



**T.C.**  
**KONYA TEKNİK ÜNİVERSİTESİ**  
**LİSANSÜSTÜ EĞİTİM ENSTİTÜSÜ**



**ELEKTRO-EĞİRME METODUYLA  
ÜRETİLEN SİLİKA NANOPARTİKÜLLÜ PAN  
NANOFİBERLERİN  
HİDROFOBİK/HİDROFİLİK  
ÖZELLİKLERİNİN İNCELENMESİ**

**Ziya YİĞİTOL**

**YÜKSEK LİSANS TEZİ**

**Makine Mühendisliği Anabilim Dalı**

**Ekim-2019**  
**KONYA**  
**Her Hakkı Saklıdır**

## TEZ KABUL VE ONAYI

Ziya YİĞİTOL tarafından hazırlanan “Elektro-Eğirme Metoduyla Üretilen Silika Nanopartiküllü Pan Nanofiberlerin Hidrofobik/Hidrofilik Özelliklerinin İncelenmesi” adlı tez çalışması 24.10.2018 tarihinde aşağıdaki jüri tarafından oy birliği / oy çokluğu ile Konya Teknik Üniversitesi Lisansüstü Eğitim Enstitüsü Makine Mühendisliği Anabilim Dalı'nda YÜKSEK LİSANS TEZİ olarak kabul edilmiştir.

### Jüri Üyeleri

#### Başkan

Dr. Öğr. Üyesi Yusuf YILMAZ

#### Danışman

Dr. Öğr. Üyesi Yusuf YILMAZ

#### Üye

Dr. Öğr. Üyesi Mevlüt TÜRKÖZ

#### Üye

Dr. Öğr. Üyesi Adem YAR

İmza



Yukarıdaki sonucu onaylarım.

Prof. Dr. Hakan KARABÖRK  
Enstitü Müdürü

Bu tez çalışması Konya Teknik Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri (BAP) Koordinatörlüğü tarafından 18201120 nolu proje ile desteklenmiştir.

## TEZ BİLDİRİMİ

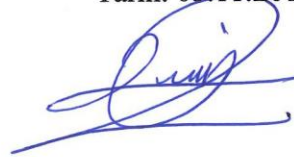
Bu tezdeki bütün bilgilerin etik davranış ve akademik kurallar çerçevesinde elde edildiğini ve tez yazım kurallarına uygun olarak hazırlanan bu çalışmada bana ait olmayan her türlü ifade ve bilginin kaynağına eksiksiz atf yapıldığını bildiririm.

## DECLARATION PAGE

I hereby declare that all information in this document has been obtained and presented in accordance with academic rules and ethical conduct. I also declare that, as required by these rules and conduct, I have fully cited and referenced all material and results that are not original to this work.

Ziya YİĞİTOL

Tarih: 05.11.2019



## ÖZET

### YÜKSEK LİSANS TEZİ

# ELEKTRO-EĞİRME METODUYLA ÜRETİLEN SİLİKA NANOPARTİKÜLLÜ PAN NANOFİBERLERİN HİDROFOBİK/HİDROFİLİK ÖZELLİKLERİNİN İNCELENMESİ

Ziya YİĞİTOL

Konya Teknik Üniversitesi  
Lisansüstü Eğitim Enstitüsü  
Makine Mühendisliği Anabilim Dalı

Danışman: Dr. Öğr. Üyesi Yusuf YILMAZ

2019, 71 Sayfa

Jüri

Dr. Öğr. Üyesi Yusuf YILMAZ  
Dr. Öğr. Üyesi Mevlüt TÜRKÖZ  
Dr. Öğr. Üyesi Adem YAR

Bu çalışmada silika nanopartiküllü nanofiberlerin nanofiber çapları ve hidrofobik/hidrofilik özellikleri incelenmiştir. Silika nanoparçacıklı PAN nanofiberlerin üretiminde elektrospin işlemi kullanılmıştır. Üretim parametrelerinden çözelti konsantrasyonu ve voltajın nanofiber yapısı üzerine etkisi incelenmiştir. Öncelikli olarak poliakrilonitril/dimetilformamit (PAN/DMF)'den oluşan ağırlıkça % 8 karışım oranı için en iyi üretim parametreleri (SEM analizleri ile) belirlenmiştir. Sonra ağırlıkça % 8, % 9, % 10, % 11, % 12, % 13 PAN/DMF çözeltileri hazırlanmıştır. Bu çözeltilere % 1 oranında nano silika ilave edilmiş ve bu solüsyonlar kullanılarak elektrospin işlemi ile nano partiküllü nanofiberler üretilmiştir. Üretilen bu nanopartiküllü nanofiberlerin morfolojik yapıları, hidrofobik/hidrofilik özellikleri incelenmiştir. Çalışma sonunda saf PAN/DMF konsantrasyonu arttığı zaman nanofiber çapının arttığı görülmüştür. Elde edilen nanofiber çaplarının 143,05-441,00nm arasında değişen altı farklı nanofiber elde edilmiştir. Silika ilavesinin de nanofiber çapına etkisi gözlenmiş ve nanofiber çapı 147,4-515,00nm arasında değişim gösterdiği gözlemlenmiştir. Sonuçta, PAN/DMF konsantrasyonu arttığı zaman nanofiber çapının arttığı görülmüştür aynı şekilde silika ilavesi yapıldığı zaman nanofiber çapı daha yüksek değerlerde elde edilmiştir. Silika katkılı nanofiberlerin hidrofobik/hidrofilik özelliği, statik yüzey temas açısı ölçüm cihazı ile analiz edilmiştir. Analiz sonuçlarına göre hazırlanan farklı oranlardaki PAN/DMF çözeltilerine sabit oranda silika ilavesi yapılmıştır. Elde edilen sonuçlar karşılaştırıldığında en fazla hidrofobik özellik gösteren numune % 13 PAN olan deney numunesinin olduğu görülmüştür. Sonuçta ağırlıkça sabit oranda (%1) silika ilave edilmesi ve ağırlıkça PAN oranının %8 ile %13 aralığında arttırıldığı her numune için hidrofobikliğin değiştiği görülmüştür. Bu değişim % 8 PAN solüsyonuna % 1 oranında ilave edilmesi ile numunenin temas açısını % 15.9 luk bir artış gösterirken % 13 PAN solüsyonuna % 1 oranında eklendiğinde silika etkisi % 0.018 olarak hesaplanmış ve silika etkisi dikkate değer bir değişime neden olmamıştır.

**Anahtar Kelimeler:** Elektro-eğirme metodu, Hidrofobik/Hidrofilik, Nanofiberin morfolojisi, Nanopartiküller, Poliakrilonitril (PAN) nanofiberler.

## ABSTRACT

### MS THESIS

# INVESTIGATION OF PROPERTIES HYDROPHOBIC / HYDROPHILIC OF PAN NANOFIBERS CONTAINING SILICA NANOPARTICLES PRODUCED BY ELECTROSPINNING METHOD

Ziya YİĞİTOL

Konya Technical University  
Institute of Graduate Studies  
Department of Mechanical Engineering

Advisor: Asst. Prof. Dr. Yusuf YILMAZ

2019, 71 Pages

Jury

Asst. Prof. Dr. Yusuf YILMAZ  
Asst. Prof. Dr. Mevlüt TÜRKÖZ  
Asst. Prof. Dr. Adem YAR

In this study, nanofiber diameters and hydrophobic / hydrophilic properties of silica nanoparticulate nanofibers were investigated. Electrospin process was used in the production of PAN nanofibers with silica nanoparticles. The effects of solution concentration and voltage on nanofiber structure were investigated. The best production parameters (by SEM analysis) were determined for the 8% by weight mixture ratio consisting primarily of polyacrylonitrile / dimethylformamide (PAN / DMF). Then 8%, 9%, 10%, 11%, 12%, 13% by weight PAN / DMF solutions were prepared. 1% nano silica was added to these solutions and nanoparticles with nanoparticles were produced by electrospinning. The morphological structure, hydrophobic / hydrophilic properties of these nanoparticle nanofibers were investigated. At the end of the study, it was seen that nanofiber diameter increased when pure PAN / DMF concentration increased. The effect of silica addition on nanofiber diameter was observed and it was observed that the nanofiber diameter varied between 147.4-515.00nm. As a result, it was observed that the nanofiber diameter increased when PAN / DMF concentration increased and the nanofiber diameter was obtained at higher values when silica was added. The hydrophobicity / hydrophilicity of silica doped nanofibers was analyzed by static surface contact angle measuring device. According to the results of the analysis, a constant proportion of silica was added to PAN / DMF precipitates in different ratios. When the results were compared, the most hydrophobic sample was 13% PAN. As a result, it has been observed that the hydrophobicity changes for each sample that the addition of a constant rate (1%) of silica and the PAN ratio by weight is increased by 8 to 13%. While the change of contact angle was increased by 15.9% with the addition of 1% silica to the 8% PAN solution, silica effect calculated as 0.018% at the addition of 1% silica to the 13% PAN solution. So the silica effect did not cause a significant change at 13% PAN solution.

**Keywords:** Electro-spinning method, Hydrophobic / Hydrophilic, Nanofiber morphology, Nanoparticles, Polyacrylonitrile (PAN) nanofibers.

## ÖNSÖZ

Bu projeye Konya Teknik Üniversitesi. BAP (proje no: 18201120) desteğinden dolayı teşekkür ederim. Ayrıca desteğini esirgemeyen danışmanım Doktor Öğretim Üyesi Sayın Yusuf YILMAZ'a, değerli vaktini, bilgisini ve emeğini esirgemeyip beni bu süreç boyunca motive eden, laboratuvarımı açarak, alet-cihazlarından yararlanmamı sağlayan Sayın Doç. Dr. Kevser DİNCER'e çok teşekkür ederim. Bu tez çalışmam boyunca her daim desteğini esirgeyen ve yanımda olan eşim Büşra YİĞİTOL ve oğlum Ertuğrul YİĞİTOL'a çok teşekkür ederim.

Ziya YİĞİTOL  
KONYA-2019

# İÇİNDEKİLER

<b>ÖZET .....</b>	<b>iv</b>
<b>ABSTRACT.....</b>	<b>v</b>
<b>ÖNSÖZ .....</b>	<b>vi</b>
<b>İÇİNDEKİLER .....</b>	<b>vii</b>
<b>SİMGELER VE KISALTMALAR .....</b>	<b>ix</b>
<b>1. GİRİŞ .....</b>	<b>1</b>
<b>2. KAYNAK ARAŞTIRMASI .....</b>	<b>3</b>
<b>3. ELEKTRO-EĞİRME İŞLEMİ VE HİDROFOBİK/HİDROFİBİK ÖZELLİKLER İLE İLGİLİ TEORİK GENEL BİLGİLER.....</b>	<b>7</b>
3.1. Nanofiber .....	9
3.1.1. Nanofiber üretim yöntemleri .....	9
3.2. Silika Nanopartiküllü PAN Nanofiberler .....	11
3.3. Elektro-Eğirme Yöntemi ve Nanofiber Üretimi .....	12
3.3.1. Elektro-eğirme yöntemi .....	12
3.3.2. Elektro-eğirme önemli özellikleri .....	14
3.3.3. Elektro-eğirme işlemi ile üretilen nanofiberlerin işlem aşamaları.....	15
3.3.4. Elektro-eğirme işlemi etkileyen parametreler .....	15
3.4. Hidrofobik ve Hidrofilik Yüzeyler .....	15
3.4.1. Hidrofobik ve hidrofilik yüzey özellikleri .....	16
3.4.1. Hidrofolik ve hidrofilik yüzeylerin kullanım alanları.....	19
<b>4. MATERYAL VE YÖNTEM.....</b>	<b>20</b>
4.1. Materyaller.....	20
4.1.1. Poliakrilonitril (PAN) .....	20
4.1.2. Dimetilformamid (DMF) .....	21
4.1.3. Silika nanopartiküller.....	22
4.2. Malzeme Üretimi .....	22
4.2.1. Poliakrilonitril/Dimetilformamit (PAN/DMF) üretimi.....	22
4.2.2. Elektro-eğirme yöntemiyle PAN/DMF üretimi .....	24
4.2.3. Elektrospon saf PAN nanofiber yapısı .....	29
4.2.4. PAN / Silika NPs nanofiberlerin imalatı.....	31
4.3. Karakterizasyon Cihazları.....	33
4.3.1. Taramalı elektron mikroskobu (SEM).....	33
4.3.2. Temas açısı ölçümü cihazı.....	34
<b>5. ARAŞTIRMA SONUÇLARI VE TARTIŞMA.....</b>	<b>35</b>
5.1. Nanofiberlerin Morfolojisi ve Çapları .....	35

5.2. Poliakrilonitril/Dimetilformamit Nanofiberlerin Taramalı Elektron Mikroskobu Analizleri .....	35
5.3. Kompozit Nanofiber .....	41
5.3.1. Kompozit nanofiberlerin morfolojisi ve çapları .....	41
5.4. Temas Açısı .....	47
5.4.1. Saf PAN ve silika nanoparçacıklı nanofiber temas açısı .....	47
<b>6. SONUÇLAR VE ÖNERİLER .....</b>	<b>52</b>
6.1. Sonuçlar .....	52
<b>KAYNAKLAR .....</b>	<b>54</b>
<b>EKLER .....</b>	<b>60</b>
<b>ÖZGEÇMİŞ .....</b>	<b>71</b>





## SİMGELER VE KISALTMALAR

### Simgeler

$\Theta$	: Açı
$^{\circ}$	: Derece
fv	: Gaz Yüzey Sürtünme Katsayısı
gr	: Gram
g/mol	: Gram mol
fs	: Katı Yüzey Sürtünme Katsayısı
kV	: Kilo Volt
d	: Mesafe
m <sup>2</sup>	: Metre kare
m <sup>3</sup>	: Metre Küp
m/s	: Metre Saniye
$\mu$ L	: Mikro Litre
$\mu$ m	: Mikrometre
mA	: Mili Amper
mL	: Mililitre
mL/h	: Mililitre Saat
mm	: Milimetre
nm	: Nanometre
s	: Saniye
$^{\circ}$ C	: Santigrat derece
cm	: Santimetre
$\Theta$ v	: Sıvı Damlası Yüzey Açısı
V	: Voltaj

### Kısaltmalar

AC	: Alternatif Akım
HT29	: Bağırsak Hücresi
DSC	: Diferansiyel Taramalı Kalorimetri
DMF	: Dimetil Karbonat
DMF	: Dimetilformamid
DLS	: Dinamik Işık Saçılma Metodu
DC	: Doğru Akım
XPS	: Ekstrude Polistren Malzeme
EDX	: Enerji Yayılımı X-Işını Analizi
EC	: Etilen Karbonat
FTIR	: Fourier Transform Infrared Spektrofotometre
TEM	: Geçirimli Elektron Mikroskobu
Ag	: Gümüş
LiPF <sub>6</sub>	: Heksaflorofosfat
HP $\beta$ CD	: Hydroxypropyl-beta-cyclodextrin
ITC	: İzotermal Titrasyon Kalorimetre
MTMS	: Metilmetimetoksisilon
NP	: Nano Partikül

NS	: Nano Silika
NFM	: Nanofiber Membran
PAN	: Poliakrilonitril
C <sub>3</sub> H <sub>3</sub> N	: Poliakrilonitril (PAN)
PEM	: Proton Exchange Membrane
PWP	: Saf Su Geçirgenliđi
HCP	: Sertleřtirilmiř Çimento Macunu
SiO <sub>2</sub>	: Silika
SF	: Silika Dumanı
SEM	: Taramalı Elektron Mikroskobu
TAÖ	: Temas Açısı Ölçüm Cihazı
TGA	: Termogravimetrik Analiz
UV	: Ultraviyole
XRD	: X-Iřınları Kırınımı (X-ray difraksiyonu)



## 1. GİRİŞ

Gelişen teknoloji ile birlikte nanoteknoloji bilim dünyası tarafından çok fazla araştırma yapılan bir alan haline gelmiştir. Bunun nedeni diğer malzemelere kıyasla üstün potansiyel özelliklere sahip olmasıdır. Nanoteknoloji malzemelerin atom ve moleküler seviyesinde (1 ile 100 nanometre aralığında) çalışarak mevcut malzemelere kendi özelliklerinden farklı olarak tamamen yeni fiziksel, kimyasal ve biyolojik özellikler kazandırmaktadır.

Günümüzde nanofiber elde etmek için polimerler tercih edilmektedir. Bunun başlıca nedeni bu maddelerin temin edilmesinin kolay ve ekonomik olmasıdır. Polimer yapılar için en uygun çözücüyü seçerek nanofiber üretimi yapmak araştırmacılar tarafından son zamanlarda kullanılan en yaygın üretim yöntemidir. Nanofiber elde etmek için birçok yöntem vardır. Bu yöntemler arasında en yaygın kullanılanı elektro eğirme yöntemidir. Bu yöntemin en önemli avantajı üretim parametrelerinin daha kolay ve hızla değiştirilebilmesidir. Elektro eğirme yöntemiyle sürekli nanofiber üretiminin yapılabilmesi deney koşullarındaki verilerin örneğin; akışkan debisi, voltaj ve mesafenin kontrolüne imkan sağlaması ve ilk yatırım maliyetinin düşük olması nedeniyle diğer üretim yöntemlerine kıyasla sıralanabilecek başlıca avantajları olarak söylenebilir (Othman ve ark., 2017).

Bu çalışmada elektro eğirme cihazı kullanılarak nanofiber üretimi yapılmıştır. Yapılan diğer araştırmalar gösteriyor ki nanofiberlere farklı nano malzemeler ilave edilerek mevcut nanofiberlerin sahip oldukları özelliklere ek olarak daha üstün özellikler elde edilmesi üzerine bilim dünyası tarafından yoğun bir çalışma yapılmaktadır.

Bu tezin amacı elektro eğirme yöntemi ile üretim tekniğini kullanarak silika nanopartiküllü kompozit nano fiber üretmek ve yüzey temas ölçüm tekniklerini kullanarak oluşan yapının hidrofobik ve hidrofilik özelliklerini incelemektir.

Bu çalışmada nanofiber üretmek için PAN polimeri seçilmiştir. Bunun başlıca nedeni elektrospinleme için arzu edilen yüksek dielektrik sabitine sahip bir yapıda olmasıdır. PAN yapısı gereği hidrofobik bir polimer yapısına sahiptir (Demir, 2016). Bu nedenle hazırlanan çözeltideki su miktarını minimum seviyede kalmasını sağlamıştır, çözeltiliye solvent olarak DMF eklenmiştir. PAN nanofiberler için en uygun deney parametrelerini belirlemek için sem görüntüleri incelenmiş ve en uygun (homojen) olan yapı tespit edilmiştir. Deneysel sonuçlar neticesinde tespit edilen deneysel yapının

retim parametreleri kullanılarak PAN/DMF oranları % 8, 9, 10, 11, 12, 13 olacak şekilde zeltiiler hazırlanmıř ve hazırlanan bu zeltilere % 1 oranında silika nanopartiklleri ilave edilerek nanofiber retilmiřtir. Daha sonra bu nanofiberlerin morfolojik yapıları, hidrofobik ve hidrofilik zellikleri incelenmiřtir.



## 2. KAYNAK ARAŞTIRMASI

Qing ve ark. (2007), Silika dumana (SF) kıyasla sertleştirilmiş çimento macunu (hcp) özelliklerine nano-SiO<sub>2</sub> (NS) ilavesinin etkisi, çimento macunun basınç ve bağ kuvvetlerinin ölçülmesi XRD ve SEM analizi ile incelenmiştir. Nano-SiO<sub>2</sub> (NS) , çimento hamurunu daha kalın yapmış ve NS, çimento hidratasyon sürecini hızlandırmıştır.

Jo ve ark. (2007), çimento harçlarının özelliklerini Nano-SiO<sub>2</sub> ile deneysel olarak incelemiştir. Karışımın reaksiyon hızı, reaksiyon için mevcut yüzey alanı miktarıyla orantılıdır. Bu nedenle, yüksek performanslı beton yapmak için Nano-SiO<sub>2</sub> parçacıkları eklemek mantıklıdır, şeklinde açıklama yapmışlardır. Deneysel sonuç olarak, Nano-SiO<sub>2</sub> parçacıklarına sahip harçların basınç dayanımlarının, 7 ve 28 günlük silika dumani içeren harçlara kıyasla daha yüksek olduğunu göstermişlerdir.

Bilişik ve Yolacan (2014), çalışmalarında çok eksenli/nano - kompozitlerin eğilme özellikleri incelenmiştir. Dikişli yapılara nano silika eklemesi yapıldığı zaman bu yapıların hasar toleranslarının bir miktar arttığını gözlemlemiştir. Sonuç olarak çalışmadan elde edilen bulgulara göre dikişli yapılara nano silika ilave edilmesi yapıların bozunma dayanımlarını bir miktar arttırdığını vurgulamışlardır.

Sergent ve ark. (2012), yapmış oldukları çalışmada hücrenin çoğalması ve yaşayabilirliğini, küresel metabolizma, genotoksisiteyi ve nanoparçacık etkileşimi ölçmek için insan vücudunda bulunan HT29 bağırsak hücresi üzerinde SiO<sub>2</sub> nanoparçacıklarının sitotoksisite ve genotoksisitesini incelemiştir. 25 ve 100 nm'lik çekirdek boya katkılı SiO<sub>2</sub> nanopartikülleri, konfokal ve video mikroskopi ile nanoparçacıkları dahil etmek için özel olarak sentezlemiştir. Sonuç olarak, SiO<sub>2</sub>-100 nm dozu ne kadar yüksek olursa, sitotoksik / genotoksik etkiler o kadar düşük olur, şekilde tanımlamışlardır.

Ji (2005), yapmış olduğu çalışmada nano-SiO<sub>2</sub> içeren betonun su geçirgenliği ve mikro yapısına ilişkin deneysel çalışmalar yapmışlardır. Betona nano-SiO<sub>2</sub>'nin katılmasıyla betonun suya nüfuz etme direncinin artırılabilirliğinin göstermişlerdir ve nano-SiO<sub>2</sub> ile beton mikroyapısının normal betonunkinden daha muntazam ve kompakt olduğunu ortaya çıkarmışlardır.

Yuan ve Lee (2013), temas açısı ve ıslatma özellikleri incelemiştir. Konvansiyonel teleskop-goniometre metodu, Wilhelmy denge metodu ve daha yeni geliştirilen damla şekli analiz metodları da dahil olmak üzere temas açısını ölçmek için

yaygın olarak kullanılan çeşitli teknikleri vurgulamışlardır. Bu tekniklerin çeşitli uygulamaları ve kısıtlamalarından bahsetmişlerdir. Özellikle, katı yüzeylerdeki çok küçük damlacıklar üzerine yapılan çalışmalar, ıslanma teorilerinin nanometre ölçeğine kadar test edilmesine izin vererek, temas açısı fenomenlerine ve ıslatma davranışına yeni bir bakış açısı getirdiğini söylemişlerdir.

Ersoy ve Kuntman (2008) çalışmalarında, Elektrik endüstrisinde kullanılan polyester yalıtkan malzemesinin kullanım ömrüne boraks katkısını incelemişlerdir. Özellikle temas açısı ölçümleri ve yüzey gerilimlerinin hesaplanması açısından bir değerlendirme yapılmıştır. Çalışmada farklı oranlarda hazırlanan boraks katkılı polyester yalıtkan maddeleri elektrolit çözeltide bekletilmiş ve elde edilen sonuçlara göre yüzey gerilim hesaplamaları yapılmıştır. Sonuç olarak boraks katkılı numunelerde katkı oranı arttıkça temas açısı ve yüzey gerilimi değerlerinin azaldığını gözlemlemişlerdir.

Küçükeşmen ve ark. (2010), çalışmalarında, temas açısı üzerine yapmış oldukları araştırmalarında tungsten halojen lambası ve kuvars iyotlu lamba olarak da adlandırılan ışık kaynağı ile polimerize edilen karışım örneklerine 4 farklı polisaj işlemi uygulamışlardır. Uygulamada, Filtek-Z250 rezin kompozit hibrit kullanılmıştır. Kompozit örnekler “10mm x 2mm” ebatlarında silindirik şekilde teflon kalıplarda hazırlanmış ve halojen ışık kaynağıyla polimerize edildikten sonra zımparalanmıştır. Örnek yüzeylerine dört farklı polisaj seti ile polisaj işlemi uygulanmıştır. Numunelerin yüzey temas açıları ölçülmüş ve ortalama değerler hesaplanmıştır. Veriler istatistiksel olarak değerlendirilmiş, elde edilen bulgulara göre polisaj işlemleri arasında istatistiksel farklılıklar bulunmuştur.

Çelebioğlu ve Uyar (2012) “Elektrospın Yöntemi ile Siklodekstrin İnküzyon Kompleks Nanolifleri” üzerine yapmış oldukları çalışmalarında elektro eğirme yöntemi kullanarak, HP $\beta$ CD ve triklosan (antibakteriyel) inküzyon komplekslerinden (HP $\beta$ CD/triklosan-IC) polimersiz nano yapıları elde etmişlerdir. Çalışmada, yapının iletkenlik ölçümleri, homojen ve boncuksuz nanofiber yapıları sadece en uygun konsantrasyon ve akışkanlık değerlerinde elde edilebildiğini belirlemişlerdir. (DLS) olarak isimlendirilen dinamik ışık saçılma metodu ile HP $\beta$ CD ve HP $\beta$ CD/triklosan-IC çözeltilerindeki parçacık boyutları ölçülürken, IC titrasyon oluşumu, izotermal titrasyon kalorimetresi (ITC) ve Fourier analizi tekniği kullanılarak salınım ve titreşim hareketleri gibi periyodik olayları göstermek için (FTIR) cihazı ile incelemeler yapılmışlardır. Ayrıca diferansiyel taramalı kalorimetri (DSC) ve numunenin artan sıcaklığı sonucu

kütlesel olarak ağırlığında meydana gelen değişimlerini kantitatif olarak veren bir teknik olan (TGA) analizi, HPβCD/triklosan-İK nanoliflerinin ısı özelliklerini incelemek için uygulamalarda kullandıkları diğer analiz metodlarıdır.

Keulder (2013), “Çözelti elektrospiniği ile poliolefin nanofiberlerin hazırlanması” adlı çalışmasında, Poliolefinlerin elektrospin çözeltisi esas olarak, bu polimerlerin uygun elektrospineleme çözücülerde, çözülmesindeki güçlük nedeniyle derinlemesine araştırılmadığına işaret etmiştir. Bu çalışmada oda sıcaklığında hem polimer mikro hem de nanofiber elde edilerek, polipropilen polimerleri elektrospinelemeyi gerçekleştirmişlerdir. Bu kristalin polipropilen polimerlerinin elektrospin çözeltisinin oda sıcaklığında işlemine izin veren uygun bir çözücü sistem (sikloheksan/ DMF / aseton) geliştirmişlerdir.

Dincer ve ark. (2014), PEM yakıt hücresinin performansının deneysel olarak incelenmesi üzerine yaptıkları çalışmalarında anot tarafı elektrospin metodu ile YSZ+SDC+NaCaNiBO ile kaplanmış hücrenin verimliliğini deneysel incelenmiştir. Çalışma sonucunda PEM yakıt hücresi YSZ+SDC+NaCaNiBO ile kaplandığında, çalışma süresinde artış olduğunu göstermişlerdir.

Erdal (2013), çalışmasında sodyum kobaltit ve türevleri elektro-eğirme yöntemiyle üretilmiş ve termoelektrik yapıları ve diğer fiziksel özellikleri incelenmiştir. Beş çeşit polimer çözelti hazırlanarak bu çözeltilerden dört tanesi elektro-eğirme yöntemi ile nanofibere dönüştürülmüştür. Kalan tek çözelti ise polimerik sol-jel metodu ile üretilmiştir. Elde edilen numuneler kalsinasyon işlemine tabi tutulmuştur. nanofiberlerin kalsinasyon işlemi önce ve sonraları morfolojileri (SEM) taramalı elektron mikroskobu kullanılarak gözlenmiştir.

Mao ve ark. (2017), Yapmış oldukları çalışmada PAN destekli Ag-AgBr@Bi<sub>20</sub>TiO<sub>32</sub> Nanofiberini elektro-eğirme yöntemi ile üretmişlerdir. Bu yapının öne çıkan özelliği Antibakteriyel özelliğe sahip olduğu ve fotokatalitik etki gösterdiği belirtilmiştir.

Zhang ve ark. (2015), yapmış oldukları çalışmalarında elektro-eğirme yöntemi kullanarak Pd-Pt nanopartikül destekli PAN nanofiberleri elde ederek zar şeklinde yapılar imal etmişlerdir. Elde edilen ürünler SEM, TEM, XRD ve XPS ölçümleri ile karakterize edilmiş, yapının amonyak boranın hidrolizinden hidrojen oluşumuna kadar dikkate değer bir katalitik etki gösterdiği sergilenmiştir. Çalışma ürününün temiz enerji için hidrojen üretiminin geliştirilmesinde kullanılabileceği önerilmiştir.

Gu ve ark. (2005), çalışmalarında elektro-eğirme yöntemi ile 200-1200 nm çapları arasında PAN/DMF nanofiberleri elde etmişlerdir. İşlem sırasında çeşitli konsantrasyon ve voltajlarda incelemeler yapılmış ve liflerin çapı incelenmiştir. Çözelti konsantrasyonunun lif çapına etkileyen en önemli faktör olduğu, uygulanan gerilimin lif çapı üzerinde önemli bir etkisinin olmadığı belirtilmiştir.

Nimara ve ark. (2013), PAN nanofiber içeren yarı iletken nanopartiküller üzerinde çalışmışlardır. PAN nanofiberlerin yüzeylerine yarı iletken nanoparçacıkların dahil edilmesini taramalı elektron mikroskobu (SEM), enerji dağılımlı X-ışını (EDX) spektroskopisi ve X-ışını difraksiyon analizi ile teyit etmişlerdir. Kompozit nanofiberlerin elektriksel iletkenliğinin PAN nanofiberlerinkinden daha yüksek olduğunu vurgulamışlardır. Oluşan nanofiber çaplarının 250-400 nm aralığında olduğunu bildirmişlerdir.

Zhang ve ark. (2010), çalışmalarında gümüş/poliakrilonitril (A/PAN) kompozit nanofiber filmin hazırlanması için tasarlanan elektropsine dayanan, uygun bir yöntem üzerine çalışmışlardır. Çalışmada benzer ebattaki Ag nanopartiküller (Ag/NP) de kenetleme etkisi ile PAN nano elyafı (PANNF) yüzeyi üzerinde dağıtılmıştır. Ag/PAN kompozit nanofiber filmin katalitik aktivitesi ultraviyole görünür (UV-vis) spektroskopisi ile izlenmiştir. Elde edilen sonuçlar ultraviyole ışını fotoelektron spektrumu (XPS), yüzey değiştirilmiş PANNF ve Ag iyonları arasında kimyasal bağ ve etkileşim olduğunu doğrulamıştır.

Kavale ve ark. (2011), yapmış oldukları çalışmada sililleyici reaktifler kullanarak yüzey modifikasyonu gibi formal yollar yerine metilmetimetoksisilan (MTMS) bazlı silika kaplamaların hidrofobikliği ve optik şeffaflığını arttırmaya yönelik girişimlerde bulunmuşlar ve optik olarak saydam, süperhidrofobik homojen kaplamalar, basit daldırma kaplama yöntemi ile elde etmişler. Silika yapıları kaplamaların hidrofobikliğini FTIR ile analizlemiş ve temas açısı ölçümleri gerçekleştirmişlerdir. Sonuçları karşılaştırdıklarında alt tabaklar cam ve su damlası temas açısı yükselmiş. Yapının hidrofobikliğinin arttığını kanıtlamışlardır.

Figoli ve ark. (2019)'ın yapmış oldukları çalışmalarında yün liflerinden sülfitolizle ekstrakte edilen keratin proteinlerinden aktif nanofiber membranların (NFM'ler) üretimi için elektropsun cihazı kullanılmıştır. Keratin NFM'ler, bir süzme malzemesi olarak mekanik özelliklerini geliştirmek için naylon dokuma kumaş ile birleştirilmiştir. Hazırlanan membranların morfolojik özellikleri, gözenek boyutu, temas açısı, su ve hava geçirgenliği performansı test edilmiştir. Deneysel veriler, araştırılan



parametrelerin çoğunun elektrospinning süresinden etkilendiğini göstermiştir: Yani elektrospinning süresinin artırılmasıyla pürüzlülük artarken, en uzun elektrospinning zamanında en dar gözenek büyüklüğü dağılımı elde edilmiştir.

Waisi ve ark. (2019)'ın yürüttükleri çalışmalarında silika nanoparçacıklı karbon nanofiber kompozitler, silika nanoparçacıkları içeren N, N-dimetilformamid çözücü içerisine poliakrilonitril polimeri ekleyerek elektrospinning cihazı ile nanofiber üretimi gerçekleştirdikten sonra inert bir gazla karbonizasyon ederek imal etmişlerdir. Yüzey morfolojisini, yüzey alanını, yüzey kimyası ve mekanik mukavemet özelliklerini taramalı elektron mikroskobu (SEM), N<sub>2</sub> physisorption analizörü, kızılötesi spektroskopisi (FTIR) ve dinamik mekanik analiz cihazı (DMA) kullanılarak tanımlanmıştır. Ortalama boyutu 200 nm olan SiO<sub>2</sub> nanoparçacıkları, karbon nanofiber yüzeyi boyunca düzgün bir dağılım gerçekleştirir. PAN / silika karbon nano fiberlerinin kompleks yüzey alanı saf karbon PAN nano fiberlerden daha yüksek olduğunu ispatlamışlardır.

Ji ve Zhang (2008)'ın çalışmalarında farklı miktarlarda silis nanoparçacıkları içeren PAN/silika kompozit nanofiber, tek aşamalı elektrospinning yöntemi kullanılarak hazırlanmıştır. SEM sonuçları, silika nanoparçacıklarının eklenmesinin, kompozit nanofiberlerin morfolojisini değiştirebileceğini göstermiştir. ATR-FTIR spektrumları ve DSC sonuçları, PAN ve silika nanoparçacıkları arasında çekici etkileşimin olabileceğini göstermiştir. TEM sonuçları, silika içeriğindeki artışla birlikte nanofiberde silis dağılımının homojen durumdan topaklaşmaya dönüştüğünü göstermiştir. Silika nanoparçacıkların eklenmesi, PAN / silika nanofiberlerin termal özelliklerini de değiştirmiştir.

PAN nanofiberler ve Silika katkılı PAN nanofiberler sahip oldukları teknik özellikleri sebebiyle dikkat çekmekte ve birçok alanda kullanım açısından ilgi görmektedir. Özellikle silika katkılı PAN nanofiberler tokluk, geçirgenlik gibi gelişmiş özellikleri sayesinde mezoskopik araştırmalarda, nano cihazlarda, optoelektronik cihazlarda ve yüksek emme kapasiteleri sayesinde kromatografik desteklerde potansiyel uygulama alanlarına sahiptir (Ji ve diğ., 2008).

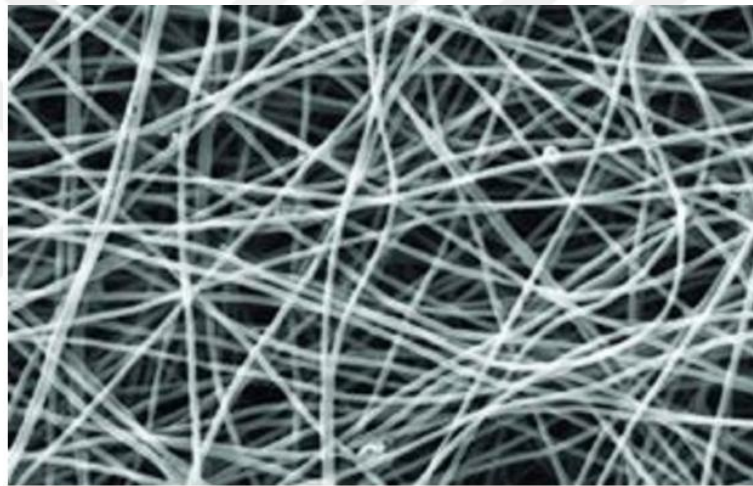
Bu tez çalışmasında, Silika nanopartikül ile güçlendirilmiş olan saf PAN nanofiberlerin literatürde bulunan çalışmalarla mukayese edildiğinde, aşağıdaki sonuçlara ulaşılmıştır.

- Ağırlıkça %8, 9, 10, 11, 12, 13 oranlarında üretilen saf PAN nanofiberlerin hidrofobik/hidrofilik incelenmesi karşılaştırmalı olarak yapılmış ve literatürde bu oranlar ile bir çalışma tespit edilmemiştir. Bu nedenle, tez projesi ile gerçekleştirilen çalışmalar, literatüre yeni bir yaklaşım kazandırmıştır.
- Bu çalışmada ağırlıkça % 1 oranında silika nanopartikül ilave edilen saf PAN nanofiberler ile bunların silika katkısız olmaları durumunda hidrofobik/hidrofilik olma durumlarının karşılaştırmalı analizi yapılmıştır. Literatür incelendiğinde konu ile ilgili çalışmaların sayısının göreceli olarak az olduğu görülmüştür. Bu çalışmaların başlıcaları PAN nanofiberlere çeşitli kimyasal nanopartiküllerin eklenmesinin hidrofobik ve hidrofilik özellikler üzerindeki etkisini kısmen incelemiştir. Dinçer ve Köse (2019) çalışmalarında Saf PAN ve ZnO katkılı PAN nanofiberlerin yüzey temas açlarına değinmiştir. Elde edilen sonuçlar arasında saf PAN ve ZnO katkılı PAN nanofiberlerde hidrofobik özelliğin hidrofilik özelliğe dönüştüğü tespit edilmiştir. Sarac (2016) nanofiberlere silika nanoparçacık eklenmesinin yüzey morfolojisini ve hidrofobikliği etkileyen kilit faktör olduğunu belirtmiştir.
- Silika katkılı PAN nanofiberler elektrospınleme cihazı ile hazırlanmıştır. SEM görüntüleri ile PAN nanofiberlere silika nanopartiküllerin eklenmesinin, kompozit nanofiberlerin yüzey morfolojisi üzerinde etkisi belirlenmek istenmiştir. Literatürdeki çalışmalar incelendiğinde Ji ve ark. (2008) nanofiberlere silika nanoparçacıklarının eklenmesiyle yüzey morfolojisi termal özellikleri ve kristal yapısı üzerinde önemli bir etkiye sahip olduğunu göstermiştir. Benzer şekilde Li ve Zhang (2008) çalışmalarında nanofiberlere silika nanoparçacıkların eklenmesiyle kompozit nanofiberlerin morfolojik yapılarının değiştiğini, eklenen silika nanoparçacıklardaki artışın nanofiberlerde silis dağılımını homojen durumdan topaklaşmaya getirdiğini, düşük silika içerikli kompozit nanofiberlerin (ağırlıkça %1) çap dağılımlarının yüksek içerikliye göre nispeten dar yapıda olduğunu göstermektedir.

### 3. ELEKTRO-EĞİRME İŞLEMİ VE HİDROFOBİK/HİDROFİBİK ÖZELLİKLER İLE İLGİLİ TEORİK GENEL BİLGİLER

#### 3.1. Nanofiber

Nanofiberler çapı bir mikron ve altındaki fiberlerdir. Polimer solisyonundan ve polimer eriğinden çok küçük boyutlarda yani mikro metre altındaki boyutlarda elde edilen fiberlere nanofiber denilmektedir (Ramakrishna ve ark., 2005). Günümüzde birçok üretim yöntemi ile polimer ve seramik malzemelerden nanofiber üretimi sağlanabilmektedir. Çizme yöntemi, faz ayırma, ergiyik püskürtme ve elektro-eğirme yöntemi nanofiber üretim yöntemlerinin başlıcalarıdır.



**Şekil 3.1.** Pedot adı verilen bir iletken polimer ile kaplanmış karbon nanofiberlerin (SEM) görüntüsü (Anonim, 2019a)

#### 3.1.1. Nanofiber üretim yöntemleri

Polimerik nanofiberler, bu bölümde kısaca gözden geçirilen Çizim yöntemi, Faz Ayırma, Ergiyik püskürtme ve Elektrospinning gibi bir dizi teknikle işlenebilmektedir (Ramakrishna, 2005).

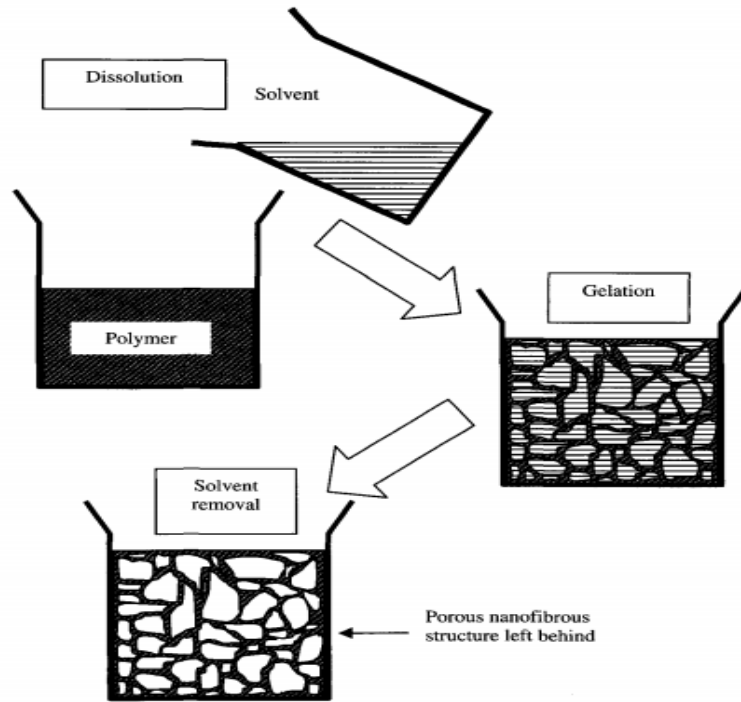
### 3.1.1.1. Çizim yöntemi

Çizim yöntemi ile birkaç mikrometre yarıçapa sahip mikropipetler mikro manipülör ile birlikte polimer damlacığı içerisine batırılır ve yaklaşık 10 ila 4 m/s hızları ile geri çekilerek nanofiber üretimi gerçekleştirilmektedir (Ramarkrishra, 2005).

### 3.1.1.2. Faz ayırma yöntemi

Faz ayırımında, bir polimer, jelleşmeden önce ilk olarak bir çözücü ile karıştırılır. Bu süreçteki ana mekanizma adından da anlaşılacağı gibi fiziksel uyumsuzluktan kaynaklanan fazların ayrılmasıdır. Çözücü olan fazdan biri daha sonra diğer kalan fazın arkasında bırakılarak çıkarılır (Ramarkrishra, 2005).

Faz ayrışmasının basitleştirilmiş genel bir temsili Şekil 3.2'de gösterilmiştir.



Şekil 3. 2. Nanofibröz yapı elde etmek için faz ayırma genel şeması (Süslü, 2009)

### 3.1.1.3. Ergiyik püskürtme yöntemi

Ergiyik püskürtme (meltblowing) yöntemi son dönemlerde küçük çaplı fiber üretiminde yaygın olarak kullanılan bir yöntemdir. Fiber üretimi, polimerlerin sekiz adet kalıptan çıkarken yüksek debide sıcak hava üflenmesiyle eritilip aynı zamanda dışarıdan uyulanan soğuk hava vasıtasıyla inceltirilerek elde edilmektedir (Fedorava, 2007).

## 3.2. Silika Nanopartiküllü PAN Nanofiberler

Poliakrilonitril elektrospinleme ve kolay karbonizasyon süreci için arzu edilen yüksek dielektrik sabitine sahip olarak yoğun şekilde çalışılan bir polimerdir (Hou ve Reneker, 2004). PAN nanofiberleri, diğer birçok polimer tarafından gerçekleştirilemeyen stabilizasyon ve karbonizasyon sonrası doğrudan elektrot malzemeleri olarak kullanılabilir (Kim ve ark., 2006). PAN/silika kompozit nanofiberlerin karakterizasyonu, hem PAN gibi hafif, esnek ve iyi kalıplanabilirlik, hem de silika nanoparçacıklar gibi yüksek mukavemet, mükemmel ısı stabilitesi ve iyi derecede kimyasal direnç özelliklerine sahiptir (Ji ve Zhang, 2008). PAN Nanofiberlerin sahip olduğu bu özelliklerinden dolayı çok fazla ilgi gördüğü ve bunun bir sonucu olarak PAN Nanofiberler ile ilgili literatürde birçok araştırmanın olduğu görülmektedir.

Çeşitli kompozit nanofiberler arasında, silika dolgulu nanofiberler dikkat çekmektedir, çünkü silika nanopartiküller, hidrofobiklik, tokluk ve geçirgenlik gibi gelişmiş özelliklere sahip nanofiberlere (Sawicka ve Gouma, 2006; Gao ve ark., 2000; Rittigstein ve ark., 2007) ve bu kompozit nanofiberler, megaskopik araştırmalarda ve nanocihazlarda potansiyel uygulamaya sahiptir (Ji ve ark., 2008; Shao ve ark., 2002).

Bu çalışmada Elektrospinleme için arzu edilen yüksek dielektrik sabiti nedeniyle PAN polimer öncüsü olarak seçilmiştir.

### 3.3. Elektro-Eğirme Yöntemi ve Nanofiber Üretimi

#### 3.3.1. Elektro-eğirme yöntemi

Günümüzde nanofiber üretiminde en çok tercih edilen yöntem Elektro-eğirme yöntemidir. Bu yöntem 1934 yılında Formhals tarafından patentlendirilmiştir (Popat, 2010). Elektro-eğirme, çeşitli bileşimlerde ve çapta, uzun boylarda, katı ve boşluklu içyapıya sahip nanofiber üretiminde kullanılan bir yöntemdir (Li ve Xia, 2004). Elektrospraying, yüksek spesifik yüzey alanlı nano-mikron fiberlerin (tipik olarak çapı 100 nm ila 1 µm arasında) oluşumu için özel bir işleme tekniği olarak ortaya çıkmıştır (Haghi, 2011). Yüksek spesifik yüzey alanı, yüksek gözeneklilik ve küçük gözenek boyutu nedeniyle, eşsiz uygulamalar ve geniş uygulama alanları için önerilmiştir. (Haghi, 2011). Elektro-eğirme yönteminin kullanılmasının temel nedenleri hızlı, kütleli üretim yapmaya uygun ve tekrarlanabilir olmasıdır (Dinçer ve diğ., 2016). Elektro-eğirme yöntemi diğer yöntemlere nazaran nispeten daha az enerji ve daha az ham madde kullanılarak çok farklı polimerlerle nanofiber üretimine izin vermektedir (Dincer ve ark., 2016). Elektro eğirme yöntemi ile 3 nm-1µm arasında nanofiberlerin farklı polimerler ile üretimi mümkündür (Huang ve ark., 2003).

Nanofiber üretiminde en yaygın yöntem olarak kullanılan elektro-eğirme yöntemi ile

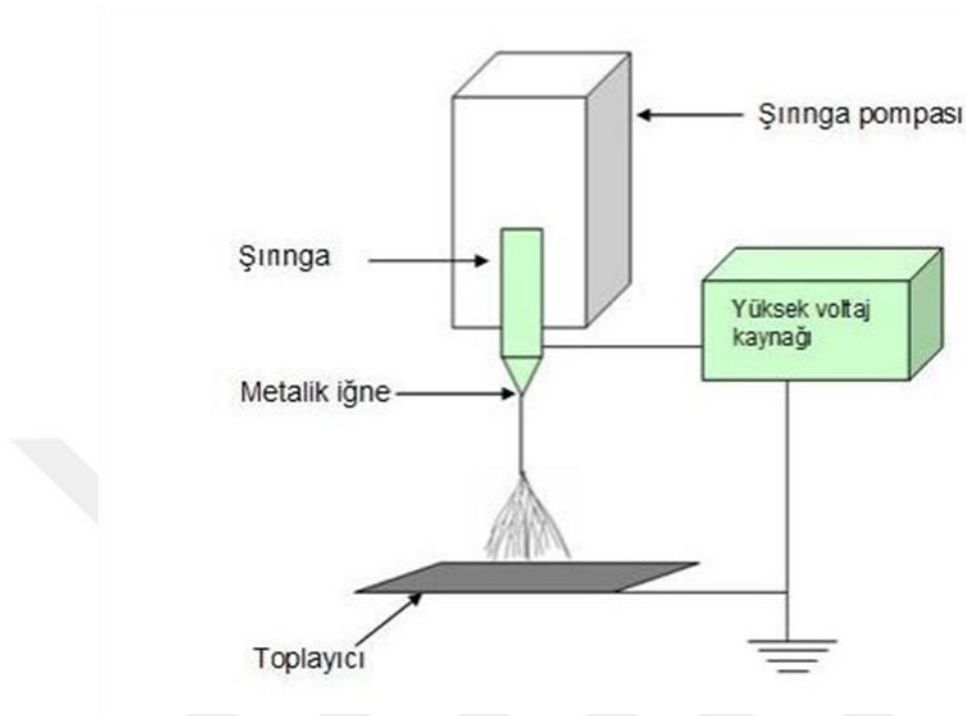
- Kesintisiz fiber üretimi
- Boyut kontrolü yapılabilen
- Çapı 10 ile 100 nm aralığında değişen nanofiber ve nanotüp üretimi sağlanabilmektedir (Süslü, 2009).

Elektro-eğirme yöntemi ile birlikte uzun boylarda, katı ve boşluklu içyapılı, homojen çapta nanofiber üretimi sağlanabilmektedir (Dan ve Xia, 2004).

Elektrospraying tekniği elektrostatik spreylemenin bir çeşidi olarak da düşünülebilir. Elektrospreyleme işlemi gibi her iki teknik de sıvı jetleri oluşumunu indüklemek için yüksek voltaj kullanır. Elektrospreylemede elektrikli jetin kırılması sonucu küçük damlacıklar veya partiküller oluşur, bununla birlikte elektrikli jetin elektrospraying sırasında gerilmesiyle katı bir lif oluşur (Sabetta, 2008).

Bu yöntemde sol-jel yöntemi ile birlikte polimer veya seramik çözeltilerden belirli bir elektrik alan içerisinde nanofiber, nanotüp ve dolgulu nanofiber de gerçekleştirilebilmektedir (Süslü, 2009).

Şekil 3.3'deki deney düzeneğinde polimer üretimi elektrostatik kuvvet kullanılarak ana hatlarıyla gösterilmeye çalışılmıştır (Ramarkrishra, 2005).



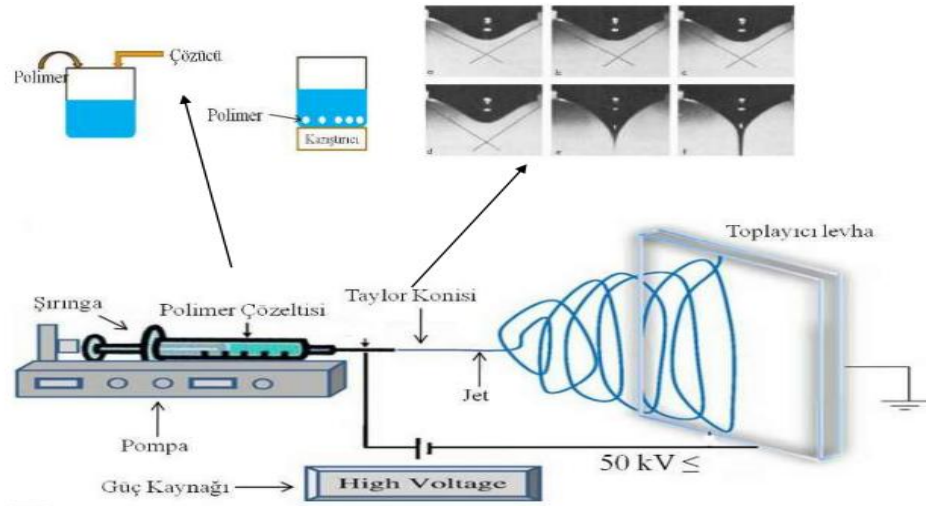
Şekil 3.3. Elektro-eğirme Yönteminin Şematik Gösterimi (Kaçmaz ve ark., 2010)

Elektro-eğirmenin 3 ana bileşeni vardır (Uslu, 2009):

- (i) Yüksek voltaj güç kaynağı,
- (ii) Besleme ünitesi
- (iii) Toplayıcı plaka

Elektro-eğirme sisteminin çalışması için bir pipet ya da şırınga içerisine polimer çözeltisi konulmaktadır. Sistemin çalışması için gerekli olan yüksek voltaj genellikle 1-100 kV ve gerekli olan amper ise 0.1-100 mA arasında AC/DC akım üreten güç kaynağı kullanılarak elde edilir (Selbes, 2013). İki elektrot arasında yüksek voltaj ile oluşturulan çekim alanı sayesinde pipetin uç kısmında bulunan kılcal borulardan polimer çözelti damlasının çekilmesiyle nanofiber oluşumu sağlanmaktadır. Çözelti damlası, elektrik alanı ile birlikte Taylor konisi ismi verilen bir koni formunu almaktadır. Daha sonra elektrik kuvvetlerinin polimer çözeltisinin yüzeyde var olan gerilimi aştığı zaman oluşan polimer jeti toplayıcıya plakaya doğru ilerlemektedir. Bu jet oluştuğunda polimer çözücüsü buharlaşmakta ve oluşan bu nanofiber ağlar ise toplayıcı elektrotlar

yardımıyla elektrotlarda toplanmaktadır (Ramakrishna ve ark.,2005). Elektro-eğirme metodunda toplayıcılar için genellikle yuvarlak plaka kullanılmaktadır. Yuvarlak plakalar haricinde amacına göre farklı çeşitlikte toplayıcılar deneylerde kullanılmaktadır (Selbes, 2013). Genel olarak toplayıcı güç kaynağının artı kutbunun olduğu kısma monte edilir ve topraklanır.



Şekil 3.4. Elektro-eğirme Yöntemi ve Taylor Konisi Oluşumu (Kiremitler, 2017)

### 3.3.2. Elektro-eğirme önemli özellikleri

Elektro-eğirme yönteminin önemli özellikleri aşağıda sıralanmıştır (Ramakrishna, 2005).

Buna göre;

- Polimeri çözmek için uygun çözücü hazırlanmalı ve hazır bulundurulmalıdır.
- Solventin buhar basıncı, fiber hedefe ulaştığı anda bütünlüğü korumak için hızlı buharlaşmalı aynı zamanda nano boyuttaki fiberlerin nanometre boyutlarına ulaşmadan sertleşmesine izin vermemelidir.
- Solventin viskozitesi ve yüzey gerilimi, polimerin pipetlemeden serbestçe akmasını sağlamak için, jetin oluşumunu çok hassas ayarlanmalıdır.
- Güç kaynağı, pipeti oluşturmak ve sürdürmek için polimer çözeltisinin viskozitesini ve yüzey gerilimini aşmaya yeterli olmalıdır.
- Pipet ve topraklanmış yüzey arasındaki boşluk, elektrotlar arasında kıvılcıklar oluşturmak için çok küçük olmamalıdır, ancak fiberlerin



oluşması için zaman içinde çözücünün buharlaşmasına yetecek kadar büyük olmalıdır.

Elektrospinning, birkaç mikrondan aşağı çapa ve 100 nm'nin altındaki fiberlere kadar değişen lif çaplarından oluşan lifli polimer paspasların birleştirilmesi için kullanılabilen yeni ve verimli bir üretim prosesidir.(Sarac, 2016).

### 3.3.3. Elektro-eğirme işlemi ile üretilen nanofiberlerin işlem aşamaları

Tipik olarak, elektrospinning işleminin iki aşaması vardır. İlk olarak, polimer jet bir nozülünden çıkar ve aşağı doğru sürekli ve pürüzsüz bir şekilde inceler (Haghi, 2011).

İkinci aşamada ince iplik, aksel simetrik olmayan bir dengesizliğe ulaşır ve dengesiz hale gelince büyük ilmeklerde kuvvetli bir şekilde spiraller oluşturur. Jet, kütle ve elektrik yüklerinin korunmasını temsil eden dört kararlı durum denklemi tarafından yönetilir (Haghi, 2011).

### 3.3.4. Elektro-eğirme işlemi etkileyen parametreler

Polimer jetin elektro-eğirme yönteminde oluşması için gerekli olan parametreler şu şekildedir (Süslü, 2009):

- Öncelikle hazırlanan çözeltini yeterli elektrik iletkenliğine sahip olması gerekmektedir. Aksi takdirde iletken bir çözücü kullanılması gerekmektedir.
- Polimer çözücü içerisinde homojen olarak çözülmesi gerekmektedir.
- Çözelti içerisinde kullanılan polimerin yapısı değiştiğinde yüzey gerilimi de değişir. Bu nedenle nanofiber elde edebilmek için elektrik kuvveti yüzey gerilimini yenebilecek seviyede olmalıdır.
- Polimerin yüzey gerilimi elektrostatik kuvvet tarafından yenilmelidir.

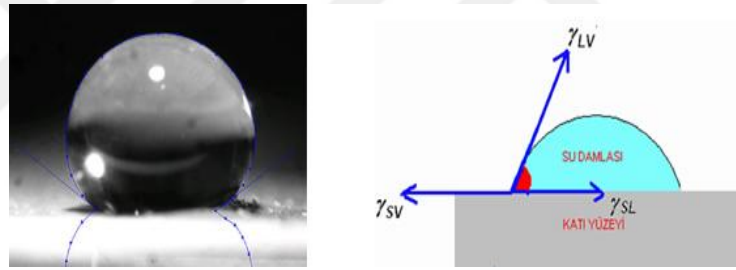
Bu çalışmada elektro-eğirme yöntemi ile silika partiküllü PAN nanofiberlerin üretimi gerçekleştirilmiştir.

### 3.4. Hidrofobik ve Hidrofilik Yüzeyler

Hidrofobik ve Hidrofilik kavramlarının kelime anlamları, hydro ve phobos ve philia kelimelerinin birleşiminden oluşmuştur. Yunancada “hydro” ‘su’, “phobos” ‘korku’ anlamına gelirken “philia” ise ‘arkadaşlık’ anlamlarına gelmektedir (Anonim, 2017a). Buradan yola çıkılarak Hidrofobiğin kelime anlamının, suyu sevmeyen sudan korkan anlamına geldiği görülmektedir. Hidrofilik ise suyu seven anlamına gelmektedir.

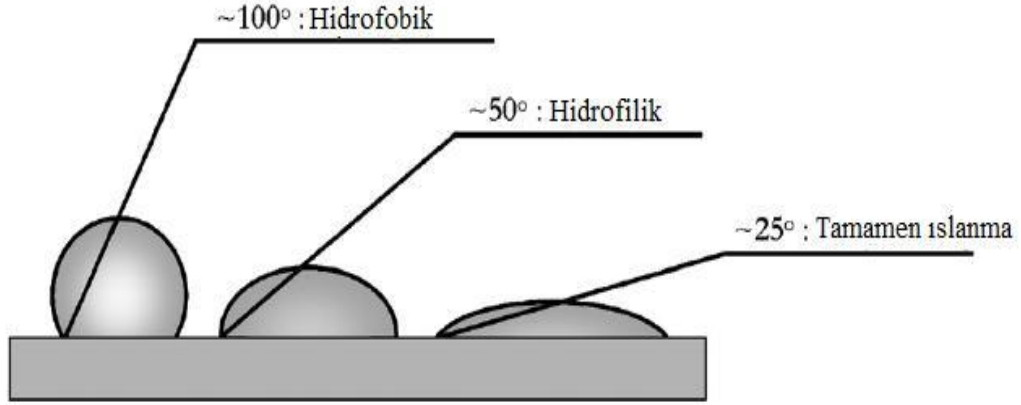
#### 3.4.1. Hidrofobik ve hidrofilik yüzey özellikleri

Hidrofobik ve Hidrofilik kavramlarının adlandırılmasında temel nokta temas açısıdır. Temas açısı, bir sıvı damlasının katı yüzeyi ile oluşturduğu açıdır (Anonim, 2017b). Bu açı sıvının ıslatma özelliğinin bir ölçüsüdür. Şekil 3.5’de sıvı damlasının katı yüzey ile arasındaki temas açısını göstermektedir.



Şekil 3.5. Sıvı damlası ve katı yüzeylerde temas açısı (Anonim, 2017b)

Temas açısı eğer  $\theta < 90^\circ$  ise sıvı katı yüzeyi ıslatmaktadır, aksi durum yani temas açısı  $\theta > 90^\circ$  ise sıvının katı yüzeyi ıslatmadığı söylenebilir. Buna göre eğer su damlası katı cismin yüzeyinde yayılma eğilimi gösteriyor ise bu tür yüzeylere hidrofilik yüzey adı verilmektedir. Eğer katı yüzeyde su damlası yayılmak yerine küresel şekil alıyor ise bu tür yüzeylere hidrofobik yüzey adı verilmektedir (Oktav, 2010). Özetle  $90^\circ$ ’den daha az temas açısına sahip bir yüzeye hidrofilik,  $90^\circ$  veya daha yüksek bir yüzey ise hidrofobik yüzey olarak adlandırılmaktadır. Özel bir durum olarak  $\theta > 150^\circ$  ise yüzeyler ise süperhidrofobik,  $\theta < 10^\circ$  ise yüzeyler ise süperhidrofilik adını almaktadırlar (Orhon, 2014).



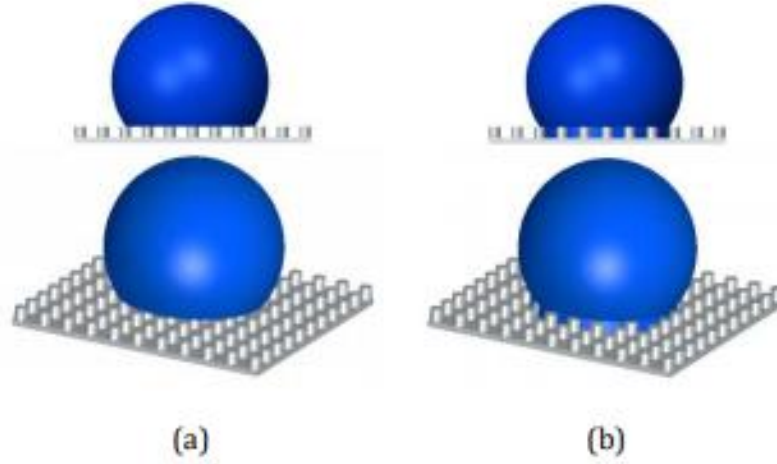
**Şekil 3.6.** Hidrofobik ve hidrofilik yüzey özellikleri

Temas açısı pürüzsüz yüzeylerde  $\sim 120^\circ$  e kadar çıkabilmekte ve durum genellikle serbest yüzey enerjisinin çok düşük olduğu malzeme yüzeylerinde görülmektedir. Dolayısıyla yüzey temas açısının  $\sim 120^\circ$  dereceden daha fazla olabilmesi için belli ölçülerde (mikro/nano) katı madde yüzeyinin pürüzlü bir yapıda olması gerekmektedir (Erbil ve ark., 2003; Kibar, 2016). Cassie, (1948), sıvıların katı malzemelerin üst kısımları ile temasa geçtiklerini ve pürüzlü yapılardaki mikro veya nano oyuklarda havanın paketçiklerinin sıkıştığını belirtir. Sıvı ile katı yüzey ile gerilim etkisiyle çok az noktalardan birbirine temas etmektedir. literatürde bu tür yüzeyler Cassie durum hidrofobik/süperhidrofobik yüzeyler olarak karşımıza çıkmaktadır. Cassie modelindeki görünen temas açısı şöyle tanımlanabilir (Kibar, 2016):

$$\cos \theta_c = f_s \cos \theta_s + f_v \cos \theta_v \quad (3.1)$$

Burada  $f_s$  ve  $f_v$ , katı ve gaz yüzeylerin sürtünme katsayılarıdır.  $\theta_v$ , sıvı damlasının yüzeyde asılı durduğu durumdur.

Wenzel durum hidrofobik yüzeylerde ise Şekil 3.7'de gösterildiği gibi yüzeylerin üzerindeki oyuklara sıvı nüfus etmesi durumunda oluşmaktadır.



Şekil 3.7. Cassie (a) ve Wenzel (b) durum hidrofobik yüzeyler (Kibar, 2016)

Cassie durum süperhidrofobik yüzeylerin bir özelliği olarak sıvı damlası yüksek temas açısı sebebiyle küresel bir şekilde durabilmekte aynı zamanda yer çekimi, rüzgâr gibi dış etkenlere bağlı olarak yüzey üzerinden yuvarlanabilmektedir (Kibar, 2016).

Özet olarak ifade etmek gerekirse;

- Hidrofobik (ıslatmaz) yüzeyler eğer temas açısı 90 dereceden büyükse
- Hidrofilik (ıslatma) yüzeyler eğer temas açısı 90 dereceden düşükse
- Süper hidrofobik yüzeyler eğer temas açısı 150 dereceden büyükse
- Süper hidrofilik yüzeyler ise eğer temas açısı 0 dereceye çok yakınsa söz konusu olmaktadır.

İlk kez 1977’de Barthlott ve Ehler tarafından lotus (nilüfer çiçeği) yaprakları üzerinde Hidrofobik ya da süperhidrofobik özellikler elektron mikroskopuyla gözlenmiştir. Çiçeğin yaprak yüzeyi 1 nanometre çapındaki hidrofobik tabaka ile örtülüdür. Sıvı damlası, yaprak yüzeyine temas ettiğinde yaprak yüzeyindeki hidrofobik kaplama ve yüzey pürüzlülüğü sebebiyle yaklaşık 170 dereceye yakın temas açısı oluşturmaktadır (Özgür ve ark., 2007). Hidrofobik yapıyı birçok bitkide görmek mümkündür. Ancak bazı bitkilerin üzerinde su damlacıkları kayma açısının azlığı sebebiyle yaprak yüzeyinden kaymak yerine yüzeye yapışmaktadır. Bu da bitkinin kendi kendini temizlemesine olanak vermemektedir.

### 3.4.1. Hidrofolik ve hidrofilik yüzeylerin kullanım alanları

Yukarda bahsedilen cassie durumuna göre yüzeylerin kendi kendini temizlemesi örneğin dış cephelerin yağmur damlları ile kendi kendini temizlemesi, buzlanmanın önlenmesi, metal yüzeylerde paslanmanın önlenmesi, sürüklenme direncinin düşürülmesi, kaynama ve yoğuşma ile mikro cihazlar gibi birçok alanda uygulama potansiyelleri mevcuttur (Xu ve Choi, 2012).

Sıvının yüzeydeki sürüklenme direncinin düşürülmesi; denizaltılar, uzun deniz yolculukları yapan gemiler, borular gibi yüzeyi sıvı ile temas eden yerlerde büyük bir öneme sahiptir (Aljallis ve ark., 2013). Sürüklenme direncinin bu kadar büyük bir öneme sahip olmasından dolayı geçmişte yapılan çalışmalarda katıların sıvı ile temas eden yüzeylerine sürekli hava kabarcıkları gönderilmiştir. Böylece sıvı ile yüzey arasında temas yüzey alanının azaltılmasıyla yüzeyde meydana gelen sürüklenme direncinin azaltılması hedeflenmiştir (Merkle ve ark., 1990).

Daha sonraki çalışmalarda süperhidrofobik yüzeylerin keşfedilmesi ile beraber sıvı ile temas eden yüzeylerin sıvı içerisine daldırıldıklarında yüzey ile sıvı arasında ince bir hava film tabakası meydana geldiğini gözlemlenmiştir. Viskozitesi sudan daha düşük olan bu hava tabakasının bulunmasıyla birlikte sıvının yüzeye temas ettiği yüzey alanı büyük oranda azaltılmıştır. Sonuç olarak ise süperhidrofobik yüzeylerde oluşan viskoz yüzey kuvveti büyük oranda azaltılabilmektedir (Xu ve Choi, 2012).

Süperhidrofobik yüzeylerin bir diğer önemli özelliği ise yüzeyde meydana gelen buz adezyonunu azaltarak yüzeyde buzların toplanmasına izin vermemesidir. Bu özelliğinden dolayı rüzgâr türbini kanatları, uçak kanatları, soğuk sularda hareket eden gemi gövdeleri, iletişim sistemleri gibi alanlarda yaygın bir kullanıma sahiptir (Zhang ve Lv, 2015). Daha önceleri buzlanmanın istenmediği bu yüzeylerde elektrikli ısıtıcılar, buzlanmayı önleyici sıvılar, sıcak hava üfleme gibi farklı yöntemler kullanılmıştır (He ve ark., 2014).

Isı eşanjörleri ve yoğuşma sistemleri başta olmak üzere yoğuşma birçok alanda sıklıkla karşılaşılan bir durumdur.

## 4. MATERYAL VE YÖNTEM

Bu çalışmanın temel amacı elektro-eğirme metoduyla üretilen silika nanopartiküllü pan nanofiberlerin hidrofobik/hidrofilik özelliklerinin incelenmesidir. Bu amaç doğrultusunda elektro eğirme yöntemiyle PAN/DMF çözeltisinden oluşan karışım yüksek voltaj ile toplayıcıya gönderilmiş ve toplayıcı üzerindeki yüzey geriliminin etkisiyle nanofiber üretimi gerçekleştirilmiştir. Çalışmanın amacı doğrultusunda belirlenen hedeflere ulaşmak için aşağıdaki aşamalar gerçekleştirilmiştir.

- Uygun işleme parametreleri ve gerekli olan en uygun nanofiber tesbit edilmesi
- Nanofiberlerin yapılarının belirlenmesi
- Üretilen nanofiberler için uygun olan viskozite ve voltaj değerlerinin tespit edilmesi
- Üretilen nanofiberlerin SEM ve TGA analiz yöntemlerinin kullanılarak incelenmesi

### 4.1. Materyaller

Bu çalışmada, poliakrilonitril ve dimetilformamid sırasıyla polimer ve çözücü olarak seçilmiştir. PAN / DMF çözeltilerinde dağıtılacak nanopartikül olarak silika seçildi. Aşağıdaki bölümlerde ürün özellikleri ve uygulama alanları sunulmaktadır.

#### 4.1.1. Poliakrilonitril (PAN)

Çalışmada kullanılan PAN Şekil 4.1'de gösterilmiştir. Poliakrilonitril'in kimyasal formulu ( $C_3H_3N$ ) ile temsil edilir, sentetik ve yarı kristal organik bir polimer reçinesidir (Mpukuta, 2018).

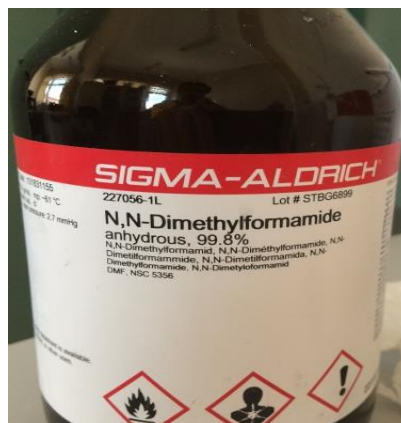


**Şekil 4.1.** Çalışmada kullanılan Poliakrilonitril (PAN) (Anonim, 2019b)

PAN düşük yoğunluk, ısıl kararlılık, yüksek mukavemet ve elastikiyet modülü içeren özelliklere sahiptir. PAN termoplastik olmasına rağmen normal şartlarda erimez. Bu benzersiz özellikler sayesinde PAN yüksek teknolojide önemli bir polimer haline gelmiştir. Poliakrilonitril karbon nanofiberlerin üretiminde çoğunlukla kullanılan bir malzemedir (Kaur ve ark., 2016).

#### 4.1.2. Dimetilformamid (DMF)

Bu tez çalışmasında Sigma-Aldrich firmasından temin edilen DMF hammaddesi kullanılmıştır. Malzemenin saflık derecesi % 99.8 ve molekül ağırlığı 73.09 g/mol'dür. Malzeme -61 °C' de erime 153 °C'de kaynama noktasına sahiptir (Yiğit, 2019).



**Şekil 4. 2.** Çalışmada kullanılan % 99.8 saflıktaki DMF (Anonim, 2019b)

Dimetilformamit malzemesinin tercih edilmesinin başlıca nedeni yüksek çözücü özelliğidir. Bu sebeple elektrospin yönteminde sık kullanılan endüstriyel bir kimyasaldır. DMF genellikle akrilik fiberler ve poliüretan ürünlerin üretilmesinde kullanılmaktadır (Redlich ve ark., 1988).

#### 4.1.3. Silika nanopartiküller

Bu tez çalışmasında Sigma-Aldrich firmasından temin edilen Saflık derecesi (%): 99.8 olan silika nanopartikül hammaddesi kullanılmıştır.

Nanopartiküllerin özellikleri aşağıdaki gibidir:

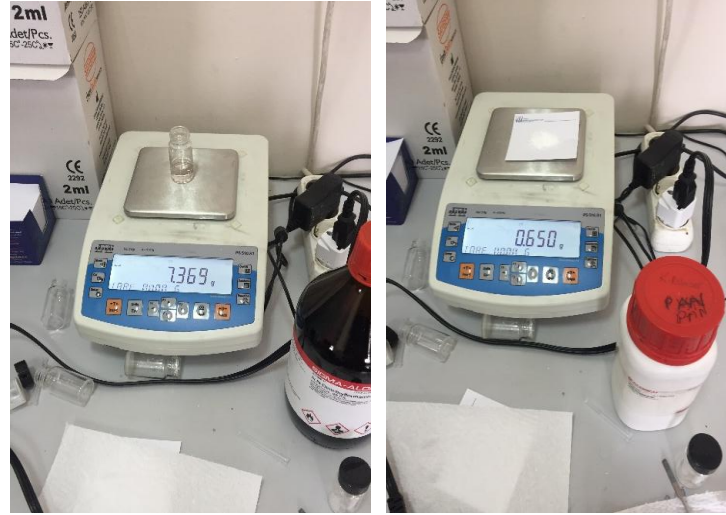
- Saflık (%): 99.8;
- Özel yüzey alanı: 175-225 m<sup>2</sup> / g;
- Tutuşma kaybı: genellikle% 2-16;
- Görünüm (form): toz;
- Görünüm (renk): Beyaz.

## 4.2. Malzeme Üretimi

### 4.2.1. Poliakrilonitril/Dimetilformamit (PAN/DMF) üretimi

PAN/DMF çözeltisinin hazırlanma aşaması olarak ilk yapılan işlem çözeltildeki PAN ve DMF miktarlarının hesaplanmasıdır. Ağırlıkça %92 DMF ve %8 PAN kullanılarak hazırlanan PAN/DMF çözeltisi üretebilmek Şekil 4.3'deki adımlar izlenmiştir.





(a)

(b)

Şekil 4.3. PAN/DMF çözeltisinin, (a) DMF tartılması, (b) PAN tartılması

Nanofiber üretimine başlamadan önce öncelikli olarak poliakrilonitril/dimetilformamit'den oluşan ağırlıkça %8 karışım üretmek için çözeltiler hazırlanmıştır. Daha sonra hazırlanan PAN ve DMF mekanik bir karıştırıcı türü olan karıştırıcıda Şekil 4.4'de görüldüğü gibi homojen bir karışım olana kadar ultrasonik karıştırıcıda ortalama 40 dakika karıştırılarak tam olarak birbirini içerisinde çözünmesi sağlanmış. Karışım homojen bir şekilde elde edildikten sonra bir sonraki aşaması olan Elektro-Eğirme yöntemi ile nanofiber üretim sürecinden önce oda sıcaklığına gelene kadar soğuması için beklenmiştir.



Şekil 4.4. Ultrasonik karıştırıcı ile PAN/DMF çözeltisinin hazırlanması

Karıştırılan çözelti ısındığından dolayı yaklaşık 30 dakika oda sıcaklığında soğumaya bırakılmıştır.

#### 4.2.2. Elektro-eğirme yöntemiyle PAN/DMF üretimi

Elektrospinning parametrelerinin ayarlanması birçok araştırmacı tarafından sürecin başarısı için çok önemli bir faktör olarak kabul edilir. Bizde bu çalışmamızda bu konuda önerilerde bulunmuş uzmanlar tarafında önceden belirlenmiş parametrelerden faydalandık. Özellikle,  $15 \text{ kV} \leq V \leq 25 \text{ kV}$ , uygulanan voltaj için istenen alan olarak seçilmiş ve  $10 \text{ cm} \leq d \leq 20 \text{ cm}$ , arasındaki bir mesafe olan 13 cm eğirme mesafesi için etkin aralık olarak kabul edilmiştir (Haghi, 2011).

Elektro-eğirme deneyi beş farklı akışkan debisi ve beş farklı elektriksel voltaj kullanılarak yapılmıştır. Kullanılan çözelti poliakrilonitril/dimetilformamit olarak seçilmiş ve deney parametrelerinin nanofiber ağ yapısı ve fiber çapı üzerindeki etkilerinin nasıl olduğu incelenmiştir.

Üretilen nanofiber yapı esnek ve çok ince bir yapıya sahip olduğundan dolayı sistemde bir altlık kullanılması gerekmektedir. Kullanılan bu altlık oluşan nanofiber tabakanın katı bir yapısal formda durmasını sağlayarak malzemeye mekanik destek sağlar. Biz deneyimizde altlık olarak pişirme kâğıdı kullandık bunu tercih etmemizden nedeni çok küçük yapıdaki nano partikülleri tutmasına imkân sağlaması temininin kolay ve ucuz olması tercih sebeplerimiz olarak sıralanabilir.

Kullanmış olduğumuz Elektro-eğirme cihazı Şekil 4.5’de gösterilmiştir.



Şekil 4.5. Elektro-eğirme cihazı

Deney cihazı başlıca 3 ana kısımdan oluşmaktadır; Polimer besleme ünitesi, yüksek voltaj güç kaynağı ve silindirik toplayıcıdır. Elektro eğirme cihazının bu kısımları sırasıyla aşağıda açıklanmaktadır.



**Şekil 4.6.** Polimer besleme ünitesi

Polimer besleme ünitesinin görevi çözeltiyi istenilen debide lüleye göndermektir. Bu kısım cihazımızın en önemli kısımlarının başında gelmektedir. Çünkü daha önceki yapılmış olan çalışmalar gösteriyor ki elde edilen nanofiber çaplarının belirlenmesinde en büyük etkenlerden biri hazırlanan polimer çözeltisinin toplaca gönderilme debisidir bu nedenle kullanılan akışkan debi miktarı son derece önemli bir parametredir.

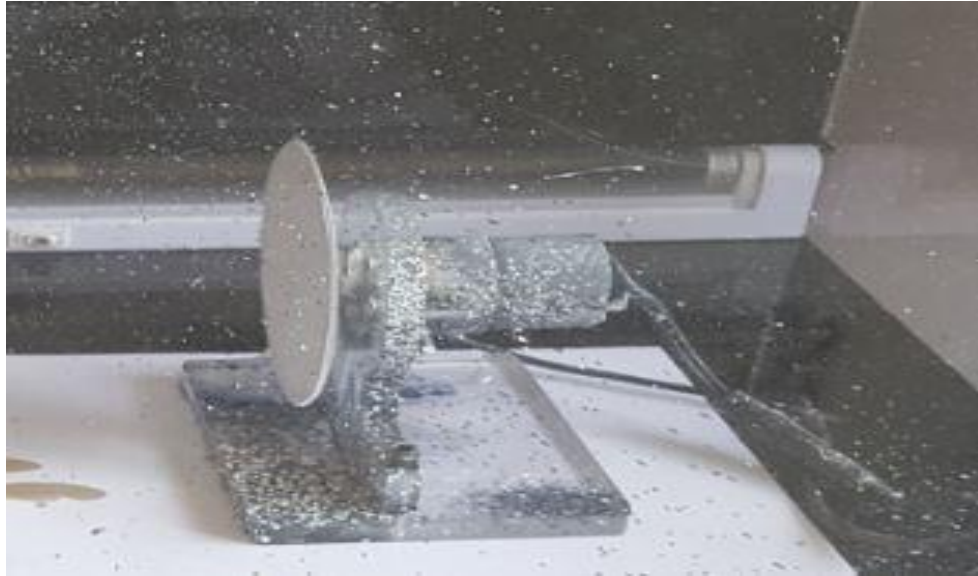
Elektro eğirme cihazının bir sonraki temel bileşeni yüksek voltaj güç kaynağının olduğu kısımdır bu kısım Şekil 4.7' de gösterilmektedir.



Şekil 4.7. Voltaj güç kaynağı

Elektirik akımının elde edildiği bu kısım bizim nanofiber üretmek için gerekli voltajın ve akımın üretildiği kısımdır. Yüksek voltaj kaynağının temel işlevi lüle ile silindirik toplayıcıya yüksek gerilim uygulayarak polimer çözeltisinin eğrilmesini sağlamaktır. Buradan amaç toplaç ile besleme ünitesi arasında bir devre oluşturularak akımın bu devrede hareket etmesini sağlayarak nanofiber üretimi yapmaktır. İğne, pozitif bir yüksek voltaj güç kaynağına elektriksel olarak bağlanmıştır. Toplayıcı olarak kullanılan metalik disk ise negatif bir yüksek voltaj güç kaynağına elektriksel olarak bağlanarak devre tamamlanmış olur.

Elektro eğirme cihazının üçüncü temel bileşeninden birisi olan silindirik toplayıcı Şekil 4.8’de gösterilmektedir.



Şekil 4.8. Silindirik nanofiber toplayıcı

Silindirik toplayıcının görevi üzerine konulan altlığın yüzeyine homojen bir yapıda nanofiber kaplama yapılmasını sağlamaktır. Bu nedenle toplayıcı ile polimer besleme ünitesi arasındaki mesafe ve bu iki kısım arasındaki hizalama çok dikkatli olarak yapılmalıdır.

Elektro-eğirme cihazı ile nanofiber üretimine başlamak için PAN+DMF çözelti hazırlama işlemi tamamlandıktan sonra istenilen özelliklerde nanofiber elde etmek için enjektör iğnesine vasıtası ile karışım şırıngaya 2 mL seviyesinde çekildikten sonra farklı gerilim ve besleme miktarı değerleri için deneylere başlanmıştır.

Elektro-eğirme işlemine uygulanacak PAN+DMF şırıngaya çekildikten sonra Çizelge 4.1'deki parametrelere göre nanofiber üretimine başlanmıştır. Bu parametrelerde değişkenlerimiz voltaj (kV) ve akışkanın toplaca gönderilme hızı (mL/h) olarak belirlenmiştir.

Toplayıcı plaka ile iğne ucu arasındaki mesafe çözeltinin viskozitesi, ayarlanılan voltaj, besleme pompasının hızı, toplayıcının elektrik iletkenlik katsayısı göz önüne alınarak 130 mm uzaklığa sabitlenmiştir.

Elektriksel alanın oluşması için güç kaynağından gelen pozitif kutuplu kablonun ucu şırınganın iğne ucuna ve negatif kutuplu kablonunki ise toplayıcı plakaya tutturulmuştur.

İlk 5 deneyimizde beklenildiği üzer uygulanan voltajın yetersiz olmasından dolayı nanofiber üretimi gerçekleştirilememiştir.



**Çizelge 4.1.** Ağırlıkça %8 karışımından oluşan (PAN/DMF) deney parametreleri

Deney No	Voltaj (kV)	Toplacın dönme hızı (devir/dak) %	Optimum iğne ucu kolektör arası mesafe (cm)	Akışkanın toplaca gönderilme hızı (mL/h)
1	10	15	13	1.5
2	10	15	13	2.0
3	10	15	13	2.5
4	10	15	13	3.0
5	10	15	13	3.5
6	15	15	13	1.5
7	15	15	13	2.0
8	15	15	13	2.5
9	15	15	13	3.0
10	15	15	13	3.5
11	20	15	13	1.5
12	20	15	13	2.0
13	20	15	13	2.5
14	20	15	13	3.0
15	20	15	13	3.5
16	25	15	13	1.5
17	25	15	13	2.0
18	25	15	13	2.5
19	25	15	13	3.0
20	25	15	13	3.5

Üretilecek olan nanofiberin eşit kalınlıkta ve homojen bir yapıda elde edilebilmesi için besleme pompasının hızı çözeltinin viskozitesi ve elektriksel alanın şiddeti ile uyumlu olmasına dikkat edilmiştir. Deneysel çalışmalarımızda üretilecek nanofiberlerin toplayıcı plaka yüzeyinde aynı kalınlıkta olması için bütün üretimler için 2 mL'lik çözelti şırıngaya çekilmiştir.

Çizelge 4.1' deki üretim parametreleri dikkate alınarak ağırlıkça %8 karışımından oluşan (PAN/DMF) oranı için nanofiber üretimi yapılmıştır. Elektrospın yöntemi kullanılarak üretilen nanofiberlerin üretimine ait adımlar aşağıda maddeler halinde belirtilmiştir.

- Hesaplama yapıldıktan sonra PAN ve DMF hassas terazide tartılır.
- Hazırlanan bu PAN ve DMF karışım için numune kabının içerisine yerleştirilir.
- Numune kabı karışımın homojen bir yapıya gelmesi için ultrasonik karıştırıcı ile yarım saat boyunca karıştırılmıştır.
- Yarım saat sonra ağırlıkça %8 ortalamaya sahip olan (PAN/DMF) solisyonu hazır hale getirilmiştir.

- Hazırlanmış olan solüsyonun şırıngaya çekilir ve elektro eğirme cihazındaki besleme ünitesine yerleştirilmiştir.
- Yüksek akım sağlayan ünitenin eksi kutpu döner toplaca, artı kutpu şırınganın iğne ucuna bağlanır ve bu şekilde yüksek akım devresi tamamlanır.
- Nanofiber toplama ünitesi ile şırınga ucu arasındaki mesafe ayarlanmıştır.
- Deney parametreleri için gerekli olan debi besleme ünitesindeki elektronik gösterge kullanılarak ayarlanmıştır.
- İlk olarak sistemde gerekli deney parametreleri girildikten sonra elektro eğirme cihazındaki pompa çalıştırılmış ve cihazın muhafaza kapağı kapatılmıştır.
- Toplacın dönme hızı ayarlanmıştır.
- Yüksek voltaj gerilim ünitesinin anahtarı aktif hale getirilmiştir.
- Deney için gerekli elektriksel parametreler cihazın ön kısmında bulunan dijital panelden ayarlanmıştır.
- Cihaz aktif hale getirilerek nanofiber üretimine başlanmıştır.

Elde edilen nano fiberler deney numunelerine göre kodlamaları yapıldıktan sonra en uygun yapının belirlenmesi için SEM analizleri ile optimum parametredeki nanofiber yapısı tespit edilmiştir.

#### **4.2.3. Elektrospın saf PAN nanofiber yapısı**

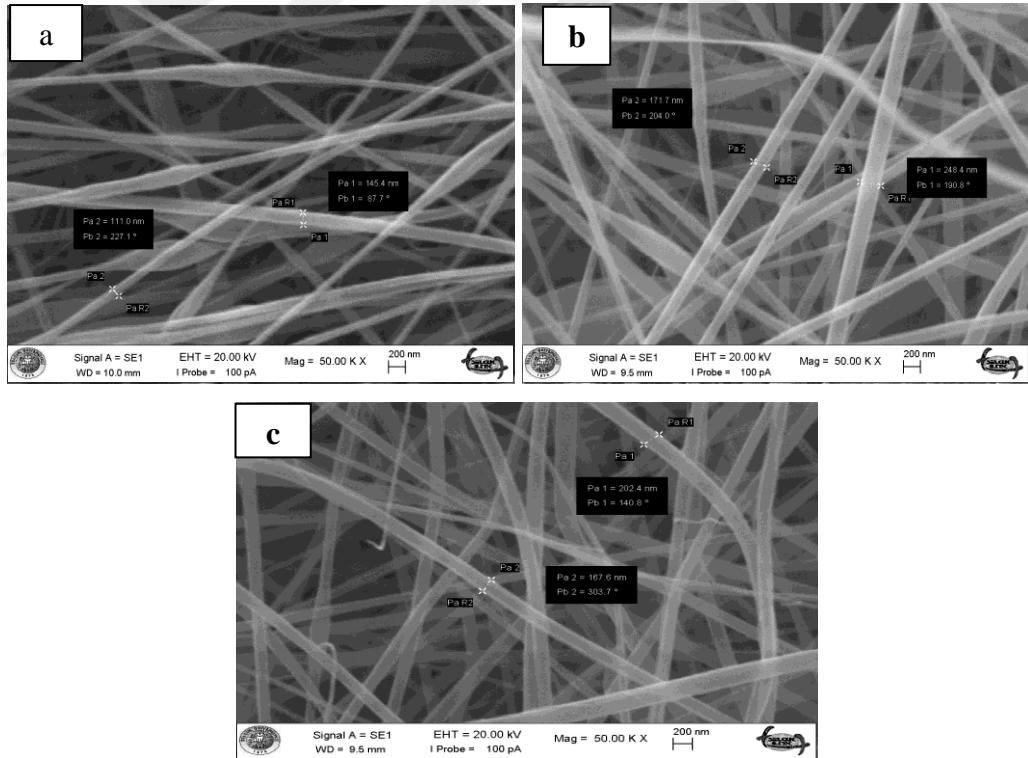
Nanofiberlerin yapısını etkileyen birçok etken vardır. Elyaf çapı ve elektrospın nanofiberlerin homojenliği gibi yapının birçok işlem parametresine bağlı olduğu bulunmuştur. Bu parametreler üç ana gruba ayrılabilir: (1) çözelti özellikleri, (2) işleme koşulları ve (3) ortam koşulları. Parametrelerin her birinin, elektrospın liflerinin yapısını etkilediği belirlenmiştir (Haghi, 2011).

Çözeltinin viskozitesi, çözelti konsantrasyonu, çözeltinin moleküler ağırlığı, elektriksel iletkenlik, elastikiyet ve yüzey gerilimi gibi parametreler, nanofiberlerin morfolojisi üzerinde önemli etkiye sahiptir. Daha viskoz çözeltiler için boncuklar ve boncuklu liflerin oluşma olasılığı daha düşüktür. Çözeltinin viskozitesi artarsa

boncukların çapı büyür ve elyaflardaki boncuklar arasındaki ortalama mesafe artar (Haghi, 2011).

Hazırlanan çözeltinin elektriksel iletkenliğinin nanofiberler üzerindeki etkisinden bahsedecek olursak solüsyonun elektrik iletkenliği arttığında elektrospin nano elyafların çaplarında önemli bir düşüş vardır. Solüsyonun düşük iletkenliği nedeniyle boncuklanmalar da görülebilir ve bu durum, bir üniforma lifi üretmek için elektrik kuvveti tarafından bir jetin uzamasının yetersiz olmasına neden olur (Haghi, 2011).

Deneyler sonucu elde edilen nano yapının morfolojisi Selçuk Üniversitesi İleri araştırma merkezinin (İltek) tarama elektron mikroskobu (SEM) ile Zeiss Evo LS10 Taramalı elektron mikroskobu kullanılarak morfolojik karakterizasyonu yapılmıştır. Elde edilen saf PAN nanoliflerinin morfolojisi ve çap aralıkları, aşağıdaki Şekil 4.9 ile Şekil 4.16'da sunulmaktadır.



**Şekil 4.9.** Saf PAN nanofiberlerin çeşitli voltajlardan gelen SEM görüntüleri ve 8 % PAN/DMF polimer konsantrasyonu için (a) 15 kV , (b) 20 kV , (c) 25 kV

Fiber morfolojisi ve geometrisi üzerindeki solüsyonun önemli bir etkisinin olduğu birçok bilim insanı tarafından dile getirilmiştir. Varılan ortak kanı elde edilen

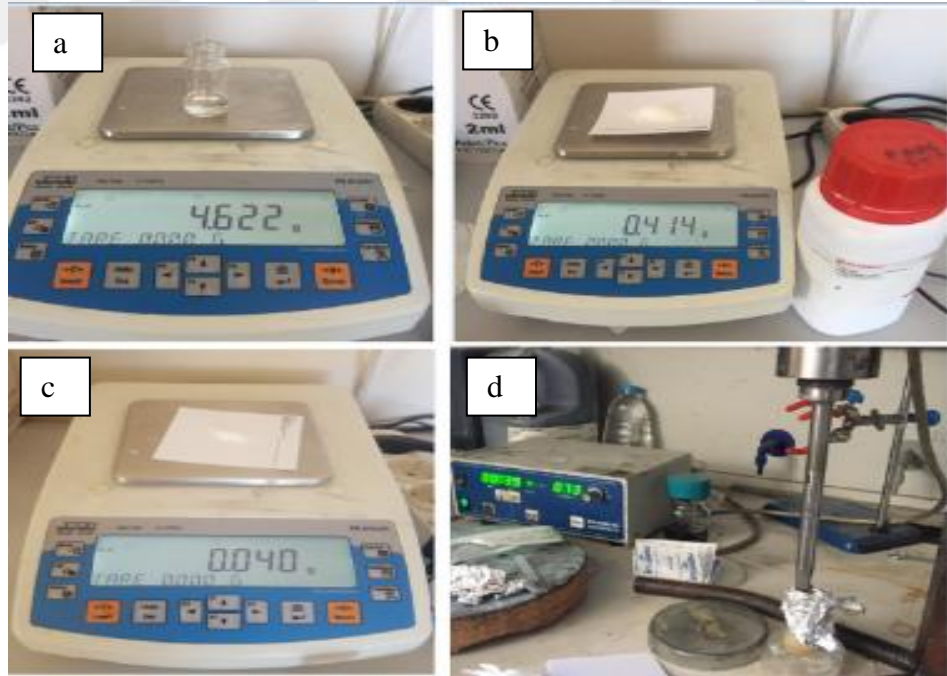


nano elyafların mükemmel özelliklerini etkileyen boncuklanmanın oluşmasıdır. Oluşan bu boncuklanma nano elyaf malzemelerin özelliklerini olumsuz yönde etkilemektedir. Yapılan deneyler sonucunda boncuklanmanın olmadığı yapıyı tespit edebilmek ve en iyi üretim parametrelerini belirlemek için farklı üretim parametrelerinde deneyler yapılmıştır. Yapılan deneyler sonucunda elde edilen elektro elyafların morfolojik yapıları SEM görüntüleri alınarak incelenmiştir.

#### 4.2.4. PAN / Silika NPs nanofiberlerin imalatı

Bu bölüm, silika nanopartikülleri içeren nanofiberlerin çözelti hazırlama ve üretimini anlatılmaktadır. İlk bölümde kullanılan prosedüre uygun olarak, silika nanoparçacıklarını (ağırlıkça 1 %) içeren çözelti numunesi hazırlanmıştır. Hazırlanan bu çözelti numunelerinde PAN/DMF oranları (ağırlıkça 8 % , 9 % , 10 % , 11 % , 12 % , 13 %) oranlarında altı farklı çözelti hazırlanmıştır.

Çözeltilerin hazırlanma süreci Şekil 4.10. da belirtildiği gibidir. Diğer çözeltilerin karışım miktarları Çizelge 4.2 de tablo halinde verilmiştir.

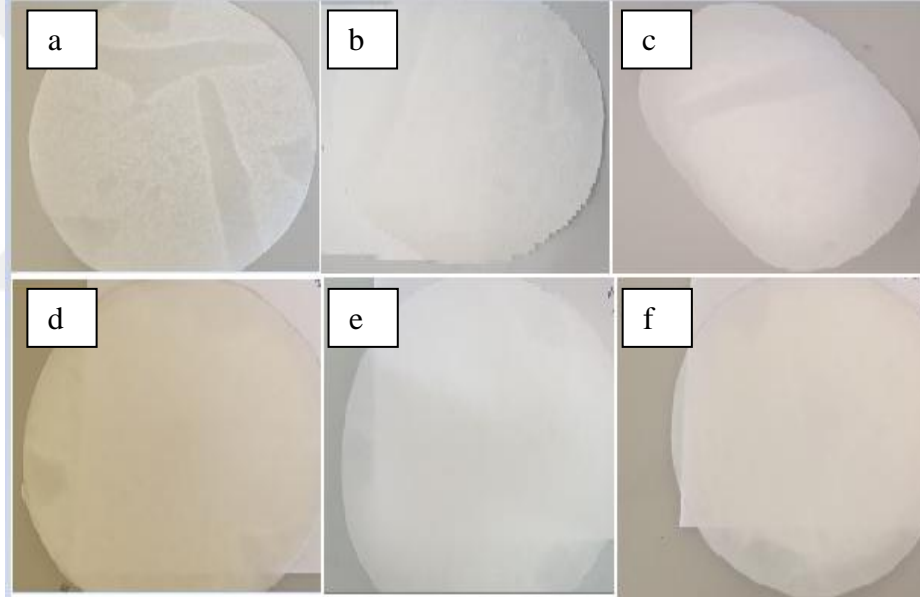


**Şekil 4.10.** Kimyasalların hassas terazi ile tartılması % 1 silika ve % 8 PAN/DMF içeren çözeltisinin hazırlanması (a) 4,622 gr DMF (b) 0,414 gr PAN (c) 0,040 gr silika (d) çözeltinin mekanik karıştırıcıda karıştırılması

**Çizelge 4.2.** Ağırlıkça % PAN/DMF + % 1 Silika' dan oluşan deney üretim parametreleri

%1 silika + % PAN/DMF Konsantrasyon oranı	PAN Miktarı (gr)	DMF Miktarı (gr)	Silika Miktarı (gr)
%9 PAN/DMF + % Silika	0,361	3,639	0,040
%10 PAN/DMF + % Silika	0,406	3,599	0,040
%11 PAN/DMF + % Silika	0,457	3,560	0,040
%12 PAN/DMF + % Silika	0,479	3,520	0,040
%13 PAN/DMF + % Silika	0,518	3,497	0,040

Silika nanopartikül katkılı PAN nanofiberlerin üretilmesi için en iyi üretim parametreleri, saf PAN için boncuklanmanın olmadığı uniform yapının elde edildiği gerilim 15 kV, akışkanın toplaca gönderilme miktarı 3.0 mL/s olarak tespit edilmiştir. Daha sonra bu parametreler silika katkılı PAN nanofiberlerin üretilmesi için referans kabul edilerek Şekil 4. 16'da gösterilmiş olan nanofiberlerin üretimi yapılmıştır.



**Şekil 4.16.** Saf PAN/DMF ve % 1 SİLİKA katkılı nano parçacıklı elektro eğirme cihazı ile üretilen kompozit nanofiberler (a) % 8 PAN/DMF (b) % 9 PAN/DMF (c) % 10 PAN/DMF (d) % 11 PAN/DMF (e) % 12 PAN/DMF (f) % 13 PAN/DMF

Bu numuneler için ilk olarak solüsyon hazırlanmış ve mekanik karıştırıcıda bir saat süre karıştırılmıştır, sonra ısınan solüsyonun yaklaşık olarak yarım saat oda sıcaklığına kadar soğuması beklenmiştir. Bu işlemlerden sonra solüsyon şırıngaya 2 mL olarak çekildikten sonra elektro eğirme cihazına bağlanmıştır ve cihaza gerekli olan üretim parametreleri girildikten sonra kompozit nanofiber üretimine başlanmıştır.

### 4.3. Karakterizasyon Cihazları

Bu bölümde analizlerde kullanılan cihazların teknik özellikleri ve ayar parametrelerinden kısaca bahsedilmiştir.

#### 4.3.1. Taramalı elektron mikroskobu (SEM)

Yapılan birçok araştırma göstermiştir ki insan gözü yapısı itibariyle çok küçük detayları görme kabiliyeti sınırlıdır. Bu nedenle ki küçük detayları gözlemleyip yorumlayabilmek için çeşitli teknolojik cihazlar geliştirilmiştir. Taramalı elektron mikroskobu (SEM) bu cihazlardan birisidir.

Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM), yüksek enerji yoğunluğuna sahip elektronlardan oluşan kiriş demeti kullanarak numunenin yüzeyinde detaylı inceleme yapmamıza yardımcı olur, dahası elektron ile numune etkileşime başladığı zaman elde edilen sinyaller dış doku, kimyasal bileşimi ve numunenin yapısı hakkında bilgi sağlamamıza imkân verir.

Deneyler sonucu elde edilen malzemelerin yapısını tespit etmek, boncuklanmanın olup olmadığını ve ortalama nanofiber çapını tespit edebilmek için taramalı elektron mikroskobu (SEM, Zeiss Evo LS10) kullanıldı. Kullanılan bu cihaz Şekil 4.17. de gösterilmiştir.



Şekil 4.17. SEM, Zeiss Evo LS10 Cihazı (SU, Iltek laboratuvar)

### 4.3.2. Temas açısı ölçümü cihazı

Saf PAN ve nanokompozit elyafların hidrofobikliği veya hidrofilikliği, temas açısı ölçüm cihazı (TAÖ) kullanılarak incelenmiştir (Dataphysics instruments GmbH, OCA15EC, versiyon 1.3). Kullanılan bu cihaz profesyonel temas açısı ölçümü ve damla şekli analizler için temel seviyede ölçüm yapabilme kabiliyetine sahiptir.



Şekil 4.18. Temas açısı ölçüm cihazı (TAÖ) (<http://www.dataphysics.de>).

Bu çalışmada, eğrilmiş nano elyafların hidrofobikliğini veya hidrofilikliğini incelemek için dozaj hızı olarak  $0.5 \mu\text{L} / \text{s}$ 'de  $2 \mu\text{L}$  su dozlama hacmi kullanılmıştır.

## 5. ARAŞTIRMA SONUÇLARI VE TARTIŞMA

Bu tez çalışmasında, nanoparçacık olarak silika içeren PAN/DMF nano elyafları ve PAN/DMF kompozit nano elyafların üretimi elektro eğirme tekniği kullanılarak yapılmıştır. Nanopartiküller PAN/DMF çözeltisine ağırlıkça % 1 oranında sabit silika eklemesi yapılarak üretilmiş fakat en uygun üretim parametreleri tespit edilen PAN/DMF çözeltisi için belirlenen voltaj ve akışkan debisi kullanılarak PAN/DMF çözeltisi (ağırlıkça % 8, 9, 10, 11, 12, 13,) oranlarında değiştirilmiştir. Saf olarak üretimi yapılan PAN/DMF çözeltileri (ağırlıkça % 8, 9, 10, 11, 12, 13) içinde silika ilavesi olmaksızın hidrofobik/hidrofiliklik özellikleri incelenmiştir.

Hedeflenen amaçlara göre, üretimi yapılan nano lifler günümüzde kullanılan farklı analiz teknikleri ile karakterize edilmiştir. Değerlendirmeler ve sonuçlar aşağıdaki bölümlerde anlatılmıştır.

### 5.1. Nanofiberlerin Morfolojisi ve Çapları

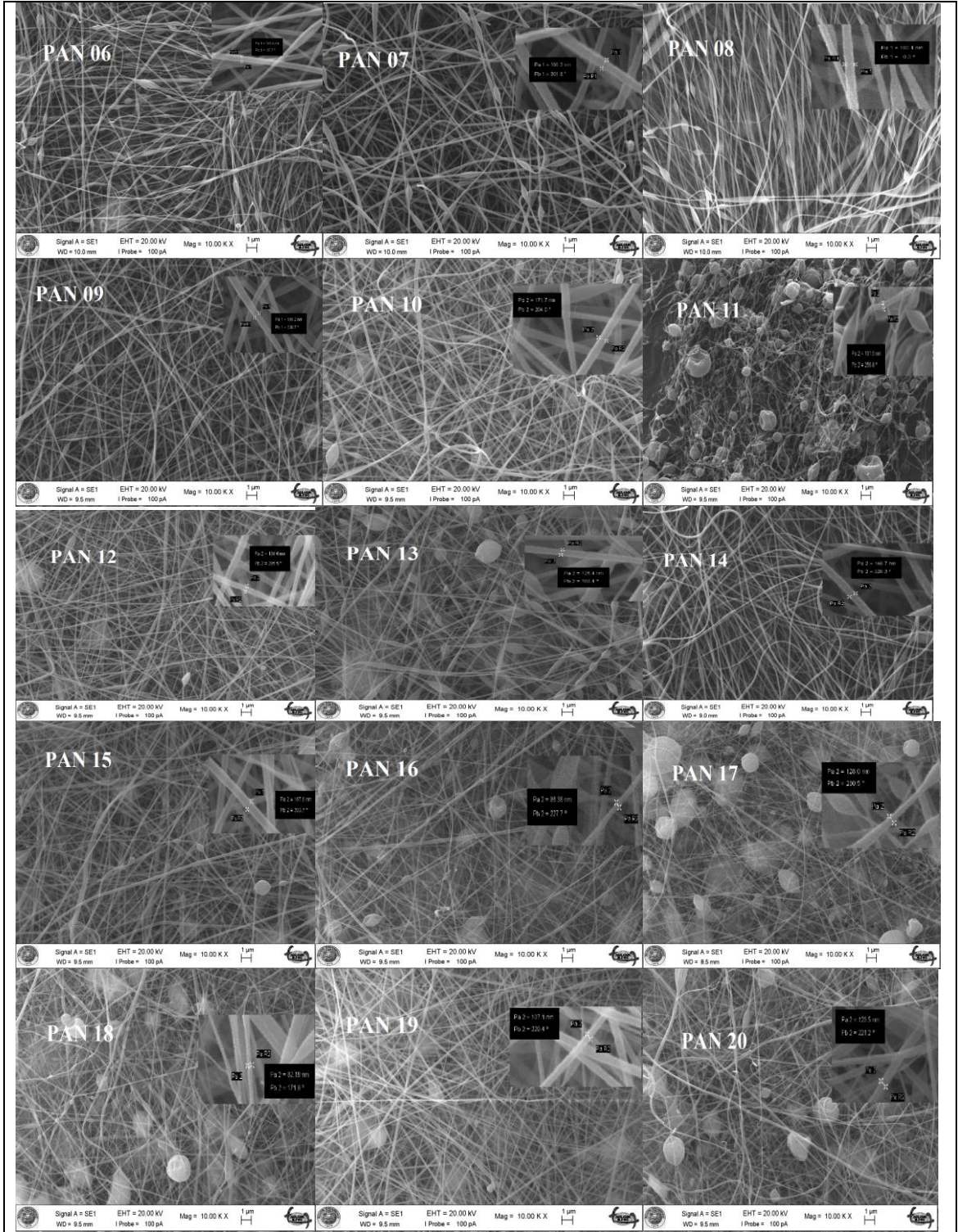
Elyaf çapı ve elektro eğirme nano elyafların homojenliği gibi morfolojisinin birçok işlem parametresine bağlı olduğu bulunmuştur. Bununla birlikte, birçok araştırmacı belirli koşullar altında sadece tek tip liflerin değil, aynı zamanda boncuksuz liflerin de üretilebileceğini vurgulamıştır (Haghi, 2011).

Bu nedenle, bu tez çalışmasında homojen ve boncuksuz lifler elde etmek için farklı PAN/DMF çözeltileri ve bunların sabit oranda silika katkılı (ağırlıkça % 1) çözeltileri hazırlandı ve 15 kV ve 3 mL/h debide nanofiber üretimi yapılmıştır.

### 5.2. Poliakrilonitril/Dimetilformamit Nanofiberlerin Taramalı Elektron Mikroskobu Analizleri

Elektro eğirme yöntemi ile üretilen PAN nanofiberlerinin en uygun değerlerde hangi yapının olduğunu tespit etmek, fiber oluşumu ve yapının homojenlik durumunun belirlenmesi amacıyla üretilen nanofiberlerin yüzey morfolojisinin incelenmesi ve ortalama çaplarını belirlemek için SEM görüntüleri alınmıştır. Elde edilen görüntüler Şekil 5.1'de gösterilmiştir. Şekil 5.1'deki SEM görüntüleri incelendiği zaman nanofiber yapının homojen ve uniform olduğu yapı, PAN9 kodlu numune olduğu belirlenmiştir. Tüm saf PAN/DMF numunelerin SEM analizi sonuçları Çizelge 5.1' de gösterilmiştir.





Şekil 5.1. PAN/DMF çözeltisine ait SEM görüntüleri

Çizelge 5.1. Ağırlıkça %8 karışımdan oluşan (PAN/DMF) SEM analiz sonuçları

Deney No	Voltaj (kV)	Optimum iğne ucu kolektör arası mesafe (cm)	Akışkanın toplaca gönderilme hızı (mL/h)	Nano fiber ortalama çapı (nm)	Fiber oluşumu	Boncuklanma
1	10	13	1.5	Fiber oluşmadı	Fiber oluşmadı	---
2	10	13	2.0	Fiber oluşmadı	Fiber oluşmadı	---
3	10	13	2.5	Fiber oluşmadı	Fiber oluşmadı	---
4	10	13	3.0	Fiber oluşmadı	Fiber oluşmadı	---
5	10	13	3.5	Fiber oluşmadı	Fiber oluşmadı	---
6	15	13	1.5	128,2	Uniform değil	Boncuklanma az
7	15	13	2.0	174,7	Uniform değil	Boncuklanma az
8	15	13	2.5	147,95	Uniform değil	Boncuklanma çok
<b>9</b>	<b>15</b>	<b>13</b>	<b>3.0</b>	<b>143,05</b>	<b>Uniform yapı</b>	<b>YOK</b>
10	15	13	3.5	210,05	Uniform değil	Boncuklanma az
11	20	13	1.5	155,7	Uniform değil	Boncuklanma çok
12	20	13	2.0	183,9	Uniform değil	Boncuklanma orta
13	20	13	2.5	148,75	Uniform değil	Boncuklanma çok
14	20	13	3.0	156	Uniform değil	<b>YOK</b>
15	20	13	3.5	185	Uniform değil	<b>YOK</b>
16	25	13	1.5	130,39	Uniform değil	Boncuklanma çok
17	25	13	2.0	177	Uniform değil	Boncuklanma çok
18	25	13	2.5	171,69	Uniform değil	Boncuklanma çok
19	25	13	3.0	191,2	Uniform değil	Boncuklanma az
20	25	13	3.5	144,85	Uniform değil	Boncuklanma çok

Çizelge 5.1'deki saf PAN nanofiberlerin üretimi için ilk işlem çözeltinin hazırlanması olmuştur. Ağırlıkça % 8 PAN ve ağırlıkça % 92 DMF olacak şekilde çözeltinin hassas terazi ile tartılması yapılmıştır. Ayrı olarak tartılmış olan PAN ve DMF beher tüpü içerisinde karıştırılmıştır. Karışımın bulunduğu beher tüpü Selçuk üniversitesi manyetik laboratuvarında ki mekanik karıştırıcı ile kırk beş dakika kadar karıştırılmıştır. Karışımın homojen bir yapı haline geldiği gözlemlendikten sonra manyetik karıştırıcı durdurulmuştur. Bu işlemten sonra hazırlanan çözeltinin sıcaklığının arttığı tespit edilmiştir ve karışımın oda sıcaklığına kadar soğuması için elektro eğirme cihazının teflon aparatına bağlanmadan önce yarım saat kadar bekletilmiştir. Oda sıcaklığına soğutulan çözelti şırıngaya 2 mL olacak şekilde çekilmiştir, çekilen bu çözelti cihazın teflon aparatına yatay olarak bağlandıktan sonra Çizelge 5.1'de belirtilen değerler olan akışkanın toplaca gönderilme hızı ayarlanmıştır. Daha sonra cihazın içerisinde bulunan elektrik devresi kablolarının artı kutbu enjektörün iğne ucuna eksi kutbu toplayıcı plakaya bağlanarak elektrik akımı için devre

tamamlanmıştır. İğne ucu ile toplayıcı plaka arasındaki mesafe 13 cm olacak şekilde ayarlanmıştır, bu işlemten sonra cihazın kapağı kapatılarak yapılacak deney için belirlenmiş voltaj değeri elektro eğirme cihazı üzerindeki elektronik kısımdan ayarlanmıştır. Tüm bu işlemlerden sonra elektro eğirme cihazı çalıştırılarak nanofiber üretimine başlanmıştır.

Uygulanan her bir voltaj değeri için akışkanın toplaca gönderilme hızı farklı olacak şekilde PAN kodlu beş adet deney yapılmıştır;

**Çizelge 5.2.** 10 kV Voltajdaki Ağırılıkça %8 karışımdan oluşan (PAN/DMF) SEM analiz sonuçları

Deney No	Voltaj (kV)	Optimum iğne ucu kolektör arası mesafe (cm)	Akışkanın toplaca gönderilme hızı (mL/h)	Nano fiber ortalama çapı (nm)	Fiber oluşumu	Boncuklanma
1	10	13	1.5	Fiber oluşmadı	Fiber oluşmadı	---
2	10	13	2.0	Fiber oluşmadı	Fiber oluşmadı	---
3	10	13	2.5	Fiber oluşmadı	Fiber oluşmadı	---
4	10	13	3.0	Fiber oluşmadı	Fiber oluşmadı	---
5	10	13	3.5	Fiber oluşmadı	Fiber oluşmadı	---

Çizelge 5.2.'deki sonuçlar incelendiğinde;

İlk beş deneyimiz için üretim parametreleri toplacın kendi ekseni etrafındaki dönme hızı 15 d/dk, kolektör ile iğne ucu arası 13 cm, uygulanan voltaj 10 kV ve akışkanın fiber oluşumu için toplaca gönderilme hızı (1.5, 2.0, 2.5, 3.0, 3.5mL/h) belirlenmiş ve bu üretim parametreleri doğrultusunda deneyler yapılmıştır. Bu deneyler sonucunda nanofiber üretimini gözlemlemek ve oluşan nanofiberin morfolojik yapısını, nanofiber çapını belirlemek için SEM görüntüleri incelenmiştir.

İlk beş deneyimiz için SEM görüntüleri incelendiğinde nanofiber yapının oluşmadığı gözlemlenmiştir. Bunun nedeni çözeltilinin yüzey gerilim kuvvetini aşacak bir kuvvetin elde edilememesi olmuştur. Başka bir ifadeyle uygulanan gerilimin (10 kV) yetersiz olmasından dolayı nanofiber üretimi gerçekleştirilememiştir.



**Çizelge 5.3.** 15 kV voltajdaki Ağırlıkça %8 karışımdan oluşan (PAN/DMF) SEM analiz sonuçları

Deney No	Voltaj (kV)	Optimum iğne ucu kolektör arası mesafe (cm)	Akışkanın toplaca gönderilme hızı (mL/h)	Nano fiber ortalama çapı (nm)	Fiber oluşumu	Boncuklanma
6	15	13	1.5	128,2	Uniform değil	Boncuklanma az
7	15	13	2.0	174,7	Uniform değil	Boncuklanma az
8	15	13	2.5	147,95	Uniform değil	Boncuklanma çok
<b>9</b>	<b>15</b>	13	<b>3.0</b>	<b>143,05</b>	<b>Uniform yapı</b>	<b>YOK</b>
10	15	13	3.5	210,05	Uniform değil	Boncuklanma az

Çizelge 5.3.'deki sonuçlar incelendiğinde;

SEM görüntülerinden elde edilen sonuçlar gösteriyor ki 15 kV voltaj fiber oluşumu için yeterlidir. Uygulanan gerilim değeri on beş kilowatt olduğu değerinde üretilen nanofiberler için SEM görüntüleri incelendiği zaman en küçük ortalama nanofiber çapı 128.2 nm olarak tespit edilmiştir. Üretilen bu nanofiber yapının morfolojik yapısı analiz edildiğinde boncuklanmanın az olduğu fakat uniform olmayan yapı meydana gelmiştir. Bu deney için üretim parametreleri; toplacın kendi eksenini etrafındaki dönme hızı 15 d/dk, kolektör ile iğne ucu arası mesafe 13 cm ve akışkanın fiber oluşumu için toplaca gönderilme hızı saatte 1.5 mL olarak belirlenmiş ve nanofiber üretimine başlanmıştır.

On beş kilowatt değeri için üretilen en büyük nanofiber çapı 210,05 nm olduğu görülmüştür. Fakat oluşan nanofiber yapının morfolojik yapısı incelendiğinde oluşan fiberin istenmeyen bir özellikte olduğu belirlenmiştir, fiberlerin uniform yapıda olmadığı ve yapının içerisinde boncuklanmaların olduğu gözlemlenmiştir.

**Çizelge 5.4.** 20 kV voltajdaki Ağırlıkça %8 karışımdan oluşan (PAN/DMF) SEM analiz sonuçları

Deney No	Voltaj (kV)	Optimum iğne ucu kolektör arası mesafe (cm)	Akışkanın toplaca gönderilme hızı (mL/h)	Nano fiber ortalama çapı (nm)	Fiber oluşumu	Boncuklanma
11	20	13	1.5	155,7	Uniform değil	Boncuklanma çok
12	20	13	2.0	183,9	Uniform değil	Boncuklanma orta
13	20	13	2.5	148,75	Uniform değil	Boncuklanma çok
14	20	13	3.0	156	Uniform değil	<b>YOK</b>
15	20	13	3.5	185	Uniform değil	<b>YOK</b>

Çizelge 5.4.'deki sonuçlar incelendiğinde;

Uygulanan gerilim değeri yirmi kilowatt iken üretilen nanofiberlerin SEM görüntüleri incelendiği zaman en küçük ortalama nanofiber çapı 148,75 nm olarak tespit edilmiştir. En büyük ortalama nanofiber çapı ise 185,00 nm olan nanofiber üretilmiştir. PAN14 ve PAN15 kodlu deneyler incelendiğinde boncuklanma oluşmamıştır fakat oluşan fiberlerin uniform yapıda oluşmadığı tespit edilmiştir.

**Çizelge 5.5.** 20 kV voltajdaki Ağırlıkça %8 karışımdan oluşan (PAN/DMF) SEM analiz sonuçları

Deney No	Voltaj (kV)	Optimum iğne ucu kolektör arası mesafe (cm)	Akışkanın toplaca gönderilme hızı (mL/h)	Nano fiber ortalama çapı (nm)	Fiber oluşumu	Boncuklanma
16	25	13	1.5	130,39	Uniform değil	Boncuklanma çok
17	25	13	2.0	177	Uniform değil	Boncuklanma çok
18	25	13	2.5	171,69	Uniform değil	Boncuklanma çok
19	25	13	3.0	191,2	Uniform değil	Boncuklanma az
20	25	13	3.5	144,85	Uniform değil	Boncuklanma çok

Çizelge 5.5.'deki sonuçlar incelendiğinde;

Uygulanan gerilim değeri yirmi beş kilowatt iken üretilen nanofiberlerin SEM görüntüleri incelendiği zaman en küçük ortalama nanofiber çapı PAN16 kodlu numunede tespit edilmiştir elde edilen nanofiber çapı 130,39 nm dir. PAN16 kodlu nanofiber yapının morfolojik yapısı incelendiği zaman oluşan fiberin uniform yapıda olmadığı ve boncuklanmanın çok fazla olduğu tespit edilmiştir. Gerilim değeri değiştirilmeden üretilen diğer numunelerin ortalama nanofiber çapları incelendiğinde en büyük ortalama nanofiber çapı PAN19 kodlu numunede oluşmuştur ve elde edilen nanofiber çapı 191,20 nm dir. Bu numunenin morfolojik yapısı incelendiği zaman boncuklanmanın az olduğu aynı zamanda uniform olmayan bir yapı meydana gelmiştir.

% 8 PAN/DMF çözeltisi için boncuklanmanın olmadığı uniform bir yapının elde edildiği en iyi üretim parametreleri 15 kV ve 3 mL/h olarak tespit edildikten sonra belirlenen bu üretim parametreleri dikkate alınarak % 9, 10, 11, 12, 13 PAN/DMF çözeltileri için nanofiber üretimi gerçekleştirilmiş ve elde edilen nanofiberlerin SEM görüntüleri ve temas açısı değerlerinin belirlenmesi için Selçuk üniversitesi İLTEK laboratuvarına gönderilmiş ve laboratuvardan elde edilen sonuçlar doğrultusunda SEM

görüntülerinden elde edilen değerler % 8'lik PAN nanofiberlerin SEM görüntüleri ile karşılaştırıldığında PAN/DMF çözeltisinin konsantrasyon oranı arttığı zaman ortalama nanofiber çaplarında artış olduğu tespit edilmiştir.

Tüm analiz sonuçları incelendiği zaman PAN/DMF konsantrasyonunun artması sonucu lif çapında da artış olduğu görülmüştür. Fakat uygulanan voltajın lif çapı üzerinde önemli bir etkisi olmadığı gözlemlenmiştir.

### 5.3. Kompozit Nanofiber

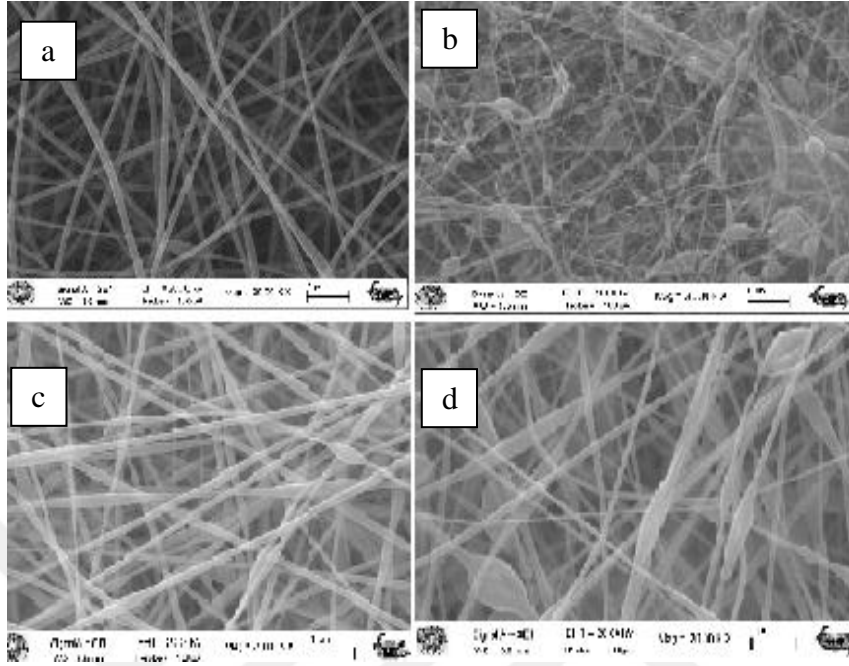
Bu bölümde farklı morfolojilerdeki ve farklı PAN/DMF konsantrasyonundaki çözeltilerin sem görüntülerinden elde edilen sonuçlar değerlendirilecektir. Sem görüntülerinden elde edilen sonuçların gözlemleneceği çözeltiler PAN/DMF konsantrasyonu için ağırlıkça % 8, 9, 10, 11, 12, 13 olarak belirlenmiştir. Bu çözeltilere sabit olarak % 1 oranında silika ilavesi yapılmıştır. Elde edilen PAN polimeri, DMF ve inorganik nanopartiküllerin sonuçları tartışılacaktır.

#### 5.3.1. Kompozit nanofiberlerin morfolojisi ve çapları

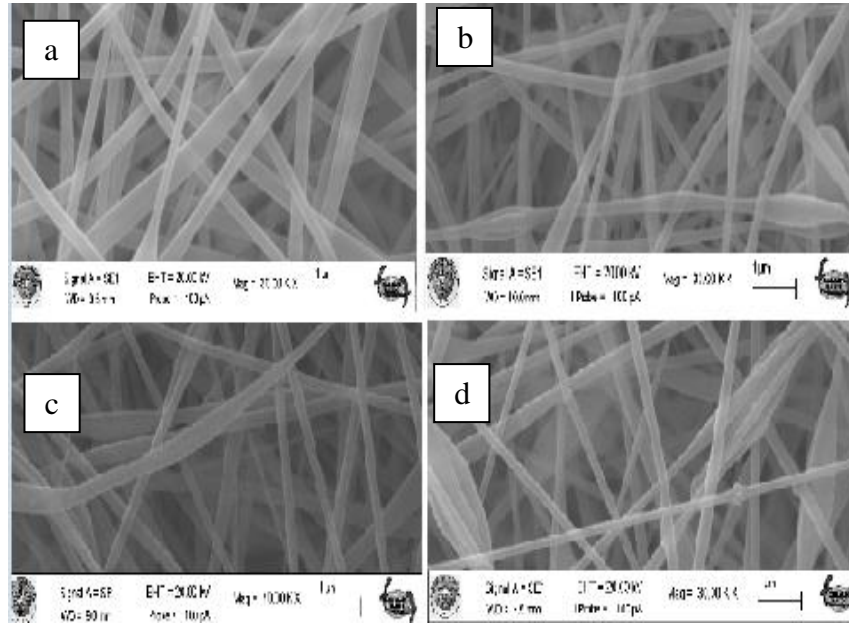
Hazırlanan Saf PAN nanofiberler ağırlıkça % 8, 9, 10, 11, 12, 13'dur. Sem görüntülerinden elde edilen sonuçlara göre katkısız PAN ile elde edilen nano elyaflar silika bazlı kompozit nano elyaflara kıyasla çok daha düzgün, pürüzsüz ve boncuksuz olmuştur. Dahası, deneyler sonucu 15 kV gerilim ve 3 mL/s debi ile imal edilen nanokompozit malzemelerin hepsinde boncuklu yapının gözlenmesi ve tüm SEM görüntülerinde yapının yüzeyinde silikon dioksit nanoparçacıklarının topaklanmasının açıkça gözlemlendiğini göstermektedir. Bu sonuçlar neticesinde elektrospınleme çözeltisine SiO<sub>2</sub> nano partiküllerinin ilave edilmesi kompozit nanofiberlerin morfolojisini etkilediği görülmüştür. Silika katkısı nanofiberlerin lif yapılarını da etkilemektedir. Saf PAN nano elyaflar ve düşük silika içerikli kompozit nano elyafların (yaklaşık ağırlıkça % 1) çap dağılımları nispeten dardır, ancak yüksek silika içerikli (yaklaşık ağırlıkça % 2 ve 5) kompozit nano elyafların geniş çap dağılımına sahip olduğu gözlemlenmiştir (Ji ve Zhang, 2008).

Şekil 5.2, şekil 5.3 ve şekil 5.4, da 15 kV da gerçekleştirilen farklı PAN/DMF çözeltilerine sabit oranda eklenen % 1 SiO<sub>2</sub> konsantrasyonu içeren PAN/ SiO<sub>2</sub> kompozit nano fiberlerin SEM görüntüleri gösterilmektedir. Saf PAN nano fiberler ağırlıkça % 8,

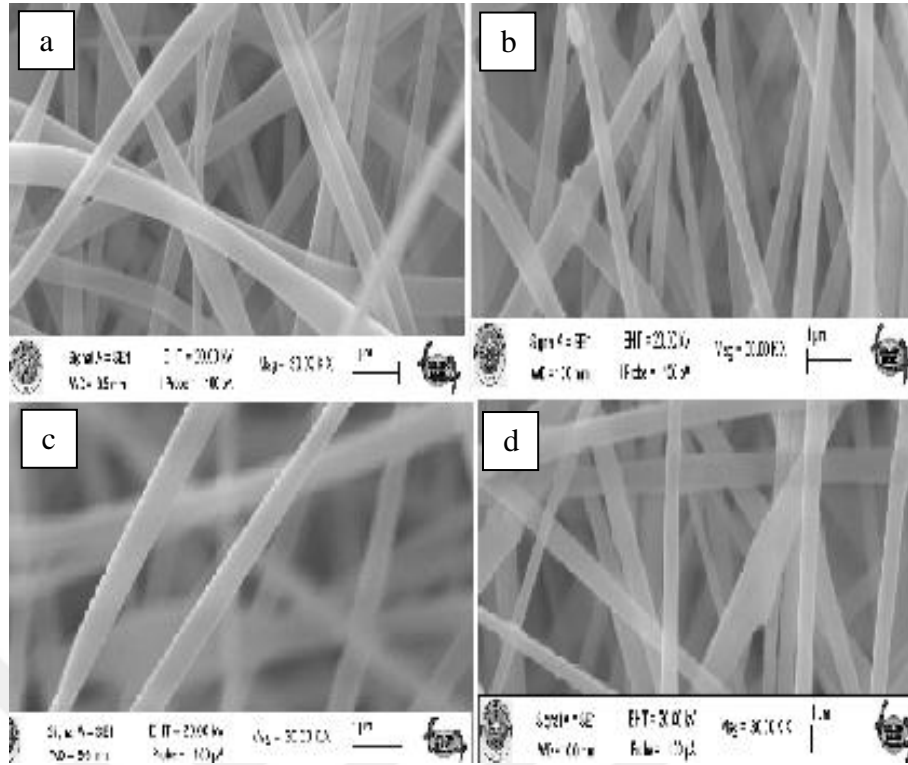
9, 10, 11, 12, 13' dur. Saf PAN nano fiberler silika bazlı kompozit nano elyaflara kıyasla çok daha düzgün, pürüzsüz ve boncuksuz olarak görülmektedir.



**Şekil 5.2.** Eğrilmiş PAN ve PAN / SiO<sub>2</sub> nano fiberlerin SEM görüntüleri ile ağırlıkça % 8 ve % 9 PAN değerlerine sabit %1 silika ilavesi (a) ağırlıkça % 8 PAN (b) ağırlıkça % 8 PAN + % 1 SiO<sub>2</sub> (c) ağırlıkça % 9 PAN (d) ağırlıkça % 9 PAN + % 1 SiO<sub>2</sub>

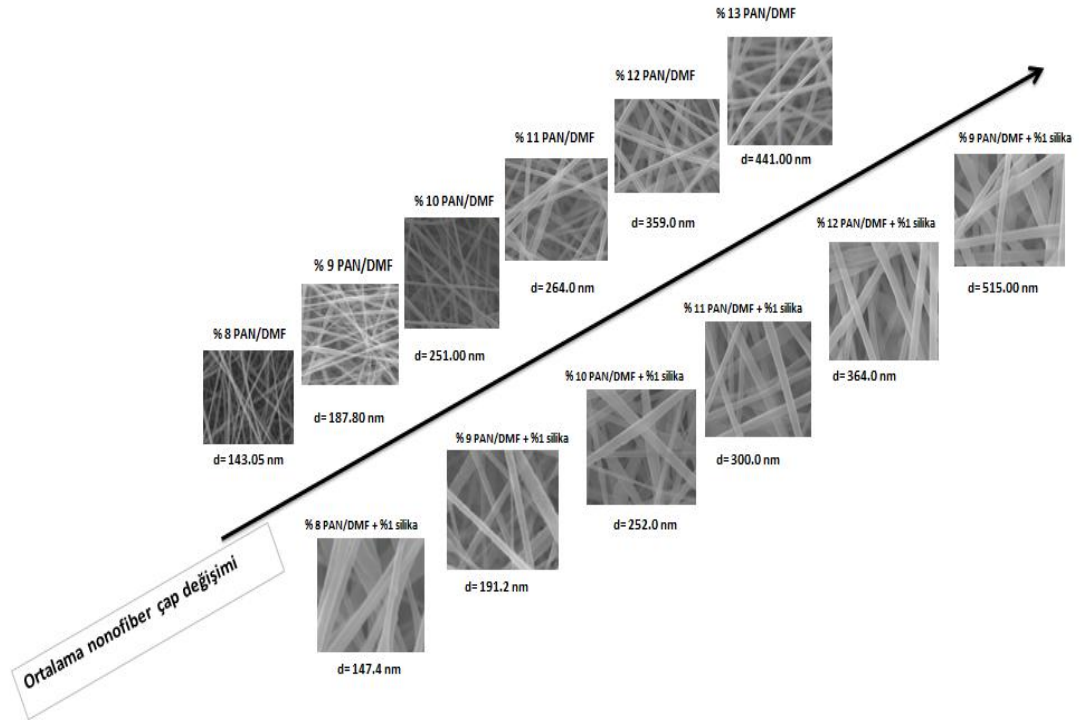


**Şekil 5.3.** Eğrilmiş PAN ve PAN / SiO<sub>2</sub> nano fiberlerin SEM görüntüleri ile ağırlıkça % 10 ve % 11 PAN değerlerine sabit %1 silika ilavesi (a) ağırlıkça %10 PAN (b) ağırlıkça % 10 PAN + % 1 SiO<sub>2</sub> (c) ağırlıkça % 11 PAN (d) ağırlıkça % 11 PAN + % 1 SiO<sub>2</sub>

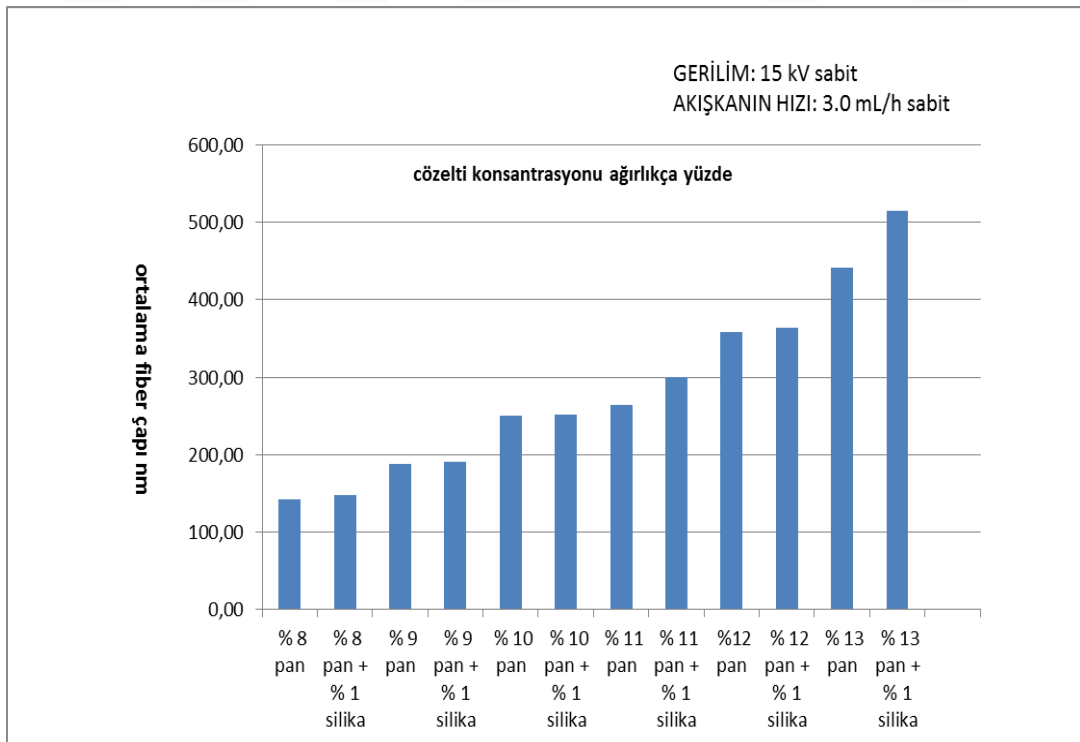


**Şekil 5.4.** Eğrilmiş PAN ve PAN / SiO<sub>2</sub> nano fiberlerin SEM görüntüleri ile ağırlıkça % 12 ve % 13 PAN değerlerine sabit %1 silika ilavesi (a) ağırlıkça %12 PAN (b) ağırlıkça % 12 PAN + % 1 SiO<sub>2</sub> (c) ağırlıkça % 13 PAN (d) ağırlıkça % 13 PAN + % 1 SiO<sub>2</sub>

Şekil 5.5. saf PAN nanofiberler ile sabit orandaki (ağırlıkça % 1) silika katkıli kompozitler ile nanofiber çapları karşılaştırılması verilmiştir. Bütün bu sonuçlar değerlendirildiğinde saf PAN nano yapıli elyafların silika katkıli (PAN / SiO<sub>2</sub>) nano kompozitlerin ortalama çapından daha küçük olduğunu göstermiştir.



Şekil 5.5. Ağırlıkça % 8, 9, 10, 11, 12, 13 PAN/DMF konsantrasyonu ve % 1 oranında silika ilavesi yapıldığında ortalama çaplarda meydana gelen değişime ait SEM Görüntüleri



Şekil 5.6. Ağırlıkça farklı PAN/DMF nano liflerin sabit oranda silika ilavesi yapılarak elde edilen PAN / SiO<sub>2</sub> kompozit nano liflerin ortalama çaplarının karşılaştırılması

Başka bir ifadeyle 15kV' da ve akışkan hızı 3 mL/s iken elektro eğirme ile üretilen saf PAN nanofiberlere silika nanopartikülleri eklenmesi ile ortalama nanofiber çapı artmıştır. Nanofiber çapı saf ağırlıkça % 8 iken 143,05 nm olarak hesaplanmış fakat nanofiber konsantrasyon oranı % 13 olarak arttırıldığı zaman 441 nm seviyelerine çıkmıştır. Aynı şekilde silika katkılı PAN nanofiberler mukayese edildiği zaman PAN % 8 + % 1 SiO<sub>2</sub> ilavesi yapıldığı zaman ortalama nanofiber çapı 147,40 nm seviyelerinde iken silika oranı sabit tutulup PAN/DMF çözeltisi % 13 seviyesine çıkarıldığı zaman SEM görüntülerinden elde edilen değerler için ortalama nanofiber çapı 515 nm olarak hesaplanmıştır. Deney sonuçları, silika içeriğinin sabit olup aynı PAN/DMF konsantrasyonuna sahip saf nanofiberler ile silika katkılı nanofiberler kıyaslandığı zaman elyafların ortalama çaplarının artmasına benzer şekilde PAN/DMF konsantrasyonunun arttırılmasıyla da ortalama nanofiber çapının artmasına neden olduğunu ortaya koymuştur.

Bu çalışma ile üretilen saf PAN çözeltisi ve silika nanopartikül katkılı PAN/Silika kompozit nanofiberlerin literatürdeki çalışmalarını incelemek için çalışma yapılmıştır ve yapılan bu çalışma Çizelge 5.6' da sunulmuştur.

Çizelge 5.6 analiz edildiğinde, üretilen nanofiberlerin çapları sırasıyla (ağırlıkça PAN %8, 9, 10, 11, 12, 13 için) 143.05; 187.8; 251; 264; 359; 441 nm' dir. (Çizelge 5.6) incelendiğinde bu çalışmada üretilmiş olan farklı konsantrasyon oranlarındaki saf PAN nanofiberlerin ortalama çapları ağırlıkça PAN miktarının artması ile arttığı gözlemlenmiştir

Bu çalışmada üretilen saf PAN nanofiberlere ağırlıkça % 1 oranında silika eklenerek silika katkılı PAN nanofiberlerin üretimi gerçekleştirilmiştir. Üretilen bu silika katkılı PAN nanofiberlerin ortalama çapları sırasıyla (ağırlıkça PAN %8, 9, 10, 11, 12, 13 için) 147.4; 191.2; 252; 300; 364; 515 nm'dir. (Çizelge 5.6) incelendiğinde bu çalışmada üretilmiş olan farklı konsantrasyon oranlarındaki silika katkılı PAN nanofiberlerin ortalama çapları ağırlıkça PAN miktarının artması ile arttığı gözlemlenmiştir. Bu sonuçlar literatürde yapılmış benzer çalışmalardaki sonuçlar ile desteklenmektedir.

**Çizelge 5.6.** PAN nanofiber ve Silika nano partikül katkılı PAN kompozit nanofiberlerin literatür karşılaştırması

Polimer	Eklene element	Nanofiber üretim parametreleri	Nanofiber çapı (nm)	Referans
PAN	-	% 8 (w/w), 15 kV, 3.0 mL/h, mesafe 13 cm	143.05	Bu çalışma
PAN	-	% 9 (w/w), 15 kV, 3.0 mL/h, mesafe 13 cm	187.8	Bu çalışma
PAN	-	% 10 (w/w), 15 kV, 3.0 mL/h, mesafe 13 cm	251	Bu çalışma
PAN	-	% 11 (w/w), 15 kV, 3.0 mL/h, mesafe 13 cm	264	Bu çalışma
PAN	-	% 12 (w/w), 15 kV, 3.0 mL/h, mesafe 13 cm	359	Bu çalışma
PAN	-	% 13 (w/w), 15 kV, 3.0 mL/h, mesafe 13 cm	441	Bu çalışma
PAN	Silika nanopartikül % 1	% 8 (w/w), 15 kV, 3.0 mL/h, mesafe 13 cm	147.4	Bu çalışma
PAN	Silika nanopartikül % 1	% 9 (w/w), 15 kV, 3.0 mL/h, mesafe 13 cm	191.2	Bu çalışma
PAN	Silika nanopartikül % 1	% 10 (w/w), 15 kV, 3.0 mL/h, mesafe 13 cm	252	Bu çalışma
PAN	Silika nanopartikül % 1	% 11 (w/w), 15 kV, 3.0 mL/h, mesafe 13 cm	300	Bu çalışma
PAN	Silika nanopartikül % 1	% 12 (w/w), 15 kV, 3.0 mL/h, mesafe 13 cm	364	Bu çalışma
PAN	Silika nanopartikül % 1	% 13 (w/w), 15 kV, 3.0 mL/h, mesafe 13 cm	515	Bu çalışma
PAN	-	% 10 (w/w), 17 kV, mesafe 15 cm	200-250	Nimara ve ark. (2013)
PAN	-	% 6 (w/w), 12 kV, 3.0 mL/h, mesafe 10 cm	190-260	Süslü (2009)
PAN	-	% 8 (w/w), 12 kV, 3.0 mL/h, mesafe 10 cm	220-280	Süslü (2009)
PAN	-	% 8 (w/w), 15 kV % 9 (w/w), 15 kV % 10 (w/w), 15 kV % 11 (w/w), 15 kV	200,15 347 347,75 486,4	Mpukuta (2018)
PAN	Silika nanopartikül % 1 % 3 % 5	% 9 (w/w), 15 kV % 9 (w/w), 15 kV % 9 (w/w), 15 kV	398,66 443,54 557,88	Mpukuta (2018)



## 5.4. Temas Açısı

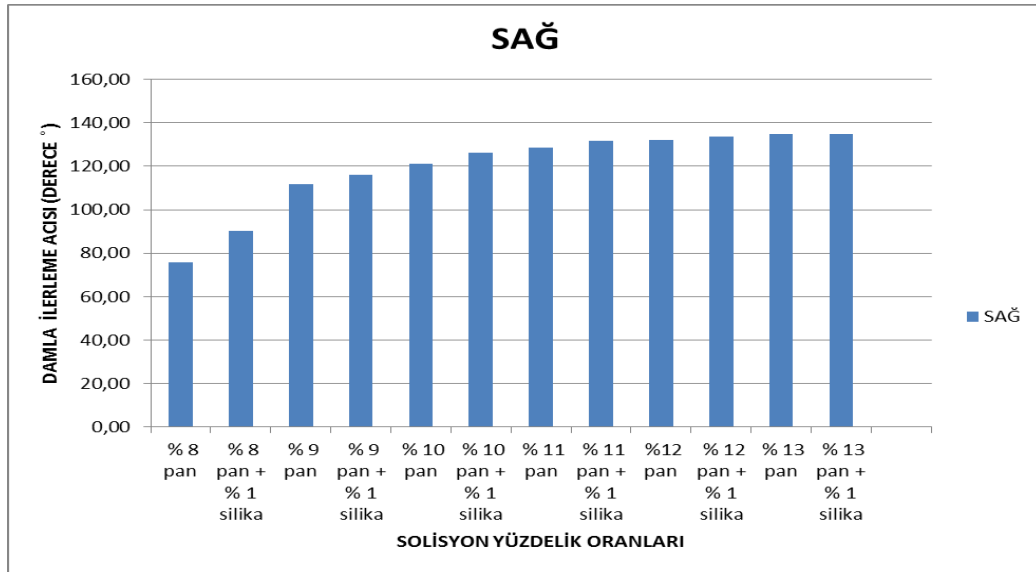
Bu bölüm, saf PAN/DMF ile bükülmüş elyaflı yapılarda silika nanoparçacıkların varlığında ya da yokluğunda hidrofobik ve hidrofilik davranışı üzerine yapılan araştırmaların sonuçları sunulmaktadır. Literatürde açıkça belirtilmektedir ki yüzeye ile temas halinde olan bir su damlası için ölçülen yüzey temas açısı değeri  $90^{\circ}$  den küçük ise bu yüzey literatürde hidrofilik olarak belirtilir. Fakat su damlası ile yüzey arasındaki temas  $90^{\circ}$  den büyük ise bu yüzey literatürde hidrofobik olarak isimlendirilmektedir (Dandil, 2013). Bununla birlikte, bir temas açısı  $150^{\circ}$  ila  $180^{\circ}$  arasında olduğunda, polimer yüzeylerine süperhidrofobik denir (Dandil, 2013).

Bu tez çalışmasının temel amacı katkısız ve silika katkılı PAN/DMF çözeltilerinin hidrofobik ve hidrofilik özelliklerini araştırmak olduğu için bu bölümde numunelerin sadece bu özellikleri incelenmiştir. Elde edilen sonuçlar silika katkılı veya katkısız olması durumlarına göre temas açısındaki değişimler irdelenmiştir.

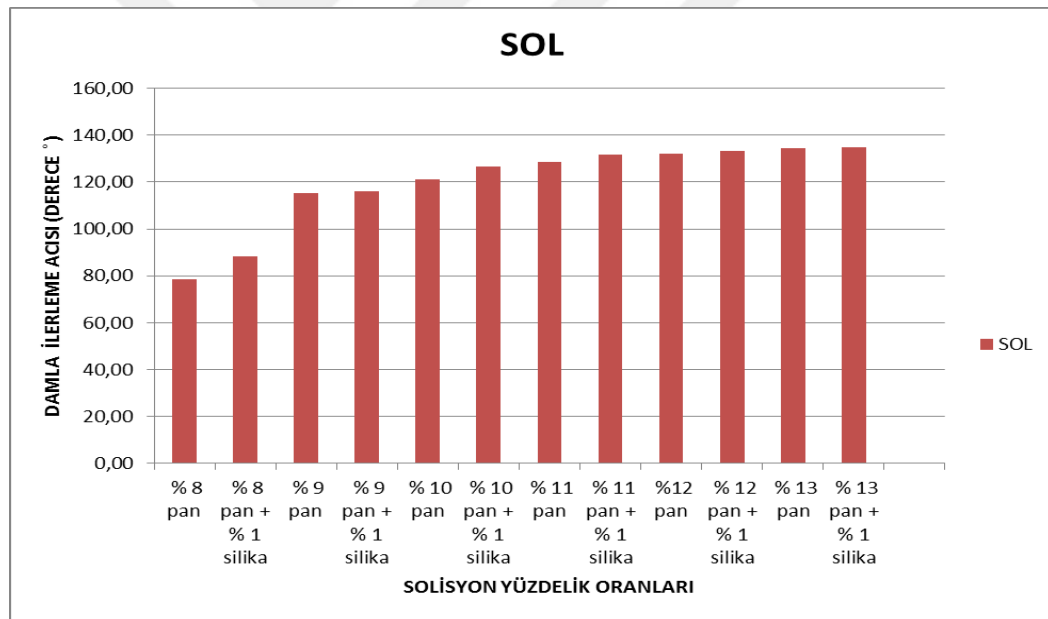
### 5.4.1. Saf PAN ve silika nanoparçacıklı nanofiber temas açısı

Şekil 5.7. ve şekil 5.8. ağırlıkça yüzde % 8, 9, 10, 11, 12 ve % 13 konsantrasyonlarına sahip saf PAN nano fiberler ve bunlara ağırlıkça % 1 silika eklenmesi ile elde edilen katkılı kompozit nanofiberlerin, ortalama statik su temas açılarını üzerindeki etkisini gösterir. Hazırlanan poliakrilonitril/Dimetilformamid çözeltisi ve bunların silika katkılı numunelerinde temas açısı değerleri ölçüldüğü zaman PAN ve silika katkılı kompozit yapılarda gözlenen hidrofobik bir özellik gösterdiği belirlenmiştir.

Üretilen silika katkılı PAN nanofiberler ile katkısız saf PAN nanofiberlerin hidrofobik/hidrofilik etkileşiminin incelenmesi Selçuk Üniversitesi İLTEK laboratuvarında bulunan statik yüzey temas açısı ölçüm cihazı “Dataphysics Instruments GmbH OCA15EC” ile yapılmıştır.



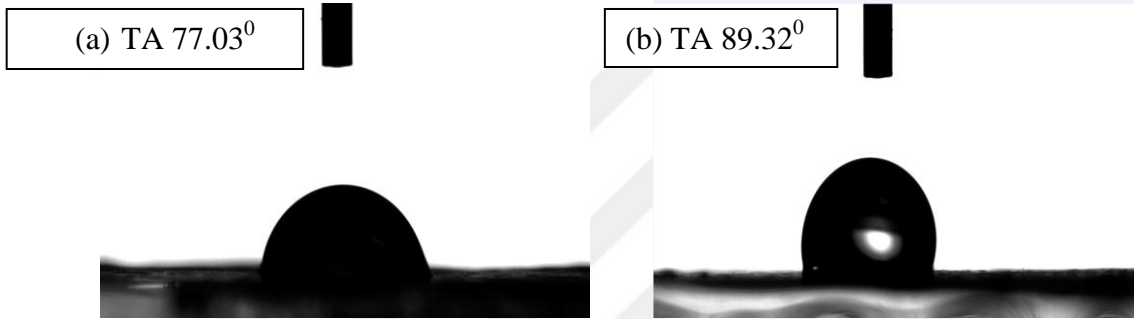
Şekil 5.7. Ağırlıkça farklı PAN/DMF nano liflerin sabit oranda silika ilavesi yapılarak elde edilen PAN / SiO<sub>2</sub> kompozit nano liflerin damla temas açısı ölçümleri (sağ)



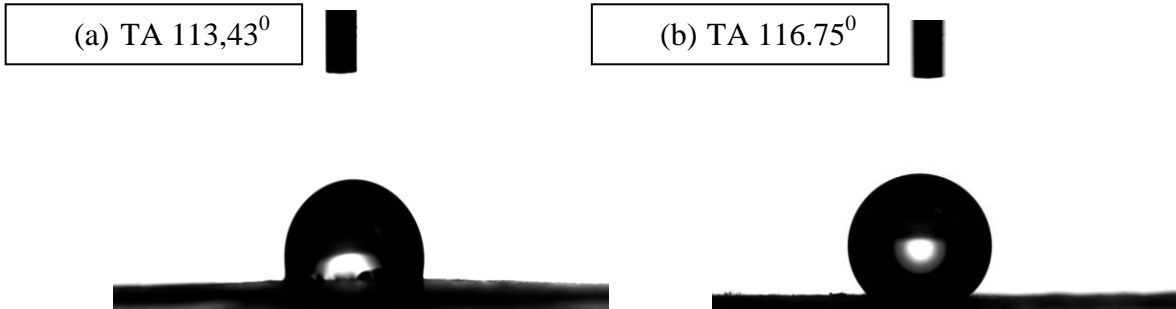
Şekil 5.8. Ağırlıkça farklı PAN/DMF nano liflerin sabit oranda silika ilavesi yapılarak elde edilen PAN / SiO<sub>2</sub> kompozit nano liflerin damla temas açısı ölçümleri (sol)

Şekil 5.7 ve Şekil 5.8 incelendiğinde, saf PAN nanofiberler de en yüksek yüzey temas açısı (sağ kenar; 134,74<sup>0</sup> ve sol kenar; 134,56<sup>0</sup>) % 13 PAN nanofiberde, en düşük yüzey temas açısı (sağ kenar; 75,64<sup>0</sup> ve sol kenar; 78,42<sup>0</sup>) % 8 PAN olan yapıda tespit edilmiştir. Silika katkılı PAN nanofiberler için en yüksek yüzey temas açısı (sağ kenar; 134,97<sup>0</sup> ve sol kenar; 134,81<sup>0</sup>) ağırlıkça %13 PAN + % 1 Silika nano kompozitli

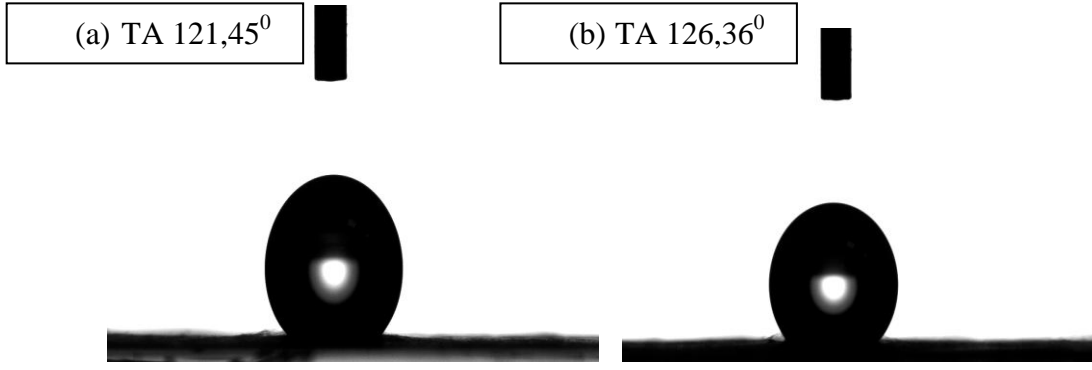
nanofiberde, en düşük yüzey temas açısı ağırlıkça (sağ kenar;  $90,22^{\circ}$  ve sol kenar;  $88,42^{\circ}$ ) %8 PAN + % 1 Silika nano kompozitli nanofiberde gözlemlenmiştir. Bu sonuçlar, saf PAN nanofiber konsantrasyon oranı arttıkça yüzey temas açısının arttığını göstermiştir. Silika katkılı PAN nanofiberler incelendiği zaman silika nanopartikül miktarı sabit iken ağırlıkça yüzde PAN konsantrasyon oranı arttıkça yüzey temas açısındaki artış devam etmiş fakat silikanın temas açısı üzerindeki etkisinin azaldığı tespit edilmiştir.



Şekil 5.9. Nano liflerin temas açısı (a) Ağırlıkça %8 PAN/DMF (b) Ağırlıkça %8 PAN/DMF + %1 silika



Şekil 5.10. Nano liflerin temas açısı (a) Ağırlıkça %9 PAN/DMF (b) Ağırlıkça %9 PAN/DMF + %1 silika



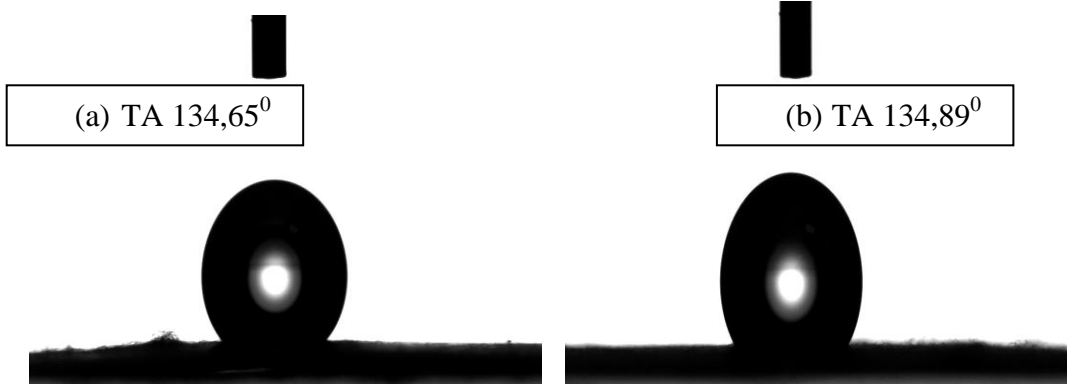
Şekil 5.11. Nano liflerin temas acısı (a) Ağırlıkça %10 PAN/DMF (b) Ağırlıkça %10 PAN/DMF + %1 silika



Şekil 5.12. Nano liflerin temas acısı (a) Ağırlıkça %11 PAN/DMF (b) Ağırlıkça %11 PAN/DMF + %1 silika



Şekil 5.13. Nano liflerin temas acısı (a) Ağırlıkça %12 PAN/DMF (b) Ağırlıkça %12 PAN/DMF + %1 silika



**Şekil 5.14.** Nano liflerin temas açısı (a) Ağırlıkça %13 PAN/DMF (b) Ağırlıkça %13 PAN/DMF + %1 silika

Şekil 5.19 – 5.14’ de farklı konsantrasyon oranlarındaki PAN/DMF çözeltileri ve bu konsantrasyon değerlerine % 1 silika ilave edilmesi sonucunda temas açılarındaki değişimler gösterilmiştir. Çalışmadan elde edilen sonuçlar doğrultusunda PAN/DMF çözeltisi hidrofobik bir özellik göstermektedir. Bu çözeltilere % 1 oranında silika eklenmesi sonucunda temas açısında artış gözlenmiştir. Silikanın literatür taramasından elde edilen sonuçları incelendiği üzere hidrofobik bir yapıda olduğu anlaşılmaktadır. Deney sonuçlarından Şekil 5.9 incelendiğinde temas açıları için elde edilen sonuçlar gösteriyor ki silikanın % 8 PAN solüsyonuna % 1 oranında ilave edilmesi ile numunenin temas açısını % 15.9 luk bir artış göstererek hidrofobik özelliğinin artmasına neden olmuştur. Fakat Şekil 5.14’ deki veriler incelendiğinde temas açısındaki artış % 0.018 olarak hesaplanmış ve PAN konsantrasyon oranının artması sonucu yüzde bir oranında silika eklentisinin hidrofobiklik üzerine etkisi yok denecek kadar azalmıştır.

Diğer deney numunelerinde PAN/DMF çözeltisi konsantrasyonu belirli oranlarda artırılmış ve bu oranlara ağırlıkça sabit olacak şekilde % 1 silika ilavesi yapılmıştır. Temas açı değerleri, ağırlıkça PAN/DMF oranının artması ile arttığı gözlemlenmiştir. Bu PAN/DMF konsantrasyonunun hidrofobik bir yapıda olduğunu desteklemektedir ve aynı şekilde silika ilavesi yapıldığı zaman yine nano liflerin hidrofobik özellikleri destekler nitelikte bir özellik kattığı belirlenmiştir. Fakat silika oranı sabit iken PAN konsantrasyon oranı arttıkça silikanın statik yüzey temas açısına olan etkisinin azaldığı görülmüştür.

## 6. SONUÇLAR VE ÖNERİLER

### 6.1. Sonuçlar

Gerçekleştirilen çalışmada; hidrofobik/hidrofilik özelliklerinin belirlenmesi için farklı akışkan debilerinde ve farklı voltaj değerlerinde PAN/DMF çözeltileri hazırlanmıştır. Hazırlanan bu çözeltiler için en uygun üretim parametrelerinin belirlenmesi işlemi gerçekleştirilmiştir. Yapılan deneysel çalışmalar neticesinde elde edilen nanofiber yapıların yüzey özelliklerinin belirlenebilmesi için SEM analizleri görüntüleri incelenmiş ve yapılan gözlemler ve elde edilen matematiksel ölçümlere göre PAN/DMF çözeltisi için bonçuklanmanın olmadığı homojen nanofiber yapının elde edildiği en uygun üretim parametreleri 15 kV ve 3 mL/ s akışkan debisine sahip olan deney parametrelerinde olarak tespit edilmiştir. Belirlenen bu üretim parametrelerine göre ağırlıkça %8, 9, 10, 11, 12, 13 PAN/DMF çözeltileri hazırlanmıştır ve bu çözeltilere ağırlıkça %1 oranında silika ilavesi yapılarak elde edilen nano fiber yapıların hidrofobik ve hidrofilik özellikleri incelenmiştir. Kaplanan ince filmler; SEM ve yüzey temas açısı teknikleri kullanılarak karakterize edilmiştir.

Daha sonraki aşamada ağırlıkça %8, 9, 10, 11, 12, 13' konsantrasyon oranlarında hazırlanan çözeltiler ve bunlara %1 silika ilave edilerek elde edilen PAN/DMF/ SİLİKA konsantrasyonu için hazırlanan çözeltiler elektro eğirme tekniği kullanılarak nanofiber üretimi gerçekleştirilmiş ve üretilen bu numunelerin SEM görüntüleri alınarak bu yapıları için nanofiber çaplarındaki değişimler, nanofiber yapısındaki bonçuklanma, homojenlik gibi özellikleri bakımından değişimleri irdelenmiştir. Ayrıca bu nanofiber yapıların hidrofobik/hidrofilik olduklarının belirlenmesi için temas açısı ölçümleri gerçekleştirilmiştir. Araştırmamızın farklı sonuçları aşağıdaki kısımlarda anlatılmıştır.

SEM sonuçları, PAN / DMF çözeltilerine silika nanoparçacık eklenmesinin, bükülmüş kompozit fiberlerin morfolojisini olumsuz yönde bir etki yaptığını göstermiştir.

Çalışma, elektrospinleme çözeltisine silika nanoparçacıkların dahil edilmesinin, elektrospin nano liflerinin temas açısı değerlerinde artışa yol açtığını göstermiştir. Özellikle ağırlıkça %8 saf PAN için  $77,03^\circ$  'den ağırlıkça %1 silika eklenmesi ile birlikte temas açısı  $89,32^\circ$  ye çıkmıştır. Saf PAN konsantrasyonu arttırıldığı zaman temas açısı değeri de arttığı gözlemlenmiştir, ağırlıkça %9 PAN için temas açısı  $113,43^\circ$  iken %1 silika ilavesi ile birlikte bu değer  $116,75^\circ$  olmuştur. Yapılan deneyler ağırlıkça saf PAN konsantrasyonu %13 olana kadar devam etmiş ve ağırlıkça konsantrasyon oranı arttıkça temas açısı da artmış ve %13 saf PAN için temas açısı  $134,65^\circ$  olarak gözlemlenmiştir. Ağırlıkça %13

PAN içeren saf çözeltiliye ağırlıkça % 1 silika ilave edilmesiyle temas açısı  $134,89^\circ$  ye çıkmıştır. Fakat % 13 PAN konsantrasyonu için silika ilavesi temas açısında önemli bir artışa neden olmamıştır. Elde edilen sonuçlar değerlendirildiğinde elektrospinleme çözeltilisine silika nanoparçacıkların dahil edilmesinin, nano liflerinin temas açısı değerlerinde artışa yol açtığı görülmüştür. Fakat eklenen % 1 silika oranı sabit olduğunda PAN konsantrasyon oranının azaltılması sonucunda silikanın hidrofobiklik üzerine etkisi artarken, PAN'ın azaltılmasından dolayı elde edilen nanofiber yapıdaki statik yüzey temas açısı azalmıştır. Saf PAN/DMF çözeltili konsantrasyonunun artırılması ile birlikte temas açısında bir artış olduğu belirlenmiştir..



## KAYNAKLAR

- Aljallis, E., Sarshar, M. A., Datla, R., Sikka, V., Jones, A. and Choi, C. H., 2013, Experimental study of skin friction drag reduction on superhydrophobic flat plates in high Reynolds number boundary layer flow, *Physics of fluids*, 25(2), 025103.
- Anonim, 2017a, Hidrofobik ve hidrofilik yüzey nedir?, <http://www.fizikciyiz.com/s200-hidrofobik-ve-hidrofilik-yuzey-nedir.html>, [Ziyaret Tarihi: 13 Eylül 2017].
- Anonim, 2017b, Sıvıların ıslatma yetenekleri ve temas açısı <http://www.inovatifkimyadergisi.com/sivilarin-ıslatma-yetenekleri-ve-temas-acisi> [Ziyaret Tarihi: 13 Eylül 2017].
- Anonim, 2019a, Yeni nanofiber malzeme atık suyu temizleme gücüne sahip, [<http://inovatifkimyadergisi.com/yeni-nanofiber-malzeme-atik-suyu-temizleme-gucune-sahip>] [Ziyaret Tarihi: 3 Aralık 2018].
- Anonim, 2019b, Sigma-Aldrich. Inc., S.-A.
- Bilisik, K., ve Yolacan, G., 2014, Dokuma E-Cam/Polyester nano silika kompozitlerin eğilme özellikleri. *Sigma*, 2(5).
- Cassie, A. B. D., 1948, Contact angles, *Discussions of the Faraday society*, 3, 11-16.
- Çelebioğlu, A., ve Uyar, T., 2012, Elektrospin yöntemi ile siklodekstrin inklüzyon kompleks nanolifleri, <http://www.kimyakongreleri.org/2012/2012-521.pdf>, [Ziyaret Tarihi: 04 Mayıs 2019].
- Dan, L. ve Xia, Y., 2004, Electrospinning of nanofibers reinventing the Wheel, *Advanced Materials*, 16, (14), 1151-1170.
- Dandıl, S., 2013, Silika nanopartikül esaslı süperhidrofobik ve transparan kompozit filmlerin sentezi ve karakterizasyonu, Yüksek Lisans Tezi, Gazi Üniversitesi FBE, Ankara.
- Demir, H., 2016, Fotokatalitik özellikte seramik nanofiber üretimi ve karakterizasyonu, Doktora Tezi, İstanbul Teknik Üniversitesi FBE, İstanbul.
- Dincer, K., ve Köse, A. 2019, Elektrospin metodu ile üretilen ZnO nano partikül katkılı PAN nanofiberlerin ısı iletkenliğinin ve elektriksel iletkenliklerinin incelenmesi. *Selçuk-Teknik Dergisi*, 18(2), 84-98.
- Dincer, K., Önal, G., Akdemir, A., ve Selbes, M., 2016, Elektro-eğirme yöntemiyle nanofiber tabakalı hava filtresi üretimi ve karakterizasyonu, *Selçuk Üniversitesi Mühendislik, Bilim ve Teknoloji Dergisi*, 4(4), 271-283.
- Dincer, K., Şahin, O., Yayla, S., ve Avcı, A., 2014, Anot tarafı elektrospin metodu ile YSZ+ SDC+ NaCaNiBO ile kaplanmış pem yakıt hücresinin performansının deneysel olarak incelenmesi, *Selçuk-Teknik Dergisi*, 13(1), 12-24.



- Erbil, H. Y., Demirel, A. L., Avcı, Y., ve Mert, O., 2003, Transformation of a simple plastic into a superhydrophobic surface. *Science*, 299(5611), 1377-1380.
- Erdal, M., O., 2013, Elektrospon yöntemiyle termoelektrik nano yapılar üretimi ve karakterizasyonu, Doktora Tezi, Selçuk Üniversitesi FBE, Konya, 50-93.
- Erem, A., D., 2012, Nanokompozit yapıları tekstillerin geliştirilmesi ve antimikrobiyal özellik kazandırılması, Doktora Tezi, İstanbul Teknik Üniversitesi FBE, İstanbul, 71-151.
- Eren, O., 2015, Poliakrilonitril/karbon nanotüp kompozit nanolif özellikleri üzerine karbon nanotüp ve polianilin etkisi, Yüksek Lisans Tezi, İstanbul Teknik Üniversitesi FBE, İstanbul, 1-81 (<https://polen.itu.edu.tr/handle/11527/15120>).
- Ersoy, A., ve Kuntman, A., 2008, Polimerik yalıtkanlarda yüzey özelliklerinin temas açısı ile incelenmesi, *Elektrik–Elektronik–Bilgisayar Mühendisliği Sempozyumu (ELECO2008)*, 107-111.
- Fedorava, N. and Pourdeyhimi, B., 2007, High strength nylon micro- and nanofiber based nonwovens via spunbonding, *Journal of Applied Polymer Science*, 104 (5), 3434-3442.
- Figoli, A., Ursino, C., Sanchez Ramirez, D. O., Carletto, R. A., Tonetti, C., Varesano, A., ... and Vineis, C., 2019, Fabrication of electrospun keratin nanofiber membranes for air and water treatment. *Polymer Engineering & Science*.
- Frenot, A. and Chronakis, I. S., 2003, Polymer nanofibers assembled by electrospinning, *Current opinion in colloid & interface science*, 8 (1), 64-75.
- Gao, J., Gao, T., and Sailor, M. J., 2000, Porous-silicon vapor sensor based on laser interferometry, *Applied Physics Letters*, 77(6), 901-903.
- Gu S.Y., Ren J., and Vancso G.J., 2005, Process optimization and empirical modeling for electrospun polyacrylonitrile (PAN) nanofiber precursor of carbon nanofibers, *European Polymer Journal*, 2559-2568.
- Haghi, A. K., 2011, Electrospinning of nanofibers in textiles. *Apple Academic Press*.
- He, Y., Jiang, C., Cao, X., Chen, J., Tian, W., and Yuan, W., 2014, Reducing ice adhesion by hierarchical micro-nano-pillars, *Applied Surface Science*, 305, 589-595.
- Hou, H., and Reneker, D. H., 2004, Carbon nanotubes on carbon nanofibers: a novel structure based on electrospun polymer nanofibers, *Advanced Materials*, 16(1), 69-73.
- Huang, Z. M., Zhang, Y. Z., Kotaki, M. and Ramakrishna, S., 2003, A review on polymer nanofibers by electrospinning and their applications in nanocomposites. *Composites Science and Technology*, 63(15), 2223-2253.

- Ji, L., and Zhang, X., 2008, Ultrafine polyacrylonitrile/silica composite fibers via electrospinning. *Materials Letters*, 62(14), 2161-2164.
- Ji, L., Saquing, C., Khan, S. A., and Zhang, X., 2008, Preparation and characterization of silica nanoparticulate–polyacrylonitrile composite and porous nanofibers. *Nanotechnology*, 19(8), 085605.
- Ji, T., 2005, Preliminary study on the water permeability and microstructure of concrete incorporating nano-SiO<sub>2</sub>. *Cement and Concrete Research*, 35(10), 1943-1947.
- Jo, B. W., Kim, C. H., Tae, G. H. and Park, J. B., 2007, Characteristics of cement mortar with nano-SiO<sub>2</sub> particles. *Construction and Building Materials*, 21(6), 1351-1355.
- Kaçmaz, S., Ertekin, K., Süslü, A. ve Ergün, M.Y., 2010, Elektro-Eğirme Yöntemiyle Hazırlanmış Polimer Nanofiberlerin Metal İyonu Tayininde Optik Sensör Olarak Kullanılması. 24. Ulusal Kimya Kongresi. Zonguldak, <http://kimyakongreleri.org/2010/2010-015.pdf>. [Ziyaret Tarihi: 04 Mayıs 2019].
- Kaur, N., Kumar, V. and Dhakate, S. R., 2016, Synthesis and characterization of multiwalled CNT–PAN based composite carbon nanofibers via electrospinning, *SpringerPlus*, 5 (1), 483.
- Kavale, M. S., Mahadik, D. B., Parale, V. G., Wagh, P. B., Gupta, S. C., Rao, A. V., and Barshilia, H. C., 2011, Optically transparent, superhydrophobic methyltrimethoxysilane based silica coatings without silylating reagent. *Applied Surface Science*, 258(1), 158-162.
- Keulder, L., 2013, The preparation of polyolefin nanofibres by solution electrospinning, Doktora Tezi, Stellenbosch University, Stellenbosch, 1-25.
- Kıyak, Y. E., ve Cakmak, E., 2014, Nanofiber Production Methods, *Electronic Journal of Vehicle Technologies/Tasit Teknolojileri Elektronik Dergisi*, 8(3).
- Kibar, A., 2016, Süperhidrofobik ve hidrofobik yüzeyler üzerinde sıvı damlası gaz kabarcığı ve sıvı jeti dinamiğinin incelenmesi. *Pamukkale Üniversitesi Mühendislik Bilimleri Dergisi*, 22(7), 613-619.
- Kim, C., Yang, K. S., Kojima, M., Yoshida, K., Kim, Y. J., Kim, Y. A., and Endo, M., 2006, Fabrication of electrospinning-derived carbon nanofiber webs for the anode material of lithium-ion secondary batteries. *Advanced functional materials*, 16(18), 2393-2397.
- Kiremitler, N. B., 2017, “Elektro-Eğirme (Electrospinning) Yöntemi İle Polimer Lif Üretimi Deney Föyü”. [https://mbm.erciyes.edu.tr/upload/DDSUN3B2017-2018\\_guz\\_labi\\_ilk4deney\\_.pdf](https://mbm.erciyes.edu.tr/upload/DDSUN3B2017-2018_guz_labi_ilk4deney_.pdf). [Ziyaret Tarihi: 13 Ocak 2019].
- Küçükeşmen, H. C., Küçükeşmen, Ç., Erkut, S., ve Doğudatekgezener, M. 2010, Farklı Polisaj Uygulamaları Sonrasında, Kompozitlerin Yüzey Kontakt (Temas) Açısının Belirlenmesi, *SDÜ Sağlık Bilimleri Dergisi*, 1(2), 62-68.

- Li, D., and Xia, Y. (2004). Electrospinning of nanofibers: reinventing the wheel?. *Advanced materials*, 16(14), 1151-1170.
- Mao, Z., Xie, R., Fu, D., Zhang, L., Xu, H., Zhong, Y., and Sui, X., 2017, PAN supported Ag-AgBr@ Bi 20 TiO 32 electrospun fiber mats with efficient visible light photocatalytic activity and antibacterial capability. *Separation and Purification Technology*, 176, 277-286.
- Merkle, C. L., Deutsch, S., Bushnell, D. M. and Hefner, J. N., 1990, Drag reduction in liquid boundary layers by gas injection, *Viscous Drag Reduction in Boundary Layers*, 123, 351-412.
- Mpukuta, O. M., 2018, Investigation of electrical conductivity of nanofibers (PAN) containing nanoparticles (graphene, copper, silica) produced by electrospinning method, Doktora Tezi, Selçuk Üniversitesi FBE, Konya.
- Nimara R., Jeon K., Navamathavan R., Kim B.S., Khil M.S., Kim H.K., 2013, Fabrication and characterization of II–VI semiconductor nanoparticles decorated electrospun polyacrylonitrile nanofibers, *Journal of Colloid and Interface Science*, 397, 65-72.
- Oktav, N., 2010, Akıllı Nanoyüzeyler, [http://w3.balikesir.edu.tr/~hnamli/calisma/p2009-2010/Nuri\\_Oktav\\_Akilli\\_Nanoyuzeyler.pdf](http://w3.balikesir.edu.tr/~hnamli/calisma/p2009-2010/Nuri_Oktav_Akilli_Nanoyuzeyler.pdf), [Ziyaret Tarihi: 13 Eylül 2017].
- Orhon, A. V., 2014, Kendini Temizleyen Cephe Sistemleri. 7. *Ulusal Çatı & Cephe Sempozyumu*, İstanbul, 1-9.
- Othman, F. E. C., Yusof, N., Raffi, A. A., Hasbullah, H., Aziz, F., Salleh, W. N. W., and Ismail, A. F., 2017, Preparation and characterization of different loading of zinc oxide on activated carbon nanofibers. *Malaysian J Anal Sci*, 21, 365-371.
- Özgür, H., Gemici, Z. ve Bayındır, M., 2007, Akıllı Nanoyüzeyler. *Bilim ve Teknik Dergisi* (473), 52-57.
- Qing, Y., Zenan, Z., Deyu, K., and Rongshen, C., 2007, Influence of nano-SiO 2 addition on properties of hardened cement paste as compared with silica fume, *Construction and Building Materials*, 21(3), 539-545.
- Popat, K., 2010, Nanotechnology in Tissue Engineering and Regenerative Medicine, *CRC Press*.
- Ramakrishna, S., 2005, An introduction to electrospinning and nanofibers, *World Scientific*.
- Ramakrishna, S.,Fujihara, K., Teo, W.E., Lim, T.C. and Ma, Z., 2005, An introduction to electrospinning and nanofibers, *World Scientific Publishing Co.*, Singapore, pp. 1-381.

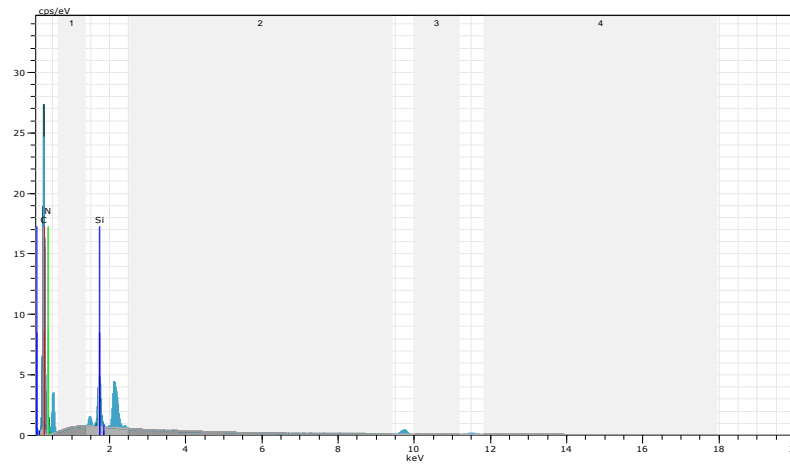
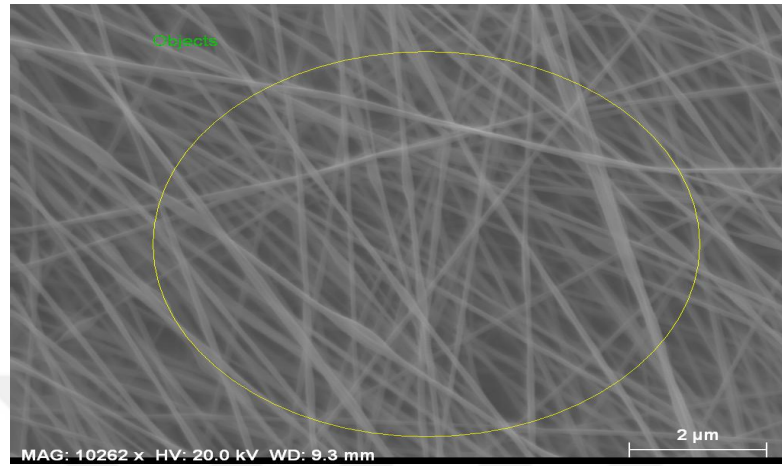
- Redlich, C. A., Beckett, W. S., Sparer, J., Barwick, K. W., Riely, C. A., Miller, H., Sigal, S. L., Shalat, S. L. and Cullen, M. R., 1988, Liver disease associated with occupational exposure to the solvent dimethylformamide, *Annals of internal medicine*, 108 (5), 680-686.
- Rittigstein, P., Priestley, R. D., Broadbelt, L. J., and Torkelson, J. M., 2007, Model polymer nanocomposites provide an understanding of confinement effects in real nanocomposites. *Nature materials*, 6(4), 278.
- Sabetta, L., 2008, Production of non woven materials for biotechnological applications via electrospinning, Doktora Tezi, Università degli Studi di Napoli Federico II.
- Sarac, A. S., 2016, Nanofibers of conjugated polymers. *Pan Stanford*.
- Sawicka, K. M., and Gouma, P., 2006, Electrospun composite nanofibers for functional applications, *Journal of Nanoparticle Research*, 8(6), 769-781.
- Selbes, M., 2013, Elektro-eğirme yöntemiyle nanofiber tabakalı hava filtresi üretimi ve performans testleri. Yüksek Lisans Tezi, Selçuk Üniversitesi FBE, Konya.
- Sergent, J. A., Paget, V., and Chevillard, S., 2012, Toxicity and genotoxicity of nano-SiO<sub>2</sub> on human epithelial intestinal HT-29 cell line, *Annals of occupational hygiene*, 56(5), 622-630.
- Shao, C., Kim, H., Gong, J., and Lee, D., 2002, A novel method for making silica nanofibres by using electrospun fibres of polyvinylalcohol/silica composite as precursor, *Nanotechnology*, 13(5), 635.
- Süslü, A., 2009, Elektro-eğirme yöntemi ile nanofiber ve nanotüp üretimi, Doktora Tezi, Dokuz Eylül Üniversitesi FBE, İzmir.
- Uldrich J. and Newberry D., 2008, Nanoteknoloji, *Ledo yayınları*.
- Uslu, İ., 2009, Elektro-eğirme yöntemi bor katkılı alüminyum asetat nanolif malzemelerin eldesi, *TÜBAV Bilim Dergisi*, 2(3), 266-270.
- Waisi, B. I., al-jubouri, S., and McCutcheon, J. R., 2019, Fabrication and Characterizations of Silica Nanoparticles Carbon Nanofiber Composite. *Industrial & Engineering Chemistry Research*.
- Xu, W. and Choi, C. H., 2012, From sticky to slippery droplets: dynamics of contact line depinning on superhydrophobic surfaces, *Physical review letters*, 109(2), 024504.
- Yiğit, E., 2019, Süperkritik CO<sub>2</sub> yöntemi ile dimetilformamid eldesi, <https://www.scribd.com/doc/132257950/dimetil-formamid-uretimi>, [Ziyaret Tarihi: 3 Nisan 2019].
- Yuan, Y., ve Lee, T. R., 2013, Contact angle and wetting properties, In Surface science techniques Springer Berlin Heidelberg, 3-34.

- Zhang, C., Yang, Q., Zhan, N., Sun, L., Wang, H., Song, Y., and Li, Y., 2010, Silver nanoparticles grown on the surface of PAN nanofiber: Preparation, characterization and catalytic performance, *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, 362(1), 58-64.
- Zhang, P., and Lv, F. Y., 2015, A review of the recent advances in superhydrophobic surfaces and the emerging energy-related applications, *Energy*, 82, 1068-1087.
- Zhang, Z., Jiang, Y., Chi, M., Yang, Z., Wang, C., and Lu, X., 2015, Electrospun polyacrylonitrile nanofibers supported alloyed Pd–Pt nanoparticles as recyclable catalysts for hydrogen generation from the hydrolysis of ammonia borane. *RSC Advances*, 5(114), 94456-94461.



## EKLER

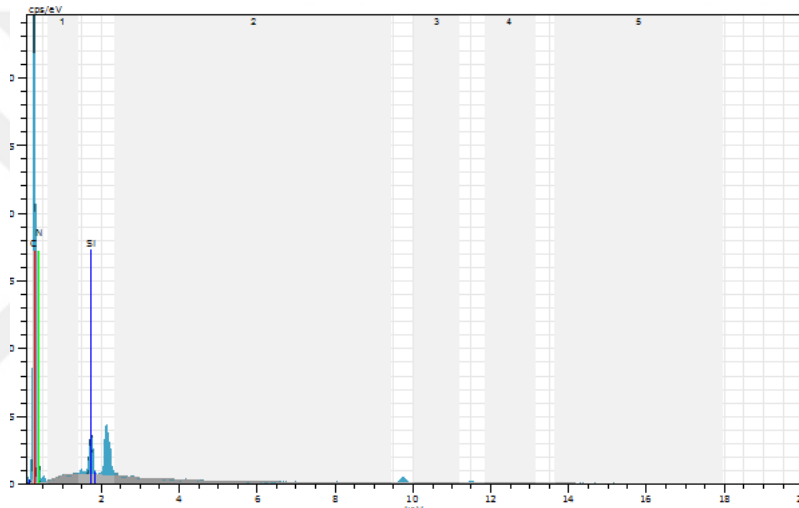
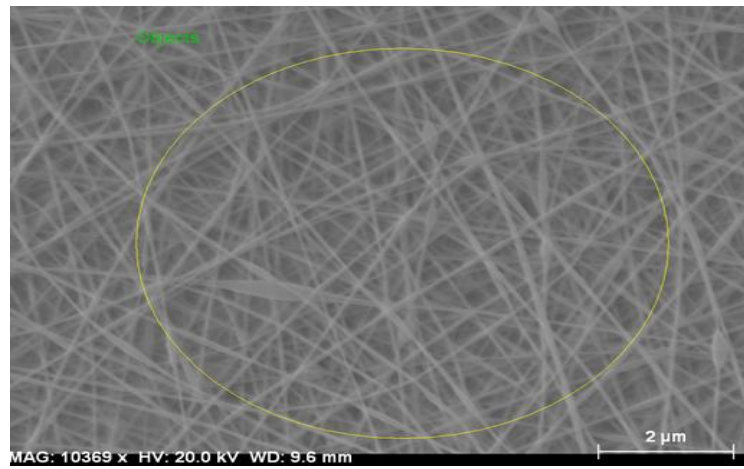
**EK-1** Ağırlıkça %8 PAN / DMF + % 1 ağırlıkça silika Enerji Dağıtıcı X-ışını (EDX). Silika (15 kV)



Spectrum: Objects

Element	Series	unn. [wt. %]	C norm. [wt. %]	C Atom. [at. %]	C Error [%]
Carbon	K-series	47.77	47.78	51.94	14.9
Nitrogen	K-series	50.86	50.86	47.42	17.5
Silicon	K-series	1.36	1.36	0.63	0.1
Total:		100.00	100.00	100.00	

**EK-2** Ağırlıkça %9 PAN / DMF Enerji Dağıtıcı X-ışını (EDX). (15 kV)

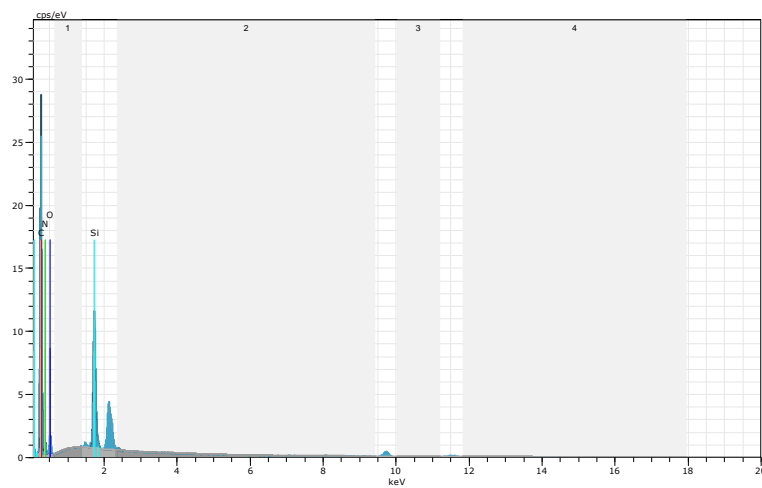
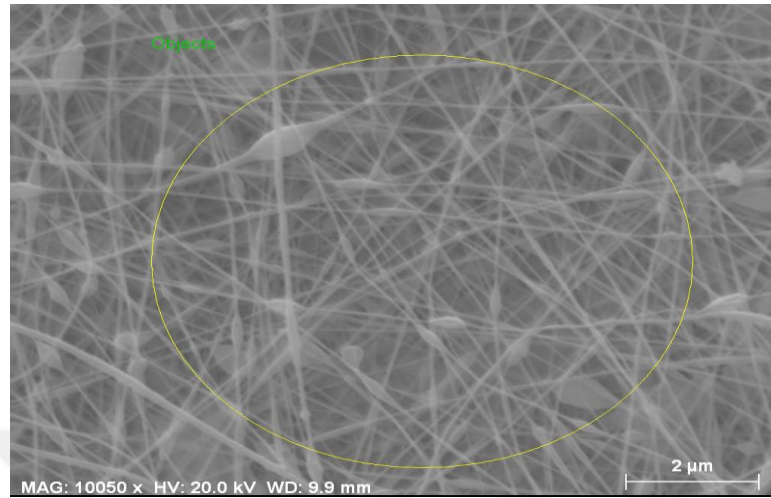


Spectrum: Objects

Element	Series	unn. [wt.%]	C norm. [wt.%]	C Atom. [at.%]	C Error [%]
Carbon	K-series	53.10	53.10	57.18	16.5
Nitrogen	K-series	45.86	45.86	42.34	15.7
Silicon	K-series	1.04	1.04	0.48	0.1
Total:		100.00	100.00	100.00	



**EK-3** Ağırlıkça %9 PAN / DMF + % 1 ağırlıkça silika Enerji Dağıtıcı X-ışını (EDX). Silika (15 kV)

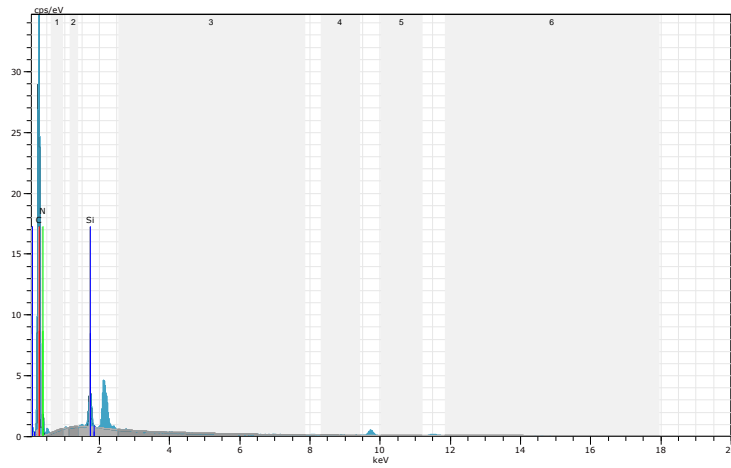
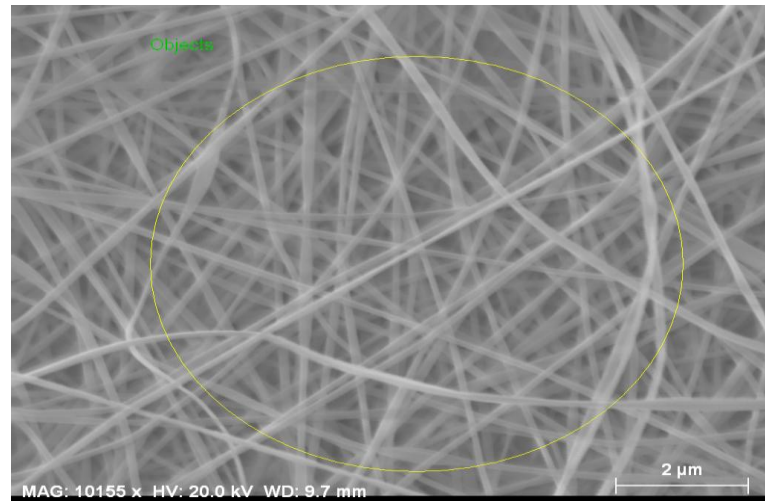


Spectrum: Objects

Element	Series	unn. [wt. %]	C norm. [wt. %]	C Atom. [at. %]	C Error [%]
Carbon	K-series	42.22	42.22	48.30	13.3
Nitrogen	K-series	27.54	27.54	27.02	9.9
Oxygen	K-series	26.73	26.73	22.96	9.3
Silicon	K-series	3.51	3.51	1.72	0.2
Total:		100.00	100.00	100.00	



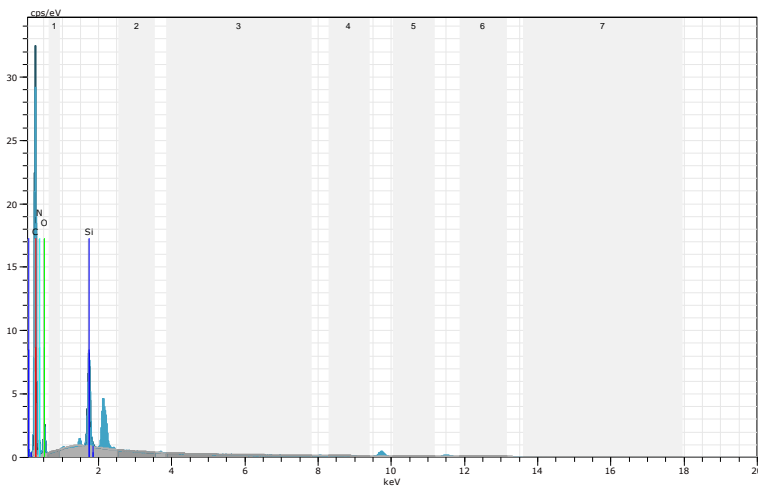
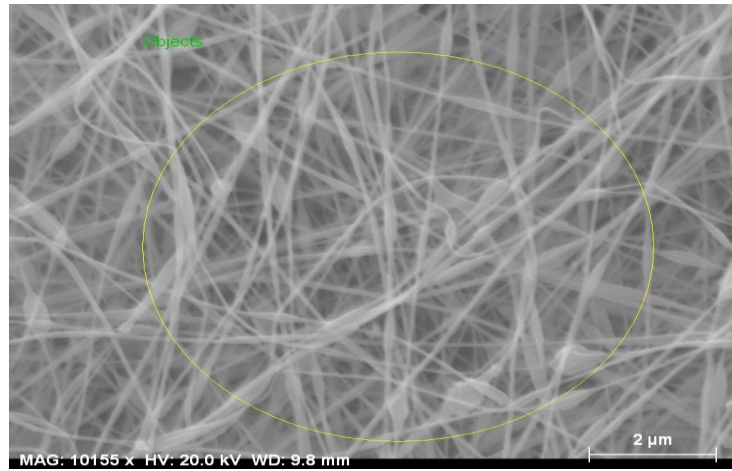
**EK-4** Ağırlıkça % 10 PAN / DMF Enerji Dağıtıcı X-ışını (EDX). (15 kV)



Spectrum: Objects

Element	Series	unn. C [wt. %]	norm. C [wt. %]	Atom. C [at. %]	Error [%]
Carbon	K-series	53.05	53.05	57.11	16.4
Nitrogen	K-series	45.98	45.99	42.45	15.5
Silicon	K-series	0.96	0.96	0.44	0.1
Total:		100.00	100.00	100.00	

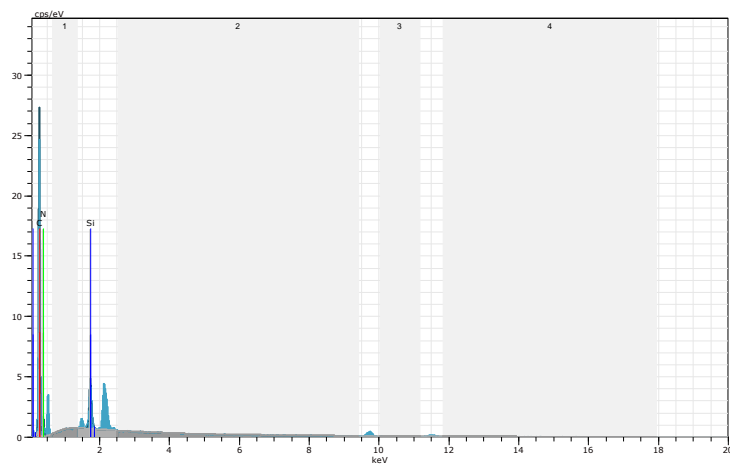
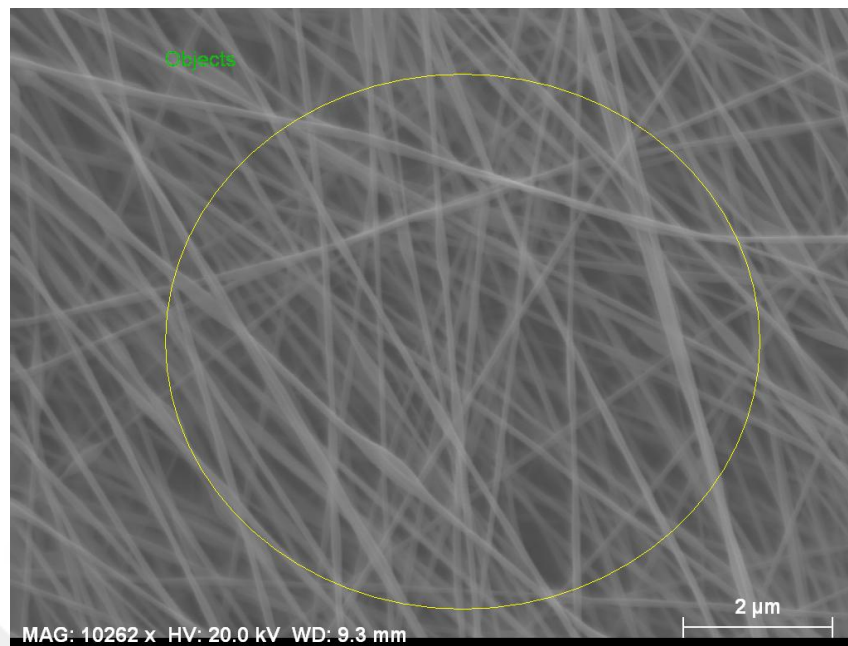
**EK-5** Ağırlıkça %10 PAN / DMF + % 1 ağırlıkça silika Enerji Dağıtıcı X-ışını (EDX).  
Silika (15 kV)



Spectrum: Objects

Element	Series	unn. [wt. %]	norm. [wt. %]	Atom. [at. %]	Error [%]
Carbon	K-series	42.18	42.18	48.19	13.0
Oxygen	K-series	31.48	31.48	27.00	10.1
Silicon	K-series	2.06	2.06	1.01	0.1
Nitrogen	K-series	24.28	24.28	23.80	8.0
Total:		100.00	100.00	100.00	

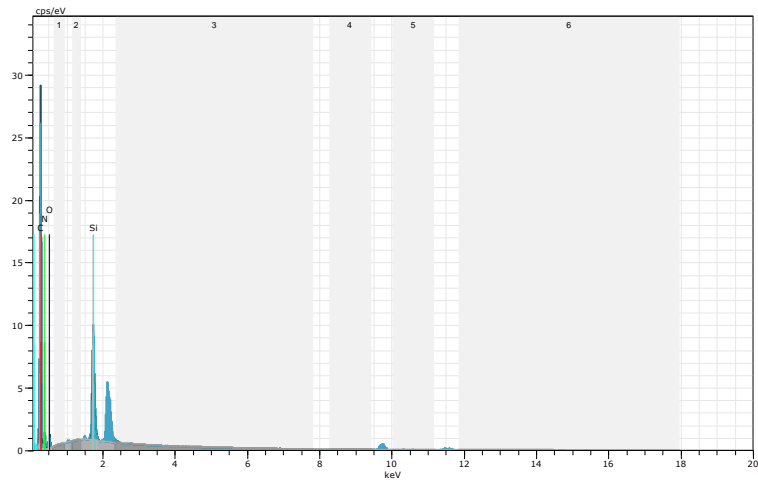
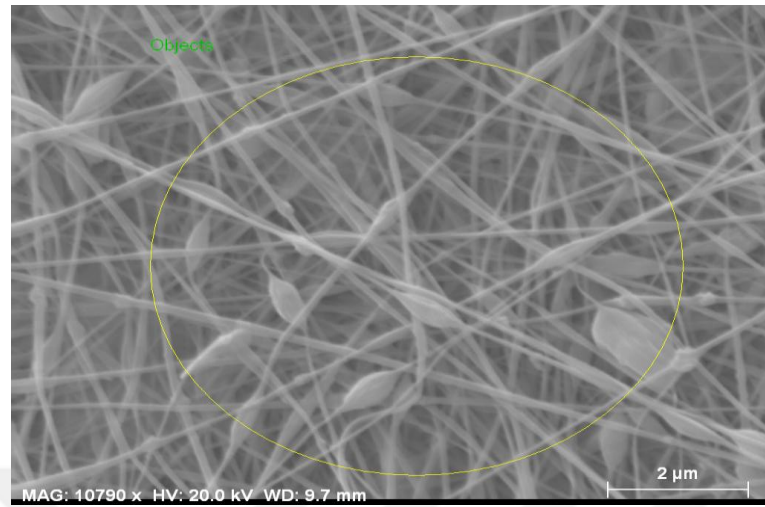
**EK-6** Ağırlıkça % 11 PAN / DMF Enerji Dağıtıcı X-ışını (EDX). (15 kV)



Spectrum: Objects

Element	Series	unn. [wt. %]	C norm. [wt. %]	C Atom. [at. %]	C Error [%]
Carbon	K-series	47.77	47.78	51.94	14.9
Nitrogen	K-series	50.86	50.86	47.42	17.5
Silicon	K-series	1.36	1.36	0.63	0.1
Total:		100.00	100.00	100.00	

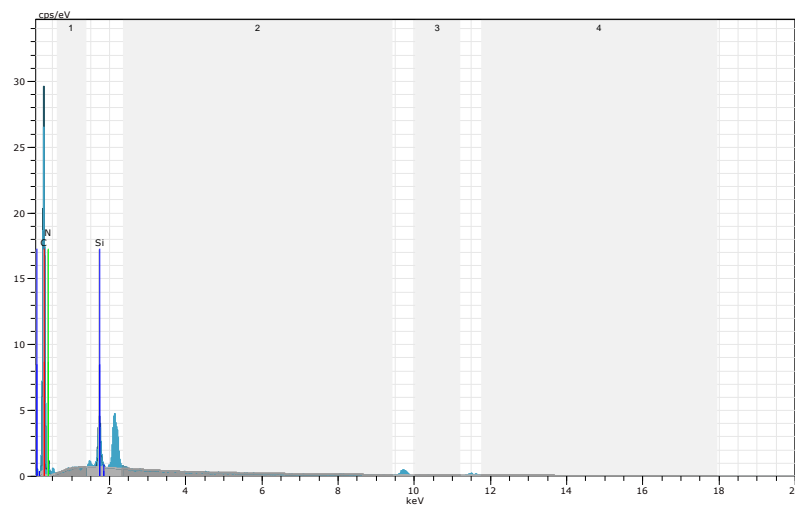
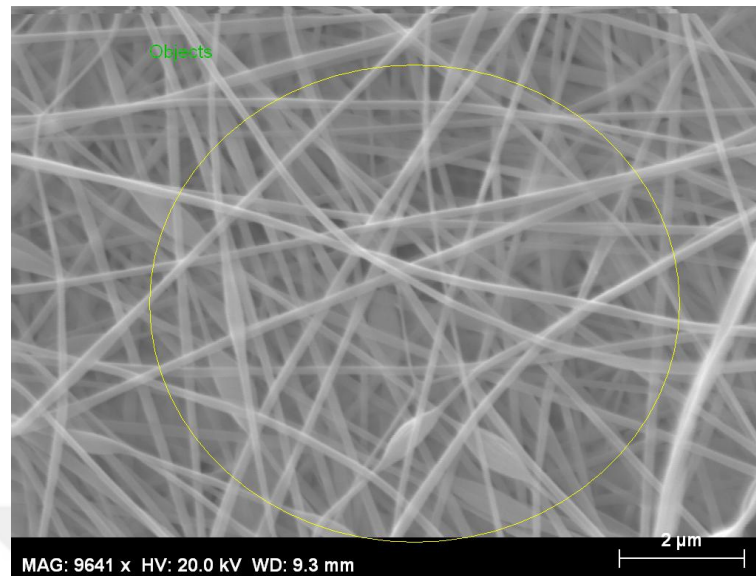
**EK-7** Ağırlıkça %11 PAN / DMF + % 1 ağırlıkça silika Enerji Dağıtıcı X-ışını (EDX).  
Silika (15 kV)



Spectrum: Objects

Element	Series	unn. C [wt. %]	norm. C [wt. %]	Atom. C [at. %]	Error [%]
Carbon	K-series	43.61	43.61	49.30	13.6
Nitrogen	K-series	31.50	31.50	30.54	10.9
Oxygen	K-series	22.26	22.26	18.89	7.8
Silicon	K-series	2.63	2.63	1.27	0.1
Total:		100.00	100.00	100.00	

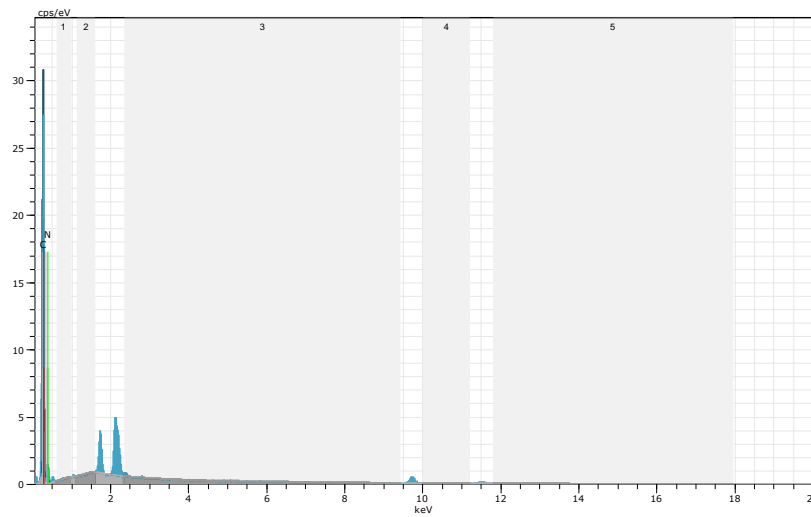
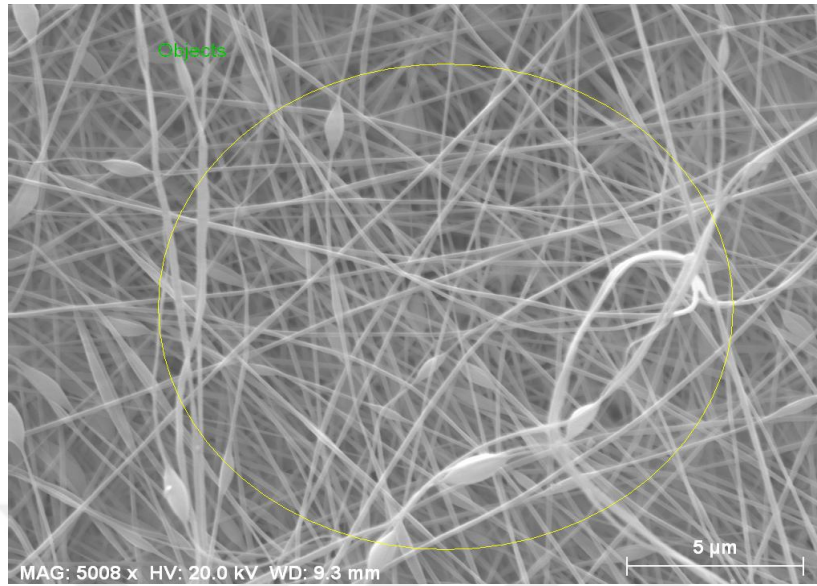
**EK-8** Ağırlıkça %12 PAN / DMF Enerji Dağıtıcı X-ışını (EDX). (15 kV)



Spectrum: Objects

Element	Series	unn. [wt. %]	C norm. [wt. %]	C Atom. [at. %]	C Error [%]
Carbon	K-series	51.70	51.70	55.88	16.3
Nitrogen	K-series	46.93	46.94	43.50	17.0
Silicon	K-series	1.36	1.36	0.63	0.1
Total:		100.00	100.00	100.00	

**EK-9** Ağırlıkça %12 PAN / DMF + %1 ağırlıkça silika Enerji Dağıtıcı X-ışını (EDX).  
Silika (15 kV)

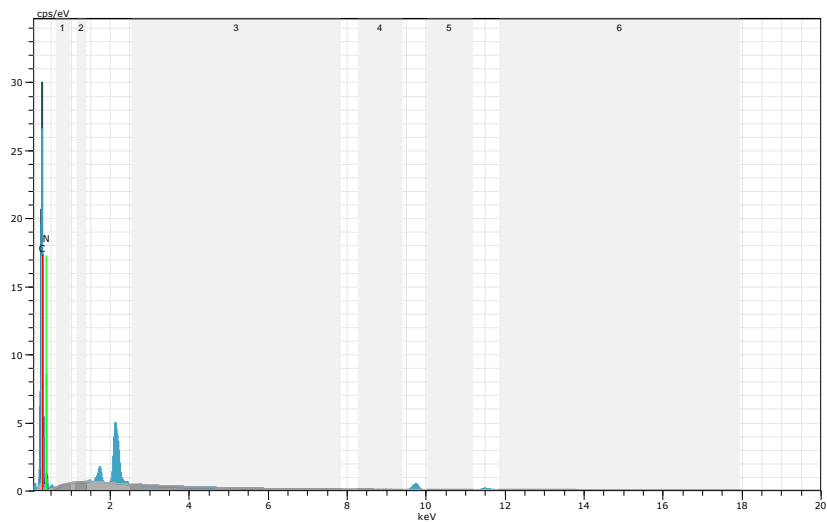
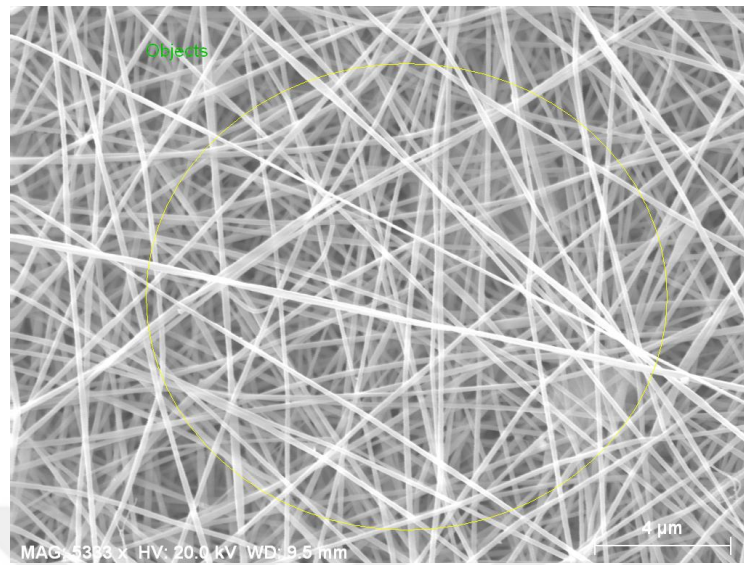


Spectrum: Objects

Element	Series	unn. [wt.%]	C norm. [wt.%]	C Atom. [at.%]	C Error [%]
Carbon	K-series	51.96	51.96	55.78	16.3
Nitrogen	K-series	48.04	48.04	44.22	17.4
Total:		100.00	100.00	100.00	



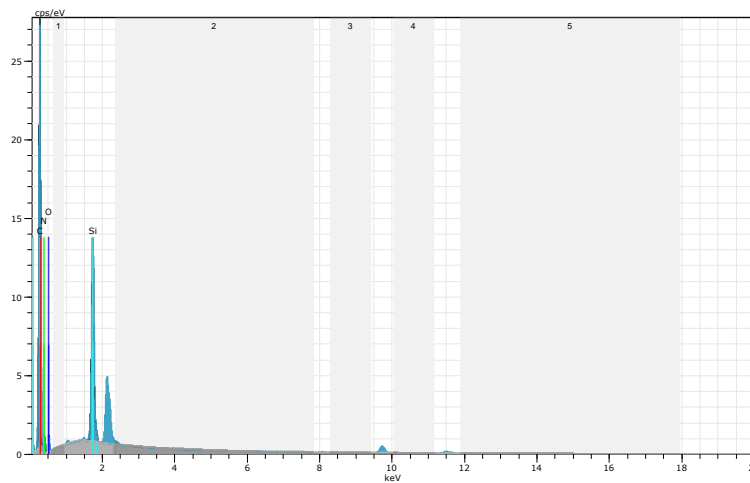
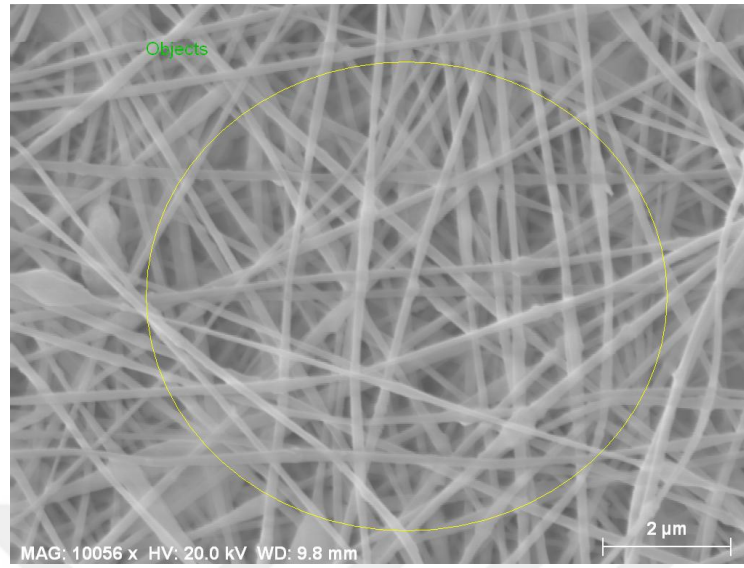
**EK-10** Ağırlıkça %13 PAN / DMF Enerji Dağıtıcı X-ışını (EDX). (15 kV)



Spectrum: Objects

Element	Series	unn. [wt. %]	C norm. [wt. %]	Atom. [at. %]	Error [%]
Carbon	K-series	53.22	53.22	57.02	16.4
Nitrogen	K-series	46.78	46.78	42.98	15.9
Total:		100.00	100.00	100.00	

**EK-9** Ağırlıkça %13 PAN / DMF + % 1 ağırlıkça silika Enerji Dağıtıcı X-ışını (EDX).  
Silika (15 kV)



Spectrum: Objects

Element	Series	unn. [wt. %]	C norm. [wt. %]	C Atom. [at. %]	C Error [%]
Carbon	K-series	45.23	45.23	51.18	14.0
Nitrogen	K-series	30.25	30.25	29.35	10.1
Oxygen	K-series	20.80	20.80	17.67	7.0
Silicon	K-series	3.72	3.72	1.80	0.2
Total:		100.00	100.00	100.00	



## ÖZGEÇMİŞ

### KİŞİSEL BİLGİLER

**Adı Soyadı** : Ziya YİĞİTOL  
**Uyruğu** : Türkiye  
**Doğum Yeri ve Tarihi** : Selçuklu 17.02.1987  
**Telefon** : 0 538 863 59 23  
**Faks** :  
**E-Posta** : ziyayigitol@gmail.com

### EĞİTİM

Derece	Adı	İlçe	İl	Bitirme Yılı
Lise	: Konya Lisesi	Selçuklu	Konya	2003
Üniversite	: Sakarya Üniversitesi	Serdivan	Sakarya	2014
Yüksek Lisans	:			
Doktora	:			

### İŞ DENEYİMLERİ

Yıl	Kurum	Görevi

### UZMANLIK ALANI

### YABANCI DİLLER

### BELİRTMEK İSTEĞİNİZ DİĞER ÖZELLİKLER

### YAYINLAR

Yiğitol, Z. ve Yılmaz, Y., 2019, Elektro-Eğirme Metoduyla Üretilen Silika Nanopartiküllü Pan Nanofiberlerin Hidrofobik/Hidrofilik Özelliklerinin İncelenmesi, *International Journal of Science and Research (IJSR)*. Volume 8 Issue 6, (Yüksek Lisans tezinden yapılmıştır).