

**ELEKTROSPİNNİNG METODU İLE MAGNEZYUM
BORAT NANO KOMPOZİT ELDESİ**

Esra Nur DOĞAN

**Yüksek Lisans Tezi
Kimya Mühendisliği Anabilim Dalı
Yrd. Doç. Dr. Fatih DEMİR**

2013

Her hakkı saklıdır

ATATÜRK ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

YÜKSEK LİSANS TEZİ

**ELEKTROSPİNNİNG METODU İLE MAGNEZYUM BORAT
NANO KOMPOZİT ELDESİ**

Esra Nur DOĞAN

KİMYA MÜHENDİSLİĞİ ANA BİLİM DALI

ERZURUM

2013

Her Hakkı Saklıdır



T.C.
ATATÜRK ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ



TEZ ONAY FORMU

ELEKTROSPİNNİNG METODU İLE MAGNEZYUM BORAT NANO KOMPOZİT
ELDESİ

Yrd. Doç. Dr. Fatih DEMİR danışmanlığında, Esra Nur DOĞAN tarafından hazırlanan bu çalışma 08/07/2013 tarihinde aşağıdaki jüri tarafından Kimya Mühendisliği Anabilim Dalı'nda Yüksek Lisans tezi olarak kabul edilmiştir.

Başkan: Doç. Dr. Fatih SEVİM

İmza:

Üye : Yrd. Doç. Dr. Fatih DEMİR

İmza:

Üye : Yrd. Doç. Dr. Şahset İRDEMEZ

İmza:

Yukarıdaki sonucu onaylıyorum

Prof. Dr. İhsan EFEOĞLU
Enstitü Müdürü

Not: Bu tezde kullanılan özgün ve başka kaynaklardan yapılan bildirişlerin, çizelge, şekil ve fotoğrafların kaynak olarak kullanımı, 5846 sayılı Fikir ve Sanat Eserleri Kanunundaki hükümlere tabidir.

ÖZET

Y. Lisans Tezi

ELEKTROSPİNNİNG YÖNTEMİYLE MAGNEZYUM BORAT NANO KOMPOZİTÜRETİMİ

Esra Nur DOĞAN

Atatürk Üniversitesi

Fen Bilimleri Enstitüsü

Kimya Mühendisliği Anabilim Dalı

Danışman: Yrd. Doç. Dr. Fatih DEMİR

Nanoteknoloji, nano boyutta şekil ve boyutun kontrolü ile yapı, alet ve sistemlerin tasarımı, karakterizasyonu, üretimi ve uygulamasıdır. Nano boyutta; renk, iletkenlik, sertlik, reaktiflik gibi karakteristik özellikler, aynı malzemelerin makro boyutlu olanlarından farklıdır. *Nano* lifler günümüzde *nano* teknolojinin en cazip materyalleri arasındadır. Boyutlarının küçük ve yüzey alanlarının büyük olmasıyla, çeşitli uygulamalarda üstün mekanik, optik, elektronik, manyetik ve kimyasal özellikler göstermektedir. Bu çalışmada elektrospinning yöntemiyle magnezyum borat *nano* lif üretimi gerçekleştirilmiştir. Günümüzde, mevcut lif üretim teknikleriyle çapı bir mikron ve altında lif üretilemediğinden, bu çalışmada “çapı bir mikron ve altındaki lifler” *nano* lif olarak kabul edilmiş, bu lifleri üretmek için elektrospinning yöntemi kullanılmıştır. Elektrospinning çözeltisi sol jel yöntemi kullanılarak hazırlanmıştır. Elde edilen *nano* lifler yüksek sıcaklıklarda ısıl işlem uygulandıktan sonra magnezyum borat lifler elde edilmiştir. Ürün son olarak, SEM, XRD, FT-IR, TG-DTA teknikleri kullanılarak karakterizasyon yapılmıştır. İncelemeler sonunda elde edilen sonuçlara göre; uygulanan voltajın, çözelti konsantrasyonunun ve iğne ucu ile toplayıcı arasındaki mesafenin değişmesiyle lif çaplarının da değiştiği görülmüştür. Sonuç olarak, çapları 20 nm’den 300 nm arasında değişen lifler elde edilmiştir.

2013, 63 sayfa

Anahtar kelimeler: Magnezyum borat, nano lif, sol jel, elektrospinning, nano teknoloji

ABSTRACT

Master Thesis

PRODUCTION OF MAGNESIUM BORATE NANOCOMPOSITE BY USING ELECTROSPINNING TECHNIQUE

Esra Nur DOĞAN

Atatürk University

Graduate School of Natural and Applied Sciences

Department of Chemical Engineering

Supervisor: Asst. Prof. Dr. Fatih DEMİR

Nanotechnology is the control of nano size shapes and dimensions with design of structures, devices and systems, characterization, production and application of them. Characteristics properties such as colour, conductivity, strenght and reactivity in nano-size are different from those same materials in macro-size.

Nanofibers are among the most charming materials for nanotechnology. Because of their small dimensions and high surface areas, they display superior mechanical, optical, electronic, magnetic and chemical properties for variety applications. In this study, production of the magnesium borate was prepared using electrospinning technique. As of today, there is no readily available technology which produce a fibre with less the one micron. The project will treat fiber with “less than one micron” diameter as nanofiber and will use the electrospinning method as the most recent technology. Electrospinning solution was prepared using the sol-gel method. After the electrospinning solution was electrospun into fibers, high temperature sintering was carried to obtain magnesium borate nanofibers. The products were characterized by using SEM, XRD, FT-IR, TG-DTA techniques. According to the result of researches, diameters of fiber change with the applied voltage, solution concentration and distance between needle top-collector. Consequently, fiber diameters which are change between 20 nm and 300 nm were found.

2013, 63 pages

Keywords: Magnesium borate, nanofiber, sol-gel, elektrospinning, nanotechnology

ÖNSÖZ

Yüksek Lisans tezi olarak sunduğum bu çalışmada, çalışmalarımın planlaması ve yürütülmesinde yardımcı olan yöneticim Sayın Yrd. Doç. Dr. Fatih DEMİR'e ve çalışmalarımın teorik ve deneysel aşamalarında yardımlarını esirgemeyen Sayın Doç. Dr. Fatih SEVİM'e, Sayın Arş. Gör. Dr. Neslihan ALEMDAR'a teşekkür ederim.

Eti Maden İşletmeleri Genel Müdürlüğü Teknoloji Geliştirme Dairesi Başkanlığında tez çalışmalarım boyunca yanımda olan, destek ve bilgi birikimlerini esirgemeyen iş arkadaşlarıma ve Sayın Dr. Murat BİLEN'e teşekkürlerimi sunarım. Çalışmalarım sırasında yardımlarını gördüğüm Kimya Mühendisliği Bölümünün tüm öğretim üyeleri ve araştırma görevlilerine teşekkür ederim.

Ayrıca maddi ve manevi destekleriyle her zaman yanımda olan aileme en içten saygı ve teşekkürlerimi sunarım.

Esra Nur DOĞAN

Haziran, 2013

İÇİNDEKİLER

ÖZET	i
ABSTRACT	ii
ÖNSÖZ	iii
SİMGELER DİZİNİ	vi
ŞEKİLLER DİZİNİ	vii
ÇİZELGELER DİZİNİ	viii
1.GİRİŞ.....	1
2. KURAMSAL TEMELLER.....	13
2.1. Sol Jel Yöntemi	13
2.1.1. Sol'den Jel'e geçiş aşamaları	16
2.1.1.a. Alkoksit Hidrolizi	16
2.1.1.b. Kondenzasyon	17
2.1.2. Sol'e etki eden parametreler.....	18
2.1.2.a. Su etkisi	18
2.1.2.b. Reaktant etkisi	18
2.1.2.c. pH etkisi.....	19
2.1.2.d. Katalizör etkisi	19
2.1.2.e. Alkoksit gruplarının etkisi.....	19
2.1.3. Sol-Jel prosesinin avantajları	19
2.1.4. Sol-Jel prosesinin dezavantajları	20
2.1.5. Sol-Jel prosesinin kullanım alanları	20
2.2. Elektrospinning Yöntemi	21
2.2.1. Elektrospinning yönteminin tarihçesi.....	21
2.2.2. Elektrospinning prosesinin modellenmesi.....	27
2.2.2.a. Damlacık oluşumu.....	28
2.2.2.b. Taylor konisi oluşumu.....	29
2.2.2.c. Jet oluşumu.....	30
2.2.2.d. Kararlı bölgede jetin uzaması.....	30
2.2.2.e. Kararsız bölgenin oluşması (Whipping kararsızlığı).....	30

2.2.2.f. Lif formunda katılaşma.....	30
2.2.3. Elektrospinning yöntemine etki eden parametreler.....	31
2.2.3.a. Çözelti özellikleri	31
2.2.3.b. Proses parametreleri	33
2.2.3.c. Ortam parametreleri.....	35
2.3. Magnezyum Boratlar ve Kullanım Alanları.....	36
2.4. Literatür	38
3. MATERYAL ve YÖNTEM.....	42
3.1. Sol'un Hazırlanması	43
3.2. Elektrospinning İşlemi	44
3.3. Isıl İşlem	45
3.4. Deneysel Parametreler.....	45
3.5. Lif Yapısının Tanımlanması.....	46
3.6. Lif Çapının Hesaplanması	46
4. ARAŞTIRMA BULGULARI ve TARTIŞMA.....	47
4.1. Taramalı Elektron Mikroskopu (SEM) Analiz Sonuçları	47
4.2. X-Işını Kırınımı (XRD) Analiz Sonuçları.....	54
4.3. Termogravimetrik ve Diferansiyel Termal Analiz (TG-DTA) Sonuçları.....	55
4.4. Fourier Dönüştürümlü IR Spektroskopisi (FT-IR) Analiz Sonuçları	56
5. SONUÇ ve ÖNERİLER.....	58
5.1. Öneriler.....	59
KAYNAKLAR	61
ÖZGEÇMİŞ.....	64

SİMGELER DİZİNİ

ϵ_0	Serbest Alanın Dielektrik Geçirgenliđi
H	Elektrotlar Arasındaki Mesafe
L	Kılcılın Uzunluđu
Q	Damlacık Yüku
R	Çap
V	Voltaj
\square	Yüzey Gerilimi

ŞEKİLLER DİZİNİ

Şekil 1.1. İnsan Saçı ile <i>Nano</i> Lif	4
Şekil 1.2. <i>Nano</i> Lif Katmana Sahip Kompozit Kumaş Tasarımı.....	9
Şekil 1.3. Uygulamada Kullanılan Nanolif Ürün Örnekleri	12
Şekil 2.1. Sol-jel Prosesinin Akış Diyagramı	14
Şekil 2.2. Sol-Jel Teknolojisi ve Ürünleri.....	15
Şekil 2.3. Sol-Jel Mekanizması.....	17
Şekil 2.4. Elektrospinning Yöntemine Ait İlk Patent	22
Şekil 2.5. Elektrospinning Yönteminde Tarihsel Süreç.....	26
Şekil 2.6. Elektrospinning Prosesinin Şematik Gösterimi	27
Şekil 2.7. Damlanın İlerleyerek Taylor Konisine Dönüşümü ve Jet Oluşumu.....	29
Şekil 3.1. Deney Düzenegi.....	42
Şekil 3.2. PVA'nın Yapısı	44
Şekil 3.3. Borik Asitin PVA ile Çapraz Bağ Oluşumu ile İlgili Reaksiyon Denklemi ..	44
Şekil 4.1. Uygulanan Elektrik Potansiyeline Karşı Liflerin Ortalama Çaplarının Değişimi.....	48
Şekil 4.2. Uygulanan Elektrik Potansiyelinin Lif Çapına Etkisi	49
Şekil 4.3. Konsantrasyon Değişimi ile Liflerin Ortalama Çaplarının Değişimi	50
Şekil 4.4. Konsantrasyon Değişiminin Lif Çapına Etkisi	51
Şekil 4.5. İğne Ucu ile Toplayıcı Arasındaki Mesafenin Değişimi ile Liflerin Ortalama	52
Şekil 4.6. Toplayıcı-İğne Ucu Arasındaki Mesafe Değişiminin Lif Çapına Etkisi	53
Şekil 4.7. 800°C'de Magnezyum Borat Nano liflerinin XRD Grafiği.....	54
Şekil 4.8. 1200°C'de Magnezyum Borat Nano liflerinin XRD Grafiği.....	55
Şekil 4.9. Magnezyum Borat Nano liflerinin TG-DTA Termografisi.....	56
Şekil 4.10. Magnezyum Borat Nano liflerinin FTIR Spektrumları	57
Şekil 4.11. Magnezyum Borat Nano liflerinin FTIR Spektrumları	57

ÇİZELGELER DİZİNİ

Çizelge 1.1. Elektrospinning için Polimer Çözelti Sistemi	7
Çizelge 1.2. <i>Nano</i> Lif Uygulama Alanları	8
Çizelge 2.1. Elektroçekim Patentlerinin Kronolojik Gelişimi	23
Çizelge 2.2. Bilinen Magnezyum Borat Mineralleri.....	36
Çizelge 3.1. Çözelti Hazırlamada Kullanılan Maddelerin Fiziksel Özellikleri	43
Çizelge 3.2. Deneysel Parametreler	45
Çizelge 4.1. Uygulanan Elektrik Potansiyeline Karşı Liflerin Ortalama Çaplarının Değişimi.....	48
Çizelge 4.2. Konsantrasyon Değişimi ile Liflerin Ortalama Çaplarının Değişimi	51
Çizelge 4.3. Toplayıcı ile İğne Ucu Arasındaki Mesafenin Değişimi ile Liflerin Ortalama Çaplarının Değişimi.....	53

1. GİRİŞ

“*Nano*” fiziksel bir büyüklüğün bir milyarda biridir. *Nano* ölçeklerde yapılan bilim çalışmaları diğer adı ile nanobilim çok yeni değildir. Kimyacılar yüzyıllardır *nano* bilim ile uğraşmaktadırlar. Nitekim son yıllarda yapılan çalışmalar sonucunda keşfedilen yeni yöntemler ile bu çalışmalar uygulamalı teknolojiye odaklanmıştır. Uygulamaya dönük *nano* bilime *nano* teknoloji denmektedir (Köksal 2007).

Nano teknoloji vizyonunun ortaya çıkışı, 1960 yılında fizikçi Richard Feynman’ın malzeme ve cihazların moleküler boyutlarda üretilebileceği üzerine yapmış olduğu ünlü konuşmasına dayanmaktadır. Feynman *nano* yapıların önemli özelliklerini vurgulayarak bilim insanlarının dikkatlerini nanometre boyutlarına çekmek için çaba gösterdi (Tütünoğlu 2007).

O sıralarda kimyacılar da mikro elektronik sanayine seçenek oluşturmak üzere moleküllerden transistor yapmayı önerdiler. Moleküler transistor yapımının başarılması, Bell Laboratuvarları'nda 1940'lı yıllarda Shockley, Bardeen ve Brattain tarafından yapılan ve bir yumruk büyüklüğünde olan katısal transistorun boyutunun, yaklaşık yüz milyonda bir küçülmesi anlamına gelmektedir. Ancak, moleküler transistorların birbirlerine iletken tellerle bağlanmaları ve bu transistorlardan bütünleşik devre yapılması, çözümü zor problemleri de beraberinde getirdi. Bu nedenle silisyum mikro elektronik teknolojisi hâlâ egemenliğini sürdürebilmektedir.

1980'li yıllarda peş peşe gelen Nobel Fizik Ödüllerine konu olan çeşitli bilimsel çalışmalar hem nanometre ölçeklerinde saklı yeni davranışları ortaya çıkardı, hem de atomu görüp onu istediğimiz yere taşıyabilmemizi olanak verecek yeni gelişmelere yol açtı. 20. yüzyılın son çeyreğinde, doğada bulunmayan yeni nano yapıların atomsal düzeyde tasarlanarak sentezlenmesi devri başladı. İnsanlık, 60 yıl içinde metre-milimetre büyüklüğünde malzemeyi kesici takımlarla işleyen ya da yüksek sıcaklıklarda kalıplara dökerek ya da döverek şekillendiren imalat teknolojisinden, atomsal düzeyde

malzemeyi tasarlayıp yeni moleküller oluşturmaya yönelik bir imalat yöntemine geçti ve *nano* teknolojiyle tanıştı (Kaya 2009).

Nano teknoloji kısaca nanometre ölçeğinde fiziksel, kimyasal ve biyolojik olayların anlaşılması ve kontrolü ile bu boyutlarda fonksiyonel malzemelerin, araçların ve sistemlerin geliştirilmesi ve üretimi olarak tanımlanabilir. *Nano* teknoloji ile *nano* ölçekteki olayların değerlendirilip, benzerlerinin geliştirilerek uygulanması ile bilimde ve teknolojiye yeni ufuklar açılmaktadır. Aslında *nano* teknoloji çağımıza yön veren bilgi, iletişim ve biyoteknoloji ile birlikte gelişmekte olup bu teknolojilerden ayrı düşünülemez (Doğan 2006).

Günümüzde *nano* teknolojinin amaçları;

- a) Nanometre ölçekli yapıların analizi ve imalatı,
- b) Nanometre boyutundaki yapıların fiziksel özelliklerinin anlaşılması,
- c) *Nano* ölçekli cihazların geliştirilmesi,
- d) *Nano* hassasiyetli cihazların geliştirilmesi,
- e) Daha farklı ve üstün nitelikli mekanik, elektrik, ısı optik ve kimyasal özelliklere sahip materyal ve sistemler geliştirilmesi,
- f) Daha az malzeme ve enerji kullanımı olarak ifade edilir (Biçer 2008).

Nano teknolojinin günümüzdeki bazı uygulamalarına aşağıdakiler örnek olarak gösterilebilir:

- a) Endüstriyel alan; mikro makineler, mikro pompalar, mikro sensörler geliştirme, opto elektronik elemanların imali, bir araya getirilmesi, *nano* boyutlu kaplamalar, tek tabaka katalizörlerle tepkimelerin kontrolü, *nano* boyutlu elemanlar arası bağlantılar, çip ve CD üretimidir.
- b) Tıp ve sağlık alanı; mikro-nano cerrahi (özellikle göz ve beyin cerrahi), teşhis edici kitler, hücre, doku ve moleküler (DNA gibi) hasar belirlenmesi ve onarımı,

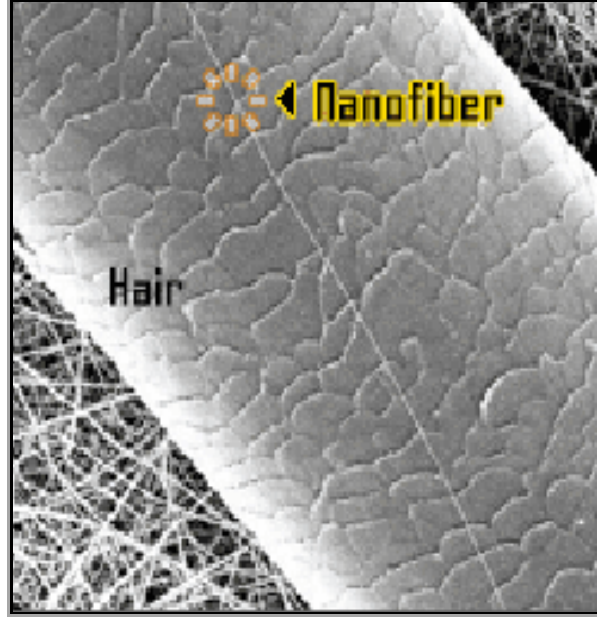
biyosensörler, floresans ve fosforesans nano tanecik sistemleri içeren yarı iletken maddeleri kullanarak antikor ve DNA detektörleri geliřimi, bu sistemleri kullanarak kan örneklerinde birçok hasta ve hasarlı yapıların aynı anda ve paralel belirlenmesidir.

c) Bilimsel arařtırmalar; yüzey karakterizasyonu ve modifikasyonu, yüzey işlemleri, nano litografi, akıllı moleküllerin geliştirilmesi, atom ve moleküllerin istenilen yere taşınması veya önce ayrılarak sonra tekrar birleştirilmesi, mikroorganizmaların taşınması, DNA-modifikasyonudur (Dođan 2006).

Nano lifler, *Nano* boyutta olup ipliksi görünüme sahip olan ve *nano* teknoloji çalışmalarında elde edilen yapılardan biridir. *Nano* tel, nano kürecik (nano parçacık) da diđer yapılardır. *Nano* lifler çapı bir mikron ve altındaki lifler olarak da tanımlanabilir (Dařtan 2009).

Nano lifler, özgül yüzey alanı, yüksek gözeneklik ve küçük gözenek boyutu gibi mükemmel mekanik özelliklere sahiptirler. Çapları ışığın dalga boyundan daha küçük olduğundan geleneksel mikroskopla görülmezler. Bu son derece küçük lifler elektron mikroskopları ile incelenebilirler (Li 2010).

Nano lifler görsel büyütme olmaksızın görülemeyen katı hal lineer *nano* malzemelerdir. İnsan saçı ve bir *nano* lifin görüntüsü Şekil 1.1'te gösterilmiştir (Dařdemir 2006).



Şekil 1.1. İnsan Saçı ile *Nano* Lif

Nano liflerin sağladığı avantajlar:

- Birim kütleden elde edilebilecek yüzey alanında artış
- Filtrelemede yüksek performans
- Su geçirmezlik, leke tutmazlık, kırışmazlık gibi kumaş performans özelliklerinde yüksek derecede artış (Daştan 2009).

Nano lifler aşağıdaki yöntemler ile üretilmektedir.

1. Fibrilasyon ile *nano* lif üretimi,
2. Meltblown tekniği ile *nano* lif üretimi,
3. Bikomponent *nano* lif üretimi,
4. Elektro üretim (elektrospinning), (elektroçirme) yöntemiyle *nano* lif üretimi.

Fibrilasyonla *Nano* lif Üretimi: *Nano* lif üretiminde oldukça ilginç bir başka yaklaşım da selülozik liflerin çok ince lifler şeklinde fibrilasyonu sonucu *nano* liflerin elde edilmesidir.

Fibrilasyona uğrayan selülozik liflerden, ince, hidrofil, mikro gözenekli yapıda yüzeyler elde edilmekte ve bunların özellikle mikrobiyolojik alandaki uygulamalara olanak sağlayan filtrelerin üretiminde kullanılmasının uygun olduğu düşünülmektedir. Esasında bu yöntemle selülozik lif, 1 mikrondan daha küçük çapa sahip olan lifçiklere bölünmekte, ancak tek tek lifler halinde değil, nano lif tülbendi formunda elde edilmektedir (Süpüren 2007). Bu işlem kısaca Çözünme, jelleşme, farklı çözücüler kullanarak üretim, dondurma ve nano gözenekli köpük oluşturacak şekilde kurutmayı içerir. Bu işlem zaman alıcı bir süreçtir (Kozanoğlu 2006).

Fibrillasyonlaştırılmış liflerin çapı 50-500 nanometre arasında değişir. Bu çap aralığı nano lif doku oluşturan elektrospinning ve meltspinning yöntemleriyle hemen hemen aynıdır. Bu fibrilleştirilmiş lifler kağıt yapımı ve diğer ıslak proseslerde kullanılır (Yener 2010).

Meltblowing yöntemi ile *nano* lif üretimi: Meltblown prosesi, küçük çaplı lif üretimi için kullanılan yaygın bir yöntem olarak kullanılmakla beraber teorik olarak ta 0,5 ile 30 μm , pratik olarak ise 2-7 μm çaplarında lif üretmek mümkündür. Meltblown tekniğinde yüksek hızlı sıcak hava ile filamentler düzelerden fibrilli bir tülbent oluşturmak üzere çekim işlemine tabi tutulurlar.

Meltblown işleminden çıkan ürünler; rastgele bir elyaf oryantasyonuna sahip olması, yüksek şeffaflıkla birlikte örtücülük özelliği, yüksek yüzey alanına sahip olmasından dolayı iyi yalıtım ve filtrasyon özelliği, liflerin düz bir yüzeye ve yuvarlak kesit alanına sahip olmaları, üretilen kumaşların lif çapları ile doğru orantılı olarak gramajlarının düşük olması gibi birçok özelliklere sahiptirler (Kaya 2009).

Bikomponent yöntemi ile *nano* lif üretimi: Bikomponent lif, aynı lifi oluşturacak iki farklı polimerin aynı düze deliğinden akıtılarak elde edilmesi olarak tanımlanabilir (Kozanoğlu 2006).

Bi-komponent tekniğinde en çok kullanılan lifler, naylon, polistiren, poliakrilonitril, polikarbonat, PEO, PET ve suda çözülebilen polimerlerdir. Polimer oranı genellikle %80 ada ve %20 denizden oluşmaktadır. Deniz polimer bileşenini uzaklaştırdıktan sonraki kalan lifler yaklaşık 300 nm çapına sahiptir. Elektrospinning sistemine kıyasla, bu yöntemle üretilen nano lifler kaba çaplardadır (Yener 2010).

Elektro üretim yöntemi ile nano lif üretimi: Elektrospinleme tekniği, son zamanlarda *nano* boyutta lif üretimi için en sık kullanılan yöntemdir. Bu metot tel çekme, kalıp sentezi ve faz ayırma yöntemleri gibi alternatiflere göre mikron altı ölçekte nanolif üreten etkili ve kolay bir yöntemdir. Bu proste polimerden jet çekmek için mekanik güç yerine elektriksel alan kuvveti kullanılır (Kılıç 2007).

Elektrospinleme yöntemi ile üretilen *nano* boyuttaki liflerin çok iyi mekanik özelliklerinin yanı sıra, hacme göre alanları oldukça yüksek olmakta bu nedenle doku mühendisliği, sensörler, yüksek özellikte (yanmayan vb) tekstil kumaşlar, çok amaçlı filtreler, *nano* kompozit maddeler, kontrollü salınımlı ilaç üretimi gibi değişik alanlarda kullanılmaktadır (Daştan 2009).

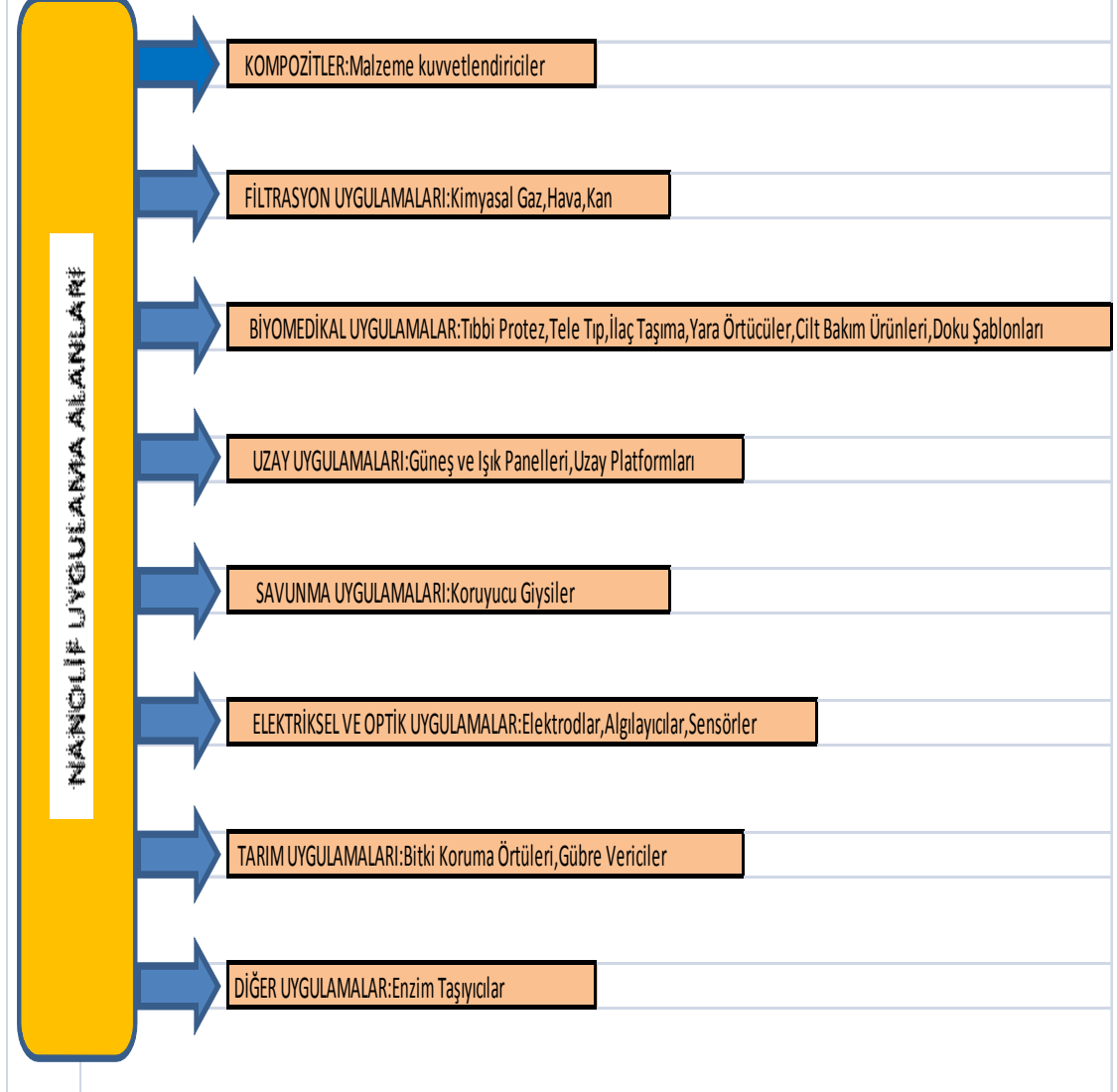
Elektrospinning yöntemi ile oluşturulabilecek materyallerde kullanılan polimer çeşidinin çok fazla oluşu, çok çeşitli malzeme üretimine olanak sağlar. Çizelge 1.1'de elektrospinning'te kullanılan bazı polimer isimleri ve çözücüleri verilmektedir. Bunun sonucu olarak bu yöntem ile üretilmiş nanoliflerin kullanım alanı da oldukça geniş olacaktır. Elektro üretim işlemi ile üretilen nanoliflerin uygulama alanları Çizelge 1.2'de verilmiştir (Kozanoğlu 2006).

Çizelge 1.1.Elektrospinning için Polimer Çözelti Sistemi

POLİMER	ÇÖZÜCÜ
Nylon 6 ve Nylon 66	Formik Asit
Poliakrilonitril	Dimetil Formamid
PET	Trifluoroasetik asit/Dimetil klorid
PVA	Su
Polistiren	Dmf/Toluen
Nylon-6-co-polyamid	Formik Asit
Polibenzimidazol	Dimetil asedamid
Poliramid	Sülfürik Asit
Poliimid	Fenol

Bunun yanında *nano* liflerden oluşturulan yapıların, birim ağırlıkta sağlanan yüksek alan özelliği, yumuşak tutumu, iyi mukavemet/birim ağırlık özelliği ve mikroorganizmalara ve ince parçacıklara bariyer oluşturması gibi özellikleri, nanoliflerin birçok alanda kullanılmasının başlıca sebepleridir. Bu avantajlar, nanoliflerin birçok endüstri alanına rahatlıkla girmesine ve kendisine potansiyel kullanım alanı sağlamasına izin vermektedir. *Nano* liflerin endüstriyel üretimi üzerine çalışmaların ve buna verilen önemin artmasının yanında, daha önemli bir nokta kullanım alanlarının araştırılıp tespit edilmesidir (Kozanoğlu 2006).

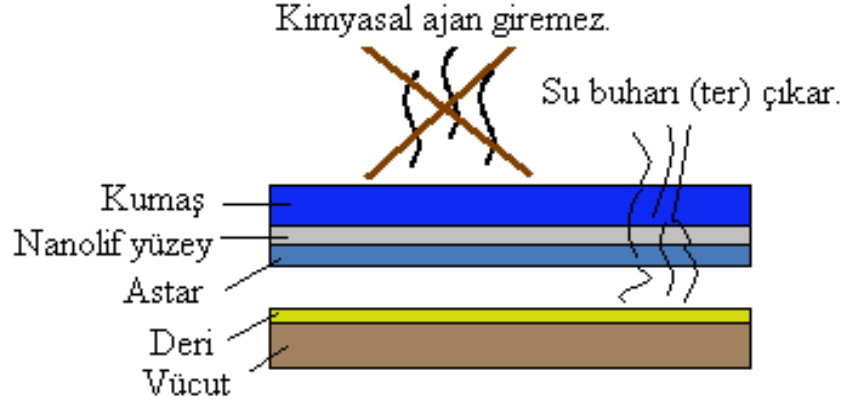
Çizelge 1.2. Nano Lif Uygulama Alanları



Nano liflerin uygulama alanlarından biri kompozit malzeme elemanı olarak kullanılmasıdır. Kompozitlerde *nano* liflerin kullanılması sadece mukavemet ya da sertliği geliştirmek için değil, bunlara ilave olarak malzemelerin farklı özelliklerini bir araya getirmektir.

Şekil 1.2’de *nano* lif kompoziti kullanılmış bir kumaş tasarımı örneği şematize edilmiştir. Bu tip kompozit kumaş tasarımları, kumaşların gözeneklilik, kimyasal ve fiziksel koruyuculuk özelliklerini iyileştirmede oldukça avantajlıdır. Ter kolaylıkla

gözeneklerden çıkabilirken, daha büyük çapta moleküllere sahip ajanlar kıyafeti aşmamaktadır (Kılıç 2008).



Şekil 1.2. Nano Lif Katmana Sahip Kompozit Kumaş Tasarımı

Yüksek yüzey alanı ve düşük ölçekteki gözenekli yapısı sayesinde *nano* liflerden oluşturulmuş dokusuz yüzeylerin filtrasyon için kullanılması birçok yenilik ve avantaj sağlamakta olup bu yüzeyler hava, su, kan gibi akışkanlardan, 1 mikrondan küçük parçacıkların filtrelenmesine olanak sağlamaktadır.

Nano lif uygulamaları uzun filtre ömrü ve yüksek tutuş kapasitesi nedeniyle tercih edilmektedir. Azalan lif çapı filtreyi daha dolgun hale getireceğinden akışa karşı koyan çarpma ataletleri ve engel olma isteği artacak, bu yüzden partiküller daha sık yakalanacaktır.

Nano lifler, biyomedikal alanda, tıbbi protezlerde (yapay kan damarlarında, yapay organlarda) tele tıp malzemelerinde, ilaç transferinde, yara örtücü malzemelerde, cilt bakım ürünlerinde ve tıbbi yüz maskelerinde ve doku şablonlarında kullanılmaktadır (Kozanoğlu 2006).

Tıpta yaygın kullanım alanlarından biri ilaç salımıdır. İlaç, genelde, belli aralıklarla yüklü şekilde alınmakta, ilk zamanlar ciddi bir şekilde tesir etmekte; daha sonra ikinci

defa alıma kadar vücutta sürekli azalmaktadır. Halbuki istenen bir kez alımdan sonra, hastalıkla mücadele etmeye yetecek uzunca bir süre aynı düzeyde kalmasıdır. İşte bunun için polimer malzemelerin kapsülleme özelliği kullanılır (Kılıç 2008). Polimer *nano* liflerle ilaç dağıtımının temeli hem ilaç hem de ihtiyaç duyulduğunda taşıyıcı yüzey alanının çoğaltılması ile parçacıkların çözünme hızının artırılması prensibine dayanır (Kozanoğlu 2006).

Diğer bir tıbbi kullanım alanı ise, *nano* lif yüzeylerin *nano* metrik gözeneklerinden faydalanmayı esas alan sargılardır. Yara bu sayede hem oksijen almakta, hem de bakteri saldırısına karşı korunmaktadır. Bu konularda araştırmalar portatif cihazların yapılıp, yaralıya hemen müdahale yapmaya kadar gitmektedir. Cihaz o bölgeye yönlendirilip, yara üzerine anti bakteriyel, biyolojik bir polimer yüzey elektro üretilmektedir.

Bunlara ilave olarak, özellikle kitin, ipek gibi organik polimerler kullanılarak implant ara yüzeyleri ve *nano* lif yüzeylerin nano-mikro gözenekliliğinden yararlanarak yapay böbrek üretimi üzerine de çalışmalar vardır (Kılıç 2008).

Nano lifler uzay endüstrisinde ve yarıiletken uygulamalarında da kullanılmaktadırlar. Piezoelektrik polimerler elektrospinning yöntemi ile üretilmektedirler ve bu polimerlerin mikro hava araçlarının kanatlarında kullanımlarına yönelik araştırmalar sürmektedir. Latince “bastırmak-press” anlamına gelen “piezo” ön ekinden türetilen “piezoelektrik” kavramı basitçe, üzerine mekanik bir basınç uygulanan bazı kristal ve seramik malzemelerde bir elektriksel gerilimin oluşması olarak tanımlanabilir. *Nano* liflerden üretilen solar sail (güneş yelkeni), üzerine büyük ve hafif bir ayna yerleştirilmiş bir uzay aracıdır. Aynanın ışığı yansıtması prensibi ile hareket eder. Işığın bir momentumu vardır, ışık bir cisme çarptığı zaman momentumunu bu cisme aktarır, yansıdığı zaman ise, cisim ile aralarında ikinci bir momentum değişimi gerçekleşmektedir. Cisim üzerindeki toplam kuvvet, çarpan ve yansıyan ışığın vektörel toplamına eşit olmakta ve cisim bu kuvvet doğrultusunda hareket etmektedir (Süpüren 2007).

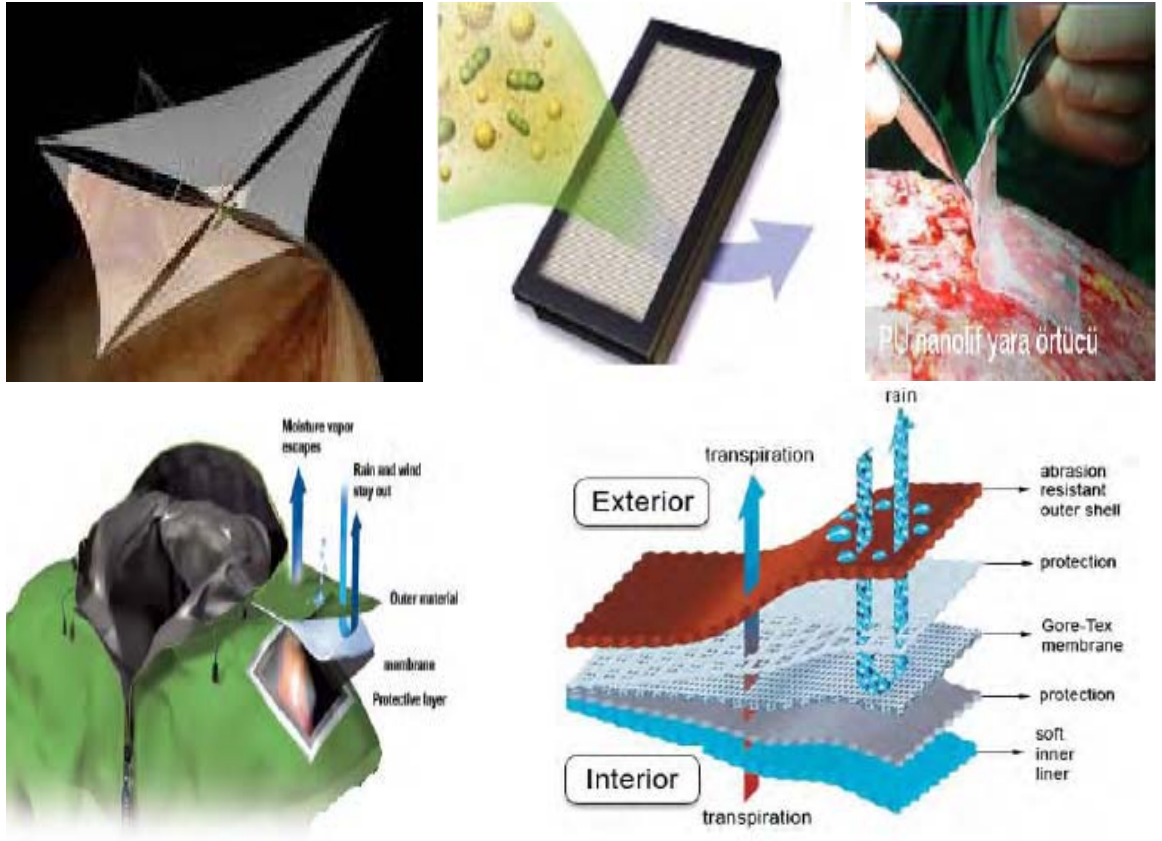
Savunma uygulamalarında da *nano* lif, koruyucu giysilerden öncelikle hayatta kalabilme ihtimalini en yüksek seviyede tutması, uzun süre koruma sağlayabilmesi, güç üretebilmesi ve zor hava koşullarına dayanıklı olması, nükleer, kimyasal ve biyolojik etkilere karşı dayanıklı olması ve verimliliği arttırması beklenir. Halen kullanımda olan koruyucu giysiler aşırı ağırlık katılmış kumaşlardan yapılmışlardır. Hafif ve nefes alabilen kumaşlar, hava ve su buharı geçirebilen kumaşlar tam çözücülerde kolaylıkla çözülür ve gazlarla, diğer kimyasallarla yüksek reaktiviteye sahiptir. *Nano* liflerden yapılmış kumaşlar ise yüksek yüzey alanları sebebiyle kimyasal maddenin nötralizasyonunu gerçekleştirebilir. Su buharı ve hava geçişine de izin verir. *Nano* lifler yüksek gözenekliliğine sahip ama gözenek boyutu çok küçük olan bir yüzey üzerine yatırılarak kimyasal maddenin kumaş içine nüfuziyetine karşı iyi bir direnç sağlanmış olur (Kozanoğlu 2006).

Özellikle askeri alanda *nano* lifler tene yapışıp ikinci bir ten vazifesi yapacak şekilde tasarlanmışlardır. Bu uygulama askerler için çok iyi bir koruma gerçekleştirmenin yanı sıra mikro gözenekleri sayesinde derinin nefes alabilmesi sağlandığından askerler için sağlık açısından da konfor sağlanmış olmaktadır (Celep 2007).

Elektriksel ve optik uygulamalarda *nano* lif, Elektrik iletkenliğine sahip polimerlerden *nano* lifler üretilmesi pek çok avantajı beraberinde getirmiştir. İletken *nano* liflerin küçük elektronik aletlerin veya makinelerin imalatında kullanımı söz konusudur. Elektrotun yüzey alanı ile elektrokimyasal reaksiyon hızı orantılı olduğu için iletken nanoliflerden yapılmış membranların yüksek performanslı bir pil geliştirmede gözenekli elektrot olarak kullanılması oldukça uygundur. İletken membranlar elektrostatik dağılma, korozyon koruması, elektromanyetik engelleme gibi çeşitli uygulama alanları için potansiyel teşkil ederler (Kozanoğlu 2006).

Nano lifler ayrıca ısı izolasyonu sağlamak amacıyla kullanılan bazı ürünlerde, bandaj ve çocuk bezinde, gübrelerin bitkilere zamanla salınmasını sağlayan kumaşlarda, temizlik bezlerinde, kişisel bakım için kullanılan tekstillerde de kullanılmaktadırlar (Süpüren 2007).

Uygulamada kullanılan nano liflere örnek Şekil 1.3’de gösterilmiştir.



Şekil 1.3. Uygulamada Kullanılan Nanolif Ürün Örnekleri

2. KURAMSAL TEMELLER

2.1. Sol Jel Yöntemi

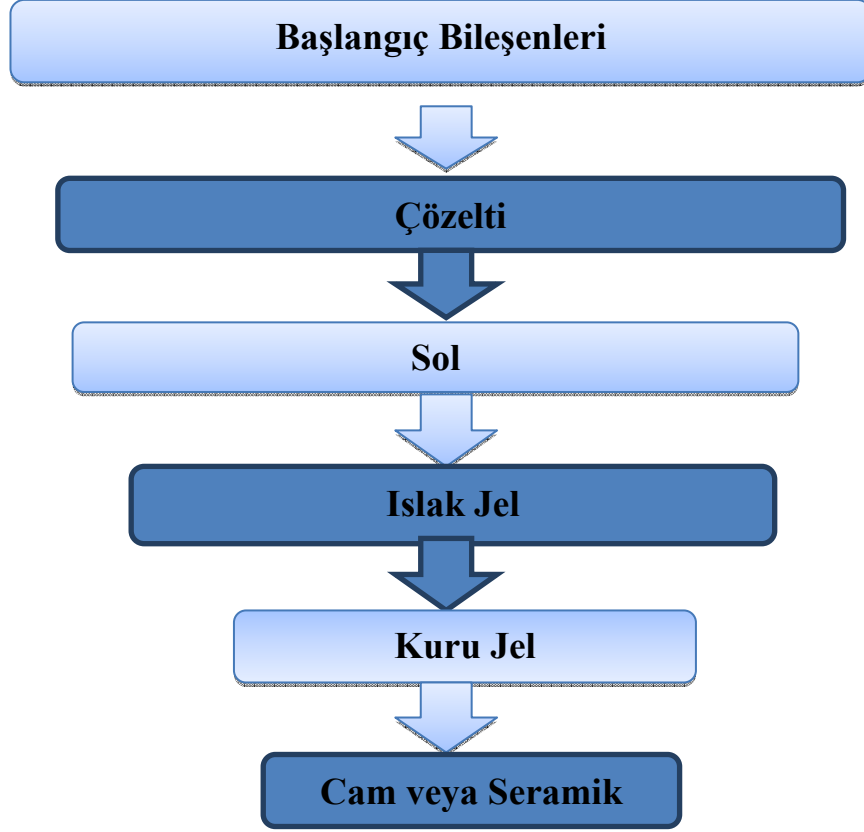
Sol-jel yöntemi, teknolojik öneme sahip olmasından dolayı birçok alanda sıklıkla kullanılan bir yöntemdir. Sahip olduğu avantajlardan dolayı günümüzde kullanımı gittikçe artmaktadır. Sol-jel uygulamalarında “sol” kelimesi sıvı içindeki katı kolloidal parçacıkları, “jel” ise katı ve sıvı faz arasındaki fazı sembolize eder (Boztoprak 2007).

Günümüzde sol-jel kimyası, *nano* boyutta, hatta moleküler seviyede kontrol edilebilir iki ya da daha fazla fazın karışımında öncülerin hazırlanmasına olanak sağlar. Yüksek sıcaklık, düşük ısıl genleşme ve üstün kimyasal kararlılık mulliteyi gelişmiş uygulamalar için cazip bir malzeme yapar (Tkalec 2007).

Bu proses pek çok bileşeni yüksek saflıkta en iyi homojenlikle karıştırabilmektedir. Bu yöntemde sıvı halde (sol) düşük sıcaklıkta kimyasal polimerizasyonun ardından, eski yöntemlere oranla oldukça düşük sıcaklıklarda hidroliz veya yoğunlaşma gibi reaksiyonlarla gerçekleşir. Sol sedimantasyonun gerçekleşmeyeceği kadar küçük partiküllerden oluşan bir kolloidal süspansiyondur. Sol'deki partikül çapı genellikle 1-100 nanometredir. Sol sıvı yapının bir karakteristiği olan serbest akış formundadır, bir akışkandır, katı parçacıklar fazın içinde dağılmışlardır, burada partiküller Brownian Hareketi nedeniyle yeterince askıda kalmışlardır. Sol; metal alkoksitler, çözücü olarak bir alkol çeşidi, katalist olarak bir asit çeşidi ve de su yapısının karışımı ile oluşur.

Hidroliz ve polikondenzasyon reaksiyonları solün viskozitesini jel yapı oluşana kadar düşürür. Jel sanki ıslak bir katı gibidir, iki fazdan oluşan katı seklinde düşünülebilir. Burada da katı faz bir ağ örgüsü seklinde oluşur ve sıvı faz içinde kıpırdamaz. Jel sıvı tabakası katı gibi görünmesine yarayacak kadar ıslak bir çözeltilidir. Islak jelde alkol su gibi maddeler de vardır. Jel ısıtılarak su, organik çözücüler gibi maddelerden kurtulabilir. Bu aşamada jel miktarında oldukça büyük bir azalma olur. Jel eski

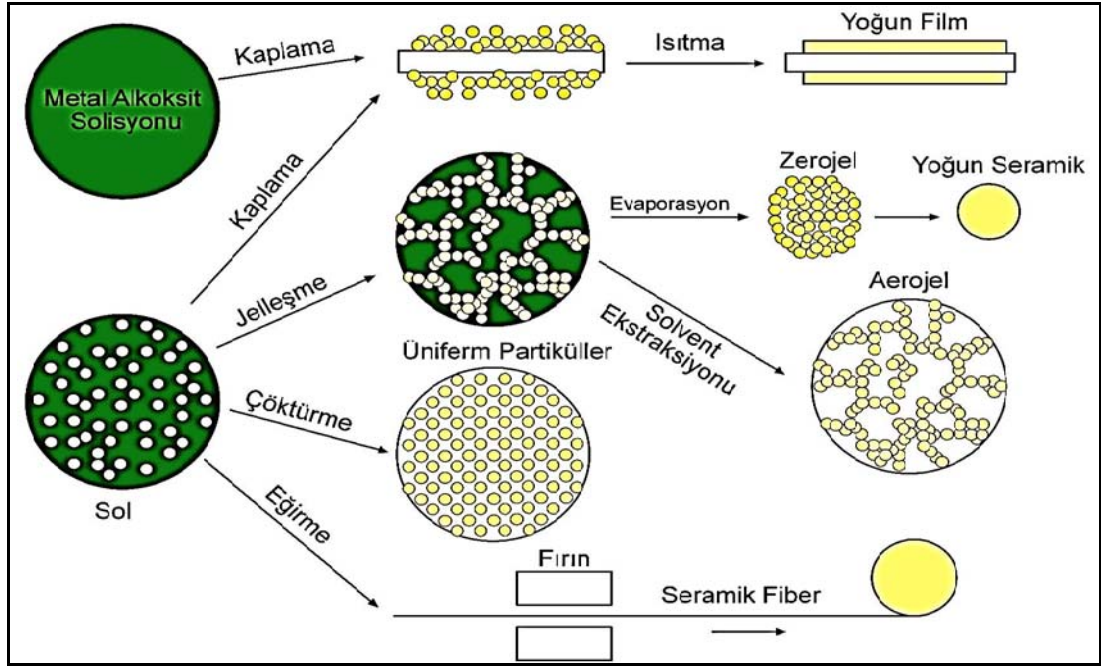
proseslere göre oldukça düşük sıcaklıklarda cam veya seramiğe dönüştürülür (Ergü 2006).



Şekil 2.1. Sol-jel Prosesinin Akış Diyagramı

Sol-jel yönteminde çalışma prensibi;

- Çok saf olan çıkış malzemelerinin homojen çözeltilerini hazırlamak
- Gerekli maddeler eklenerek bu çözeltiyi sol durumuna getirmek
- Sol üzerinde kondenzasyon tepkimeleri oluşturarak karışımın jel durumuna gelmesini sağlamak
- Bu jelin uygun işlemlerden geçirilmesiyle (ısı) tasarlanan malzemeye ulaşmak (Eserci 2007).



Şekil 2.2. Sol-Jel Teknolojisi ve Ürünleri

Sol-jel araştırmaları oksit jellere dayanmaktadır. Bu proste bir veya birkaç bileşenin “sol“ (veya jel) yapıcı özelliğe sahip olması gerekir. Genellikle sol-jel metodunda metal alkoksit, su ve alkol içeren çözeltiler kullanılır. Çözeltinin erken gelişen jelleşme reaksiyonlarını veya tanecik oluşum reaksiyonlarını ayarlamak üzere çok az bir miktar amonyak veya asit katalizörü eklenir. Çözeltilerdeki tanecikler arasındaki uzaklıkların kısaltılması, var olan uzaklıkların korunması ve mono dispers taneciklerin çöktürülmesi ile aglomerasyonun önlenmesi için sol-jel iyi bir metottur (Helvacı 2007).

Sol-jel prosesinde önemli olan tepkimeleri başlatacak olan reaktiflerin çözeltilerinin hazırlanabilmesidir. Eğer çözeltisi hazırlanabilirse, bu proste çıkış maddesi olarak şunlar kullanılabilir;

- Asetatlar, nitratlar/ formiyatlar gibi kolay iyonlaşabilen tuzlar ile $ZrO(NO)$, gibi ağ oluşturan tuzlar, ağı modifiye edebilen oksitler (Na_2O , K_2O).

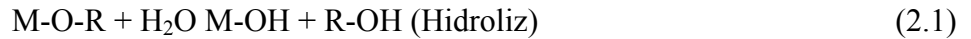
- Şelat yapıcı ligantlar (hücrede biyolojik etkinin oluşmasına neden olan molekül) aminler, açılabilir ve metal alkolatlarıdır. Bunlardan en önemlileri metal alkolatlarıdır. Genellikle cam, seramik ve kaplama maddeleri alanında çokça kullanılan metal alkolatlar son yıllarda malzeme teknolojisinin önemli çıkış maddelerinden olmuşlardır. Metal alkolatların kondensasyon ve hidroliz reaksiyonlarından faydalanarak yeni sentez bileşikleri üzerindeki çalışmalar yoğun olarak devam etmektedir.

2.1.1. Sol'den Jel'e geçiş aşamaları

Sol den jele geçiş 2 reaksiyon adımından meydana gelir. Bu adımlar; Alkoksit hidrolizi ve yoğunlaşmadır.

2.1.1.a. Alkoksit Hidrolizi

Metal alkoksitler genel olarak $M(OR)_n$ şeklinde gösterilirler. M-Metal, R-Alkil gurubunu ifade eder (Helvacı 2007). Sol jel prosesinde hidroliz, metal alkoksit'in metal hidroksit üzerinden metal oksite çevrildiği temel reaksiyondur. Hidroliz kontrol edilerek oksitin şekillenmesi sağlanabilir.

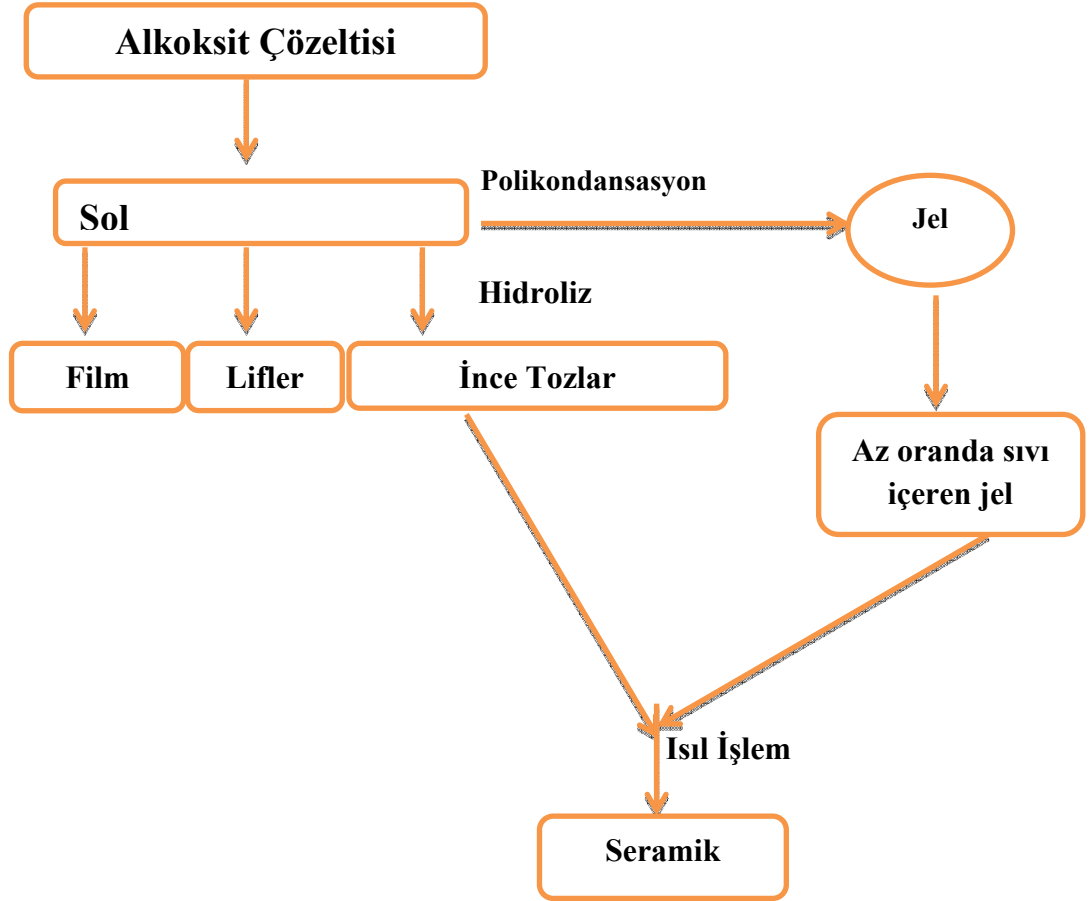


Reaksiyon üç adımda gerçekleşir:

- 1) Su molekülünün oksijen atomu vasıtasıyla metale nükleofilik saldırısı,
- 2) Metalin –OR grubuna sudan proton transferi,
- 3) R-OH molekülünün salınması (Bulut 2005).

Negatif iyonlu OH grubu, merkezdeki pozitif iyonlu metal iyonuna eklenir. Pozitif yüklü proton, alkoksil gruba transfer olur. Daha sonra ROH açığa çıkar. Reaksiyon çift yönlü gerçekleşen bir reaksiyon olup, bir tarafta su molekülleri açığa çıkarken ve

hidroksit bağlanması (jelleşme) gerçekleşirken, diğer tarafta kondenzasyon gerçekleşir (Kaya 2006).

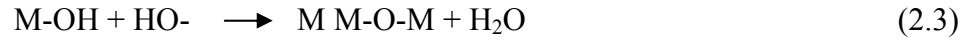


Şekil 2.3. Sol-Jel Mekanizması

2.1.1.b. Kondenzasyon

Hidroliz oluşur oluşmaz kondenzasyon reaksiyonları, hidroksitlerin ya da hidrat oksitlerin şekillenmesine yol açar. Kondenzasyon reaksiyonları vasıtasıyla hidrolizden gelen hidroksi grup kullanılarak dallanmış oligomerler ve polimerlerin oluşumu sağlanır (Bulut 2005).

Kondenzasyon reaksiyonu, üç kademedeki adımlar;



Hidroliz ve yoğunlaşma reaksiyonları ile polimerize oksit yapı oluşur. Çözeltideki polimerler yoğunlaşma reaksiyonu ile büyürler. Bir süre sonra tek ve büyük bir polimer kütlesi bütün çözeltiyi kaplar. Bu nokta solden jele geçiş noktasıdır (Eserci 2007).

2.1.2. Sol'e etki eden parametreler

2.1.2.a. Su etkisi

Su, sol-jel işleminin bir reaktanı olduğundan, meydana gelen malzemenin yapısında ve reaksiyon kinetiğinde önemli bir rol oynar. Aslında, su/metal alkoksit oranı, hidroliz reaksiyonunu etkileyen önemli bir parametredir. Az miktarda su kullanıldığı zaman düz çok miktarda kullanıldığında ise küresel parçacıklar oluşur (Tanrıverdi 2006).

2.1.2.b. Reaktant etkisi

Organik bir ortam kullanan tipik hazırlıklarda metal alkoksitler başlangıç malzemesi olarak kullanılırlar. Alkoksit grubunun büyüklüğü, sterik ve indüksiyon etkileri nedeniyle hidrolizin ve yoğunlaşmanın oranını etkileyebilirler (Eserci 2007).

2.1.2.c. pH etkisi

Hidroliz ve yoğunlaşma olayları çözeltilerin pH'ından etkilenir. Asidik ortamda, yoğunlaşma, hidrolize göre daha yavaştır. Oluşan çapraz bağlantı zayıftır. pH arttıkça, gözenek hacmi ve oksit yüzey alanı, yoğunlaşma oranı, jelin gözenekliliği artar. pH artışı, gözenek boyutunda artışa neden olur (Kaya 2006).

2.1.2.d. Katalizör etkisi

Katalizör, hidroliz ve kondenzasyon kinetiğinin kontrolünü ve bu sebeple jel morfolojisinin kontrolünü sağladığını gösterir. Asit katalizöründe hidroliz hızı hızlanır ve kondenzasyon hızı yavaşlar. Baz katalizörlüğünde ortamda, hem hidroliz hızı hem de yoğunlaşma oranında artış olduğundan dolayı prosesin ilk aşamalarında hidroliz olmamış alkil grupları hala koloidal partikül veya dallı zincirleri oluşturacak şekilde ortaya çıkar (Tanrıverdi 2006).

2.1.2.e. Alkoksit gruplarının etkisi

Metal alkoksitlere bağlı OR grubunun boyutu arttıkça hidroliz hızı azalır. Daha küçük boyuttaki OR gruplarının, su moleküllerine yönelmesi daha kısa zamanda gerçekleşir. Merkezdeki metal iyonunun koordinasyon sayısı arttıkça hidroliz hızı düşer. Alkoksitler, oligomer oluşturmaya yönelirler (Kaya 2006).

2.1.3. Sol-Jel prosesinin avantajları

- Reaksiyonlar, basit düzeneklerde gerçekleştirilir.
- Reaksiyonların akışı üzerinde etkili olan parametrelerin kontrol edilmesi ile elde edilecek ürünün özellikleri kontrol edilebilmektedir.
- Çok bileşenli homojen sistemler hazırlanabilmektedir.

- Düşük sıcaklığın kullanılması, yüksek sıcaklıkta buharlaşmadan doğacak kayıpları önlemektedir. Böylece meydana gelebilecek faz değişimlerini ortadan kaldırarak normalde hazırlanamayan seramiklerin geliştirilmesine olanak tanımaktadır.
- Metal alkolatların başlangıç maddesi olarak kullanılması sentezlenen ürünün saflığının yüksek olmasını sağlar.
- Metal-alkoksit solüsyonlarının kullanımı ile fiber üretimi sağlar.
- Sıvı fazdan soğutmalı ile elde edilemeyen amorf yapıdaki katı cam malzemelerin üretimini sağlar. CaO-SiO₂, SrO-SiO₂, SiO₂-TiO₂ sistemleri örnek verilebilir.
- Cam üzerinde ince SiO₂ ve TiO₂ kaplamaların üretimine imkan vermektedir. Kaplanan yüzeylerin mekanik, kimyasal, elektrik ve optik özelliklerinin iyileştirilmesi sol-jel metodu ile sağlanır.

2.1.4. Sol-Jel prosesinin dezavantajları

Sol-jel yönteminde de her yöntemde olduğu gibi bazı dezavantajlar mevcuttur. Bunlar;

- Saf madde kullanıldığından hammadde pahalıdır. Bu bir dezavantaj olarak düşünülebilir.
- Yüksek sıcaklıkta hidroksil veya organik grupların uzaklaştırılması sonucu, gözenek konsantrasyonu artmakta, jeller kurutulurken bu gözenekler iç içe girerek büzülebilmekte ve daralabilmektedir.
- Kullanılan malzeme sağlığa zararlı olabilir.
- İşlem esnasında malzeme kaybı fazladır. İstenmeyen, fakat ortamda oluşabilen hidroksil ve organik kalıntıların ayrılmasının zorluğu (Sevimli 2011).

2.1.5. Sol-Jel prosesinin kullanım alanları

Sol-jel prosesi, kompozit, film, elyaf, cam, seramik, kaplama maddeleri ve anorganik-organik polimerlerin sentezinde kullanılan bir prosestir. Sol-jel prosesinin uygulama alanlarını sıralayacak olursak bunlar;

- Sol-jel kaplamalar
- Organik gruplarla modifiye edilmiş sollar
- Elektroseramikler
- Cam ve seramik
- Mikroküreler
- Fiberler
- Refraktörler
- Elektronik meteryaller
- Biyomateryaller
- Kompozit materyaller
- Filtre ve membran

2.2. Elektrospinning Yöntemi

2.2.1. Elektrospinning yönteminin tarihçesi

Bugün bilinen elektrospinning işleminden önce onun tarihsel gelişimini ve kökenindeki temelleri bilmeliyiz. Elektrospinning işleminin temelleri yaklaşık olarak 400 yıl öncesine; “Elektro-hidro dinamik atomizasyon ya da püskürtme (Electrohydrodynamic atomization or spraying (EHD)) olarak bilinen, bir sıvı damlasına elektrik uygulanması işlemine dayanır. Kapilerin ucunda bulunan yarı küresel damlaya elektrik verildiğinde; damlanın yüzey gerilimini yenerek bir koni şeklini aldığı ve hemen ardından da ufak damlalara ayrılan bir jet halinde kapilerden ayrıldığı belirlenmiştir (Çakmakçı 2009).

Yaklaşık 370 yıl önce William Gilbert, elektriksel olarak yüklü bir kehribarla arasında uygun mesafe bulunan kuru bir yüzey üzerindeki küresel su damlacığının konik forma geldiğine dikkat çekmiştir. Bu durum elektrostatik çekim (electrospinning) ve elektrostatik spreyleme (electrospraying) hikâyesinin de başlangıcı olmuştur (Daşdemir 2006).

1745'te Bose; elektro-hidrodinamik atomizasyonu tanımlamıştır (Çakmakçı 2009). 1882'de Rayleigh, ince sıvı jetlerinin elektrik alanındaki davranışlarını ve onların kararlılık kriterlerini incelemiştir. Yaptığı çalışmalar sonucunda damlanın jete dönüşmesi için gereken yükü hesaplamıştır. Bu olay için kritik nokta denklemini ise;

$$q^2 = 64\pi^2 \epsilon_0 \gamma a^3 \quad (2.5)$$

olarak vermiştir.

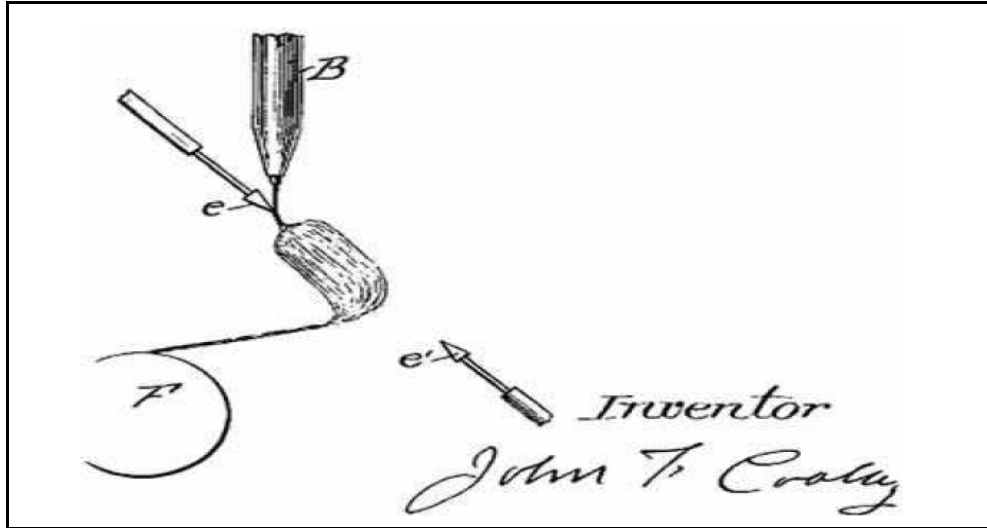
Burada;

a = damlanın çapını

q =damladaki yük

ϵ_0 = uzayın iletkenlik sabiti

γ =yüzey gerilimini ifade etmektedir (Kozanoğlu 2006).



Şekil 2.4. Elektrosinning Yöntemine Ait İlk Patent

Yönteme dair ilk patent 1902 yılında J. F Cooley tarafından selüloz nitratın aseton ya da eter içindeki çözeltisiyle alınmıştır. Kullanılan düzenek Şekil 2.4. de verilmiştir (Çakmakçı 2009).

1914 yılında Zeleny, damla ucundaki (meniscus) elektrik yükü yoğunluğunu basınçlı sıvı kolonunun yüksekliğine bakarak tespit etmiştir. Burada, elektrik yüklü damla ucunun elektrik alan sayesinde mekanik bir kuvvet uygulayarak sıvı kolonunu yükselteceği varsayılmıştır.

Ayrıca, Zeleny damla ucunda meydana gelen deformasyonları da incelemiş ve 1915 yılında da damladan jete geçiş durumunu incelemiş ve Lord Rayleigh ile aynı sonuçları elde etmiştir. Düşük moleküler ağırlığa sahip bir sıvı kullanarak püskürme olayını (spray olgusu) fotoğraflarla desteklemiştir. Bu fotoğraflardan anlaşılan ise alkole göre daha yüksek bir yüzey gerilimine sahip olan suyun damladan jete geçiş konumuna gelebilmesi için alkole nazaran daha yüksek bir gerilime ihtiyaç duyduğudur. 1917 yılında ise Zeleny, ilk defa elektriklenmiş sıvı yüzeylerinin hızlı elektro-hidrokinamik çarpmasını gözlemlemiştir. Gözleminin sonucunda oluşan spreyn çözücünün yapısının, yüksek voltajın ve borunun ucundaki sıvı basıncının bir fonksiyonu olduğunu belirlemiştir (Kozanoğlu 2006).

Çizelge 2.1. Elektroçekim Patentlerinin Kronolojik Gelişimi

1902	Cooley, J.F.	U.S. pat. # 692,631
1902	Morton, W.J.	U.S. pat. # 705,691
1903	Cooley, J.F.	U.S. pat. # 745,276
1934-1944	Formhals, A.	U.S. pat. # 1,975,504; 2,077,373; 2,109,333; 2,116,942; 2,123,992; 2,158,415; 2,158,416; 2,160,962; 2,187,306; 2,323,025; 2,349,950
1929	Hagiwara, K.	U.S. pat. # 1,699,615
1936	Norton, C.L.	U.S. pat. # 2,048,651
1939	Gladding, E.K.	U.S. pat. # 2,168,027
1943	Manning, F.W.	U.S. pat. # 2,336,745
1966	Simms, H.L.	U.S. pat. # 3,280,229
1976	Simms, W. ve diğ.	U.S. pat. # 3,944,258
1977/1978	Martin, G.E. ve diğ.	U.S. pat. # 4,043,331; 4,044,404; 4,127,706
1978	Simms, W. ve diğ.	U.S. pat. # 4,069,026
1980	Fine, J. ve diğ.	U.S. pat. # 4,223,101
1980/1981	Guignard, C.	U.S. pat. # 4,230,650; 4,287,139
1982	Bornat, A.	U.S. pat. # 4,323,525
1985	How, T.V.	U.S. pat. # 4,552,707
1987	Bornat, A.	U.S. pat. # 4,689,186
1989	Martin, G.E. ve diğ.	U.S. pat. # 4,878,908
1991	Berry, J.P.	U.S. pat. # 5,024,789
2000	Scardino, F.L. ve Balonis, R.J.	U.S. pat. # 6,106,913
2004	Chu, B. ve diğ.	U.S. pat. # 6,713,011

1934 yılına gelindiğinde elektrostatik gücü kullanarak polimer filament üretimi yapımı Formhals tarafından patentleşmiştir. Formhals çalışmalarının ilk sıralarında bir takım problemlerle karşılaşmış fakat 1940'larda yalnızca bu problemlerin üstesinden gelmemiş ayrıca çoklu polimerler kullanarak birbirine paralel şekilde uzanan kompozit elyaflar üretmiştir (Yener 2010).

1952'de ise Vonnegut ve Neubaunen tek dağılımlı damlaların, 1,0-0,1 mikrometre aralığında sağlanabileceğini göstermiştir (Çakmakçı 2009).

1960'lı yıllarda Taylor tarafından yapılan çeşitli çalışmalarda, elektriklenmiş sıvıların temel teorik prensipleri açıklanmıştır (Hohman 2001).

Bu çalışmalardan bir tanesinde, iki sıvı arasındaki koni ara yüzün elektrik alan içerisinde dengede olduğu gösterilmiştir. Taylor'un çalışmalarında elektrik alan etkisi altında sıvı yüzeyi yüklenmiş ve karşılıklı yüklerin birbirlerini itmesi ile bir dış kuvvet oluşmuştur. Eşik değerini geçtikten sonra elektrostatik kuvvetle, sıvı damlacığı bir koni şeklini almış ve fazla yükler koninin ucunda oluşan yüklenmiş jetten dışarı çıkmıştır. Taylor, elektriksel kuvvetin yüzey gerilimine eşit olduğu bu kritik noktada koni oluştuğunu ve bu koninin yarım açısını $49,3^\circ$ olduğunu tahmin etmiştir. Bu tahminleri yaptığı deneylerle paralellik göstermiştir (Rangkupan 2002).

Maksimum kararsızlık halindeki kritik voltaj (V_c) değerinin denklemi, Taylor tarafından 1969'da verilmiştir.

$$V_c^2 = 4(H^2/L^2) * (\ln(2L/R) - 1,5) * (1,3\pi R \sigma) * (0,09) \quad (2.6)$$

Burada;

H: elektrotlar arası mesafe (cm),

L: kılcal borunun uzunluğu (cm),

R: kılcal borunun yarıçapı (cm) ve

γ : yüzey gerilimi (dyne/cm) dir.

Hendricks ve Schneider iletken bir damlacık için yüzey gerilimi ve elektrik kuvvetin etkisindeki denge durumunu hesaplamıştır. Kritik voltaj değeri için bir formül geliştirmişlerdir. Elde edilen sonuçlar Taylor'un hesapları ile örtüşmektedir (Kozanoğlu 2006).

$$V=300\sqrt{20\pi\gamma r} \quad (2.7)$$

1966'da Simons lif üretimi için bir metod ve düzenek geliştirmiştir. Düzenekte, selüloz esterleri ve eterleri, vinil reçineler, akrilik reçineler, PS, PU ve PC gibi polimerler ile CHCl_3 , aseton, metiletil keton ve metilizobütil keton gibi çözücüler kullanılmıştır.

1971'de Baumgarten, difenilformamid çözeltisinde %93,6 akrilonitril, %6 metil akrilat ve %0,4 sodyum stirenden oluşan bir terpolimerden lifler elde etmiştir. Yaptığı analizler sonucu; viskozite artışı ile jet uzunluğunun arttığı ve bu uzunluğa orantılı olarak fiber çapında arttığı belirlemiştir.

Martin, Cockshott ve Fildes fiberlerin elektrospinning yöntemiyle elde edildiği ve tıbbi amaçlı kullanılabilir lifli ağ yapılarını 1977'de sentezlediler (Çakmakçı 2009).

Poliolefinlerin eriyik formda elektro çekimi ile ilgili veriler, 1981 yılında Larrondo ve St. John Manley tarafından yayınlanmıştır. Bu çalışmada sıvının sıcaklığının artması dolayısı ile viskozitesinin düşmesi ile daha ince çaplarda lifler elde edildiği belirtilmiştir.

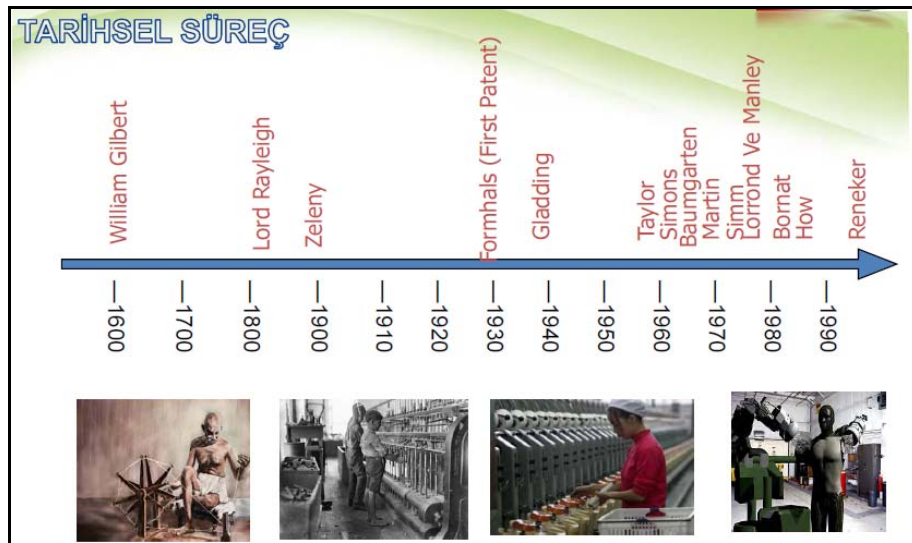
Eriyikten elektro çekim, özellikle polietilen (PE), polipropilen (PP), polietilenteraftalat (PET) ve poliamid (PA) gibi ortak bir çözücüde çözilemeyen termoplastik polimerler için önemli bir yaklaşımdır. Ancak eriyikten elektro çekimde çok yüksek sıcaklıklara

(genellikle 200°C'nin üzerinde), çözeltiden çekime kıyasla çok yüksek elektrik alana ihtiyaç duyulur ve genellikle vakum altında gerçekleştirilir (Üstündağ 2009).

1982 de Bornat, bir silindir üzerine takılıp sökülebilir bir tabaka sarmıştır ve bu mekanizmayı elektro üretimde kullanmıştır. Bornat, poliüretanın bu işlemde kullanılmasıyla meydana gelen tüp yapılarının suni kan damarı ve idrar kanalı olarak kullanılabilceğini iddia etmiştir. Bornat 1982 ve 1987 yıllarında birer patent almıştır (Mohan 2002).

How, 1985'te PU'dan sentetik damar üretimi ile ilgili patent almıştır. Polimer çözeltisi çelik bir şırınga ucundan verilir ve şırınga ucu topraklanmıştır. Sabit bir yönle şırınga bir piston ile itilir ve polimer püskürtülür. -12 kV potansiyel toplayıcı silindire uygulanır. Bu icadın özelliği, silindirin dönüş hızının 2000 ile 20000 rpm (dakikadaki dönüş sayısı) dönüş hızı aralığında kontrol edilerek istenen derecede anizotropi kazandırılabilmesidir. Çünkü doğal damarlar genellikle anizotropdur.

1995 yılına gelindiğinde ise Reneker ve Doshi tarafından "Elektrospinning" yöntemi popüler hale getirilmiştir ve birçok organik polimerin başarılı bir şekilde bu yöntemle uygun bir şekilde kullanılabilceği gösterilmiştir (Çakmakçı 2009).



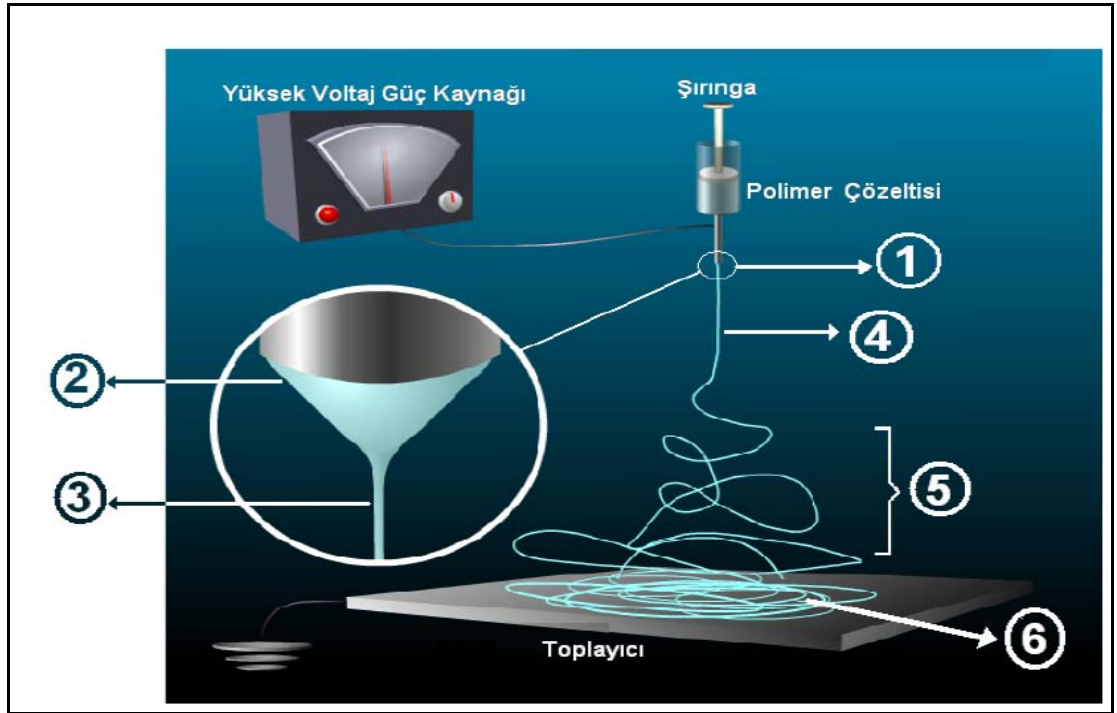
Şekil 2.5. Elektrospinning Yönteminde Tarihsel Süreç

2.2.2. Elektrosinning prosesinin modellenmesi

Elektrosinning düzeneğinde temel olarak 4 ana eleman bulunur.

Bunlar;

- Yüksek voltaj güç kaynağı
- Besleme ünitesi (şırınga, metal uçlu iğne vs.)
- Toplayıcı (döner silindir, plaka, disk vs.)
- Sıvı polimer (çözelti ya da eriyik)



Şekil 2.6. Elektrosinning Prosesinin Şematik Gösterimi

Eriyik ya da çözelti halindeki sıvı polimer, kılcal bir borudan beslenir. Bir yüksek voltaj güç kaynağı vasıtası ile polimer çözeltilisine çok yüksek değerlerde voltaj uygulanır. Böylece iğnenin ucunda asılı kalan çözelti damlacığının yüzeyi elektriksel olarak yüklenir. Uygulanan voltaj arttıkça polimer damlacığı, koni formunu (Taylor konisi)

alır. Voltaj kritik bir değere ulaşır damlacıktaki yüklerin itme kuvvetleri, yüzey gerilimi kuvvetlerini yendiğinde Taylor konisinin ucundan ince bir jet baş gösterir ve jet yüzeyindeki aynı elektriksel yüklerin birbirini itmesi ilkesinden hareketle jet uzayıp incelerek topraklanmış toplayıcıya doğru ilerler. İlerleme esnasında bu polimer jeti, önce kararlı daha sonra kararsız (spiral) bir yol izler. Bu esnada, içindeki çözücü buharlaşır ve ardında nano boyutta çaplara sahip yüklü bir polimerik lif bırakır. Oluşan bu sürekli nanolifler, toplayıcı plaka üzerinde rastgele konumlanır ve bir dokusuz yüzey oluşturur (Üstündağ 2009).

Elektrospinning'in aşamaları;

1. Damlacık oluşumu,
2. Taylor konisi oluşumu,
3. Elektro çekim jetinin oluşumu,
4. Kararlı bölgede jetin uzaması,
5. Kararsız bölgenin oluşması (whipping instability)
6. Lif formunda katılaşma

2.2.2.a. Damlacık oluşumu

Elektro çekim metodunun ilk aşamasında eriyik ya da çözelti formundaki sıvı polimer, bir iğne, düze veya kılcal boru ucundan çok düşük hızlarda çekim bölgesine beslenir. Herhangi bir elektrik alan uygulanmadığı durumda kılcal boru ucunda bir damlacık oluşur ve yer çekiminin etkisi ile damlacık düşer. Bu durumda damlacığa etki eden sadece iki kuvvet vardır. Bunlardan biri sıvının yüzey gerilimi (γ) ve yer çekimi kuvveti (Fg)'dir. Damlacığın yarıçapı r_0 ve kılcal borunun iç yarıçapı R ise;

$$r_0 = (3R\gamma / 2\rho g)^{1/3} \quad (2.8)$$

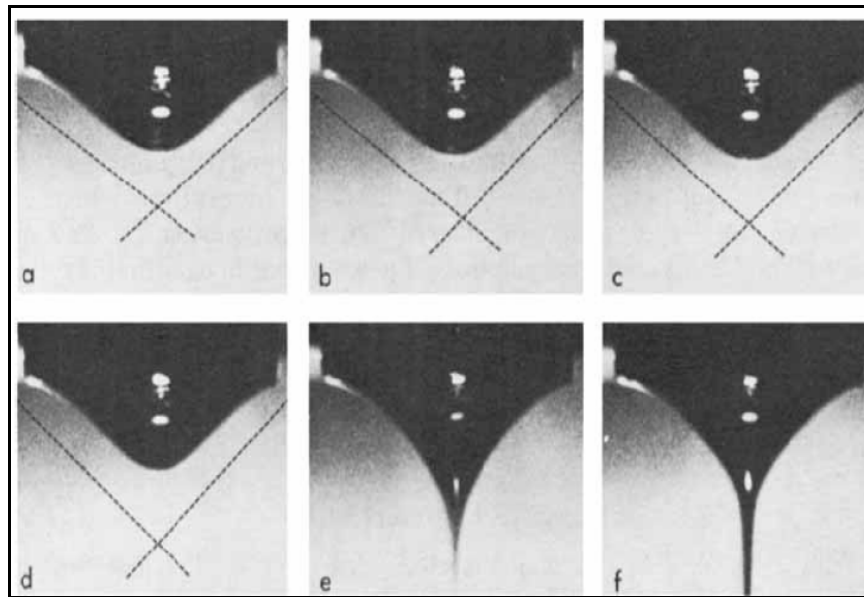
denklemini elde edilir. Burada, ρ , sıvının yoğunluğu ve g , yer çekimi sabitidir.

Elektrik alan uygulanmaya başladığında henüz düşük seviyelerdeyken de bu damlama rejimi devam edebilir. Sıvı polimer belirli bir elektrik iletkenliğine sahipken çözeltiliye yeteri kadar yüksek voltaj uygulandığında elektrik kuvveti FE , yerçekimi kuvveti Fg ile birlikte kılcal yüzey kuvvetlerine karşı etki eder ($F\gamma = FE + Fg$) ve kılcal boru ucundaki sürdürülebilir damlacık yarıçapı r 'ye düşer ($r < r_0$) (Üstündağ 2009).

2.2.2.b. Taylor konisi oluşumu

Kılcal boru ucunda asılı duran çözeltili damlacığı, yüzey gerilimi kuvvetlerinin etkisi ile kritik bir voltaj değerine kadar küresel formda bulunur. Uygulanan voltaj kritik bir değere ulaştığı anda, elektrostatik kuvvetler yüzey gerilimi kuvvetlerine eşitlenir. Bu noktada polimer damlası şekil değiştirerek koni biçimini alır. Bu koniye *Taylor konisi* denir. Şekil 2.7'de polimer damlasının artan voltaj etkisiyle yarı küresel damladan (a), Taylor konisine geçişi (b,c), Taylor konisindeki şekli (d) ve Taylor konisinden bir jet halinde çıkışı verilmiştir.

Taylor'ın koni üzerine yaptığı çalışmada bulduğu kritik voltaj değerindeki yarı koni açısı $49,3^\circ$ dir.



Şekil 2.7. Damlanın İlerleyerek Taylor Konisine Dönüşümü ve Jet Oluşumu

2.2.2.c. Jet oluşumu

Polimer damlası Taylor konisi halini aldıktan sonra voltajdaki çok küçük bir artışla birlikte koni ucundan bir jet fıskırır (Kozanoğlu 2006).

2.2.2.d. Kararlı bölgede jetin uzaması

Polimer çözeltisine uygulanan voltaj, kritik voltaj değerini (V_C) geçtiği anda aniden jet başlangıcı gerçekleşir. Oluşan polimer jetinin yüzeyindeki yüklerin coulomb itme kuvvetleri, jeti toplayıcıya doğru uzatan aksenal bir bileşene sahiptir. Yapılan akışkan hızı ölçümleri göstermiştir ki, Taylor konisinden uzaklaştıkça jet hızının yanı sıra jet hızının varyansı da artış göstermektedir. Yani Taylor konisinden baş gösteren jet, gittikçe hızlanarak bir müddet lineer bir yolda seyretmektedir. Bunun sonucu olarak jet çapı, jetteki uzama ve çözücünün buharlaşmaya başlamasına bağlı olarak hızla düşmektedir. Jetin incelmesi ile jetin birim alandaki yüzey yükü azalırken birim kütledeki yüzey alanı artmaktadır (Üstündağ 2009).

2.2.2.e. Kararsız bölgenin oluşması (Whipping kararsızlığı)

Bu aşamada çeşitli kararsızlıklar oluşur. Bir miktar mesafe sonrası koniden fırlayan jet toplayıcıya doğru, jetin içindeki yüklerden kaynaklanan itici elektrostatik kuvvetlere bağlı olarak bazı bükülme kararsızlıkları ile hızla uzamaya devam eder. Ardından jetin birçok başka jete bu bükülme kararsızlığından ötürü ayrıldığına inanılmaktadır. Jetin aynı anda uzaması nedeniyle fiber çapının azalması ve çözücünün buharlaşması ile de yüzey alanını artması gerçekleşir. Eksen simetrik olmayan ya da whipping kararsızlığı olarak bilinen durumun jet çapını azatlığı gösterilmiştir (Çakmakçı 2009).

2.2.2.f. Lif formunda katılaşma

Polimer jeti kararsız bölgede ilerlerken jet alanının inanılmaz derecede artmasıyla kütle hızları da çok artmakta ve bu esnada çözelti içerisindeki çözücünün buharlaşması

gerçekleşmektedir. Jetin kararsızlık bölgesinden geçtiği süreç aynı zamanda çözücünün buharlaşma hızı ile kontrol edilir. Yüksek buharlaşma hızında bir çözücü kullanıldığında jetin uzama viskozitesi, deformasyonu sağlamak için fazla yüksek kalacak, whipping kararsızlığı kısa sürecek ve buna bağlı olarak daha kalın nanolifler elde edilecektir. Kullanılan çözücünün uçuculuğu, lif çapını kontrol etmede anahtar rol oynar. Uygun bir çözücünün seçimi, uygun proses parametrelerinde ultra ince nanoliflerin elde edilmesini sağlar (Üstündağ 2009).

2.2.3. Elektrospinning yöntemine etki eden parametreler

2.2.3.a. Çözelti özellikleri

Polimer çözeltisinin özellikleri, elektro çekim prosesini ve oluşan lifin morfolojisini etkileyen en önemli parametredir. Yüzey gerilimi, nanolifli yüzeylerde en sık karşılaşılan sorunlardan biri olan boncuk oluşumunda önemli bir rol oynar. Çözelti viskozitesi ve elektrik özellikleri ise polimer jetinin uzama ve gerilme kapsamını tanımlar. Bunlar da sırayla, oluşan elektrospun liflerin çapı üzerinde etkiye sahiptir (Üstündağ 2009).

a. Moleküler ağırlık ve viskozite: Çözelti viskozitesinin, başlangıç damlacık şeklinin ve jet yörüngesini etkilediği tespit edilmiştir. Artan çözelti konsantrasyonunun daha büyük çapta lif üretimini sağladığı bulunmuştur. Baumgarten ise splaying olayının varlığı ile atmosfer şartlarını tanımlamıştır (Kaya 2009).

Çözelti viskozitesini etkileyen faktörlerden biri, polimerin molekül ağırlığıdır. Aynı polimerin farklı molekül ağırlığındaki numuneleri çözücü içerisinde çözüldüğünde genel olarak, yüksek molekül ağırlığına sahip polimerden elde edilen çözelti, düşük molekül ağırlığına sahip polimerin çözeltisinden daha yüksek viskoziteye sahip olur. Yani polimerin molekül ağırlığı arttıkça oluşturduğu çözeltinin viskozitesi de artar (Üstündağ 2009).

b. Yüzey gerilimi: Elektro-eğirme sırasında fiber üretiminin gerçekleşebilmesi için elektrostatik kuvvetlerin yüzey gerilim kuvvetini yenmesi gerekir. Ayrıca yüzey gerilim kuvveti üretim sırasında boncuk oluşumuna da neden olabilir. Çözücü moleküllerinin konsantrasyonunun yüksek olduğu bölgelerde yüzey gerilim kuvvetinin etkisi ile moleküller bir araya toplanarak küresel şekil meydana getirirler. Yüksek viskoziteye sahip çözeltide çözücü molekülleri ile polimer molekülleri arasındaki etkileşim nedeni ile boncuk oluşumu engellenmiş olur (Süslü 2009).

c. Çözelti iletkenliği: Çözelti iletkenliği elektrospun lif çapını yüksek oranda etkileyen diğer bir polimer çözeltisi özelliğidir. Çözeltinin iletkenliği; çözeltinin bir elektrik akımı taşıma kabiliyeti olarak tanımlanabilir bundan dolayı iletkenlik bir polimer çözeltisinin elektrospinning sırasında hareket oranını etkiler. Bazı çalışmalar daha yüksek iletkenliğe sahip çözeltilerin daha ince çapta lif oluşturduğunu bulmuştur. Daha küçük çaplar daha yüksek yük yoğunluğu olarak bilinir. Fakat bazı araştırmalar daha yüksek iletkenliğin daha büyük lif çapı elde edildiği hipotezini desteklemiştir (Yener 2010).

d. Dielektrik: Çözücünün dielektrik sabiti elektrospinning üzerinde önemli bir etkiye sahiptir. Genellikle çok yüksek bir dielektrik özelliğe sahip çözeltilerden oluşan liflerin boncuklu yapısı ve çapı azdır. Elektrospinning jetin esneklik kararsızlığı da yüksek dielektrik değeriyle artar. Bu, liflerin birikme alanının artmasıyla gösterilir. Ayrıca jet yolunun arttırılmasına bağlı olarak lif çapını azaltmaya yönelik bir olanak olabilir (Yener 2010).

e. pH: Elektro üretim işleminde çözelti kullanıldığı zaman çözeltinin bir pH değeri vardır ki bu da işlemin parametreleri içerisinde yer almaktadır. PVA polimerinden üretilen elektro üretim yöntemi ile üretilmiş nanoliflerin pH etkisi altında çaplarını ve morfolojileri incelenmiştir. Burada %7'lik PVA çözeltisi kullanılırken pH değerleri ise 2,0 dan 12,9 aralığındadır. pH değeri 7.2 iken ortalama lif çapları 290 nm'dir. Elektro üretim ile üretilen PVA nanoliflerin artan pH değerlerinde yani bazik durumda daha düz ve ince olduğu fakat çözeltinin sürekliliğini kaybettiği ve liflerde boncuklu yapıların meydana geldiği gözlemlenmektedir. Bunun nedeni ise asidik durumlarda PVA'nın proton fazlalığından kaynaklandığıdır (Kozanoğlu 2006).

2.2.3.b. Proses parametreleri

a. Voltaj: Polimer çözeltilisine yüksek voltaj uygulanması, elektro çekim prosesinin kilit noktasıdır. Uygulanan yüksek voltaj, belirli bir elektrik iletkenliğine sahip polimer çözeltilisinin elektriksel olarak yüklenmesini sağlar ve çözeltinin topraklanmış bir toplayıcıya doğru ince bir jet halinde ilerlemesini sağlayan elektrostatik kuvvetleri oluşturur. Çözeltiye etki eden elektrostatik kuvvetler, çözeltinin yüzey gerilimi kuvvetlerini yendiğinde elektro çekim süreci başlar (Üstündağ 2009).

Elektrik alanının yoğunluğu artırıldığında yarı küresel sıvı yüzeyi iğne ucundan toplayıcıya doğru esnemeye başlar ve Taylor konisi dediğimiz konik yapıya döner. Elektrostatik itme kuvveti yüzey alanını aştığında akışkanın yüklenmiş olan jeti Taylor konisi şeklinde iğne ucundan toplayıcıya hareket eder. Jet bir toplayıcıya doğru hareket eder, esner, çözücü buharlaşır ve toplayıcı üzerinde bir nonwoven kumaş şekli oluşturur. Genellikle 6kV'dan fazla negatif ya da pozitif voltaj jet oluşumu boyunca Taylor konisi oluşturabilir. Eğer voltaj kritik bir değerin üzerine çıkarsa (polimer çözeltilisinin kimyasal oluşumuna bağlı olarak), elektrostatik kuvvet yüzey geriliminin üstesinden gelir ve ince yüklü bir jet oluşur. Jet neredeyse düz bir çizgi halinde damladan ayrılmaya başladıktan sonra, kompleks bir yol içerisinde kıvrılır ve diğer şekillerde değişir. Çözücü uçtukten sonra geriye katı nano lif kalır.

Yüksek voltajın liflerde boncuk yapıya neden olduğu bulunmuştur. Çalışmalara göre artan voltajla boncuk yapısı iğli yapıdan küresel yapıya döner (Yener 2010).

Yüksek voltaj, sadece lifin fiziksel görüntüsünü değil, aynı zamanda polimer liflerinin kristalinitesini de etkiler. Elektrostatik alan, elektro çekim süresince polimer moleküllerinin daha düzenli olmasını sağlayabilir ve böylece liflerde daha iyi kristalinite sağlar. Ancak, belirli bir voltaj civarında, liflerin kristalinitesi azalır (Üstündağ 2009).

b. Çözelti akış hızı: Çözelti akış hızı elektrospinning için gerekli çözelti miktarını belirler. Elektro-eğirme için uygun çözelti akış hızının kritik değeri Taylor konisinin kararlı olduğu değerdir. Akış hızı bu kritik değeri geçtiğinde fiber çapı ve boncuk oluşumu da artar. Megelski ve ekibi PS fiberlerin çaplarına, akış hızı artışının etkisini incelemiştir. Artan akış hızı ile fiber çapları 90 nm'den 150 nm'ye arttığını ve yapıda daha çok boncuk oluştuğunu belirlemiştir (Sevimli 2011).

c. Kılcal uç ve kollektör arasındaki mesafe: Elektrospinning'de çözeltinin uçuş zamanı elektrik alan kuvveti kadar etkilidir. İğne ucu ve toplayıcı arasındaki değişen mesafe elektrik alan kuvveti ve uçuş zamanı üzerinde direkt etkisi vardır. Bağımsız lifler oluşturmak için elektrospinning yönteminde çözücünün uçması için zamana ihtiyaç vardır. İğne ucuyla kollektör arasındaki mesafe azaltıldığında, jet kollektöre ulaşmadan önce daha kısa bir mesafeye sahip olacak. Dahası elektrik alan kuvveti aynı zamanda artacak ve bu da jetin kollektöre ivmelenmesini sağlayacaktır. Sonuç olarak çözelti kollektöre ulaştığında uçması için yeterli zaman olmayacak. Mesafe çok kısa olduğunda aşırı çözelti liflerin birleşmesine neden olur.

Boncuklu yapı iğne ucu ve kollektör arasındaki alan kuvvetinin artırılması sonucu da oluşabilir. Mesafeyi azaltmak voltajı arttırmakla aynı etkiye sahiptir. Diğer bir durumda mesafeyi arttırmak ortalama lif çapını azalmasına neden olur. Daha uzak mesafenin anlamı; çözeltinin uzayarak kollektöre ulaşmadan önce çözücünün uçmak için daha uzun bir zamana sahip olmasıdır. Fakat daha uzun mesafede lif çapının arttığı durumlar vardır. Bunun nedeni elektrostatik alan kuvvetinin azaltılmasıyla lifin daha az uzamasından kaynaklanır. Mesafe çok uzak olduğu zaman kollektör üzerinde lif oluşmaz. Bundan dolayı optimal elektrostatik alan kuvveti çözeltinin esnemesinin altına düştüğü için lif çapı artar (Yener 2010).

d. Çözelti ısısı: Çözelti sıcaklığının yüksek olması çözeltinin elektro-eğirme işlemi sırasında buharlaşma hızını artırırken viskozitesinin azalmasına neden olur. Yüksek sıcaklığa sahip çözeltilerden daha düzgün fiberler elde edilir. Artan sıcaklık, polimer moleküllerinin hareketliliğinin artmasına ve sonuçta kolombik kuvvetlerin çözeltinin gerilimini artırmasına sebep olur (Süslü 2009).

e. Kollektörün etkisi: Elektrospinning'in başlaması için kaynak ve kollektör arasında bir elektrik alanı olmak zorundadır. Bu nedenle birçok elektrospinning düzeneğinde kollektör plaka alüminyum gibi iletken materyallerden yapılır ve topraklanır böylelikle kaynak ve kollektör arasında sabit bir potansiyel fark oluşur. İletken olmayan bir kollektör kullanıldığı durumda jetler kollektör üzerine çabucak birikir ve çok az lif oluşur (Yener 2010).

2.2.3.c. Ortam parametreleri

a. Nem: Çevre koşullarından nem fiber yapısını önemli ölçüde etkilemektedir. Yüksek nemli ortamlarda gerçekleştirilen üretimlerde su moleküllerinin fiber üzerinde yoğunlaşması nedeni ile gözenekli fiber yapısı meydana gelmektedir. Nem miktarının artması oluşan gözeneklerin boyutunun ve derinliğinin artmasına sebep olmaktadır. Ortamın nemi aynı zamanda üretim sırasında çözücünün fiberden buharlaşma hızını da etkilemektedir. Nemsiz ortamlarda çözünün buharlaşma hızı daha yüksek olmaktadır (Sevimli 2011).

b. Atmosfer cinsi: Elektro çekimin gerçekleştiği ortamdaki havanın bileşimi de önemlidir. Çünkü bazı gazlar yüksek elektrik alan altında farklı davranışlar sergilerler. Örneğin helyum gazı, elektrik alana maruz kaldığında bozulur ve elektro çekimi engeller. Ortamdaki basıncın azalması genellikle elektro çekim üzerinde olumlu bir etkiye sahip değildir. Elektro çekim, atmosfer basıncından daha düşük bir basınç altında gerçekleştirildiğinde şırıngadaki çözeltinin dışarı akma eğilimi daha fazla olur ve bu durum stabil olmayan jet başlangıcına sebep olur (Üstündağ 2009).

c. Basınç: Kapalı şartlar altında basıncın elektrospinning jetin üzerinde etkisi olduğunu bulmak olasıdır. Genellikle, havadaki basıncın azaltılmasıyla elektrospinning jet proses içerisinde gelişmez. Basınç atmosferik basıncın altında olduğunda iğnedeki polimer çözeltisi iğneden dışarı akmak için büyük bir eğilime sahip olacaktır ve bu da stabil olmayan jete neden olacaktır. Basınç düştüğünde iğne ucunda çözelti çabucak köpürür.

Çok düşük bir basınçta elektriksel yüklerin direkt boşalmasına bağlı olarak elektrospinning oluşmaz (Yener 2010).

2.3. Magnezyum Boratlar ve Kullanım Alanları

Çeşitli yöntemlerle sentezlenmiş ve doğal olarak elde edilmiş farklı kompozisyonlarda çok sayıda magnezyum borat bileşiği bulunmakta ve çeşitli alanlarda kullanılmaktadır. Hidroborasit ($\text{CaMgB}_6\text{O}_{11} \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) ve szaybelyt ($\text{Mg}_2\text{B}_2\text{O}_5 \cdot \text{H}_2\text{O}$) ticari bakımdan önemli iki magnezyum borat mineralidir. Bilinen magnezyum borat mineralleri Çizelge 2.2’de liste halinde verilmektedir.

Çizelge 2.2. Bilinen Magnezyum Borat Mineralleri

Mineral Adı	Kimyasal Formülü	Molekül Ağırlığı	%B
Admontit	$\text{MgB}_6\text{O}_{10} \cdot 7(\text{H}_2\text{O})$	375,27	17,28
Aksait	$\text{MgB}_6\text{O}_7(\text{OH})_6 \cdot 2(\text{H}_2\text{O})$	339,24	19,12
Borasit	$\text{Mg}_3\text{B}_7\text{O}_{13}\text{Cl}$	392,03	19,30
Floroborit	$\text{Mg}_3(\text{BO}_3)(\text{F},\text{OH})_3$	168,72	6,41
Halugrit	$\text{Mg}_2[\text{B}_4\text{O}_5(\text{OH})_4]_2 \cdot (\text{H}_2\text{O})$	449,16	19,25
Hungchaoit	$\text{MgB}_4\text{O}_5(\text{OH})_4 \cdot 7(\text{H}_2\text{O})$	341,68	12,66
İnderit	$\text{MgB}_3\text{O}_3(\text{OH})_5 \cdot 5(\text{H}_2\text{O})$	279,85	11,59
Kanavesit	$\text{Mg}_2(\text{CO}_3)(\text{HBO}_3) \cdot 5(\text{H}_2\text{O})$	258,51	4,18
Kotoit	$\text{Mg}_3\text{B}_2\text{O}_6$	190,53	11,35
Kurnakovit	$\text{MgB}_3\text{O}_3(\text{OH})_5 \cdot 5(\text{H}_2\text{O})$	279,85	11,59
Mcallisterit	$\text{Mg}_2\text{B}_{12}\text{O}_{14}(\text{OH})_{12} \cdot 9(\text{H}_2\text{O})$	768,55	16,88
Pinnoit	$\text{MgB}_2\text{O}_4 \cdot 3(\text{H}_2\text{O})$	163,97	13,19
Preobrazhenskit	$\text{Mg}_3\text{B}_{11}\text{O}_{15}(\text{OH})_9$	584,88	20,33
Shabinit	$\text{Mg}_5(\text{BO}_3)\text{C}_{12}(\text{OH})_5 \cdot 4(\text{H}_2\text{O})$	408,34	2,65
Suanit	$\text{Mg}_2\text{B}_2\text{O}_5$	150,23	14,39
Sülfoborit	$\text{Mg}_3\text{B}_2(\text{SO}_4)(\text{OH})_8(\text{OH},\text{F})_2$	361,67	5,98
Szaybelyt	$\text{MgBO}_2(\text{OH})$	84,12	12,85
Wightmanit	$\text{Mg}_5(\text{BO}_3)\text{O}(\text{OH})_5 \cdot 2(\text{H}_2\text{O})$	317,40	3,41

Yapay olarak üretilen magnezyum boratlar $MgO.B_2O_3.nH_2O$, $MgO.3B_2O_3.nH_2O$, $2MgO.B_2O_3.nH_2O$, $2MgO.3B_2O_3.nH_2O$ gibi çok çeşitlibileşimlerde sentezlenmekte ve kullanılmaktadır. Bu tür bileşikler, kloropinnoit ($2 MgO.2 B_2O_3.MgCl_2.14H_2O$) bileşiği kullanılarak doygun çözeltilerden sıcaklık ve pH kontrolü altında kristallendirme veya çeşitli magnezyum ve bor bileşiklerinin sulu veya susuz ortamlarda etkileştirilerek çöktürülmesi sonucunda elde edilmektedirler. Szaybelyit ve borasit gibi bor mineralleri ve tuzlu göllerden kolaylıkla kazanılabilen kloropinnoit bileşiği en fazla oranda Çin'de bulunduğu için magnezyum boratların sentezine yönelik çalışmaların çoğu bu ülkede yapılmaktadır (Yılmaz 2005).

Magnezyum borat bileşik ve mineralleri hem magnezyum hem de bor kaynağı olarak, başka rafine boratlar ve metal boratlar yerine sıkça kullanılmaktadır. Genel olarak; magnezyum ve bor içeriğinden dolayı toprağın pestisitlerden arındırılmasında, süper iletken magnezyum diborür üretiminde, aşınma ve sürtünmeyi azaltıcı olarak yağ katkılanmada, metal yüzeyleri için yalıtkan kaplama üretiminde, ısıya duyarlı renk değiştirici mürekkep yapımında, korozyon önleyici katkı olarak boyalarda, kontak lens yıkama sularında, deterjan bileşimlerinde ve alev geciktiricilerde kullanılmaktadır.

Ayrıca sentez yoluyla magnezyum boratlar dozimetrelerde termolüminesans malzeme olarak kullanılmaktadır. $Mg_3B_2O_6$, $Mg_2B_2O_5$ ve MgB_2O_4 bileşikleri hidrokarbon çevirimlerinin katalizinde, lüminesans malzeme olarak fluoresans boşalım lambalarında, fluoresans malzeme olarak katot ısı tüplerinde ve X-ışını ekranlarında, elektro-indirgen ya da destek malzemesi olarak plastik üretiminden güncel ya da potansiyel uygulama alanları bulunmaktadır.

Magnezyum borat bileşikleri, borik asit içeren radyoaktif atıkların giderilmesinde de kullanılmaktadır. Eski dönemlerde bu amaçla sadece çimento kullanılmasına karşın güncel olarak çimentonun yerini yavaş yavaş magnezyum borat bileşikleri almaktadır. Yeni yöntemde, atık çözeltilerine MgO veya $Mg(OH)_2$ bileşikleri eklenince bileşimi tam olarak bilinmeyen jelimsi bir magnezyum borat oluşmakta ve karıştırılan bu jele sırasıyla çimento, CaO veya $Ca(OH)_2$ eklenerek ürünün katılaşması sağlanmaktadır.

Sonuç olarak, çözünen radyoaktif atıkların miktarı azalmakta ve katı atığın her hangi bir depolama bölgesine nakliyesi kolaylaşmaktadır (Ay 2006).

Magnezyum boratlar, potansiyel uygulamalar, fosforun ısı ışıltaması ve hidrokarbonların çevriminde faydalı bir katalizör olarak anti aşınma ve anti korozyon gibi çok yönlü olması sebebi ile oldukça dikkate alındı. Nanorods, nonowires, nanobeltsvenanotüplersentezleri $Mg_2B_2O_5$ ve $Mg_3B_2O_6$ malzemelerin hazırlanması için yayımlanan yöntemler arasında yaygındır (Dosler 2009).

Magnezyum borat mükemmel mekanik ve termal özellikleri gösteren çok önemli bir seramik malzemedir. Magnezyumboratnano yapıları son zamanlarda çeşitli nanorods, nanoteller, nanobelts, nanopartiküller ve nanotüpler gibi termal buharlaştırma, kimyasal buhar biriktirme gibi farklı sentez teknikleri ile imal edilmiştir. Kontrollü bir ebatta nanopartiküllerin sentezi, yeni elektronik ve optik özellikleri, şekil sonuçları birçok elektronik ve optoelektronik uygulamalar için uygundur (Kumari 2009).

2.4. Literatür

Xu *et al.* (2008), Güncel araştırmalarda, süper kritik şartlardaki solvothermal metod tarafından başarılı bir şekilde tek kristalli triklinik $Mg_2B_2O_5$ ve baklava biçimli $Mg_3B_2O_6$ nano çubukların üretimi yapılmıştır. Sentezlenmiş ürünlerin detaylandırılmış mikroyapıları, X-ışını kırınımı, elektron mikroskopinin taranması (SEM), elektron mikroskopinin iletimi ve X-ışını foto-elektron spektroskopisi tarafından karakterize edilmiştir. Ürünlerin morfoloji ve fazlarının güçlü bir şekilde reaksiyon şartları, Mg/B oranı gibi, sıcaklık, reaksiyon süresi ve çözücüye bağlı olduğu bulunmuştur. $Mg_2B_2O_5$ nano-çubukların oluşum prosesi, farklı reaksiyon aşamalarının SEM gözlemleri üzerine örneklendirilmiştir. Bu teknik ayrıca diğer nano yapısal malzemelerin farkına varmada büyük potansiyellere sahip olabilir.

Li *et al.* (2012), Tek boyutlu mikro/nanorods magnezyum borat ($Mg_2B_2O_5$), cetyltrimethylammonium bromide (CTAB) ile yumuşak bir kalıp olarak sentezlendi.

CTAB olmadan hazırlanan ürünler $Mg_2B_2O_5$ nanopartükülleri ve iğneleridir. Ancak, yumuşak bir kalıp olarak kullanılan CTAB ürünleri $Mg_2B_2O_5$ iplikleridir.(Çapları: 200 ± 10 nm, uzunluk: 1-2 μm). Oluşum mekanizması tartışılmıştır. Buna ek olarak, $Mg_2B_2O_5$ deneysel ve teorik raman spektrumları ilk kez bildirilmiştir ve $Mg_2B_2O_5$ kristallerinin mümkün olan titreşim modları, hesaplama sonuçlarına göre ayrılmıştır.

Yuh *et al.* (2006), Elektrospinning, polimer, seramik ve kompozit içeren çeşitli malzemelerin liflerini çizmek için çok amaçlı bir prosestir. Biz burada kompleks seramik oksit malzemelerin sentezindeki uygulamasını gösterdik. Elektrospinning yoluyla sentezlenen $BaTiO_3$ nanoliflerinin morfolojisi ve faz oluşumu ısı işlem koşullarının bir fonksiyonu olarak incelenmiştir. Tamamen kristalize $BaTiO_3$ nanolifleri ile perovskit yapı 750 °C de tavlama sonrası elde edildi ve yaklaşık 30 nm tane boyutunda görüldü. Liflerin tetragonal kristal yapısı XRD’de tam tepe noktada pik verdi. (Hesaplanan c/a oranı =1.007), ve Raman spektroskopisi tarafından doğrulandı. Ayrıca elektrospinning liflerinin ısı davranışlarının artması, 50 nm çapında ve 1 μm uzunluğuna kadar olan tek kristalli $BaTiO_3$ nanoliflerini üretir.

Wang *et al.* (2005), Tavlama prosesi tarafından takip edilen sol-jel prosesi ile tek kristal alüminyum borat ($Al_4B_2O_9$ ve $Al_{18}B_4O_{33}$) nanotel üretilmeye çalışıldı. 750 °C de tavlansarak sentezlenen $Al_4B_2O_9$ nanotellerinin çapı 7 ve 17 nm aralığında uzanmaktadır ve $Al_{18}B_4O_{33}$ nanotelleri 1050 °C tavlama da 38 nm civarında sentezlendi. Bilinen gaz-sıvı-katı (VLS) mekanizmasının yerine nanotellerin büyüklüğünü açıklamak için self katalitik mekanizması kullanıldı.

Wang *et al.* (2012), Graphen oksit (GO), PVA seyreltik sulu çözeltisi içerisinde iyi bir şekilde dağıldı ve daha sonra karışım, GO/PVA kompozit nanolifleri içinde elektrospun yapıldı. Elektron mikroskopisi ve Raman mikroskopisi hazırlandı ve kalsine örnekleri nanolifler içinde GO levhalarının düzgün dağılımını doğruladı. Nanoliflerin mekanik ve termal özellikleri farklı GO dolgu içeriği ile önemli ölçüde değişmektedir. Saf PVA ile karıştırılan GO/PVA kompozit nanoliflerinin bozulma sıcaklıkları 38-50 °C düştü. Çok az 0.02 wt % GO yüklemek nanoliflerin çekme direncini 42 kat artırır.

Öztaş *et al.* (2009), Çözeltide yanma sentezi ve Geleneksel Seramik prosesi $Mg(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$ ve H_3BO_3 de magnezyum piroboratın ($Mg_2B_2O_5$) hazırlanması için uygulanmıştır. Ürünlerin yapısal ve morfolojik özellikleri XRD VE FT-IR spektroskopisi ölçümlerinin yanı sıra SEM ve BET teknolojileri de incelenmiştir. Ürünlerin özelliklerine sentez koşullarının etkisi B/Mg mol oranı ve CCP reaksiyon süresi optimize edilerek ve SCS yakıt miktarı optimize edilerek iyice araştırılmıştır. Saf $Mg_2B_2O_5$, 3:1 mol oranında B/Mg uygulanarak CCP termal işlem tarafından elde edildi. Yakıt SCS yüksek kristalize formda arzu edilen ürünü elde etmek için stokiometrik şartlara yakın olması gerektiği bulunmuştur. Her iki yöntemle elde edilen $Mg_2B_2O_5$ örnekleri benzer yapısal özelliklere sahiptirler fakat farklı morfolojiler sergilemişlerdir.

Anbarasan *et al.* (2010), Polivinil alkol (PVA) 80 °C'de sulu bir ortam içerisinde katalizör olarak Sb_2O_3 varlığında nitrojen atmosferi altında iki farklı kimyasal madde ile yapısal olarak değiştirildi. FT-IR ve NMR Spektrumu, PVA'nın yapısal modifikasyonunu doğruladı. DSC ve TGA modifiye olan PVA'nın yapısal ve termal özelliklerini gösterdi. Üre modifiye PVA, saf PVA'dan daha yüksek güçte mekaniklik sergiledi. Olefein ve keton oluşumu, FT-IR göreceli yoğunlukları suyun yoğunluğu arttıkça artmıştır.

Doşler *et al.* (2009), Tek fazlı $Mg_3B_2O_6$ ve $Mg_2B_2O_5$ seramikleri sentezlendi ve sonra yapısal ve dielektriksel olarak karakterize edildi. En yüksek Oxf değeri 230,900 GHz, 1000 - μm tanecik ve %97 yoğunlukta $Mg_3B_2O_6$ seramiği için elde edildi. $Mg_2B_2O_5$ seramiği için oldukça düşük Oxf değerleri (10,000-32,000 GHz) belirlendi. $Mg_3B_2O_6$ ve $Mg_2B_2O_5$, dielektrik sabiti (ϵ) 7.2 ve sırasıyla 6.2-7.0 sergiledi. Her iki seramikte rezonant faktörünün frekansı -18 ve -45 ppm/ °C olduğu görüldü.

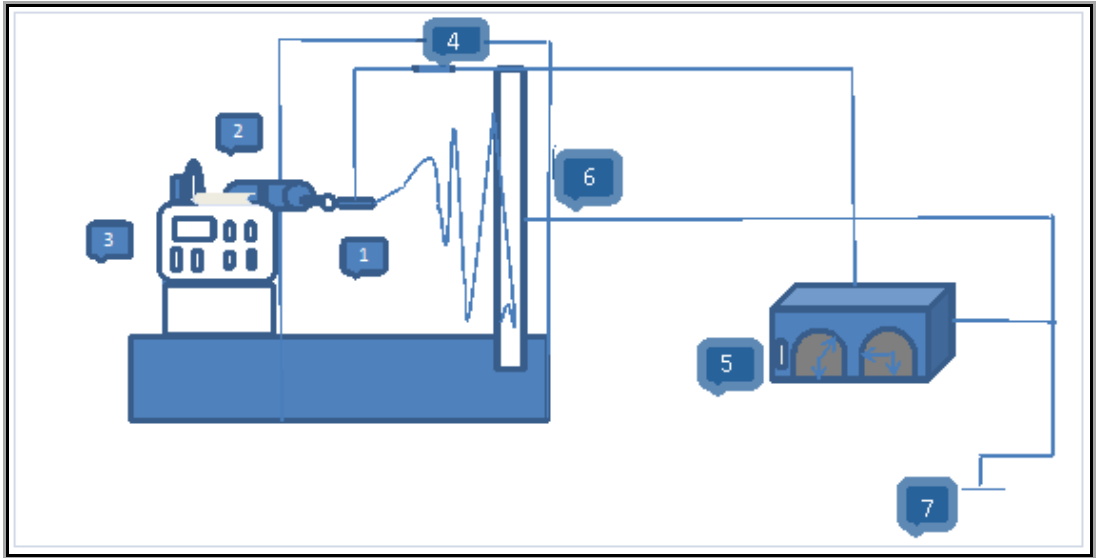
Kumari *et al.* (2009), Magnezyumborathidroksit (MBH) nano-telleri, farklı yüzey aktifler ile tek bir adımda hidrotermal işlem kullanılarak sentezlenmişti. MHB nano-tellerinin morfolojisi ve yapısına sahip yüzey aktiflerin etkisi araştırılmıştır. X-ışını difraksiyonprofilolarak sentezlenmiş malzemenin tek faz,monoklinik $MgBO_2(OH)$ sahip olduğunu teyit etmiştir.Farklı MBHnanotellerinin büyüklüğü ve şekli varyasyonlar

yüzey morfolojisi analizine dayalı olarak tartışılmıştır. 4 saat boyunca 500°C'de MBH nano tellerinin tavlanması kristal yapısı ve yüzey morfolojisi üzerinde önemli bir etkiye sahiptir. Yüzey aktif olmaksızın sentezlenen MHB nanotelleri UV-vis absorpsiyon spektrumları düşük dalga boyunun olduğu bölgede absorpsiyonun arttığı görülmüş ve optik bant boşlukları optik bant kenar parsellerden tahmin edilmiştir. Yüzey aktif maddeli olarak ve yüzey aktif maddesiz üretilen MHB nanotelleri fotoluminesans spektrumu yüzeydeki bozuk durumlarda baskınlığın katkısını teyit ederek 400 nm civarında maksimum pik veren geniş emisyon bandını göstermektedir.

Li *et al.* (2010), Tek kristalli magnezyum borat nano çubukları süper kritik koşullarda solvothermal yöntem ile imal edilmiştir. Bureaksiyon şartları sürfaktanların katılımı olmadan tek boyutlu bir nanoyapı olan magnezyum borat oluşumunu sağlamıştır. Farklı reaksiyon aşamalarında sentezlenerek hazırlanan ürünlerin mikro yapısı X-ışını difraksiyonu ile karakterize edilmiştir. İlgili aşamalara ilişkin ürünlerin morfolojisi elektron mikroskopu (SEM) tarayarak gözlemlendi, ince plakalar gibi kısa çubuksu ve sonrasında çubuksu olduğunu $Mg_2B_2O_5$ nano çubuklarının oluşum prosesini gösterdi. Sonuç olarak $Mg_2B_2O_5$ nano çubukların oluşumu; erime → anizotropik artan → yeniden kristalleştirme → çekirdeklenme sürecini takip etmektedir.

3. MATERYAL ve YÖNTEM

Elektrospinning düzeneğinin oluşturulmasında, literatür araştırmalarından yararlanılmıştır. Çalışmada kullanılan deney düzeneği Şekil 3.1 de verilmiştir.



Şekil 3.1. Deney Düzeneği

Deney düzeneğini oluşturan materyaller;

1-Şiringa Ucu, 2-Şiringa, 3-Şiringa Pompası, 4-Toplayıcı Levha, 5-Güç Kaynağı, 6-Kapalı Hücre, 7- Topraklama

Deneyleerde Magnezyum borat *nano* kompozitleri sol jel metodu ve elektrospinning yöntemi kullanılarak hazırlandı. İşlem üç aşamada gerçekleşti. Bu aşamalar;

- 1-Sol jel yöntemi ile elektrospinning çözeltisi hazırlama
- 2-Elektrospinning yöntemi ile *nano* kompozit elde etme
- 3-Isıl işlem ile saf *nano* kompozit elde etme.

Elektrospinning çözeltisi için %99'dan daha fazla saflıkta borik asit, %98 saflıkta Magnezyum nitrat, %99,5 saflıkta mutlak etanol, hidroklorik asit ve damıtılmış su kullanılmıştır. Kullanılan maddelerin fiziksel özellikleri Çizelge 3.1 de verilmiştir.

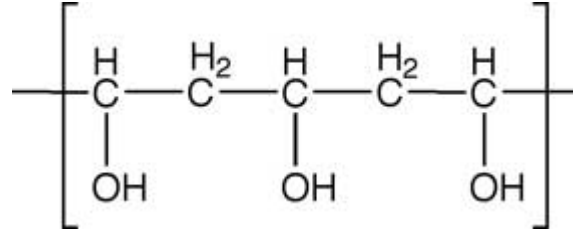
Çizelge 3.1. Çözelti Hazırlamada Kullanılan Maddelerin Fiziksel Özellikleri

Kimyasal	Formül	Molekül Ağırlığı	Yoğunluk (g/ml)	Görünüşü
Magnezyum nitrat	$Mg(NO_3)_2$	148,30	1.46	Toz
Borik Asit	H_3BO_3	61,83	-	Toz
Etanol	C_2H_5OH	46,07	0,798	Sıvı
Hidroklorik asit	HCl	36,46	1,2	Sıvı
Polivinil alkol	$(C_2H_4O)_x$	-	-	Toz

3.1. Sol'ün Hazırlanması

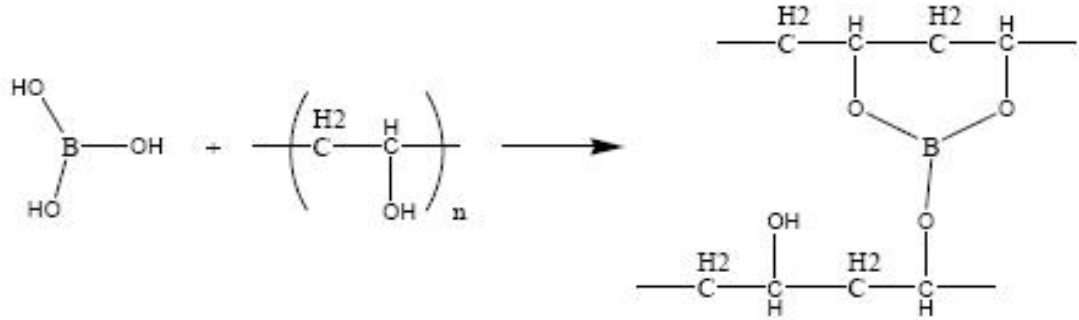
Bir beher içinde, magnezyum nitrat ($Mg(NO_3)_2$) belli bir miktar suda karıştırılarak çözündürüldü. Ardından borik asit (H_3BO_3) ayrı bir kapta belli bir miktar suda çözündürüldü. Bu çözeltilerden eşit miktarlarda alınarak yüksek karıştırma hızı altında çözeltilerin birbirine karışması sağlandı. Karışımın üzerine 30 ml etanol (EtOH) ilave edildi ve pH'ı ayarlamak için 0,01 M hidroklorik asit (HCl) eklendi. Hazırlanan bu çözelti oda sıcaklığında yüksek karıştırma hızıyla 6 saat karıştırıldı. Üzerine 10 ml PVA çözeltisi yavaş yavaş eklenerek saydam bir çözelti elde edilene kadar karıştırıldı. Bu çalışmada üç farklı konsantrasyonda PVA çözeltisi kullanılarak hazırlanan karışım elektrospinning işlemine tabi tutuldu.

PVA Çözeltisi hazırlama: Toz halindeki polivinil alkol 80°C'lik damıtılmış suda bir saat boyunca yüksek hızda karıştırılmış ve oda sıcaklığında 24 saat karıştırılmaya devam edilerek PVA çözeltisi elde edilmiştir.



Şekil 3.2. PVA'nın Yapısı

Borik asitin PVA ile çapraz bağ oluşumu ile ilgili reaksiyon denklemi aşağıda verilmektedir:



Şekil 3.3. Borik Asitin PVA ile Çapraz Bağ Oluşumu ile İlgili Reaksiyon Denklemi

3.2. Elektrospinning İşlemi

Elektrospinning sistemi bir yüksek voltaj güç kaynağı (Gamma High Voltage Research, Model ES40P-20W), bir adet kapiler iğne uçlu şırınga bir şırınga pompası (NE-1000 Family of Programmable Syringe Pumps, Model NE-3000) ve bir adet sabit düz toplatıcı ve kapalı bir hücreden oluşmuştur. Hazırlanan çözelti şırınga içerisine konur ve şırınga pompasına yerleştirilir. Çözelti akış hızı ayarlanır (3 ml/h). Toplayıcı zıt elektrot olarak davranacak alüminyum folyo ile kaplanır. Yüksek voltaj güç kaynağına bağlı kalın bir bakır tel şırınganın kapiler iğne ucuna tutturulur. İğne ucu ile toplayıcı levha arasındaki mesafe ayarlanır ve iğne ucuna yüksek voltaj uygulanır. İğne ucundan yüksek voltajında etkisi ile çıkan jetler alüminyum folyo ile kaplı olan levha üzerinde rastgele bir şekilde toplanırlar.

3.3. Isıl İşlem

Magnezyum Borat *nano* lifleri 110°C’de 2°C/dk ısıtma hızıyla etüvde kurutulmuş ve kül fırınında 2 saat sırasıyla 800 °C ve sonra 1200 °C’de ısıl işlem uygulanmıştır. Bu ısıl işlem sonunda uçucu ve organik yapılar uzaklaşmış, daha ince ve saf Magnezyum Borat *nano* lifleri elde edilmiştir.

3.4. Deneysel Parametreler

Elektrospinning sırasında lif kalınlığının fazla olması, elde edilen lifler üzerinde boncuk diye tanımlanan yapıların ve yüzeyde bir takım kusurların oluşumu gözlemlenmiştir. Bu sorunları çözmek için uygulanan voltajın, şırınga ucu ile toplayıcı arasındaki uzaklığın ve konsantrasyonun değiştirildiği bir takım çalışmalar yapılmıştır. Deneysel parametreler Çizelge 3.2’te verilmiştir. Her bir deneyde elektrospinning çözeltisinin besleme akış hızı 3 ml/h olarak sabit bir değer alınmıştır.

Çizelge 3.2. Deneysel Parametreler

%PVA Konsantrasyonu (g/g)	Elektrik Potansiyeli (kV)	İğne Ucu İle Toplayıcı Arasındaki Mesafe (cm)
5	15	15
7	15	15
10	15	15
7	10	15
7	15	15
7	20	15
7	15	10
7	15	15
7	15	20

3.5. Lif Yapısının Tanımlanması

Elde edilen *nano* liflerin yapılarının belirlenmesi için taramalı elektron mikroskobu (SEM), X-ışını kırınımı (XRD), Fourier çevrimli kızılötesi spektrumu (FTIR), termogravimetrik ve diferansiyel ısı analiz (TG/DTA) teknikleri kullanılmıştır.

3.6. Lif Çapının Hesaplanması

Lif çaplarının bulunması ImageJ adlı program kullanılarak yapılmıştır. Bu program sem fotoğrafları üzerinde tüm alanı tarayarak ortalama lif çapını hesaplamaktadır.

4. ARAŞTIRMA BULGULARI ve TARTIŞMA

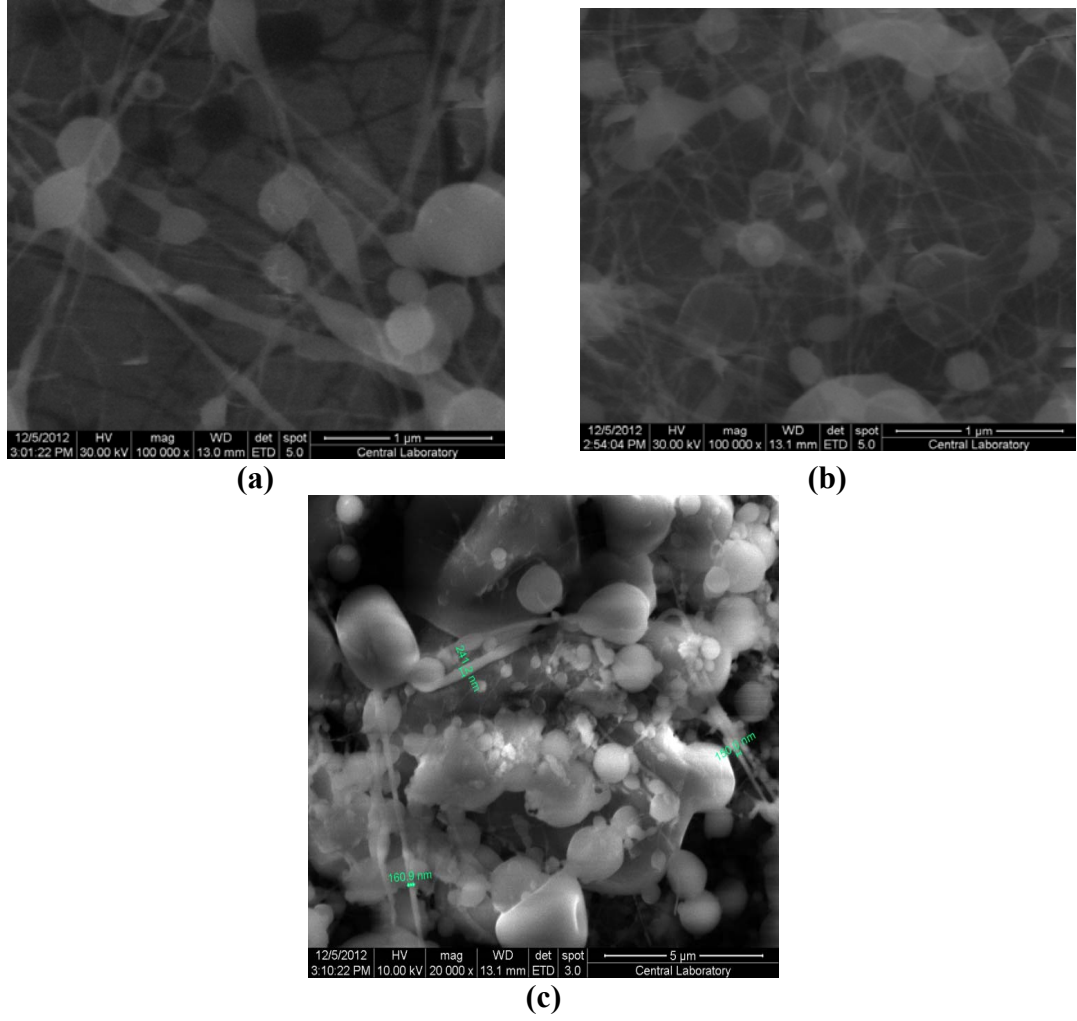
Deneyleerde sol jel yöntemi kullanılarak elektrospinning çözeltisi hazırlanmıştır. Polimer maddesi olarak polivinil alkol (PVA), magnezyum kaynağı olarak magnezyum nitrat $Mg(NO_3)_2$, ve bor kaynağı olarak borik asit (H_3BO_3) kullanılmıştır. Hidroliz tepkimeleri için damıtılmış su kullanılmış ve hidroliz reaksiyonunu hızlandırmak için katalizör olarak hidroklorik asit (HCl) kullanılmıştır.

Hazırlanmış olan bu çözelti elektrospinning yöntemi kullanılarak magnezyum borat/PVA *nano* kompoziti elde edilmiştir Sol jel ve elektrospinning yöntemi ile üretilmiş olan magnezyum borat *nano* lifleri SEM, XRD, FT-IR, DTA/TG analizleri ile tanımlanmıştır.

4.1. Taramalı Elektron Mikroskopu (SEM) Analiz Sonuçları

Elektrospinning yöntemiyle üretilmiş magnezyum borat *nano* liflerin yapısı, taramalı elektron mikroskobundan (SEM) alınan fotoğraflar ile açıklanmıştır. Sistem parametreleri olarak kapiler iğne ucuna uygulanan voltaj, iğne ucu ile toplayıcı arasındaki mesafe ve çözeltinin konsantrasyonu olarak incelenmiştir. Yapılan ölçümlerde çapları 20 nm ile 300 nm arasında değişen lifler elde edilmiştir.

PVA konsantrasyonu (%7), besleme akış hızı (3 ml/h) ve iğne ucu ile toplayıcı arasındaki mesafe (15 cm) sabit tutulduğunda, iğne ucuna uygulanan elektrik voltajının artması daha fazla polimer beslenmesine neden olur. Taylor konisi iğnenin ucunda olma eğilimi gösterirken, artan voltaj değeri ile koni iğne içinde oluşmaya başlar ve daha fazla polimer çekilir. Lif çapı artarken, elektro eğirme hata olarak nitelendirilen, lifler üzerinde boncuklu yapı oluşmaya başlar (Deitzel 2001).



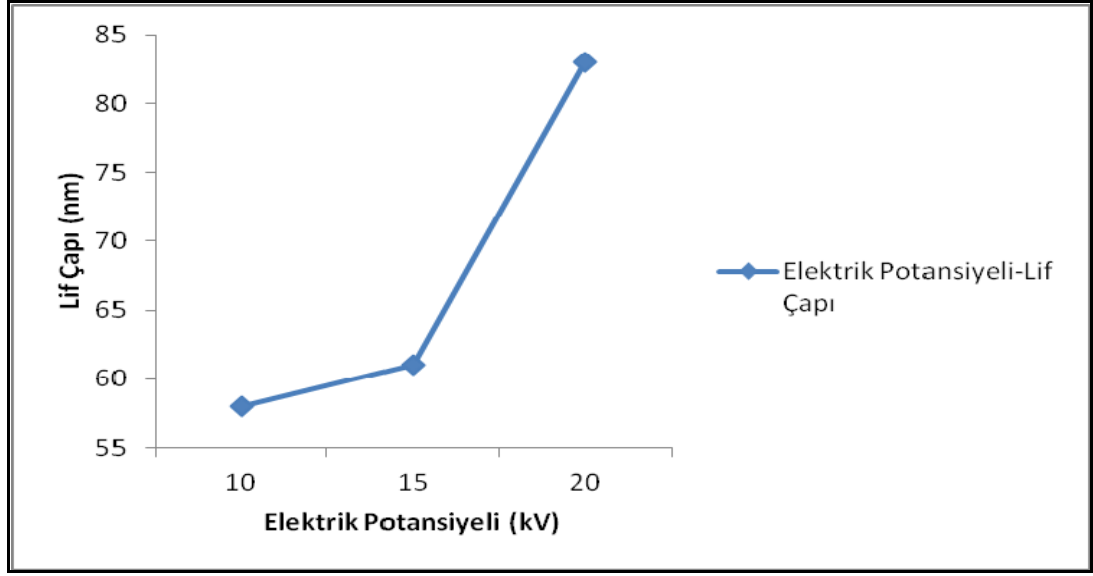
Şekil 4.1.Uygulanan Elektrik Potansiyeline Karşı Liflerin Ortalama Çaplarının Değişimi

*Değişkenler:10 kV (a), 15 kV (b), 20 kV (c)

Çizelge 4.1. Uygulanan Elektrik Potansiyeline Karşı Liflerin Ortalama Çaplarının Değişimi

Elektrik Potansiyeli	Ortalama Lif Çapı (nm)
10 kV	58
15 kV	61
20 kV	83

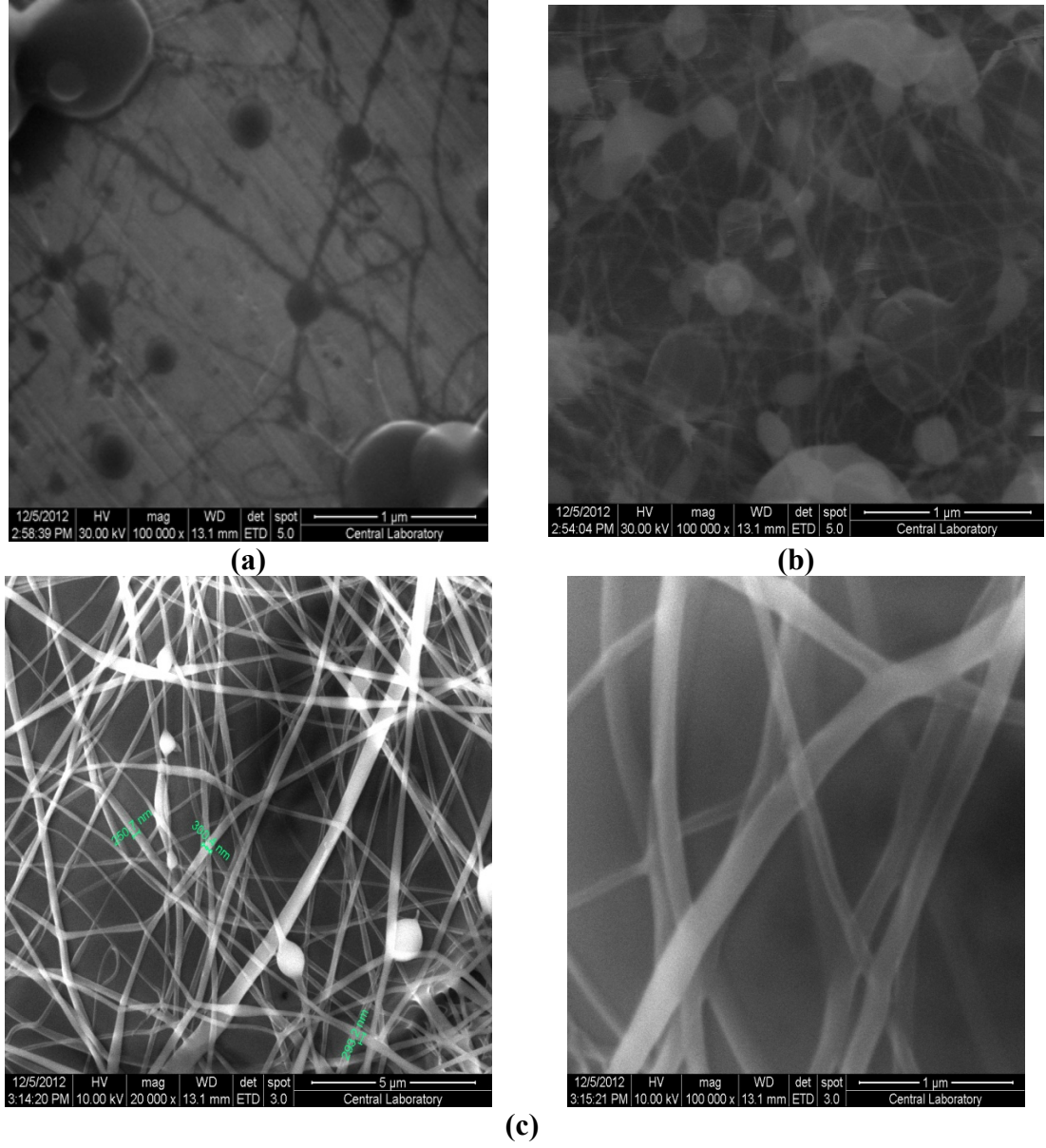
*Sabitler: %7 PVA konsantrasyonu, 3 ml/h besleme akış hızı, 15 cm iğne ucu ile toplayıcı arasındaki mesafe



Şekil 4.2. Uygulanan Elektrik Potansiyelinin Lif Çapına Etkisi

1 μm SEM görüntülerini kullanarak yapılan hesaplamalarda, ortalama lif çapı 10 kV'da 58 nm, 15 kV'da 61 nm ve 20 kV'da 83 nm olarak hesaplanmıştır. Şekil 4.1 ve Şekil 4.2'de görüldüğü gibi, PVA konsantrasyonu (%7), besleme akış hızı (3 ml/h) ve iğne ucu ile toplayıcı arasındaki mesafe (15 cm) sabit tutulduğunda, iğne ucuna uygulanan elektrik potansiyeli arttıkça magnezyum borat *nano* liflerin ortalama çapları artmıştır.

Lif morfolojisine etki eden diğer önemli parametre ise çözeltinin konsantrasyonu ya da eriyiğin viskozitesidir. Lif oluşumu için konsantrasyon değerinin veya viskozitenin belli değerleri aşması gerekmektedir. Aksi takdirde lif oluşumu yerine damla oluşumu meydana gelecektir. Aynı zamanda çözeltinin konsantrasyonu değişen viskozite ve yüzey gerilimlerinden dolayı elektro eğirme yöntemi ile oluşturulmuş lifler için sınır oluşturmaktadır (Deitzel 2001). Çok düşük konsantrasyon yüzey geriliminden dolayı damlacıklar oluştururken, çok yüksek konsantrasyon ise yüksek viskoziteden dolayı lif oluşumunu engeller. Düşük konsantrasyonlarda işlem aralığının sonunda, oluşan liflerin düzensiz yapılı oldukları ve lif boyunca çaplarının değiştiği tespit edilmiştir. Çok sayıda düzensizlik ve boncuğa rastlanır. Yüksek konsantrasyonda işlem aralığının sonunda lifler düzenli ve silindirik bir morfolojiye sahip ve ortalama olarak daha geniş ve daha uniform bir çapa sahip olurlar.



Şekil 4.3. Konsantrasyon Değişimi ile Liflerin Ortalama Çaplarının Değişimi

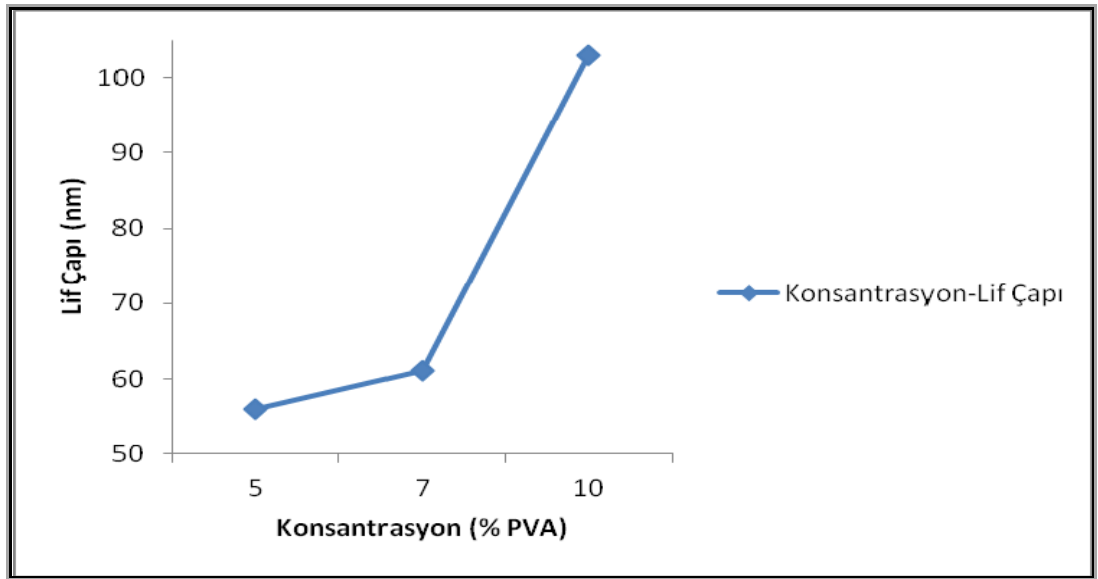
*Değişkenler: %5 PVA (a), %7 PVA (b), %10 PVA (c)

İğne ucuna uygulanan elektrik potansiyeli (15 kV), besleme akış hızı (3 ml/h) ve iğne ucu ile toplayıcı arasındaki mesafe (15 cm) sabit tutulduğunda, çözelti konsantrasyonunun artması ile *nano* lif çapı da artmıştır. Konsantrasyonun artmasıyla viskozite artmış, buna bağlı olarak lif çapı kalınlaşmış ve daha boncuksuz liflerin oluştuğu gözlenmiştir. %10 PVA'da en ideal liflerin oluştuğunu görmekteyiz.

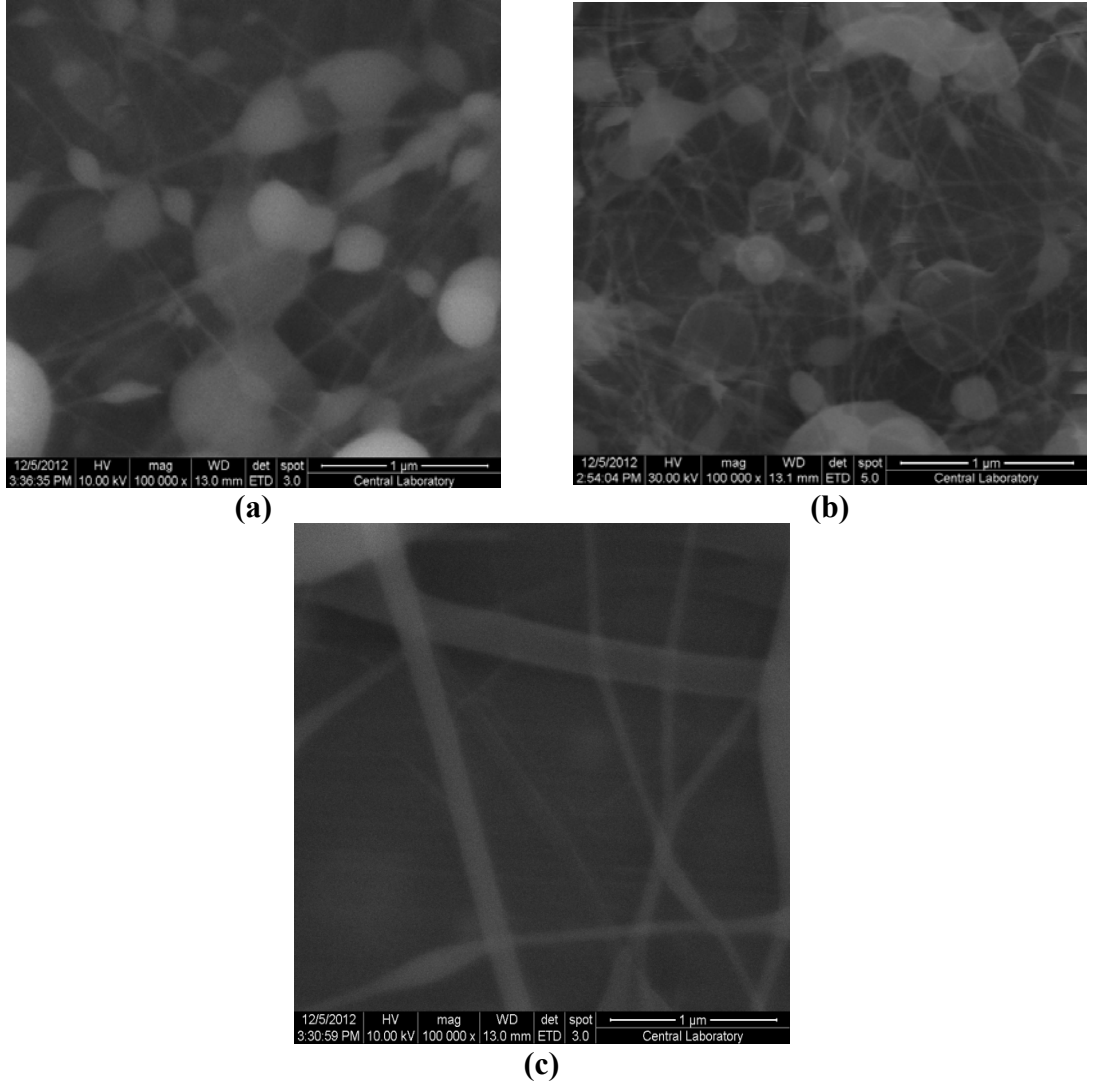
Çizelge 4.2. Konsantrasyon Değişimi ile Liflerin Ortalama Çaplarının Değişimi

Konsantrasyon	Ortalama Lif Çapı (nm)
5	56
7	61
10	103

*Sabitler: 15 kV elektrik potansiyeli, 3 ml/h besleme akış hızı, 15 cm iğne ucu ile toplayıcı arasındaki mesafe

**Şekil 4.4.** Konsantrasyon Değişiminin Lif Çapına Etkisi

1 μm ve 5 μm SEM görüntülerini kullanarak yapılan hesaplamalarda, ortalama lif çapı %5 PVA konsantrasyonunda 56 nm, %7 PVA konsantrasyonunda 61 nm, %10 PVA konsantrasyonunda 103 nm hesaplanmıştır. %5 PVA konsantrasyonunda ise lif oluşumu gözlemlenememiştir. Şekil 4.3 ve Şekil 4.4'te görüldüğü gibi, konsantrasyonun artmasıyla viskozite artmış ve lif çapı kalınlaşmıştır.



Şekil 4.5. İğne Ucu ile Toplayıcı Arasındaki Mesafenin Değişimi ile Liflerin Ortalama Çaplarının Değişimi

*Değişkenler: 10 cm (a), 15 cm (b), 20 cm (c).

Toplama plakası ile düze arasındaki mesafe lif morfolojisini etkileyen bir diğer önemli değişkendir. Bu mesafede lif oluşumu meydana gelir, çözücü uzaklaşır ve lif katılır, toplayıcıya lif depolanma zamanı bu arada gerçekleşir. Bu mesafenin artması jetin izleyeceği mesafe artacağından lifin inceliği artar ve lifler kuru bir şekilde toplanır.

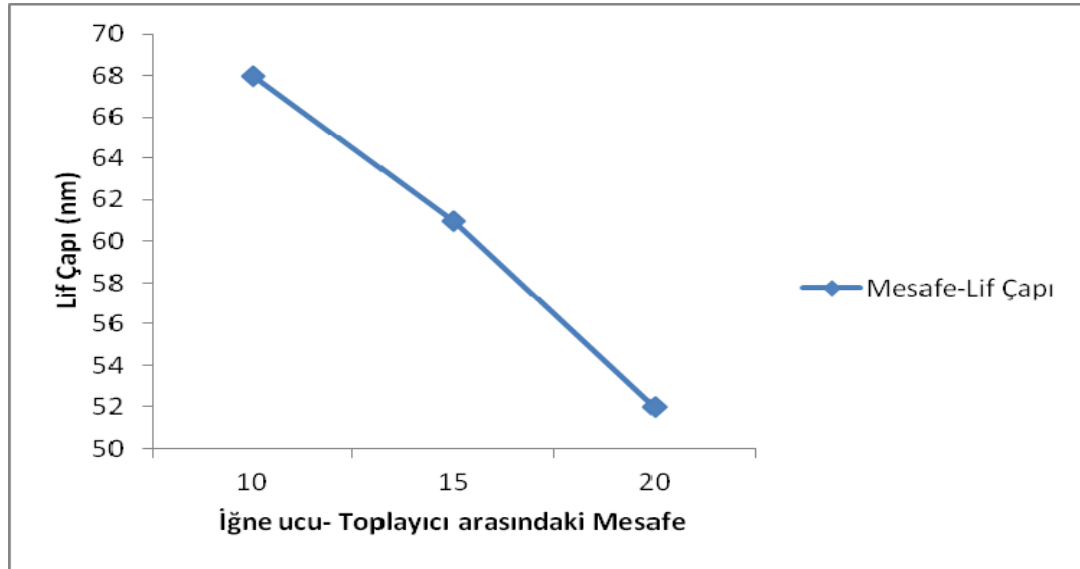
Eğer mesafe düşük olursa konsantrasyon parametresi ihmal edilerek lifler ıslak olarak toplanacağına boncuklu yapılar meydana gelir.

PVA konsantrasyonu (%7), iğne ucuna uygulanan elektrik potansiyeli (15 kV) ve besleme akış hızı (3 ml/h) sabit tutulduğunda, iğne ucu ile toplayıcı arasındaki mesafenin artması ile *nano* lif çapı azalmıştır. Daha düzgün ve boncuksuz lif oluşumu gözlenmektedir

Çizelge 4.3. Toplayıcı ile İğne Ucu Arasındaki Mesafenin Değişimi ile Liflerin Ortalama Çaplarının Değişimi

Toplayıcı ile İğne Ucu Arasındaki Mesafe	Ortalama Lif Çapı (nm)
10	68
15	61
20	52

*Sabitler: %7 PVA konsantrasyonu, 3 ml/h besleme akış hızı, 15 kV elektrik potansiyeli.

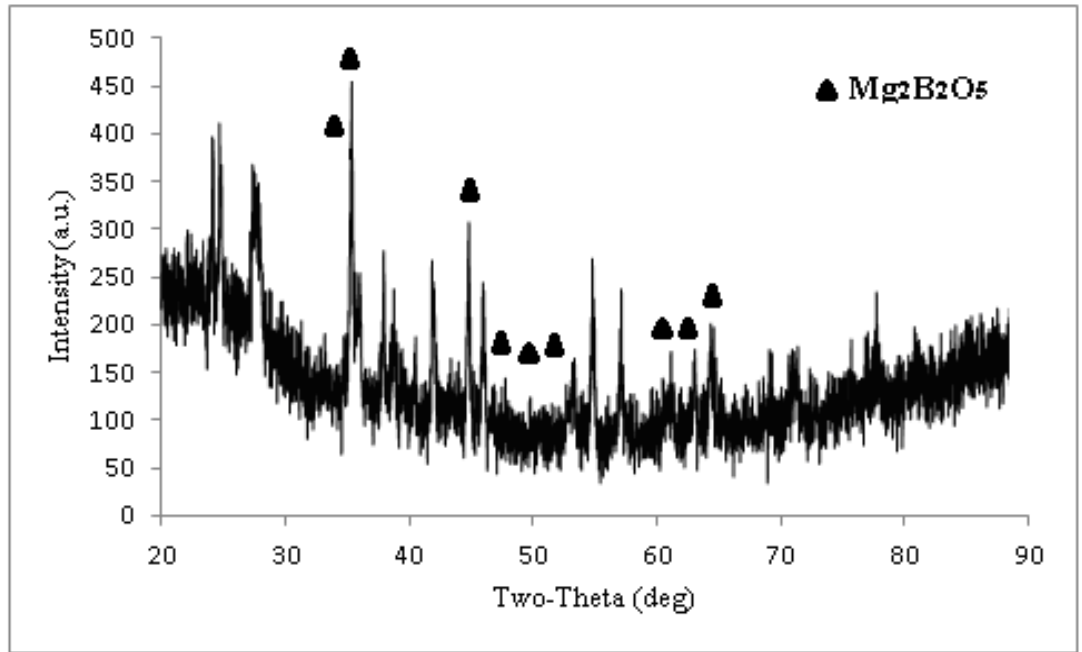


Şekil 4.6. Toplayıcı-İğne Ucu Arasındaki Mesafe Değişiminin Lif Çapına Etkisi

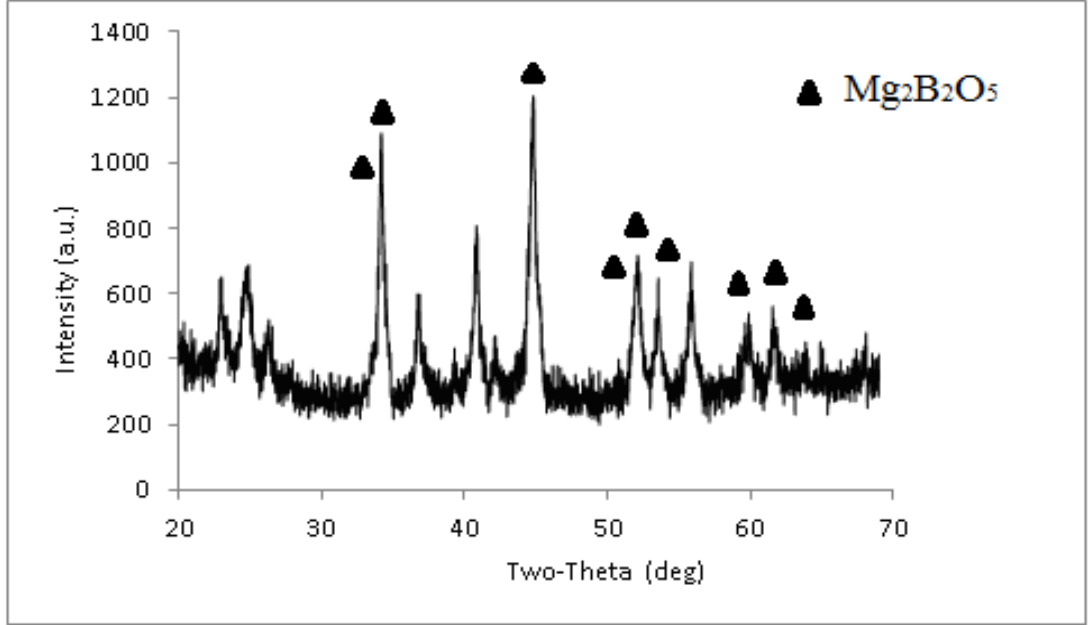
1 μm SEM görüntülerini kullanarak yapılan hesaplamalarda, ortalama lif çapı 10 cm'de 33 nm, 15 cm'de 45 nm ve 20 cm'de 154 nm olarak hesaplanmıştır. Şekil 4.5 ve Şekil 4.6'da görüldüğü gibi, PVA konsantrasyonu (%7), iğne ucuna uygulanan elektrik potansiyeli (15 kV) ve besleme akış hızı (3 ml/h) sabit tutulduğunda, iğne ucu ile toplayıcı arasındaki mesafenin artmasıyla lif çapı azalmıştır.

4.2. X-Işını Kırınımı (XRD) Analiz Sonuçları

XRD analizleri oluşum mekanizmalarını belirlemek için yapıldı. 800°C ve 1200 °C'de 2 saat süresince ısıtılmış nano liflerin XRD grafiği Şekil 4.7'de ve Şekil 4.8'de görülmektedir. Şekilden görüleceği üzere grafikteki pikler, magnezyum borat'ın tanımlı pikleri ile oldukça uyum göstermektedir. Daha yüksek sıcaklıklarda $Mg_2B_2O_5$ stabil bir hal almıştır. (Chen 2009).



Şekil 4.7. 800 °C'de Magnezyum Borat Nano liflerinin XRD Grafiği

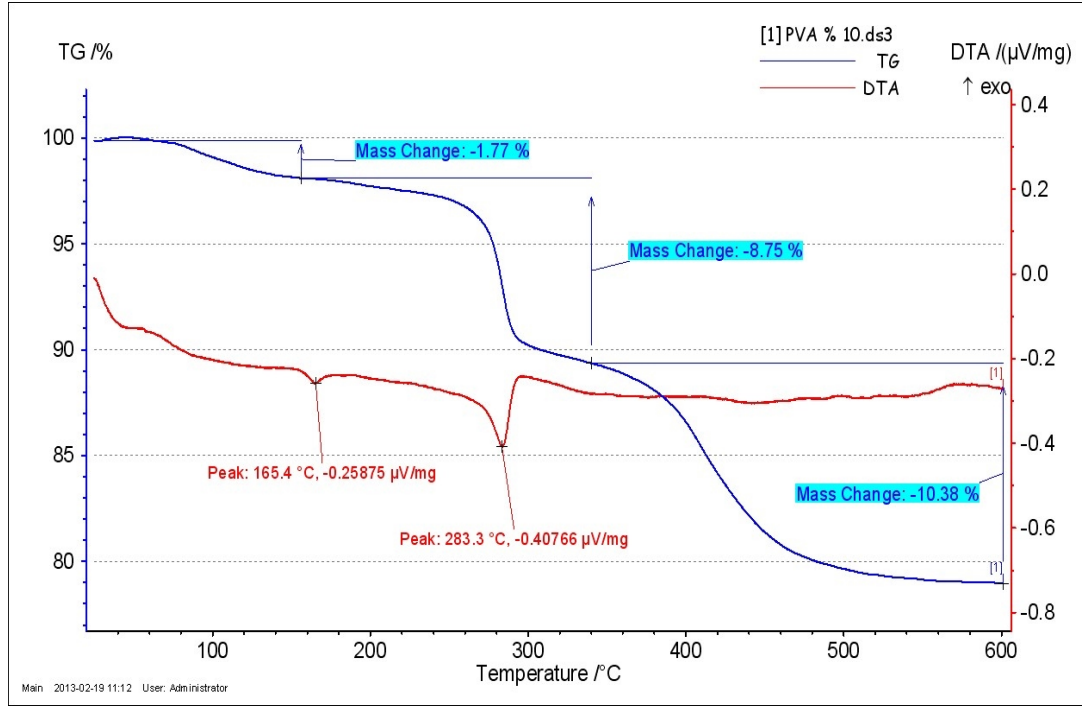


Şekil 4.8. 1200 °C’de Magnezyum Borat Nano liflerinin XRD Grafiği

4.3. Termogravimetrik ve Diferansiyel Termal Analiz (TG-DTA) Sonuçları

Magnezyum Borat / PVA kompozit *nano* lifinin 0-600 °C aralığında ısıtılarak yapısındaki termal kararlılığı incelenmiş ve TGA sonucu Şekil 4.9’da gösterilmiştir. Deney 8,085 mg numune alınıp 10°C/dk ısıtma hızında azot gazı ortamında gerçekleştirilmiştir.

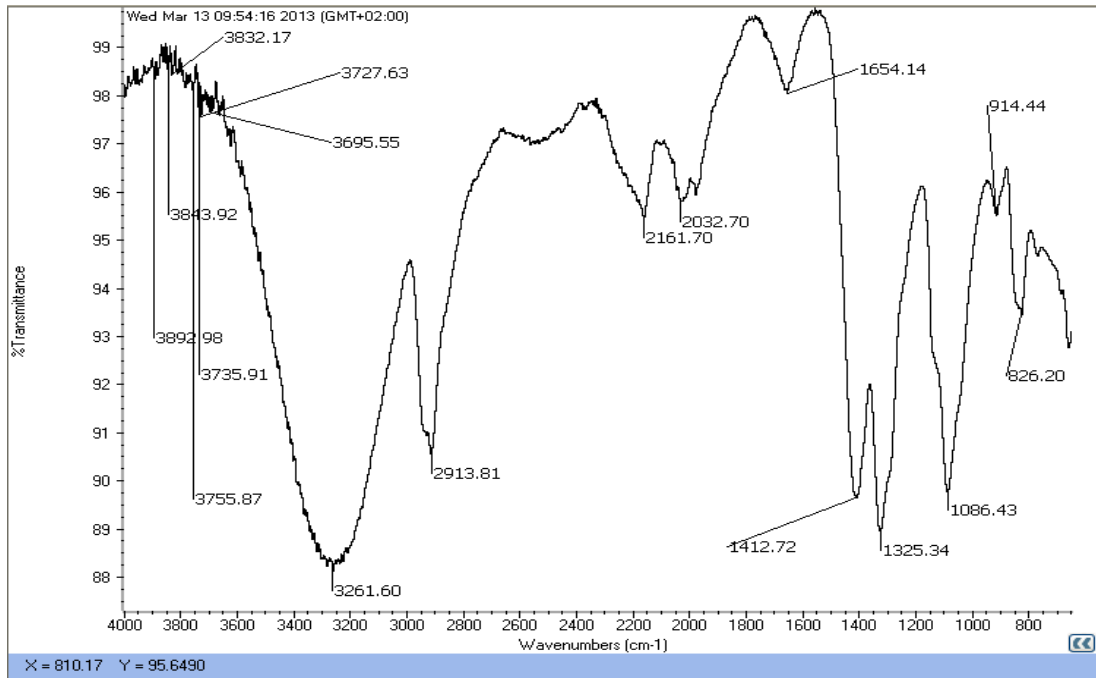
TGA incelendiğinde 270 °C’ye kadar olan kayıplar fiziksel olarak tutulmuş su moleküllerinin ve nemin uzaklaşmasından dolayıdır. TG eğrisinde olan ikinci önemli kütle kaybı PVA’nın doğrudan bozunması ile ilişkilidir (Anbarasan 2010). PVA’nın ana ve yan zincirlerindeki ayrışmayı gösterir (Shao 2002). Üçüncü kayıp ise PVA’nın bozunması olarak tarif edilmiştir (Anbarasan 2010). 600°C’nin üzerinde herhangi bir ağırlık kaybının olmaması yapının oluştuğunu göstermektedir.



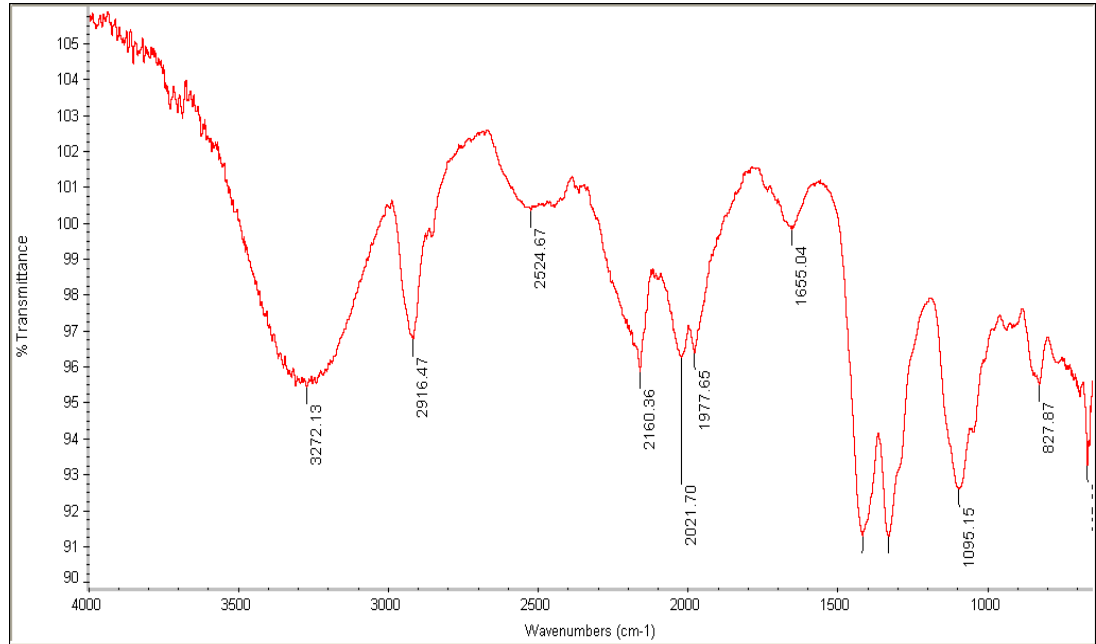
Şekil 4.9. Magnezyum Borat Nano liflerinin TG-DTA Termografisi

4.4. Fourier Dönüştümlü IR Spektroskopisi (FT-IR) Analiz Sonuçları

Isıl işlem öncesi ve 1200 °C'de 2 saat süresince ısıl işlem sonrası hazırlanmış iki ayrı numunenin FT-IR spektrumları çekilmiş ve Şekil 4.10 ve Şekil 4.11'de verilmiştir. 826 cm^{-1} deki pik BO_3 , 914 cm^{-1} ve 1086 cm^{-1} deki pikler BO_4 , 1325 cm^{-1} deki pik B-O-H, 1412 cm^{-1} deki pik BO_3 , 1654 cm^{-1} deki pik H-O-H bağlarının yapısına işaret etmektedir (Yongzhong 1999). 2916 ve 1655 cm^{-1} arasındaki pikler C-H ve C-O bağlarının varlığını göstermektedir. $\text{Mg}_2\text{B}_2\text{O}_5$ bileşiklerine ait fonksiyonel grupların varlığı bu yöntemle desteklenmiştir (Guan 2009).



Şekil 4.10. Magnezyum Borat Nano liflerinin FTIR Spektrumları



Şekil 4.11. Magnezyum Borat Nanoliflerinin FTIR Spektrumları

*Şekil 4.11'de Magnezyum Borat/ PVA kompozitinin 1200 °C de ısıl işlem yapılmış kompozitinin FT-IR spektrumları verilmiştir.

5. SONUÇ ve ÖNERİLER

Bu çalışmada sol jel ve elektrospinning yöntemleri kullanılarak magnezyum borat/PVA *nano* lifleri üretimi gerçekleştirilmiştir.

Sol-Jel yönteminin uygulaması son derece kolay olan bir tekniktir. Sol-jel teknolojisi, çözelti formundan yola çıkılarak farklı uygulama alanlarına yönelik olarak seramik, cam ve kompozit malzemeler üretim tekniğine verilen genel isimdir. Sol-jel malzemelerine duyulan ilgi sadece onların fiziksel ve kimyasal özelliklerinden dolayı değil aynı zamanda, kolloit durumunun malzeme üretmede ve geliştirmede geniş olasılıkları sunmasındandır. Günümüzde sol-jel süreci, nano malzeme yapım süreçlerinden önemli bir şeklini oluşturmaktadır. Metal alkoksit çözeltileri veya metal tozları, nitratlar, hidroksitler ve oksitler gibi inorganik bileşiklerin belirli oranlarda su ve asitle birleştirilerek bir solüsyon meydana getirilmesidir.

Elektrospinning sonucunda oluşan magnezyum borat/PVA *nano* liflerinin ortalama çapları 20 nm ve 300 nm arasında elde edilmiştir.

Elektrospinning işleminde, uygulanan elektrik potansiyelinin arttırılmasıyla, elde edilen *nano* liflerin ortalama çaplarında arttığı görülmüştür. Fakat elektrik potansiyelinin artması *nano* lif çapını artırırken belli bir değerin üstünde *nano* lifler karmaşık bir yapı şeklinde toplayıcıda toplanmışlardır ve hata olarak görülen boncuklar oluşmuştur.

Konsantrasyonun belli bir değere kadar artması ile lif çapı artmış ve boncuksuz lifler meydana gelmiştir. %10 PVA konsantrasyonu, 15 cm mesafede ve 15 kV elektrik potansiyeli uygulandığında en ideal liflerin elde edildiğini görmekteyiz. Konsantrasyonun çok yüksek olması durumunun dezavantajı ise iğne ucunun tıkanmasına neden olabilmektedir.

İğne ucu ile toplayıcı arasındaki mesafenin arttırılması, jetin izlediği mesafeyi arttırdığından, lifler ince ve kuru bir şekilde toplayıcıda toplanmaktadır.

İstenilen nano boyutta lifler üretmek için ve nanoliflerin üzerlerinde boncuk oluşmasını engellemek için elektroğirme yöntemini etkileyen parametreler üzerinde denemeler yapılmalı ve optimum şartlar sağlanmalıdır.

Elde edilen nano liflerin XRD grafiğinden $Mg_2B_2O_5$ nano kompoziti oluşumunun uygun olduğu görülmüştür.

Termogravimetrik ve Diferansiyel Termal Analiz (TG-DTA) sonuçlarından su kaybı, PVA kaybı ve yapının son hali 600 °C den sonra oluştuğu görülmektedir.

Fourier Dönüşümlü IR Spektroskopisi (FT-IR) analizlerinden de nano liflerin yapısı, B-O, C-O, H-O-H yapılarının oluşması ile elde edilen sonuçların doğruluğu ile saptanmıştır.

5.1. Öneriler

Bu çalışmada, sol jel ve elektrospinning teknikleri kullanılarak magnezyum borat nanolif üretimi gerçekleştirilmiş ve lif çapına etki eden parametrelerin sonuçları verilmiştir. Bundan sonra yapılacak olan çalışmalarda;

Yüksek konsantrasyonda lifler düzenli ve silindirik bir morfolojiye sahip olduklarından çok düşük konsantrasyonlardan kaçınılabilir.

Çözelti besleme ünitesi, toplayıcı levhaya dik veya açısız olarak yerleştirilebilir.

Toplayıcı levhanın tipi (ızgara, üçgen çerçeve, dönen silindir vb). değiştirilebilir.

Toplayıcı levha üzerine lifleri biriktirmek için alüminyum folyo yerine farklı alternatifler düşünülebilir.

KAYNAKLAR

- Anbarasan, R., Pandiarajaguru, R., Prabhu, R., Dhanalakshmi, V., Jayalakshmi, A., Dhanalakshmi, B., Nisha, S.U., Gandhi, S., Jayalakshmi, T., 2010. Synthesis, Characterizations, and Mechanical Properties of Structurally Modified Poly(vinyl alcohol), *Journal of Applied Polymer Science*, Vol. 117, 2059–2068
- Ay, E., 2006. Bazı Magnezyum Boratlı Bileşiklerin Katı Hal Kimyasal Yöntemlerle Sentezlenmesi ve Karakterizasyon Çalışmaları, Yüksek Lisans Tezi, Balıkesir Üniversitesi, Balıkesir.
- Biçer, M., 2008. Bakır Nanopartiküllerinin Sentezi ve Karakterizasyonu, Yüksek Lisans Tezi, Sakarya Üniversitesi, Sakarya.
- Boztoprak, Y., Kahraman, M.V., Kayaman, N.A., Güngör, A., 2007. Sol-jel tekniğiyle kaplanan polikarbonatların fiziksel özelliklerinin incelenmesi, Marmara Üniversitesi, İstanbul.
- Bulut, G., 2005. Sol-jel prosesi ile zirkonyum tetrapropoksitin 3-pentenoik asit ile kompleksleştirilmesi ve oluşan ürünlerin reaksiyonlarının incelenmesi, Yüksek Lisans Tezi, Kocaeli Üniversitesi, Kocaeli.
- Celep, Ş., 2007. Nanoteknoloji ve Tekstilde Uygulama Alanları, Yüksek Lisans Tezi, Çukurova Üniversitesi, Adana.
- Chen S.H., Jin, P.P., Schumacher, G., Wanderka, N., 2009. Microstructure and interface characterization of a cast $Mg_2B_2O_5$ whisker reinforced AZ91D magnesium alloy composite, *Composites Science and Technology*, 70, 123–129
- Daşdemir, M., 2006. electrospinning of thermoplastic polyurethane (tpu) for producing nanofibers, (elektro-üretim yöntemi ile termoplastik poliüretandan (tpu) nanolif eldesi) Yüksek lisans tezi, Gaziantep Üniversitesi, Gaziantep.
- Daştan, H., 2009. Bor katkılı süperiletken nanofiberlerin elektrospinleme yöntemi ile eldesi, Yüksek lisans tezi, Selçuk Üniversitesi, Konya.
- Deitzel, J., M., Kleinmeyer, J., Haris, D., Beck Tan, N., C., 2001, The effects of Processing Variables on The Morfology of Elektrospun Nanofibers and Textiles, *Polymer*, 42, 261-272.
- Deitzel, J., M., Kleinmeyer, J., Haris, D., Beck Tan, N., C., 2001, Controlled Deposition Of Elektrospun Polyethylene Oxide Fibers, *Polymer*, 42, 8163-8170
- Doğan, M., 2006. "Nanoteknoloji ve Uygulamaları Kimya Sanayi ile İlişkisi", *Kimya Sanayi Dergisi*, 39, 12-13.
- Dosler, U., Krzmac, M.M., Suvorov, D., 2009. The Synthesis and Microwave Dielectric Properties of $Mg_2B_2O_5$ Ceramics, *Journal of the European Ceramic Society*, 30, 413-418
- Ergü, Ö.B., 2006. Sol-jel yöntemiyle farklı asit oranlarında alümina-zirkonya kompozit malzeme üretimi ve karakterizasyonu, Yüksek Lisans Tezi, Gazi Üniversitesi, Ankara.
- Eserci, D., 2007. Alümina, Zirkonya ve Alümina-Zirkonya Kompozit Malzeme Üretimi, Karakterizasyonu ve Etkin Difüzyon Sabitinin Bulunması, Yüksek Lisans Tezi, Gazi Üniversitesi, Ankara
- Guan, H., Zhou, W., Fu, S., Shao, C., Liu, Y., 2009. Electrospun nanofibers of NiO/SiO_2 composite, *Journal of Physics and Chemistry of Solids* 70, 1374–1377

- Helvacı, A., 2007. Sol-jel yöntemiyle gözeneksiz seramik membranların hazırlanması ve pervaporasyon prosesine uygulanması, Doktora Tezi, Sakarya Üniversitesi, Sakarya.
- Hohman, M.M., Shin, M., Rutledge, G. and Brenner, M.P., 2001. Electrospinning and Electrically Forced Jets. I. Stability Theory, *Physics Of Fluids*, 13-8, 2201-2220.
- Kaya, D.A., 2009. Elektroçirime yöntemiyle Al₂O₃.TiO₂ nanoliflerin üretimi ve karakterizasyonu, Yüksek Lisans Tezi, Afyon Kocatepe Üniversitesi, Afyon
- Kılıç, A., 2008. Eriyikten elektroüretim yöntemiyle polipropilen nanolif üretimi, Yüksek Lisans Tezi, İstanbul Teknik Üniversitesi, İstanbul.
- Kikutani, I, Radhakrishnan, J., Arikawa, S., Takaku, A., Okui, N., Jin, N., Köksal, S., 2007. Nanokompozit Malzemeler, Bitirme Tezi, Atatürk Üniversitesi, Erzurum.
- Kozanoğlu, 2006. Elektrospinning Yöntemiyle Nanolif Üretim Teknolojisi, Yüksek Lisans Tezi, İstanbul Teknik Üniversitesi, İstanbul.
- Köksal, 2007. Nano Kompozit Malzemeler, Bitirme Tezi, Yıldız Teknik Üniversitesi, İstanbul.
- Kumari, L., Li, W.Z., Kulkarni, S., Wu, K.H., Chen, W., Wang, C., Vannoy, C.H., Leblanc, R.M., 2009. Effect of Surfactants on the Structure and Morphology of Magnesium Borate Hydroxide Nanowhiskers Synthesized by Hydrothermal Route, *Nanoscale Res Lett*, 5, 149–157
- Li, S., Xu, D., Shen, H., Zhou, J., Fan, Y., 2012. Raman properties of magnesium borate micro/nanorods, *Materials Research Bulletin*, 47, 3650-3653.
- Li, T.B., Liang, J., Xu, B.S., Wang, J., 2010. Preparation and Characteristic of One-dimensional Magnesium Borate Nanomaterials, *Journal of Inorganic Materials* 25, 947
- Mohan, A., 2002. Formation and Characterization of Electrospun Nonwoven Webs, MSc Thesis, The Graduate Faculty of North Carolina State University.
- Öztaş, N.A., Erdoğan, H., 2009. Synthesis and Characterization of Magnesium Pyroborate by Solution Combustion and Conventional Ceramic Methods: A Comparative Study, *Journal of Inorganic and General Chemistry*, 635, 1626-1632
- Rangkupan, R., 2002. Electrospinning Process of Polymer Melts, PhD Thesis, The Graduate Faculty Of The University Of Akron.
- Sevimli, E., 2011. Elektrospinning Yöntemiyle Alümina Destekli Nikel Borosilikat Nanoliflerin üretimi, Yüksek Lisans Tezi, Atatürk Üniversitesi, Erzurum.
- Shao, C., Kim, H.Y., Gong, J., Ding, B., Lee, D.R., Park, S.J., 2002. Fiber mats of poly(vinyl alcohol)/silica composite via electrospinning, *Materials Letters*, 57, 1579– 1584
- Süüren, G., Kanat, Z.E., Çay, A., Kırıcı, T., Gülümser, T., Tarakçioğlu, I., Nano Lifler (Bölüm 2), *Tekstil ve Konfeksiyon dergisi*, 89.
- Süslü, A., 2009. Elektro-Eçirme Yöntemi ile Nanofiber ve Nanotüp Üretimi, Yüksek Lisans Tezi, Dokuz Eylül Üniversitesi, İzmir.
- Tanrıverdi, S., 2006. Production of Alumina Borosilicate Ceramic Nanofibers By Using Electrospinning Technique and Its Characterization, MSc Thesis, Ortadoğu Teknik Üniversitesi, Ankara.

- Tkalcec, E., Kurajica, S., Schmauch, J., 2007. Crystallization of amorphous $Al_2O_3-SiO_2$ precursors doped with nickel, *Journal of Non-Crystalline Solids* 353, 2837–2844.
- Tütünoğlu, Ç., 2007. Nanoteknolojik Prosesler ile Nikel Tozu Üretimi, Yüksek Lisans Tezi, Sakarya Üniversitesi, Sakarya.
- Üstündağ, G.Ç., 2009. Elektrosprinning yöntemi ile biyomedikal kullanıma yönelik nanolif yüzey üretimi ve uygulaması, Yüksek Lisans Tezi, Uludağ Üniversitesi, Bursa.
- Wang, J., Li, Y., Ding, G., Xie, X., Jlang, M., 2012. Preparation and Characterization of Graphene Oxide/Poly(vinyl alcohol) Composite Nanofibers via Electrospinning, *Inc. J. Appl. Polym. Sci.* 127, 3026–3032,
- Wang, J., Sha, J., Yang, Q., Wang, Y., Yang, D., 2005. Synthesis of aluminium borate nanowires by sol–gel method, *Materials Research Bulletin*, 40, 1551–1557.
- Xu, B.S., Li, T.B., Zhang, Y., Zhang, Z.X., Liu, X.G., Zhao, J.F., 2008. New Synthetic Route and Characterization of Magnesium Borate Nanorods, *Crystal Growth Design*, 8, 1218-1222.
- Yener, F., 2010. Klasik ve İğnesiz Elektrosprinning Yöntemleriyle elde edilen nano liflerin kıyaslanması ve bu yöntemlerdeki sistem parametrelerinin lif üzerindeki etkileri, Yüksek Lisans Tezi, Kahramanmaraş Sütçü İmam Üniversitesi, Kahramanmaraş.
- Yılmaz, A., 2005. Magnezyum ve bakır boratların sentezi ve üretim teknolojilerinin geliştirilmesi, Yüksek Lisans Tezi, Marmara Üniversitesi, İstanbul.
- Yongzhong, J., Shiyang, G., Shuping, X., Jun, L., 1999. FT-IR spectroscopy of supersaturated aqueous solutions of magnesium borate, *Spectrochimica Acta Part A* 56, 1291–1297
- Yuh, J., Perez. L., Sigmund, W. M., Nino, J. C., 2006. Electrospinning of complex oxide nanofibers, *Physica E*, 37, 250-259

ÖZGEÇMİŞ

1985 yılında Erzurum’da doğdu. İlk, orta ve lise öğrenimini aynı ilde tamamladı.2003 yılında girdiği Atatürk Üniversitesi Mühendislik Fakültesi’nden, 2007 yılında, Kimya Mühendisi unvanıyla mezun oldu. 2007 yılında, Atatürk Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Kimyasal Teknolojiler Ana Bilim Dalı’nda yüksek lisansa başladı. 2009 yılında Eti Maden İşletmeleri Emet Bor İşletmesinde Kimya Mühendisi olarak göreve başladı. Şu anda Eti Maden İşletmeleri Genel Müdürlüğü Teknoloji Geliştirme Biriminde göreve devam etmektedir.