

T.C.
GEBZE TEKNİK ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

KÜÇÜK ÇAPLARDA BONCUKSUZ NANOLİF ÜRETİMİ

TUĞÇE NUR YÖRÜKHAN
YÜKSEK LİSANS TEZİ
KİMYA MÜHENDİSLİĞİ ANABİLİM DALI

GEBZE

2022

T.C.
GEBZE TEKNİK ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

KÜÇÜK ÇAPLARDA BONCUKSUZ
NANOLİF ÜRETİMİ

TUĞÇE NUR YÖRÜKHAN
YÜKSEK LİSANS TEZİ
KİMYA MÜHENDİSLİĞİ ANABİLİM DALI

DANIŞMANI
DR. ÖĞR. ÜYESİ ÇİĞDEM TAŞDELEN-YÜCEDAĞ

GEBZE
2022

T.R.
GEBZE TECHNICAL UNIVERSITY
GRADUATE SCHOOL OF NATURAL AND APPLIED SCIENCES

**PRODUCTION OF BEAD FREE
NANOFIBERS WITH SMALL DIAMETER**

TUĞÇE NUR YÖRÜKHAN
A THESIS SUBMITTED FOR THE DEGREE OF
MASTER OF SCIENCE
DEPARTMENT OF CHEMICAL ENGINEERING

THESIS SUPERVISOR
ASSIST. PROF.DR. ÇİĞDEM TAŞDELEN-YÜCEDAĞ

GEBZE
2022



YÜKSEK LİSANS JÜRİ ONAY FORMU

GTÜ Fen Bilimleri Enstitüsü Yönetim Kurulu'nun 30/06/16 tarih ve 2022/33 sayılı kararıyla oluşturulan jüri tarafından 22/07/2022 tarihinde tez savunma sınavı yapılan Tuğçe Nur Yörükhan'ın tez çalışması Kimya Mühendisliği Anabilim Dalında YÜKSEK LİSANS tezi olarak kabul edilmiştir.

JÜRİ

ÜYE

(TEZ DANIŞMANI)

: Dr. Öğr. Üyesi Çiğdem TAŞDELEN-YÜCEDAĞ

ÜYE

: Dr. Öğr. Üyesi Özgün YÜCEL

ÜYE

: Doç. Dr. Cem Bülent ÜSTÜNDAĞ

ONAY

Gebze Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Yönetim Kurulu'nun
...../...../..... tarih ve/..... sayılı kararı.

İMZA/MÜHÜR

ÖZET

Nanofiberler, yüksek yüzey alanı/hacim oranına sahip olma, iyi derecede mekanik performans gösterme, kolay yüzey modifikasyonu özelliği gibi birçok önemli özelliğinden dolayı geniş ölçekte üretilebilen nanomalzeme gruplarının en önemli, gelecek vaat eden ve ilgi çekici malzeme türlerinden biri olmuştur. Akademi ve endüstride, doku mühendisliği ve tıp, filtrasyon, sensörler, enerji üretimi ve depolanması gibi çeşitli endüstriyel alanlarda, nanofiber bazlı sistemlerin kullanılmasına ilişkin, çok sayıda devam eden araştırma bulunmaktadır. Küçük çap boyutuna sahip olmaları, nanofiberleri, yüksek yüzey alanının veya yüzey işlevselliği kazandırılmasının gerekli olduğu uygulamalar için başvurulacak mükemmel bir malzeme haline getirir. Bunun dışında nanofiberlerin termal stabilitesi, elektriksel iletkenliği, mekanik özellikleri, fotokatalitik aktivitesi ve biyoaktivitesi gibi özellikleri, nanofiberlerin çap boyutu ve morfolojisi ile kontrol edilebilir.

Poli(metil metakrilat) (PMMA) nanofiberler, biyomedikal sistemler, güneş enerjisi, pil ve sensörler gibi farklı uygulamalar için kullanılmaktadır ve elektro eğirme yöntemi ile kolayca üretilebilirler. Küçük çap uzunluğuna sahip nanofiberlerin elde edilmesi, nanofiberlerin performansını düşüren ve morfolojisini olumsuz etkileyen büyük boncukların varlığına yol açmaktadır. Literatürde fiber çaplarını azaltmak için çözelti konsantrasyonu veya viskozitesi azaltılarak ince nanofiberler üretilmiş olmasına rağmen boncuk oluşumu sorunu devam etmiştir. Bu çalışmanın amacı, küçük çaplarda, boncuksuz ve pürüzsüz PMMA nanofiberlerin elde edilebilmesi için çözeltiye iyonlaşabilir bir tuz ekleyerek çözelti iletkenliğini artırmak ve böylece elektro eğirme yöntemi ile istenilen boyutta (150~200 nm) ve düzgün morfolojide nanofiberler üretmektir. Çözelti için PMMA polimeri, N,N-dimetilformamid (DMF) çözücüsü ve çözelti iletkenliğini artırmak için Lityum Klorür (LiCl) tuzu kullanılmıştır. Bu amaca ulaşmak için elektro eğirme ve çözelti parametreleri incelenmiştir. Sonuç olarak, elektro eğirme yöntemi ile çözeltinin iletkenliği artırılarak boncuksuz ve küçük çaplı nanofiberler (150~200 nm) üretilmiştir.

Anahtar Kelimeler: PMMA, Nanofiberler, İletkenlik, Elektro eğirme.

SUMMARY

Nanofibers are one of the most important and promising material types of nanomaterial groups that can be generated on large scale. Correspondingly, high surface area/volume ratio, great aspect ratio, the ability for further surface modification, high porous networking ability, and excellent mechanical performance makes nanofibers interesting. In academia and industry, there has been a lot of ongoing research on using nanofiber-based systems in various industrial fields e.g., tissue engineering and medicine, filtration, sensors, production, and storage of energy, and more. Having a small diameter size makes nanofibers a perfect applicant for applications where high surface area is required or for combined surface functionality. Thermal stability, electrical conductivity, mechanical properties, photocatalytic activity, and bioactivity of nanofibers can be controlled with nanofibers' diameter size and morphology.

Poly (methyl methacrylate) (PMMA) nanofibers are used for different applications such as biomedical, solar, battery, and sensors. They can be easily produced by electrospinning. However, it is reported that having smaller diameter sizes leads to the presence of large beads, which decreases the performance of these nanofibers. In the literature, to decrease fiber diameters, the concentration or viscosity of the solution has decreased but the problem of bead formation still exists. The goal of this study is to increase the conductivity of the solution by adding ionizable salt to the solution and produce smooth, bead-free, and smaller diameter size of PMMA nanofibers via the electrospinning method. Polymethyl methacrylate (PMMA) as a polymer, and N-N-dimethylformamide (DMF) as a solvent were used to prepare the polymer solution. Lithium Chloride (LiCl) salt was used to increase the conductivity of the polymer solution. The electrospinning and solution parameters were studied to achieve this goal. In conclusion, bead-free and small diameter nanofibers (150~200 nm) were produced by the electrospinning method by increasing the conductivity of the solution.

Keywords: PMMA, Nanofibers, Conductivity, Electrospinning.

TEŞEKKÜR

Yüksek lisans eğitimimde ve akademik hayatımda desteğini ve yardımlarını hiçbir zaman esirgemeyip bilgisi ile bu çalışmanın oluşmasının yolunu açan danışmanım Dr. Öğr. Üyesi Çiğdem TAŞDELEN-YÜCEDAĞ ve Dr. Öğr. Üyesi Muhammed Enes ORUÇ hocalarıma en içten teşekkürlerimi sunarım.

Bu çalışma, Türkiye Bilimsel ve Teknolojik Araştırma Kurumu'nun (TÜBİTAK) sağladığı 120M233 numaralı 1001 projesi tarafından desteklenmiştir.



İÇİNDEKİLER

	<u>Sayfa</u>
ÖZET	v
SUMMARY	vi
TEŞEKKÜR	vii
İÇİNDEKİLER	viii
SİMGELER VE KISALTMALAR DİZİNİ	x
ŞEKİLLER DİZİNİ	xi
TABLolar DİZİNİ	xiv
1. GİRİŞ	1
2. TEORİK BÖLÜM	4
2.1. Nanofiberler	4
2.2. Elektro eğirme yöntemi	5
2.2.1. Polimer Çözeltisi ile İlgili Parametreler	9
2.2.1.1. Çözeltinin konsantrasyonu	9
2.2.1.2. Çözücü	10
2.2.1.3. Çözeltinin elektrik iletkenliği	10
2.2.1.4. Çözelti viskozitesi	10
2.2.1.5. Polimerin molekül ağırlığı	11
2.2.2. Elektro eğirme sistemi ile ilgili parametreler	11
2.2.3. Ortam Koşulları ile İlgili Parametreler	13
2.3. Eriyik üfleme kurulumu	14
2.4. Elektro üfleme kurulumu	15
2.5. Çözelti üflemeli eğirme yöntemi	16

2.6. Santrifüj eğirme (kuvvetli eğirme)	17
2.7. Eriyik elektro üfleme yöntemi	18
2.8. Şablon sentezi	19
3. MALZEME VE YÖNTEM	21
3.1. Kullanılan kimyasallar	21
3.2. Kullanılan ekipman ve cihazlar	21
3.3. Elektro eğirme yöntemi ile nanofiber üretimi	21
4. SONUÇLAR VE TARTIŞMA	29
5. SONUÇLAR	47
KAYNAKLAR	50
ÖZGEÇMİŞ	54

SİMGELER VE KISALTMALAR DİZİNİ

<u>Simgeler ve</u> <u>Kisaltmalar</u>	<u>Açıklamalar</u>
nm	: Nanometre
g	: Gram
MA	: Molekül ağırlığı (g / mol)
mL	: Mililitre
h	: Saat
sn	: Saniye
Q	: Besleme debisi (mL / h)
Kv	: Kilovolt
Kw	: Kilowatt
E	: Uygulanan elektrik gücü (kV)
m_1	: Nanofiberin kuru ağırlığı (g)
m_2	: Nanofiberin yaş ağırlığı (g)
ρ_s	: Sıvı yoğunluğu (g/cm^3)
ρ_p	: Polimer yoğunluğu (g/cm^3)
$\varepsilon\%$	: % Porozite
d	: İğne ucu ile toplayıcı arasındaki mesafe (cm)
μm	: Mikrometre
μL	: Mikrolitre
D	: Nanofiber çapı (nm)
G	: Gauge (İğne ucu ölçüsü)
% wt	: Ağırlıkça % konsantrasyon
SEM	: Taramalı elektron mikroskobu
PMMA	: Polimetilmetakrilat
LiCl	: Lityum Klorür
DMF	: N-N Dimetil formaldehit
IPA	: İzopropil alkol

ŞEKİLLER DİZİNİ

<u>Sekil No:</u>	<u>Sayfa</u>
2.1: Nanofiber sentezleme yöntemleri.	5
2.2: Elektro eğirme sistem şeması.	6
2.3: Çözelti damlacığının taylor konisine dönüş aşamaları.	6
2.4: Farklı çözelti viskozitelerinde boncuklu yapıdaki fiber morfolojileri: (a) 13 mPa s, (b) 160 mPa s, ve (c) 527 mPa s. % 20'lik (w/v) polistiren (PS) çözeltisinin farklı oranlardaki DMF çözeltisi ile hazırlanması sonucu elde edilen fiberlerin SEM görüntüleri: (d) DMF-2 Aldrich %99, (e) Sigma % 99.8 ve (f) Fluka %98.	7
2.5: Mikrofiberler ve nanofiberlerin uygulamaları.	8
2.6: Nanofiber üretim teknolojileri ve ilgili fiber çap aralığı.	8
2.7: Farklı konsantrasyonlarda (a) 12, (b) 15, (c) 18 ve (d) 21 (ağırlıkça %) ve % 25 nemde elde edilen PMMA nanofiberlerin SEM görüntüleri.	9
2.8: Uygulanan voltajın Taylor Konisi formasyonuna etkisi. Düşük voltajda, kılcal uçta asılı bir damlacık (beyaz) oluşurken, asılı damlacık ucunda Taylor Konisi (koyu mavi) oluşur. Voltajın artırılması, kılcal uçta taylor konisi oluşmaya başlamasına, voltajın daha da artırılması ile kılcal uçtan fiber jetin çıkmasına neden olur.	13
2.9: Farklı nem koşullarında (a) 15-25%, (b) 26-40%, (c) 41-55%, (d) 56,70%, (e) gözeneksiz nanofiberin enine kesit, (f) gözenekli PS nanofiberin enine kesit SEM görüntüleri.	15
2.10: Eriyik polimer, yüksek hızda hava akımı ve toplayıcı yüzey kullanılan eriyik üfleme kurulumu.	16
2.11: Standart elektro eğirme ve eriğik eriğik üfleme sistem kombinasyonu ile kurulan elektro üfleme sistem kurulumu.	17
2.12: Çözelti Üflelemeli Eğirme sisteminde kullanılan eş merkezli nozul dizaynı. Gaz/çözelti sınırındaki P ₂ basıncı lifleri oluşturmak için bir itici güç oluşturmak için çıkan P ₁ basıncından çok daha düşüktür.	17
2.13: Dönen toplayıcı yüzeyin kullanıldığı geleneksel çözelti üflelemeli eğirme kurulumu.	18

2.14:	Nanolifler oluşturmak için elektrik alanı yerine merkezkaç kuvveti kullanan kuvvetli eğirme düzeneği.	19
2.15:	Erişik üfleme sistem düzeneği.	20
2.16:	Şablon sentez yöntemi ile nanofiber üretim prosesi.	22
3.1:	PMMA/DMF çözeltisi manyetik karıştırıcı üzerinde 24 saat 1000 rpm hızla karıştırılarak hazırlanışı	22
3.2:	Elektro eğirme sisteminde kullanılan (a) yüksek güç sağlayıcı, (b) şırınga pompası, (c) ultrasonic banyo (Elmasonic).	23
3.3:	Elektro eğirme sistem düzeneğinin (a) önden ve (b) üstten görünüşü.	24
3.4:	Elektro eğirme sistem mekanizması.	26
3.5:	Oksijen Plazma Cihazı (Harrick Plasma Cleaner).	27
3.6:	Temas açısı ölçüm sonuçları için, hidrofilik/hidrofobik yüzeyin temas açısına bağlı olarak değişimi.	29
4.1:	(A1) Tablo 3.1.'de verilen parametreler uygulanarak elde edilen nanofiberlerin 5 mikrometre de ve 15 kV altında çekilen SEM görüntüleri ve çap histogramları.	30
4.1:	(B1-F1) Tablo 3.1.'de verilen parametreler uygulanarak elde edilen nanofiberlerin 5 mikrometre de ve 15 kV altında çekilen SEM görüntüleri ve çap histogramları.	31
4.1:	(G1-H1) Tablo 3.1.'de verilen parametreler uygulanarak elde edilen nanofiberlerin 5 mikrometre de ve 15 kV altında çekilen SEM görüntüleri ve çap histogramları.	32
4.2:	Nanofiber örnek numarası (a) C1 olan 118,9 nm çaplı nanofiber örneği ve SEM görüntüsü, (b) nanofiber örnek numarası E1 olan 298,1 nm çaplı nanofiber örneği ve SEM görüntüsü.	33
4.3:	Tablo 3.2.'de verilen parametreler uygulanarak elde edilen nanofiberlerin 5 mikrometre de ve 15 kV altında çekilen SEM görüntüleri ve çap histogramları.	34
4.4:	Nanofiber örnek numarası C2 olan 636,6 nm çaplı nanofiber örneği ve SEM görüntüsü.	35
4.5:	Tablo 3.3'te verilen parametreler uygulanarak elde edilen nanofiberlerin 5 mikrometre de ve 15 kV altında çekilen SEM görüntüleri ve çap histogramları.	36

4.6:	Nanofiber örnek numarası C3 olan 363,2 nm çaplı nanofiber örneği ve SEM görüntüsü.	37
4.7:	Tablo 3.4.'te verilen parametreler uygulanarak elde edilen nanofiberlerin 5 mikrometre de ve 10 kV altında çekilen SEM görüntüleri ve çap histogramları.	38
4.8:	Örnek numarası E4 olan 157,49 nm ortalama çaptaki nanofiberin görüntüsü.	39
4.9:	Tablo 3.5.'te verilen parametreler uygulanarak elde edilen nanofiberlerin 5 mikrometre de SEM görüntüleri ve çap histogramları.	41
4.10:	A5 numunesinin (a) 20 m ve (b) 1 mikrometredeki SEM görüntüleri.	42
4.11:	Cam yüzey üzerinde üretilen nanofiberlerin görüntüleri.	42
4.12:	Akhtar ve ark. yaptıkları çalışma sonucu elde ettikleri nanofiberlerin FESEM görüntüsü.	43
4.13:	Li ve ark. yaptıkları çalışmanın 18 kV güç uygulandığı durumda elde edilen nanofiberlerin SEM görüntüsü	43
4.14:	Farklı PMMA konsantrasyonlarında (a) ağırlıkça %2, (b) ağırlıkça % 0.7 elde edilen nanofiberlerin SEM görüntüleri.	44
4.15:	Mohammed ve ark. yaptıkları çalışmaya ait (FESEM) görüntüsü. Parametreler: 20 kV güç, 1ml/h besleme debisi, 15 cm mesafe, 27 G iğne ucu ölçüsü, ağırlıkça %15 çözelti konsantrasyonu.	45
4.16:	A5 nanofiber örneği üzerinden sabit damla yöntemi ile su temas açısı ölçüm görüntüsü.	45
4.17:	Üretim süresine bağlı olarak elde edilen nanofiberlerin porozite grafiği.	46

TABLÖLAR DİZİNİ

<u>Tablo No:</u>	<u>Sayfa</u>
2.1: Elektro Eğirme Yöntemi İle Elde Edilen Nanofiberin Morfolojisini Etkileyen Parametreler.	14
3.1: 15 Cm Mesafe İle, 0.5 Ml/H Çözelti Besleme Debisi Sabit Tutularak Yapılan Denemelerde Kullanılan Parametreler Ve Bu Parametreler İle Elde Edilen Nanofiber Çap Değerleri.	24
3.2: Ağırlıkça %20 Pmma/Dmf Çözelti Konsantrasyonunda Yapılan Denemelerde Kullanılan Parametreler Ve Bu Parametrelere Bağlı Olarak Elde Edilen Nanofiberlerin Çapları.	25
3.3: Ağırlıkça %15 Pmma/Dmf Çözelti Konsantrasyonunda, 0,1 Ml/H Besleme Debisinde, 20 Gauge İğne Ucu Kullanılarak Yapılan Denemelerde Kullanılan Parametreler Ve Bu Parametrelere Bağlı Olarak Elde Edilen Nanofiberlerin Çapları.	25
3.4: Çözeltiye LiCl Tuzu Eklenmesi Durumunda Ağırlıkça %15 Pmma/LiCl/Dmf Çözelti Konsantrasyonunda, 20 Gauge İğne Ucu İle 12 Kw Güç Uygulanarak Yapılan Denemelerde Kullanılan Parametreler Ve Bu Parametrelere Bağlı Olarak Elde Edilen Nanofiberlerin Çapları.	25
3.5: 12 Kv Güç, 20 Gauge İğne Ucu, Ağırlıkça %15 Pmma/LiCl/Dmf Çözeltisi Kullanılarak Yapılan Denemelerde Kullanılan Parametreler Ve Bu Parametrelere Bağlı Olarak Elde Edilen Nanofiberlerin Çapları.	26
4.1: Belirtilen Sürelere Bağlı Olarak Üretilen Nanofiberlerin Porozite Oranları.	45

1. GİRİŞ

Nanofiberler, büyük ölçekte üretilebilen nanomalzeme gruplarının en önemli ve gelecek vaat eden malzeme türlerinden biridir [1]. Buna uygun olarak, yüksek yüzey alanı/hacim oranı, yüksek yüzey modifikasyonu yeteneği, harika en boy oranı, yüksek gözenekli ağ oluşturma yeteneği, yüksek biyo-molekül malzemeler ile birleşme uyumu ve mükemmel mekanik performans özellikleri, nanofiberleri ilginç kılmaktadır. Endüstride ve akademide devam eden çok sayıda gelişme, araştırma ve teknoloji uygulaması mevcuttur, bu çalışmalar da nanofiber tabanlı sistemlerin çok çeşitli endüstriyel uygulamalarda kullanılmasını amaçlamaktadır. Nanofiber tabanlı sistemler, örneğin doku mühendisliği ve tıp [2], [3], ilaç dağıtımı [4], [5], sensörler [6]-[8], enerji üretimi ve depolanması [9]-[11], tekstil [12], [13], savunma ve güvenlik [14]-[16], filtrasyon [17]-[19], kataliz [20], [21] ve daha fazla çalışmayı içeren çok çeşitli endüstriyel uygulamaları mevcuttur.

Basit ve düşük maliyetli kurulum, yüksek oranda ve sürekli nanofiber üretim yeteneği, basit uygulama yöntemine sahip olması, fiberlerin çaplarını, yönelimlerini ve nanofiber kompozisyonunu kontrol etme yeteneği, geleneksel elektro eğirme sistemini diğer yöntemlerden öncelikli yapar. Küçük çap boyutu, nanofiberleri üstün yüzey alanının gerekli olduğu uygulamalar veya yüzey işlevselliğini birleştirmek için mükemmel bir aday haline getirir. Nanofiberlerin termal stabilitesi, mekanik özellikleri, elektriksel iletkenliği, biyoaktivitesi ve fotokatalitik aktivitesi, nanofiberlerin çap boyutu ve morfolojisi (pürüzsüz ve boncuksuz) ile kontrol edilebilir.

Enerji sisteminin üretimi veya depolanması gibi bazı uygulamalarda, nanofiberlerin çap boyutunun daraltılması, elektronik uyaranlara karşı akım taşıma yeteneği ve elektronik uyaranlara karşı gösterilen tepki süresi üzerinde önemli bir etkiye sahiptir [22]. Roy ve arkadaşları Li pil elektrotlarında çap boyutunun etkisini incelemiş ve daha küçük çaplı nanofiberlerin şarj/deşarj hızını ve kapasitesini iyileştirdiği sonucuna varmıştır, bu nedenle depolama kapasitesi, iyonik iletkenlik, döngü performansı, kimyasal kararlılık ve pilin mekanik kararlılığı nanofiberlerin kullanılması ile artırılabilir [23]. Shi ve arkadaşları süperkapasitörlerde nanofiberlerin etkisini incelemiş ve daha küçük çaplarda kullanılan nanofiberlerin kullanılması ile süperkapasitörlerin döngü stabilitesi ve kapasitesinde daha yüksek performansa yol açtığı görülmüştür [24]. Lim ve arkadaşları polikaprolakton (PCL) nanofiber

morfolojisinin çekme özellikleri üzerindeki etkisini inceledi. Bu çalışmada, daha küçük çaplı nanofiberlerde, hizalı lameller ve yoğun bir şekilde paketlenmiş yapılar gözlenmiştir. Bu tip dolgulu yapılar daha yüksek derecede moleküler kristallik ve düzgün yönelme özelliği gösterir ve bu da üstün mukavemet ve sertlik özelliği sağlarken daha düşük süneklik sağladığı görülmüştür [25].

Poli (metil metakrilat) (PMMA)' ın optik olarak şeffaf termoplastik olması, yüksek darbe dayanımı, hafif olması, uygun işleme koşulları ve kırılmaya karşı direnç gibi özellikleri, PMMA'ya nanoteknoloji sistemlerinde birçok uygulama alanı (biyomedikal, güneş, pil, sensörler, optik vb.) açmıştır.

Nanofiber çapları, elektro eğirme parametrelerinden (iğne ucu ile toplayıcı yüzey arasındaki mesafe, uygulanan voltaj, iğne ölçüsü, akış hızı, ortam koşulu vb.) ve çözelti parametrelerinden (viskozite, iletkenlik, polimer ve çözücü özellikleri, konsantrasyon vb.) etkilenir [26]. Konsantrasyon, nanofiberlerin çaplarını kontrol etmek için en önemli parametrelerden biridir. Fiber çaplarını azaltmak için çözeltinin konsantrasyonu veya viskozitesi azaltılabilir ancak homojen olmayan ve boncuklu nanofiberler oluşabilir [27]. İğne ucu ile toplayıcı arasındaki çalışma mesafesinin artması, lif çapının azalmasına neden olmuştur, ancak boncuksuz lif oluşumu için optimum mesafe sağlanmalıdır [22]. Akış hızı, elektro eğirme işlemi sırasında polimer çözeltisinden elde edilen jetin hızını ve malzeme transfer hızını etkiler. Düşük akış hızı uygulandığında, elyaf çapları ve boncuk oluşumu azalır, ancak optimum değerden çok yüksek akış hızı uygulandığında, çözücünün buharlaşma süresinin yeterli olmaması nedeniyle boncuklu fiber oluşumu görülür [26]. Bir diğer önemli parametre ise, küçük çaplı, tek tip ve boncuksuz nanofiberler üretmek için kullanılan polimer çözeltisinin iletkenliğidir. Nanofiberlerin çap boyutunu küçültmek için iletkenlik artırılmalıdır. Artan iletkenlik ile düzgün yük yoğunluğu sağlanır ve böylece boncuksuz nanofiberler üretilebilir. Polimer tipi, çözücü tipi ve iyonize olabilen tuzların varlığı çözeltinin iletkenliğini belirleyen başlıca faktörlerdir [22]. Son çalışmalar, iyonlaşabilir tuzun varlığının çözelti iletkenliğini artırdığını ve bu şekilde nanofiberlerin boncuksuz ve küçük çaplarda üretilebileceğini göstermiştir. [28]. Örneğin, PMMA nanofiberleri ~200 nm çap boyutunun altında üretildiğinde, boncuk oluşumu gözlemlenir [29].

Bu tezin amacı, hazırlanan PMMA çözeltisine iyonlaşabilir tuz ekleyerek çözeltinin iletkenliğini artırmak ve elektro eğirme yöntemi ile pürüzsüz, boncuksuz ve daha küçük çaplı PMMA nanofiberleri (150~200 nm) üretmektir. Çözeltinin iletkenliğini artırarak nanofiber morfolojisini iyileştirmek için bu çalışmada LiCl tuzu

kullanılmıştır. Hazırlanan tuz katkılı PMMA çözeltisinden, uygun koşullar altında elektro eğirme yöntemi ile boncuksuz ve küçük çaplı nanofiberler üretilmiştir. Elde edilen nanofiberler taramalı elektron mikroskobu (SEM) ile analiz edilmiş ve lif çapları ve boncuk oluşumu taramalı elektron mikroskobu sonuçlarına göre yorumlanarak ve tartışılmıştır. Karakterizasyon olarak elde edilen nanofiberin temas açısı ölçümü yapılarak hidrofobiklik derecesi tespit edilmiştir. Bunun dışında farklı üretim sürelerinde elde edilen nanofiberler için üretim süresine bağlı olarak porozite özelliklerindeki değişim incelenmiştir.

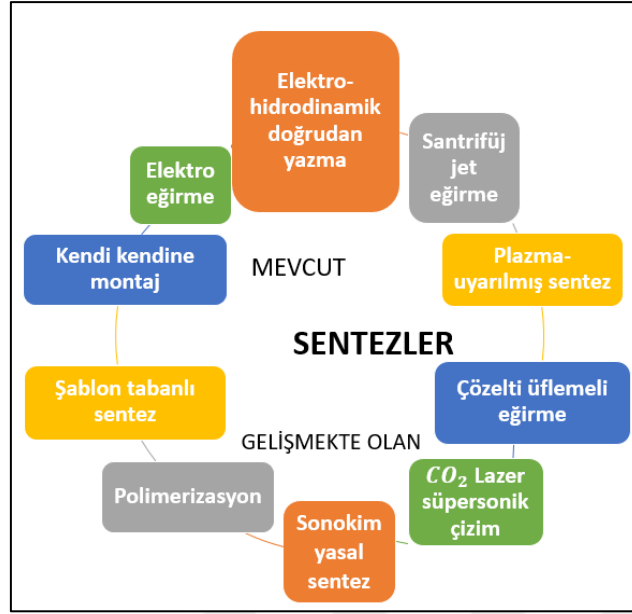
Bu tezin literatüre katkısı tamamen boncuksuz, düzgün morfolojide ve çok küçük nano boyuttaki çaplarda PMMA nanofiberlerin üretilmiş olmasıdır.



2. TEORİK BÖLÜM

2.1. Nanofiberler

Çap uzunluğu nanometre boyutunda olan lifler nanolifler ya da başka bir deyişle nanofiberler olarak adlandırılırlar. Nanofiberler farklı polimerlerden üretilebilmelerine bağlı olarak farklı özelliklere ve uygulama alanlarına sahiptirler ve bu nedenle son yıllarda büyük bir ilgi görmüşlerdir. Nanofiberler, benzersiz fizikokimyasal özellikleri ve karakteristikleri nedeniyle geniş bir araştırma yelpazesi için tek boyutlu nanomalzemeler olarak ortaya çıkmıştır. Tek boyutlu olmaları nedeniyle çok farklı biyolojik, elektriksel, kimyasal, manyetik, termal, mekanik, optik, vb. özelliklere sahiptirler. Nanofiberli malzemeler, geniş yüzey alanı/hacim oranı ve benzersiz nano ölçekli mimarileri nedeniyle enerji üretimi ve enerji depolama, çevre koruma ve iyileştirme, biyomedikal uygulamalar, fotonik ve elektronik cihazlar ve diğer bazı uygulamalarda bir dizi uygulama için çekici adaylardır [30]. Tipik olarak, fiber çapı, şekli ve yüzey dokusu, nanofiberlerin özelliklerini ayarlamak için önemli karakteristik parametrelerdir. Fiber çapı, spesifik yüzey alanını belirler ve fiber çapı gibi, fiber morfolojisi de (örn., İçi boş, çekirdek-kabuk ve mezogözenekli), nanofiberlerin özelliklerini ayarlama da çok yönlülük sağlar. Nanofiberleri sentezlemek için çeşitli teknikler kullanılmıştır; bu teknikler, nanofiber hazırlama tekniklerine göre iki gruba ayrılabilir: liflerin oluşumu için elektrostatik kuvvetin kullanıldığı elektro eğirme teknikleri ve mekanik kuvvetin kullanıldığı elektro eğirme olmayan teknikler; bunlar faz ayrımı, şablon sentezi vb. içerir ve Şekil 2.1 de görülmektedir. İstenilen hizalama, maliyet, miktar ve ihtiyaç duyulan nanofiberli malzeme özellikleri bu yöntemlerden seçim yaparken dikkate alınması gereken faktörlerdir. Yüksek voltajlı bir güç kaynağı kullanılarak bu mekanik ve elektriksel teknikle mikron altı çapta fiberler üretilebilir. Elektrostatik eğirme olarak da adlandırılan elektro eğirme yöntemi, nanofiber üretmek için kullanılan en yaygın yöntemdir [22].



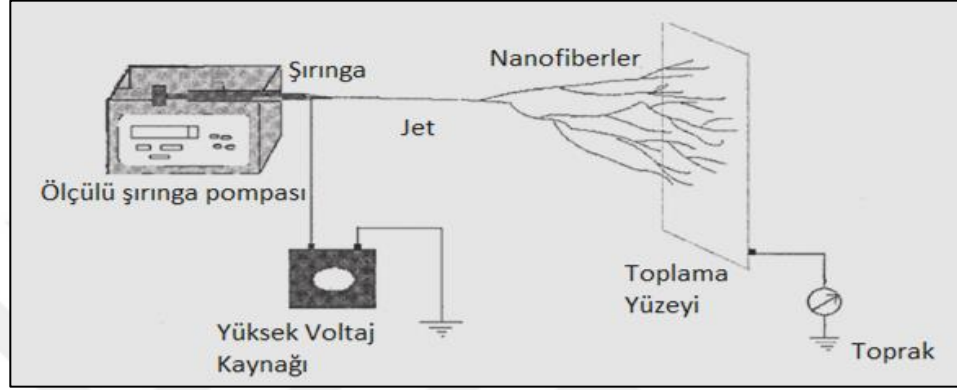
Şekil 2.1: Nanofiber sentezleme yöntemleri.

2.2. Elektro Eğirme Yöntemi

Elektro eğirme yöntemi literatürde uzun yıllardır yaygın olarak rapor edilmekte ve farklı araştırma alanlarında kullanılmaktadır. Elektro eğirme yönteminin tarihi, Bose'un sıvı damlalarından aerosoller üretmek için yüksek elektrik potansiyelleri kullandığı 1745 yılına kadar uzanır. 100 yıldan fazla bir süre sonra, elektro eğirme yöntemi 1887'de Boys tarafından bir sentez yöntemi olarak rapor edilmiştir ve bundan sonraki süreçte çeşitli elektro eğirme teorileri çalışılmıştır. Taylor ve ark. elektrik alan uygulamasının bir sonucu olarak sıvı damlacığının ("Taylor konisi") konik geometrisini tanımlayan bir matematik modeli geliştirmiştir ve bu geometri o zamandan beri çok iyi bilinen bir model haline gelmiştir. Nanoteknolojinin hızlı gelişimi ile birlikte elektro eğirme işlemi dünya çapında ilgi görmüştür.

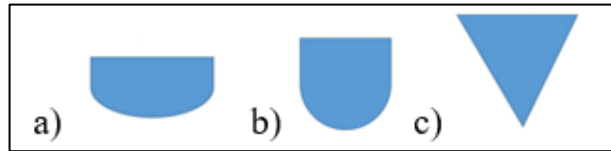
Elektro eğirme işlemi bir elektrik kuvveti tarafından yönlendirilerek sağlanır. Geleneksel elektro eğirme cihazları, yüksek voltaj kaynağı, nozul ile birlikte çözeltinin nozuldan geçmesini sağlayacak besleme pompası ve topraklı bir toplayıcı yüzey olmak üzere üç ana parçadan oluşmaktadır ve Şekil 2.2 de görülmektedir. İhtiyaç doğrultusunda metal ağlar, dönen diskler veya diğer iletken alt tabakalar toplayıcı olarak kullanılabilir olması rağmen nozul genellikle metalik bir iğneden oluşur. Elektro eğirme işlemi sırasında, metalik iğnenin ucuna yüksek voltaj uygulanır, bunun üzerine iğne ucundaki damlacık, voltajın yükseltilmesi ile birlikte Şekil 2.3'te görülen

konik bir şekil alarak Taylor konisine dönüşür. Elektrostatik kuvvet damlanın yüzey gerilimini yenecek kadar büyük olduğunda, ince yüklü bir jet iğne ucunda oluşan taylor konisinden fırlar ve havada, metalik iğne ile toplayıcı yüzey arasında oluşturulan elektrik alan içinde, bir dizi kararsız harekete maruz kalır. Bunun sonucunda da çözelti hızlı bir şekilde buharlaşarak toplayıcı yüzey üzerinde oluşan jetler ince fiberler şeklinde birikir [31].



Şekil 2.2: Elektro eğirme sistem şeması.

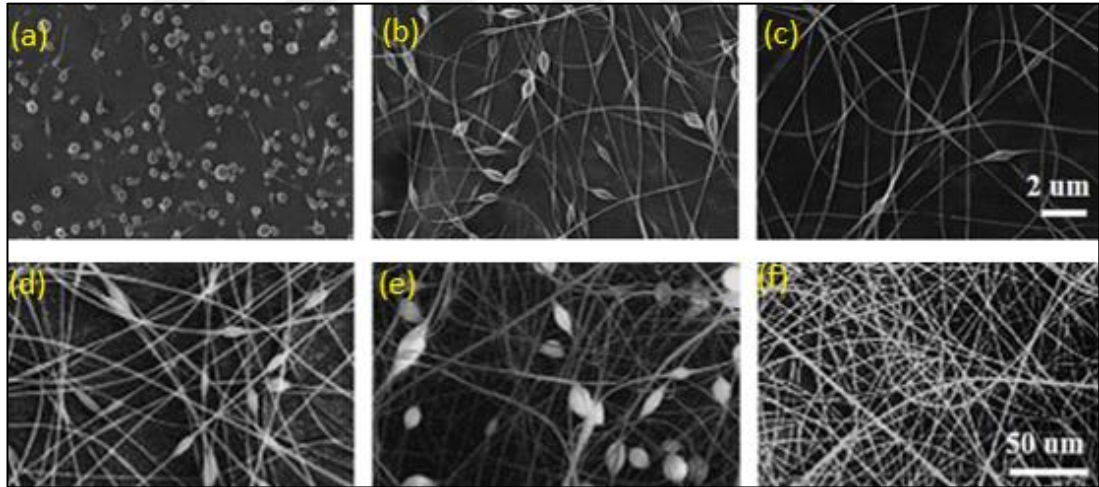
Jetlerin bükülerek uzaması ile nanofiberlerin üretimi sağlanır. Oluşan jetlerin yarıçapları, metalik iğne ucundan uzaklaştıkça uygulanan voltaj ile birlikte gittikçe azalır. Böylece yüklü jetler çok ince bir yapıya dönüşerek uzar. Jetler üzerlerinde birikmiş olan aşırı yükü dağıtmak için belli bir sürenin geçmesine ihtiyaç duyar. Jetler üzerinde yüklenmenin çok olduğu kısımlarda çözelti bükülme ve uzama eğilimi gösterir. Elektriksel kuvvet uygulanması ile birlikte metalik iğne ucundaki taylor konisinden ayrılan jetler, iğne ucu ile toplayıcı yüzey arasında oluşturulan elektrik alanın etkisi ile birlikte bükülür ve toplayıcı yüzey üzerinde birikir [32].



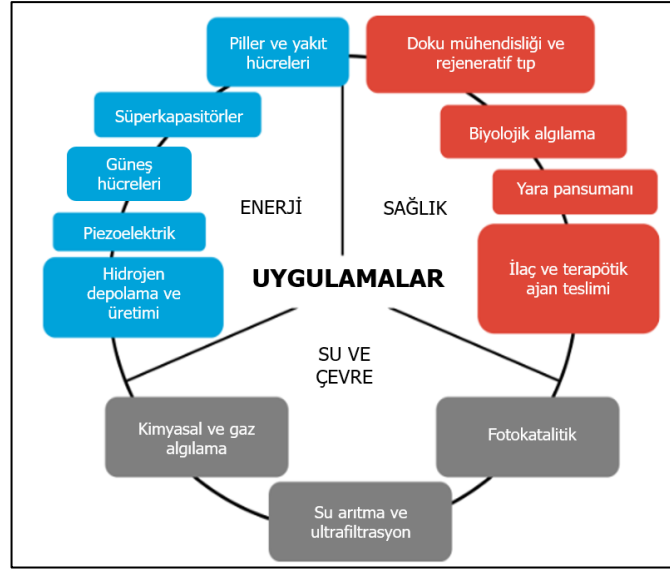
Şekil 2.3: Çözelti damlacığının taylor konisine dönüş aşamaları.

Elektro eğirme sonrasında oluşan nanofiberlerin morfolojisini ve çap uzunluğuna etki eden birçok faktör vardır. İlk olarak, elektro eğirme prosesinin özellikleri örneğin, öncü çözeltinin besleme hızı, nozülün geometrik şekli, iğne ucu ile

toplayıcı arasındaki mesafe ve kollektörlerin şekli veya hareketi elektro eğirme sırasında elde edilen nanofiberlerin çaplarını ve morfolojilerini kontrol etmek için etkilidir. İkinci olarak elektro eğirme sırasında kullanılan çözeltinin özellikleri nanofiberlerin morfolojisini kontrol eden kilit bir faktördür. Bu özellikler, kullanılan polimerin tipi veya moleküler ağırlığı, çözücünün kaynama noktası, çözücülerin dielektrik sabiti veya yüzey gerilimi, çözeltinin konsantrasyonu, çözeltinin viskozitesi, çözeltinin iletkenliği veya katkı maddelerinin varlığını içerir. Üçüncü olarak, nem ve sıcaklık gibi çevre ile ilgili özelliklerin de nanofiberlerin morfolojisi üzerinde etkisi vardır. Şekil 2.4. a, b ve c de nanofiberlerin SEM (Taramalı Electron Mikroskobu) görüntülerinden çözelti viskozitesinin nanofiber morfolojisine etkisi görülürken Şekil 2.4. d, e ve f de görülen SEM görüntülerinden boncuklu nanofiberlerin oluşumunda çözücünün iletkenliğinin etkisini görülmektedir. Elektro eğirme sürecini etkileyen parametreler ve elde edilen nanofiberlerin morfolojileri, hem teorik hem de deneysel bakış açılarından iyi bir şekilde oluşturulmuştur. Ancak, tüm malzemeler veya durumlar için evrensel parametreler yoktur [33].

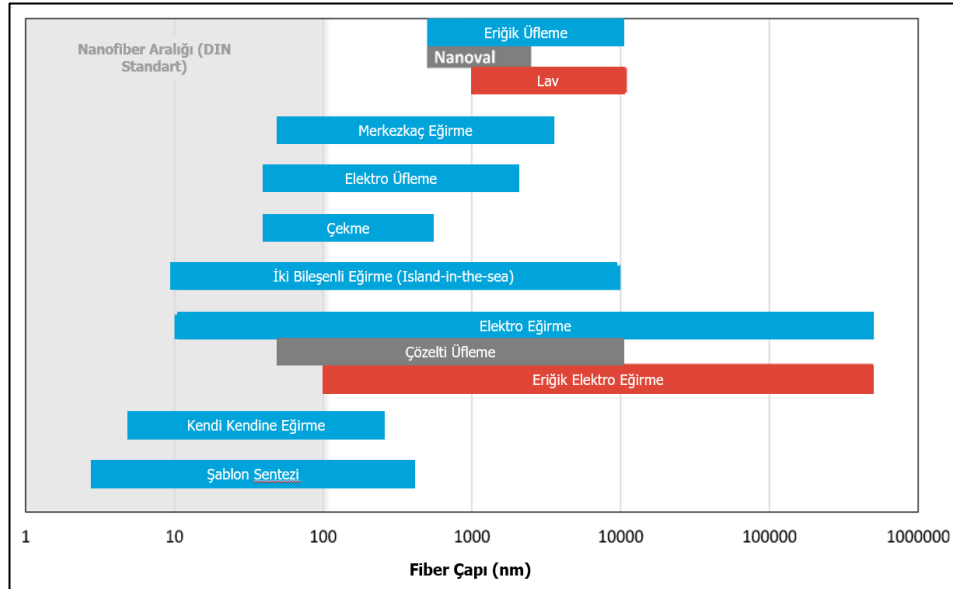


Şekil 2.4: Farklı çözelti viskozitelerinde boncuklu yapıdaki fiber morfolojileri: (a) 13 mPa s, (b) 160 mPa s, ve (c) 527 mPa s. % 20'lik (w/v) polistiren (PS) çözeltisinin farklı oranlardaki DMF çözeltisi ile hazırlanması sonucu elde edilen fiberlerin SEM görüntüleri: (d) DMF-2 Aldrich %99, (e) Sigma % 99.8 ve (f) Fluka %98.



Şekil 2.5: Mikrofiberler ve nanofiberlerin uygulamaları.

Şekil 2.6, mevcut ana nanofiber üretim teknolojilerine ve tipik olarak bu yöntemler kullanılarak elde edilen fiber çaplarına genel bir bakış sağlar. Yalnızca en yaygın süreçlerden bahsedilmiştir. Nanofiberlerin uygulamaları, üretim sürecine bağlı olarak değişen fiziksel ve mekanik özelliklerine bağlıdır. Şekil 2.5'te uygulama alanlarına değinilmiştir [34].



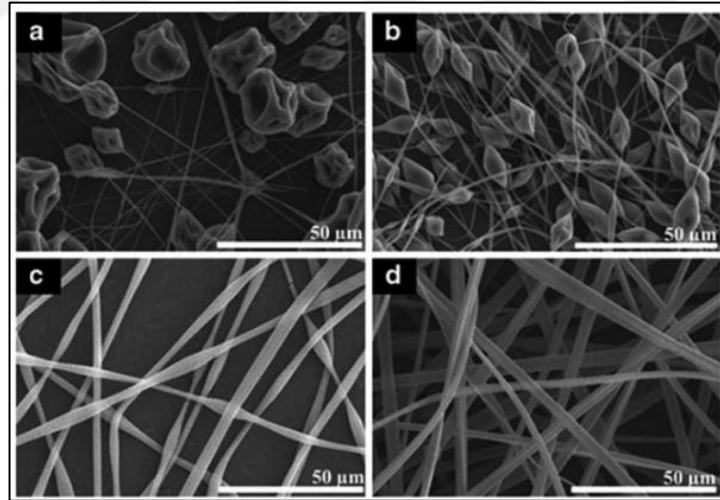
Şekil 2.6: Nanofiber üretim teknolojileri ve ilgili fiber çap aralığı.

2.2.1. Polimer Çözeltisi ile İlgili Parametreler

Elektro eğirme yöntemi çok çeşitli faktörlerden etkilenmesine rağmen, polimer çözeltisi, çok çeşitli boyut ve morfolojiye sahip olan nanofiberlerin oluşumunda çok önemli bir rol oynamaktadır.

2.2.1.1. Çözeltinin Konsantrasyonu

Zincir dolaşıklığının ne çok düşük ne de çok yüksek olmaması için polimer konsantrasyonu optimum değerde olmalıdır. Elektro eğirme sisteminde sürekli fiberleri elde etmek için konsantrasyon aralığı çözelti viskozitesi ve yüzey gerilimi ile belirlenir. Düşük konsantrasyonlu çözeltilerde, yüzey geriliminin etkileri elektro eğirme işlemi sırasında damlacıkların oluşumuna yol açar; bu nedenle lifler yerine boncuk oluşumu gerçekleşir, örnek bir görsel Şekil 2.7 de verilmiştir. Ayrıca, çözelti içindeki polimer çok konsantre olduğunda, kılcallık (kapiler etki) boyunca yüklü polimer akış hızının bozulduğu viskozite nedeniyle kılcal uçta durdurulur.



Şekil 2.7: Farklı konsantrasyonlarda (a) 12, (b) 15, (c) 18 ve (d) 21 (ağırlıkça %) ve % 25 nemde elde edilen PMMA nanofiberlerin SEM görüntüleri.

Bu bağlamda, farklı PEO konsantrasyonlarından oluşan PEO/su çözeltileri ile gerçekleştirilen elektro eğirmelerinin araştırması, >4000 santipoise viskozite elektro eğirmenin gerçekleşmesi için çok fazla iken <800 santipoise viskozitede damlacıkların ortaya çıktığını göstermiştir [35].

2.2.1.2. Çözücü

Polimer çözeltisi hazırlamak için uygun bir çözücünün seçilmesi, elektro eğirme sırasında fiber oluşumunda önemli bir adımdır, çünkü çözücü içinde polimerin çözünmesi, elektro eğirme işleminin ilk adımıdır. Kullanılan çözücü, polimer çözeltisinin bütünlüğünü korurken iyi buharlaşma hızı, buhar basıncı ve kaynama noktası gibi özelliklere sahip olmalıdır. Çözücünün mesafe boyunca bir jetten buharlaşması için uçuculuğu uygun olan bir çözücü seçilmelidir. Elektro eğirme işleminde, jet incilmesi nedeniyle hızlı çözücü buharlaşması ve faz ayrımı gerçekleşir. Çözücünün buhar basıncı, buhar hızının ve buharlaşma süresinin belirlenmesinde kritik bir rol oynar. Çözücü buharlaşma hızı da faz ayırma sürecini etkilediğinden nanofiberlerin oluşumunda önemli bir role sahiptir [22].

2.2.1.3. Çözeltinin Elektrik İletkenliği

Çözeltinin elektro eğirme sırasında elektriksel iletkenliğinin artırılmasının nanofiber çapında önemli bir azalmaya yol açtığı yapılan önceki çalışmalarda bulunmuştur. Bununla birlikte, çözelti iletkenliğinin azalmasıyla, oluşturulan elektrik alan, düzgün lifler üretmek için yeterli bir jet uzaması oluşturamaz, bu nedenle boncuklar ortaya çıkar.

Hayati ve ark., güçlü elektrik alanının varlığında yüksek iletken çözeltilerin çok kararsız olduğunu ve bunun önemli bir bükülme kararsızlığına ve geniş çap dağılımına yol açtığını gösterdi [36].

Tuzların eklenmesi, daha ince ve daha düzgün lifler üretilmesine yol açar ve boncuk oluşumu da azalır. Bu olgunun nedeni, jet polimer üzerindeki, daha fazla uzamaya ve dielektrik kuvvetlerin hareket etmesine izin veren, artan yük yoğunluğudur; bu nedenle, daha ince lifler üretilir [22].

2.2.1.4. Çözelti Viskozitesi

Çoğu araştırmaya göre, viskozite, fiberlerin çapını ve morfolojisini belirlemede ana faktördür. Molekül ağırlığı veya polimerlerin yüksek konsantrasyonu nedeniyle artan viskozite, daha büyük çaplı fiberlerin oluşumuna yol açar, ancak boncuk oluşumu olasılığı azalır ve daha düzgün fiberler üretilir.

Düşük viskoziteli polimer çözeltilerinde, boncuklu fiberlerin oluşumuna yol açan baskın bir faktör yüzey gerilimidir. Optimum konsantrasyonun üzerinde iken, morfolojisi çözeltinin konsantrasyonundan etkilenen sürekli bir nanolifli yapı elde edilmiştir. Birlikte ele alındığında, elektro eğirme işleminde her polimer için bir optimum viskozite değeri olduğu görülmüştür ve bu özelliğin lif morfolojisi üzerinde önemli bir etkisi olmaktadır [37].

2.2.1.5. Polimerin Molekül Ağırlığı

Çözelti ile ilgili bir diğer önemli parametre de lif morfolojisi üzerinde etkisi olan moleküler ağırlığıdır. Casper ve ark. polimerin moleküler ağırlığının artmasının, gözenekler büyürken boncuk sayısının ve düzensiz şekil oluşumunun azalması gibi lif morfolojisinde değişikliklere yol açtığını buldu. Böylece, daha düzgün biyofiziksel özelliklere sahip bir ağ oluşturma olasılığı elde edildi [38].

Düşük moleküler ağırlıklı çözeltiler, lifler yerine boncuklar oluşturma eğilimindedir. Diğer bir deyişle, elektro eğirme yerine düşük moleküler ağırlıklı çözeltilerde elektrosprey meydana gelmektedir. Bununla birlikte, yüksek moleküler ağırlık, daha büyük bir ortalama çapa sahip liflerle sonuçlanır [39].

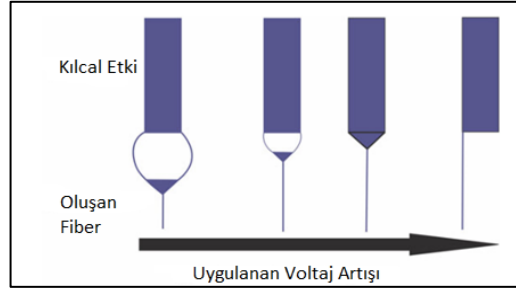
2.2.2. Elektro Eğirme Sistemi İle İlgili Parametreler

Elektro eğirme işlemi için kullanılan çözelti parametrelerinin yanı sıra elektro eğirme sistem parametrelerinin de örneğin uygulanan voltaj, iğne ucu ile toplayıcı arasındaki mesafe, çözelti besleme debisi vb. elde edilecek olan nanofiberlerin morfolojileri ve çapları üzerinde oldukça önemli etkileri bulunmaktadır.

2.2.2.1. Uygulanan Voltaj

Çoğu durumda, daha güçlü elektrik alanları, çözücünün hızlı buharlaşmasına ve jette daha büyük empoze olmuş kolomb kuvvetleri tarafından indüklenen azaltılmış lif çapına yol açar. Dolayısıyla yüksek voltajlarda boncuk oluşma olasılığı artar. Uygulanan volta bağlı olarak nanofiber üretimi sırasında başlangıçta oluşan taylor konisi üzerindeki etkisi Şekil 2.8. de verilmiştir. Larrondo ve Manley tarafından yürütülen bir araştırma, uygulanan elektrik alanı ikiye katlayarak fiber çapının neredeyse yarı yarıya azaldığını göstermiştir. Elektro eğirmede uygulanan elektrik

alan miktarının etkisi polimer çözeltisinin konsantrasyonu ve iğne ucu ile toplayıcı arasındaki mesafeye bağlı olarak değişen fiber çapı üzerinde etkilidir. [37].



Şekil 2.8: Uygulanan voltajın Taylor Konisi formasyonuna etkisi. Düşük voltajda, kılcal uçta asılı bir damlacık (beyaz) oluşurken, asılı damlacık ucunda Taylor Konisi (koyu mavi) oluşur. Voltajın artırılması, kılcal uçta taylor konisi oluşmaya başlamasına, voltajın daha da artırılması ile kılcal uçtan fiber jetin çıkmasına neden olur.

2.2.2.2. Çözelti Besleme Hızı

Elektro eğirme işlemindeki polimer çözeltisinin akış hızı, elektrik alan kuvvetinden, yerçekiminden ve pompanın olası kullanımından etkilenir. Daha ince lifler, daha yavaş bir akış hızı ile elde edilebilirken, polimer çözeltisi besleme hızının artırılması artan lif çapına neden olur. Daha düşük bir besleme hızı daha çok arzu edilir, bunun sebebi çözücünün buharlaşması için yeterli zamana sahip olmasıdır. Bununla birlikte, yüksek akış hızı, çözelti içerisindeki çözücünün toplayıcı plakaya ulaşmadan önce buharlaşması için yeterli zamanının olmamasına ve bu durum da boncuklu liflerin oluşumuna yol açar. Benzer sonuçlar Zuo ve diğerleri tarafından da gözlemlenmiştir [37].

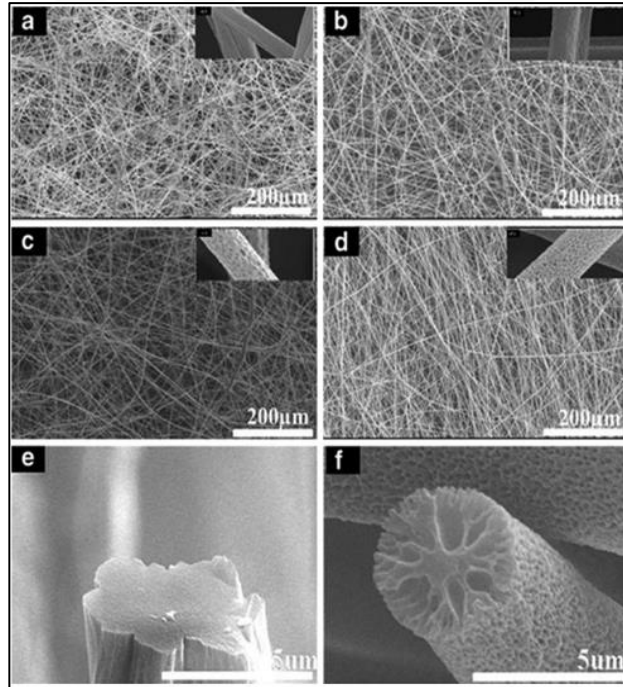
2.2.2.3. İğne Ucu İle Toplayıcı Arasındaki Mesafe

İğne ucu ve toplayıcı arasındaki mesafe de fiber morfolojisini ve çapını etkileyen bir parametredir. Fiberler iğne ucundan ayrıldıktan sonra toplayıcıya ulaşmadan önceki geçen sürede, çözelti içerisindeki çözücünün buharlaşması için yeterli süreyi sağlayacak minimum mesafenin ayarlanması gereklidir. Aksi takdirde, çok yakın veya çok uzak mesafelerde boncuklar gözlenir. Doshi ve Renker'a göre, oluşan taylor konisinden itibaren toplayıcı yüzeye kadar olan mesafenin artırılması, lif çapının azalmasına yol açmaktadır.

2.2.3. Ortam Koşulları ile İlgili Parametreler

Elektro eğirme sistemi ve kullanılan çözelti parametrelerinin yanı sıra sıcaklık, nem ve ortamın hava akışından oluşan çevresel koşullar da elektro eğirme ile elde edilen nanofiberlerin kalitesinde önemli rol oynayan faktörlerdir. Elektro eğirme genellikle oda sıcaklığında yapılmasına rağmen, sıcaklığın 25 °C'den 60 °C'ye yükseltilmesi, viskozitenin azalmasından kaynaklanan lif çapının azalmasına neden olmaktadır. Viskozite ve sıcaklık ters orantılıdır.

Polistiren çözeltilerinin farklı nem koşullarında elektro eğirme işlemine uğraması ile ilgili çalışmalar yapılmıştır. Şekil 2.9 da yapılan bir çalışmaya ait görsel görülmektedir.. Nemi artırarak yüzeyde küçük küresel gözeneklerin ortaya çıktığı ve nemi daha da artırarak gözeneklerin birbirine bağlanacağı gözlenmiştir. Ortam neminin çok düşük olması da problemlidir çünkü düşük nemde çözücünün buharlaşma hızı artar ve çözücü çok hızlı buharlaşır. Ayrıca yüksek nemin oluşan çözelti jetlerinin deşarjına yol açabileceği rapor edilmiştir. İğnenin üzerindeki hava akımı, konveksiyon yoluyla artan buharlaşma hızına da yol açabilir; sonuç olarak, daha büyük bir elyaf çapı elde edilmesine neden olabilir.



Şekil 2.9: Farklı nem koşullarında (a) 15-25%, (b) 26-40%, (c) 41-55%, (d) 56,70%, (e) gözeneksiz nanofiberin enine kesit, (f) gözenekli PS nanofiberin enine kesit SEM görüntüleri.

Tablo 2.1: Elektro eğirme yöntemi ile elde edilen nanofiberin morfolojisini etkileyen parametreler.

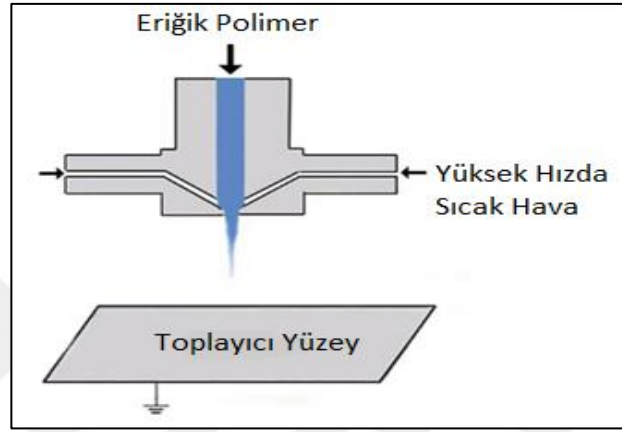
Parametreler	Fiber Morfolojisi Üzerindeki Etkisi
Çözelti Parametresi	
↑Polimerin molekül ağırlığı	↓Boncuk ve damlacık oluşumu
↑Polimerin konsantrasyonu (Viskozitesi)	↓Boncuk oluşumu ↑Fiber çapı
↑Çözelti iletkenliği	↓Tek tip boncuksuz lifler ↑Geniş çap dağılımına sahip fiber çapı
↑Çözücü uçuculuğu	↑Fiber yüzeyi üzerinde gözenek oluşumu
Sistem Parametresi	
↑Uygulanan voltaj	↑↓Başlangıçta fiber çapı, sonrasında boncuk oluşumu
↑İğne ucu ile toplayıcı arasındaki mesafe	↓Fiber çapı ↑Çok yakın ya da çok uzak mesafede boncuk oluşumu artar Düzenli fiber üretimi için minimum uzaklık gereklidir
↓Çözelti besleme hızı	↓Fiber Çapı ↑Çok yüksek besleme debisinde boncuk oluşumu
Ortam Koşulları	
↑Sıcaklık	↓Fiber çapı ve viskozitesi
↑Nem	↑Fiberler üzerinde dairesel gözeneklerin oluşumu
↑Hava hızı	↑Fiber çapı

Tablo 2.1. de elektro eğirme ile elde edilen nanofiberlerin morfolojisini etkileyen sistem, çözelti ve ortam koşulları ile ilgili parametreler ve bu parametrelerin etkileri özetlenmiştir.

2.3. Eriyik Üfleme Kurulumu

Eriyik üfleme, mikrometre ve daha küçük ölçekte malzemeler üretmek için basit, çok yönlü ve tek adımlı bir işlemdir. Polimeri erittikten sonra, polimer jetleri aynı anda birden fazla nozuldan dışarı atılır. Bundan sonra jetler, jet çaplarında önemli bir azalmaya yol açan yüksek hızlı sıcak hava akımları kullanılarak zayıflatılır. İşlem sonunda, rastgele yönelime sahip dokunmamış ince elyaf ağları toplayıcının yüzeyinde biriktirilir, Şekil 2.10 eriyik üfleme çalışma mekanizmasına örnek olarak verilmiştir.

Liflerin ortalama çapı esas olarak üretim hızına, eriyik viskozitesine, eriyik sıcaklığına, hava sıcaklığına ve hava akış hızına bağlıdır. Çözücü içermeyen bu yöntem kullanılarak yüksek verimliliğe sahip uzun ve sürekli lifler üretilir. Bununla birlikte, polimer sınırlamaları ve polimerler malzemelerin sıcaklığa maruz bırakılarak eriyikleştirilmesi sonucunda polimerlerin termal bozunması bu yöntemin dezavantajlarından biridir. Şekil 2.10. da eriyik üfleme kurulum şeması görülmektedir [22].

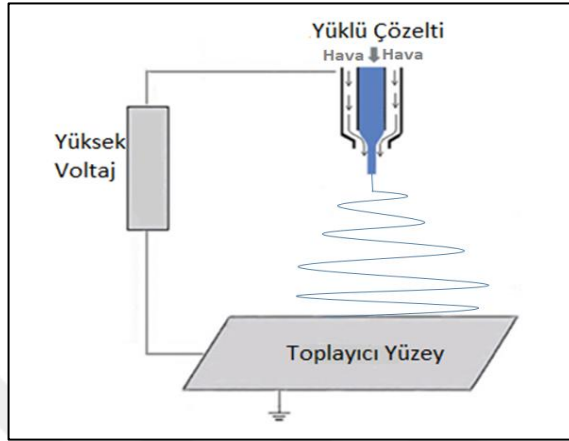


Şekil 2.10: Eriyik polimer, yüksek hızda hava akımı ve toplayıcı yüzey kullanılan eriyik üfleme kurulumu.

2.4. Elektro Üfleme Kurulumu

Elektro üfleme, hava üfleme ile desteklenen bir elektro eğirme işlemidir. Elektro üfleme kurulumu elektro eğirme ve eriyik üfleme birleştirilerek hem çözeltilerden hem de eriyiklerden polimerik nanofiberler, üretmeyi hedefler. Bu yöntemde, polimer önce polimer çözeltisini oluşturan bir çözücü içinde çözülür ve daha sonra çözücü bir döner nozuldan beslenir. Yüksek voltaj uygulanarak ve nozulun ucundan basınçlı hava enjekte edilerek topraklanmış uygun bir toplayıcı yüzey üzerinde bir fiber ağının oluşması sağlanır. İlgili görsel Şekil 2.11 de belirtilmiştir. Hem elektro üfleme hem de eriyik üfleme, oluşan jetin uzatılmasına yardımcı olmak için gaz jetini kullanır. Bununla birlikte, elektro üfleme, yalnızca ilk aşamada gaz jeti kolaylaştıran çözelti çekilmesiyle fiberi germek için elektrostatik itmeye daha çok güvenirken, eriyik üfleme, fiberi germek için yalnızca gaz jetinden gelen çekme kuvvetini kullanır. Elektro-üfleme düzeneğinde, aynı anda uygulanan iki kuvvet (bir elektrik kuvveti ve bir hava üfleme kesme kuvveti), polimerik sıvıdan nanofiberleri üretmek için

etkileşime girer. Bu, yüksek üretim hızına sahip basit bir süreçtir; bu teknik kullanılarak, çok çeşitli malzemelerden ve 100 nm'nin altında çapa sahip nanofibler, sulu hyaluronik asit gibi yüksek yüzey gerilimine ve yüksek hıza sahip sıvılar kullanılarak üretilir ancak elektro eğirme bu yöntem ile kullanıldığı zaman çözücü geri kazanım sorunu vardır [22].



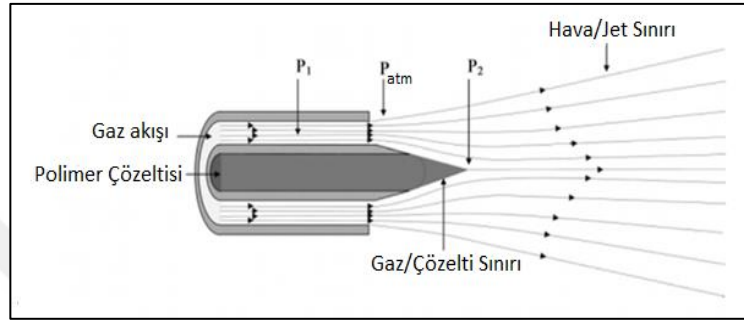
Şekil 2.11: Standart elektro eğirme ve erişik erişik üfleme sistem kombinasyonu ile kurulan elektro üfleme sistem kurulumu.

2.5. Çözelti Üfleme Eğirme Yöntemi

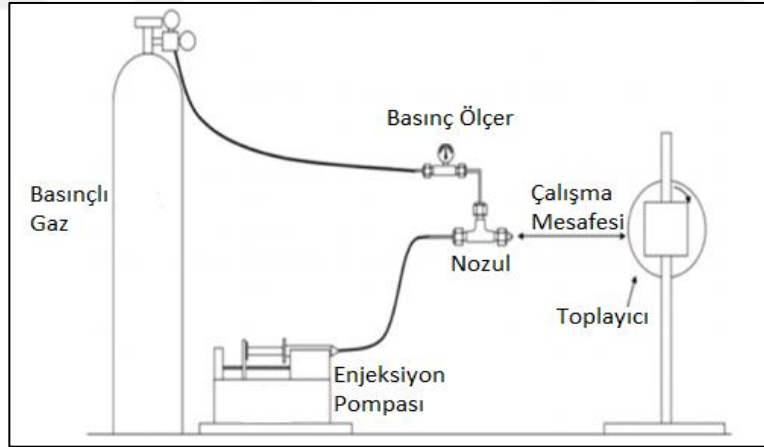
Çözelti üfleme eğirme tekniği veya hava jetli eğirme olarak da adlandırılır, basit ve yüksek oranda ölçeklenebilir bir nanofiber üretim teknolojisidir. On yıldan fazla bir süredir bu teknik varlığını sürdürmektedir. Çözelti üfleme eğirme ilk olarak Medeiros ve ark. Tarafından 2009 yılında çalışılmıştır. Bu teknoloji ile basınçlı bir gaz ya da hava kullanılarak bir polimer çözeltisinden nanofiberler üretilmesi sağlanır. Nanofiberler, polimer çözeltisinin ve bir nozulun eş merkezli odalarından üflenen basınçlı gazın paralel akışlarından oluşturulur. Polimer çözeltisi iç haznede, basınçlı gaz ise dış haznededir, Şekil 2.12 de görsel verilmiştir. Basınçlı yüksek hızlı gaz, gaz/çözelti ara yüzeyinde bir basınç düşüşüne ve kaymaya neden olarak polimer çözeltisinin sabit bir toplayıcıya doğru gerilmesine neden olur. Gerilmiş polimer çözeltisi gerilirken çözücü buharlaştıkça hızla liflere dönüşür. Geleneksel bir çözelti üfleme kurulumu, sıkıştırılmış bir gaz kaynağı, bir basınç regülatörü, bir şırınga, şırınga için bir pompa, eş merkezli bir ağızlığa (nozül) sahip bir püskürtme aparatı ve bir toplayıcıdan oluşur, Şekil 2.13'te mekanizmayı oluşturan bölümlerin görseli verilmiştir. Bu teknik, düşük üretim hızını ve erişik üflemede sınırlı malzeme seçimini

ortadan kaldırır. Bu avantaj, çözelti üfleme metodunu nanofiber membranlar üretmek için umut verici bir nanofiber üretim teknolojisi haline getirir [40].

Bu yöntem basit ve kullanışlı olmasına rağmen dezavantajları da açıktır. Bu tekniğin esas problemi, polimer çözeltisinin lif morfolojisini etkileyecek şekilde kontrol edilemeyen besleme hızıdır. Bu teknik ile elde edilen nanofiberlerin morfolojileri düzgün değildir. Boncuk oluşumunu engellemek özellikle nano boyutlarda nanofiberler üretilirken oldukça zordur [41].



Şekil 2.12: Çözelti Üfleme sistemi için eş merkezli nozul tasarımı. Gaz/çözelti sınırındaki P₂ basıncı lifleri oluşturmak için bir itici güç oluşturmak için çıkan P₁ basıncından çok daha düşüktür.

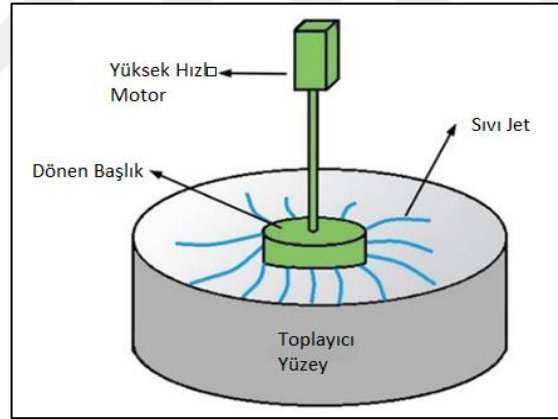


Şekil 2.13: Dönen toplayıcı yüzeyi kullanıldığı geleneksel çözelti üfleme eğirme kurulumu.

2.6. Santrifüj Eğirme (Kuvvetli Eğirme)

Döner eğirme veya rotasyonel jet eğirme olarak da adlandırılan santrifüj eğirme veya kuvvet eğirme iyi geliştirilmiş bir tekniktir. Bu teknik ile standart elektro eğirme arasındaki temel fark, elektro eğirme de kullanılan elektrik alanın, santrifüj eğirmede

merkezkaç kuvveti ile değiştirilmesidir. Bu teknikte, polimer çözeltisini veya eriyiği içeren Şekil 2.14’de görülen, dönen eğirme başlığının dönüş hızı kritik bir noktaya ulaştığında, merkezkaç kuvveti yüzey gerilimini yenecek kadar yüksek olacak ve böylece sıvı jeti, nozul ucundan püskürtülecektir. Daha sonra jetlerin gerilme işlemi sırasında çözelti içerisindeki çözücü buharlaştıkça toplayıcı yüzey üzerinde nanofiberler olarak biriktirilirler. Isıtılmış yapının dönme hızı, nozul konfigürasyonu, toplama sistemi (toplama mesafesi gibi) ve sıcaklık dahil olmak üzere merkezkaç olarak bükülmüş nanofiberlerin geometrisini ve morfolojisini yöneten birkaç faktör vardır. Santrifüj eğirme sırasında, dönme hızı artırılarak, hızlı ve büyük ölçekli nanolif üretimi elde edilmesi sağlanabilir ve üretim verimliliği önemli ölçüde artırılabilir. Elektro eğirme işlemi ile karşılaştırıldığında, santrifüj eğirme, polimerlerden çok daha yüksek konsantrasyonlarda nanofiber üretimine izin verir, bu da çözücü kullanımını azaltarak üretim maliyetini düşürür. Santrifüj eğirmenin ana dezavantajı ise, elyaf kalitesi ve üretkenliğinin malzeme özelliklerinden ve kullanılan nozul tasarımından çok etkilenmesidir [22].

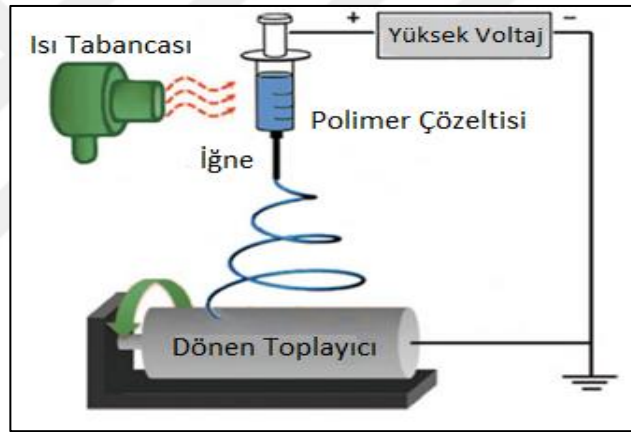


Şekil 2.14: Nanolifler oluşturmak için elektrik alanı yerine merkezkaç kuvveti kullanan kuvvetli eğirme düzeneği.

2.7. Eriyik Elektro Üfleme Yöntemi

Eriyik elektro eğirme için kurulum genellikle bir yüksek voltajlı güç kaynağı, bir iğne, bir ısıtma cihazı, bir erimiş polimer ve bir silindirik toplayıcıdan oluşur. Şekil 2.15’ te eriğik üfleme yöntemine ait görsel verilmiştir. Eriterek elektro eğirme için polimerler farklı yollarla ısıtılabilir örneğin sıtma fırını, ısı tabancaları, lazer eritme cihazları ve elektrikli ısıtma gibi. Genel olarak, elektro eğirmeyi etkileyen

parametrelerin çoğu, eriyik elektro eğirmesini de etkiler. Elektro eğirmede olduğu gibi, daha yüksek moleküler ağırlıklı polimerler kullanılarak daha büyük çapta fiberler elde edilir ve çoğu durumda, eriyikten elde edilen jetler sonucunda oluşan bu fiberler hem nanometre hem de mikrometre ölçeğinde çaplara sahip olurlar. Bununla birlikte, polimer eriyiklerinin elektro eğirmesi ile polimer çözeltisinin elektro eğirmesi arasında bazı farklılıklar vardır. Yöntemin, yüksek sıcaklıkta bir eritme sistemi gerekliliği, eriyikle ilişkili elektrik deşarjı sorunu, eriyiğin düşük iletkenliği, erimiş polimerin daha yüksek viskoziteye sahip olması, polimer eriğine yüksek voltaj uygulama gerekliliği sonucunda elektrik deşarjı sorunu gibi bazı dezavantajları vardır. Bunlar dışında eriyiğin yüksek viskozitesinden ve polimerin toplayıcı ile iğne ucu arasında hızlı katılaşmasından dolayı daha ince lif oluşumunun zor olması gibi elde edilen fiber morfolojisini de etkileyen dezavantajları vardır [22].

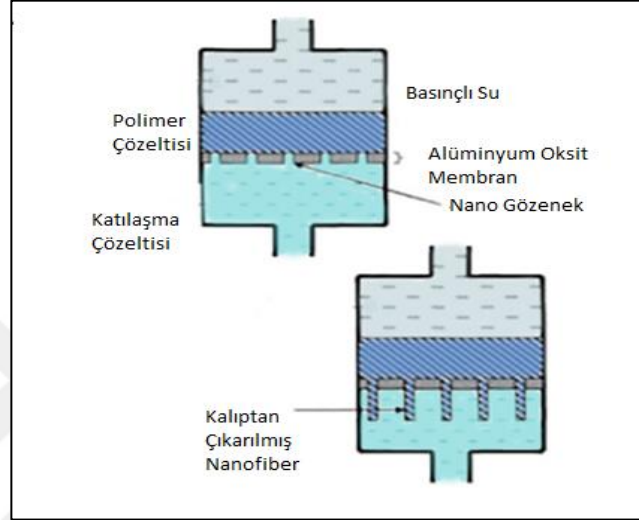


Şekil 2.15: Erişik üfleme sistem düzenneđi.

2.8. Şablon Sentezi

Bu yöntemde, kimyasal veya elektrokimyasal oksidatif polimerizasyon kullanılarak, çok sayıda silindirik gözenek (5-50 mm kalınlığa sahip) içeren gözeneksiz membran kullanılarak polimerik, metalik, yarı iletkenler veya seramik nanolifler üretilebilir. Bu yöntem istenen malzeme veya yapıyı elde etmek ve nanolifler üretmek için bir şablon veya kalıbın kullanımını gerektirir. Şablon bir metal oksit membran olarak tanımlanır. Bu teknikte, polimerin ekstrüzyonuna neden olan su basıncı uygulanması ile polimer çözeltisinin nano ölçekli çaptaki gözeneklerden geçirildikten sonra katılaştırıcı çözelti ile temas ettiğinde nanofiberler oluşturulmuş olur.

Bu yöntem lif morfolojisini kontrol etmeyi kolaylaştırır, sıralı bir şekilde ve yüksek esnekliğe sahip lif elde edilebilir ancak çok uzun fiber uzunluğuna sahip nanofiberler üretilemez, sadece birkaç mikrometre uzunluğunda fiberler elde edilebilir ve bu liflerin çapı membranın gözenek boyutu ile belirlenir ve farklı şablonlar kullanarak farklı çaplarda fiberler üretilir. Şablon sentez yöntemi ile nanofiber üretimini gösteren proses şeması Şekil 2.16. da verilmiştir [22].



Şekil 2.16: Şablon sentez yöntemi ile nanofiber üretim prosesi.

3. MALZEME VE YÖNTEM

3.1. Kullanılan Kimyasallar

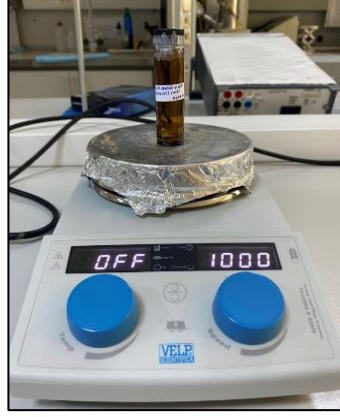
Poli(metil metakrilat) ($M_A = 120,000$, Sigma Aldrich), N, N –dimetilformamit (% 99.8, Sigma Aldrich), Lityum Klorür (LiCl) (% 99, Sigma Aldrich), İzopropil Alkol (IPA) (>99.7, Sigma Aldrich).

3.2. Kullanılan Ekipman Ve Cihazlar

Elektro eğirme sisteminin kurulumu için; Şırınga pompası, yüksek güç (voltaj) sağlayıcı, şırınga (10 mL), endüstriyel iğne ucu, pleksiglas kabin, alüminyum plaka, alüminyum folyo, cam yüzey, mesafe ölçümü için cetvel, sıcaklık ve nem ölçüm cihazı, hassas terazi, manyetik balık, manyetik karıştırıcı, oksijen plazma cihazı, temas açısı ölçüm cihazı, taramalı elektron mikroskobu (SEM).

3.3. Elektro Eğirme Yöntemi İle Nanofiber Üretimi

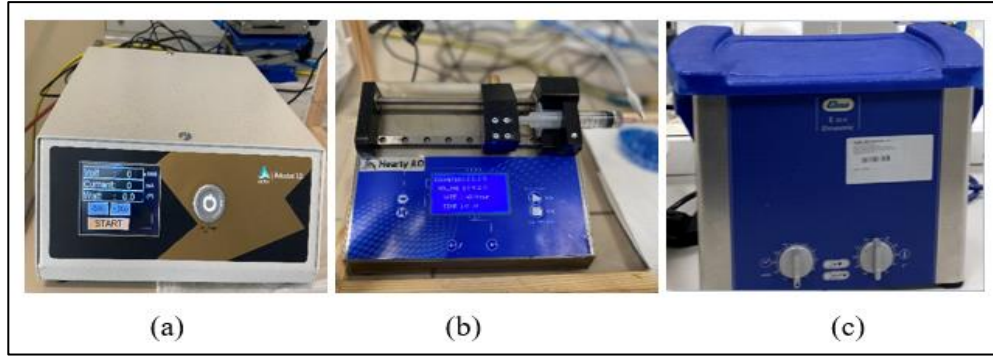
İlk olarak 0.45 g Poli(metil metakrilat) (PMMA, ortalama molekül ağırlığı: 75000, Sigma Aldrich) hassas terazi üzerinde vial içinde tartıldıktan sonra N,N-dimetil formaldehit (DMF, %99.8, Sigma Aldrich) çözücüsü ile 3 g'a tamamlanmıştır. Hazırlanan karışım içine manyetik balık atılarak vial kapağı kapatılmış ve çözücünün buharlaşarak çözelti konsantrasyonunun değişme riskine karşılık parafilm ile vial kapağının etrafı sarılmıştır. Çözelti 24 saat boyunca manyetik karıştırıcı üzerinde 1000 rpm hız ile karıştırılarak ağırlıkça %15'lik polimer çözeltisi elde edilmiştir. Aynı şekilde ağırlıkça %20'lik polimer çözeltisi Şekil 3.1 de görüldüğü şekilde hazırlanmıştır.



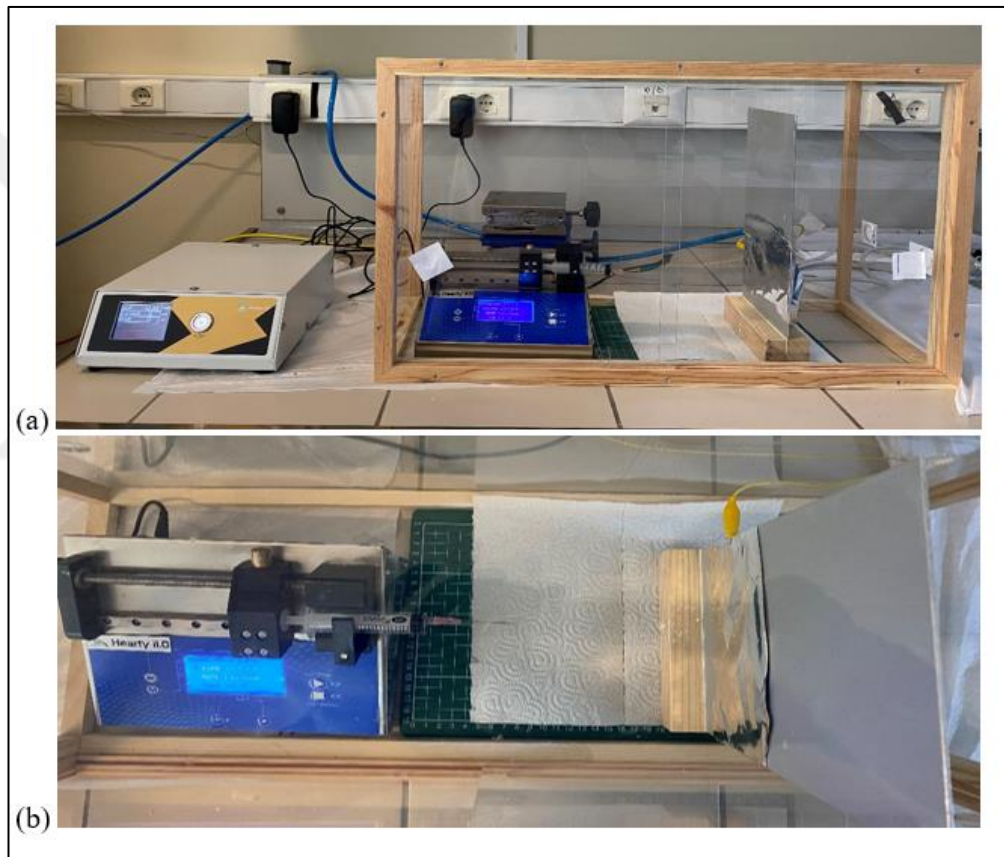
Şekil 3.1: PMMA/DMF çözeltisi manyetik karıştırıcı üzerinde 24 saat 1000 rpm hızla karıştırılarak hazırlanışı

Elektro eğirme (Electrospinning) işlemini gerçekleştirmek için elektrik alan oluşturulması amacıyla bir güç sağlayıcı Şekil 3.2. (a) da, çözeltinin içinde bulunacağı bir şırınga, çözeltinin dağıtılması için uygun bir iğne ucu, çözelti besleme hızını ayarlamak için bir şırınga pompası Şekil 3.2. (b) de görüldüğü şekilde kullanılmış ve elde edilen fiberlerin biriktirilmesi için toplayıcı olarak alüminyum bir plaka ile toplama yüzeyi olarak ilk etapta alüminyum folyo kullanılmıştır. Elektro eğirme işlemi saydam, pleksiglas bir kabin içinde gerçekleştirilmiştir. Elektro eğirme sistem şeması Şekil 3.3. te verildiği gibidir.

Elektro eğirme sistemi için kullanılacak parametrelere uygun ölçüde bir iğne ucu (FEITA Glue Needles Industrial Liquid Dispenser Needle Tips) 10 mL'lik şırıngaya takılarak hazırlanan polimer çözeltisi içinde hava boşluğu kalmayacak şekilde şırınga içine çekilmiştir. Şırınga içinde çözelti ile birlikte hava baloncukları olduğu durumda baloncukların giderilmesi amacı ile şırınga bir beher içinde ultrasonik banyoda (Elmasonic, Şekil 3.2. (c)) 5 dk bekletilmiştir.



Şekil 3.2: Elektro eğirme sisteminde kullanılan (a) yüksek güç sağlayıcı, (b) şırınga pompası, (c) ultrasonic banyo (Elmasonic).

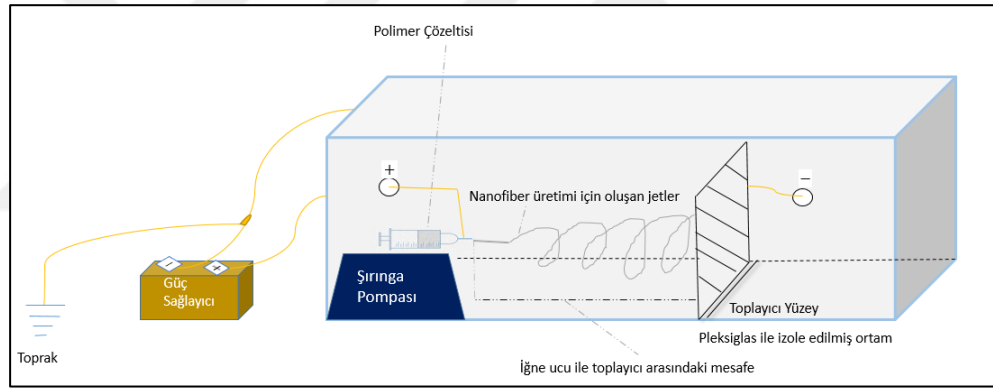


Şekil 3.3: Elektro eğirme sistem düzeneğinin (a) önden ve (b) üstten görünüşü.

İçinde çözelti bulunan şırınga, çözelti beslemesini gerçekleştirerek çözeltinin iğne ucundan dağıtılmasını sağlayacak olan şırınga pompasına yerleştirilmiştir. İğne ucu ile toplayıcı plaka arasındaki mesafe (d) ayarlanarak alüminyum plaka iğne ucu hizasında yerleştirilmiştir. Toplayıcı plakanın üzeri alüminyum folyo ile kaplanmıştır. Güç sağlayıcının pozitif (+) kutbu iğne ucuna bağlanmıştır. İğne ucundan besleme pompası ile beslenerek dağıtılan polimer çözeltisinden nanofiber üretilmesini

sağlayacak olan elektrostatik kuvveti oluşturmak için güç sağlayıcının negatif (-) kutbunun bir ucu toprağa bağlı olacak şekilde diğer ucu toplayıcı plakaya bağlanmıştır. Güç kaynağından uygulanacak voltaj (E) ve şırınga pompasından çözelti besleme hızı (Q) ayarlanmış ve sistem başlatılarak nanofiber üretimi pleksiglas kabin içinde gerçekleştirilmiştir. Ortam neminin istenilen düzeyde olmadığı durumlarda nem düzeyini sağlamak amacıyla kabin içerisinde belli bölgelere mavi nem tutucu silika jeller yerleştirilerek elektro eğirme işleminin gerçekleştirileceği ortam nemi ayarlanmıştır.

Elektro eğirme metodu ile PMMA nanofiberlerinin istenilen çap uzunluğunda, boncuksuz ve düzgün bir şekilde üretilmesi amacıyla ilgili parametreler (elektro eğirme sistem parametreleri ve çözelti parametreleri) değiştirilerek farklı denemeler yapılmış ve farklı morfolojilerde nanofiberler elde edilmiştir. Kullanılan elektro eğirme sistem mekanizması Şekil 3.4'te verilmiştir.



Şekil 3.4: Elektro eğirme sistem mekanizması.

Yapılan ilk çalışmada mesafe 15 cm, besleme hızı 0.5 mL/h olacak şekilde sabit tutularak farklı konsantrasyonlar, farklı voltajlar ve farklı boyutta iğne uçları kullanılarak farklı çap uzunluklarına ve morfolojilere sahip nanofiberler elde edilmiştir. Bu sırada ortam sıcaklığı 22 ± 2 °C, ortalama nem $\%35 \pm 3$ olarak ölçülmüştür. Bu şekilde yapılan ilk denemelerde kullanılan parametreler ve bu parametreler ile gerçekleştirilen elektro eğirme işlemi ile elde edilen nanofiber çapları Tablo 3.1 de verilmiştir.

Tablo 3.1: 15 cm mesafe ile, 0.5 mL/h çözelti besleme debisi sabit tutularak yapılan denemelerde kullanılan parametreler ve bu parametreler ile elde edilen nanofiber çap değerleri.

Nanofiber Örnek No	Konsantrasyon (wt %)	E (kV)	G (Gauge)	D (nm)
A1	%15	15	20	121,6
B1	%15	15	25	139,8
C1	%15	25	20	118,9
D1	%15	25	25	161,7
E1	%20	15	20	298,1
F1	%20	15	25	316,7
G1	%20	25	20	292,6
H1	%20	25	25	336,8

Tablo 3.1 de verilen parametreler ile yapılan denemelerden sonraki çalışmalarda, nanofiber üretmek için elektro eğirme işlemine tabi tutulacak olan çözeltiler hazırlanırken, ortalama molekül ağırlığı 120000 olan PMMA polimeri kullanılmıştır. Takip edilen denemelerde kullanılan parametreler ve elde edilen nanofiber çapları Tablo 3.2, Tablo 3.3, Tablo 3.4 ve Tablo 3.5’te verilmiştir.

Tablo 3.2: Ağırlıkça %20 PMMA/DMF çözelti konsantrasyonunda yapılan denemelerde kullanılan parametreler ve bu parametrelere bağlı olarak elde edilen nanofiberlerin çapları.

Nanofiber Örnek No	Konsantrasyon (wt %)	E (kV)	G (Gauge)	D (cm)	Q (mL/h)	D (nm)
A2	%20	15	20	20	0.5	791,0
B2	%20	10	20	15	0.5	668,2
C2	%20	15	15	15	0.5	636,6
D2	%20	15	15	15	0.2	872,7

Tablo 3.3: Ağırlıkça %15 PMMA/DMF çözelti konsantrasyonunda, 0,1 mL/h besleme debisinde, 20 G iğne ucu kullanılarak yapılan denemelerde kullanılan parametreler ve bu parametrelere bağlı olarak elde edilen nanofiberlerin çapları.

Nanofiber Örnek No	E (kV)	d (cm)	D (nm)
A3	10	28	658,2
B3	8	15	556,7
C3	8	20	363,2

Tablo 3.4: Çözeltiye LiCl tuzu eklenmesi durumunda ağırlıkça %15 PMMA/LiCl/DMF çözelti konsantrasyonunda, 20 G iğne ucu ile 12 kW güç uygulanarak yapılan denemelerde kullanılan parametreler ve bu parametrelere bağlı olarak elde edilen nanofiberlerin çapları.

Nanofiber Örnek No	d (cm)	Q (mL/h)	LiCl (wt %)	D (nm)
A4	10	0.2	0.2	176,6
B4	10	0.4	0.2	184,5
C4	10	0.4	0.4	161,3
D4	15	0.2	0.4	182,1
E4	10	0.2	0.4	157,9
F4	15	0.4	0.4	171,3

Önceden belirlendiği gibi yapılan denemelerde nanofiberler alüminyum folya üzerinde biriktirilmiştir. Yapılan son çalışmada Tablo 3.4’te verilen parametrelerin kullanılması ile elde edilen nanofiberlerin istenilen morfoloji ve boyutta olması sonucunda nanofiberlerin alüminyum folyo yerine farklı bir yüzeyde biriktirilmesi amacı ile cam yüzey seçilmiş ve cam yüzeyler üzerinde nanofiberler üretilmiştir.

Cam yüzeyler 1 cm x 1 cm boyutunda elmas kesici yardımıyla kesilmiştir. Camlar sırasıyla izopropil alkol, aseton ve deiyonize su içinde 3 ‘er dakika ultrasonik banyoda bekletilmiştir. Sonrasında cam yüzeyler ısıtıcı üzerinde tamamen kuruyana kadar bekletilmiştir. Yüzeyin tamamen temiz olması için cam yüzeylere 3 dakika boyunca Şekil 3.5’te görülen Harrick Plasma Cleaner oksijen plazma cihazı ile oksijen plazma işlemi uygulanmıştır.



Şekil 3.5: Oksijen Plazma Cihazı (Harrick Plasma Cleaner)

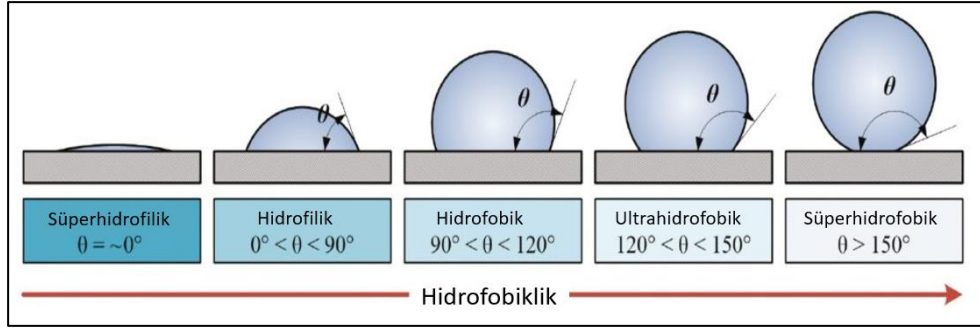
Camlar çift taraflı bantlar kullanılarak alüminyum folyo üzerine ve sonrasında alüminyum folyo alüminyum toplayıcı plaka üzerine yerleştirilerek elektro eğirme işlemi ile nanofiberlerin cam yüzeyler üzerinde biriktirilmesi sağlanmıştır. Cam yüzeyler üzerinde biriktirilen nanofiberlerin elde edilmesi sırasında kullanılan parametreler Tablo 3.5'te verilmiştir.

Tablo 3.5: 12 kV güç, 20 G iğne ucu, ağırlıkça %15 PMMA/LiCl/DMF çözeltisi kullanılarak yapılan denemelerde kullanılan parametreler ve bu parametrelere bağlı olarak elde edilen nanofiberlerin çapları.

Nanofiber Örnek No	d (cm)	Q (mL/h)	LiCl (wt %)	D (nm)
A5	10 cm	0.2	0.4	131,6
B5	15 cm	0.4	0.4	176,6

Elde edilen nanofiberlerin taramalı elektron mikroskopunda (SEM) 15 kW ve 10 kW altında görüntüleri çekilmiştir. Elde edilen SEM görüntüleri üzerinden ImageJ programı kullanılarak nanofiberlerin çapları ölçülmüştür. Yapılan ölçümler sonrasında nanofiber çap değerleri için histogram grafiklerini çizmek için Origin programı kullanılmıştır ve ortalama çap hesabı yapılmıştır. Çap uzunlukları ve nanofiber morfolojileri incelenerek en düzgün şekilde nanofiber üretilmesi için yapılan denemeler sonucunda istenilen düzeyde nanofiberler elde edilmiştir.

İstenilen morfolojide ve çapta elde edilen PMMA nanofiberler üzerinden su temas açısı (WCA) ölçümü sabit damla yöntemi ile Attention Theta programı kullanılarak temas açısı ölçüm cihazı ile yapılmıştır. Ölçümler katı yüzeye 5 μ l damla su damlatıldıktan sonra oda sıcaklığında 10 sn içinde gerçekleştirilmiştir. Aynı numune için numunenin farklı yerlerinden en az üç kez temas açıları ölçülmüş ve ortalama değer dikkate alınmıştır. Ölçüm sonuçları değerlendirilmesi Şekil 3.5 dikkate alınarak değerlendirilmiştir [42].



Şekil 3.6: Temas açısı ölçüm sonuçları için, hidrofilik/hidrofobik yüzeyin temas açısına bağlı olarak değişimi.

Tablo 3.6 da verilen parametreler kullanılarak farklı süreler için (15 dakika, 30 dakika, 45 dakika, 60 dakika) nanofiberler üretilmiş ve bu nanofiberler için porozite ölçümü yapılmış ve nanofiber gözeneklilik durumu incelenmiştir. Nanofiber numuneleri 1 cm x 1 cm olacak şekilde kesilmiştir ve hassas terazi cihazında nanofiber numunelerinin kuru ağırlıkları tartılmıştır. Daha sonra numuneler izopropil alkol içerisinde 30 dakika bekletilmiş ve sonrasında çıkarılan numunelerin ilk ıslaklıkları alındıktan sonra yaş nanofiberlerin tartımları alınmıştır. Nanofiberlerin poroziteleri (ε , %) Eşitlik 3.1 de verilen eşitlik kullanılarak hesaplanmıştır:

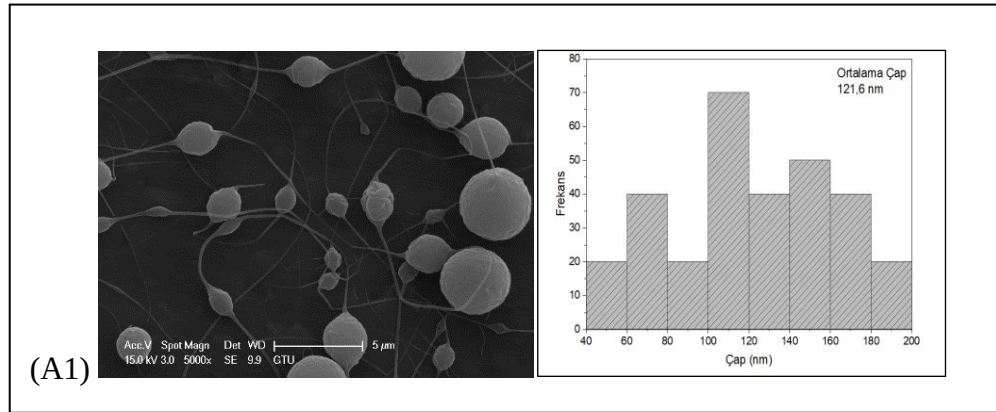
$$\varepsilon = \frac{(m_1 - m_2)/\rho_s}{(m_1 - m_2)/\rho_s + m_2/\rho_p} \times 100 \quad (3.1)$$

Denklemden m_1 : nanofiber numunesinin kuru ağırlığı (g), m_2 : nanofiber numunesinin yaş ağırlığı (g), ρ_s : kullanılan sıvının yoğunluğu (g/cm^3), ρ_p : PMMA polimerinin yoğunluğu (g/cm^3) olarak tanımlanmıştır [42].

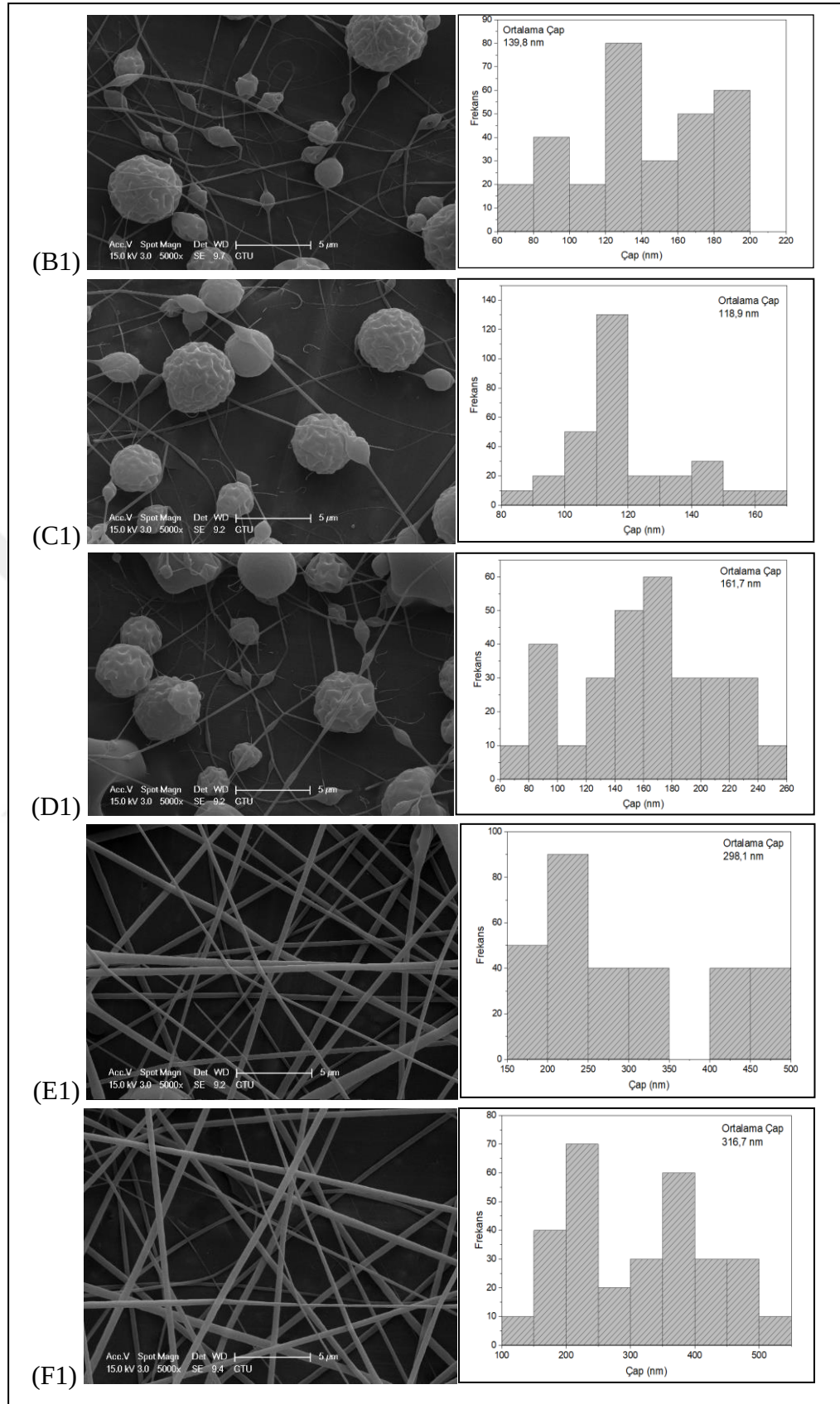
4. SONUÇLAR VE TARTIŞMA

Yapılan bu tez çalışmasında elektro eğirme yöntemi kullanılarak küçük çaplarda, düzgün morfolojide ve boncuksuz nanofiberler elde edilmesi amaçlanmıştır. Bu doğrultuda elektro eğirme işlemi sırasında kullanılan sistem parametreleri ve elektro eğirme işlemine tabi tutulan polimer çözeltisine ait parametreler değiştirilmiş ve aynı zamanda gerekli ortam koşulları sağlanarak farklı parametre kombinasyonlarında nanofiberler üretilmiştir. Nanofiberlerin SEM görüntüleri incelenmiştir ve çap uzunlukları ImageJ programı ile ölçülerek elde edilen nanofiberlerin çapları ve morfolojileri incelenmiştir. Yapılan her çalışmada bir önceki çalışmada elde edilen nanofiberlerin eksik yönleri giderilmeye çalışılmış ve parametreler bu doğrultuda değiştirilerek en ince ve en düzgün morfolojide nanofiber elde edilmesi hedeflenmiştir. Yapılan tüm denemeler sonucunda amaçlandığı gibi çok küçük çap uzunluklarına sahip ve boncuksuz, düzgün morfolojide nanofiberler elektro eğirme yöntemi ile elde edilmiştir.

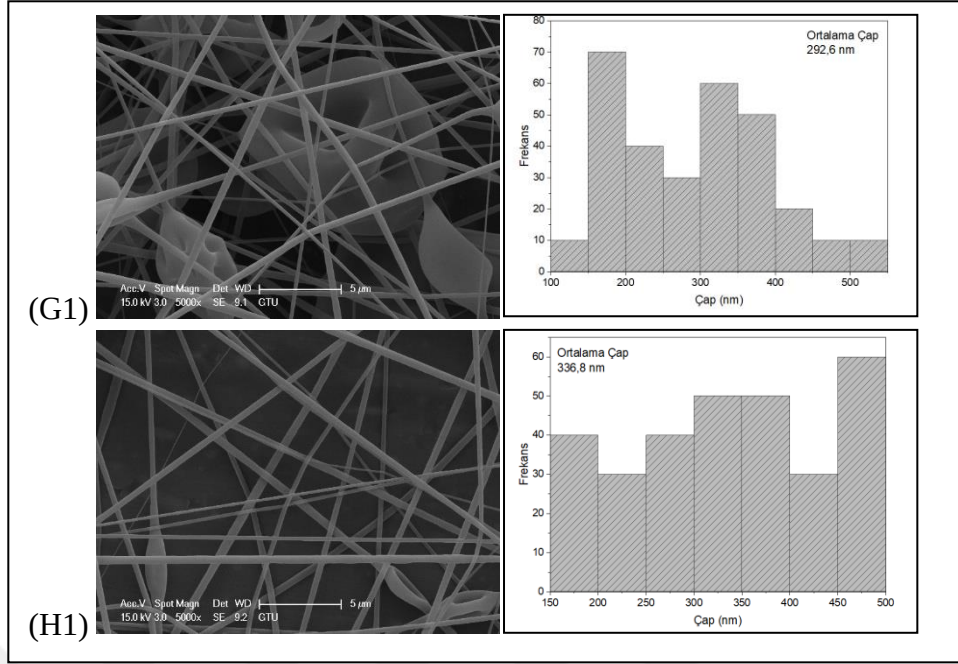
Elektro eğirme yöntemi ile elde edilen nanofiberlerin morfolojik gözlemleri taramalı elektron mikroskobu ile karakterize edilmiştir. Nanofiberlerin SEM görüntüleri ve bu SEM görüntülerinden, ImageJ programı ile ölçülen çap uzunlukları kullanılarak Orijin programı ile çizilen histogram grafikleri, yapılan tüm çalışmalar için Şekil 4.1, Şekil 4.3, Şekil 4.5, Şekil 4.7 Ve Şekil 4.9 da verilmiştir.



Şekil 4.1: (A1) Tablo 3.1’de verilen parametreler uygulanarak elde edilen nanofiberlerin 5 µm’ de ve 15 kV altında çekilen SEM görüntüleri ve çap histogramları.



Şekil 4.1: (B1-F1) Tablo 3.1’de verilen parametreler uygulanarak elde edilen nanofiberlerin 5 μm ’ de ve 15 kV altında çekilen SEM görüntüleri ve çap histogramları.

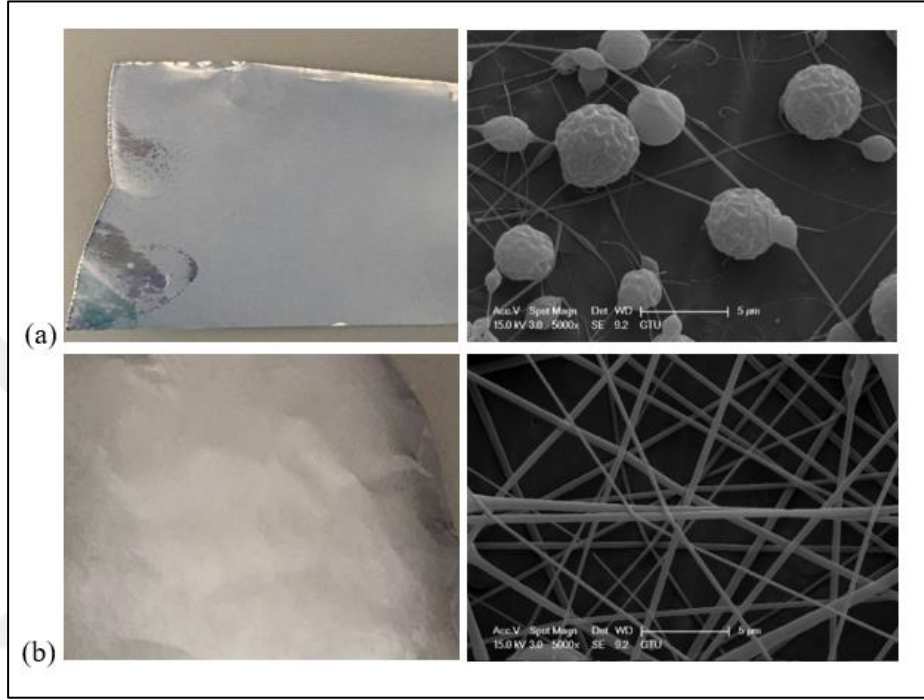


Şekil 4.1: (G1-H1) Tablo 3.1’de verilen parametreler uygulanarak elde edilen nanofiberlerin 5 µm’ de ve 15 kV altında çekilen SEM görüntüleri ve çap histogramları.

Elde edilen nanofiber morfolojileri Şekil 4.1 den görüleceği şekilde nanofiber çapının konsantrasyon artışı ve buna bağlı olarak çözelti viskozitesindeki artış ile birlikte arttığı gözlemlenirken nanofiber morfolojisinde istenmeyen boncuk / topaklanma oluşumunun da konsantrasyondaki artışı ile azaldığı gözlenmiştir. Bu durumda konsantrasyonun nanofiber çapı ve morfolojisi üzerinde oldukça önemli bir etkiye sahip olduğu söylenebilir. İğne ucu ölçüsü (G, gauge) artırıldığında fiber çaplarında artış olduğu gözlenirken uygulanan voltajın artırılması sonucunda yine fiber çaplarında artış gözlenmiştir.

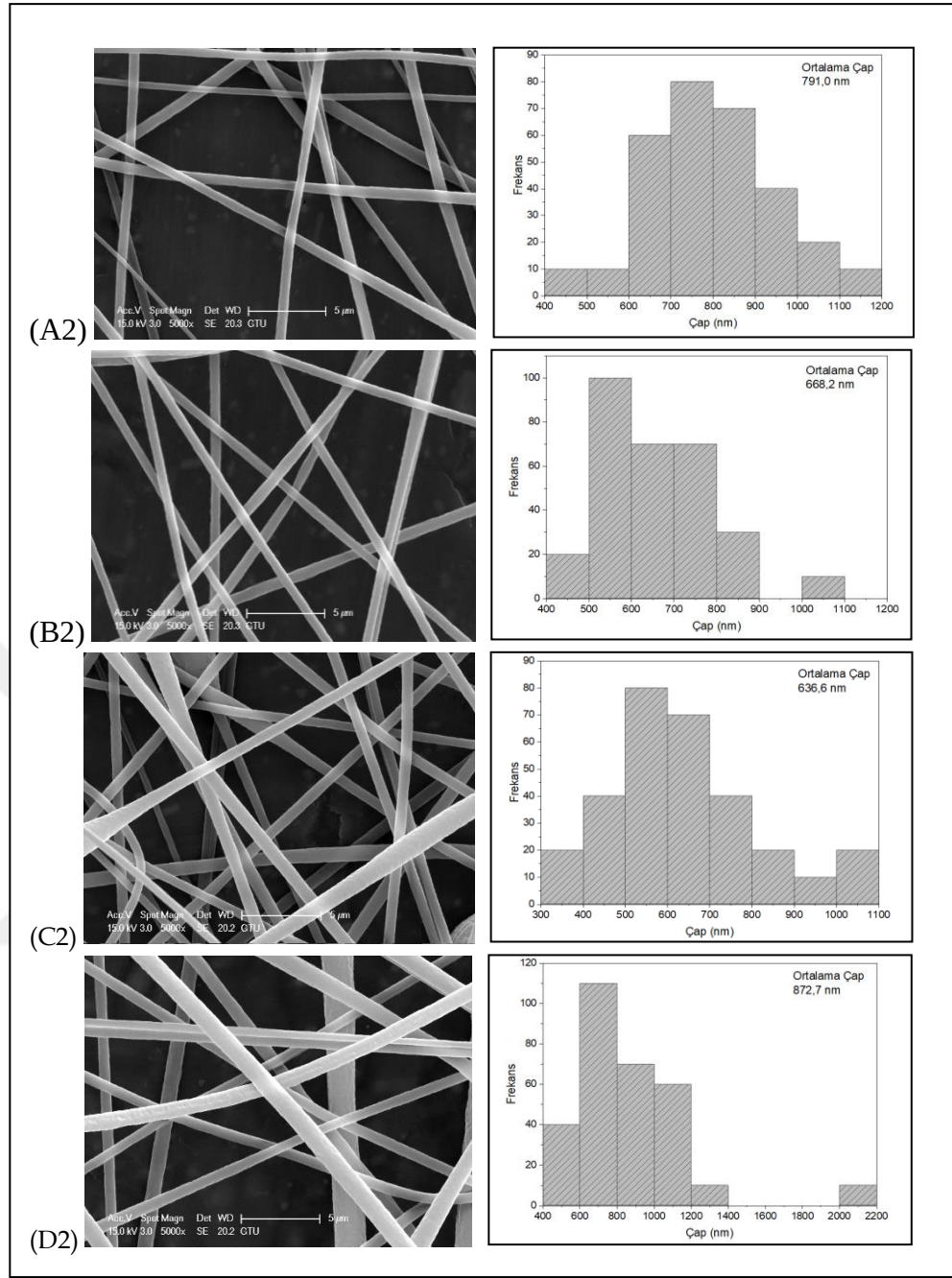
İstenilen çaplarda nanofiberler A1 – D1 aralığındaki örneklerde elde edilebilmiş gibi gözüke de tüm örneklerde fazla miktarda boncuk oluşumu olduğu görülmüştür ve bu çalışmamız için istenmeyen bir durumdur. Bunun sebepleri incelendiğinde çözücünün buharlaşması için iğne ucu ile toplayıcı arasındaki mesafenin yetersiz kalmış olabileceği, besleme debisinin olması gerekenden yüksek olmuş olabileceği, ya da kullanılan çözeltinin buharlaşma noktasının yüksek olmuş olabileceği yorumlarına varılmıştır. İstenilen morfolojide boncuk oluşumunun azaltıldığı E1 – H1 aralığındaki örneklerde gözlenmiştir ancak boncuk oluşumunun tamamen giderilmediği ve nanofiber çaplarının istenilen boyutların üzerinde olduğu gözlenmiştir.

Elde edilen nanofiberler içinde en küçük $\text{\AA}$ ap uzunluğuna sahip olan ancak çok boncuk oluşumu gözlenen nanofiberin ortalama $\text{\AA}$ apı 118,9 nm (Tablo 3.1 (C1 örneği)), boncuk oluşumunun en az gözleendiği ancak büyük nanofiber $\text{\AA}$ apına sahip olan nanofiberin ortalama $\text{\AA}$ ap uzunluğu 298,1 nm (Tablo 3.1 (E1 örneği)) dir. Elde edilen nanofiber görüntüleri Şekil 4.2 de verilmiştir.



Şekil 4.2: Nanofiber örnek numarası (a) C1 olan 118,9 nm $\text{\AA}$ aplı nanofiber örneği ve SEM görüntüsü, (b) nanofiber örnek numarası E1 olan 298,1 nm $\text{\AA}$ aplı nanofiber örneği ve SEM görüntüsü.

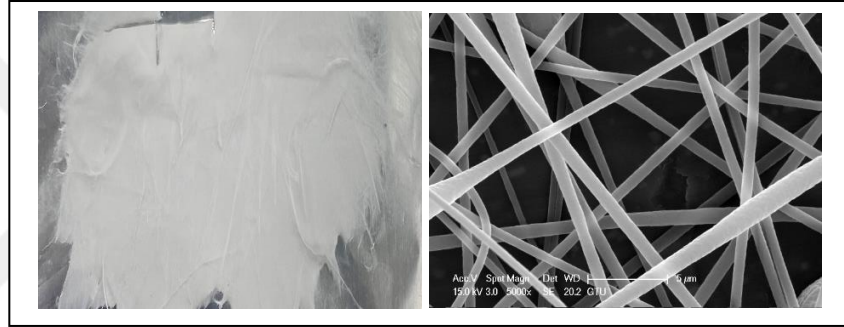
Bu gözlemlerin sonucunda bir sonraki denemeler için boncuk oluşumunun azaltılması ve hatta tamamen giderilmesi amacıyla %20'lik yüksek konsantrasyona sahip olan polimer çözeltisi hazırlanırken yüksek molekül ağırlığına sahip PMMA polimeri (Molekül ağırlığı: 120000) kullanılmıştır ve hazırlanan bu çözelti ile denemelere devam edilmiştir. Aynı zamanda besleme debisi azaltılmış, iğne ucu ile toplayıcı arasındaki mesafenin artırılmış ve uygulanan voltaj düşürülerek yeni denemeler yapılmıştır. Tablo 3.2 de verilen parametrelere bağlı olarak elde edilen yeni nanofiberlerin SEM görüntüleri ve histogram grafikleri Şekil 4.3'te verilmiştir.



Şekil 4.3: Tablo 3.2’de verilen parametreler uygulanarak elde edilen nanofiberlerin 5 µm’ de ve 15 kV altında çekilen SEM görüntüleri ve çap histogramları.

Elde edilen örneklerin SEM analizleri incelendiğinde yeni yapılan denemeler ile hedeflendiği gibi boncuk oluşumunda kayda değer azalma olduğu gözlenmekle birlikte nanofiber çaplarında yüksek miktarda artış olduğu gözlenmiştir. Amacımız 100 – 200 nm aralığında çaplar üretmektir ancak elde edilen örneklerin çapları 600 – 900 nm aralığındadır.

Yapılan çalışmalar ile birlikte elektro eęirme sistem parametrelerinin de çözelti parametreleri gibi nanofiber morfolojisi üzerinde çok büyük öneme sahip olduęu anlaşılmıştır. Çözelti viskozitesi çözelti hazırlanırken kullanılan polimer miktarının yanı sıra kullanılan polimerin molekül ağırlığına da baęlı olarak deęişkenlik göstermektedir. Bu sebeple kullanılan iki farklı molekül ağırlığındaki polimer için denemeler yapılmış ve molekül ağırlığı yüksek olan polimer ile hazırlanan çözelti kullanılarak elde edilen polimer çözeltisinin viskozitesinin daha yüksek olmasından dolayı nanofiber morfolojisindeki boncuk oluşumu azalmış ancak çap uzunlukları hala istenilenin çok üzerinde olmuştur. Elde edilen en düşük nanofiber çapı nanofiber örneęi C2 (Tablo 3.2 (C2)) için 636,6 nm olarak ölçülmüştür. Elde edilen nanofiber örnek görüntüsü ve SEM görüntüsü Şekil 4.4'te verilmiştir.



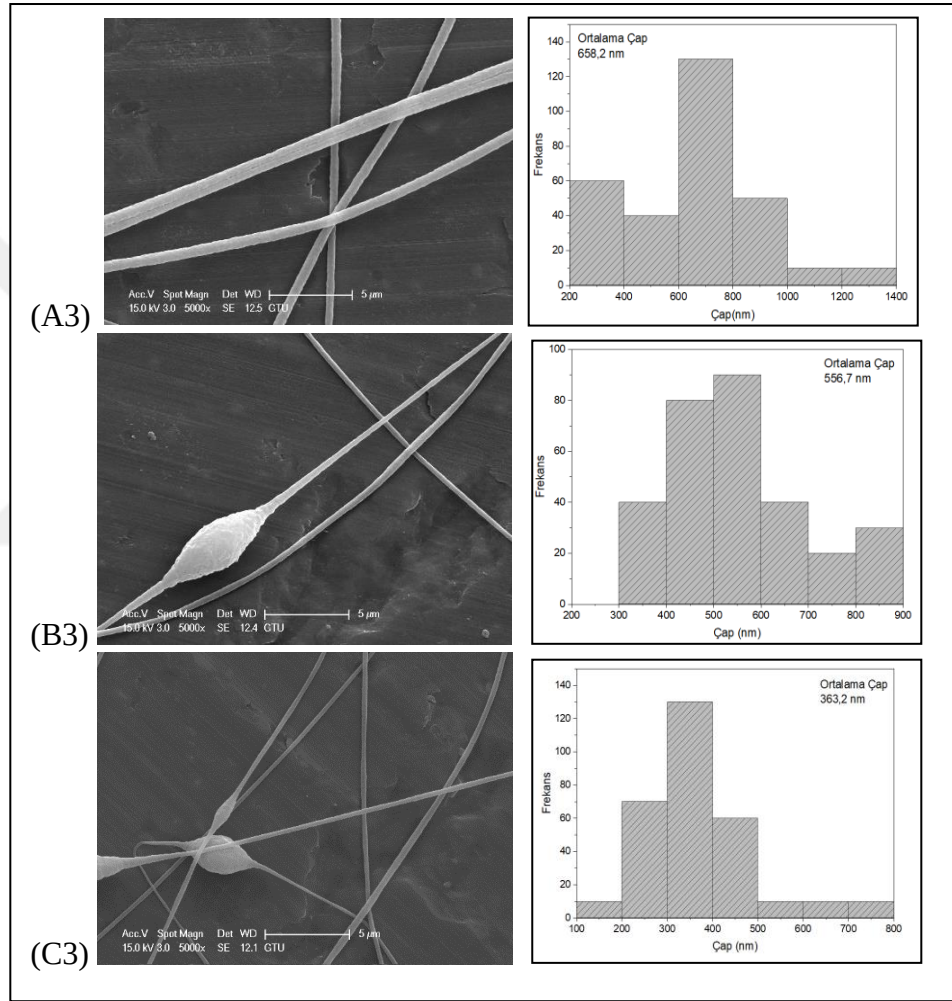
Şekil 4.4: Nanofiber örnek numarası C2 olan 636,6 nm çaplı nanofiber örneęi ve SEM görüntüsü.

Ek olarak Tablo 3.2'ye baęlı olarak yapılan denemelerde elde edilen nanofiberler incelendięinde besleme debisindeki azalma ile çözeltinin ięne ucundan dağıtılması sırasında daha kararlı bir akış saęlandığı ve bununla birlikte boncuk miktarının azaltılarak daha düzgün fiberler elde edildięi gözlenmiştir.

Bu zamana kadar yapılan tüm çalışmalar göz önüne alındığında boncuk oluşumunun az olduęu durumda nanofiberlerin çap uzunluklarının arttığı gözlemlenirken nanofiber çapının istenildięi gibi küçük olduęu durumda boncuk oluşumunda artış olduęu gözlenmiştir. Buradan boncuk oluşmadan küçük çaplarda nanofiber üretilmesi için tüm parametrelerin uygun bir şekilde optimize edilmesi gerektięi anlaşılmakta ve bu sebeple hem boncuk oluşumunu azaltmak hem de fiber çaplarını küçültmek için uygun parametreler seçilerek tekrar denemeler yapılmıştır.

Bu doğrultuda yapılacak yeni denemeler için nanofiber çapını küçültmek amacıyla düşük konsantrasyonda olan %15 'lik polimer çözeltisi yüksek molekül

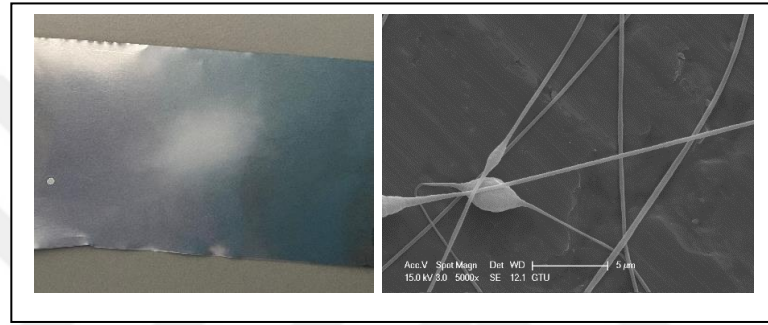
ağırlığına sahip PMMA polimeri kullanılarak hazırlanmış ve bu çözelti yapılacak olan yeni denemelerde kullanılmıştır. Aynı zamanda uygulanan volt değeri ve besleme debisi boncuk oluşumunu azaltmak amacıyla düşürülürken iğne ucu ile toplayıcı yüzey arasındaki mesafe nanofiber çapını küçültmek için artırılarak yeni denemeler yapılmıştır. Elde edilen fiberlerin çapları ile bu nanofiberleri üretildiği parametreler Tablo 3.3'te verilmiştir. Tablo 3.3'te verilen parametrelere bağlı olarak elde edilen nanofiberlerin SEM görüntüleri ve histogramları Şekil 4.5'te belirtilmiştir.



Şekil 4.5: Tablo 3.3'te verilen parametreler uygulanarak elde edilen nanofiberlerin 5 µm' de ve 15 kV altında çekilen SEM görüntüleri ve çap histogramları.

Örneklerin SEM görüntüleri incelendiğinde uygulanan gücün azaltılması ve iğne ucu ile toplayıcı arasındaki mesafenin artırılması ile fiber çaplarında beklenildiği gibi bir önceki çalışmaya göre düşüş olduğu gözlenmiştir ancak yine de istenilen nanofiber çap boyutuna ulaşamamıştır. Aynı zamanda bu deneme de uygulanan voltajın 8 kV'a

kadar düşürülmesi veya iğne ucu ile toplayıcı arasındaki mesafenin 28 cm 'e kadar artırılması sonucunda üretilen nanofiberlerin yoğunluklarının çok az olduğu gözlenmiştir. Ancak üretilmek istenilen nanofiberin geniş uygulama alanlarında rahatça kullanılabilmesi için yüzeyi tamamen kaplamalı ve yoğun olmalıdır. Sonuç olarak bu denemede boncuk oluşumu tamamen engellenememiş, nanofiber çapı istenilen boyutta üretilmemiş ve fiber yoğunluğu azalmıştır. Elde edilen nanofiber örnekleri incelendiğinde en düşük çaplı nanofiber örneğinin (Tablo 3.3 (C3)) ortalama çapı 363,2 nm olarak belirlenmiştir. Elde edilen nanofiber örneği Şekil 4.6. da verilmiştir.



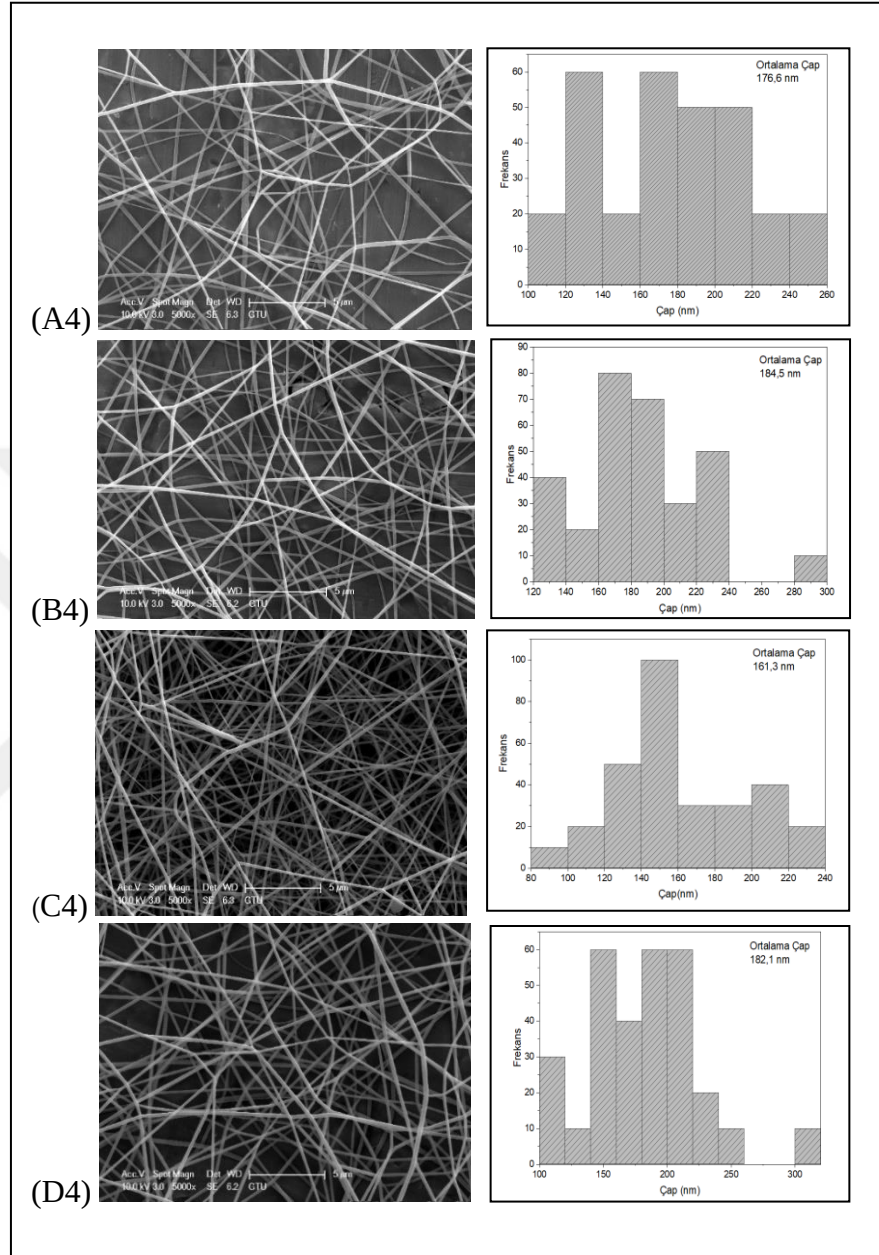
Şekil 4.6: Nanofiber örnek numarası C3 olan 363,2 nm çaplı nanofiber örneği ve SEM görüntüsü.

İstenilen şekilde nanofiberlerin üretilmesi amacıyla sadece elektro eğirme sistem parametrelerinin değiştirilmesinin yeterli olmadığı anlaşılmış ve yapılan araştırmalar sonucunda çözelti iletkenliğinin elektro eğirme işlemi için oldukça önemli olduğu görülmüştür. Çözelti iletkenliğinin belli bir dereceye kadar artırılması sonucunda elektro eğirme işlemi sırasında oluşan elektrik alan içinden geçen polimer çözeltisinin, nanofiber oluşumunu kolaylaştırması ve boncuk oluşmadan, küçük çaplarda, yoğun nanofiberlerin üretilmesi beklenmektedir [1].

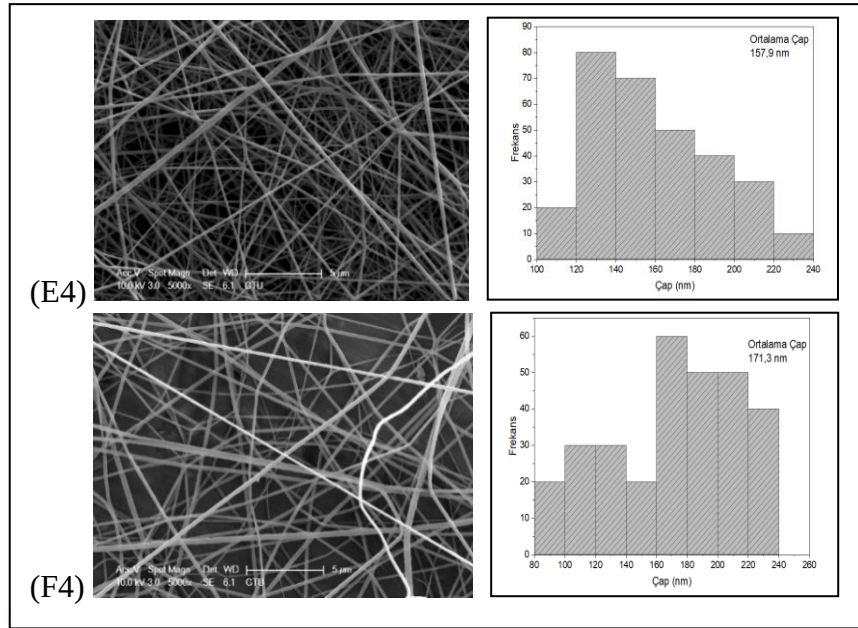
Bu doğrultuda ilk aşamada çözelti iletkenliğini artırmak amacıyla sodium klorür (NaCl) tuzu kullanılmış ancak NaCl tuzunun çözünürlüğü DMF çözücüsü içinde çok düşük olduğu için çözelti başarılı şekilde oluşturulamamış bu sebeple DMF içinde çözünürlüğü NaCl tuzuna oranla yüksek olan LiCl tuzu kullanılarak yeni bir çözelti hazırlanmıştır [43].

Yapılacak olan yeni deneme için fiber yoğunluğunun artması amacıyla uygulanan volt değeri ve çözelti besleme debisi artırılmıştır. Yapılan yeni çalışmalarda

kullanılan parametreler Tablo 3.4’te belirtilmiştir ve elde edilen yeni nanofiberlerin SEM görüntüleri ile histogramları Şekil 4.7 de belirtilmiştir.



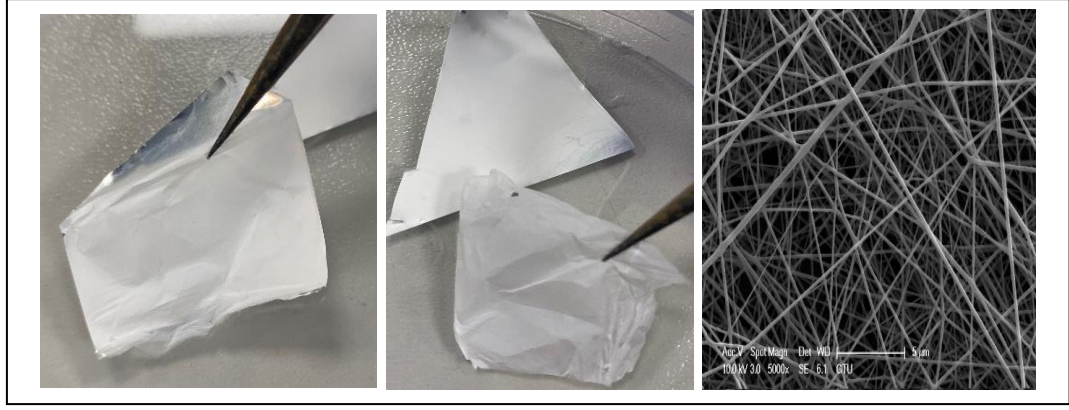
Şekil 4.7: (A4-D4) Tablo 3.4’te verilen parametreler uygulanarak elde edilen nanofiberlerin 5 μm ’ de ve 10 kV altında çekilen SEM görüntüleri ve $\text{\AA}$ ap histogramları.



Şekil 4.7: (E4-F4) Tablo 3.4’te verilen parametreler uygulanarak elde edilen nanofiberlerin 5 μm ’ de ve 10 kV altında çekilen SEM görüntüleri ve çap histogramları.

Çözelti iletkenliğinin artırılması ile birlikte iğne ucundan dağılarak elektrik alandan geçen çözelti jetler halinde ayrıldığında bu jetler üzerinde biriken net yük yoğunluğunun belli bir düzeye kadar artması ile birlikte düzgün morfolojide ve küçük çaplı nanofiberler üretilenmiştir. Jetler üzerinde biriken net yükün çok fazla olması tekrar boncuk oluşumuna sebep olacaktır bu nedenle çözelti iletkenliğini artırmak için kullanılacak olan LiCl tuz miktarının belirli düzeyde olması gerekmektedir.

Elde edilen örnekler analiz edildiğinde Şekil 4.7 de görülen nanofiber SEM görüntülerinden ve çap histogramlarından görüleceği üzere ulaşılmak istenilen nanofiber çap aralığı olan 100 – 200 nm aralığına ulaşılmıştır. Aynı zamanda boncuk oluşumu tamamen önlenmiştir ve elde edilen nanofiber yoğunluğu istenildiği gibi tüm yüzeyi kaplayacak şekildedir. Sonuç olarak ilave edilen LiCl tuzu ile çözeltinin iletkenliğinin artırılması sonucunda ulaşılmak istenilen nanofiber morfolojisi düşük çaplarda elde edilmiştir. En iyi sonuç olan E4 (Tablo 3.4 (E4)) örneğinde nanofiber çapı 157,49 nm olarak ölçülmüştür ve nanofiber örneği Şekil 4.8 de verilmiştir.



Şekil 4.8: Örnek numarası E4 olan 157,49 nm ortalama çaptaki nanofiberin görüntüsü.

Tüm sonuçlar gözden geçirildiğinde elektro eğirme yöntemi ile elde edilen nanofiberlerin morfolojileri üzerinde etki eden tüm parametrelerin optimize edilmesi gerektiği anlaşılmıştır. Sistem parametreleri ayarlanırken çözelti parametreleri de göz önüne alınmalıdır. Örneğin uygulanan voltaj ya da çözelti besleme debisi ayarlanırken çözeltinin konsantrasyonu, viskozitesi, kullanılan polimerin molekül ağırlığı gibi parametreler de göz önüne alınmalıdır. Aksi takdirde çözeltinin iğne ucundan dağılımı düzgün bir şekilde gerçekleşemez. Çözelti konsantrasyonu olması gereken değerden düşük olur ise çözelti çok hızlı bir şekilde iğne ucundan dağılabilir ya da çözelti konsantrasyonu olması gerekenden çok yüksek olduğu durumda çözelti düzgün ve sürekli bir şekilde spinlenemediği için iğne ucunda birikerek iğne ucunun tıkanmasına yol açabilir.

Çözelti konsantrasyonunun etkisi göz önüne alındığında konsantrasyonun artırılması, daha düzgün morfolojide nanofiberlerin üretilmesini sağlamaktadır ancak elde edilen nanofiberlerin çaplarının küçük olması isteniyor ise bu durumda konsantrasyonun kontrollü olarak artırılması gerekmektedir. Çok küçük çaplarda nanofiberler elde edilmesi için ise konsantrasyonun yine kontrollü bir şekilde azaltılması gerekir aksi takdirde düşük konsantrasyonlarda elde edilen nanofiberlerin morfolojilerinde boncuk oluşumu gözlenir.

Diğer bir örnek ise iğne ucu ile toplayıcı arasındaki mesafenin kullanılan çözücü özelliğine göre ayarlanıyor olması gerektiğidir. Kullanılan çözücünün buharlaşma hızı göz önüne alınarak elektro eğirme sırasında çözücünün buharlaşmasına olanak tanıyacak kadar mesafe ayarlanmalıdır. Aksi takdirde kalın çapta ya da boncuk oluşumu gözlenen nanofiberler elde edilir. Aynı şekilde kullanılan çözücünün

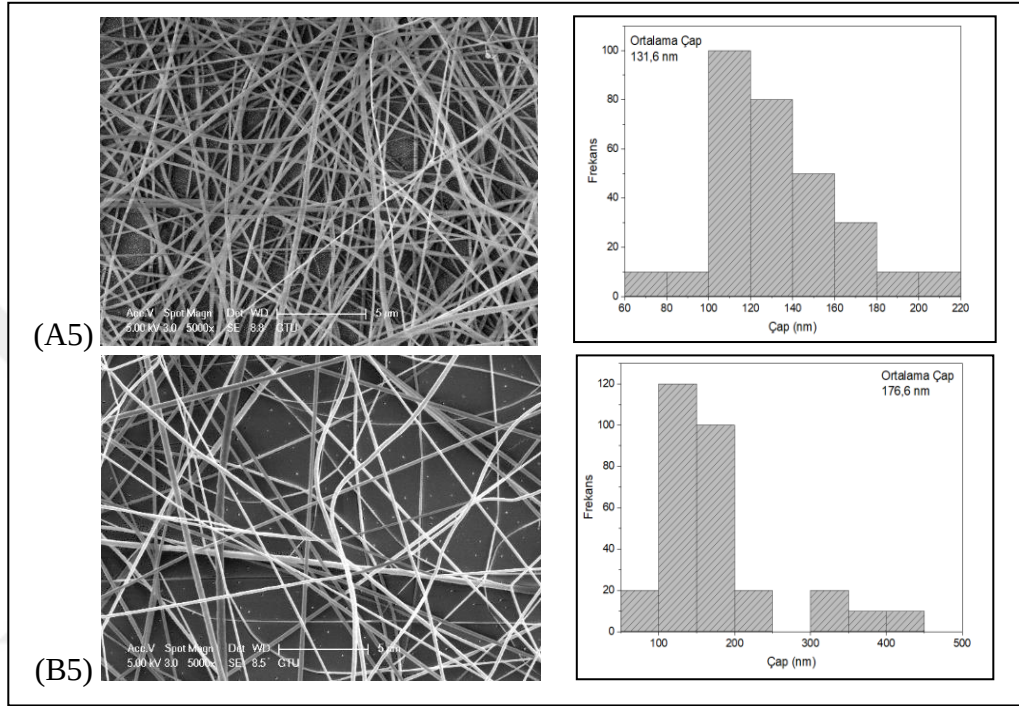
dielektrik sabiti de çözelti üzerinde daha iyi bir şekilde yük depolanmasını sağlamak açısından önemlidir. DMF çözücüsü kullanılmaya karar verilmeden önce kloroform ve aseton ile yapılan bir kaç elektro eğirme çalışması sonucunda hem buharlaşma hızının fazla olması hem de dielektrik sabitinin düşük olmasından dolayı bu çözücüler ile hazırlanan çözeltiler kullanılarak düzgün şekilde nanofiber üretimi gerçekleştirilememiştir.

Çözelti iletkenliği göz önüne alındığında, iletkenliğin artırılması sonucunda iğne ucundan ayrılan ve elektrik alandan geçerken jetler halinde yayılan çözeltinin üzerinde biriken yükün artması sağlanmıştır ve bu durum sonucunda jetler düzgün bir şekilde eğrilerek küçük çaplarda ve boncuksuz nanofiberlerin üretilebilmesini sağlamıştır. Küçük çaplarda nanofiber üretimi için daha düşük konsantrasyon, daha yakın mesafe, daha düşük voltaj kullanılmıştır ve boncuk oluşumu çözelti iletkenliğinin artırılması ile tamamen giderilmiştir.

Aynı zamanda sistem parametrelerine ve çözelti parametrelerine ek olarak elektro eğirme işleminin gerçekleştirildiği ortam parametrelerinin de önemi yapılan denemeler sırasında gözlenmiştir. Ortam sıcaklığının 22 ± 3 °C'den yüksek olması, çözücünün beklenenden daha kısa sürede buharlaşmasına sebep olurken aynı zamanda çözelti viskozitesinde azalmaya sebep olacaktır. Aynı şekilde düşük sıcaklıkta çözücü buharlaşma süresi uzayacak ve çözelti viskozitesi artacaktır. Bu durum sistem parametrelerinin yeniden optimize edilmesini gerektirecektir. Ortam neminin 35 ± 3 'den fazla olması, çözücünün buharlaşmasını zorlaştıracaktır ve çözeltinin elektrik alandan geçişi sırasında deşarj olmasına sebep olacaktır. Yapılan çalışmalar sırasında nem değerinin 58 ± 3 olduğu durumlarda düzgün nanofiberler elde edilememiştir. Elde edilen nanofiberler toplayıcı yüzey üzerinde birikmek yerine havada birbiri ile temas halinde bir yumak oluşturmuştur. Bunun sebebi araştırıldığında, ortamdaki nem miktarından dolayı nanofiberler üzerinde oluşan gözeneklerin birbiri ile etkileşime girmesi ve çözeltinin deşarj olmasından dolayı çözelti hareketinin toplayıcı yüzeye doğru değil tersi yönde hareket etme eğilimde olması sonucuna varılmıştır [22]. Bu sebeple elektro eğirme işlemi sırasında ortam koşulları (sıcaklık ve nem) sabit tutulmuştur.

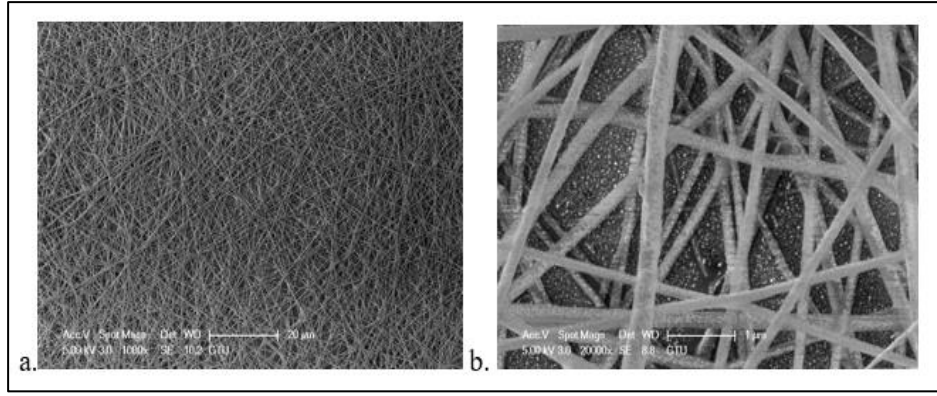
Yapılan çalışmalarda bir önceki çalışmanın eksikliklerinin giderilmesi üzerine gidilmiştir ve bu doğrultuda sistem parametreleri ile çözelti parametreleri birbiriyle ilişkili olarak değiştirilirken gerekli ortam koşulları sağlanmıştır.

Elde edilen sonuçların tekrar edilebilir olduğunu ve aynı zamanda farklı bir yüzeyde nanofiber üretiminin gerçekleştirilebiliyor olduğunu gözlemlemek için cam yüzeyler üzerinde PMMA nanofiberler üretilmiştir.. Uygulanan parametreler ve cam altlıklar üzerinde elde edilen fiber çapları Tablo 3.5’te verilmiştir. Üretilen nanofiberlerin SEM görüntüleri Şekil 4.9 da verilmiştir

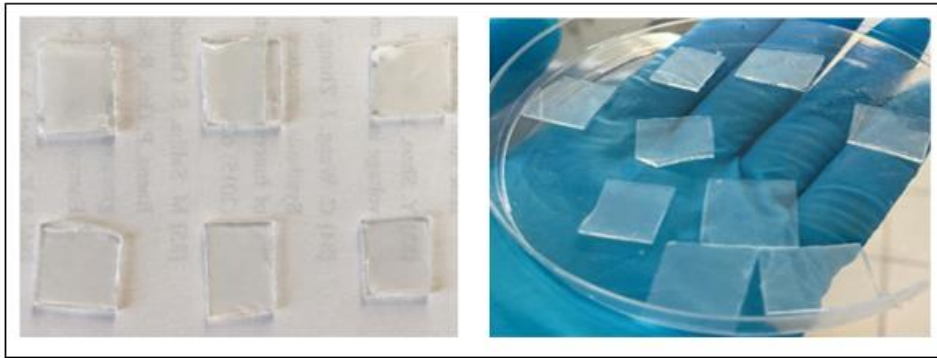


Şekil 4.9: Tablo 3.5’te verilen parametreler uygulanarak elde edilen nanofiberlerin 5 μm ’ de SEM görüntüleri ve çap histogramları.

Cam altlık üzerinde hedeflenildiği şekilde üretilen nanofiber örneklerinden en iyi sonucu gösteren nanofiber örneğinin (Nanofiber Örnek No: A5) SEM analiz görüntülerinin 20 μm ve 1 μm ’ de SEM görüntüsü Şekil 4.10 da görüldüğü üzere boncuk oluşmadan, düzgün morfolojide, yoğun bir şekilde ve hedeflenen çap aralığı olan 100-200 nm çap aralığında üretilmiştir. Cam altlıklar üzerinde elde edilen nanofiberlerin görüntüleri Şekil 4.11 de verilmiştir.

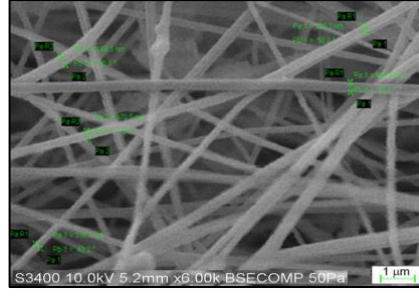


Şekil 4.10: A5 numunesinin (a) 20 μm ve (b) 1 μm ' deki SEM görüntüleri.



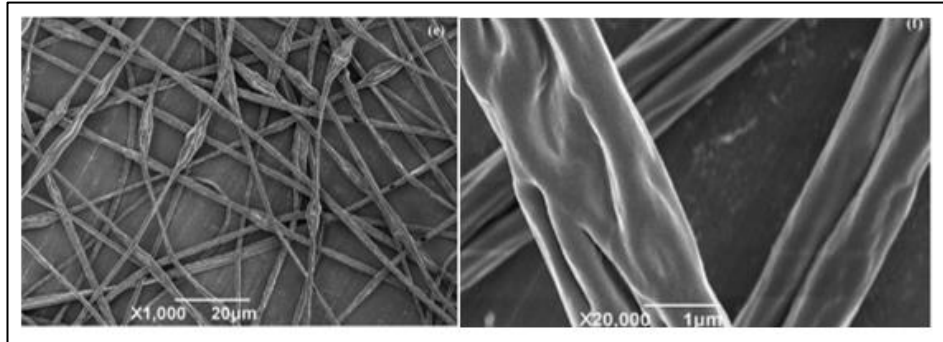
Şekil 4.11: Cam yüzey üzerinde üretilen nanofiberlerin görüntüleri.

Akhtar et al yaptıkları çalışmada ağırlıkça %15 PMMA polimeri ve ağırlıkça %10 NaCl tuzunun DMF ve aseton (5:5) çözücü karışımında çözeltilerini hazırlayarak elektro eğirme işlemine tabi tutmuşlardır. Elde edilen nanofiberlerin sem görüntüleri Şekil 4.11 den görüleceği üzere nanofiberlerin üretimi sırasında boncuk oluştuğu görülmektedir. Yapılan çalışmada en az 704.8 nm ortalama çapa sahip nanofiberler üretilebilmiştir [44]. Buradan yaptığımız bu çalışmada elde edilen fiber çaplarının 100 – 300 nm aralığına kadar başarılı bir şekilde düştüğünü, aynı zamanda boncuk oluşumu gözlenmeden düzgün nanofiber yapı üretildiğini elde edilen sonuçlara bakıldığı zaman açıkça görülmektedir.



Şekil 4.12: Akhtar ve ark. yaptıkları çalışma sonucu elde ettikleri nanofiberlerin FESEM görüntüsü.

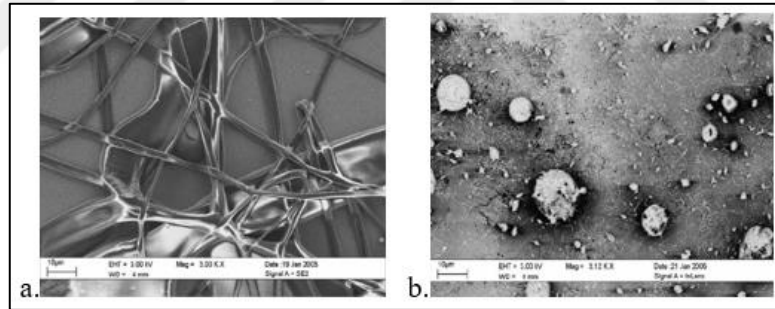
Li et al yaptıkları çalışmada ağırlıkça %20 PMMA/Aseton çözeltisi hazırlayarak 1.2 mL/h besleme debisinde sırasıyla 12, 15, 18 kV güç uygulayarak gerçekleştirdikleri elektro eğirme işlemi sonucunda 4,46 μm , 3,45 μm ve 2,94 μm çap uzunluğuna sahip nanofiberler elde edebilmişlerdir ve elde ettikleri fiber yapılarında boncuk oluşumu Şekil 4.12 de SEM görüntülerinden görülmektedir [45]. Yapmış olduğumuz çalışma ile kıyasladığımızda elde ettiğimiz fiber çapları yapılan bu çalışmaya göre oldukça küçüktür ve bu da yüksek yüzey alanı gerektiren nanofiber uygulamaları için büyük bir avantaj sağlamaktadır. Bunun dışında boncuk oluşumu olmaması ve yüzeyde düzgün bir şekilde nanofiber biriktirilebilmiş olması açısından bu çalışmada elde edilen nanofiber yapıların geniş uygulama alanına da sahip olacağı düşünülmektedir.



Şekil 4.13: Li ve ark. yaptıkları çalışmanın 18 kV güç uygulandığı durumda elde edilen nanofiberlerin SEM görüntüsü.

S. Piperno ve ark. yaptıkları çalışmada PMMA polimerini farklı oranlarda asetonu çözücü olarak kullanarak farklı konsantrasyonlarda polimer çözeltileri hazırlamışlardır. Bu çözeltileri kullanarak farklı morfoloji ve çap uzunluklarına sahip PMMA nanofiberlerini elektro eğirme yöntemi kullanarak üretebilmişlerdir. Elde

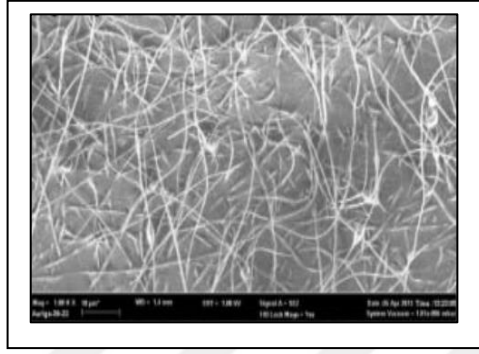
ettikleri nanofiberlerin çapları 100 nm ile 2 μm arasında değişmekte olup morfolojileri ise tamamen boncuksuz veya boncuklu şekildedir. Nanofiberlerin çapları polimer çözeltisinin konsantrasyonundaki azalış ile birlikte azalırken, boncuk oluşumu çözeltisinin konsantrasyonundaki azalış ile birlikte artmıştır. Yaptıkları çalışma sonucunda tamamen boncuksuz yapıda nanofiberler üretebilmişlerdir ancak ürettikleri nanofiberlerin çapları 2 μm boyutlarındadır. Şekil 4.14 (a) da görsel verilmiştir. Elde ettikleri farklı bir nanofiber örneğinde 100 nm gibi oldukça küçük boyutlarda nanofiberler üretebilmeyi başarmışlardır ancak elde ettikleri bu nanofiberlerin morfolojilerine bakıldığında boncuk oluşumunun fazla olduğu görülmüştür Şekil 4.14 (b) de görsel verilmiştir. Yapılan bu çalışmada elektro eğirme ile PMMA nanofiberlerin üretilmesi sırasında çözelti konsantrasyonunun ne derece önemli olduğunu gösterirken, tamamen boncuksuz ve küçük çaplarda PMMA nanofiberlerin üretimi sağlanamamıştır. Çalışmada farklı konsantrasyonlarda çözelti kullanılarak elde edilen nanofiberlerin SEM görüntüleri Şekil 4.14.a ve Şekil 4.14.b de verilmiştir [46].



Şekil 4.14: Farklı PMMA konsantrasyonlarında (a) ağırlıkça %2, (b) ağırlıkça % 0.7 elde edilen nanofiberlerin SEM görüntüleri.

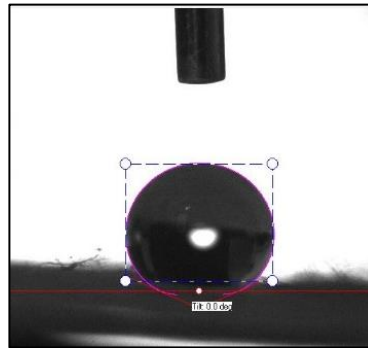
Mohammed ve ark. PMMA nanofiberlerini elektro eğirme yöntemi kullanarak üretmişler ve yaptıkları çalışmada voltaj, besleme debisi, iğne ucu ile toplayıcı arasındaki mesafe, iğne ucu ölçüsü (gauge) ve çözelti konsantrasyonunu göz önüne alarak bu beş parametreyi farklı kombinasyonlarda denemişler ve 18 farklı deneme ile farklı morfoloji ve çaplarda nanofiberler elde etmişlerdir. Elde ettikleri nanofiberleri incelediklerinde çözelti konsantrasyonunun en önemli etken olduğunu görmüşlerdir. Yaptıkları tüm çalışmalar göz önüne alındığında küçük çaplarda ve düzgün morfolojide, boncuksuz nanofiberlerin aynı anda elde edilemediği görülmüştür. Konsantrasyon artışının morfolojiyi iyileştirirken nanofiber çapında artışa sebep

olduğu, konsantrasyon azalışının ise boncuk oluşumuna sebep olurken nanofiber çapının azalmasını sağladığı görülmüştür. Elde ettikleri en iyi nanofiberlerin çap uzunluğu 230 nm civarındadır ve nanofiberlerin alan emisyon taramalı elektron mikroskop (FESEM) görüntüsü Şekil 4.15'te verilmiştir. Şekilden görüleceği üzere elde edilen nanofiberler düzgün morfolojide üretilmemiştir [47].



Şekil 4.15: Mohammed ve ark. yaptıkları çalışmaya ait (FESEM) görüntüsü. Parametreler: 20 kV güç, 1ml/h besleme debisi, 15 cm mesafe, 27 G iğne ucu ölçüsü, ağırlıkça %15 çözelti konsantrasyonu.

En iyi sonucun elde edildiği PMMA nanofiber örneği üzerinden (131,6 nm, nanofiber örneği A5) nanofiberin hidrofilik/hidrofobik özelliğinin incelenmesi için su temas açısı ölçümü sabit damla yöntemi ile yapılmıştır ve açı ölçüm sonucundaki görüntü Şekil 4.16 da verilmiştir. Temas açısı ölçümü yapıldığında elde edilen sonuçlar ortalama 149,26° ve 156,41° olarak hesaplanmıştır. Bu sonuçlar Şekil 3.6 göz önüne alınarak incelendiğinde elde edilen nanofiber örneğinin ultrahidrofobik ile süperhidrofobik gruplar arasına dahil edilmesi gerektiği gözlenmiştir.

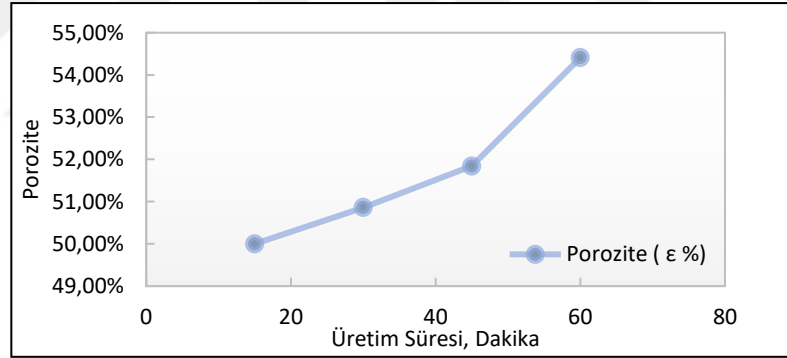


Şekil 4.16: A5 nanofiber örneği üzerinden sabit damla yöntemi ile su temas açısı ölçüm görüntüsü.

İstenilen şekilde elde edilen PMMA nanofiberinin (Nanofiber örneği A5) üretilmesi sırasında kullanılan parametreler kullanılarak, farklı sürelerde biriktirilen nanofiber örnekleri üzerinden porozite oranı Denklem 3.1 kullanılarak hesaplanmıştır. Nanofiberlerin eşit boyuttaki kuru ağırlıkları, izopropil alkole batırıldıktan sonraki yaş ağırlıkları ve belirtilen sürelerle ilgili olarak hesaplanan porozite oranları Tablo 4.1 de verilmiş, sonuçlar Şekil 4.17 de grafik üzerinde özetlenmiştir.

Tablo 4.1: Belirtilen sürelerle ilgili olarak üretilen nanofiberlerin porozite oranları.

Süre(Dk)	Kuru Ağırlık (g)	Yaş Ağırlık (g)	Porozite (ε %)
60	0.0034	0.075	54%
45	0.0068	0.049	52%
30	0.0043	0.025	51%
15	0.0028	0.014	50%
Polimer Yoğunluğu 1.18 g/cm^3 , sıvı (IPA) yoğunluğu 0.944 g/cm^3 .			



Şekil 4.17: Üretim süresine bağlı olarak elde edilen nanofiberlerin porozite grafiği.

Elde edilen sonuçlar incelendiğinde, PMMA nanofiberlerin gözeneklilikleri üretilen nanofiberin miktarına bağlı olarak arttığı gözlenmiştir.

5. SONUÇLAR

Nanofiberler sağladıkları yüksek yüzey alanı/hacim oranı, kolay yüzey modifikasyonu yeteneği, yüksek gözenekli ağ oluşturma yeteneği vb. gibi özellikleri nedeni ile çok fazla ilgi duyulan bir nanomalzeme çeşidi nanofiberlerin üretimi ile ilgili yapılan birçok farklı çalışmadan görülmüştür. Bu özellikleri nanofiberler için birçok uygulama alanı oluşturmuştur. Örneğin filtrasyon uygulamalarında, optik elektronik uygulamalarda, sağlık uygulamalarında doku mühendisliği gibi önemli alanlarda, biyomedikal uygulamalarda, sensörlerde, enerji depolama sistemleri örneğin güneş pilleri ya da diğer pil çeşitleri ve elektrot malzemeleri gibi çok çeşitli alanlarda nanofiberler ile ilgili çalışmalar yapılmıştır.

Nanofiber üretimi için günümüze kadar çok farklı yöntemler geliştirilmiştir. Bu yöntemler içinde elektro eğirme yöntemi diğer yöntemler ile kıyaslandığında basit kurulum gerektirmesi, düşük maliyetli bir teknoloji olması ile geniş çap aralığında, geniş yüzey alanı/hacim oranında, farklı morfolojilerde (uygulanacak alanın gereksinimine göre gözenekli veya gözeneksiz, boncuklu veya boncuksuz vb.) nanofiber üretilmesini sağlayan en iyi yöntemlerden biri olduğu görülmüştür. En önemli avantajı diğer uygulamalarda elde edilmesi güç olan küçük çaplarda ve yüksek yüzey alanı/hacim oranı sağlayan nanofiberlerin bu yöntem ile uygun şartlar sağlandığında üretilabiliyor olmasıdır. Bu da elektro eğirme yöntemini nanofiber üretimi için kullanılacak umut vaat eden yöntemlerden biri yapmaktadır.

Elektro eğirme ile nanofiber üretimi birçok farklı parametre ile kontrol edilmektedir. Çözelti parametreleri (konsantrasyon, viskozite, çözücü özellikleri, polimer özellikleri, çözelti iletkenliği vb.) oldukça önemli olsa da bunun yanında sistem parametrelerinin (uygulanan voltaj, iğne ucu ölçü değeri (G), iğne ucu ile toplayıcı yüzey arasındaki mesafe, çözelti besleme debisi vb.) ve ortam parametrelerinin (nem, sıcaklık vb.) de elde edilecek olan nanofiberlerin çap uzunluklarının belirlenmesinde ve morfolojilerinin ayarlanmasında oldukça önem taşıdığı görülmüştür.

Elde edilecek olan nanofiberin çap uzunluğu ve morfolojisine etki eden en önemli etkenlerden birinin çözelti konsantrasyonu ve viskozitesi olduğu görülmüştür. Çözelti konsantrasyonu ve viskozitesinin artması elde edilen nanofiber morfolojinin düzgün olmasını sağlarken nanofiberin çap uzunluğunda artışa sebep olmuştur. Farklı konsantrasyonlarda hazırlanan çözeltiler ile yapılan çalışmalarda konsantrasyonun

artışı ile elde edilen nanofiber çapı büyümüştür. Nanofiber çapının küçültülmesi amacı ile düşük konsantrasyonda çözelti kullanıldığı durumda ise elde edilen nanofiberlerin morfolojilerinin düzgün olmadığı ve boncuk oluşumun fazla olduğu görülmüştür. Bu durumda düşük konsantrasyonda ancak daha viskoz yapıda bir nanofiber üretilmesi açısından yüksek molekül ağırlığındaki polimer ile çözelti hazırlanmış ve bu çözelti kullanılarak nanofiberler üretilmiştir. Bu durumda elde edilen nanofiberlerin çapları bir miktar küçültülebilmiş ve boncuk oluşumu da bir miktar azaltılabilmektedir. Ancak bu deneme pürüzsüz ve çok küçük boyutlarda nanofiber üretimi için yeterli gelmemiştir.

Konsantrasyon ve viskozite dışında iğne ucu ölçüsü (G) artırıldığında veya uygulanan voltajın artırılması sonucunda fiber çaplarında artış gözlenmiştir ve boncuk oluşumu giderilememiştir. Nanofiber morfolojisinde boncuk oluşmasının sebepleri incelendiğinde çözücünün buharlaşması için iğne ucu ile toplayıcı arasındaki mesafenin yetersiz kalmış olması, besleme debisinin olması gerekenden yüksek olması ya da kullanılan çözeltinin buharlaşma noktasının yüksek olması gibi sebeplerin boncuk oluşumuna yol açtığı gözlenmiştir. Buna dayanarak yapılan denemelerde iğne ucu ile toplayıcı yüzey arasındaki mesafe ve uygulanan volt değeri azaltılmıştır. Elde edilen nanofiberler incelendiğinde boncuk oluşumu azaltılmış ancak giderilememiştir ve elde edilen nanofiber yoğunluğu oldukça düşük olmuştur.

Nanofiber üretimi sistem ve çözelti parametreleri dışında ortam parametrelerinden de etkilenmektedir. Nemin yüksek ve sıcaklığın fazla olduğu günlerde çalışılırken çözücü buharlaşmasının zorluğundan dolayı ve yüksek nemin sebebo olduğu nanofiberlerin morfolojisinde oluşan gözeneklerin birleşmesi ve uygulanan voltajın deşarj olması gibi etkenler ile nanofiber üretiminin düzgün yapılamadığı gözlenmiştir.

Tüm çalışmalar göz önüne alındığında tüm parametrelerin (sistem, çözelti ve ortam) birlikte değerlendirilmesi gerektiği sonucuna varılırken çözeltinin iğne ucundan çıktıktan sonra jetler halinde elektrik alandan geçerek eğilmesi sonucunda çözücünün buharlaşmasıyla birlikte nanofiberlerin toplayıcı yüzey üzerinde birikiminin kolay olması için kullanılan çözeltinin iletkenliğinin artırılmıştır. Bu amaçla çözelti içine iyonlaşabilen ve çözelti içerisinde çözünebilen tuz eklenmiştir. Sodyum klorür (NaCl) tuzu DMF içinde çözünmediği için lityum klorür (LiCl) tuzu kullanılmıştır. İletkenliği artırılmış düşük konsantrasyonda yüksek molekül ağırlığına sahip polimer ile hazırlanmış çözelti ile, düşük volt ve kısa mesafede elde edilen

nanofiberlerin morfolojileri incelendiğinde istenilen 100-200 nm ap uzunluęuna sahip nanofiberler elde edilmiřtir ve boncuk oluřumu bu nanofiber morfolojilerinde gzlenmemiřtir. Aynı zamanda elde edilen nanofiberler olduka yoęundur.

Yapılan karakterizasyonlar sonucunda elde edilen PMMA nanofiberlerin sper hidrofobik oldukları ve porozitelerinin %50-55 arasında olduęu grlmřtir.



KAYNAKLAR

- [1] Ramsden J., (2011), “Nanotechnology”, 1st Edition, Elsevier Inc.
- [2] Daniele M. A., Boyd D. A., Adams A. A., Ligler F. S., (2015), “Microfluidic strategies for design and assembly of microfibers and nanofibers with tissue engineering and regenerative medicine applications”, *Advanced Healthcare Materials*, 4 (1), 11–28.
- [3] Guarino V., Bonadies I., Ambrosio L., (2018), “Fabrication of nanofibers and nanotubes for tissue regeneration and repair. In: Peptides and proteins as biomaterials for tissue regeneration and repair”, Elsevier, 205–228.
- [4] Karczewski A., Feitosa S. A., Hamer E. I., Pankajakshan D., Gregory R. L., Spolnik K. J., Bottino M. C., (2018), “Clindamycin-modified Triple Antibiotic Nanofibers: A Stain-free Antimicrobial Intracanal Drug Delivery System”, *Journal of Endodontics*, 44 (1), 155–162.
- [5] Ozkizilcik A., Williams R., Tian Z. R., Muresanu D. F., Sharma A., Sharma H. S., (2018), “Synthesis of biocompatible titanate nanofibers for effective delivery of neuroprotective agents. In: Neurotrophic factors”, Springer, 433–442.
- [6] Terra I. A., Sanfelice R. C., Valente G. T., Correa D. S., (2018), “Optical sensor based on fluorescent PMMA/PFO electrospun nanofibers for monitoring volatile organic compounds”, *Journal of Applied Polymer Science*, 135, 1-7.
- [7] Jha R. K., Wan M., Jacob C., Guha P. K., (2018), “Ammonia vapour sensing properties of in situ polymerized conducting PANI-nanofiber/WS 2 nanosheet composites”, *New Journal of Chemistry*, 42, 1-14.
- [8] Liu L., Wang Z., Yang J., Liu G., Li J., Guo L., Chen S., Guo Q., (2018), “NiCo 2 O 4 nanoneedle- decorated electrospun carbon nanofiber nanohybrids for sensitive non-enzymatic glucose sensors”, *Sensors and Actuators B: Chemical*, 258, 920–928.
- [9] Arredondo K., Armstrong M. R., Shan B., Zeng W., Xu W., Jiang H.b, Mu B., (2018), “Nanofiber-based Matrimid organogel membranes for battery separator”, *Journal of Membrane Science*, 546, 158–164.
- [10] Kang W., Fan L., Deng N., Zhao H., Li Q., Naebe M., Yan J., Cheng B., (2018), “Sulfur-embedded porous carbon nanofiber composites for high stability lithium-sulfur batteries”, *Chemical Engineering Journal*, 333, 185–190.
- [11] Song X., Wang S., Chen G., Gao T., Bao Y., Ding L. X., Wang H., (2018), “Fe-N-doped carbon nanofiber and graphene modified separator for lithium-sulfur batteries”, *Chemical Engineering Journal*, 333, 564–571.
- [12] Knizek R., Knizkova D., Bajzik V., (2018), “Baby Bed Sheets with a Nanofiber Membrane. World Academy of Science, Engineering and Technology”, *International Journal of Fashion and Textile Engineering*, 5(6), 1-8.

- [13] Lee K. S., Shim J., Park M., Kim H. Y., Son D. I., (2017), "Transparent nanofiber textiles with intercalated ZnO@ graphene QD LEDs for wearable electronics", *Composite Part B: Engineering*, 130, 70–75.
- [14] Gorji M., Bagherzadeh R., Fashandi H., (2017), "Electrospun nanofibers in protective clothing", *Electrospun nanofibers*, 571–598.
- [15] Sinha M. K., Das B., Kumar K., Kishore B., Prasad N. E., (2017), "Development of Ultraviolet (UV) Radiation Protective Fabric Using Combined Electrospinning and Electro spraying Technique", *Journal of Institution of Engineers (India): Series E*, 98, 17-24.
- [16] Lu A. X., McEntee M., Browe M. A., Hall M. G., DeCoste J. B., Peterson G. W., (2017), "MOFabric: Electrospun Nanofiber Mats from PVDF/UiO-66-NH₂ for Chemical Protection and Decon- tamination", *ACS Appl Mater Interfaces*, 9 (15), 13632–13636.
- [17] Kim M. H., Lee W. J., Lee D. H., Ko S. W., Hwang T. I., Kim J. W., Park C. H., Kim C. S., (2018), "Development of Nanofiber Reinforced Double Layered Cabin Air Filter Using Novel Upward Mass Production Electrospinning Set Up", *Journal of Nanoscience and Nanotechnology*, 18 (3), 2132–2136.
- [18] Choi H. J., Kumita M., Hayashi S, Yuasa H., Kamiyama M., Seto T., Tsai C. J., Otani Y., (2018), "Filtration properties of nanofiber/microfiber mixed filter and prediction of its performance", *Aerosol Air Quality Research*, 17 (4), 1052–1062.
- [19] Feng Q., Wu D., Zhao Y., Wei A., Wei Q., Fong H., (2018), "Electrospun AOPAN/RC blend nanofiber membrane for efficient removal of heavy metal ions from water", *Journal of Hazardous Materials*, 344, 819–828.
- [20] Din I. U., Shaharun M. S., Naeem A., Tasleem S., Johan M. R., (2018), "Carbon nanofibers based copper/zirconia catalysts for carbon dioxide hydrogenation to methanol: Effect of copper concentration", *Chemical Engineering Journal*, 334, 619–629.
- [21] Gupta V. K., Fakhri A., Agarwal S., Bharti A. K., Naji M., Tkachev A. G., (2018), "Preparation and characterization of TiO₂ nanofibers by hydrothermal method for removal of Benzodiazepines (Diazepam) from liquids as catalytic ozonation and adsorption processes", *Journal of Molecular Liquids*, 249, 1033–1038.
- [22] Barhoum A., Bechelany M., Makhoulf Hamdy Salam A., (2019), "Handbook of Nano Fibers", 2nd Edition, Springer.
- [23] Roy P., Srivastava S. K., (2015), "Nanostructured anode materials for lithium ion batteries", *Journal of Materials Chemistry A*, 3 (6), 2454–2484.
- [24] Shi X., Zhou W., Ma D., (2015), "Electrospinning of nanofibers and their applications for energy devices", *Journal of Nanomaterials*, 16, 122.

- [25] Lim, C. T., Tan E. P.S. Tan, Ng S. Y., (2008). "Effects of Crystalline Morphology on the Tensile Properties of Electrospun Polymer Nanofibers." *Applied Physics Letters*, 92 (14), 1-4.
- [26] Anwarul A. M. Y. A., Mahabub Md. H., Shamim Md. R., (2014), "Effect of Electrospinning Parameters on Fiber Morphology of Tissue Engineering Scaffolds: A Review." *Journal of Fashion Technology & Textile Engineering*, 02 (03), 1-5.
- [27] Pham Q. P., Sharma U., Mikos A. G., (2006), "Electrospinning of polymeric nanofibers for tissue engineering applications: a review", *Tissue Engineering*, 12, 1197-1211.
- [28] Nayak R., Kyratzis I. L., Truong Y. B., (2012), "Melt-electrospinning of polypropylene with conductive additives", *Journal of Material Science*, 47 (17), 6387–6396.
- [29] Fong H., Chun I., D. Reneker H., (1999), "Beaded Nanofibers Formed during Electrospinning", *Polymer*, 40 (16), 4585–92.
- [30] Lim. C. T., (2017), "Nanofiber Technology: Current Status and Emerging Developments", *Progress in Polymer Science*, 70, 1–17.
- [31] Huang Y., Jianan S., Cheng Y., Yuanzheng L., Hui W., (2019), "Scalable Manufacturing and Applications of Nanofibers", *Materials Today*, 28, 98-113.
- [32] Kocaman B., Altun K., Aydın R., Yalçın M., Demirbaş M., (2020), "Türkiye'de Akademik ve Fen Bilimlerinde Akademik Araştırmalar", 1st Edition, Iksad Publications.
- [33] Kim H. S., Kim K., Jin H. J., Chin I. J., (2005), "Morphological characterization of electrospun nano-fibrous membranes of biodegradable poly(L-lactide) and poly(lactide-co-glycolide)", *Macromolecular Symposia*, 224, 145-154.
- [34] Koenig K., Beukenberg K., Langensiepen F., Seide G., (2019), "A New Prototype Melt-Electrospinning Device for the Production of Biobased Thermoplastic Sub-Microfibers and Nanofibers", *Biomaterials Research*, 23 (1), 1–12.
- [35] Bae H. S., Haider A., Selim K. K., Kang D. Y., Kim E. J., Kang I. K., (2013), "Fabrication of highly porous PMMA electrospun fibers and their application in the removal of phenol and iodine", *Journal of Polymer Research*, 20, 158.
- [36] Hayati I., Bailey A. I., Tadros T. F., (1987), "Investigations into the mechanisms of electrohydrodynamic spraying of liquids, effect of electric-field and the environment on pendant drops and factors affecting the formation of stable jets and atomization", *J Colloid Interface Science*, 117, 205–21.
- [37] Bhardwaj N., Kundu S. C., (2010), "Electrospinning: a fascinating fiber fabrication technique", *Biotechnol Advanture*, 28, 325–347.
- [38] Ashammakhi N., Wimpenny I., Nikkola L., Yang Y., (2009), "Electrospinning:

methods and development of biodegradable nanofibres for drug release", *Journal of Biomedical Nanotechnology*, 5, 1–19

[39] Ingavle G. C., Leach J. K., (2013), "Advancements in electrospinning of polymeric nanofibrous scaffolds for tissue engineering", *Tissue Engineering B Rev*, 20, 277–293.

[40] Glebert C. D., Kilic A., Tijding D. L., Kramer J. A. L., Cabatingan L. K., Tan N. P. B., Stojanovska E., Polat Y., (2020), "Solution Blow Spinning (SBS) and SBS-Spun Nanofibers: Materials, Methods, and Applications", *Materials Today Communications*, 25, 101656.

[41] Gao Y., Jun Z., Ying S., Hang W., Xiao-Xiong W., Lin-Peng H., Miao Yu, Seeram R., Yun-Ze L., (2021), "Recent Progress and Challenges in Solution Blow Spinning", *Materials Horizons*, 8, 426–446.

[42] Corneliu C., Dorneanu P., Airinei A., Olaru N., Samoila P., Rotaru A., (2017), "Design and Evaluation of Electrospun Polysulfone Fibers and Polysulfone/NiFe₂O₄ Nanostructured Composite as Sorbents for Oil Spill Cleanup", *Journal of the Taiwan Institute of Chemical Engineers*, 70 (1), 267–81.

[43] Qin, X. H., Yang E. L., Li N., Shan-Yuan W., (2007), "Effect of Different Salts on Electrospinning of Polyacrylonitrile (PAN) Polymer Solution", *Journal of Applied Polymer Science*, 103 (6), 3865–70.

[44] Akhtar M. N., Sulong A. B., Karim Ab. S., Azhari C. H., Raza M. R., (2015), "Evaluation of Thermal, Morphological and Mechanical Properties of PMMA/NaCl/DMF Electrospun Nanofibers: An Investigation through Surface Methodology Approach", *Iranian Polymer Journal (English Edition)*, 24 (12), 1025–38.

[45] Li L., Jiang Z., Li M., Li R., Fang T., (2014), "Hierarchically Structured PMMA Fibers Fabricated by Electrospinning", *RSC Advances*, 4 (95): 52973–85.

[46] Piperno S., Lozzi L., Rastelli R., Passacantando M., Santucci S., (2006), "PMMA Nanofibers Production by Electrospinning", *Applied Surface Science*, 252 (15), 5583–86.

[47] Khanlou M. H., Ang B. C., Talebian S., Amalina M., Andri A., (2015), "Electrospinning of Polymethyl Methacrylate Nanofibers: Optimization of Processing Parameters Using the Taguchi Design of Experiments", *Textile Research Journal*, 85 (4), 356–68.

ÖZGEÇMİŞ

Tuğçe Nur Yörükhan 2014 yılında başladığı Gebze Teknik Üniversitesi Mühendislik Fakültesi Kimya Mühendisliği Bölümünü 2019 yılında başarıyla tamamladı. Eğitimi sırasında Marmara Üniversitesi Kimya Mühendisliği Anabilim Dalı laboratuvarlarında öğrenci asistan olarak 1 yıl görev aldı. 2020 yılında yüksek lisans eğitimine Gebze Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Kimya Mühendisliği Anabilim Dalında başladı. Yüksek lisansı sırasında 9 ay boyunca Dr. Öğr. Üyesi Muhammed Enes ORUÇ'un yürütmüş olduğu "Perovskit Güneş Pilleri için Düşük Sıcaklıklarda TiO_2 Nanolif Sentezi ve Elektro-Optik Özelliklerinin İncelenmesi" konusu altında bir TÜBİTAK 1001 projesinde araştırmacı asistan olarak görev aldıktan sonra girdiği Ceva Lojistik şirketinde Amazon operasyon mühendisi olarak çalışmaya devam etmektedir.