها الخيط فعندما تم تطبيق جهد [V] 20 ، ارتفعت درجة الحرارة من درجة حرارة الغرفة [C^O] 30 حتى وصلت إلى[C^O] 60 درجة بعد [S] 120 وهي أعلى قيمة تم الوصول إليها عندما تم تطبيق حبر الغرافين بسماكة 3 طبقات على الخيط، ثم مع إيقاف تشغيل الجهد، انخفضت درجة الحرارة لتعود إلى درجة حرارة الغرفة.

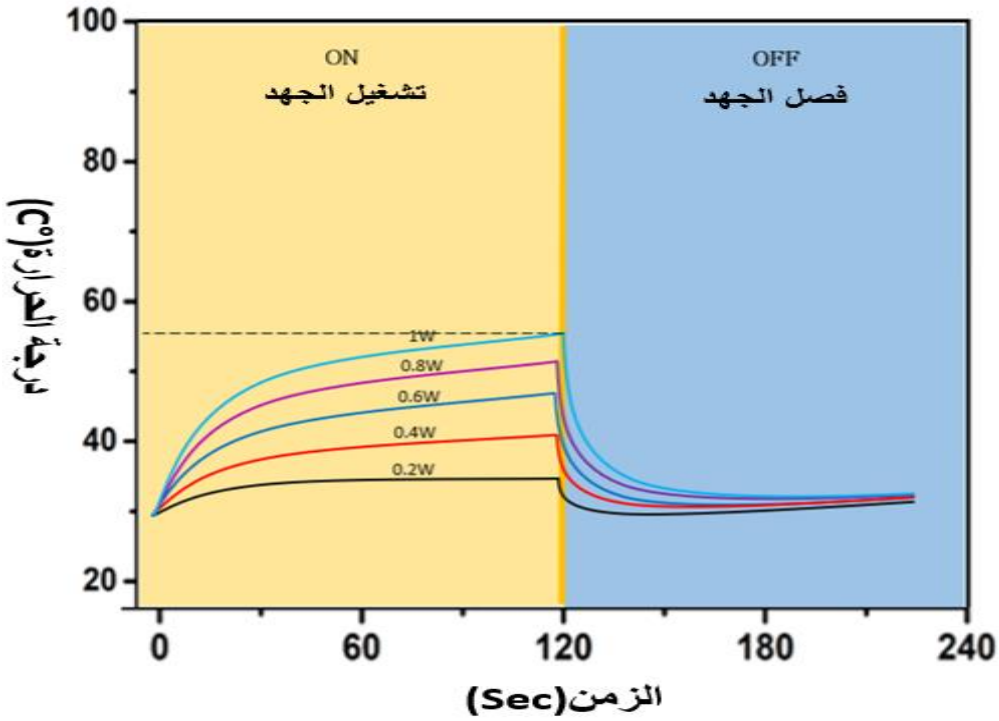
وبالتالي زيادة عدد الطبقات، يؤدي إلى ارتفاع درجة الحرارة، وتفسر الزيادة في كمية الحرارة المنبعثة، نتيجة زيادة سماكة حبر الغرافين على الخيط، وبالتالي انخفاض المقاومة الكهربائية، وزيادة كمية التيار الكهربائي والطاقة الحرارية المتولدة فيه.



الشكل (4-72): العلاقة الزمن ودرجة الحرارة مع سماكة طبقات حبر الغرافين.

يوضح الشكل (4-73) العلاقة بين الزمن ودرجة الحرارة والاستطاعة الكهربائية عند قيم جهد مختلفة وقد تم تطبيقها على الخيط المعالج بحبر الغرافين، وكانت الاستطاعة الكهربائية المتولدة في الخيط مختلفة باختلاف قيم الجهد المطبقة على الخيط.

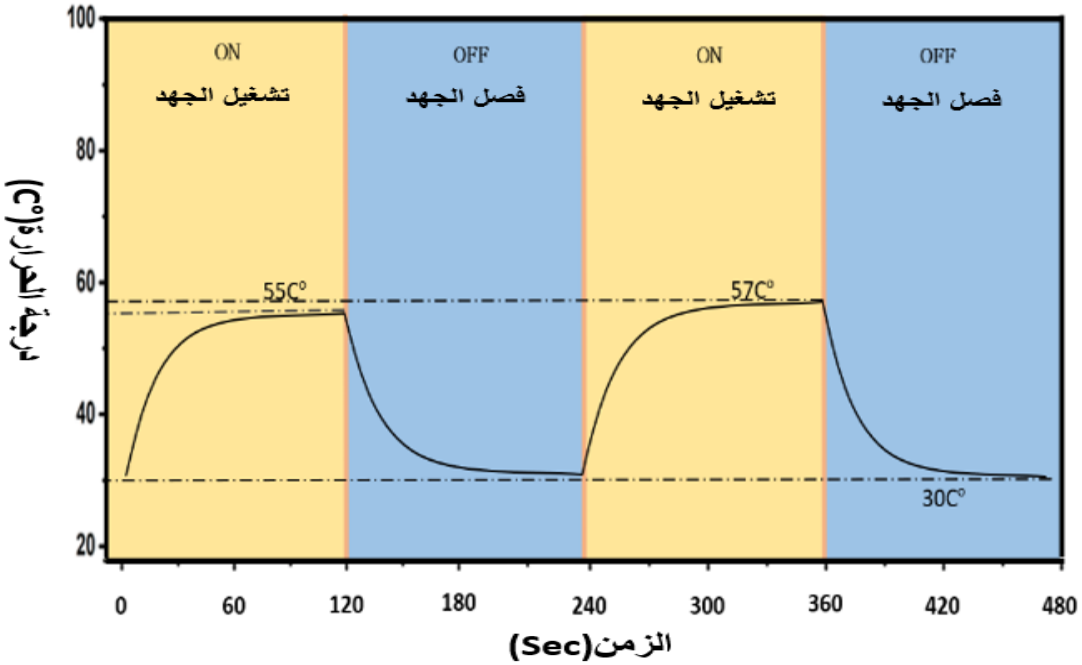
و كانت الاستطاعة الكهربائية [Watt] (1-0.8-0.6-0.4-0.2) المتولدة، تزداد مع زيادة الجهد المطبق على الخيط [V] (4-16-12-8-20) ، ومما أدى إلى زيادة درجة الحرارة المتولدة عن الخيط المعالج بحبر الغرافين، وجرى الوصول إلى درجة حرارة [C^{O}]55 عند أعلى قيمة للجهد الكهربائي [Watt]1 الناتجة عن تطبيق الجهد [V]20.



الشكل (4–73): العلاقة الزمن ودرجة الحرارة والاستطاعة الكهربائية عند قيم مختلفة للجهد المطبق.

يوضح الشكل (4–74) العلاقة بين الزمن ودرجة الحرارة، عندما تطبيق جهد [V] 20 لمدة [Min]8 بشكل متناوب (on–off)، متضمنة [min] 2 طور تشغيل، و[min]2طور إيقاف على التناوب.

فعندما تم تطبيق جهد [V] 20 لمدة [min]2، ارتفعت درجة الحرارة المتولدة من الخيط المعالج بحبر الغرافين من درجة حرارة الغرفة إلى[C^O] 55، وعندما تم فصل الجهد لمدة [min]2 ، انخفضت درجة الحرارة إلى درجة حرارة الغرفة، وعند العودة إلى طور التشغيل لمدة [min]2 أيضاً، ارتفعت درجة الحرارة من جديد حتى وصلت إلى[C^O] 57، ويعود سبب ارتفاعها إلى هذه القيمة بسبب احتفاظ الخيط بكمية قليلة من الحرارة من طور التشغيل السابق، ثم انخفضت درجة الحرارة من جديد إلى درجة حرارة الغرفة بعد فصل منبع الجهد المطبق على الخيط المعالج بحبر الغرافين.

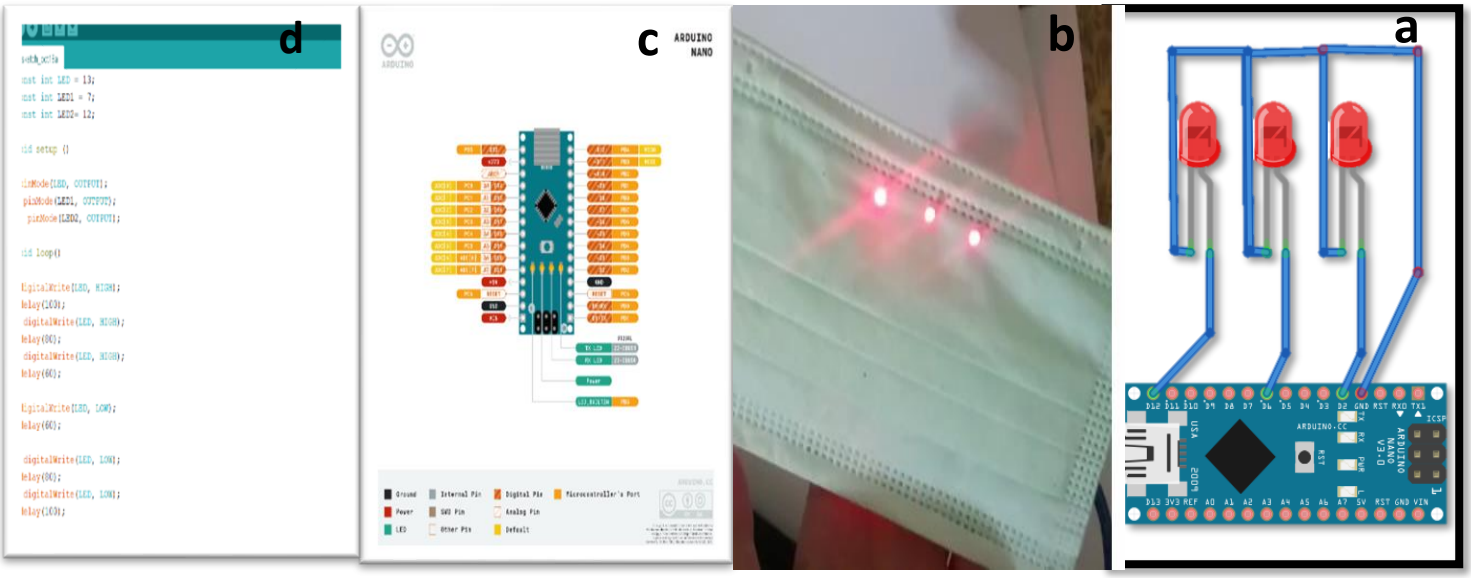


الشكل (4–74): العلاقة الزمن ودرجة الحرارة عند جهد مطبق 20 فولت، ولمدة 8 دقائق (on–off).

17.4. تطبيق الإضاءة:

تم إدراج الخيط القطني التوربيني ذي المقاومة الكهربائية الأقل [Ω.square] 0.94 المعالج بحبر الغرافين بطريقة الطلاء السطحي في دارة مستخدمة للإضاءة بشكل متناوب باستخدام متحكم Arduino NANO وجرى تطبيق جهد على الخيط المعالج بالغرافين 2.5v.

كما تم وصل منافذ المتحكم بـ LEDs عن طريق الخيوط المعالجة بالغرافين وجرى رفع الكود البرمجي الخاص بالمتحكم بلغة C كما هو مبين بالشكل (4–75) :



الشكل (4-75): a- مخطط التوصيل الكهربائية للدارة لدارة الإضاءة

b-إضاءة اللدات بالخيوط المعالجة بالغرافين c-لغة الكود التي رفعها للمتحكم d- متحكم (Ardoino)

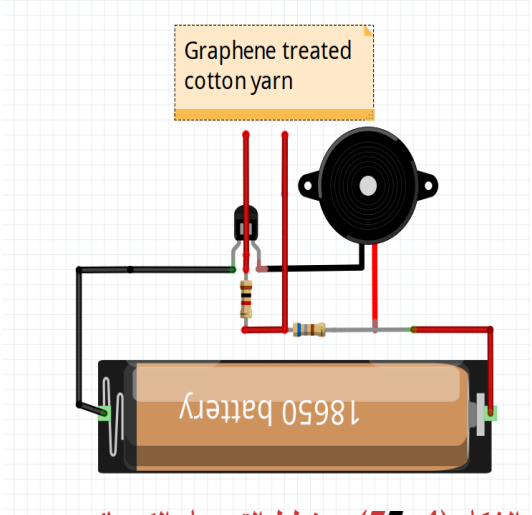
18.4. تطبيق حساس في دارة كهربائية:

تم إدراج الخيط المعالج التوربيني 16Neبالغرافين ذي مقاومة كهربائية [Ω. square] 0.94 في دارة كهربائية، تعمل كحساس و عندما يتم انقطاع الخيط الناقل للكهرباء المدرج بالدارة الكهربائية، يعطي إشارة من خلال صوت إنذار موصول بالدارة.

وتتألف عناصر الدارة، كما هو مبين بالشكل من: ترانستور NPN ومقاومتين وبطارية، ومنبه صوتي.



الشكل (4-76): دارة الحساس التي تعمل عند انقطاع الخيط المعالج بحبر الغرافين بإصدار منبه الإنذار



الشكل (4-77): مخطط التوصيل الكهربائي لدارة الحساس.

19.4. النتائج:

نستنتج أنه من خلال دراسة طريقة معالجة الخيوط القطنية (المسرح16Ne، التوربيني16Ne، الممشط24Ne) بحبر الغرافين المحضر، من خلال طريقة الطلاء السطح، وقياس المقاومة الكهربائية، والخواص الفيزيائية والميكانيكية للخيوط المعالجة أن الخيط التوربيني كان الأفضل من حيث الخواص الكهربائية والفيزيائية والميكانيكية يليه الخيط المسرح، ثم الخيط الممشط.

وهذا يعود إلى تشرب الخيط التوربيني بحبر الغرافين، نتيجة تغلغل الحبر ضمن الجيوب الهوائية بين شعيرات الخيط التوربيني، وهذا بدوره أدى إلى زيادة نقاط اتصال طبقات حبر الغرافين وبالتالي زيادة سرعة حركة الالكترونات، والتي تؤدي إلى زيادة الناقلية الكهربائية للخيط التوربيني مقارنةً مع الجيوب الهوائية الأقل ضمن الخيط القطني الممشط والمسرح، وبالتالي نقاط اتصال أقل بين الطبقات ومقاومة كهربائية أعلى وناقلية كهربائية أقل.

وعندما تم إدراج الخيوط المعالجة بحبر الغرافين بطريقة الطلاء السطحي، أظهرت كفاءة عالية في مختلف التطبيقات، وخاصةً عند تطبيق توليد الحرارة، وتم الوصول إلى درجة حرارة عالية ($55c^{O}$) عندما تم تطبيق جهد V(20) على الخيط التوربيني المعالج بحبر الغرافين، وتزداد درجة الحرارة المتولدة عن الخيط، مع زيادة عدد طبقات حبر الغرافين، وزيادة قيمة الجهد المطبق، وزيادة الاستطاعة الكهربائية.

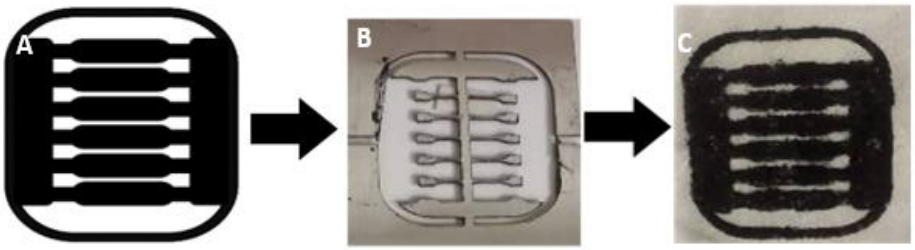
وبالتالي يمكن إدراج الخيوط المعالجة بحبر الغرافين في التطبيقات الكهربائية والحرارية في الأقمشة الذكية القابلة للارتداء مثل الأقمشة التي تستخدم لمراقبة التنفس البشري أو لتحسس الأداء الوظيفي لمختلف النشاطات الحيوية للجسم البشري أو لتوليد درجات حرارة من أجل القيام بدور التدفئة.

الجزء الخامس: معالجة الأقمشة بطريقة الطلاء السطحي بحبر الغرافين.

تمَّت طباعة حبر الغرافين على القماش بهدف المقارنة من حيث الخصائص الكهربائية والحرارية بين طلاء الخيوط وطلاء الأقمشة بحبر الغرافين:

20.4. نموذج أول: طلاء بتصميم معين (سخان كهربائي).

تمَّت طباعة حبر الغرافين على شكل سخان على قماش غير منسوج (بولي استر30٪، قطن 70٪) بأبعاد [cm](9*7)، وجرى تصميم هيكل دارة السخان من خلال نظام لـ CNC، ثم طباعة الحبر على القماش من خلال تجاويف الهيكل وتجفيفه لمدة 2 ساعة عند درجة حرارة الغرفة، كما هو موضح بالشكل (4-78).



الشكل (4-78): خطوات الطباعة على القماش

a: تصميم مخطط السخان الكهربائي، b: تنفيذ التصميم وفقًا لـ CNC الذي يتم من خلاله طباعة الحبر على القماش، d: دارة السخان الكهربائية مطبوعة على القماش.

21.4. التحليل الحراري لدارة السخان الكهربائية المطبوعة بحبر الغرافين:

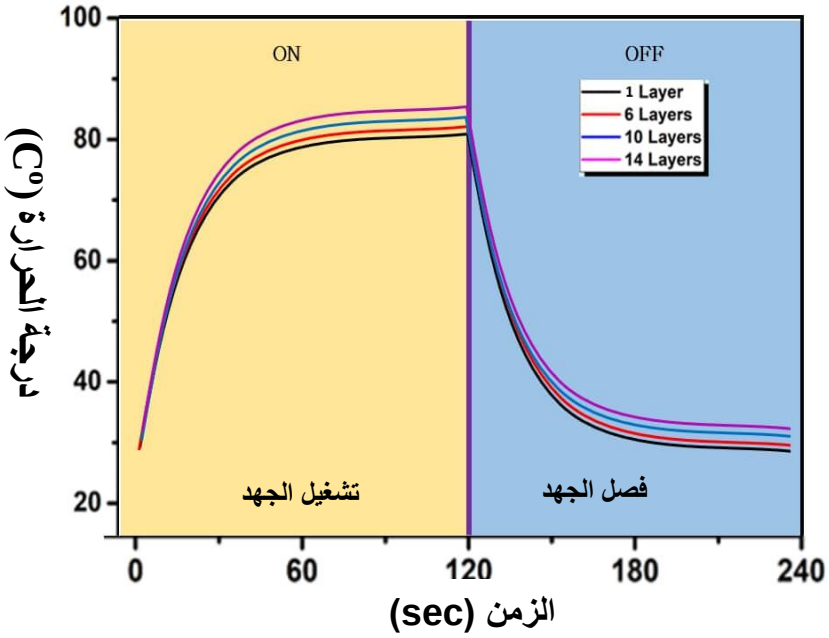
يتم قياس السلوك الحراري الكهربائي لدارة السخان الكهربائي المطبوعة بحبر الغرافين على القماش، باستخدام كاميرا حرارية، ووحدة إمداد بالطاقة، توفر تياراً مباشراً واستخدام قيم مختلفة من الجهد الكهربائي [V] 0–20 بالإضافة إلى قياس التيار المباشر.

تم ملاحظة التغير في درجة الحرارة، وتسجيل قيم مختلفة للجهد والتيار الكهربائي، وكما تمَّت دراسة العوامل التي تؤثر في الموصلية الكهربائية ودرجة الحرارة المتولدة من السخان وهي: (الزمن ، و سماكة طبقات حبر الغرافين، والجهد المطبق على الالكترود، و المسافة الطولية للالكترود، و المسافة العرضية للالكترود)، حيث تطبيق جهد قدره [V] 10 فولت على دارة السخان الكهربائي، وكان التيار الذي يمر عبرها[A] 0.625، وقدرت قيمة مقاومة الحبر المطلي على القماش [Ω] 0.5±16، أي ما يعادل 12.5 [Ω.square]، وكانت الاستطاعة الكهربائية[WATT] 6.25 واط ودرجة الحرارة المتولدة عن دارة السخان الكهربائي [C^O] 80.

و يوضح الشكل (4–79) علاقة الوقت ودرجة الحرارة بسماكة طبقات حبر الغرافين التي تم طلاؤها على القماش، حيث أنه عند تطبيق جهد[V] 10 فولت، ازدادت درجة الحرارة من درجة حرارة الغرفة [C^O] 30 حتى وصلت إلى[C^O] 83 بعد [S] 120 ، وهي أعلى قيمة تم الوصول إليها عندما جرى طلاء القماش الغير منسوج بـ 14 طبقة من حبر الغرافين.

ثم انخفضت درجة الحرارة مع إيقاف تطبيق الجهد الكهربائي للعودة إلى درجة حرارة الغرفة، وبالتالي ترتفع درجة الحرارة مع زيادة عدد الطبقات، وتفسر الزيادة في كمية الحرارة المنبعثة، نتيجة لزيادة سماكة طبقات حبر الغرافين على القماش نتيجة زيادة نقاط اتصال شرائح الغرافين وحركة الالكترونات ضمن نقاط

الاتصال بين الشرائح، ما يؤدي بدوره إلى انخفاض في المقاومة الكهربائية وزيادة في كمية التيار الكهربائي ودرجة الحرارة المتولدة عن الدارة المطبوعة بحبر الغرافين على القماش.

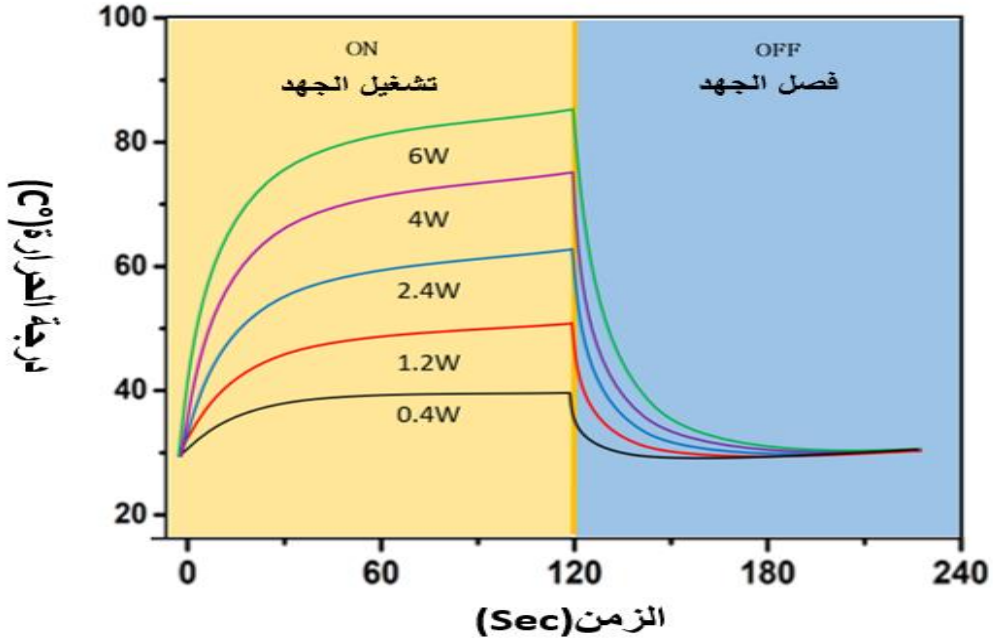


الشكل (4–79): العلاقة الزمن ودرجة الحرارة بسماكة طبقات حبر الغرافين

يوضح الشكل (4–80) العلاقة بين الاستطاعة الكهربائية بين القيم المتغيرة لدرجة الحرارة والزمن والجهد الكهربائي وقد تم تطبيق قيم مختلفة للجهد [V] (10–6.4–4–2–0.6) على القماش المطبوع بحبر الغرافين، وجرى قياس الاستطاعة الكهربائية(V*I) المتولدة عن دارة السخان عند كل قيمة للجهد الكهربائي على الترتيب [Watt] (6–4–2.4–1.2–0.4).

وتبين زيادة الاستطاعة الكهربائية المتولدة عن السخان الكهربائي، مع زيادة الجهد الكهربائي على التوالي.

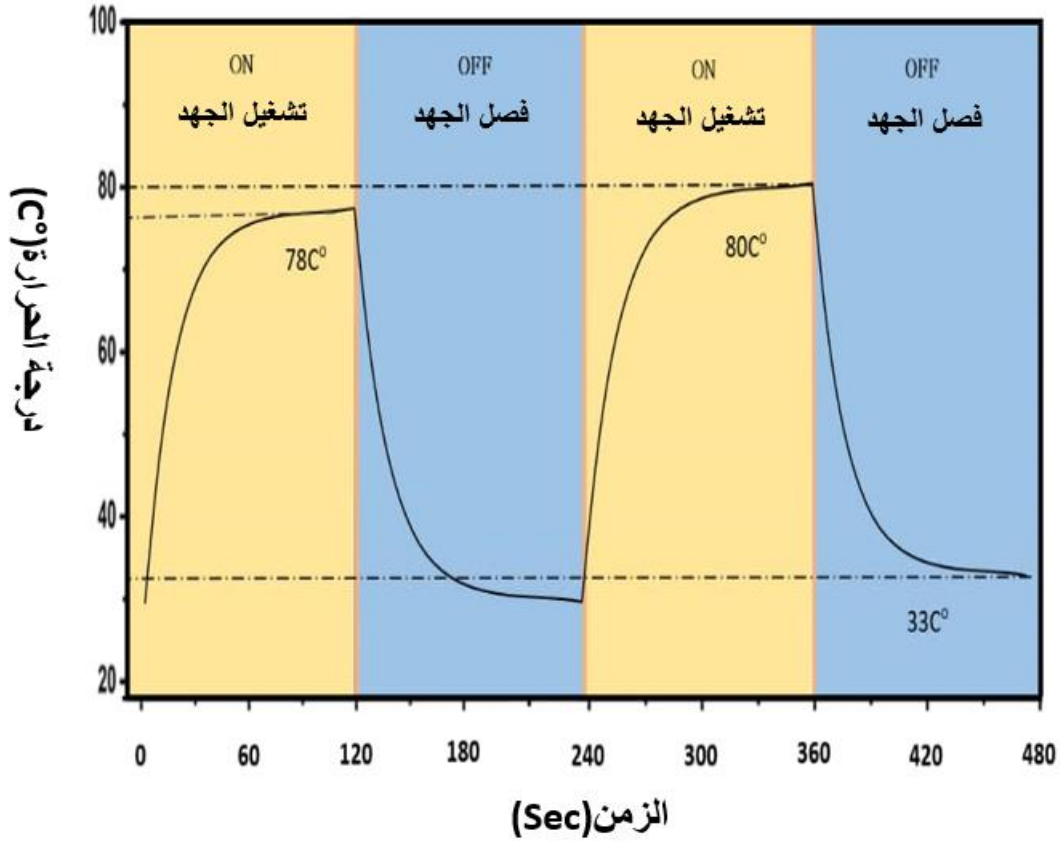
كما يلاحظ ارتفاع درجة الحرارة المتولدة عن الدارة المطبوعة بحبر الغرافين من [C^O] 30، لتصل إلى [C^O] 83 عند أعلى قيمة للجهد [V] 10، وأعلى قيمة للاستطاعة الكهربائية [Watt]6 .



الشكل (4-80): العلاقة بين الاستطاعة الكهربائية ودرجة الحرارة والزمن عند قيم مختلفة للجهد الكهربائي [V] (10-6.4-4-2-0.6) .

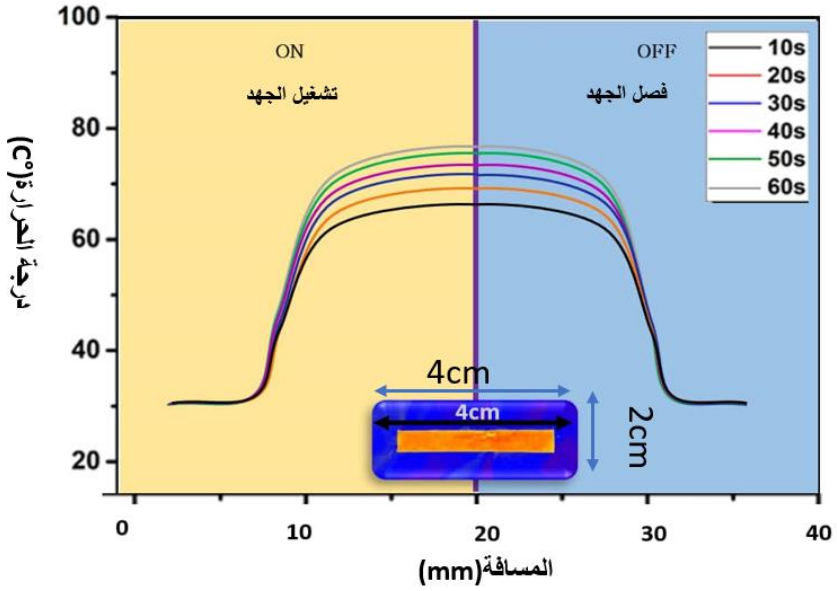
نلاحظ من الشكل (4-81) العلاقة بين درجة الحرارة والزمن، و قد تم تطبيق جهد قدره [V] 10 لفترة [min] 8 متقطعة، متضمنة ([min]2 طور التشغيل، وطور إيقاف تطبيق الجهد الكهربائي على دارة السخان المطبوعة بحبر الغرافين لمدة دقيقتين على التناوب)، فعند بدء طور التشغيل، يلاحظ ارتفاع درجة الحرارة من درجة حرارة الغرفة إلى [C^O] 78 درجة خلال زمن دقيقتين، ثم بدأت في الانخفاض في مرحلة إيقاف تطبيق الجهد الكهربائي لمدة دقيقتين، حتى وصلت إلى درجة حرارة الغرفة.

ثم مع إعادة تطبيق الجهد على الدارة المطبوعة مرة أخرى لمدة دقيقتين، ارتفعت درجة الحرارة من درجة الحرارة من [C^O] 30 إلى [C^O] 80 خلال زمن دقيقتين، ثم تعود للانخفاض إلى درجة حرارة [C^O] 80, ويعود سبب الارتفاع إلى درجة الحرارة [C^O] 80 ، نتيجة احتفاظه بكمية من الحرارة في طور التشغيل السابق.

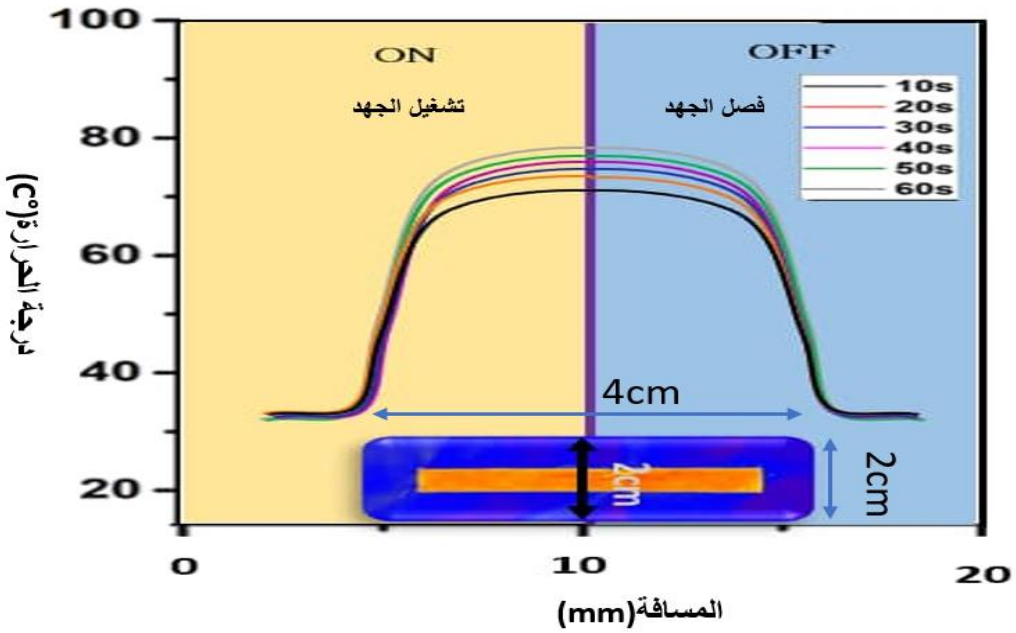


الشكل (4–81): العلاقة بين درجة الحرارة والزمن مع الجهد الكهربائي المطبق لمدة 8 دقائق متقطعة.

تمت دراسة التوزع الحراري على دارة السخان الكهربائي وجرى التقاط صور التوزع الحراري من خلال الكاميرا الحرارية، وقياس درجة الحرارة المتولدة عنه على طول الالكترود حيث يوضح الشكل (4–82) العلاقة بين درجة الحرارة والزمن والمساحة الطولية للالكترود، يلاحظ ارتفاع كمية الحرارة المنبعثة من السخان الكهربائي، مع ازدياد الزمن، وانخفاض المسافة الطولية للسخان المطبوع على القماش، لذلك تركزت درجة الحرارة القصوى [C^O] 78 في المسافة [cm] 2.5 على طول المسافة الطولية للالكترود[mm] (30–10) أي ما يعادل [cm] (من 3 إلى 1) خلال زمن التشغيل[S] 60.



الشكل (4-82): العلاقة بين درجة الحرارة والزمن والمساحة الطولية للالكترود المطبوع بحبر الغرافين على القماش.



الشكل (4-83): العلاقة بين درجة الحرارة والزمن والمساحة العرضية للالكترود المطبوع بحبر الغرافين على القماش.

و يلاحظ من الشكل(4-83) ازدياد كمية الحرارة المنبعثة من الالكترود المطبوع، مع زيادة المسافة العرضية للالكترود وقد كانت درجة الحرارة متركزة في الجزء المركزي [C^O] 79 على طول المسافة العرضية للالكترود[mm] (15-5) أي ما يعادل[cm] (0.5-1.5)خلال زمن التشغيل [S] 60.

و نستنتج أن القماش الغير المنسوج القائم على الغرافين، يُظهر مقاومة منخفضة وتسخيناً عالي الكفاءة وقد قُدرت مقاومة الحبر المطلي على القماش [Ω/square] 12.5 ، ودرجة الحرارة المتولدة منه [C^O]80.

كما لوحظ التغير في قيمة المقاومة الكهربائية من خلال تغير درجة الحرارة والجهد الواجب تطبيقه، وأن المقاومة الكهربائية، تتناسب طرداً مع درجة الحرارة والزمن، ومع ازدياد المسافة العرضية للالكترود وزيادة عدد طبقات حبر الغرافين، في حين أن المقاومة الكهربائية، تتناسب عكساً مع المسافة الطولية للالكترود.

22.4. نموذج ثانٍ: طباعة الشاشة على القماش بحبر الغرافين (طلاء كامل):

تمَّت طباعة حبر الغرافين على قماش غير منسوج (بولي استر35٪، قطن 65٪) بأبعاد [cm](8*15) بشكل طلاء كامل الكهربائي لاستخدامه كحشوات حرارية في الأقمشة الذكية المولدة للحرارة وتم تجفيفه لمدة 2 ساعة عند درجة حرارة الغرفة، كما هو موضح بالشكل (4-84).

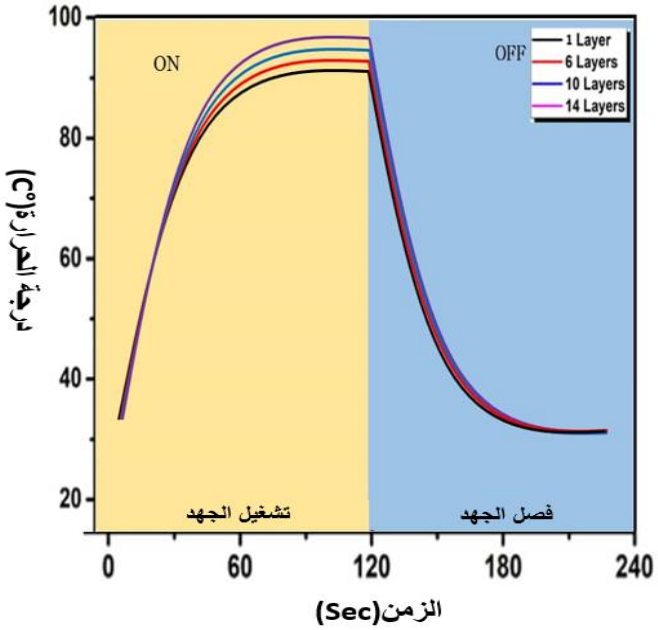


الشكل (4-84): قماش غير منسوج مطبوع بطلاء كامل بحبر الغرافين.

تم قياس السلوك الحراري الكهربائي باستخدام كاميرا حرارية، ووحدة إمداد بالطاقة توفر تيارًا مباشرًا بقيم مختلفة من الجهد الكهربائي [V] (0–5)، بالإضافة إلى قياس التيار المباشر، وعندما يلاحظ التغير في درجة الحرارة يتم تسجيل قيم مختلفة للجهد والتيار الكهربائي.

وتمت دراسة العوامل التي تؤثر في الموصلية الكهربائية، ودرجة الحرارة المتولدة: (الزمن ، سماكة طبقات حبر الغرافين ، الجهد المطبق على الالكترود ، المسافة الطولية للالكترود ، المسافة العرضية للالكترود).

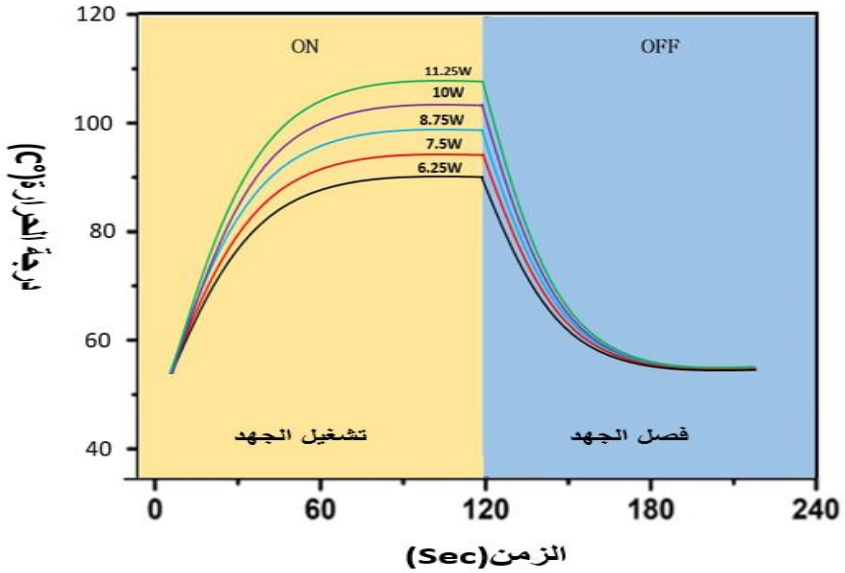
طُبق جهد قدره [V] 5 على القماش المطلي بحبر الغرافين، وكان التيار المار عبرها [A] 1.25 ، وقدرت قيمة مقاومة الحبر المطلي على القماش [Ω] 4±0.5، أي ما يعادل [Ω.square] 2.1، وكانت الاستطاعة الكهربائية [Watt] 6.5 واط ودرجة الحرارة المتولدة عنه[C^O] 90.



الشكل (4–85): العلاقة الزمن ودرجة الحرارة بسماكة طبقات حبر الغرافين، التي تم طلاؤها على القماش.

يلاحظ من الشكل(4–85) أنه عند تطبيق جهد [V] 5 ، ازدادت درجة الحرارة من درجة حرارة الغرفة [C^O] 30 حتى وصلت إلى [C^O] 98 بعد [S] 120، وهي أعلى قيمة تم الوصول إليها عندما تم طلاء القماش بـ 14 طبقة بحبر الغرافين، ثم لوحظ انخفاض درجة الحرارة مع إيقاف تطبيق الجهد الكهربائي

للعودة إلى درجة حرارة الغرفة، وبالتالي ترتفع درجة الحرارة مع زيادة عدد الطبقات، وتفسر الزيادة في كمية الحرارة المنبعثة، نتيجة لزيادة سماكة طبقات حبر الغرافين على القماش، ما يؤدي بدوره إلى انخفاض في المقاومة الكهربائية، وزيادة في كمية التيار الكهربائي، ودرجة الحرارة المتولدة عن الدارة المطبوعة بحبر الغرافين على القماش.

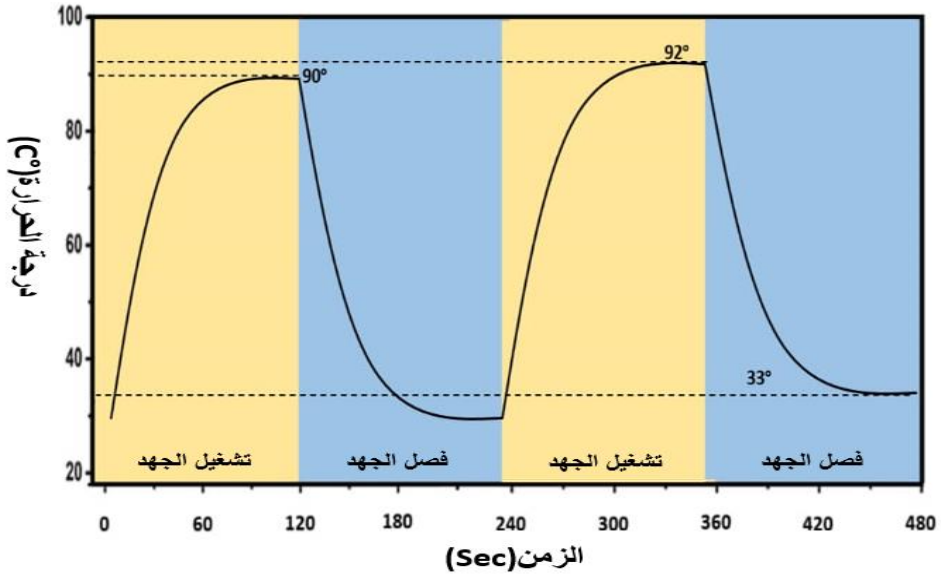


الشكل (4-86) : العلاقة بين الاستطاعة الكهربائية، ودرجة الحرارة، والزمن عند تغير قيمة الجهد الكهربائي[V] (5- 6- 7- 8- 9).

يوضح الشكل (4-86) العلاقة بين الاستطاعة الكهربائية بين القيم المتغيرة لدرجة الحرارة، والزمن، والجهد الكهربائي، حيث تم تطبيق قيم مختلفة للجهد[V] (5- 6- 7- 8- 9) على القماش المطبوع بحبر الغرافين، وتم قياس الاستطاعة الكهربائية المتولدة عن دارة السخان عند كل قيمة للجهد الكهربائي على الترتيب [watt] (6.25-7.5-8.75-10-11.25)، وقد لوحظ زيادة الاستطاعة الكهربائية المتولدة عن السخان الكهربائي مع زيادة الجهد الكهربائي على التوالي، كما يلاحظ ارتفاع درجة الحرارة المتولدة عن الدارة المطبوعة بحبر الغرافين من [C^O] 30 لتصل إلى [C^O] 104 عند أعلى قيمة للجهد[V] 10 وأعلى قيمة للاستطاعة الكهربائية [watt]11.25.

ونلاحظ من الشكل (4-87) العلاقة بين درجة الحرارة والزمن، حيث تم تطبيق جهد قدره [V]5 لفترة 8 دقائق متقطعة، متضمنة (2 دقيقة طور التشغيل، وطور إيقاف تطبيق الجهد الكهربائي على دارة السخان المطبوعة بحبر الغرافين لمدة دقيقتين على تناوب)، فعند بدء طور التشغيل، يلاحظ ارتفاع درجة الحرارة من درجة حرارة الغرفة إلى [C^O] 90 درجة خلال زمن دقيقتين، ثم بدأت في الانخفاض في مرحلة إيقاف تطبيق الجهد الكهربائي لمدة دقيقتين حتى وصلت إلى درجة حرارة الغرفة.

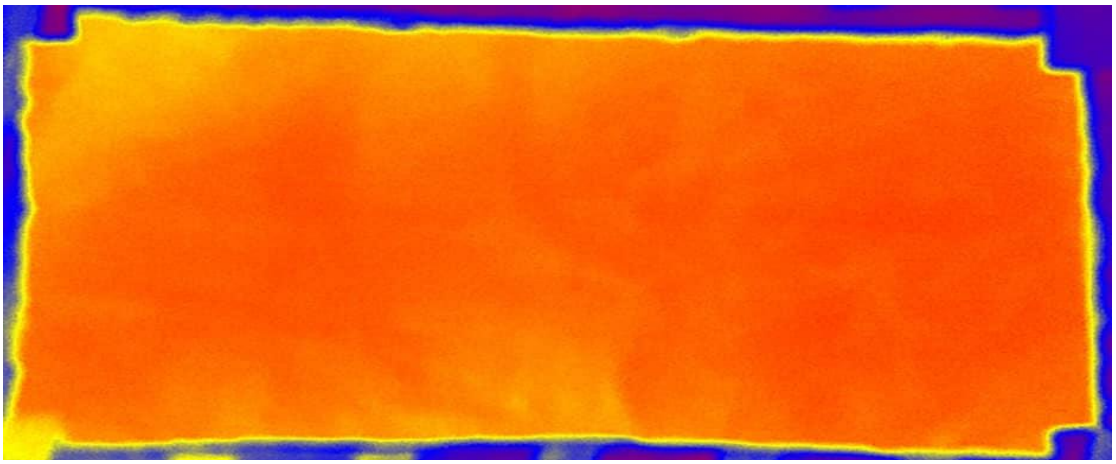
ثم مع إعادة تطبيق الجهد على الدارة المطبوعة مرة أخرى لمدة دقيقتين، ارتفعت درجة الحرارة من درجة الحرارة من [C^O] 30 إلى [C^O] 92 خلال زمن دقيقتين، ثم تعود للانخفاض إلى درجة حرارة [C^O] 33 ويعود سبب الارتفاع إلى درجة الحرارة [C^O] 33، نتيجة احتفاظه بكمية من الحرارة في طور التشغيل السابق.



الشكل (4-87): العلاقة بين درجة الحرارة، والزمن ،مع الجهد الكهربائي المطبق لمدة 8 دقائق متقطعة

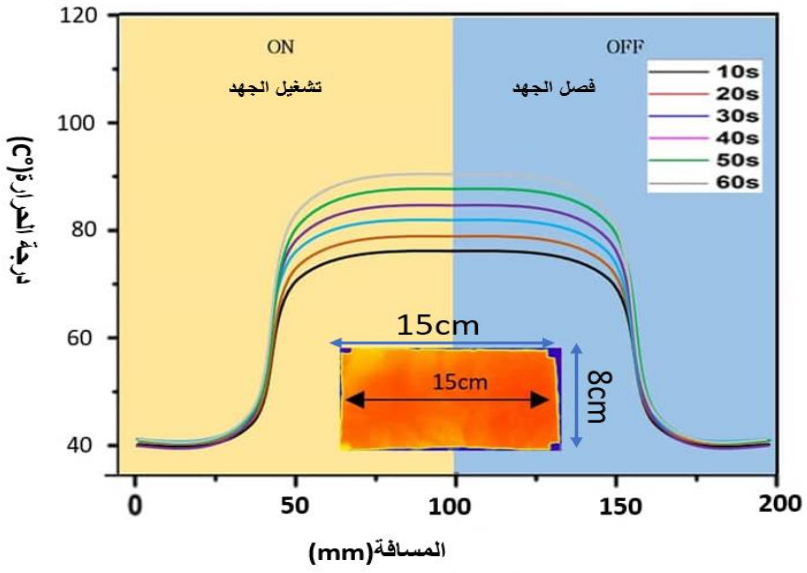
تمت دراسة التوزع الحراري على القماش الغير منسوج المطبوع بحبر الغرافين، من خلال التقاط صور من الكاميرا الحرارية باستخدام برنامج Thermal camera photo، حيث يمكن معرفة التوزع الحراري على الالكترود من خلال اختلاف الشدة اللونية من الأزرق إلى الأحمر مع اختلاف توزع درجة الحرارة المتولدة من الالكترود، حيث كانت المنطقة الحمراء التي تدل على ارتفاع درجات الحرارة من المركز

وحتى حواف الالكترود المدروس كما هو واضح بالشكل (4-88)، مما يدل على ارتفاع درجة الحرارة المتولدة من الالكترود نتيجة الطلاء الكامل للقماش بحبر الغرافين.



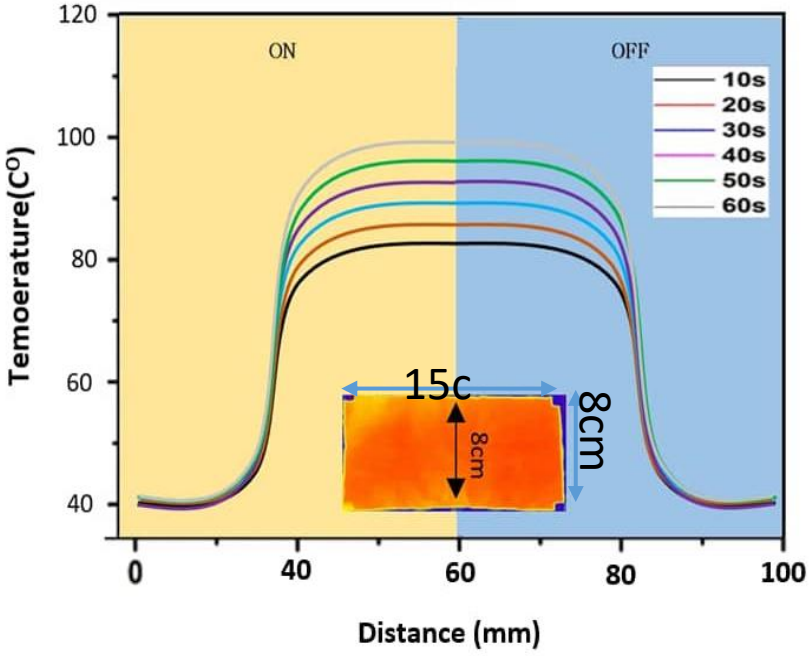
الشكل (4-88): صورة التوزع الحراري على القماش المطبوع بحبر الغرافين من خلال الكاميرا الحرارية.

و يوضح الشكل (4-89) العلاقة بين درجة الحرارة، والزمن، والمساحة الطولية للالكترود، ويلاحظ ارتفاع كمية الحرارة المنبعثة من السخان الكهربائي، مع ازدياد الزمن، وانخفاض المسافة الطولية للسخان المطبوع على القماش، لذلك تركزت درجة الحرارة القصوى [C^O] 90 على طول المسافة الطولية للالكترود من [cm] 5 إلى [cm] 15، خلال زمن التشغيل [S] 60.



الشكل (4-89): العلاقة بين درجة الحرارة، والزمن، والمساحة الطولية للقماش المطبوع بحبر الغرافين.

يوضح الشكل (4–90) العلاقة بين درجة الحرارة، والزمن، والمساحة العرضية للالكترود المطبوع بحبر الغرافين على القماش، حيث تزداد كمية الحرارة المنبعثة من الالكترود المطبوع مع زيادة المسافة العرضية للالكترود، وتركزت درجة الحرارة القصوى في الجزء المركزي [C^O] 100على طول المسافة العرضية للالكترود من [cm] 4 إلى [cm] 8 ،خلال زمن التشغيل [S] 60.



الشكل (4–90): العلاقة بين درجة الحرارة، والزمن، والمساحة العرضية للالكترود المطبوع بحبر الغرافين على القماش.

نستنتج أن طريقة طلاء القماش بحبر الغرافين عملية قابلة للتطوير لتصنيع تسخين Joule من القماش القائم على الغرافين لتطبيقات الدارات الكهربائية المرنة عالية الموصلية القابلة للارتداء، يُظهر القماش الغير المنسوج القائم على الغرافين مقاومة منخفضة، وتسخيناً عالي الكفاءة وقد قُدرت مقاومة الحبر المطلي على القماش [Ω.square] 2.1 ودرجة الحرارة المتولدة [C^O] 100.

و لوحظ التغير في قيمة المقاومة الكهربائية من خلال تغير درجة الحرارة والجهد الواجب تطبيقه، حيث أن المقاومة الكهربائية، تتناسب طرداً مع درجة الحرارة والزمن، ومع ازدياد المسافة العرضية للالكترود، وزيادة عدد طبقات حبر الغرافين، في حين أن المقاومة الكهربائية تتناسب عكساً مع المسافة الطولية

للالكترود، كما لوحظ انخفاض المقاومة الكهربائية في حالة الطلاء الكامل للقماش الغير المنسوج، وبالتالي ازدياد الناقلية الكهربائية، وذلك لأن ناقلية حبر الغرافين، تزداد مع زيادة مساحة السطح حيث تزداد نقاط اتصال شرائح الغرافين وبالتالي عبور أكبر للإلكترونات ضمن نقاط الاتصال، وبالتالي ناقلية كهربائية أعلى ومقاومة كهربائية أقل.

تشير هذه النتائج جنباً إلى جنب مع الاستقرار الكيميائي العالي، والمرونة الميكانيكية للغرافين، إلى أن العناصر الحرارية الكهربائية القائمة على الغرافين، تفتح آفاق مستقبلية للعديد من التطبيقات العملية، مثل مركب إزالة الجليد الأقوى والذكي cost-effective للفضاء الجوي والتطبيقات الأخرى.

وتعد السخانات القائمة على المنسوجات بوابة فرص جديدة لأجهزة التدفئة الذكية من الجيل التالي، مما يعزز تطوير منسوجات التدفئة نحو المستقبل، وتعزيز تطوير سلع تجارية حقيقية في السوق.

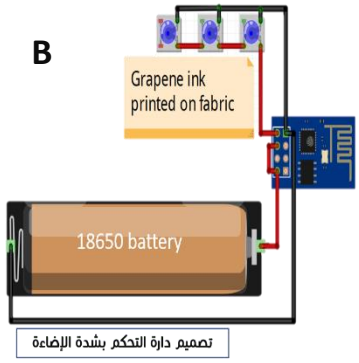
23.4. طباعة حبر الغرافين على القماش على شكل دارة إضاءة:

تم طباعة حبر الغرافين على قماش منسوج تركيب نسجي سادة (1/1) على شكل دارة إلكترونية، حيث تتحكم هذه الدارة في شدة الإضاءة من خلال تطبيق(Android) الهاتف المحمول، حيث تم وصل ثلاث من (led)، والتي تتغذى على 2 فولت من الجهد الكهربائي، لتكون مخرج الدارة المطبوعة على القماش بحبر الغرافين.

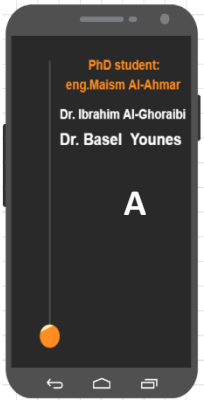
وتم توصيل هذه الليدات إلى بطارية سعة 3 فولت من جهة، وإلى المتحكم من نوع (esp8266-01 microcontroller Wi-Fi) من جهة أخرى كما هو واضح في الشكل(4-92)، وكانت مقاومة حبر الغرافين 40Ω أي ماي عادل 11.42[Ω.square] المطبوع على القماش، وبالتي تمكنا من خلال الدارة المطبوعة بحبر الغرافين من إضاءة 3 ليدات والتحكم بشدة الإضاءة من خلال الهاتف المحمول وهذا التطبيق يمكن دمجه مع الملابس كدارات مرنة للتحكم بشدة الإضاءة .



الشكل (4-91): لتوصيلات الكهربائية للدارة الكهربائية المطبوعة بحبر الغرافين على القماش.



الشكل (4-92): مخطط الدارة الكهربائية.



الشكل (4-93): تطبيق Android على الهاتف

الفصل الخامس

(النتائج والمقترحات والتوصيات)

1.5. تمهيد:

قدم هذا المشروع دراسة أساسية حول تحضير حبر الغرافين وتوصيفه بالطريقة الكيمائية، من خلال عملية الأكسدة الكيميائية، ثم الإرجاع من خلال دمج الطريقة الكيميائية والطريقة الهيدروحرارية بنجاح واستخدامه لمعالجة الخيوط والأقمشة النسيجية، وإدراجها في التطبيقات المختلفة، ومن خلال هذا العمل استطعنا فتح الباب أمام مشاريع مستقبلية في مجال الغرافين ومشتقاته.

و في هذا الفصل، نقدم خلاصة المشروع، بالإضافة إلى طرح التساؤلات والمقترحات التي يمكن أن تكون محاور بحثية للمشاريع المستقبلية.

2.5. نتائج البحث:

1- تم في هذا البحث الحصول بنجاح على حبر الغرافين ذي الناقلية الكهربائية العالية، وبينت النتائج أن حبر الغرافين الذي تم تحضيره، يتمتع بناقلية كهربائية، وصلت إلى $\mathbf{10^3 \pm 1}\ [\boldsymbol{S/cm}]$ بعد أن كانت قبل الإرجاع$[\boldsymbol{S/cm}]\ \mathbf{0.77 \times 10^{-3}} \pm 1$.

2- كما أوضحت النتائج أن الخواص الفيزيائية والكيميائية لأكسيد الغرافين المرجع، تختلف بشكل كبير باختلاف طريقة تحضيره، و تم الحصول على نتائج متميزة عندما تم الدمج بين الطريقة الكيميائية، والطريقة الهيدرو حرارية ،لتحضير أكسيد الغرافين المرجع، وذلك من حيث حجم الشرائح وشكلها، وهذا أدى بدوره إلى ناقلية كهربائية أعلى بعد الإرجاع بهذه الطريقة، كما أن هذه الطريقة، ضمنت التخلص من نسبة كبيرة من الوظائف الأكسجينية، التي تثبتت على شرائح الغرافين في أثناء الأكسدة، وذلك حسب ما تبينه نتائج انعراج الأشعة السينية (XRD)، ومطيافية الأشعة تحت الأحمر (FTIIR)، والتحليل الطيفي للأشعة المرئية–فوق البنفسجية(UV)، ومطيافية الرامان، وتحليل التركيب العنصري.

3- الحصول على شرائح أكسيد الغرافين بأبعاد من مرتبة النانو متر من خلال دمج الطريقة الكيميائية مع الهيدروحرارية، وهي طريقة جديدة غير متبعة في الأدبيات، التي أعطت كفاءة في عملية الارجاع لأكسيد الغرافين وخاصةً، عند تم الإرجاع باستخدام المرجع محلول هيدرات الهيدرايزين، مقارنة بالمرجع بورو هيدريد الصوديوم، حيث إن اختلاف عوامل الارجاع، له تأثير كبير في الناقلية الكهربائية لحبر الغرافين.

4- وكما تمَّت معالجة الخيوط القطنية بحبر الغرافين من خلال تقنيتين، الأولى: تقنية الإرجاع لأكسيد الغرافين في الموقع على الخيط بشكل مباشر، والثانية: طريقة الطلاء بحبر الغرافين المرجع مسبقاً، وتمت الدراسة التجريبية على طرق معالجة الخيوط، والتحكم بالعديد من المعاملات، التي تؤثر بشكل مباشر في الخواص البنيوية والكهربائية، ثم معالجة الأقمشة بحبر الغرافين من أجل المقارنة بين طلاء الخيط وطلاء القماش من حيث الخصائص الحرارية والكهربائية فتبين ما يلي:

- إذابة أكسيد الغرافين المرجع في الماء المقطر كونه مذيباً ممتازا عند استخدام أكسيد الغرافين المرجع لمعالجة الخيوط والأقمشة به، وعندما تم إضافة البوليمر من أجل الوصول للزوجة المناسبة للاستخدام، وبأقل تأثير في الناقلية الكهربائية، تبين أن النسبة المناسبة للبوليمير هي [%]2، وذلك بعد قياس اللزوجة من خلال جهاز قياس لزوجة السوائل.
- في طريقة الإرجاع على الخيط المسرح 16Ne (تقنية الإرجاع على الموقع)، كانت علاقة المقاومة الكهربائية طردية مع التركيز وعكسية مع الزمن ودرجة الحرارة وتم الحصول على أقل مقاومة كهربائية [KΩ] 0.05±83، أي ما يعادل [Ω.square] 0.05±125.76 عند شروط معينة (50[ml] من تركيز أكسيد الغرافين ، 2.5[h] و درجة حرارة [c^0]100.
- عند المقارنة بين خصائص الخيط المعالج بطريقة طلاء السطح، والخيط المعالج بطريقة الإرجاع على الموقع، كانت المقاومة الكهربائية للخيط المسرح المعالج بطريقة الطلاء السطحي

[Ω.square]1.515±0.5 أقل من المقاومة الكهربائية للخيط المسرح المعالج بطريقة الإرجاع على الخيط [Ω.square] 125.76±0.5.

- عند المقارنة بين الخصائص الميكانيكية للخيط المسرح المعالج بطريقة الطلاء السطحي، والخيط المسرح المعالج بطريقة الإرجاع على الموقع، كان الانخفاض في قوة الشد لدى المعالجة بطريقة الارجاع على الخيط أكبر من انخفاضها في طريقة الطلاء السطحي وذلك بسبب تعرض الخيط لدرجات الحرارة والأمواج فوق الصوتية والتي تؤدي إلى تأثر متانة شعيرات الخيط مع زيادة زمن الإرجاع.
- في طريقة الطلاء السطحي للخيوط، كان انخفاض قوة الشد طفيفاً بعد المعالجة بحبر الغرافين، وذلك بسبب طبيعة بنية مادة الغرافين والتي هي صفائح لا تتوازى مع محور الشد لشعيرات الخيط، كما كانت الخصائص الكهربائية والفيزيائية أفضل للخيط التوربيني من الخيوط المسرحة والممشطة وكانت المقاومة الكهربائية أقل للخيط التوربيني من الخيط (المسرح والممشط) حيث بلغت [Ω] 0.5±400، أي ما يعادل [Ω.square] 0.5±0.943 ، وهذا يعود إلى تشرب حبر الغرافين ضمن الجيوب الهوائية بين شعيرات الخيط التوربيني بشكل كبير، والذي بدوره إلى زيادة نقاط اتصال طبقات حبر الغرافين بشكل أكبر وبالتالي زيادة حركة الالكترونات والناقلية الكهربائية وانخفاض في المقاومة الكهربائية، مقارنة مع المقاومة الكهربائية للخيوط المسرحة والممشطة المعالجة بحبر الغرافين.
- زيادة المقاومة الكهربائية مع زيادة عدد مرات الغسيل للخيط المعالج بالغرافين، وذلك لأن دورات الغسيل المطبقة تؤدي إلى تقليل نقاط الاتصال بين حبر الغرافين والخيط المعالج به، وكان الخيط التوربيني أقل تأثراً بعمليات الغسيل، فكان أقل ارتفاعاً للمقاومة الكهربائية مقارنة بارتفاع المقاومة الكهربائية في الخيط المسرح والممشط مع زيادة عدد دورات الغسيل، وهذا دليل على تغلغل الحبر وتشربه ضمن الجيوب الهوائية لشعيرات الخيط التوربيني الذي أدى بدوره لثباتية أعلى.

- عند إدراج الخيوط القطنية المعالجة بحبر الغرافين، بكلتا الطريقتين (الطلاء السطحي، وطريقة الإرجاع على الموقع) في تطبيقات توليد الحرارة، كانت درجة الحرارة المتولدة عن الخيط المعالج بطريقة الطلاء السطحي [C^O]55 أعلى من درجة الحرارة المتولدة بطريقة الإرجاع على الموقع [C^O]38.
- في تطبيق توليد الحرارة، تبين أن زيادة درجة الحرارة المتولدة من الخيط المعالج بالغرافين مع زيادة قيم الجهد، وزيادة درجة الحرارة المتولدة من القماش المعالج بالغرافين، مع زيادة سماكة طبقات حبر الغرافين على الخيط، كما أن درجة الحرارة المتولدة من القماش المعالج بالغرافين تزداد مع زيادة الزمن والجهد المطبق، وزيادة المسافة العرضية للالكترود، ومع نقصان المسافة الطولية للالكترود.
- طلاء القماش أفضل من طلاء الخيوط بحبر الغرافين، بسبب المسامات الموجودة ضمن القماش والتي تؤمن زيادة نقاط اتصال شرائح الغرافين ضمنها وبالتالي تغلغل أكبر في القماش والتي تؤدي إلى زيادة الناقلية الكهربائية مقارنة من نقاط اتصالها بالخيط، بسبب شكله الأسطواني، ووجود المسامات ضمن مساحة سطح القماش، والتي تؤدي إلى زيادة نقاط اتصال الحبر، وبالتالي ثباتيه على القماش أكبر من ثباتيته على الخيط، وهذا يفسر ارتفاع المقاومة الكهربائية للقماش المعالج بحبر الغرافين مع زيادة عدد مرات الغسيل بشكل منخفض جداً مقارنة مع ارتفاعها في حالة معالجة الخيوط.
- طلاء القماش غير منسوج أفضل من القماش المنسوج بسبب الجيوب الهوائية الأقل في القماش المنسوج، وبالتالي تقليل نقاط اتصال الحبر.
- تغير قيمة المقاومة الكهربائية، ودرجة الحرارة المتولدة، مع تغير شكل طريقة الطلاء، ففي حالة الطلاء الكامل للقماش، كانت المقاومة الكهربائية [Ω.square] 0.5±2.1، ودرجة الحرارة المتولدة[C^O]90، وفي حالة الطلاء على شكل دارة سخان المقاومة الكهربائي Ω.square]0.5±12.5، ودرجة الحرارة المتولدة[C^O]80، وبتالي شكل الطلاء له أثر كبير على الخصائص الكهربائية والحرارية للدارات المطبوعة على القماش.

4.5. التوصيات:

1. يشكل هذا البحث نقطة بداية في محور أبحاث تطبيقات الغرافين، وكون مصدر مادة الغرافين الواعدة هو مادة الكربون المتوفرة كثيراً في الطبيعة وفي مخلفات مصانع البطاريات وغيرها من المصادر التي تعد أساس مصدر الغرافين، لذا نوصي بتطبيق حبر الغرافين المصنع من خلال التجارب التي تم القيام بها سواء في قسم هندسة ميكانيك الصناعات النسيجية، أو في تطبيقات الدارات الالكترونية المرنة القابلة للارتداء، والتي تشمل المنسوجات الذكية المستخدمة في مختلف التطبيقات الحرارية والكهربائية.

5.5. المقترحات:

1. تطبيقه في مجالات أخرى من تطبيقات الأقمشة الذكية، كالترانزستورات، والبطاريات، والفلاتر، والحساسات، والخلايا الشمسية، وغيرها من التطبيقات الأخرى.
2. تطوير وسائل التوصيف لحبر الغرافين واستخدام طرق تصنيع مختلفة كاستخدام تقنية التمييع الدقيق (Microfludizier) من أجل التفعيل الأكبر لأبحاث الغرافين النانوي.
3. التعمق في دراسة كيمياء الغرافين ومشتقاته، والتوسع في دراسة الطرائق المختلفة لتحضير الغرافين ومواده، مما يقدم فهماً أكبر لهذه المادة وآلية دمجها، مع مواد أخرى و للمعالجات مختلفة .
4. إمكانية استخدام مرجعات مختلفة في تصنيع حبر الغرافين بالطريقة الكيميائية غير التي تم استخدامها.
5. إمكانية دراسة شروط جديدة لإرجاع حبر الغرافين على الخيوط بشكل مباشر.
6. تعديلات على الجهاز المصمم لطلاء الخيوط بحبر الغرافين الناقل للكهرباء، لطلاء القماش.
7. . طباعة حبر الغرافين على القماش بأنواع أخرى من طرق الطباعة.
8. استخدام عناصر ميكروية للدارات المطبوعة بحبر الغرافين كالترانستور نانوي.
9. إمكانية تغير لزوجة حبر الغرافين وتصاميم الطباعة حسب الاستخدام المطلوب، وأيضاً حسب طريقة الطباعة المتبعة، للوصول للناقلية الكهربائية المطلوبة في التطبيق المستخدم.

المراجع :

1) Salavagione.H,Marián.G.(2018).New Perspectives on Graphene Polymer Fibers and Fabrics for smart textiles: the relevance of the Polymer Graphene interphase. **Graphene/Polymers for Smart Textiles.**
2) Farjadian.F, Abbaspour.S.(2020). Recent Developments in Graphene and Graphene Oxide: Properties.**Synthesis and Modifications: A Review. ChemistrySelect** .P:10200-10219.
3) Web-Resource. The 2010 nobel prize in physics. **press release, Nobelprize**.org.
4) Liu Y, Liu L, Li Z, Zhao Y & Yao J. (2019).Green and facile fabrication of smart cellulose composites assembled by graphene nanoplates for dual sensing. **Cellulose.** P:925–926.
5) Panagiotis.G, Karagiannidis.T and others.(2017).Microfluidization of Graphite and Formulation of Graphene-Based Conductive Inks. **ACS Nano 2017**. P:2742−2755.
6) Fui.L,Chajun.w and others.(2019).Synthesis of graphene materials by electrochemical exfoliation:Recent progressand future potential.**carbon energy wiley**.P:14.
7) Hyeong.K, Yusoff.A ,Jang.J.(2021). Organic solar cells using a reduced graphene oxide anode buffer layer. **Solar Energy Materials & Solar Cells**.P:87–93.
8) Mohamed.A,Fujun.XU and others.(2013).Flexible quickly responsive and highly efficient E-heating carbon nanotube film.**composites science and technology.**P:1389.
9) Songfeng.P,Qinwei.W.(2018).Green synthesis of graphene oxide by secondstimescale water electrolytic oxidation. **NATURECOMMUNICATIONS**.P:1083.

10) Vipual.A,Per.Z.(2021).Strategies for reduction of graphene oxide – A comprehensive review.**chemical engineering journal**.P:405.

11) Zhang.J, Liu.Q, Rua.Y and others. (2018). Monolithic Crystalline Swelling of Graphite Oxide: A Bridge to Ultralarge Graphene Oxide with High Scalability**. Chem Mater**.P:1888−1897.

12) Nayak.S, Pradhan.A, Jyoti.A.(2021). Two-different ways of synthesis for EG Study of mechanical thermal and electrical properties of epoxy composite for TIM.**High Performance Polymers**. Vol:33(2).P:127–145.

13) Chen.G, Li.Y, Bick.M and others .(2020). "**Smart textiles for electricity generation**," vol:120. no: 8. p: 3668-3720.

14) Koncar.V, Smart textiles and their applications.(2016). **Woodhead Publishing**.

15) FaiaP.M, Furtado.C.S, Ferreira.A.J.(2005)."AC impedance spectroscopy: a new equivalent circuit for titania thick film humidity sensors." **Sensors and Actuators B: Chemical**.vol:107.no:1. Pp:353-359.

16) Maged.A, Madian.A.H.(2021). "Cole-Cole Modelling of Reduced Graphene Oxide Decorated CuO Nano-Spheres Based Waterproof Conductive Ink for Flexible Electrodes". **National Radio Science Conference (NRSC)**.vol:1.P:207-214.

17) Harish.C.(2012). Synthesis of Polyaniline Graphene Nanocomposites and Its Optical,**Electrical and Electrochemical Properties**.Vol:4.P:1–9.

18) Kim.A. Abdala.A and OTHERS. (2010). **Graphene/polymer nanocomposites Macromolecules.** P:6515–6530

19) Meyer. JC , Geim. AK , Katsnelson. MI , Novoselov KS , Booth TJ , Roth. S.(2007). The structure of suspended graphene sheets. **Nature** P:46:60.

20) Geim ,AK. Novoselov, KS.(2007). The rise of graphene. **Nat Mater** P:183–91.

21) Novoselov. K.S, A.K., Geim. S.V and others.(2004). Electric field effect in atomically thin carbon films. **Science** P:306- 666.

22) Boehm. H.P, Setton.R, Stumpp. E.(1986). Nomenclature and terminology of graphite-intercalation compounds**.Carbon** .P:241−245

23) Berger.C, Song.Z.M. and others.(2004).Ultrathin epitaxial graphite: 2D electron gas properties and a route toward graphene based nanoelectronics, J. Phys. **Chem**.P: 19912−19916

24) Eigler.s, Hirsch,A.(2014). Chemistry with Graphene and Graphene Oxide Challenges for Synthetic Chemists. **Chemie**.P:7720-7738.

25) Georgakilas, V., Perman, J. A and others. (2015).Broad Family of Carbon Nanoallotropes: Classification Chemistry and Applications of Fullerenes Carbon Dots Nanotubes Graphene Nanodiamonds and Combined Superstructures. **Chem** .P: 4744–4822.

26) Yan.L, Zheng.Y.B, Zhao.F and others .(2012). Chemistry and physics of a single atomic layer: strategies and challenges for functionalization of graphene and graphene-based materials.**Chem Soc**.P:97–114.

27) Kong.L, Enders.A.(2014). Molecular adsorption on graphene.**Phys: Condens Matter**.

28) Chatterjee.S. (2016).Chu Graphene Science Handbook.**Graphene-Based Polymer Nanocomposites**.P:145.

29) Bhawal .P,Ganguly .S,Chaki .T.K , Das. N.C .(2016). Synthesis and characterization of graphene oxide filled ethylene methyl acrylate hybrid nanocomposites. **RSC** .P:81–90.

30) Szabó.T , Berkesi.O , Forgó.P and others.(2006). Evolution of surface functional groups in a series of progressively oxidized graphite oxides. **Chem Mater**.P:40.

31) Shang .YU , Zhang. D , Liu .Y , Guo.C . (2015).Preliminary comparison of different reduc- tion methods of graphene oxide. **Bull Mater**.P:7–12 .

32) Zhong .YL , Tian .Z , Simon.GP.(2015). Scalable production of graphene via wet chemistry: progress and challenges. **Mater Today**.P:738.

33) Min.BH , Kim.DW , Kim.KH and others.(2014). Bulk scale growth of CVD graphene on Ni nanowire foams for a highly dense and elastic 3D conducting electrode. **Carbon** .P:52 .

34) Lee. XJ , Lee.LY ,Tan.K.W and others . (2012).Evaluation of carbon-based nanosorbents synthesised by ethylene decomposition on stainless steel sub- strates as potential sequestrating materials for nickel ions in aqueous solu- tion.P:68 .

35) Gupta.B , Notarianni.M , Mishra.N , Shafiei.M and others.(2014). Evolution of epitaxial graphene layers as a function of annealing tem- perature in UHV**.Carbon** .P:72 .

36) Mishra.N , Boeckl. J , Motta .N , Iacopi. F.(2016). Graphene growth on silicon car bide: a review Phys. **Phys Status solidi** .P:89.

37) Dato .A , Radmilovic. V , Lee .Z , Phillips .J , Frenklach .M.(2016). Substrate free gasphase synthesis of graphene sheets**. Nano Lett**.

38) Zhang.W, Cui.J, Tao and others. (2019).A strategy for producing pure single layer graphene sheets based on a confined self-assembly approach. **Angew Chem.**P:64 .

39) Choi.W , Lee.J. (2016).Graphene: synthesis and applications. **CRC Press**.P:1935-1945.

40) Lee.X J, Billie.H, Zhang.H.(2019). Review on graphene and its derivatives: Synthesis methods and potential industrial implementation **Chem Soc** .P:163-180.

41) Tiwary .CS , Javvaji. B , Kumar.C , Mahapatra DR and others.(2015). Chemical free graphene by unzipping carbon nanotubes using cryomilling. **Carbon**.P:24.

42) Dato. A , Lee.Z , Jeon .K.J , Erni R and others.(2009). Clean and highly ordered graphene synthesized in the gas phase. **Chem Commun**.P:7.

43) Lee.X J, Billie.H, Zhang.H.(2019). Review on graphene and its derivatives: Synthesis methods and potential industrial implementation **Chem Soc** .P:163-180.

44) Chen .J , Yao. B , Li .C , Shi .G.(2013). An improved Hummers method for eco-friendly synthesis of graphene oxide. **Carbon**.P:225.

45) Yu.H, Zhang .B , Bulin .C , Li .R , Xing .R.(2016).High-efficient synthesis of graphene oxide based on improved hummers method.**Sci Rep**.P:134.

46) Chua.CK , Pumera.M .(2014).Chemical reduction of graphene oxide: a synthetic chemistry viewpoint. **Chem Soc**.P:291–312.

47) Yoon .G, Seo.D.H , Ku .K and others .(2015). Factors affecting the exfolia-tion of graphite intercalation compounds for graphene synthesis. **Chem Mater** .P:73.

48) Song.H, Hao.L and others. (2012).Stable and Water-Dispersible Graphene Nanosheets: Sustainable Preparation, Functionalization, and High Performance Adsorbents for Pb2+.**ChemPlusChem**.P:379–386.

49) Wang .S,Ang .P, Wang.Z and others.(2010). High mobility printable and solutionprocessed graphene electronics**. Nano Letters**.P:92.

50) Le.T.D, Phan.H, Kwon.S and others.(2022).Recent Advances in Laser-Induced Graphene: Mechanism, Fabrication, Properties, and Applications in Flexible Electronics. **Advanced Materials**.Vol 32,P: 148

51) Chen.K, Lu .G, ChangJ and others.(2012). Hg(II) ion detection using thermally reduced graphene oxide decorated with functionalized gold nanoparticles. **Analytical Chemistry**. P:4057.

52) Liu.Y, Yu .D, Zeng .C, Miao .Z, Dai .L.(2010). Biocompatible graphene oxidebased glucose biosensors. **Langmuir**. P:6158.

53) Matyba P, Yamaguchi H, Eda G, Chhowalla M, Edman L, Robinson ND. Graphene and mobile ions: The key to all-plastic, solution-processed light-emitting devices. **ACS Nano**. 2010 ;4 :637

54) Joshi .RK, Kravets .V.G and others.(2014). Precise and ultrafast molecular sieving through graphene oxide membranes. **Science**.P:752-754.

55) Wu .B, Tuncer. H.M and others.(2014). Experimental demonstration of a transparent graphene millimetre wave absorber with 28% fractional bandwidth at 140 GHz. **Scientific Reports**. P:4130.

56) Correia.T and Quarshie.R.(2018). Developing a UK Standards Strategy for Graphene.**BSI.**P:10

57) Vipul.A. (2021). Strategies for reduction of graphene oxide A comprehensive review. **Chemical Engineering Journal.** P:405**.**

58) Kumar.R, Singh.P Singh. (2016). Graphene oxide: strategies for synthesis, reduction and frontier applications. **RSC Advances.** P:40.

59) Shan.H, Binjie.X.(2018). Functionalization of cotton by reduced graphene oxide for improved electrical conductivity.**Original Article**.P:15.

60) Shathi.M.A, Chen.M, Khoso.N.A and others.(2020).Graphene coated textile based highly flexible and washable sports bra for human health monitoring. **Elsevir.** P:25.

61) Kashief.M, Nagani.Z. (2018). Study of Morphological Optical and Electrical Properties of Graphene Oxide Thin Film Relative to the Reaction Time of Synthesis. **Research Gate**. P:256-276.

62) Mingewi.T, Yuna.H.(2018). High Efficiency Electrothermal Graphene/Tourmaline Composite Fabric Joule Heater with Durable Abrasion Resistance via a Spray Coating Route. **L&Ec Research**.

63) Lee.P. (2018). Reduced Graphene Oxide Based Artificial Synapse Yarns for Wearable Textile Device Applications. **Full Paper**. P:45.

64) Yasin.A, Mahmut.T. (2018). Graphene and graphene oxid coated polyamide monofilament yarns for fiber shaped flexible electrodes. **The Journal of The Textile Institute.** P:35-39.

65) Abdel.M, S.Awed. (2021). Gamma irradiation synthesis of wearable supercapacitor based on reduced graphene oxide cotton yarn electrode. **J Mater Sci: Mater Electron.**P:55.

66) Badawi.N, Batoo.K Hussain.S and others.(2023).Design and Characterization of Electroconductive Graphene-Coated Cotton Fabric for Wearable Electronic.**coating**:V :1601,p: 9.

67) ISO.(2022). ." **ISO 23729 :Surface chemical analysis — Atomic force microscopy — Guideline for restoration procedure for atomic force microscopy images dilated by finite probe size**".P :15

68) ISO(2016) **." ISO 16700:Microbeam analysis — Scanning electron microscopy — Guidelines for calibrating image magnification"**.p :18.

69) ISO (.2021). **." ISO 23071:Refractory products — Determination of reduced species in carbon containing refractories by XRD"**.p :7.

70) ISO (2011). **" ISO 10640:Plastics — Methodology for assessing polymer photoageing by FTIR and UV/visible spectroscopy"**.p: 29.

71) ISO.(2015). **." ISO/TS 17466:Use of UV-Vis absorption spectroscopy in the characterization of cadmium chalcogenide colloidal quantum dots".**P :29.

72) ISO .(.2011). "**ISO 22309:Microbeam analysis — Quantitative analysis using energy-dispersive spectrometry (EDS) for elements with an atomic number of 11 (Na) or above". P**: 22.

73) ISO . (2002)."**ISO 6579:Microbiology of food and animal feeding stuffs — Horizontal method for the detection of Salmonella spp**".P: 27.

74) ISO . (1985). **"ISO 7888:Water quality — Determination of electrical conductivity"**. P :6.

75) ISO.(2011). "**ISO 3377-1: | IULTCS/IUP 40 Leather — Physical and mechanical tests — Determination of tear load — Part 1: Single edge tear"**.P: 4.

76) ISO .(2022)." **ASTM D445 Standard Test Method for Kinematic Viscosity of Transparent and Opaque Liquids and Calculation of Dynamic Viscosity"**. P: 17.

77) Kumar.N,Salehiyan.R.(2021). Top Down synthesis of graphene: A comprehensive review. **FlatChem**.Vol:27.P:36-43.

78) Vipul.A.(2021). Strategies for reduction of graphene oxide A comprehensive review. **Chemical Engineering Journal.** P:405**.**

79) Shu.r, Zhao.c and others. (2021). Facile synthesis of nitrogen-doped reduced graphene oxide/nickel ferrite hybrid nanocomposites with superior electromagnetic wave absorption performance in the X-band. **Journal of Colloid and Interface Science**.P:1-10.

80) Liu. W and Speranza.G. (2022).Chemical Reduction of GO: Comparing Hydroiodic Acid and Sodium Borohydride Chemical

Approaches by X-ray Photoelectron Spectroscopy.**Journal of carbon reasersh**.P:12.

81) Emiru.T, Ayele.D.(2016). Controlled synthesis, characterization and reduction of graphene oxide: 5 A convenient method for large scale production. **Egyptian Journal of Basic and Applied Sciences**.P:6.

82) Kalil.H, Maher.S. Bose.T and Bayacho.M.(2018).Manganese Oxide Hemin Functionalized Graphene as a Platform for Peroxynitrite Sensing. **Journal of The Electrochemical Society**. V:156.P:12.

83) Hidayah.N, Liu.W, Lai.C and others.(2017).Comparison on Graphite, Graphene Oxide and Reduced Graphene Oxide: Synthesis and Characterization. **AIP Conference Proceedings**.V:1892.

84) Lin.Z, Selvam.P.K.(2017).Simple Technique of Exfoliation and Dispersion of Multilayer Graphene from Natural Graphite by Ozone Assisted Sonication**.Nanomaterials**.V: 7.P: 125.

85) Jie.Z, Pu.G.(2020). Assembly of graphene oxide on cotton fiber through dyeing and their properties. **Rsc Advances**. P:35.

86) P.Karagiannidis, S. Hodge and others.(2017). Microfluidization of Graphite and Formulation of GrapheneBased Conductive Inks, **AcsNano.**P: 2742–2755.

87) Tobjork.T and Osterbacka.D.(2011) .Paper electronics. **Adv. Mater** :vol. 23, pp: 1935–61.

ملحق -1-

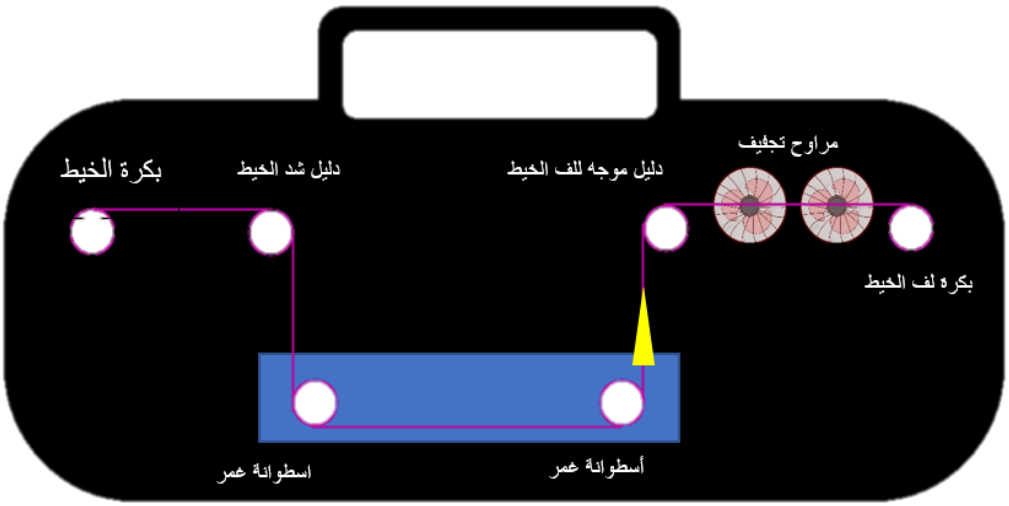
التوصيف الميكانيكي والكهربائي لجهاز المصمم بطلاء الخيوط بحبر ناقل للكهرباء.

1. تمهيد:

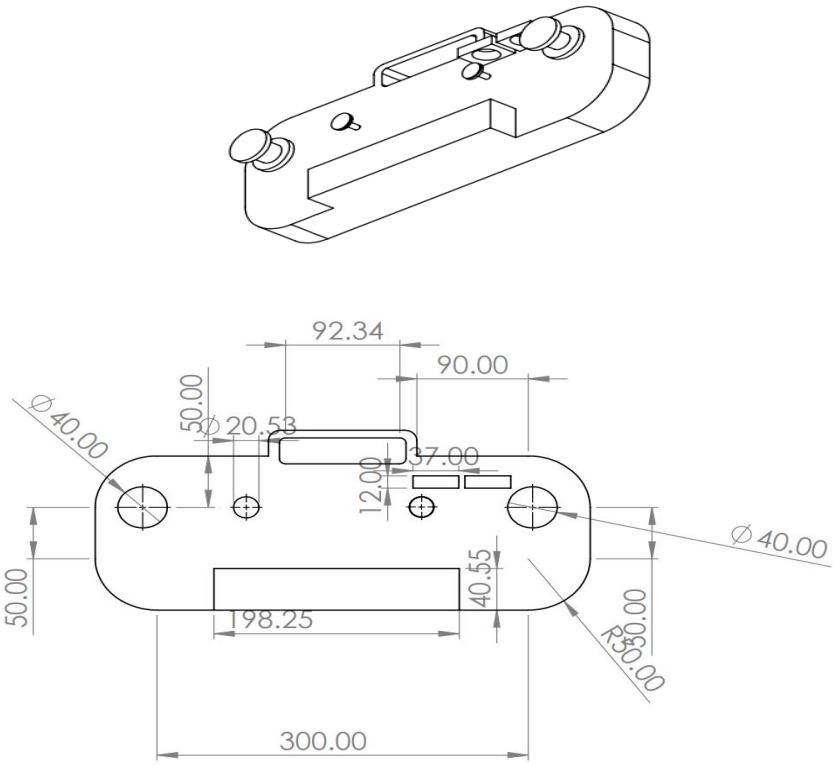
تم تصميم جهاز كميكانزيم تطبيقي لطريقة الطلاء السطحي بحبر الغرافين على الخيوط، كما هو موضح بالشكل(1)، ويتألف الجهاز من بكرة موردة للخيط ودليل لشد الخيط وأسطوانات للغمر ودليل موجه للف الخيط ومرواح للتجفيف وحوض للغمر، ويتم شد لخيط من بكرة الخيط من خلال دليل موجه الى أسطوانات الغمر في حوض الغمر، ثم إلى مراوح تجفيف الخيط مروراً بدليل موجه للف الخيط، ثم الى بكرة لف الخيط ويتم الحكم بسرعة لف الخيط من خلال محرك خطوي، كما يجري التحكم بزمن غمر الخيط في حوض الغمر الذي فيه يكون حبر الغرافين من خلال محرك خطوي آخر، وعملية التحكم، تكون من خلال متحكم WIFI تم ربطه مع تطبيق(Android) على الهاتف.

كما يمكن عكس حركة الخيط من المحرك الأول الى المحرك الثاني، أو من المحرك الثاني الخاص بلف الخيط إلى المحرك الأول الخاص بتغذية الخيط من خلال المتحكم، وذلك لزيادة عدد طلاءات الخيط بحبر الغرافين.

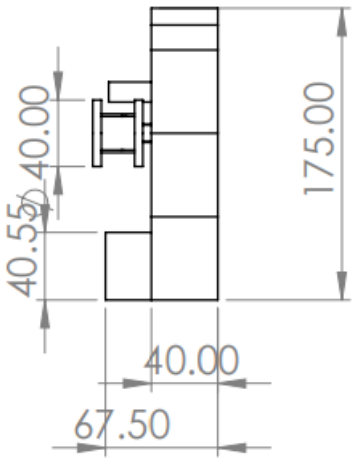
وتم تصميم الجهاز بأبعاد هندسية مدروسة حيث يوضح الشكل(2) الأبعاد الهندسية للمسقط الأفقي للجهاز وكما يوضح الشكل(3) الأبعاد الهندسية للمسقط الجانبي للجهاز، وكما يوضح الشكل(4) الأبعاد الهندسية للمسقط الجانبي للجهاز.



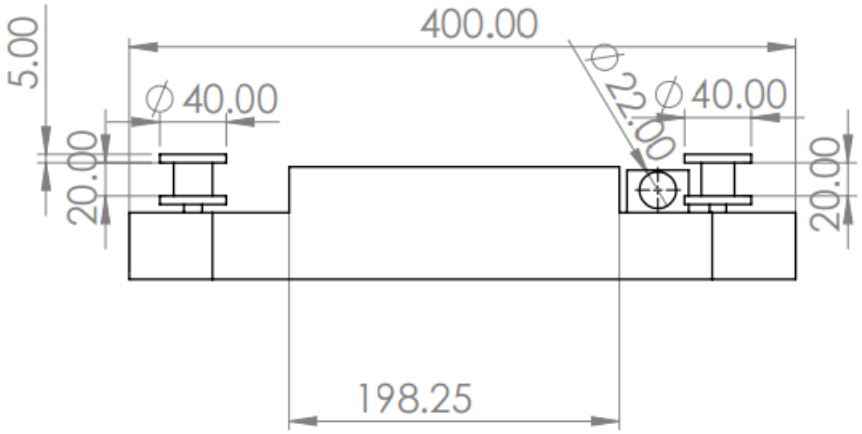
الشكل (1) تصميم جهاز لطلاء الخيوط بحبر ناقل للكهرباء .



الشكل(2) الأبعاد الهندسية للمسقط الأفقي للجهاز



الشكل (3) الأبعاد الهندسية للمسقط الجانبي للجهاز



الشكل (4) الأبعاد الهندسية للمسقط الأفقي للجهاز

أولاً: التوصيف الميكانيكي لأجزاء الجهاز:

يتألف الجهاز من:

هيكل: تم تصنيعه من مادة البلكسي ذو السماكة [mm]2.5 حيث تصميم الهيكل بعرض [cm] 40 وطول [cm] 20.

حيث أنّ مادة البكلسي هي (البلاستيك المتعدد الميثاكريلات) هي نوع من البلاستيك، تتميز بالشفافية العالية، والمتانة، والقوة العالية، مما يجعلها مادة مثالية للاستخدام في العديد من الصناعات كصناعة الأثاث والتصميم الداخلي لإنتاج الأسطح الشفافة والملونة، مثل الكراسي والطاولات واللوحات الزجاجية المزخرفة.

محركين مستمرين:

حيث أن كل محرك يعمل بالاتجاه نفسه ويعمل المحركان لمدة [S] 2 ويتم إيقافهم لمدة[S] 7 لكي يتم تغلغل الحبر في داخل الخيط عندما يخرج الخيط إلى القمع، وللقمع مهمة وظيفية تعمل على تجانس الخيط من زوائد الحبر ثم يعود إلى المروحة للتجفيف ثم يعود للف على البكرة.

وتصل سعة المحرك Dc إلى [A] 1.5 – [V] 5.

أسطوانات:

ويبلغ عددها 5 أسطوانات حيث يوجد أسطوانة تغذية تقوم بتغذية الجهاز بالخيوط اللازمة للطلاء وأسطوانة لف تقوم بلف الخيط الذي تم طلاؤه بحبر الغرافين ويوجد 2 أسطوانات للغمر تساعد على تمرير الخيط في حوض الغمر وأسطوانتان بمثابة دليل للخيط قبل خروجه من الحوض وقبل دخوله من الحوض وجميع هذه الأسطوانات مصنوعة من المادة التلفونية.

حوض غمر:

تم صناعته من البلكسي وبأبعاد عرض cm (14) وبارتفاع وارتفاع cm (4) وعلى عمق cm (2).

مروحتان للتجفيف:

تساعدان على تجفيف الخيوط التي تم طلاؤها بحبر الغرافين.

رولمانات:

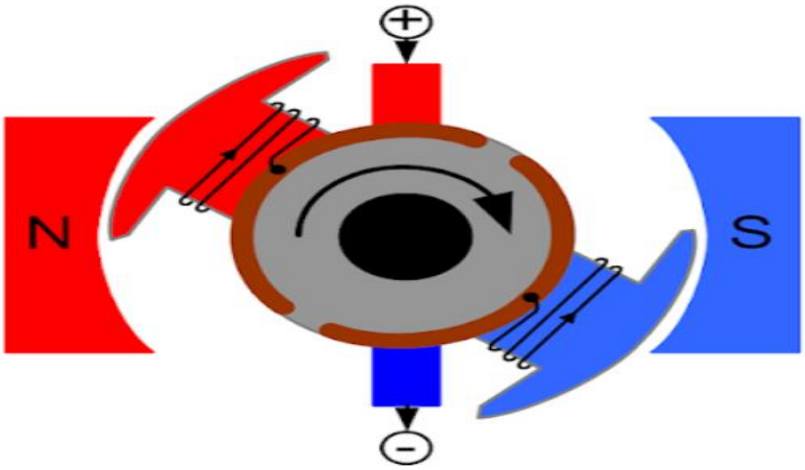
حيث يوجد في الجهاز 4 رولمانات موصولة مع الأسطوانات وهي مصنوعة من الحديد، كما أن للرولمان مهمة في مساعدة الاسطوانة على الدوران بشكل سلس وتبلغ أبعاد الرولمان [cm]1 للدائرة الكبيرة و [mm]5 للدائرة الصغيرة.

ثانياً: التوصيف الكهربائي:

1) **المحرك الكهربائي:**

محرك التيار المستمر أو محرك DC وهو ببساطة محول كهروميكانيكي يولد طاقة ميكانيكية من الطاقة الكهربائية، يعتمد المبدأ الوظيفي للمحرك الكهربائي على التأثير الكهرومغناطيسي.

وهو محرك يعمل بالتيار الكهربائي المستمر ويتمتع بسلوك بدء تشغيل جيد وإمكانية ضبط جيدة لعمليات التشغيل حيث أنَّ لتحويل الطاقة الكهربائية إلى طاقة ميكانيكية، يتم إنشاء حركة دوارة لتشغيل الأجهزة والآلات، وبالتالي فإن القوة الناتجة تؤثر على الموصل الناقل للتيار داخل المجال المغناطيسي.



الشكل (5) أجزاء محرك التيار المستمر.

1.1. مبدأ عمل تيار المحرك المستمر:

تم خلق مجال مغناطيسي بواسطة العضو الثابت، يتم تثبيت العضو الدوار داخل هذا المجال المغناطيسي. يتم لف العضو الدوار بملف نحاسي وتوصيلها بمصدر كهرباء باستخدام فُرَش الكربون كملامساتٍ منزلقة. عندما يتدفق التيار المستمر عبر الملف النحاسي، يخلق الملف مجالاً مغناطيسياً ويصبح قلب الحديد الدوار مغناطيساً كهربائياً، وهذا بدوره يؤدي إلى نشوء قوى بين العضو الثابت (مغناطيس دائم أو كهربائي) والعضو الدوار (مغناطيس كهربائي) وإن الأقطاب المغناطيسية المتشابهة تتنافر، بينما تتجاذب الأقطاب المغناطيسية المختلفة، تتسبب قوى الجذب والتنافر بين الأقطاب المغناطيسية في دوران العضو الدوار للمحرك.

حتى يستمر المغناطيس الكهربائي في الدوران، يجب عكس قطبيته المغناطيسية في كل دورة فبمجرد أن تتلاقى الأقطاب المغناطيسية للعضو الثابت والعضو الدوار باتجاه بعضها البعض بشكلٍ مباشر، يقوم المُجمِع الكهربائي بعكس قطبية المجال المغناطيسي للعضو الدوار عن طريق عكس اتجاه التيار، بحيث تستمر حركته الدورانية الناتجة عن عملية التجاذب والتنافر.

فكلما وصل العضو الدوار إلى النقطة الميتة في دورانه، يتم عكس اتجاه التيار في الملف وبالتالي قطبية العضو الدوار، مما يؤدي إلى استمرار الحركة الدورانية له بفعل القوى الجاذبة والمنافرة بينه وبين العضو الثابت.

2.1. موقع ونوع العضو الثابت:

ليس بالضرورة دائماً أن يكون العضو الثابت ذا مغناطيس دائم، بل يمكن أيضاً أن يكون مغناطيساً كهربائياً مثل العضو الدوار تماماً.

في حالة وجود العضو الدوار خارج المحرك، يكون العضو الثابت داخل المحرك، بينما في حالة وجود العضو الدوار داخل المحرك، يكون العضو الثابت متصلاً بإحكام بغلاف المحرك الخارجي.

3.1. من أهم مزايا وعيوب محرك التيار المستمر:

المزايا: إن محرك التيار المستمر ذو المغناطيس الدائم سهل التصنيع وقوي، وهذا يجعله أحد أشهر تصميمات المحركات الكهربائية، كذلك تتمتع محركات التيار المستمر بتسارع عالٍ جداً بفضل عزم القصور الذاتي المنخفض، تتميز محركات التيار المستمر عديمة المسفرات أيضاً بنطاق سرعة كبير وعمر خدمة طويل.

العيوب: العيب الرئيسي هو ما يسمى بنيران الفُرَش، وهي شرارات يمكن أن تنشأ بالفُرَش وأحد الأسباب الرئيسية للاختلالات عالية التردد، كما تحد هذه الشرارات من السرعة القصوى للدوران، حيث يمكن أن ترتفع حرارة الفُرَش إلى درجة عالية وتتلَف بسرعة.



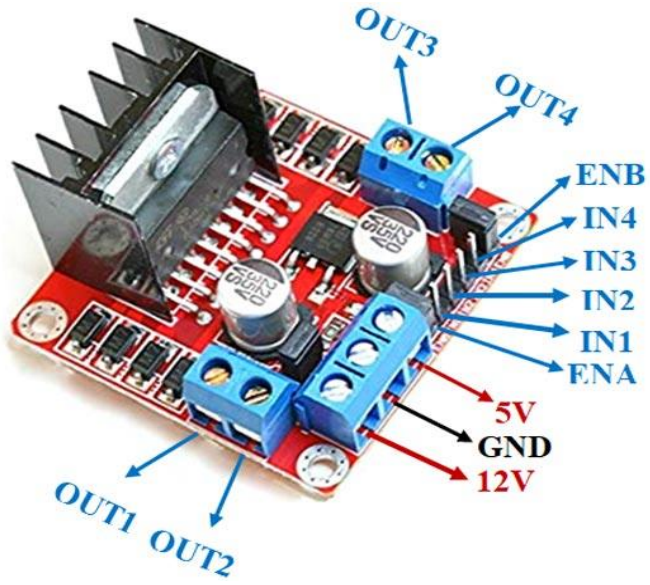
الشكل (6) وحدة المحرك مع علبة سرعة Motor.

2) وحدة المحرك L298N:

وحدة المحرك L298N والتي تسمى بالموتور درايفر L298N هي وحدة تشغيل خاصة بالتحكم بالمحركات ذات التيار المباشر DC عالية الطاقة مثل الـ DC Motor والـ Stepper Motor، تتكون هذه الوحدة (الموديول) من دارة المتحكم المتكاملة L298 IC ومنظم الجهد ذو [V] 5 78 M05 Regulator.

يمكن للوحدة L298N التحكم في تشغيل ما يصل إلى 4 محركات من الفئة DC، أو محركين DC مع التحكم في كل من الاتجاه والسرعة.

والشكل (4) يوضح الشكل العام للوحدة النمطية L298N Motor Driver Module مع أهم أجزائها الخارجية ومداخلها ومخارج الجهد فيها.



الشكل (7) أجزاء الوحدة النمطية L298N Motor Driver Module ومخارج ومداخل الجهد.

- **مواصفات الوحدة طراز L298N:**

1- موديل التعريف الخاص بالوحدة هو L298N 2A.

2- الرقاقة المستخدمة للتحكم Double H Bridge L298N.

3- جهد إمداد المحرك (الحد الأقصى) هو [V] 46.

4- تيار إمداد المحرك (الحد الأقصى) هو [A] 2.

5- الجهد المنطقي هو [V] 5.

6- الجهد المدخل من الطرف V12 من [V] 35-5.

7- كمية التيار التي تتحملها الوحدة لتشغيلها هي [A] 2.

8- التيار المنطقي [mA] 36-0.

9- أقصى حد لاستهلاك الطاقة الكهربائية هي [Watt] 25.

10- استشعار التيار الكهربائي في كل محرك.

11- يشمل على قطعة تبريد أي مبرد Heat Sink وذلك للحصول على أداء وكفاءة أفضل.

12- يشمل على مؤشر LED يشير الى عملية التشغيل.

التحكم في اتجاه دوران المحرك باستخدام الوحدة L298N Module حيث أن مبدا عملها يعتمد على:

عكس القطبية من خلال المتحكم الواي فاي يستقبل الدرايفر إشارة عكسي من خلالها يتم عكس حركة المحرك، وتتكون وحدة التحكم في المحرك L298N من وحدة التحكم L298 IC، والتي ساندها منظم الجهد 78M05، وغيرها من العناصر الالكترونية التي تتكامل في أدائها.

سيتم تمكين عمل منظم الجهد فقط عند وضع قطعة التوصيل مكانها، فعندما يكون مصدر الطاقة أقل من أن يساوي [V] 12 فسيتم تشغيل الدوائر الداخلية بواسطة منظم الجهد ويمكن استخدام دبوس كدبوس إخراج لتشغيل وحدة التحكم الدقيقة مثل المايكروكنترونر أو الأردينو، وحتى الرازبري باي.

أما في حال أن مصدر الطاقة المغذية كانت أكبر من [V] 12 ، فلا يجب وضع صلة المرور Jumper ، وعندها يجب إعطاء الطرف قيمة فولتية منفصلة بمقدار [V]5 ، وذلك لتشغيل الدائرة الداخلية وضمان عدم تلف دارة منظم الجهد الداخلية.

كما ويجب مراعاة عدم تغذية الدارة بمصدر من طرف ال[V]12 والطرف [V]5 في نفس الوقت في حال كانت قطعة التوصيل في مكانها.

و مقدار فرق الجهد بين طرفي المخرج out1 و out2 تساوي قيمة فرق الجهد عند طرف[V]12 مطروحاً [V]2 منها وهي ما تسمى بانهيار الجهد Voltage Drop اللازم لتشغيل المكونات الداخلية للوحدة النمطيةL298n فمثلاً بالنظر إلى انخفاض الجهد بمقدار[V]2 عند المخرجات، في حال استخدام

محركات[V]5 فسنحتاج إلى توفير[V]7 في منطقة تزويد طاقة المحرك أي عند الطرف [V]12، وإذا كانت لدينا محركات تعمل على فرق جهد [V]12 فيجب أن يكون جهد تزويد المحرك [V]14.

أما أطراف التوصيل أو الدبابيس ENB أو ENA فهي أطراف التحكم في السرعة للمحركA والمحرك B بينما IN1 و IN2 و IN3 و IN4هي أطراف التحكم في الاتجاه للمحرك A والمحرك B على التوالي.

(Power supply) وحدة إمداد الطاقة الكهربائية:

تتكون من:



الشكل (8) وحدة إمداد طاقة (Power supply).

3) **المحول الكهربائي الخافض للجهد**(Step Down Transformer) :

يقوم المحول الكهربائي بتخفيض الجهد (V AC230) الى الجهد المطلوب.

4) **موحد التيار أو المقوم (Rectifier):**

وهو يسمى بموحد التيار أو المقوم أي يقوم بتحويل التيار المتردد الى تيار مستمر اذا الخرج الناتج من المحول الكهربائي الخافض للجهد.

5) فلتر (Capacitance):

الفلتر المستخدم يكون ال Capacitance ويستخدم لعدة أسباب، كما نعلم أن المكثف عباره عن لوحين من المعدن بينهم عازل من الفراغ و يكون الهواء و يقوم بتخزين الطاقة الكهربية (Energy) اذا كان الدخل للتيار المتردد زاد عن قيمته أي زاد عن220 فولت لأى سبب ما فازداد بالتالي خرج المحول الكهربائي و زاد عن [V] 12 أو [V] 24 و هذا يسبب مشاكل كبيرة بالنسبة للدائرة الإلكترونية و ممكن تسبب فى تلف أي عنصر من العناصر المستخدمة فيقوم المكثف بامتصاص هذه الطاقة الكهربائية بداخله ويقوم بإمداده بهذه الطاقة عندما يقل دخل التيار المتردد و بالتالي خرج المحول الكهربي، و لتنعيم الموجه و إزالة أي تعرجات بها وما تسمى بال Ripple Voltage و جعل الفولت بقيمه مناسبه .

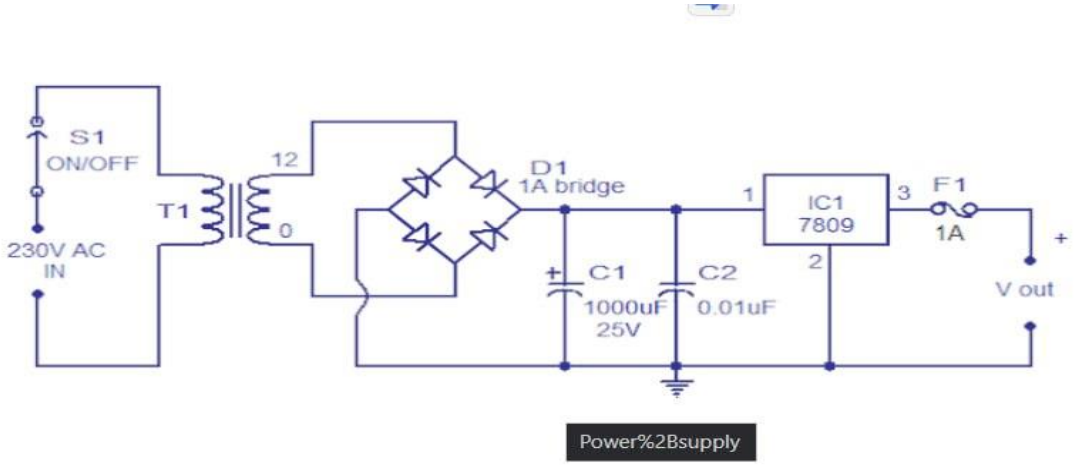
6) منظم الجهد (Requlator):

يعمل على تثبيت الجهد الكهربائي، ويعمل ايضا على حماية الدائرة الالكترونية من سحب قدره عالية.

حيث يوجد ثلاث أطراف لمثبت الجهد فإذا تم مسكه من الخلف هكذا يكون الطرف الايمن هو الدخل (Input) و الأيسر هو الخرج (Output) والطرف الاوسط وهو ال Common يكون فى الوجه للمثبت مكتوب عليه هكذا 7805 أي الخرج منه يكون [V] 5 و أخر 7809 أي الخرج [V] 9 وآخر 78012 أي الخرج يكون [V] 12 فيمكن فى الPower Supply جعل 3 من المثبت للجهد للحصول 3 جهود مختلفة ولكل خرج من المثبت يكون له Switch فعند الضغط عليه نحصل على الخرج المراد.

2. المحول (DC):

محول نظام التيار المستمر عبارة عن محول تعمل على تحويل جهد DC من قيمة معينة إلى قيمة أخرى باستعمال دائرة إلكترونيات القوى (Power Electronics Circuit)، وتقوم أيضاً بتحويل التيار من قيمة منخفضة إلى قيمة أعلى أي أن القدرة ثابتة عند عملية التحويل وهذا أهم ما يميز محول نظام التيار المستمر عن بعض مخفضات ومنظمات الجهد التي تستهلك قدرة عند تحويل الجهد.



الشكل(9)الدائرة الكهربائية المكافئة للمحول الخافض للجهد.

حيث يوضح الشكل (9) **مبدأ عمل** الدائرة الكهربائية المكافئة للمحول الخافض للجهد، فعند تطبيق جهد 220V متناوب يدخل على الملف الابتدائي للمحول T1 ليتم تخفيضه إلى جهد 12V، ثم يخرج إلى الملف النهائي للمحول T2، إلى جسر التوحيد المؤلف من 4 ديودات D1 ، الذي يقوم بتحويل التيار المتناوب إلى تيار مستمر، ثم إلى المكثف C1,C2 الذي يقوم على تنعيم الإشارة، ثم إلى منظم الجهد IC1 7809 والذي يقوم بتنظيم الجهد وإخراجه بقيمة 9V نقي بدون أي تشويش، وكما يوجد فيوز F1 ففي حال حصول أي قصر في الخرج يقوم بالفصل لحماية الدارة من تأثيرات القِصر.

تختلف أنواع محولات التيار المستمر باختلاف العناصر الكهربائية الموجودة فيها سواءً كان اختلاف كلي للعناصر الكهربائية أو حتى اختلاف ترتيب العناصر فيها، ومن أشهر أنواعها:

1- محول تيار مستمر خافض للجهد (Buck Converter).

2- محول تيار مستمر رافع للجهد (Boost Converter).

حيث تم استخدام المحول تيار مستمر خافض للجهد (Buck Converter):

1) **تعريف محول التيار المستمر الخافض للجهد:**

هو عبارة عن محول (DC/DC Converter) يعمل على تحويل جهد مستمر DC من قيمة مرتفعة إلى قيمة أقل باستعمال دائرة إلكترونيات القوى (Power Electronics Circuit)، ويقوم أيضاً بتحويل التيار من قيمة منخفضة إلى قيمة أعلى أي أن القدرة ثابتة عند عملية التحويل.

2) مكونات محول التيار المستمر الخافض للجهد:

كما نرى بالدائرة المكافئة للمحول الخافض للجهد بالصورة (2) تتكون من:

1- مصدر جهد DC.

2- مفتاح إلكتروني (Electronic Switch) ومن أشهرها MOSFET و IGBT و BJT.

3- محث (Inductor).

4- مكثف (Capacitor).

5- دايود (Diode).

6- الحمل الذي سيتم تغذيته بجهد الخرج (Vout).

3) آلية العمل لمحول التيار المستمر الخافض للجهد:

1- المفتاح الإلكتروني (ON):+1tiy`

في هذه الحالة سيتم تمرير التيار من المصدر إلى المفتاح الإلكتروني ثم إلى المحث ثم يصل إلى الحمل، وسيتم شحن المحث لفترة زمنية معينة أي سيكتسب فرق جهد أيضاً سيبدأ المكثف بتخزين الطاقة.

آلية عمل المحول الخافض في حالة المفتاح الإلكتروني مغلق.

2- المفتاح الإلكتروني (OFF):

بعد أن تم شحن المحث إلى فترة زمنية محددة سيتم فتح المفتاح ليتم تفريغه إلى الحمل وسيبدأ المكثف بتفريغ الطاقة، وعند تطبيق قانون كيرشوف سنجد أن جهد الخرج أصبح أقل لأن جهد تغذية الحمل أصبح من المحث فقط.

وتعتمد قيمة جهد الخرج على قيمة Duty Cycle (D)، والتي تعرف بأنها نسبة الفترة الزمنية لحالة المفتاح الإلكتروني (ON) على الفترة الزمنية كاملة للدورة الواحدة، وكلما زادت D ازدادت معها قيمة جهد الخرج (Vout).



الشكل (10) محول تيار مستمر خافض للجهد.

4. متحكم WIFI من نوع (ESP8266):

معظم الناس يطلقون على ESP8266 كوحدة WIFI، لكنها في الواقع متحكم، ESP8266 هو اسم المتحكم الدقيق الذي طورته شركة Expressive Systems وهي شركة مقرها شنغهاي، هذا متحكم لديه القدرة على أداء الأنشطة المتعلقة WIFI وبالتالي يستخدم على نطاق واسع كوحدة WIFI.

هناك العديد من أنواع الوحدات ESP8266 المتاحة تتراوح بين ESP8266-01 وESP8266-12.

والذي نستخدمه في البرنامج التعليمي هو ESP8266-01 لأنه الأرخص والمتاح بسهولة، ومع ذلك، تحتوي جميع وحدات ESP على نوع واحد فقط من معالج ESP ، وما يختلف هو نوع شريط الاختراق المستخدم فقط، و تحتوي اللوحة الجانبية ESP8266-01 على دبابيس GPIO فقط بينما تكون أعلى في اللوحات الأخرى.

وإن وحدة ESP8266 تأتي مع محول ADC وتستهلك تياراً مرتفعاً جداً يبلغ A0.8 أثناء وميض الجهاز.

وبالتالي إن ESP8266 API يستخدم للتحدث إلى عالم الإنترنت على سبيل المثال، إذا كان يريد معرفة الوقت أو المناخ أو أي شيء يجب أن يطلبه في شكل واجهة برمجة تطبيقات لموقع الويب المقابل، سيتلقى موقع الويب هذا الطلب ويعيد النتيجة المرغوبة إلى وحدة ESP الخاصة بنا.

ESP8266 هو متحكم لاسلكي مدمج وقوي يُستخدم بشكل شائع في تطوير أنظمة الإنترنت الأشياء (IoT).

و يحتوي هذا المتحكم على وحدة واي فاي مدمجة تدعم بروتوكولات الشبكات اللاسلكية 802.11 b/g/n، وهو يُعتبر بمثابة معالج صغير مع إمكانيات متطورة وأداء جيد.

يحتوي ESP8266 على مجموعة من المنافذ القوية والميزات التي تسمح للمطورين بالتفاعل معه بسهولة. يأتي بذاكرة فلاش داخلية تسمح بتخزين البرامج والبيانات، ويمكن برمجته باستخدام لغات البرمجة الشهيرة مثل Arduino IDE و Micro Python.

يمتلك ESP8266 قدرات مخرجات ومداخل عامة/رقمية GPIO مما يتيح توصيله بالمستشعرات والأجهزة الإلكترونية المختلفة، كما يدعم واجهات متعددة مثل UART و SPI و I2C للتواصل مع مكونات أخرى.

يمتاز ESP8266 بقوة الإشارة وكفاءة استهلاك الطاقة، مما يجعله مناسبًا للتطبيقات البطارية والمشاريع التي تتطلب توفير الطاقة.

تحظى منصة ESP8266 بشعبية كبيرة بين مجتمع مطوري الإلكترونيات والمبرمجين بسبب سهولة التعامل معها وقوتها في الأداء، و يُمكن استخدامها في العديد من التطبيقات مثل التحكم في المنزل الذكي، والأجهزة القابلة للارتداء، ومشاريع الأتمتة الصناعية، وغيرها من مشاريع الإنترنت الأشياء.

1) **بنية WIFI:**

1. معالج: يحتوي ESP8266 على معالج Ten silica Xtensa LX106 بسرعة تصل إلى 80 ميجاهرتز. هذا المعالج يعتبر قويًا بالنسبة لحجمه وتكلفته المنخفضة.

2. الذاكرة: يتميز ESP8266 بذاكرة داخلية تبلغ حوالي 512 كيلوبايت. يمكن استخدام جزء من هذه الذاكرة لتخزين البرنامج، والباقي لتخزين البيانات.

3. وحدة الواي فاي: يمتلك ESP8266 وحدة واي فاي مدمجة تدعم الاتصالات اللاسلكية 802.11 b/g/n وتعمل في نطاق 2.4 جيجا هرتز. يمكن لهذه الوحدة الاتصال بشبكات Wi-Fi وإجراء عمليات الارتباط ونقل البيانات.

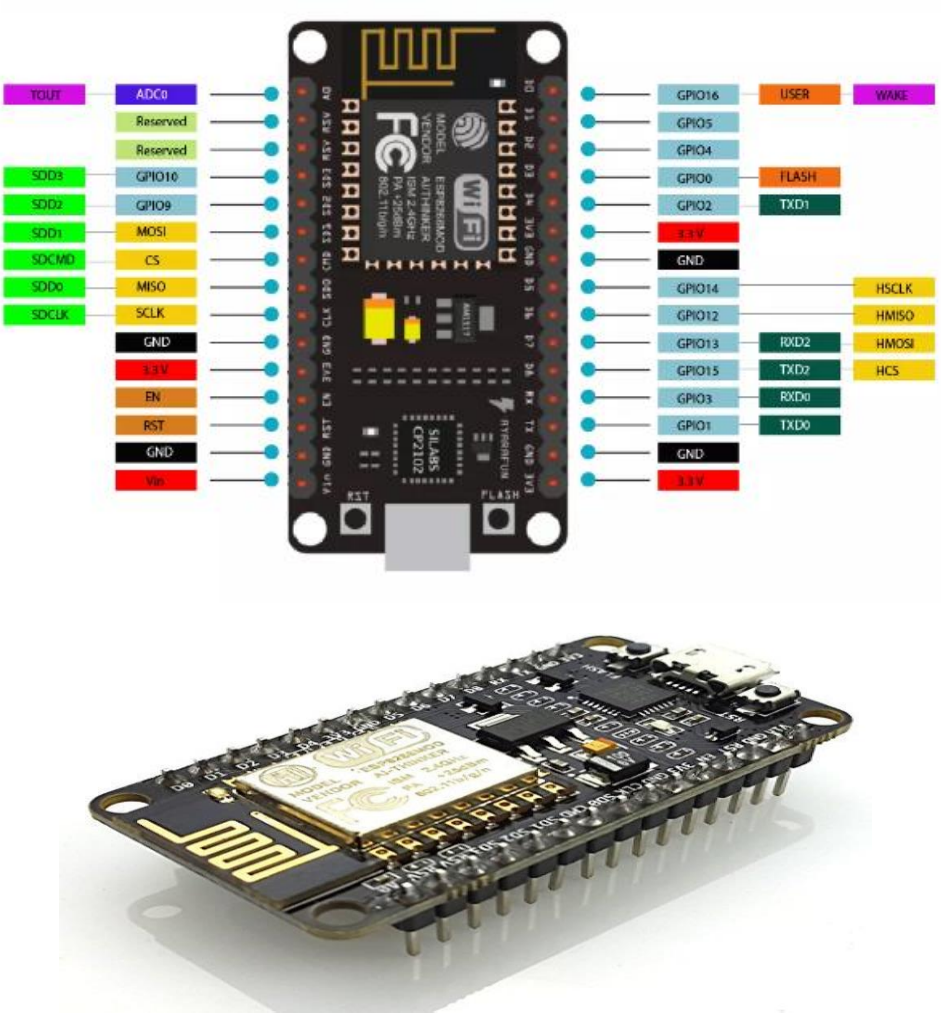
4. GPIO: يحتوي ESP8266 على عدد من مداخل ومخرجات GPIO التي يمكن استخدامها للتحكم بالأجهزة والمكونات الإلكترونية الأخرى. يُمكن برمجتها للعمل كمخرجات لتشغيل الأضواء أو تشغيل المحركات أو كمداخل لاستقبال إشارات من المستشعرات.

5. واجهات الاتصال: يدعم ESP8266 واجهات مختلفة للتواصل مع مكونات أخرى مثل UART (التسلسل البياني المتزامن) وSPI (التواصل المتزامن على المستوى العالي) وI2C (التواصل المتسلسل للمستشعرات والأجهزة).

6. البرمجة: يمكن برمجة ESP8266 باستخدام العديد من لغات البرمجة مثل لغة Arduino و Micro Python و Lua. كما يوفر ESP-IDF أيضًا بيئة تطوير مخصصة مناسبة للمبرمجين المحترفين.

7. الدعم المجتمعي: يتمتع ESP8266 بدعم قوي من المجتمع والمطورين، مما يعني وجود العديد من المشاريع المفتوحة المصدر والمكتبات التي تسهل استخدامه وتوسيع إمكانياته.

بفضل تكامله وقوته ومرونته، يُعتبر المتحكم الواي فاي ESP8266 أحد الخيارات الشائعة والمثالية لتطوير تطبيقات الإنترنت الأشياء والأجهزة المتصلة بالإنترنت.



الشكل (11)متحكم WIFI.

المراجع:

1) Tariq.Z, Khan.A, (2016).ESP8266: A Low-Cost Wi-Fi Microchip for IoT Application .**International Journal of Advanced Research in Computer Science and Software Engineering**. Vol:6.
2) Parmar.V, Solanki.P and others.(2016).Development and Implementation of a Low-Cost Home Automation System using ESP8266. **International Journal of Computer Applications**. Vol:150.
3) Zhang.Y, Huang.J.(2018).Wi-Fi IoT System Based on ESP8266 for Smart .**IOP Conference Series: Materials Science and Engineering.** Volu :285.
4) Nandi.D, Mondal. P,and others.(2018).Remote Patient Monitoring System using IoT and ESP8266.**International Conference on Recent Advances in Electronics and Communication Technology**.
5) Mohammad.A, Naser.A and others.(2019).Performance Evaluation of the ESP8266 Wi-Fi Module for Weather Monitoring.IEEE 7th.**International Conference on Adaptive Science & Technology**.
6) Mittal.N , Soo.K and others.(2016).ESP8266 Wi-Fi Module based Smart Irrigation System. **IEEE International Conference on Advanced Networks and Telecommunications Systems**.

summary

In this research, a graphene-based conductive ink was successfully prepared using a new method by combining the chemical method with the hydrothermal method, and controlling the type of reduction factors, which are hydrazine and sodium borohydride. The prepared samples were characterized structurally, optically, and electrically using Atomic Force Microscopy, Scanning Electron Microscopy, Infrared Spectroscopy, Visible and Ultraviolet Spectroscopy, and Raman Spectroscopy. The elemental composition was determined using energy-dispersive X-ray spectroscopy, and the interplanar distance and crystal orientation were determined using X-ray diffraction. The electrical properties were measured using the four-point probe method. Nano-sized flakes were obtained with different types of reduction factors, and the analyses confirmed the distinctive fingerprint of graphene in both materials, manifested by a decrease in the hydroxyl group peak intensity and the appearance of characteristic carbon peaks. A peak at an angle of $2\theta = 23°$ was observed, indicating a dominant crystal orientation (002), while a peak at an angle of $2\theta = 10°$ was absent. Three distinct peaks (D, G, and 2D) were observed for both graphite and exfoliated graphene, with higher intensity in the exfoliated graphene. An absorption peak at a wavelength of 262 nm was also observed. It should be noted that these structural and optical properties were better when hydrazine was used compared to sodium borohydride, and the electrical conductivity was 10 times higher in the graphene oxide sample using hydrazine compared to sodium borohydride.

After obtaining high-quality graphene using hydrazine as a reduction factor, graphene ink was prepared by adding specific ratios of carboxymethyl polymer such as cellulose, and the optimal viscosity of the ink was selected for use in the treatment of yarns and fabrics. Cotton yarns were treated with graphene ink using two different methods: on-site reduction and surface coating. The on-site reduction method was optimized using different parameters such as temperature, graphene oxide concentration, and time. Three types of cotton yarns were treated: combed, carded, and open end. They were characterized structurally, mechanically, and electrically, with the best properties observed in the open-end yarn. When comparing the mechanical, electrical, and structural properties of the carded yarn treated by the on-site reduction method and the surface coating method, the surface-coated yarn showed the best properties. An applied mechanism for the surface coating treatment of cotton yarns was implemented. The work concluded with printing graphene ink on fabric for comparison of thermal and electrical properties, by incorporating the treated yarns and fabrics

into various electrical and thermal applications, such as sensors, heat generation, and light generation, with control over their intensity.

Key Words:

Graphene, Graphene oxide, Hydrazine, Boro hydride sodium, Graphite, yarn.

Syrian Arab Republic

Damascus University

Faculty of Mechanical and Electrical Engineering

Mechanic Engineering of Industries Textile and their technologies

Spinning Technology Engineering

Principles of manufacturing a conductive filament treated with nanoscale graphene

PhD Thesis

By

Maisam Mohamad AlAhmar

Supervisors

Assist.Prof.Dr.Ibrahim Alghoraiby Assist.Prof.Dr.Eng.Basel Younes

2022−2023