

بهینه سازی خواص فیزیکی و اصلاح سطحی پارچه پلی استر پوشش داده شده با گرافن اکساید/پلی آنیلین با استفاده از آنالیز آماری طرح مرکب مرکزی (CCD)

سامره رضایی^۱، سیاوش افراشته^{۱*}، پیمان ولی پور^۱

^۱ دانشکده مهندسی نساجی، دانشگاه آزاد اسلامی، قائم شهر، ایران.

siavash.afraشته@gmail.com

تاریخ دریافت: ۱۴۰۵/۰۲/۲۴ تاریخ پذیرش: ۱۴۰۵/۰۵/۰۲

چکیده:

هدف از این کار، کسب بهینه ترین حالت خصوصیات فیزیکی و مورفولوژی سطحی پارچه پلی استر عمل آوری شده با گرافن اکساید/پلی آنیلین می باشد و این پوشش دهی چه تغییراتی در ساختار فیزیکی پارچه پلی استر می تواند ایجاد نماید. بدین منظور ابتدا پیش عملیات قلیایی و تشعشع مایکروویو جهت ایجاد اصلاح و تخریب سطحی قبل از عملیات پوشش دهی انجام گرفت. سپس عملیات پوشش دهی با گرافن اکساید با درصد های مختلف (۱٪ و ۵٪) و سپس پلی آنیلین با درصد های مختلف (۱٪، ۵٪ و ۷٪) روی سطح پارچه پلی استر انجام گرفت که تصاویر تغییرات مورفولوژی سطحی و پوشش دهی پارچه با استفاده از میکروسکوپ الکترونی انعکاسی (SEM) نشان داده شد. با توجه به نتایج پیک های کسب شده در FTIR، گروه های C=O و C-O مشاهده شده در محدوده 1735 و 1293 cm^{-1} برای نمونه شاهد در اثر واکنش های قلیایی، آغشته سازی با گرافن و آنیلین مشخص می گردد که این گروه تحت تاثیر واکنش قرار گرفته و تغییرات ایجاد نموده است که این تغییرات تا طول موج 1236 و 1639 cm^{-1} برای گروه عاملی کربونیل رخ داده است که نشان از واکنش پذیری این گروه ها در ساختار پلی استر می باشد. از طرفی خصوصیات فیزیکی پارچه نیز مورد ارزیابی قرار گرفت که بیشترین مقدار تنش پارگی مربوط نمونه عمل آوری شده با ۱٪ گرافن و ۷٪ پلی آنیلین مشاهده گردید. در پایان بهینه ترین حالت پوشش دهی گرافن اکساید/پلی آنیلین با استفاده از نرم افزار Design Expert 11 و روش آماری طرح مرکب مرکزی با میزان ۲/۰۲ درصد برای گرافن اکساید و ۴/۲۹ درصد برای پلی آنیلین جهت کسب درصد تنش پارگی و مدول ینانگ مطلوب بدست آمد.

واژگان کلیدی: بهینه سازی، پارچه پلی استر، تشعشع مایکروویو، گرافن اکساید، پلی آنیلین، نرم افزار Design Expert 11.

Optimization of physical properties and surface modification of polyester fabric coated with graphene oxide/polyaniline using statistical analysis of central composite design (CCD)

Samereh Rezaei¹, Siavash Afrashteh^{1*}, Pieman Valipour¹

¹Department of Textile Engineering, Apparel, and Fashion, QaS.C., Islamic Azad University, Qaem Shahr, IRAN, P.O.Box 163

siavash.afraشته@gmail.com

Abstracts:

The aim of this work is to obtain the most optimal physical properties and surface morphology of polyester fabric treated with GO/PAn and what changes this coating can cause in the physical structure of polyester fabric. For this purpose, first, alkaline pre-treatment and microwave radiation were performed to modify and destroy the surface before the coating operation. Then, the coating operation with GO with different percentages (1% and 5%) and then PAn with different percentages (1%, 5% and 7%) was performed on the surface of the polyester fabric, and the changes in surface morphology and fabric coating were shown using a scanning electron microscope (SEM). According to the results of the peaks obtained in FTIR, the C-O and C=O groups observed in the range of 1293 and 1735 for the control sample due to alkaline reactions, impregnation with graphene and aniline, it is clear that this group has been affected by the reaction and has caused changes, and these changes have occurred up to the wavelength of 1236 and 1639 cm^{-1} for the carbonyl group, which indicates the reactivity of these groups in the polyester structure. On the other hand, the physical properties of the fabric were also evaluated, and the highest amount of tearing stress was observed for the sample treated with 1% GO and 7% PAn. Finally, the most optimal GO/PAn coating was determined using Design-Expert 11 software and the Central Composite Design statistical method with a percentage of 2.02 percent for GO and 4.29 percent for PAn to obtain the desired tearing stress and Young's modulus.

Keywords: Optimization, polyester fabric, Microwave Irradiation, Graphene Oxide (GO), Polyaniline (PAn), Design Expert 11 Software.

۱-مقدمه

گرافن نوعی نانوذره کربنی جدید است که می تواند برای ساخت نانوکامپوزیت های پلیمری مورد استفاده قرار گیرد. گرافن در واقع کربن خالص فرم ورقه ای بسیار نازک یا ضخامت یک اتم است که برای وزن بسیار کم خود بسیار مقاوم می باشد (تقریباً ۱۰۰ برابر مقاوم تر از فولاد) [۱]. گرافن دارای شبکه دو بعدی با پیوندهای کووالانسی است که بدلیل سطح ویژه بالا، انتقال و پراکنش مناسب و ویژگی های مکانیکی و الکتریکی منحصر به فرد، توجه بسیاری را بسوی خود جلب کرده است [۲].

مطالعات متعددی بر روی کامپوزیت های تقویت شده و اصلاح شده با گرافن توسط محققان مختلف انجام شده است. چندین بررسی مرتبط با خواص مختلف نانوکامپوزیت ها نیز با گرافن نشان داده شده است که نقش محوری دارد [۳-۵]. در گزارشی استحکام پارگی گرافن با میکروسکوپ نیروی اتمی (AFM) اندازه گیری شد که ۱۳ گیگا پاسکال بود [۶]. این محققان [۶]، همچنین پی بردند که گرافن را می توان به راحتی خم کرد، به این معنی که می توان از آن برای اصلاحات ساختاری و سایر کاربردها استفاده نمود. رسول و همکاران [۷] استحکام پارگی غشاهای گرافن را اندازه گیری کردند و دریافتند که زمانی که قوی ترین غشای تک کریستالی روی گرافن اعمال می شد، این مقدار برابر ۹۴ گیگا پاسکال با نیروی شکست ۶/۸ لیتر نیوتن است. میکروسکوپ نیروی اتمی به طور گسترده ای برای تخمین قدرت شکست گرافن استفاده شده است و نشان می دهد که تشکیل امواج خارج از صفحه به طور موثری تنش گرافن در صفحه را کاهش می دهد [۸]. گونگ و همکاران [۹] یک سری

آزمایش کشش و برآمدگی را بر روی صفحات گرافن rGO با ضخامت در محدوده ۰/۵ تا ۱۰۰ میکرومتر انجام داد. این مقادیر در مقایسه با گرافن دست نخورده (۰/۳۳۵ نانومتر) بالا بود. محققان کاهش مدول یانگ و نیروی پارگی را به ترتیب از ۴۴/۶ تا ۸/۵ گیگا پاسکال و ۱۷۰/۲ تا ۴۰ مگاپاسکال مشاهده کردند. تعدادی از مطالعات افت نسبی خواص مکانیکی صفحه GO با ضخامت های متفاوت ۲/۵-۲۵ میکرومتر [۱۰] و ۵۰-۶۰ نانومتر [۱۱] را نشان می دهد. محققین [۱۲] یک سری آزمایش کششی روی نانوکامپوزیت های تقویت شده با rGO انجام دادند و افزایش ۱۵۰ درصدی مدول الاستیک و استحکام کششی ۰/۳ درصد وزنی نانوکامپوزیت های rGO/PVA را مشاهده کردند. این به دلیل توزیع همگن پرکننده ها و بهبود قابلیت انتقال بار بین پیوند هیدروژنی موجود توسط اصلاح کننده و ماتریس است. بورا و همکاران [۱۳] بهبود استحکام کششی و مدول یانگ کامپوزیت ها را به ترتیب ۱۲۳ و ۸۷ درصد با افزودن ۰/۳ درصد وزنی rGO در اپوکسی گزارش کردند. همچنین در دهه های اخیر پلی آنیلین به دلیل برخورداری از ویژگی هایی مانند قیمت کم، فرآیند آسان پلیمریزاسیون و پایداری حرارتی و شیمیایی بالا، مورد توجه محققین قرار گرفته است [۱۴-۱۶]. ساختار پلی آنیلین بسیار پیچیده بوده و ترکیبی از حالت های مختلف اکسیداسیون پلیمر و متشکل از حلقه های بنزوئیدی و کینوئیدی می باشد. بطور کلی ساختار این پلیمر به صورت خطی و در سه حالت اکسیداسیون در نظر گرفته می شود [۱۷].

ترکیب پلی آنیلین با گرافن می تواند نانوکامپوزیت هایی را به دست آورد که نه تنها بر کاستی های پلی آنیلین غلبه می کنند، بلکه به

صورت هم افزایی عملکرد هر دو ماده را افزایش می دهند و منجر به خواص جدید می شوند . ظرفیت ویژه نسبتاً بالا ($950^{\circ}\text{F g}^{-1}$) و توانایی آن در انجام واکنش های اکسیداسیون چندگانه ، پلی آنیلین را به یک ماده با ظرفیت بسیار نوید بخش تبدیل می کند [۱۸ و ۱۹]. همچنین ترکیب پلی آنیلین با گرافن می تواند نانوکامپوزیت ایجاد کند که می تواند سطح تماس را افزایش داده و پایداری چرخه آن را بهبود بخشد [۲۰]. مطالعات نشان داده است که اتصال کووالانسی بین گرافن و پلی آنیلین منجر به عمر طولانی تر چرخه و ظرفیت بیشتر در مقایسه با مواد غیر کووالانسی با افزایش پایداری انتقال بار و کاهش مقاومت سطحی می شود [۲۱-۲۴]. نانوکامپوزیت های گرافن- پلی آنیلین از گرافن اکساید (GO) یا اکسید گرافن کاهش یافته (rGO) به دلیل واکنش پذیری شیمیایی پایین گرافن اولیه تهیه شده اند [۲۵-۲۸]. گرافن اکساید با فرآوری گرافیت با معرف های اکسید کننده قوی مانند H_3PO_4 , H_2SO_4 یا KMnO_4 سنتز می شود [۲۹]. در این فرآیند، تعدادی از گروه های عاملی حاوی اکسیژن، یعنی اپوکسی، کربوکسی متیل و هیدروکسی [۲۹]، تولید می شوند، که به عنوان جایگاه های عاملی کننده برای جذب فیزیکی یا کووالانسی با پلی آنیلین عمل می کنند . از سوی دیگر، معرفی این گونه ها نیز به شدت شبکه رسانی گرافن را مختل می کند ، که دلیل آن این است که شبکه مزدوج گرافن و ویژگی های انتقال آن حتی پس از کاهش گسترده گرافن به گرافن نمی تواند کاملاً ترمیم شود [۳۰]. علاوه بر این، کنترل فرآیند اکسیداسیون/ احیا مشکل است و به دلیل آسیب ساختاری دائمی بر گرافن شناخته می شود. برخلاف گرافن دست نخورده پایدار، در نهایت به مواد اسید

هیومیک مانند، بعد از ذخیره سازی کاهش می یابد [۳۱]، که مانع از کاربردهایی می شود که به پایداری طولانی مدت مواد تشکیل دهنده آن نیاز دارند. محققین شیمی یک پیوند کووالانسی برای گرافن دست نخورده گزارش و پارچه پوشش دار پلی آنیلین/ گرافن تهیه کردند. ساختار ریز پارچه پوشش داده شده مورد بررسی و اثر افزودن گرافن بر خواص مکانیکی ، عملکرد حرارتی ، خواص دی الکتریک ، پایداری حرارتی و خواص هیدروفوب پارچه پوشش داده شده مورد بررسی و تحلیل قرار گرفت . غشاهای پلی آنیلین و گرافن اکساید با افزودن پلی آنیلین بهبود یافتند. بهترین ترکیب ۲ درصد وزنی پلی- آنیلین و ۱ درصد وزنی گرافن اکساید بدست آمد . این اصلاح توانایی غشا را در فیلتر کردن رنگ ها و جذب آلاینده ها در یک محیط منفرد افزایش داد . افزودن گرافن و پلی آنیلین باعث افزایش آبدوستی غشا و کاهش زاویه تماس آب از ۸۴ درجه به ۳۷ درجه شد . پایداری حرارتی غشا با افزودن پلی آنیلین و گرافن اکساید بهبود یافت و دمای تخریب از ۴۹۳ درجه سانتیگراد به ۶۲۷ درجه سانتیگراد افزایش یافت [۳۲]. از سوی دیگر ، محققان دریافتند که رسانی الکتریکی پارچه پلی استر هنگامی که نسبت مولی مونومر آنیلین به آمونیوم سولفات ۳: ۱ بود و غلظت اسید فیتیک ۰/۳ مول بر لیتر بود ، بهترین عملکرد را با هدایت الکتریکی داشت. از همه مهم تر ، خاصیت قطره ای شدن روی پارچه پلی استر کاملاً حذف شد [۳۳، ۳۴]. در یک مطالعه، محققان مقاومت خوب پارچه پلی استر مورد مطالعه در برابر شرایط رطوبتی را تأیید کردند. خواص مکانیکی حتی پس از بیش از ۷ سال نگهداری نیز مشابه هستند. نتایج بدست آمده، تأثیر خیساندن در آب را بر رفتار انواع مختلف پارچه های بافته شده

پوشش دار پس از سطوح بارگذاری مختلف، و همچنین پس از خیساندن در آب اسیدی یا پس از شرایط محیطی جوی (مانند قرار گرفتن در معرض اشعه ماوراء بنفش یا یخ زدگی) نشان داد [۳۵]. در مطالعه دیگری، محققان تأثیر ساختارهای بافت و استحکام کششی پارچه‌های پلی‌استر را بر آزادسازی الیاف میکروپلاستیک در حین شستشو در ماشین‌های لباسشویی بررسی کردند. در میان سه ساختار بافت، پارچه‌های بافته‌شده با بافت ساتین بیشترین میزان آزادسازی MPF را داشتند، در حالیکه پارچه‌های بافته‌شده با بافت سرژه کمترین میزان آزادسازی را نشان دادند [۳۶]. در مطالعه دیگر، دو نخ رسانای فلوک‌شده (پلی‌استر/نایلون ۶) که شامل انواع مختلف پرکننده‌ها نقره و کربن سیاه، بودند، از نظر مورفولوژی، رفتار حرارتی و پایداری الکتریکی در شرایط مختلف بررسی شدند. نخ با پایه نقره، مورفولوژی سطحی یکنواخت‌تر، بلورینگی بالاتر و رسانایی بهتری را نشان داد و حتی پس از تنش حرارتی و مکانیکی، عملکرد پایداری را حفظ کرد. در مقابل، نمونه پایه کربن سیاه، احتمالاً به دلیل تجمع پرکننده و پراکندگی ناهمگن، تغییرپذیری بیشتری در مقاومت ویژه و بلورینگی کمتری نشان داد [۳۷]. در تحقیق حاضر خواص فیزیکی و اصلاح سطحی پارچه پلی‌استرپوشش داده شده با گرافن اکساید/پلی‌آنیلین با نرم افزار Design Expert 11 مورد ارزیابی قرار گرفته شد. در مسایلی که رابطه دقیق تابعی بین ورودی‌ها و خروجی(های) سامانه‌ها وجود ندارد و تعداد ورودی‌ها، بین ۵ تا ۱۵ متغیر است، روش‌های رویه‌های پاسخ (RSM¹) جایگزین‌های جذابی هستند. این روش‌ها به وسیله توابع تخمینی، تقریبی از فضای طرح

که مبتنی بر نمونه‌های طرح‌ریزی شده حاصل از طرح آزمایش است، تعیین می‌شوند. از آنجا که این توابع تخمینی دارای خواص ریاضی خوبی هستند، بهینه‌سازی به روش ریاضی به منظور یافتن نقطه بهینه در فضای جستجو، می‌تواند مفید واقع گردد. با این وجود، کارایی بهینه‌سازی با دقت کافی، با استفاده از توابع تخمین در نواحی دلخواه از فضای طرح، ممکن است همیشه قابل توجیه نباشد. به همین منظور تدابیری برای بیان کیفیت تخمین اندیشیده شده است. در این ارتباط، ثابت می‌شود که روش‌هایی از رویه پاسخ که در فضای تخمین تا همگرایی به بهینه در رویه پاسخ حرکت و جستجو می‌کنند از بیشترین توفیق برخوردار هستند، ولی به-کارگیری این روش تحت تأثیر تعداد متغیرهای بهینه‌سازی در طرح، محدود می‌شود. امروزه، روش‌های رویه پاسخ، به‌طور موفقیت‌آمیز به‌ویژه در مسایل توأم یا اغتشاش با تعداد حداکثر ۱۰ متغیر، و در برخی موارد ۱۵ متغیر، به‌کار می‌روند. این دسته از مسایل به تکرار در تحلیل‌های المان محدود ساده، شبیه‌سازی چندجزئی و ... یافت می‌شوند [۳۸-۴۰].

۲- تجربیات

۲-۱- مواد و وسایل

در این مطالعه، پارچه پلی‌استر با بافت ساده و نمره نخ تار ۱۶۰ دنیر و نمره نخ پود ۱۵۰ دنیر و تراکم تار و پودی به ترتیب ۳۲ و ۳۰ تولید شده در شرکت نساجی بابکان استفاده شد. همچنین مواد نانویونیک و گرافن اکساید از شرکت بایر آلمان، هیدروکسید سدیم و کربنات سدیم از شرکت مرک آلمان خریداری شدند. پلی‌آنیلین

¹ - Response Surface Methodology

مورد استفاده نیز از دانشگاه آزاد اسلامی قائم شهر (ایران) تهیه و مورد استفاده قرار گرفت.

۲-۲-۲- روش ها و دستگاه ها

۲-۲-۱- پیش عملیات قلیایی

برای حذف ناخالصی ها و روغن های حاصل از فرآیند ریسندگی و بافندگی موجود، ایجاد نرمی و یکنواختی، بهبود زیردست پارچه پلی استر عملیات قلیایی در حمامی حاوی ۲ گرم در لیتر هیدروکسید سدیم و ۱ گرم در لیتر پاک کننده نانیونیک با نسبت حجم حمام به وزن کالا ۴۰ به ۱ (L/R=۴۰/۱) در دمای ۱۰۰ درجه سانتیگراد برای مدت ۲۰ دقیقه انجام گرفت.

۲-۲-۲- تشعشع مایکروویو

نمونه پارچه ها جهت ایجاد خلل و فرج و شکاف سطحی پارچه توسط یک مایکروویو مدل LG Electronics Inc با فرکانس ۵۰ هرتز و توان ۲۴۰۰ وات و ولتاژ ۲۳۰ ولت در زمان ۸ دقیقه (پشت و رو) با شدت ۹۰۰ وات قرار گرفتند [۳۸].

۲-۲-۳- نانو دهی با گرافن اکساید

در این مرحله سنتز گرافن اکساید به روش پد-خشک-پخت در دمای محیط و نسبت حجم حمام به کالا ۵ به ۱ (L/R = ۵/۱) به مدت ۲۰ دقیقه برای تولید نانو گرافن اکساید با غلظت های ۵ درصد روی پارچه پلی استر انجام گرفت.

۲-۲-۴- پوشش دهی با پلی آنیلین

همچنین، آنیلین نیز جهت سنتز به روش پد-خشک-پخت در دمای محیط و نسبت حجم حمام به کالا ۵ به ۱ (L/R = ۵/۱) به مدت ۲۰

دقیقه برای تولید غلظت های مختلف پلی آنیلین (۱٪، ۵٪ و ۷٪) و پوشش دهی روی پارچه پلی استر آغشته به نانو گرافن اکساید با غلظت های ۱ و ۵ درصد انجام گرفت.

۲-۲-۵- دستگاه استحکام سنج

استحکام سنجی نمونه ها طبق استاندارد ASTM standard D2256-97 انجام شد. ضمناً جهت انجام آزمایش از دستگاه استحکام سنج مدل Testometric M500-25CT بر پایه CRE و سرعت ۴۰۰ mm/min و فاصله فک ۵۰۰mm استفاده شد.

۲-۲-۶- میکروسکوپ الکترونی انعکاسی

جهت بررسی خصوصیات تغییرات و اصلاح سطحی پارچه پلی استر در مراحل مختلف آزمایشگاهی از دستگاه میکروسکوپ الکترونی انعکاسی (SEM²) مدل LEO1455VP ساخت کشور انگلیس استفاده شد.

۲-۲-۷- دستگاه طیف سنج مادون قرمز (FTIR)

جهت بررسی تشکیل گروه های عاملی در سطح پارچه پلی استر از دستگاه طیف سنجی مادون قرمز مدل Bruker Tensor 27 ساخت کشور آلمان استفاده شد.

۲-۲-۸- طرح آزمایش مرکب مرکزی (CCD³)

در این کار از نرم افزار Design Expert 11 (فراهم شده از آمریکا)، جهت کسب بهینه ترین حالت ممکن به روش آماری طرح مرکب مرکزی استفاده شد. داده ها در این مرحله شامل درصد های مختلف نانو گرافن اکساید و پلی آنیلین می باشند بطوریکه برای گرافن اکساید (۰-۵ درصد) و برای پلی آنیلین (۷-۰ درصد) در نظر گرفته شد. جزئیات طراحی

² - Scanning Electron Microscopy

³ - Central Composite Design

معادله (۱) $Y = b_0 + \sum b_i X_i + \sum b_{ij} X_i X_j + \sum c_i X_i^2 \quad i \geq j$

$i, j = 1, 2, 3$

که در آن b_0 متغیر وابسته به طراحی آزمایش، b_i ضرایب رگرسیون

خطی و b_{ij} ضریب رگرسیون بین طراحی آزمایش و متغیرها و c_i

ضرایب شکل معادله ای متغیرها می باشد.

آزمایشات نمونه پارچه های پلی استر با درصدهای مختلف گرافن

اکساید و پلی آنیلین در جدول (۱) آمده است. همچنین اثر نتایج

مختلف استحکام (Y_1) و درصد ازدیاد طول (Y_2) با استفاده از توابع

مشخص شد (معادله ۱).

جدول ۱- طراحی آزمایشات نمونه پارچه های پلی استر با درصدهای مختلف گرافن اکساید و پلی آنیلین

Response 2:	Response 1:	Factor2:	Factor1:	Run
Young's modulus (N/mm ²)	Strain at Break (%)	% PAn	% GO	
۰/۶۲	۲۱/۶	۳	۶	۱
۰/۶۳۸	۲۱	۳	۳	۲
۰/۶۳	۲۰/۹	۳	۳	۳
۰/۶	۲۰/۵	۳	۰	۴
۰/۷۲۴	۲۰/۰۹۸	۵/۱۲	۰/۸۷	۵
۰/۶۴۵	۲۱/۱	۳	۳	۶
۰/۶۲۲	۲۱/۴۶۱	۰/۸۷	۵/۱۲	۷
۰/۶۳۹	۲۱/۲۴۵	۰/۸۷	۰/۸۷	۸
۰/۶۴	۲۱/۰۵	۳	۳	۹
۰/۶۳	۲۰/۹۴	۳	۳	۱۰
۰/۷۷	۱۸/۵	۶	۳	۱۱
۰/۶۱۶	۲۰/۷۵۵	۵/۱۲	۵/۱۲	۱۲
۰/۷۴	۲۰/۲	۰	۳	۱۳

توضیح است که به دلیل عدم استفاده از آنیلین امکان واکنش

پیوندی قوی بین نمونه و گرافن اکساید کم بوده و ثبات لازم را دارد

و همانطور که نتایج نمونه های ۵ الی ۱۰ (جدول ۲) نشان می دهد،

بکارگیری آنیلین سبب افزایش استحکام نمونه ها گردیده که این امر

با افزایش غلظت گرافن و آنیلین از ۱٪ تا ۵٪ تقریباً سبب تقویت

استحکام نمونه ها می گردد و به همین ترتیب با افزایش استحکام

ازدیاد طول تا حد پارگی کاهش و مدول یانگ افزایش داشته است.

۳- نتایج و بحث

با بررسی های انجام شده در تست استحکام که در جدول ۲ و

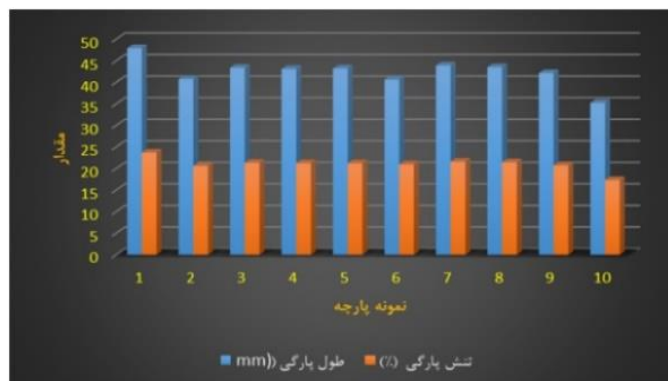
شکل ۱ (الف و ب) مشاهده می گردد که در اثر عملیات قلیایی به

دلیلی حذف ناخالصی و الیگومرهای موجود در سطح پارچه پلی

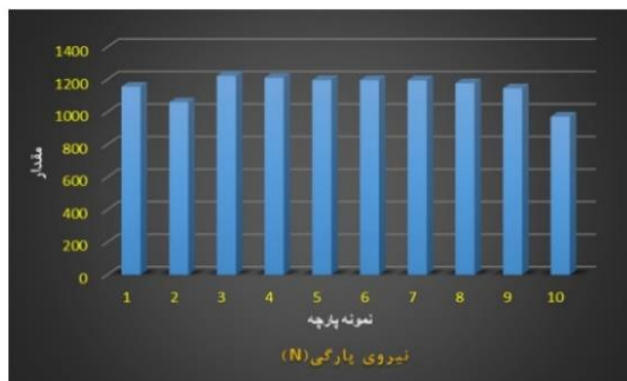
استر و سپس عملیات تشعشع مایکروویو درصد تنش پارگی کاهش

و مدول یانگ افزایش می یابد، اما با افزایش میزان درصد گرافن

اکساید (۱ و ۵ درصد) موجب تقویت استحکام می گردد. لازم به



(ب)



(الف)

شکل ۱- (الف) نمودار مقایسه ای نیروی پارگی بر حسب نیوتن پارچه های عمل شده و عمل نشده روی پارچه پلی استر (ب) نمودار مقایسه ای طول پارگی بر حسب میلی متر و درصد ازدیاد طول نمونه های عمل شده و عمل نشده روی پارچه پلی استر

جدول ۲- نتایج مقایسه ای استحکام سنجی پارچه پلی استر (طول هر نمونه ۲۰۰ میلی متر) عمل شده و عمل نشده در شرایط مختلف

ردیف	نمونه پارچه	تنش پارگی (%)	طول پارگی (mm)	مدول یانگ (N/mm²)	نیروی پارگی (N)
۱	خام	۲۳/۷۱۲	۴۷/۹۳۱	۰/۵۰۴	۱۱۵۷
۲	پیش عملیات قلیایی و مایکروویو	۲۱/۳۵۴	۴۳/۳۹۶	۰/۵۶۳	۱۰۶۰
۳	۱٪ نانوگرافن	۲۰/۰۶۳	۴۰/۷۸	۰/۷۳۵	۱۲۲۳
۴	۵٪ نانو گرافن	۲۱/۲۵۵	۴۳/۱۳	۰/۶۵۱	۱۲۱۱
۵	۱٪ نانو گرافن / ۱٪ پلی آنیلین	۲۱/۲۴۵	۴۳/۲۵۴	۰/۶۳۹	۱۱۹۷
۶	۱٪ نانو گرافن / ۵٪ پلی آنیلین	۲۰/۰۹۸	۴۰/۶۵۸	۰/۷۲۴	۱۱۹۷
۷	۱٪ نانو گرافن / ۷٪ پلی آنیلین	۲۱/۶۱۱	۴۳/۹۲۰	۰/۶۲	۱۱۹۶
۸	۵٪ نانو گرافن / ۱٪ پلی آنیلین	۲۱/۴۶۱	۴۳/۵۳۶	۰/۶۲۲	۱۱۷۸
۹	۵٪ نانو گرافن / ۵٪ پلی آنیلین	۲۰/۷۵۵	۴۲/۱۶۱	۰/۶۱۶	۱۱۴۷
۱۰	۵٪ نانو گرافن / ۷٪ پلی آنیلین	۱۷/۳۲۸	۳۵/۲۴۸	۰/۷۸۲	۹۷۲

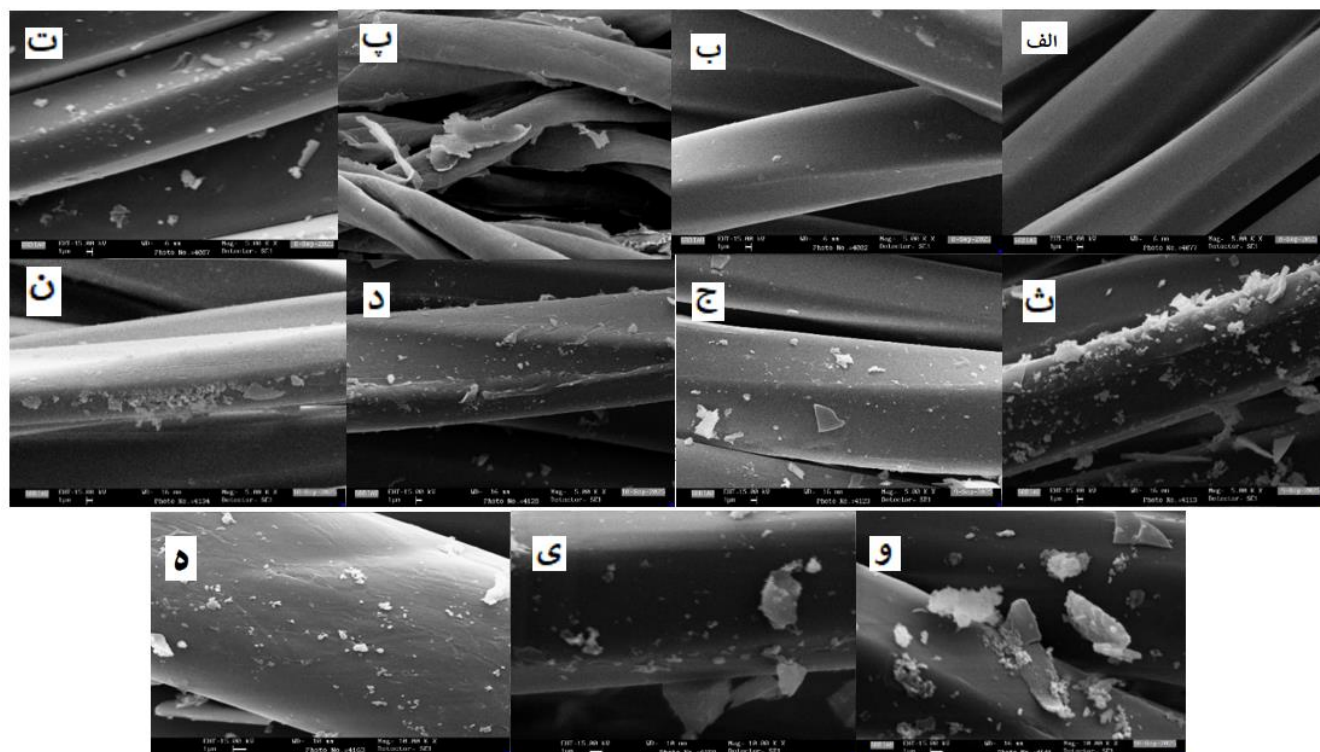
شکل (۳) تصاویر میکروسکوپی موفولوژی سطحی نمونه های عمل -

ابتدا با تشعشع مایکروویو در زمان ۸ دقیقه انجام شد [۳۸]، که شکاف

و تخریب سطحی ایجاد شده موجب قرارگیری و پوشش گرافن -

شده و عمل نشده را نشان می دهد. در شکل ۳- پ سطح پلی استر

اکساید در مرحله بعد گردید



شکل ۲- تصاویر میکروسکوپی (SEM) نمونه پارچه پلی استر: الف) نمونه خام ب) نمونه قلیایی شده پ) عمل شده با امواج مایکروویو در زمان ۸ دقیقه
ت) عمل شده با ۱٪ گرافن اکساید ث) عمل شده با ۵٪ گرافن اکساید ج) ۱٪ گرافن / ۱٪ پلی آنیلین د) ۵٪ گرافن / ۵٪ پلی آنیلین ن) ۷٪ گرافن / ۷٪ پلی آنیلین
و) ۵٪ گرافن / ۱٪ پلی آنیلین ی) ۵٪ گرافن / ۵٪ پلی آنیلین ه) ۵٪ گرافن / ۷٪ پلی آنیلین

درصد های مختلف ذکر شده مجدداً تجمع ملکولی اینبار برای پلی- آنیلین در مقایسه با گرافن اکساید در سطح الیاف پلی استر مشاهده می شود (شکل های ن، و، ی) که با نتایج استحکام سنجی در جدول ۲ مطابقت دارد حتی این تطابق در نمونه آخر (شکل ه) که کاهش این تجمعات را نشان میدهد موجب کاهش درصد ازدیاد طول و افزایش مدول ینگ (جدول ۲- نمونه ۱۰) را اثبات می کند.

از طرفی میزان گرافن اکساید از ۱٪ (شکل ت) به ۵٪ (شکل ث) تجمع ذرات گرافن را در سطح الیاف پلی استر شاهد هستیم که گرچه این تجمعات موجب افزایش استحکام می گردد، ولی بدلیل نداشتن ثبات لازم و عدم برقراری پیوند ملکولی قوی بین گرافن اکساید و لیف پلی استر قابل تامل بوده که این امر با اضافه شدن پلی آنیلین در مرحله بعد مشهودتر می باشد (شکل های ج و د). با افزایش میزان پلی آنیلین به پارچه عمل آوری شده با گرافن اکساید

جدول ۳- نتایج FTIR (برحسب cm^{-1}) و تغییرات گروه‌های عاملی تشکیل شده در طول موج های مختلف در سطح پارچه پلی استر عمل شده و عمل نشده با نانو گرافن اکساید و نانو گرافن اکساید/پلی آنیلین

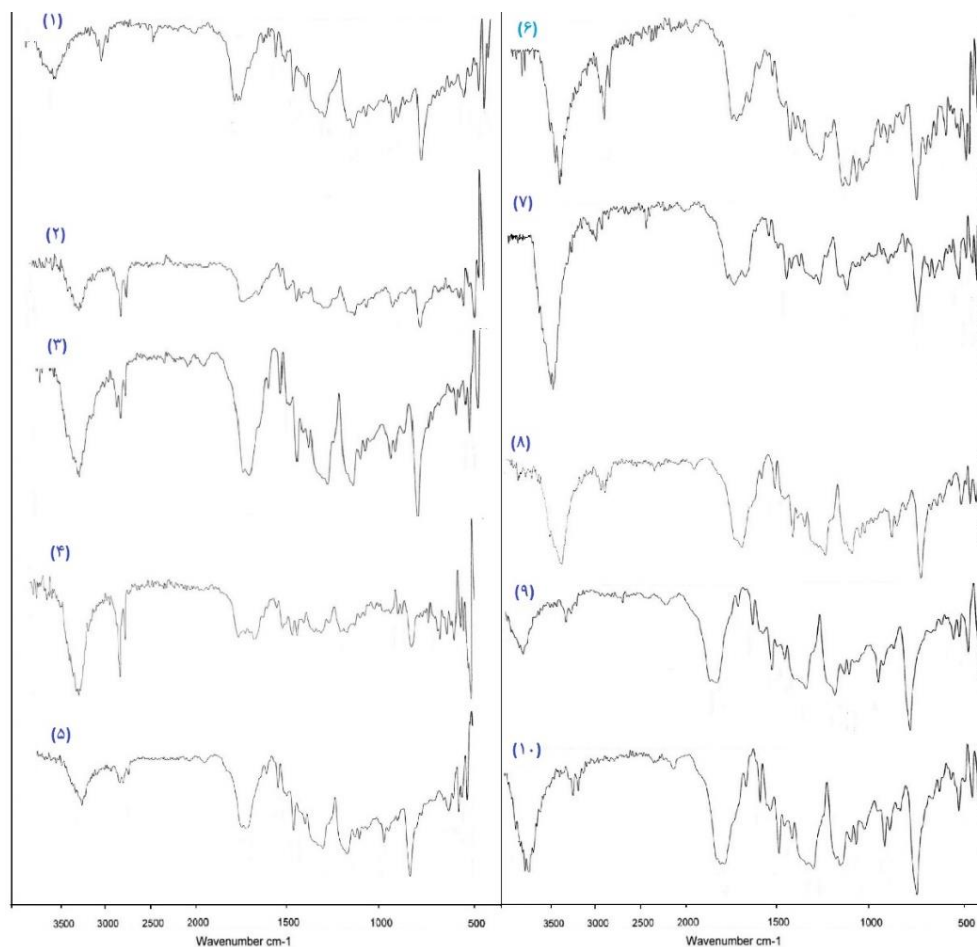
گروههای عاملی								نمونه پارچه پلی استر عمل شده و عمل نشده
C-N	C=N	N-H	O-H	C-H	CH_2	C-O	C=O	
-	-	-	۳۳۴۵	۲۹۲۳	۷۲۲	۱۲۹۳	۱۷۳۵	خام
-	-	-	۳۴۲۹	۲۹۲۲	۷۲۴	۱۲۵۸	۱۷۲۴	پیش عملیات قلیایی و میکروویو
-	-	-	۳۴۲۸	۲۹۲۲	۷۲۰	۱۲۳۶	۱۶۹۶	۱٪ نانوگرافن
-	-	-	۳۴۳۳	۲۹۲۲	۷۲۰	۱۲۴۰	۱۶۳۹	۵٪ نانو گرافن
-	-	۳۴۳۱	-	۲۹۱۷	۷۱۹	۱۲۳۵	۱۷۰۸	۱٪ نانو گرافن / ۱٪ پلی آنیلین
۱۰۴۳	-	۳۴۳۷	-	۲۹۱۹	۷۱۹	۱۲۴۱	۱۷۱۰	۱٪ نانو گرافن / ۵٪ پلی آنیلین
-	-	۳۴۳۴	-	۲۹۱۶	۷۱۸	۱۲۳۴	۱۶۹۹	۱٪ نانو گرافن / ۷٪ پلی آنیلین
-	-	۳۴۲۵	-	۲۹۱۸	۷۱۹	۱۲۳۵	۱۶۹۸	۵٪ نانو گرافن / ۱٪ پلی آنیلین
۱۰۱۶	۱۵۷۸	۳۴۳۲	-	۲۹۶۸	۷۱۹	۱۲۳۵	۱۷۰۱	۵٪ نانو گرافن / ۵٪ پلی آنیلین
۱۰۱۵	-	۳۴۲۸	-	-	۷۱۸	۱۲۳۶	۱۷۱۸	۵٪ نانو گرافن / ۷٪ پلی آنیلین

ها که در محدوده cm^{-1} ۱۲۹۳ و ۱۷۳۵ برای نمونه شاهد مشاهده شده است که در اثر واکنشهای قلیایی، آغشته سازی با گرافن و آنیلین مشخص می‌گردد که این گروه تحت تاثیر واکنش قرار گرفته و تغییرات ایجاد نموده است که این تغییرات تا طول موج cm^{-1} ۱۲۳۶ و ۱۶۳۹ برای گروه کربونیل رخ داده است که نشان از واکنش پذیری این گروه‌ها در ساختار پلی استر می باشد. با توجه به طول موج‌های جذبی مشاهده شده در این تحقیق، به دلیل عمل نمودن نمونه ها با آنیلین پیک‌های (NH) در محدوده cm^{-1} ۳۴۰۰ مشاهده گردیده که نتایج FTIR این نمونه ها تغییرات پیک طول موج جذبی را نشان می‌دهد که این گروه برای تثبیت گرافن اکساید آغشته شده توانسته با توجه به شرایط اعمال آنیلین به گروههای کربونیل بصورت مستقیم و یا غیرمستقیم پیوند برقرار نموده و سبب تثبیت گرافن

جدول (۳) و شکل (۳)، نتایج FTIR (برحسب cm^{-1}) و تغییرات گروه-های عاملی تشکیل شده در طول موج های مختلف در سطح پارچه پلی استر عمل شده و عمل نشده با نانو گرافن اکساید و نانو گرافن-اکساید/پلی آنیلین را نشان می‌دهد. با توجه به پیک‌های مشاهده شده در نمونه خام (شکل ۳-۱) گروه‌های عاملی پلی استر در طول موج های cm^{-1} ۳۳۴۵ و ۲۹۲۳ و ۷۲۲ و ۱۲۹۳ و ۱۷۳۵ مشاهده شده است. تغییرات طول موج جذبی مشاهده شده در نمونه خام در محدوده cm^{-1} ۱۷۳۵ که مربوط به گروههای کربونیل C=O می‌باشد در اثر مراحل سنتز طبق جدول ۳ نشان دهنده واکنش دادن این گروه در فرآیند سنتز می باشد که این تغییرات در نمونه پارچه پیش عمل آوری شده با شرایط قلیایی و میکروویو تا نمونه نهایی از cm^{-1} ۱۷۳۵ تا ۱۶۳۹ تغییرات طول موجی و شدت موج را بین نمونه ها نشان می‌دهد با توجه به پیک‌های مشاهده شده برای گروه‌های C-O و C=O در نمونه

شده است. تغییرات پیک‌های جذبی نمونه‌ها و ایجاد گروه‌های (C-N)

و تغییرات پیک‌های (C=O) در نمونه‌ها نشان دهنده این امر می‌باشد.



شکل ۳- نمودار نتایج FTIR (برحسب cm^{-1}) و تغییرات گروه‌های عاملی تشکیل شده در طول موج‌های مختلف در سطح پارچه پلی استر عمل شده و عمل نشده با نانو گرافن اکساید و نانو گرافن اکساید/پلی آنیلین

معادله ریاضی مقدار درصد تنش پارگی (معادله ۲) داده شده است. معادله ۲ بر حسب عوامل واقعی می‌تواند برای پیش‌بینی پاسخ برای سطوح معین هر عامل مورد استفاده قرار گیرد. در اینجا، سطوح باید در واحدهای اصلی برای هر عامل مشخص شوند. این معادله نباید

نتایج آماری حاصل از نرم افزار Design Expert 11 با طرح مرکب مرکزی نیز نشان می‌دهد که مقدار F-Value برابر ۸/۵۷ نشان می‌دهد که مدل معنادار است. تنها ۰/۶۸ درصد احتمال وجود دارد که مقدار F بتواند در این نویز رخ دهد. با توجه به مقادیر و داده‌ها

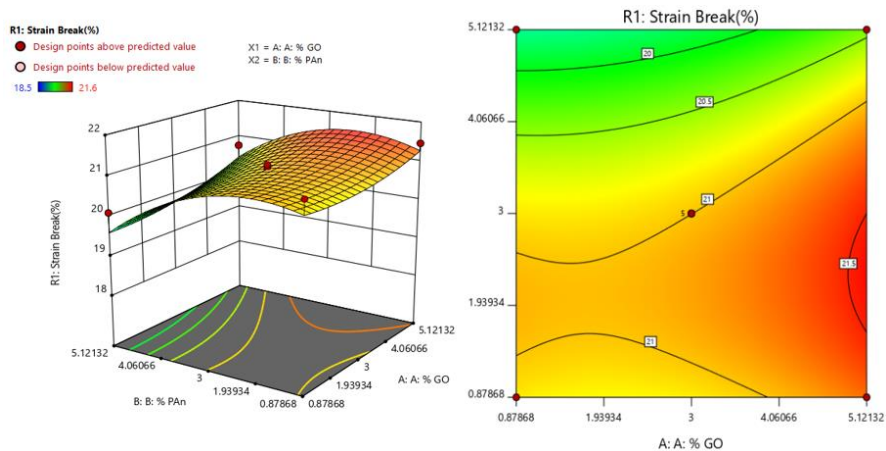
نتایج درصد تنش پارگی بر اساس مقادیر نانوگرافن اکساید و پلی-آنیلین را نشان می‌دهد.

برای تعیین تأثیر نسبی هر عامل استفاده شود زیرا ضرایب برای تطبیق با واحدهای هر عامل مقیاس‌بندی می‌شوند و عرض از مبدا در مرکز فضای طراحی قرار ندارد. شکل ۴ نیز نمودار رگرسیون RSM

جدول ۴- مدل ANOVA درصد تنش پارگی نمونه عمل شده با گرافن اکساید و پلی آنیلین روی پارچه پلی استر با استفاده از نرم افزار 11 Design Expert

ANOVA for Quadratic model					
Response 1: Strain at Break (%)					
Source	Sum of Squares	df	Mean Square	F-value	p-value
Model	6.57	5	1.31	8.57	0.0068
A-A: % GO	0.7373	1	0.7373	4.81	0.0645
B-B: % PAn	2.27	1	2.27	14.77	0.0064
AB	0.0486	1	0.0486	0.3169	0.591
A ²	0.2739	1	0.2739	1.79	0.2233
B ²	2.95	1	2.95	19.25	0.0032
Residual	1.07	7	0.1534		
Lack of Fit	1.05	3	0.3492	53.57	0.0011
Pure Error	0.0261	4	0.0065		
Cor Total	7.65	12			

significant



شکل ۴- نمودار رگرسیون RSM نتایج درصد تنش پارگی بر اساس مقادیر نانوگرافن اکساید و پلی آنیلین

$$\text{تنش پارگی} = 20.63 - (0.1949 \times \%GO) + (0.5443 \times \%PAn) - (0.245 \times \%PAn \times \%GO) + (0.441 \times \%GO^2) - (0.1447 \times \%PAn^2)$$

معادله (۲):

می‌دهند که شرایط مدل معنی دار هستند. شکل ۵ نیز نمودار رگرسیون RSM نتایج مدل یانگ بر اساس مقادیر نانوگرافن اکساید و پلی آنیلین را نشان می‌دهد. با توجه به مقادیر و داده‌ها معادله ریاضی مقدار درصد تنش پارگی (معادله ۳) داده شده است.

همچنین در مدل کوادراتیک برای ANOVA مدول یانگ (جدول ۵) زمانیکه مقدار F-value برابر ۷/۵۴ است، نشان می‌دهد که مدل نسبت به نویز معنی دار است. یک شانس ۰/۹۷ درصد وجود دارد که مقدار F می‌تواند در نویز رخ دهد. مقدار p-value کمتر از ۰/۰۵ نشان‌دهنده معنی‌دار بودن شرایط مدل است. مقادیر کوچکتر از ۰/۱ نشان

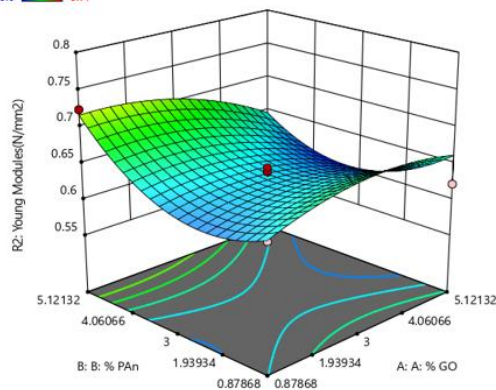
جدول ۵- مدل ANOVA مدول یانگ نمونه عمل شده با گرافن اکساید و پلی آنیلین روی پارچه پلی استر با استفاده از نرم افزار Design Expert 11

ANOVA for Quadratic model					
Response 2: Young Modules(N/mm2)					
Source	Sum of Squares	df	Mean Square	F-value	p-value
Model	0.0288	5	0.0058	7.54	0.0097
A-A: % GO	0.0012	1	0.0012	1.53	0.2562
B-B: % PAn	0.0018	1	0.0018	2.41	0.1646
AB	0.0021	1	0.0021	2.71	0.144
A ²	0.0032	1	0.0032	4.15	0.0811
B ²	0.0182	1	0.0182	23.78	0.0018
Residual	0.0054	7	0.0008		
Lack of Fit	0.0052	3	0.0017	40.38	0.0019
Pure Error	0.0002	4	0		
Cor Total	0.0342	12			

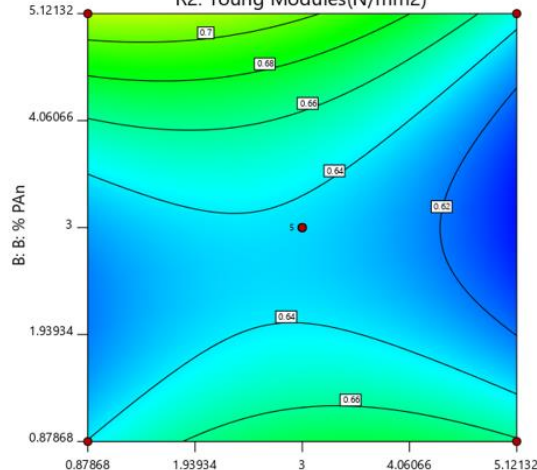
significant

R2: Young Modules(N/mm2)

● Design points above predicted value
○ Design points below predicted value
0.6 0.77



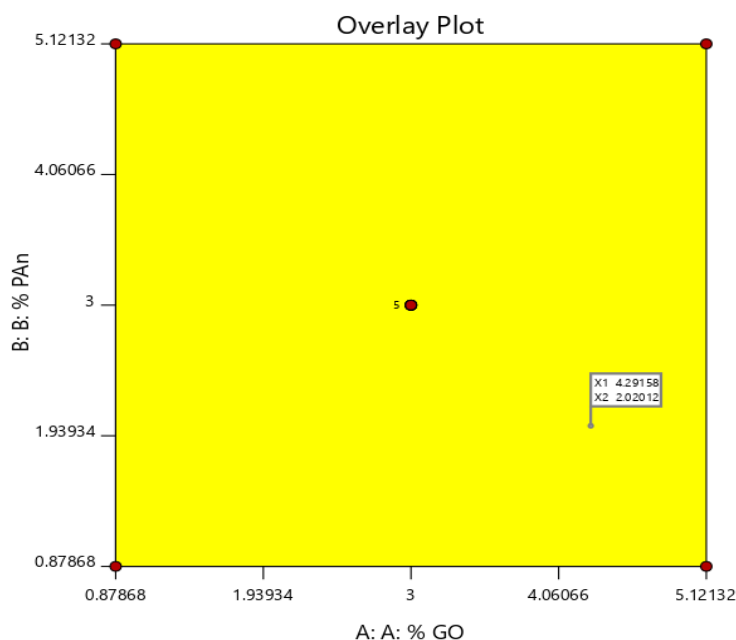
R2: Young Modules(N/mm2)


 شکل ۵- نمودار رگرسیون RSM نتایج مدل یانگ (N/mm²) بر اساس مقادیر نانوگرافن اکساید و پلی آنیلین

$$\text{معادله (۳): } (N/mm^2) \text{ یانگ} = 0.6462 + (0.37 \times \%GO) - (0.458 \times \% PAn) - (0.005 \times \%GO \times \% PAn) - (0.004 \times \%GO^2) + (0.011 \times \%PAn^2)$$

درصدهای گرافن اکساید و پلی آنیلین بهینه ترین حالت انتخابی در نمودار رگرسیون رویه سطح مقادیر ۴/۲۹ درصد برای گرافن اکساید و ۲/۰۲ درصد برای پلی آنیلین انتخاب گردید که می تواند این درصد به عنوان بهترین حالت نتیجه جهت کسب استحکام و درصد ازدیاد طول در نظر گرفته شود (شکل ۶).

معادله برحسب فاکتورهای واقعی می تواند برای پیش بینی پاسخ سطوح داده شده از هر عامل استفاده شود. در معادله ۳، سطوح باید در واحدهای اصلی برای هر عامل مشخص شوند. این معادله برای تعیین تاثیر نسبی هر عامل به کار نمی رود، زیرا ضرایب اساس تطبیق واحدهای هر عامل قیاس می شوند. با توجه به مقادیر



شکل ۶- نمودار رگرسیون رویه پاسخ سطح برای انتخاب بهینه ترین حالت ممکن برای میزان درصد انتخابی ترکیب پلی آنیلین و گرافن اکساید جهت بهترین درصد تنش پارگی پلی استر

۴- نتیجه گیری

پارچه قبل و بعد از پوشش دهی با استفاده از میکروسکوپ الکترونی انعکاسی (SEM) انجام گرفته شده نشان داد که سطح الیاف پلی استر قبل از پوشش دهی و در مرحله پیش عملیات قلیایی و سپس قرارگیری در تشعشع مایکروویو، وجود شکاف و تخریب سطح الیاف

در این پژوهش خصوصیات فیزیکی و موفولوژی سطحی پارچه پلی - استر پوشش داده با گرافن اکساید/ پلی آنیلین با درصد های مختلف مورد ارزیابی قرار گرفت. نتایج تصاویر تغییرات موفولوژی سطحی

می‌دهد که این گروه برای تثبیت گرافن اکساید آغشته شده توانسته با توجه به شرایط اعمال آنیلین به گروه‌های کربونیل بصورت مستقیم و یا غیرمستقیم پیوند برقرار نموده و سبب تثبیت گرافن شده است. تغییرات پیک‌های جذبی نمونه‌ها و ایجاد گروه‌های C-N و تغییرات پیک‌های C=O در نمونه‌ها نشان‌دهنده این امر می‌باشد. همچنین میزان تنش پارگی و مدول یانگ پارچه نیز مورد ارزیابی قرار گرفت که بیشترین مقدار تنش پارگی مربوط نمونه عمل‌آوری شده با ۱٪ گرافن و ۷٪ پلی آنیلین با مقدار ۲۱/۶۱۱ و مدول یانگ ۰/۶۲ مشاهده گردید. در پایان بهینه ترین حالت پوشش‌دهی گرافن اکساید/پلی آنیلین با استفاده از آنالیز آماری طرح مرکب مرکزی با میزان ۴/۲۹ درصد برای گرافن اکساید و ۲/۰۲ درصد برای پلی آنیلین جهت کسب درصد ازدیاد طول و مدول یانگ مطلوب بدست آمد.

۵- منابع:

- [1] Kim, D.-Y., Sinha-Ray, S., Park, J.-J., Lee, J.-G., Cha, Y.-H., Bae, S.-H., Ahn, J.-H., Jung, Y.C., Kim, S.M., Yarin, A.L. and Yoon, S.S. (2014), Self-Healing Reduced Graphene Oxide Films by Supersonic Kinetic Spraying. *Adv.Funct.Mater.*, 24:4986-4995.
<https://doi.org/10.1002/adfm.201400732>
- [2] Lü, W., Chen, J., Wu, Y., Duan, L., Yang, Y., & Ge, X. (2014). Graphene-enhanced visible-light photocatalysis of large-sized CdS particles for wastewater treatment. *Nanoscale research letters*, 9(1), 148. <https://doi.org/10.1186/1556-276X-9-148>.

پلی استر حاصل شده که در مرحله بعدی با پلی آنیلین و گرافن اکساید پوشش‌دهی لازم انجام شد که ارزیابی تشکیل و وجود گروه‌های عاملی در سطح پارچه با استفاده از دستگاه طیف سنج مادون قرمز (FTIR) برای نمونه‌های مختلف عمل‌آوری شده اثبات و در نمودار پیک طیف سنج مادون قرمز نشان داده شد. بطوریکه با توجه به پیک‌های مشاهده شده برای گروه‌های C-O و C=O در نمونه‌ها که در محدوده 1293 cm^{-1} و 1735 برای نمونه شاهد مشاهده شده است که در اثر واکنش‌های قلیایی، آغشته‌سازی با گرافن و آنیلین مشخص شد که این گروه تحت تاثیر واکنش قرار گرفته و تغییرات ایجاد نموده است، که این تغییرات تا طول موج 1236 cm^{-1} و 1639 برای گروه کربونیل رخ داده است، که نشان از واکنش‌پذیری این گروه‌ها در ساختار پلی استر می‌باشد. از طرفی به دلیل عمل نمودن نمونه‌ها با آنیلین پیک‌های (NH) در محدوده 3400 cm^{-1} مشاهده گردیده که نتایج FTIR این نمونه‌ها تغییرات پیک طول موج جذبی را نشان

[3] Potts JR, Dreyer DR, Bielawski CW, Ruoff RS (2011) Graphene-based polymernano composites. *Polymer* 52(1):5–25. <https://doi.org/10.1016/j.polymer.2010.11.042>.

[4] Sadasivuni KK, Ponnammam D, Thomas S, Grohens Y (2014) Evolution from graphite to graphene elastomer composites. *Prog Polym Sci* 39(4):749–780. <https://doi.org/10.1016/j.progpolymsci.2013.08.003>

[5] Punetha VD, Rana S, Yoo HJ, Chaurasia A, McLeskey JT Jr, Ramasamy MS et al (2017) Functionalization of carbon nanomaterials for advanced polymer nanocomposites: A comparison study between CNT and graphene. *Prog Polym Sci* 67:1–47. <https://doi.org/10.1016/j.progpolymsci.2016.12.010>.

- [6] Lee C, Wei X, Kysar JW, Hone J (2008) Measurement of the elastic properties and intrinsic strength of monolayer graphene. *Science* 321(5887):385–388. DOI: 10.1126/science.1157996.
- [7] Ruiz-Vargas CS, Zhuang HL, Huang PY, Van Der Zande AM, Garg S, McEuen PL et al (2011) Softened elastic response and unzipping in chemical vapor deposition graphene membranes. *Nano Lett* 11(6):2259–2263. <https://doi.org/10.1021/nl200429f>
- [8] Song Z, Artyukhov VI, Yakobson BI, Xu Z (2013) Pseudo Hall–Petch strength reduction in polycrystalline graphene. *Nano Lett* 13(4):1829–1833. <https://doi.org/10.1021/nl400542n>.
- [9] Gong, T., Lam, D.V., Liu, R., Won, S., Hwangbo, Y., Kwon, S., Kim, J., Sun, K., Kim, J.-H., Lee, S.-M. and Lee, C. (2015), Thickness Dependence of the Mechanical Properties of Free-Standing Graphene Oxide *Papers. Adv. Funct. Mater.*, 25:3756–3763. <https://doi.org/10.1002/adfm.201500998>
- [10] Dikin, D., Stankovich, S., Zimney, E. et al. Preparation and characterization of graphene oxide paper. *Nature* 448, 457–460 (2007). <https://doi.org/10.1038/nature06016>
- [11] Kang S-H, Fang T-H, Hong Z-H, Chuang C-H (2013) Mechanical properties of free-standing graphene oxide. *Diam Relat Mater* 38:73–78. <https://doi.org/10.1016/j.diamond.2013.06.016>.
- [12] Kashyap S, Pratihari SK, Behera SK (2016) Strong and ductile graphene oxide reinforced PVA nanocomposites. *J Alloys Compd* 684:254–260. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2016.05.162>
- [13] Bora C, Bharali P, Baglari S, Dolui SK, Konwar BK (2013) Strong and conductive reduced graphene oxide/polyester resin composite films with improved mechanical strength, thermal stability and its antibacterial activity. *Compos Sci Technol* 87:1–7. <https://doi.org/10.1016/j.compscitech.2013.07.025>.
- [14] Niu H, Qin S, Mao X, Zhang S, Wang R, Wan L, Xu J, Miao S, Axle-sleeve Structured MWCNTs/Polyaniline Composite Filmas Cost-effective Counter-Electrodes for High Efficient Dye-Sensitized Solar Cells, *Electrochimica Acta*, 121, 2014, 285–293. <https://doi.org/10.1016/j.electacta.2013.12.059>.
- [15] Lin J Y, Wang W Y, Lin Y T, Characterization of polyaniline counter electrodes for dye-sensitized solar cells, *Surface and Coatings Technology*, 231, 2013, 171–175. <https://doi.org/10.1016/j.surcoat.2012.06.039>
- [16] Qin Q, Zhang R, A novel conical structure of polyaniline nanotubes synthesized on ITO-PET conducting substrate by electrochemical method, *Electrochimica Acta*, 89, 2013, 7267–731. <https://doi.org/10.1016/j.electacta.2012.11.107>.
- [17] Motaghitalab, V and Saberi Motlagh, M. (2018). The Application of Carbon Fabric Coated with Polyaniline as a Sensitive Color Solar Cell Cathode. *Advanced Materials and New Coatings*, 6(24), 1703–1718. doi: /AMNC.2018.6.24.1
- [18] Wang, Y., Gao, X., Fu, Y. Q., Wu, X. M., Wang, Q. G., Zhang, W. Z., & Luo, C. Y, Enhanced microwave absorption performances of polyaniline/graphene aerogel by covalent bonding. *Composites Part B: Engineering*, 169, 2019, 221–228. <https://doi.org/10.1016/j.compositesb.2019.04.008>
- [19] Sanchez, J. A. L., Diez-Pascual, A. M., Capilla, R. P., & Diaz, P. G, The effect of hexamethylene diisocyanate-modified graphene oxide as a nanofiller mate-

- rial on the properties of conductive polyaniline, *Polymers*, 11,2019, 1032. <https://doi.org/10.3390/polym11061032>
- [20] Shah, S. S. A., Nasir, H., & Saboor, A. (2018). Improved dielectric properties of polyetherimide and polyaniline-coated few-layer graphene based nanocomposites. *Journal of Materials Science: Materials in Electronics*, 29(1), 402–411. <https://doi.org/10.1007/s10854-017-7929-8>.
- [21] Li, Z. F., Zhang, H., Liu, Q., Liu, Y., Stanciu, L., & Xie, J. (2014). Covalently-grafted polyaniline on graphene oxide sheets for high performance electrochemical supercapacitors. *Carbon*, 71, 257–267. <https://doi.org/10.1016/j.carbon.2014.01.037>.
- [22] L. Lai, H. Yang, L. Wang, B. K. Teh, J. Zhong, H. Chou, L. Chen, W. Chen, Z. Shen, R. S. Ruoff and J. Lin, Preparation of Supercapacitor Electrodes through Selection of Graphene Surface Functionalities, *ACS Nano*, 2012, 6, 5941–5951. <https://doi.org/10.1021/nn3008096>
- [23] J. Diao, J. Yuan, A. Ding, J. Zheng and Z. Lu, Flexible Supercapacitor Based on Inkjet-Printed Graphene@Polyaniline Nanocomposites with Ultrahigh Capacitance, *Macromol. Mater. Eng.*, 2018, 303, 1800092. <https://doi.org/10.1002/mame.201800092>
- [24] Z. Gao, F. Wang, J. Chang, D. Wu, X. Wang, X. Wang, F. Xu, S. Gao and K. Jiang, Chemically grafted graphene-polyaniline composite for application in supercapacitor, *Electrochim. Acta*, 2014, 133, 325–334. <https://doi.org/10.1016/j.electacta.2014.04.033>.
- [25] Wang, Z., Han, J.J., Zhang, N. et al. Synthesis of polyaniline/graphene composite and its application in zinc-rechargeable batteries. *Journal of Solid State Electrochem* 23, 3373–3382 (2019). <https://doi.org/10.1007/s10008-019-04435-x>.
- [26] T. Yu, P. Zhu, Y. Xiong, H. Chen, S. Kang, H. Luo and S. Guan, Synthesis of microspherical polyaniline/graphene composites and their application in supercapacitors *Electrochim. Acta*, 2016, 222.
- [27] J Yan, Y Huang, C Wei, N Zhang, P Liu, Covalently bonded polyaniline/graphene composites as high-performance electromagnetic (EM) wave absorption materials *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, volume 99, p.121–128. Posted: 2017. <https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2017.04.016>
- [28] V. H. Nguyen, C. Lamiel, D. Kharismadewi, V. C Tran and J.-J Shim, Covalently bonded reduced graphene oxide/polyaniline composite for electrochemical sensors and capacitors, *Jornal Electroanal. Chem.*, 2015, 758, 148–155.
- [29] Dreyer, D. R., Park, S., Bielawski, C. W., & Ruoff, R. S. (2010). The chemistry of graphene oxide. *Chemical society reviews*, 39(1), 228–240. <https://doi.org/10.1039/b917103g>
- [30] D. K. James and J. M. Tour, *Acc. Chem. Res.*, Graphene: Powder, Flakes, Ribbons, and Sheets, 2013, 46, 2307–2318. <https://doi.org/10.1021/ar300127r>
- [31] A. M. Dimiev, L. B. Alemany and J. M. Tour, Mechanism of Graphene Oxide Formation, *ACS Nano*, 2013, 7, 576–588.

- [32] Anila Tabasum, Amna Siddique, Humaira Razzaq, Hafiza Hifza Nawaz, Shumaila Razzaque, Saba Tahir, Shaista Taimur, Nusrat Jabeen, Samreen Shehzadi; Integrated synergy: PSF/PANI/GO membranes for dual-action textile dye detoxification. *Mater. Adv.* 2024; 5 (11): 4736–4752. <https://doi.org/10.1039/d4ma00165f>
- [33] Jin Fang, Caimei Zhao, Chen Meng, Guangzhi Zhang; Preparation and properties of PA and PANI conductive and flame retardant functional polyester fabric without droplet, *Journal of Science Direct*, vol.30, 2022. <https://doi.org/10.1016/j.mtcomm.2021.103031>
- [34] Muhammad F.A and Mohd M.M, Enhancing the Washing Durability and Electrical Longevity of Conductive Polyaniline-Grafted Polyester Fabrics, *ACS Omega* 2023, 8, 37936 – 37947. <https://doi.org/10.1021/acsomega.3c03377>
- [35] Andrzej Ambroziak and Paweł Kłosowski, Influence of water soaking on the ultimate tensile strength of polyester-based coated woven fabrics, *Journal of Polymer Science*, 2023, 303-318. DOI: 10.24425/ace.2023.147661
- [36] Juntarasakul, O., Julapong, P., Srichonphaisarn, P. et al. Weave structures of polyester fabric affect the tensile strength and microplastic fiber emission during the laundry process. *Sci Rep* 15, 2272 (2025). <https://doi.org/10.1038/s41598-025-86866-3>
- [37] Arese, M.; Nowak, P.; Schmid, R.; Tedesco, M. Investigation of composition, structure, electrical properties, and ageing resistance of conductive flocked fabric for automotive applications. *Polymers*, 17, 2025, 2212. <https://doi.org/10.3390/polym17162212>
- [38] Akbarpour, H., Rashidi, A., Mirjalili, M. et al. Comparison of the conductive properties of polyester/viscose fabric treated with Cu nanoparticle and MWCNTs. *J Nanostruct Chem* 9, 335–348 (2019). <https://doi.org/10.1007/s40097-019-00322-z>
- [39] Baseri, S. (2025). Optimization of Wool Dyeing Process with Z. Spina-Christ Root Dye by RSM. *Journal of Textile Science and Technology*, 14(2), 43-67. doi: 10.22034/jtst.2025.506547.1489
- [40] Haji, A. and Arefi, N. (2019). Application of Response Surface Methodology in Optimization of Dyeing of Wool with Citrus Aurantium Leaves as Natural Dye. *Journal of Textile Science and Technology*, 8(3), 5-13.