



MARMARA ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ



**ÇAPRAZ BAĞLI PVA/B
NANOFİBERLERİN ELEKTROSPİN
YÖNTEMİ İLE HAZIRLANMASI VE
KARAKTERİZASYONU**

EMRE BAŞTÜRK

YÜKSEK LİSANS TEZİ
Kimya Anabilim Dalı
Organik Kimya Programı

DANIŞMAN

Doç. Dr. M. Vezir KAHRAMAN

İSTANBUL, 2012

ÖNSÖZ

Bu Yüksek Lisans tez çalışması, Marmara Üniversitesi Fen-Edebiyat Fakültesi Kimya Anabilim Dalı, Organik Kimya Programında gerçekleştirilmiştir.

Yüksek Lisans eğitimim boyunca bilgisinden faydalandığım, insani ve ahlaki değerleri ile de örnek edindiğim, beraber çalışmaktan onur duyduğum ve ayrıca tecrübelerinden yararlanırken göstermiş olduğu samimiyet, hoşgörü ve sabırdan dolayı değerli tez danışmanı hocam, Sayın Doç. Dr. Memet Vezir KAHRAMAN' a,

Çalışmalarım süresince bilgi ve tecrübelerinden yararlandığım, yakın ilgi ve desteklerini gördüğüm, Tübitak projesinde yer almama ve iki yıllık süre zarfında proje kapsamında bursiyer olarak çalışma yapmama olanak sağlayan sevgili hocalarım Prof.Dr. Atilla GÜNGÖR'e, Prof.Dr. Nilhan KAYAMAN APOHAN'a

Yardımlarından dolayı Araş.Gör. Emrah ÇAKMAKÇI'ya, her konuda desteğini gördüğüm arkadaşım Burcu OKTAY'a,

Her zaman sevgilerini ve desteklerini arkamda hissettiğim bu günlere gelmemde büyük pay sahibi olan sevgili anneme, babama, dedeme ve kardeşim Merve' ye,

En derin sevgi ve saygıyla teşekkür ederim.

Ekim 2012

Emre BAŞTÜRK

İÇİNDEKİLER

	SAYFA
ÖNSÖZ	i
İÇİNDEKİLER	iii
ÖZET	vii
ABSTRACT	ix
SEMBOLLER	xi
KISALTMALAR	xiii
ŞEKİL LİSTESİ	xv
TABLO LİSTESİ	xix
1. GİRİŞ	1
1.1. Giriş	1
1.2. Tezin Amacı	2
1.3. Günümüzün Teknolojisi Nanoteknoloji	3
1.3.1. Nanoteknolojinin uygulama ve kullanım alanları	4
1.3.2. Nanoteknolojinin kronolojik gelişimi	6
1.4. Nanofiber Nedir?	7
1.5. Nanofiberlerin Üretim Yöntemleri	8
1.5.1. Çekme yöntemi	8
1.5.2. Kalıp sentez yöntemi	9
1.5.3. Faz ayrımı yöntemi	11
1.5.4. Kendiliğinden birleşme yöntemi	12
1.5.5. Elektrospinning yöntemi	13
1.5.6. Nanofiber üretim yöntemlerinin avantaj ve dezavantajları	14
1.6. Elektrospinning Yönteminin Tarihsel Gelişimi	15
1.7. Elektrospinning Yöntemi İle Nanofiber Üretimi	23
1.7.1. Elektrospinning yöntemi ile üretilen nanofiberlerin özellikleri	28
1.8. Elektrospinning Yöntemini Etkileyen Parametreler	31
1.8.1. Polimer çözeltisinden kaynaklanan parametreler	32
1.8.1.1. Molekül ağırlığı ve çözelti viskozitesi	32

1.8.1.2. Yüzey gerilimi	35
1.8.1.3. Çözelti iletkenliği	36
1.8.1.4. Çözücünün dielektrik etkisi	36
1.8.2. Polimer prosesinden kaynaklanan parametreler	37
1.8.2.1. Uygulanan voltaj	37
1.8.2.2. Çözelti besleme hızı	38
1.8.2.3. Toplayıcı ile düze arasındaki mesafe	39
1.8.3. Çevresel parametreler	39
1.9. Nanofiberlerin Potansiyel Kullanım Alanları	40
1.9.1. Doku mühendisliği uygulamaları	41
1.9.2. Kontrollü ilaç salınımı uygulamaları	43
1.9.3. Yara örtüsü uygulamaları	44
1.9.4. Biyomedikal uygulamaları	46
1.9.5. Kompozit uygulamaları	47
1.9.6. Filtrasyon uygulamaları	48
1.9.7. Elektriksel ve optik uygulamaları	49
1.9.8. Tarımsal uygulamaları	50
1.9.9. Savunma sanayi uygulamaları	50
1.9.10. Uzay uygulamaları	51
2. MATERYAL VE YÖNTEM	53
2.1. Kullanılan Kimyasal Malzemeler	53
2.2. Kullanılan Cihaz Ve Aletler	55
2.3. Deneysel Yöntemler	59
2.3.1. Polivinil alkol çözeltisinin hazırlanması ve elektrospinning yöntemi ile nanofiber eldesi	59
2.3.2. %10'luk PVA çözeltisi içerisine katılacak borik asit çözeltisinin hazırlanması ve elde edilen hibrit çözeltiden elektrospinning yöntemi ile çapraz bağlı nanofiber eldesi	60
2.3.3. %10'luk PVA çözeltisi içerisine katılacak fenil boronik asit çözeltisinin hazırlanması ve elde edilen hibrit çözeltiden elektrospinning yöntemi ile nanofiber eldesi	62

2.3.4 %10'luk PVA çözeltisi içerisinde katılacak 4-vinilfenilboronik asit çözeltisinin hazırlanması ve elde edilen hibrit çözeltiden elektrospinning yöntemi UV ışınları ile sertleştirilmiş çapraz bağlı nanofiber eldesi	64
3. BULGULAR VE TARTIŞMA	67
3.1. Polivinil Alkol Nanofiberinin Elektrospinning Yöntemi İle Hazırlanması Ve Karakterizasyonu	67
3.1.1. Polivinil alkol nanofiberinin FTIR analizi	67
3.1.2. Polivinil alkol çözeltisinin viskozite ölçümü	68
3.1.3. Polivinil alkol nanofiberinin morfolojik analizi	69
3.1.3. Polivinil alkol nanofiberinin termal analizi	70
3.2. Polivinil Alkol – Borik Asit Hibrit Nanofiberinin Elektrospinning Yöntemi İle Hazırlanması Ve Karakterizasyonu	72
3.2.1. PVA – H ₃ BO ₃ hibrit nanofiberin FTIR analizi	72
3.2.2. PVA – H ₃ BO ₃ çözeltisinin viskozite ölçümü	73
3.2.3. PVA– H ₃ BO ₃ hibrit nanofiberin çapına ve morfolojisine işlem parametrelerinin etkisinin analizi	74
3.2.3.1. Uygulanan voltajın etkisi	74
3.2.3.2. Düze toplayıcı arası mesafenin etkisi	75
3.2.4. Nanofiberlerin TGA ve DSC analizi ile termal karakterizasyonu	76
3.3. Polivinil Alkol – Fenilboronik Asit Hibrit Nanofiberinin Elektrospinning Yöntemi İle Hazırlanması Ve Karakterizasyonu	78
3.3.1. PVA – PhB(OH) ₂ hibrit nanofiberin FTIR analizi	78
3.3.2. PVA – PhB(OH) ₂ çözeltisinin viskozite ölçümü	79
3.3.3. PVA– PhB(OH) ₂ hibrit nanofiberin çapına ve morfolojisine işlem parametrelerinin etkisinin analizi	80
3.3.3.1. Uygulanan voltajın etkisi	80
3.3.3.2. Düze toplayıcı arası mesafenin etkisi	81
3.3.4. Nanofiberlerin TGA ve DSC analizi ile termal karakterizasyonu	82
3.4. PolivinilAlkol – 4/Vinilfenilboronik Asit Çapraz Bağlı Hibrit Nanofiberinin Elektrospinning Yöntemi İle Hazırlanması Ve Karakterizasyonu	84

3.4.1. UV ışınları ile çapraz bağlanmış PVA – 4/VPhB(OH) ₂ hibrit nanofiberin FTIR analizi	84
3.4.2. PVA – 4/VPhB(OH) ₂ çözeltisinin viskozite ölçümü	85
3.4.3. PVA–4/VPhB(OH) ₂ hibrit nanofiberin çapına ve morfolojisine morfolojisine işlem parametrelerinin etkisinin analizi	86
3.4.3.1. Uygulanan voltajın etkisi	86
3.4.3.2. Düze toplayıcı arası mesafenin etkisi	87
3.4.4. PVA–4/VPhB(OH) ₂ hibrit nanofiberin çapına ve morfolojisine UV ışınları ile çapraz bağlanmanın etkisinin analizi	88
3.4.5. Nanofiberlerin TGA ve DSC analizi ile termal karakterizasyonu	90
4. SONUÇLAR	93
KAYNAKLAR	97
EKLER	
ÖZGEÇMİŞ	

ÖZET

ÇAPRAZ BAĞLI PVA/B NANOFİBERLERİN ELEKTROSPİN YÖNTEMİ İLE HAZIRLANMASI VE KARAKTERİZASYONU

Elektrospinning yöntemi nanofiber üretiminde kullanılan en yaygın yöntemlerden biridir. Nanofiberler sürekli olarak polimer çözeltisi üzerinde oluşturulan bir dış elektrik alanı yardımı ile üretilmektedir. Nanofiberlerin büyük serbest yüzey alanları, çoklu yüzey modifikasyonları ve üstün mekanik özellikleri gibi kendilerine özgü fizikokimyasal özellikleri nedeniyle son yıllarda büyük ilgi çekmektedirler. Nanofiberler elektronik ve biyomedikal cihazlar, kompozitler, üç boyutlu doku iskelesi ve biyosensör gibi çok çeşitli uygulama alanlarında kullanılabilmektedirler.

Genellikle, nanofiberlerin morfolojik yapılarının bağlı olduğu konsantrasyon, molekül ağırlığı, yüzey gerilimi, viskozite, uygulanan elektrik voltajı, toplayıcı ile düze arasındaki mesafe ve besleme hızı gibi parametreler analiz edilmiştir.

Bu çalışmada, polivinil alkol, polivinil alkol-borik asit, polivinil alkol-fenil boronik asit ve polivinil alkol-4 vinilfenilboronik asit hibrit nanofiber membranların hazırlanışı ve karakterizasyonu araştırılmıştır. Daha sonra polivinil alkol çözeltisi çapraz bağlanabilir 4-vinilfenilboronik asit ile karıştırılmış ve elektrospın esnasında UV ışınları ile çapraz bağlanmıştır. Foto çapraz bağlanma reaksiyonu infrared spektroskopisi ile karakterize edilmiştir. Nanofiberlerin morfolojik özellikleri taramalı elektron mikroskopu (SEM) ile gözlemlenmiştir. Nanofiberlerin morfolojileri üzerine işlemsel parametreler olan viskozitenin, uygulanan elektrik akımının, besleme hızının ve düze ile toplayıcı arasındaki mesafenin etkisi incelenmiştir.

Termal dayanım termogravimetrik analiz (TGA) ve diferansiyel taramalı kalorimetri (DSC) ile incelenmiştir. İnfrared spektroskopisi nanofiberlerin işlevselliğinin karakterizasyonunda ve polivinil alkol ile inorganik katkılar arasında etkileşimin incelenmesinde kullanılmıştır.

ABSTRACT

PREPARATION AND CHARACTERIZATION OF CROSSLINKED PVA/B NANOFIBERS VIA ELECTROSPINNING METHOD

Electrospinning is one of the most common methods used to fabricate nanofibers. Nanoscale fibers can be continuously produced with the help of an external electric field induced on the polymer solution. Nanoscale polymer fibers have attracted tremendous interest for decades due to their unique physicochemical properties, such as large specific surface area, multiple surface functionalities and superior mechanical properties. Nanofibers can be used in a large variety of applications such as biosensors, three dimensional tissue scaffolds, composites, electronic and biomedical devices.

Generally, the dependences of nanofibres structure on parameters, such as concentration, molecular weight, surface tension, viscosity, applied electric voltage, tip to collector distance and feeding rates are being analysed.

In this study, the preparation and characterization of polyvinyl alcohol , polyvinyl alcohol –boric acid, polyvinyl alcohol-phenyl boronicacid hybrid electrospun nanofiber membran were investigated. Then, polyvinyl alcohol solution was mixed with cross-linkable 4-vinylbenzene boronic acid , enabling the polymer to cross-link upon UV irradiation. The photo-cross-linking reaction was characterized by a Fourier transform infrared spectroscopy. Nanofibers morphology were observed under a scanning electron microscopy. The effects of operating parameters including viscosity, electric voltage, feeding rate and tip to collector distance on the morphology of electrospun nanofibres were systematically evaluated.

The thermal stability was investigated by both thermogravimetric analysis and differential scanning calorimetry. Fourier transform infrared spectroscopy was utilized to characterize the functionality of the nanofibers and investigate the interaction between polyvinyl alcohol and inorganic additions.

October 2012

Emre BAŞTÜRK

SEMBOLLER

nm	: nanometre
V_c	: kritik voltaj
H	: kapiler ve toplayıcı arası mesafe
L	: R yarıçaplı kapilerin uzunluğu
T	: Sıvının yüzey gerilimi
μm	: Mikrometre
kV	: Kilovolt
k	: Akışkanın iletkenliğini
E	: Elektriksel alanı,
I	: Polimer jetinden geçen akım
u	: Polimer jetinin akış hızı
σ	: Yüzey yük yoğunluğu
r	: Polimer jetinin yarıçapı
α	: Yüzey parametresi
Cp	: Santipoise
H	: Viskozite
μL	: Mikrolitre
dk	: Dakika
T_g	: Camsı geçiş sıcaklığı

KISALTMALAR

UV	: Ultraviyole
SEM	: Taramalı Elektron Mikroskobu
TEM	: Geçirimli Elektron Mikroskobu
PVA	: Polivinil Alkol
KS	: Kitosan
TDM	: Toplayıcı ile Düze Arası Mesafe
PEO	: Polietilen Oksit
NaCl	: Sodyum Klorür
Fe(NO₃)₃	: Demir III Nitrat
THF	: Tetrahidrofuran
PS	: Polisülfon
PLGA	: Polilaktik glikolik asit
PLA	: Polilaktik asit
PAN	: Poliakrilonitril
H₃BO₃	: Borik asit
PhB(OH)₂	: Fenilboronik asit
4/VPhB(OH)₂	: 4- Vinilfenilboronik Asit
FT-IR	: Fourier Transform Infrared Spektroskopisi
TGA	: Termal Gravimetrik Analiz
DSC	: Diferansiyel Tarama Kalorimetresi
DMF	: N,N-Dimetilformamid
TDM	: Toplayıcı İle Düze Arası Mesafe
UEV	: Uygulanan Elektrik Voltajı

ŞEKİL LİSTESİ

	SAYFA
Şekil 1.1. Nano-Düzeyde Boyutlar	4
Şekil 1.2. Nanoteknolojinin Uygulama Alanları	5
Şekil 1.3. Nanolitografi Tekniği İle Çizilen Dünyanın En Küçük Türk Bayrağı	5
Şekil 1.4. Saç Teli İle Nanofiberin Çaplarının Karşılaştırılması	7
Şekil 1.5. Çekme Yönteminin Şematik Gösterimi	9
Şekil 1.6. Çekme Yöntemi İle Elde Edilmiş Polistiren Nanofiberi	9
Şekil 1.7. Kalıp Sentez Yönteminin Şematik Gösterimi	10
Şekil 1.8. Kalıp Sentez Yöntemiyle Elde Edilmiş Poliakrilat Nanofiberin SEM SEM Görüntüleri	10
Şekil 1.9. (A) :Kalıp Sentez Yönteminin Gösterimi (B) : Kalıp Sentez Yöntemiyle Elde Edilmiş Nanofiberin SEM Görüntüsü	11
Şekil 1.10. (A): Peptit Molekülünün Kimyasal Yapısı Ve Uzaydaki 3 Boyutlu Görüntüsü, (B): Peptit Moleküllerinin Nanoboyutta Kendiliğinden Birleşmesi (C): Peptit Nanofiberlerinin TEM Görüntüsü. (D): Peptit Nanofiberlerinin Sem Görüntüsü	12
Şekil 1.11. Elektrospinning Yönteminin TarihselGelişimi	15
Şekil 1.12. Elektrospinning Yönteminin Patentlerinin Kronolojik Gelişimi	16
Şekil 1.13. Zeleny Deney Düzeneği	17
Şekil 1.14. Damlacık Ucunda Meydana Gelen Deformasyonlar	18
Şekil 1.15. Formhals'ın Deney Düzeneği	19
Şekil 1.16. Gladding'in Tasarlamış Olduğu Fiber Çekim Sistemleri	19
Şekil 1.17. Taylor Konisi	20
Şekil 1.18. Taylor Deney Düzeneği	20
Şekil 1.19. Baumgarten Deney Düzeneği	21
Şekil 1.20. Elektrospinning Yöntemine Ait Yayınların Yıllara Göre Değişimi	22
Şekil 1.21. Elektrospinning Yönteminin Şematik Dösterimi (A) Dikey Kurulum (B) Yatay Kurulum.	23
Şekil 1.22. (A) Taylor Konisinin Optik Resmi (B) Farklı Geometrilerdeki Taylor Koni Oluşumları.	24

Şekil 1.23. Artan Voltaj Etkisiyle Polimer Damlacığından Taylor Konisi Ve Jet Oluşumu	25
Şekil 1.24. Taylor Konisinin Geometrik Modellenmesi.	26
Şekil 1.25. Kararsızlık Bölgesinde Jete Etki Eden Kuvvetler	27
Şekil 1.26. Elektrospinning İşleminde Whipping Kararsızlığı Ve Taylor Konisi	28
Şekil 1.27. Elektrospinning İşlemini Etkileyen Parametreler	32
Şekil 1.28. Viskozitenin Nanofiber Morfolojisine Etkisinin SEM Fotoğraflarıyla İncelenmesi (PVA/KS=80/20; Voltaj,15 Kv; TDM,15 Cm)	33
Şekil 1.29. Çözelti Konsantrasyonundaki Artışla Boncuk Şekli Arasındaki İlişki	34
Şekil 1.30. Farklı Konsantrasyonlardaki PVA Nanofiberlerinin 20 Kv Ve 10 Cm Mesafedeki Ortalama Çapları	34
Şekil 1.31. PEO Çözeltisine Etanol Eklenerek Yüzey Geriliminin Düşürülmesi Ve Bu Şekilde Daha Üniform Nanofiberlerin Elde Edilmesi.	35
Şekil 1.32. Farklı Konsantrasyonlardaki NaCl Eklenmiş PVA Çözeltisinden Elde Edilen Nanofiberlerin SEM Fotoğrafları (A) 0.1 (B) 0.2 (C) 0.3 (D) 0.5 (E) 1.0 Wt %	36
Şekil 1.33. Farklı Voltaj Değerlerinde Hazırlanan PVA Nanofiberlerinin SEM Görüntüleri. Uygulan Voltaj (A) 10, (B) 15, (C) 20 Kv	38
Şekil 1.34. Farklı Besleme Hızlarında Elektrospin Edilmiş PVA Nanofiberlerinin SEM Fotoğrafları .Besleme Hızları (A) 8, (B) 10, (C) 12 µl/dk	38
Şekil 1.35. Elektrospinning İşlemi İle Üretilen Nanofiberlerin Potansiyel Uygulama Alanları	41
Şekil 1.36. Kemik Doku Onarımı İçin Üretilmiş 3 Boyutlu Nanofiber Doku İskelesi	42
Şekil 1.37. Nanofiber Yüzeyi Üzerine Ekilmiş Hücrenin Büyümesi	43
Şekil 1.38. Elektrospinning Yöntemiyle Üretilmiş Hızlı Çözünen İlaç Salım Membranı	44
Şekil 1.39. Yara Örtüsü Olarak Kullanılan Nanofiberlerin Uygulanması	45
Şekil 1.40. Fare Derisine Açılmış Yaraların 1,2 Ve 3 Haftalık Periodlarda Kullanılan Yara Örtücüleri İle Kapanması (A) Gazlı Bez (B) Nanofiber Yara Örtüsü (C) Ticari Yara Örtücüsü	46

Şekil 1.41. Nanofiberlerden Üretilmiş Kalp Kapakçığı	47
Şekil 1.42. PVA Nanofiberi İle Çapraz Bağlı PAN Nanofiber Konpozit Mebmranın Şematik Görünümü	48
Şekil 1.43. Bitkinin Böceklere Karsı Korunması İçin Elektrospinning İle Üretilmiş Nanofiberden Oluşan Örtü İle Kaplanması	50
Şekil 2.1. Elektrospinning Cihazı	55
Şekil 2.2. Elektrospinning Cihazı Polimer Besleme Ünitesi	56
Şekil 2.3. Elektrospinning Cihazı Toplayıcı Ünitesi	57
Şekil 2.4. PVA ile H_3BO_3 Arasındaki Etkileşim	60
Şekil 2.5. PVA ile $PhB(OH)_2$ Arasındaki Etkileşim	62
Şekil 2.6. PVA İle $4/VPhB(OH)_2$ ' in UV Işınları İle Çapraz Bağlanması	64
Şekil 3.1. PVA Nanofiberine Ait FT-IR Spektrumu	68
Şekil 3.2. P1 Nanofiberinin SEM Görüntüleri: A) P1 x 1000 B) P1 x 5000 C) P1 x 10000 D) P1 x 15000 E) P1 x 20000	69
Şekil 3.3. Ortalama 180 nm Çapında PVA Nanofiberinin SEM Görüntüsü	70
Şekil 3.4. PVA Nanofiberinin DSC Grafiği	71
Şekil 3.5. PVA Nanofiberinin Azot Atmosferindeki TGA Grafiği	71
Şekil 3.6. PVA- H_3BO_3 Nanofiberine Ait FT-IR Spektrumu	72
Şekil 3.7. Nanofiberlerin SEM Görüntüleri: (A) P1 x 15000 (B) B1 x 15000	73
Şekil 3.8. Farklı Voltaj Değerlerinde Hazırlanmış PVA- H_3BO_3 Hibrit Nanofiberlerin SEM Fotoğrafları: (A) B5 x15000 (B) B4 x 15000 (C) B1 x 15000	74
Şekil 3.9. Uygulanan Voltajın Nanofiber Çapına Etkisi	75
Şekil 3.10. Düze Toplayıcı Arası Mesafenin Nanofiber Çapına Etkisi	75
Şekil 3.11. Farklı Mesafelerde Hazırlanmış PVA- H_3BO_3 Hibrit Nanofiberlerinin SEM Fotoğrafları: (A) B2 x15000 (B) B3 x 15000 (C) B4 x 15000	76
Şekil 3.12. Nanofiberlerin Azot Atmosferindeki TGA Grafikleri: (A) PVA (B) PVA- H_3BO_3	77
Şekil 3.13. Nanofiberlerin DSC Grafikleri :(A) PVA (B) PVA- H_3BO_3	77
Şekil 3.14. Nanofiberlere Ait FT-IR Spektrumu: (A) PVA – $PhB(OH)_2$ (B) PVA	78

Şekil 3.15. Nanofiberlerin SEM görüntüleri: (A) P1 x 15000 (B) F3 x 15000	79
Şekil 3.16. Farklı Voltaj Değerlerinde Hazırlanmış PVA– PhB(OH) ₂ Hibrit Nanofiberinin SEM Fotoğrafları :(A) F3 x15000 (B) F5 x 15000 (C) F6 x 15000	80
Şekil 3.17. Uygulanan Voltajın Nanofiber Çapına Etkisi	81
Şekil 3.18. Düze Toplayıcı Arası Mesafenin Nanofiber Çapına Etkisi	81
Şekil 3.19. Farklı Mesafelerde Hazırlanmış PVA– PhB(OH) ₂ Hibrit Nanofiberlerin SEM Fotoğrafları :(A) F4 x15000 (B) F2 x 15000 (C) F1 x 15000	82
Şekil 3.20. Nanofiberlerin Azot Atmosferindeki TGA grafikleri : (A) PVA (B) PVA- PhB(OH) ₂	83
Şekil 3.21. Nanofiberlerin DSC grafikleri : (A) PVA (B) PVA- PhB(OH) ₂	83
Şekil 3.22. Nanofiberlere Ait FT-IR Spektrumları: (A) P1, (B) V2, (C) UV5 Hibrit Nanofiberi	84
Şekil 3.23. Nanofiberlerin SEM görüntüleri: (A) P1 x 15000 (B) V2 x 15000	85
Şekil 3.24. Farklı Voltaj Değerlerinde Hazırlanmış PVA–4/VPhB(OH) ₂ Hibrit Nanofiberinin SEM Fotoğrafları :(A) V1 x15000 (B) V3 x 15000	86
Şekil 3.25. Uygulanan Voltajın Nanofiber Çapına Etkisi	86
Şekil 3.26. Düze Toplayıcı Arası Mesafenin Nanofiber Çapına Etkisi	87
Şekil 3.27. Farklı Mesafelerde Hazırlanmış PVA–4/VPhB(OH) ₂ Hibrit Nanofiberinin SEM Fotoğrafları: (A) V3 x15000 (B) V4 x 15000	87
Şekil 3.28. Çapraz Bağlanma Öncesi ve Sonrası PVA–4/VPhB(OH) ₂ Hibrit Nanofiberlere Ait SEM Görüntüleri:(A) V2 x1000, (B) V2 x 5000, (C) V2 x 10000, (D)V2 x 20000, (E) V2 x 15000, (F) UV5 x 1000, (G) UV5 x 5000, (H) UV5 x 10000, (K) UV5 x 20000, (L) UV5 x 15000	89
Şekil 3.29. Nanofiberlerin Azot Atmosferindeki TGA Grafikleri (A) PVA (B) PVA- 4/VPhB(OH) ₂	90
Şekil 3.30. Nanofiberlerin DSC Grafikleri (A) PVA (B) PVA- 4/VPhB(OH) ₂	91

TABLO LİSTESİ

	SAYFA
Tablo 1.1. Nanofiber Üretim Yöntemlerinin Avantaj Ve Dezavantajlarının Karşılaştırılması.	14
Tablo 1.2. Elektrospinning İşlemi İle Nanofiber Üretimi Yapılan Polimer Çeşitleri	30
Tablo 2.1. PVA Nanofiberinin Üretiminde Uygulanan İşlem Parametreleri	59
Tablo 2.2. Çapraz Bağlı PVA- H ₃ BO ₃ Hibrit Nanofiberlerin Üretimde Uygulanan İşlem Parametreleri	61
Tablo 2.3. PVA- PhB(OH) ₂ Hibrit Nanofiberlerin Üretimde Uygulanan İşlem Parametreleri	63
Tablo 2.4. PVA- 4-VPhB(OH) ₂ Hibrit Nanofiberlerin Üretimde Uygulanan İşlem Parametreleri	65
Tablo 3.1. Polivinil Alkol Çözetisinin Viskozite Ölçümü Sonucu	68
Tablo 3.2. PVA Nanofiberinin TGA ve DSC Analiz Değerlendirmeleri	71
Tablo 3.3. PVA – H ₃ BO ₃ Çözetisinin Viskozite Ölçümü Sonucu	73
Tablo 3.4. Nanofiberlerin TGA ve DSC Analiz Değerlendirmeleri	77
Tablo 3.5. PVA – PhB(OH) ₂ Çözetisinin Viskozite Ölçümü Sonucu	79
Tablo 3.6. Nanofiberlerin TGA ve DSC Analiz Değerlendirmeleri	83
Tablo 3.7. PVA – 4/VPhB(OH) ₂ Çözetisinin Viskozite Ölçümü Sonucu	85
Tablo 3.8. Nanofiberlerin TGA ve DSC Analiz Değerlendirmeleri	91

1. GİRİŞ

1.1. Giriş

“Nano” terimi, bir metrenin milyarda biri anlamına gelir. “Nanoteknoloji”, “nanobilim” gibi başında “nano” öneki bulunan terimler, “nanometre” teriminden gelmektedir. Temel olarak nanometre, diğer ölçüm skalaları gibi bir ölçüm skalasıdır. Bir metrede 1.000.000.000 nanometre vardır, yani bir nanometre, bir metreden bir milyar kere küçüktür. Bir nanometre, aşağı yukarı orta-boyutta bir molekülün, örneğin 60 karbon atomu içeren bir molekülün boyutundadır.

“Nanobilim”, nanometre ölçeğinde madde ve enerjiyi inceleyen bilimdir. Önemi, nanometre ölçeğinde fizik kurallarının farklı işlenmesinden ve maddeyle enerjinin bu ölçekte farklı özellikler taşımalarından kaynaklanmaktadır. Parçacıklar yeterince küçük olduklarında ve nanoparçacıklar olarak nitelendirilebildiklerinde, mekanik özellikleri ve ışıkla diğer elektromanyetik ışınımın bunlarla etkileşimi değişir. Nano ölçekteki malzemeler, kütsel malzemenin özelliklerinden ya da malzemenin moleküler haldeki özelliklerinden çok farklı olan yeni özelliklere sahiptirler. Yüzey davranışı, kütsel malzeme davranışlarını baskılar. 100 nanometreden daha küçük boyutta olan malzemeler, kütsel halde olan malzemelere göre toplam hacimlerine göre çok büyük oranda yüzeye sahiptirler.

Nanoteknoloji, nanobilimin buluşlarının gerçek hayattaki uygulamalarıyla ilgilidir. Nanoteknoloji, daha fazla işlevi olan, daha az ham madde ve daha az enerji tüketen, daha küçük, daha ucuz, daha hafif ve daha hızlı cihazların üretiminin önünü açmaktadır. Yani nanoteknoloji, özel bir bilim ya da mühendislik alanından çok, birçok teknolojinin, prosesin ve tekniğin toplamıdır.

Nanofiberler genel olarak 1 mikrometreden daha küçük çapa sahip olan fiberler olarak tanımlanabilmektedir. Yüksek yüzey alanına sahip ve gözenekli yüzeyler oluşturan nanofiberler, üstün özellikleri sebebiyle pek çok kullanım alanına sahiptirler. Nanofiberler çekme (drawing) , kalıp sentez (template synthesis) , faz ayrımı , kendiliğinden birleşme (self assembly) ve elektrospinning yöntemleriyle üretilmektedir. Bu üretim yöntemleri içerisinde sadece elektrospinning tekniği ile

nanometre boyutunda fiberler elde edilebilmektedir. Elektrospinning tekniđi diđer tekniklere gre ok daha basit, uygun maliyetli ve kullanışlı bir metottur.

Elektrospinning yntemiyle retilen nanofiberlerin morfolojileri ve apları birok parametreden etkilenecek farklılıklar gstermektedir. Bu parametreler zelti, proses ve ortam parametreleri olarak 3 ana bařlık altında toplanmaktadır. zelti parametreleri: konsantrasyon, viskozite, yzey gerilimi, elektrik iletkenliđi , zcnn dielektrik etkisi, proses parametreleri; uygulanan voltaj, zelti akış hızı, zelti sıcaklıđı, toplayıcı tipi, dze apı, toplayıcı dze mesafesi; ortam parametreleri ise rutubet, atmosfer tipi, basın, sıcaklık gibi deđiřkenleri ierir.

Elektrospinning yntemi ile retilen polimerik ,kompozit ve seramik kompozit esaslı nanofiberler ok iyi mekanik zellikler gsterirler. Buna bađlı olarak geniř kullanım alanına sahiptirler. Nanofiberler doku mhendisliđinde, kontroll ila salınımında, yara rtlerinde, medikal protezlerde, kozmetik rnlerde, koruyucu giysilerde, kompozitlerde, optik ve elektriksel uygulamalarda, filtrasyon uygulamalarında, sensrlerde ve tarım uygulamalarında kullanılmaktadır.

1.2. Tezin Amacı

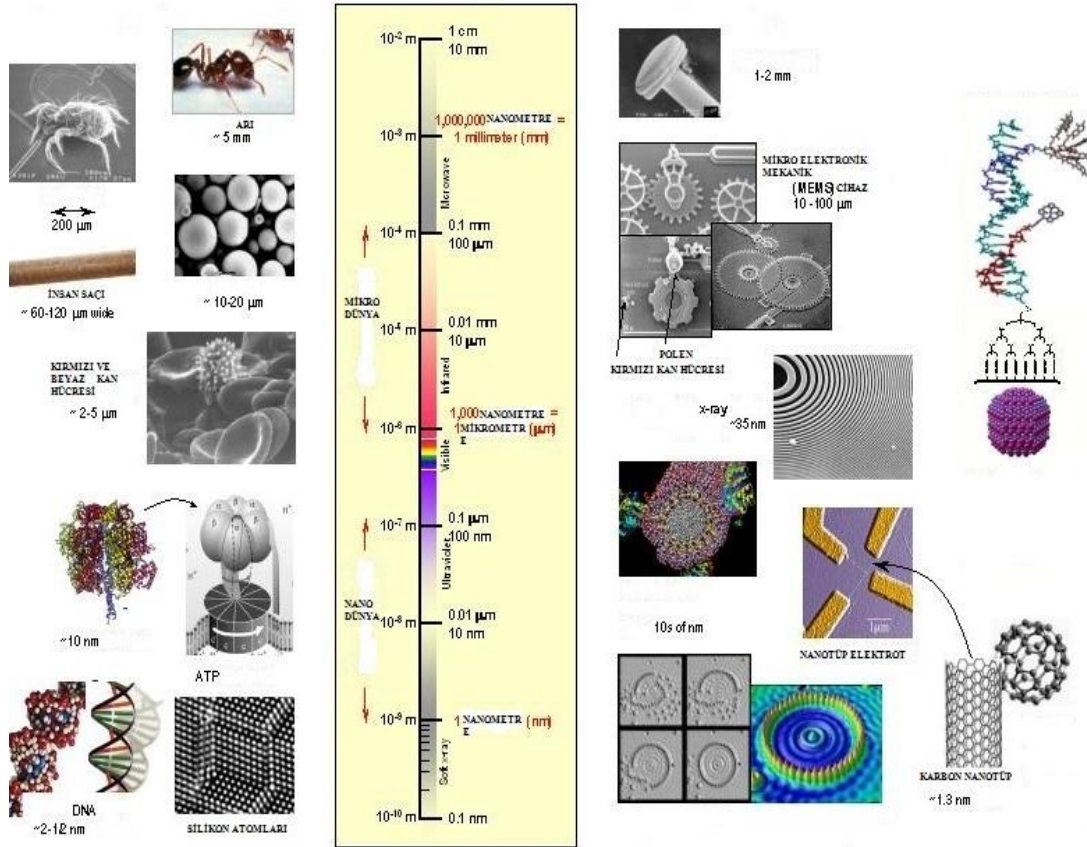
Bu alıřmanın amacı, elektrospinning yntemi ile nanometre boyutlarında aplara sahip homojen dađılımlı polimerik nanofiberler elde etmektir. alıřmanın ilk ařamasında, elektrospin edilecek polimer zeltisi ierisine eřitli inorganik ve organik bileřikler katılarak termal dayanımı arttırılmıř ve apraz bađlanmış nanofiberlerin elde edilmesi amalanmıřtır. Elektrospinning yntemini etkileyen parametreler olarak; zelti viskozitesinin etkisi, uygulanan voltajın etkisi, toplayıcı ile besleme nitesi arasındaki mesafenin etkisi ve besleme hızının etkisi, nanofiberlerin apları ve morfolojileri zerindeki etkileri incelenerek, en uygun iřlem ve proses parametreleri tespit edilmiřtir. Elektrospinning prosesi ile nanofiber retilirken eř zamanlı olarak UV ıřmasına maruz bırakılarak apraz bađlı nanofiberleri hazırlamaktır. Hazırlanacak olan nanofiberlerin morfolojileri ve termal zellikleri incelenecektir.

1.3. Günümüzün Teknolojisi Nanoteknoloji

Nanoteknoloji, maddenin moleküler düzeyde düzenlenmesi ve kontrol edilmesi yoluyla gerçekleştirilen işlemlere verilen genel addır. Bu teknoloji sayesinde çok karmaşık ve büyük sorunları çözmek mümkün olabilir. Nano, Latince ‘‘nans’’ kelimesinden türetilmiştir ve cüce anlamına gelir. ‘‘Nano’’ boyuttaki bilim ve teknoloji faaliyetleri, ölçüt olarak metrenin milyarda biri uzunluklarda söz konusu olmaktadır. 10^{-9} metrelik bu inanılmaz küçüklükte, ya da bir milimetrenin milyonda biri olan bu evrende, moleküler ve atomik düzeyde bilim ve teknoloji kendine has özellikler taşımaktadır. 21. yüzyılın giderek bir ‘‘ nano-çağ’’ niteliğine doğru yöneleceği ve geleceğin dünyasının tümüyle ‘‘nanoteknoloji’’ etrafında şekilleneceği tartışılmaktadır [1].

Nano düzeyde, maddenin fiziksel, kimyasal ve biyolojik özellikleri temelden ve önemli ölçüde farklılıklar göstermekte ve tek tek atomların, moleküllerin ve kütlelerin özelliklerinde değişimler söz konusu olmaktadır. Bu düzeyde kimyasal kompozisyon değişmeden, bazı temel sabitlerde değişimler gözlemlenebilmektedir (örneğin, ergime sıcaklığı, elektriksel iletkenlik, manyetik özellikler, yüzey gerilimleri gibi). Maddenin boyutları küçüldükçe yüzey alanının hacme oranı artmakta ve söz konusu boyutlar ‘‘nano’’ düzeylere ulaştığında bu oran olağanüstü bir artış göstermektedir. Buna bağlı olarak, örneğin:

- ✓ Nano şeker suda daha iyi çözünmekte ve çok daha iyi buzlanmaktadır.
- ✓ Nano gümüş anti-bakteriyel, anti-mikrobik nitelikler taşımaya başlamakta ve ilk yardım müdahalelerinde yara bandı olarak kullanılmaya başlanmıştır.
- ✓ Nano altın ergime noktası birkaç yüz derece düşmektedir.
- ✓ Nanokompozitler ısı iletkenlik kazanmakta, radyasyon kalkanı olabilmekte, kablosuz iletişimde kullanılmakta ve ısıyı elektriğe çevirebilecek niteliklere kavuşmaktadır [2].



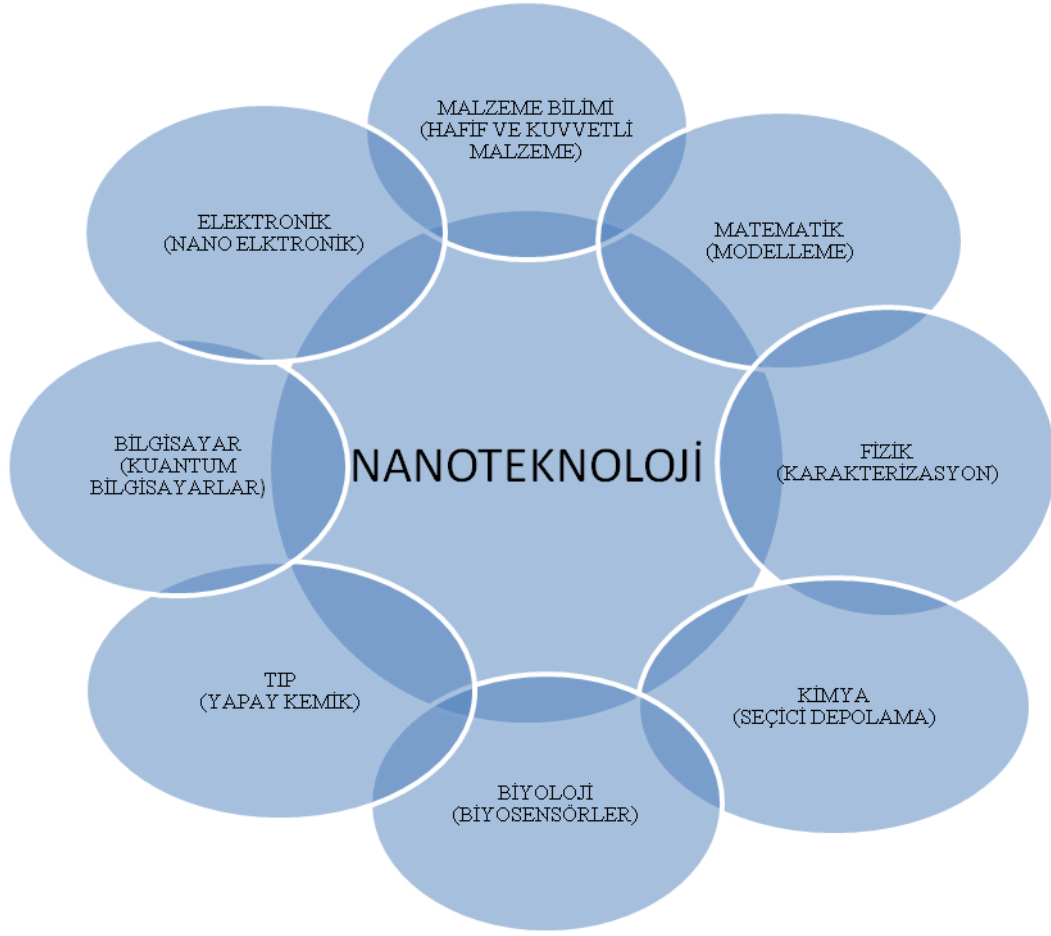
Şekil 1.1 Nano-düzeyde boyutlar.

1.3.1. Nanoteknolojinin uygulama ve kullanım alanları

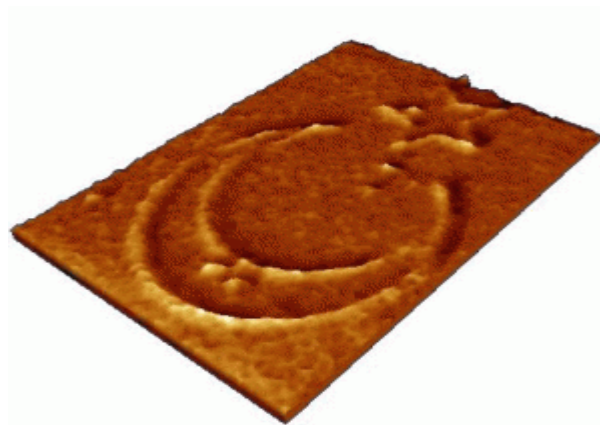
Nanometre ölçeklerinde malzemelerin sahip oldukları üstün fiziksel özellikleri kullanarak çeşitli alanlarda(bilişim ve iletişim,elektronik,biyoteknoloji,farmakoloji, tıp,savunma,tekstil,makine ve inşaat sanayileri)teknolojik devrim niteliğinde yeni ürünler elde edilebilmektedir.

Nanoteknoloji sistemlerinin gelecekte kullanılabileceği uygulama alanları:

- ✓ Hastalık mikroplarının imha edilmesinde
- ✓ Tümör hücrelerinin tek tek yok edilmesinde
- ✓ Kan damarlarında devriye gezen "nano-denizaltılar" ve damar tıkanıklığının anında açılmasında
- ✓ Atomik boyutlarda süper bilgisayarlar
- ✓ Mikroçiplerden roketlere,nano-uydulara kadar makinelerde
- ✓ Hasarlı hücrelerin tamiri ve yaşlanmanın geciktirilmesinde [1].



Şekil 1.2. Nanoteknolojinin uygulama alanları.



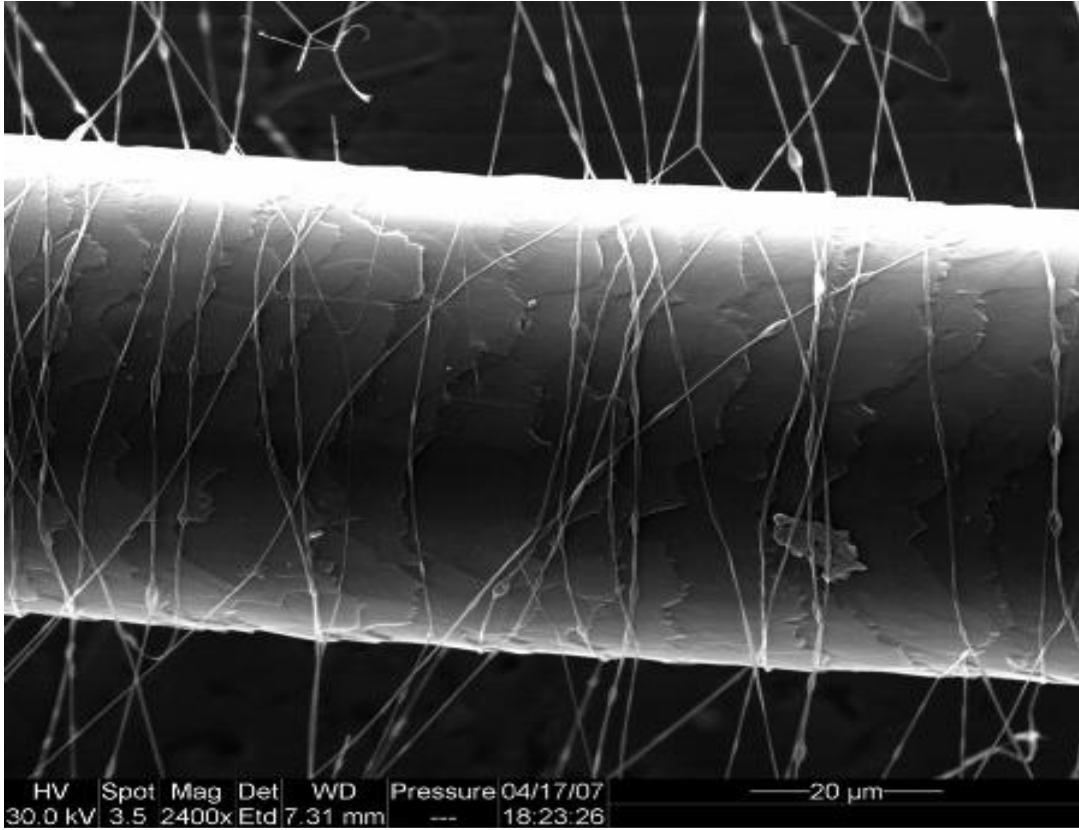
Şekil 1.3. Nanolitografi tekniği ile çizilen dünyanın en küçük türk bayrağı.

1.3.2. Nanoteknolojinin kronolojik gelişimi [3]

- 1959:** Richard Feynman meşhur konuşmasını yaptı.
- 1974:** Aviram Seiden ilk moleküler elektronik alet için patent aldı.
- 1981:** G.K. Binnig ve H.Rohrer atomları tek tek görüntüleyebilmek için STM'yi icat ettilet.
- 1985:** R. Curl Jr.,H. Kroto, R.Smalley C60'ı keşfettiler.
- 1986:** K.E. Drexlor 'Engines of Creation' kitabını yayınladı.(Moleküler nanoteknoloji fikri).
- 1987:** İletkenliğin kuantum özelliği ilk defa gözlemlendi.
- 1987:** T.A. Fulton ve G.J. Dolan ilk defa tek elektron transistörü yaptı.
- 1988:** W. De Grado ve ekibi ilk defa suni protein yaptılar.
- 1989:** IBM (Zurih)'de 35 xe atomundan IBM yazısı yazıldı.
- 1991:** Iijima çok duvarlı karbon nanotüpleri keşfetti.
- 1993:** Iijima ve Bethune tek duvarlı karbon nanotüpleri keşfetti.
- 1993:** Rice Üniversitesi'nde (ABD) ilk "nanoteknoloji" laboratuvarı kuruldu.
- 1997:** N.Seeman ilk defa DNA molekülü kullanarak nanomekanik aygıt yaptı.
- 1997:** İlk defa nanotüp kullanılarak elektrik akımı ölçüldü.
- 1998:** C. Dekker ve ekibi TUBEFET yaptı.
- 1999:** M.Reed ve J.M. Tour ilk defa tek organik molekül ile elektronik anahtar yaptı.
- 2000:** ABD'de ilk defa nanoteknoloji araştırmaları için 422 milyon dolar kaynak ayrıldı.
- 2001:** İlk defa nanotüplerden transistör mantık devreleri yapıldı.
- 2001:** ZnO nanotel lazeri yapıldı.
- 2002:** Süperörgü nanoteller yapıldı.
- 2005:** İlk dört tekerlekli nano araba modeli hareket ettirildi.
- 2008:** Hücre içi analizler için nanoajanları yapılması.
- 2013:** Hücre içi manipülasyonlar için nanoaraçlar yapılacak.
- 2015:** Yapay sistemlerin kendi kendini onarabilmesi.
- 2018:** İnsan organlarının iç yapılanmasının tanımlanması.
- 2021:** Vücudun içinde nanomakineler üretilmesi.

1.4. Nanofiber Nedir?

Genel anlamda nanofiberler söz konusu olduğunda ‘nano’ terimi, fiber çapının büyüklüğü hakkında bilgi verir. Yani nanofiberler basit olarak, çapları nanometre boyutlarında olan fiberler olarak tanımlanabilmektedirler. Ancak, bu konuda birbirinden farklı tanımlamalar kullanılmaktadır. Örneğin, bazı kaynaklar çapı 1 mikronun altındaki fiberlere nanofiber derlerken, bazıları ise bu tanımı çapı 0,3 mikron (=300 nanometre) veya daha az olan fiberler için uygun görmektedirler. Bir başka tanımlamada nanofiberler, çapları 0,5 mikrondan daha az olan fiberler olarak ifade edilmektedirler [4]. Şekil 1.4’de boyutsal olarak insan saçı ile nanofiber çapının karşılaştırılması görülmektedir.



Şekil 1.4. Saç teli ile nanofiberin çaplarının karşılaştırılması.

Nanofiberlerin son ürünlere kazandıracağı özellikler aşağıda belirtilmektedir [5]:

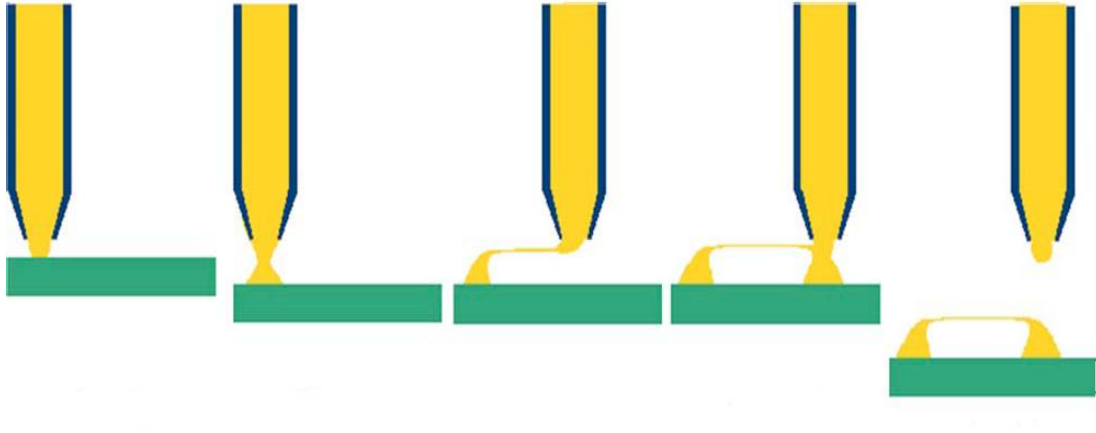
- ✓ İnsan saçından daha ince bir yapıya sahip olmaları,
- ✓ Birim kütleden elde edilebilecek yüzey alanında artış,
- ✓ Farklı çaplarda, çok katlı olabilen, çok kararlı yapılar,
- ✓ Daha dayanıklı, daha hafif yapılar oluşturmaları,
- ✓ Üretimlerinde daha az malzeme kullanımı,
- ✓ Daha az enerji kullanımı,
- ✓ Filtrelemede yüksek performans göstermeleri,
- ✓ Su geçirmezlik, leke tutmazlık, kırılmazlık gibi kumaş performans özelliklerinde yüksek derecede artış sağlamaları nanofiberlerin son ürüne kattıkları özelliklerden sadece birkaçıdır.

1.5. Nanofiberlerin Üretim Yöntemleri

Eriyikten fiber çekimi, kuru ve yaş fiber çekimi gibi konvansiyonel fiber üretim teknikleri mekanik kuvvetlerle eriyiğin ya da çözeltinin bir düzeden geçirilmesini sağlama ve daha sonra katılaştırılması esasına dayanmaktadır. Ancak konvansiyonel fiber üretim yöntemlerinde kullanılan düze çaplarının nanofiberlerin üretiminde kullanılabilecek kadar küçültülmesinin imkânsız olması nedeniyle bu yöntemlerle nanofiberlerin üretilmesi mümkün olmamaktadır. Laboratuvar ölçeğinde nanofiberlerin üretimleri temel olarak beş gruba ayrılmaktadır: [6]

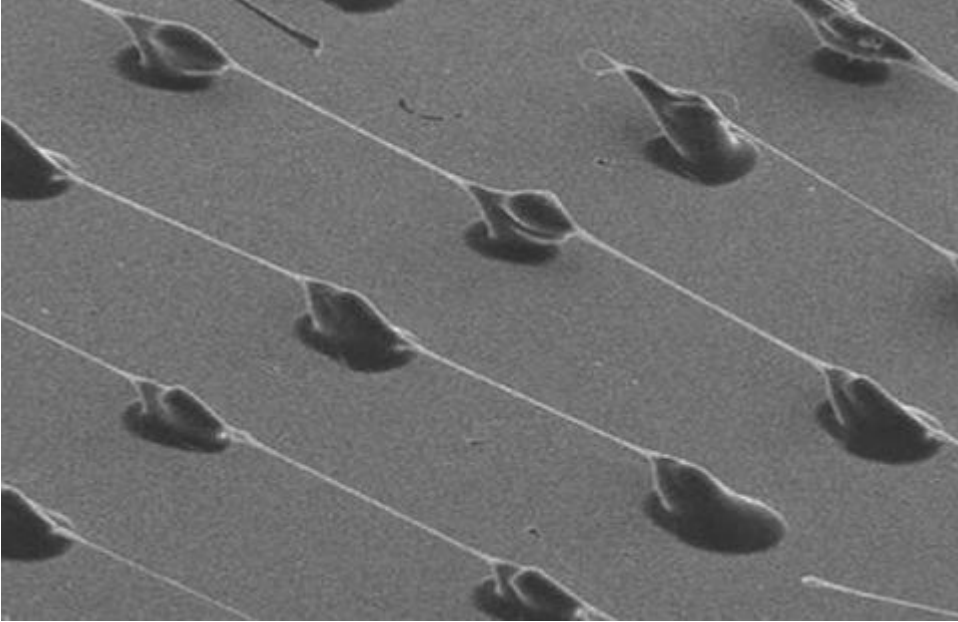
1.5.1. Çekme yöntemi

Çekme (Drawing), yöntemi ile tek ve uzun nanofiberler elde edilebilmektedir. Bu yöntemde nano veya mikro büyüklükteki taramalı elektron mikroskobu pipetleri polimer damlacığının yüzey ile temas ettiği noktaya daldırılır ve hızlı bir şekilde çekilir. Bu şekilde tek bir fiber elde edilmiş olacaktır. Nanofiberlerin çekilmesi her bir damlacık üzerinde birçok kez tekrarlanabilir. Polimer damlacığından fiber çekilirken çözücü buharlaşması olacak ve fiber katılaşacaktır. Polimer damlacığından fiberin çekim hızı arttıkça fiber yarıçapı küçülecektir. [7] Çekme işlemi Şekil 1.5’de şematik olarak görülmektedir. [8]



Şekil 1.5. Çekme yönteminin şematik gösterimi.[8]

Çekme yöntemi ile Amrinder ve grubu çapı 37 nm olan polistiren tek nanofiberlerini elde etmişlerdir.[8] Elde etmiş oldukları nanofiberlerin SEM görüntüleri Şekil 1.6’da görülmektedir.

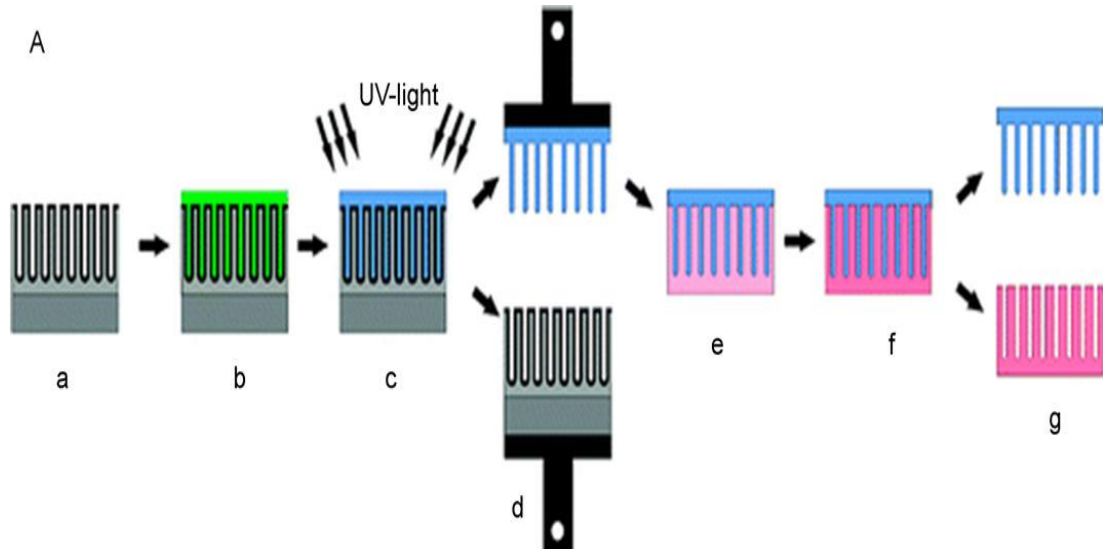


Şekil 1.6. Çekme yöntemi ile elde edilmiş polistiren nanofiberi. [8]

1.5.2. Kalıp sentez yöntemi

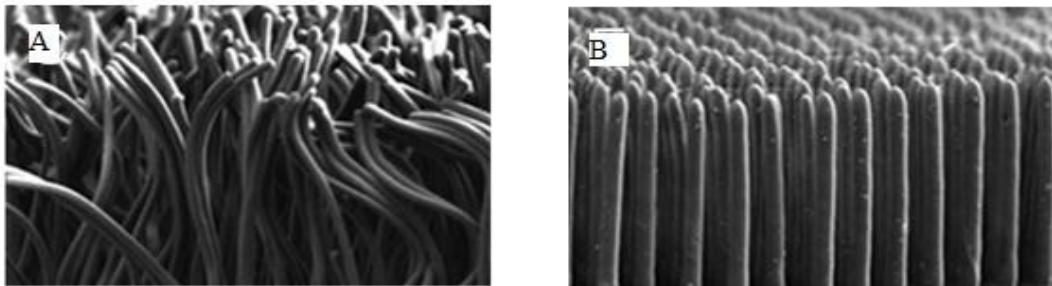
Bu yöntem istenilen yapının elde edilmesinde belli şekillerdeki kalıpların kullanılmasını gerektirir. Fiber elde edilecek polimer çözeltisi nano veya mikro büyüklükteki

gözeneklere sahip membran üzerine aktarılır ve çözelti üzerine su ve basınç uygulanarak bu gözeneklerden geçmesi sağlanır. Sonuçta istediğimiz şekilde nano ve mikro yapıları oluşturmuş oluruz. Membran kalıp olarak alüminyum ve silika kullanılabilir. Elde edilen fiberlerin çapları yaklaşık 100-200 nm civarındadır.[9] Kalıp sentez yönteminin şematik gösterimi Şekil 1.7’ de görülmektedir. Gri renkli olan alüminyum kalıbı, yeşil renk reçineyi, mavi renk polimer nanofiberi ve pembe renk ise silika kalıbı belirtmektedir.



Şekil 1.7. Kalıp sentez yönteminin şematik gösterimi. [9]

Grimm ve grubu kalıp sentez yöntemiyle çapraz bağlı poliakrilat nanofiberlerini elde etmiştir. Nanofiberlerin çapları 120 ile 1000 nm arasında değişmektedir. Elde edilen nanofiberlerin SEM görüntüleri Şekil 1.8’de görülmektedir.[10]



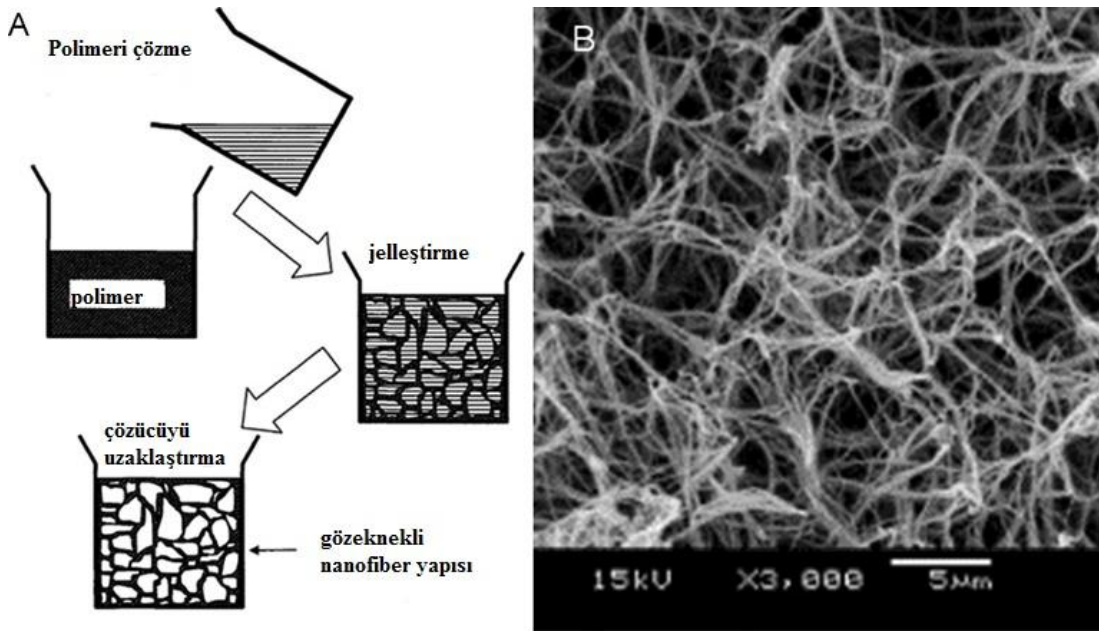
Şekil 1.8. Kalıp sentez yöntemiyle elde edilmiş poliakrilat nanofiberin SEM görüntüleri [10]

1.5.3. Faz ayrımı yöntemi

Bu yöntemin temeli homojen polimer çözeltisinin hazırlanması ve çözücünün ortamdaki uzaklaştırılması ile gözenekli polimer nanofiber yapının oluşturulmasıdır. İşlem genel olarak beş basamaktan oluşmaktadır. Bunlar:

1. Polimerin uygun çözücüde çözülmesi
2. Çözeltinin jelleştirilmesi
3. Çözücünün ayrıştırılması
4. Soğutma
5. Soğutma ve kurutma işlemlerinden oluşur.[11]

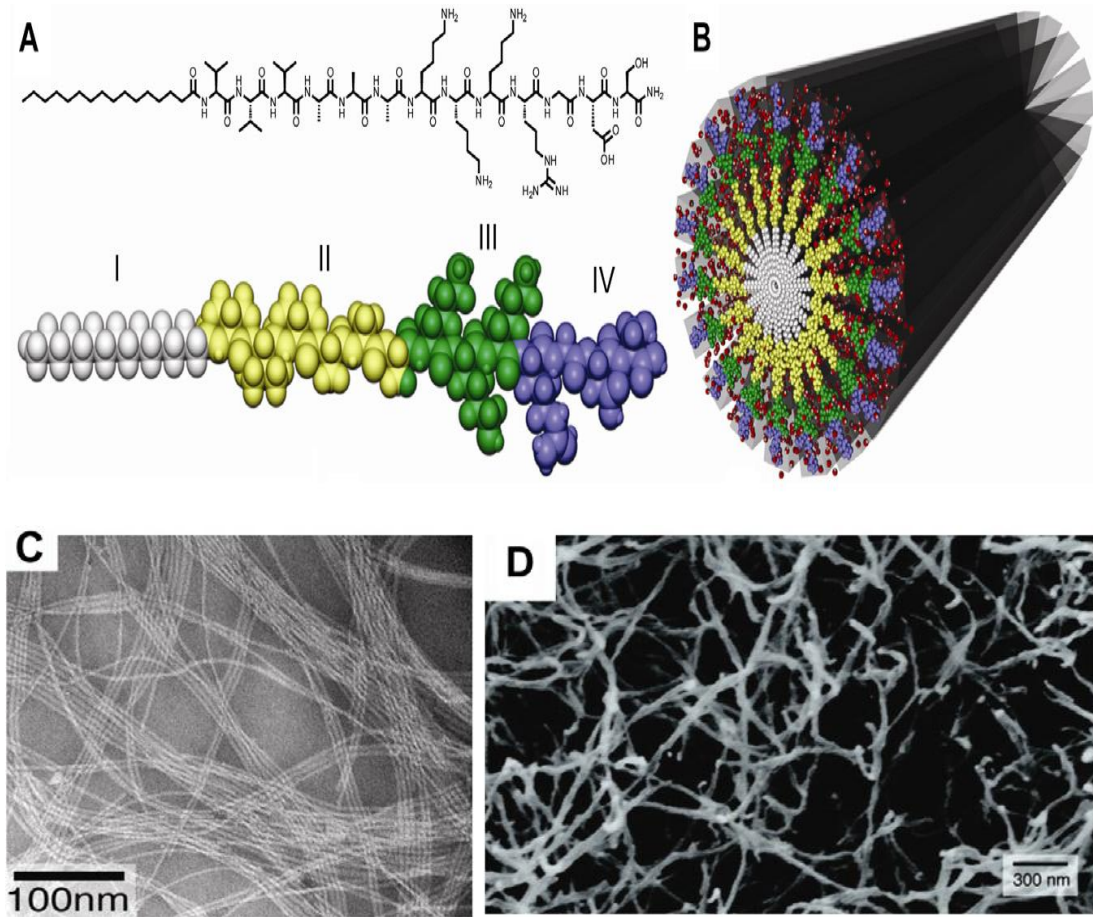
Faz ayrımı yöntemi şeması ve bu yöntemle elde edilmiş fiberin SEM görüntüsü Şekil 1.9’ da görülmektedir.



Şekil 1.9. (A) :Kalıp sentez yönteminin gösterimi (B) : Kalıp sentez yöntemiyle elde edilmiş nanofiberin SEM görüntüsü.[11]

1.5.4. Kendiliğinden birleşme yöntemi

Kendiliğinden birleşme yönteminde, atom ve moleküller nanoboyutta hidrojen bağları, Wan der Walls kuvvetleri, hidrofobik etkileşimler ve elektrostatik reaksiyonlar yardımıyla belirli bir düzen içerisinde dizilirler. Bu yöntem daha çok peptit nanofiber yapıları oluşturmak için kullanılmaktadır. Peptit yapısını oluşturan aminoasitlerin hidrofilik ve hidrofobik fonksiyonel yapılarının birbirleri ile etkileşimleri sonucunda bir düzen içerisinde dizilirler. Elde edilen nanofiberin çapları 5 ila 25 nm arasında değişim göstermektedir.[12]



Şekil 1.10. (A): Peptit molekülünün kimyasal yapısı ve uzaydaki 3 boyutlu görüntüsü, (B): Peptit moleküllerinin nanoboyutta kendiliğinden birleşmesi (C): Peptit nanofiberlerinin TEM görüntüsü. (D): Peptit nanofiberlerinin SEM görüntüsü. [12]

1.5.5. Elektrospinning yöntemi

Polimer çözeltisinin elektriksel olarak yüklenmesi ve topraklanmış bir toplayıcı üzerinde dağınık bir halde nanofiberlerin konumlanması esasına dayanan elektrospinning yöntemi, bilinen en yeni ve en etkin nanofiber üretim tekniğidir. Bu yöntemle pek çok polimerden 3 ila 1000 nm arasında çaplara sahip nanofiberlerin elde edilmesi mümkündür. Yukarıda anlatılan nanofiber üretim yöntemlerine nazaran çok daha basit ve ucuz bir yöntemdir [13].

1.5.6. Nanofiber üretim yöntemlerinin avantaj ve dezavantajları

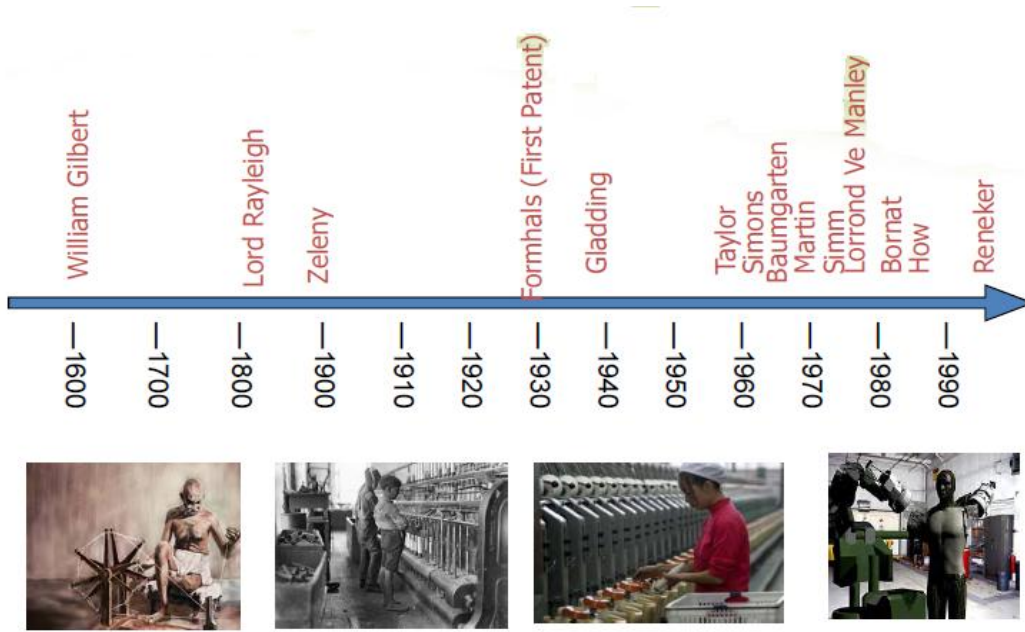
Nanofiberlerin üretimi yukarıdada açıklandığı gibi 5 farklı yöntem ile üretilmektedir [6]. Bu üretim süreçlerinin birbirlerine karşı avantajları ve dezavantajları bulunmaktadır. Bu karşılaştırmalar Tablo 1.1’de gösterilmektedir.

Tablo 1.1. Nanofiber Üretim Yöntemlerinin Avantaj Ve Dezavantajlarının Karşılaştırılması.

	Avantajlar	Dezavantajlar
Çekme Yöntemi	✓ Çok çeşitli malzemeye uygulanabilir. ✓ Üretimi basittir.	✓ Verim düşüktür. ✓ Çap büyüklükleri birbirinden farklılık gösterir.
Kalıp Sentez Yöntemi	✓ Çok çeşitli malzemeye uygulanabilir. ✓ Nanofiber çapları kontrol edilebilir.	✓ Nanofiber boyutlarının ve düzenlemesinin sınırlı olması.
Faz Ayrımı Yöntemi	✓ 3 boyutlu gözeneklere sahip yüzeyler oluşturulur.	✓ Üretim karmaşıktır. ✓ Nanofiber düzenlenmesi kontrol edilemez.
Kendiliğinden Birleşme Yöntemi	✓ 3 boyutlu gözeneklere sahip yüzeyler oluşturulur.	✓ Üretim karmaşıktır.
Elektrospinning Yöntemi	✓ Kurulum düzeneği basittir. ✓ Ucuz bir	✓ Toksik çözücü kullanımı vardır.

1.6. Elektrosinning Yönteminin Tarihsel Gelişimi

Elektro üretim işlemi 1600'lü yıllarda William Gilbert'in elektro-manyetizmanın sıvılar üzerine etkisini gözlemlemesiyle ortaya çıkmıştır. Gilbert çalışmasında, kuru bir yüzeydeki bir su damlası üzerine elektrik yüklenmiş bir kehribar parçasını tuttuğunda su damlasının kehribar parçasına doğru konik bir hal alarak yönlendiğini gözlemlemiştir. Bu gözlem elektrospray ve elektro üretim işlemlerinin başlangıcı sayılmaktadır.[14] Elektrosinning işleminin başlangıçtan günümüze tarihsel gelişim süreci Şekil 1.11'de görülmektedir.



1628	William Gilbert	Sıvıların elektrostatik kuvvet ile çekiliminin ilk defa gözlenmesi
1745	Bose	Elektrohidrodinamik atomizasyonun tanımlanması
1882	Rayleigh	Jet oluşumu için gereken yükün hesaplanması
1902	J. F. Cooley	Yönteme dair ilk patent
1914	John Zeleny	Elektrostatik kuvvet altında kapiler ucundaki damlanın jet oluşumunun deneysel olarak ilk defa belirlenmesi
1934	Anton Formhals	Elektrospinning yöntemiyle ilgili bir dizi patent
1936	C.L Norton	Eriyikten elektrospinning yöntemine dair alman ilk patent
1964	Sir G.I. Taylor	"Taylor Konisi" oluşumunun tanımlanması
1971	Baumgarten	Akrilik nano fiberlerin elde edilmesi
1987	Hayati	Fiber kararlılığına etki eden faktörlerin belirlenmesi
1995	D.H. Reneker	Jet oluşumunun ve kararsızlıkların modellenmesi

Şekil 1.11. Elektrospinning yönteminin tarihsel gelişimi. [15]

1745 yılında Bose yapmış olduğu çalışmalarla sıvıların elektro-hidrodinamik davranışlarını tanımlamıştır.[16]

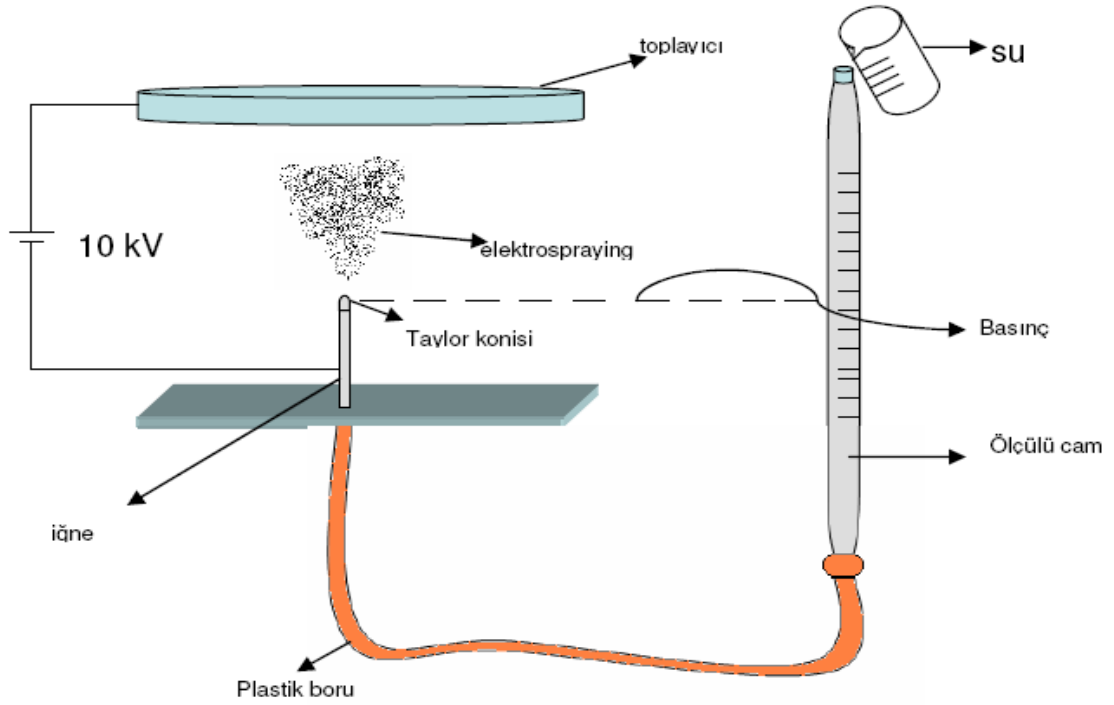
1882 yılında Lord Raleigh elektriksel olarak yüklenmiş sıvı damlacıkları ve bu damlacıkların kararlılıklarını inceleyerek çalışmaları daha ileri bir aşamaya getirmiştir. Rayleigh elektriksel olarak yüklü bir damlağın yüzey geriliminin üstünde bir değer aldığı anda damlacığın kararsız bir hal aldığı ve parçalanmanın gerçekleştiğini tahmin etmiştir. Rayleigh'in yaptığı çalışmaların sonucuna göre; sıvı damlacığını etkileyen iki kuvvetin bulunduğunu, bu kuvvetlerden birinin elektrik kuvveti olduğunu ve diğerinin ise elektrik kuvvetine tam zıt yönde damlayı etkileyen yüzey gerilimi kuvveti olduğunu göstermiştir. Çalışmalarında elektrik kuvvetinin yüzey gerilimi kuvvetini yendiği anda damlanın ince jetlere ayrılarak püskürmeye başladığını göstermiştir.[17]

Yıl	Kişiler	Tanım
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. #s 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	Simons, H. L.	U.S. pat. # 3,280,229
1976	Simm, W., et al.	U.S. pat. # 3,944,258
1977/1978	Martin, G. E., et al.	U.S. pat. # 4,043,331; 4,044,404; 4,127,706
1978	Simm, W., et al.	U.S. pat. # 4,069,026
1980	Fine, J., et al.	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., et al.	U.S. pat. # 4,878,908
1991	Berry, J. P.	U.S. pat. # 5,024,789
2000	Scardino, F. L. and Balonis, R. J.	U.S. pat. # 6,106,913
2004	Chu, B., et al.	U.S. pat. # 6,713,011

Şekil 1.12. Elektrosinning yönteminin patentlerinin kronolojik gelişimi. [15]

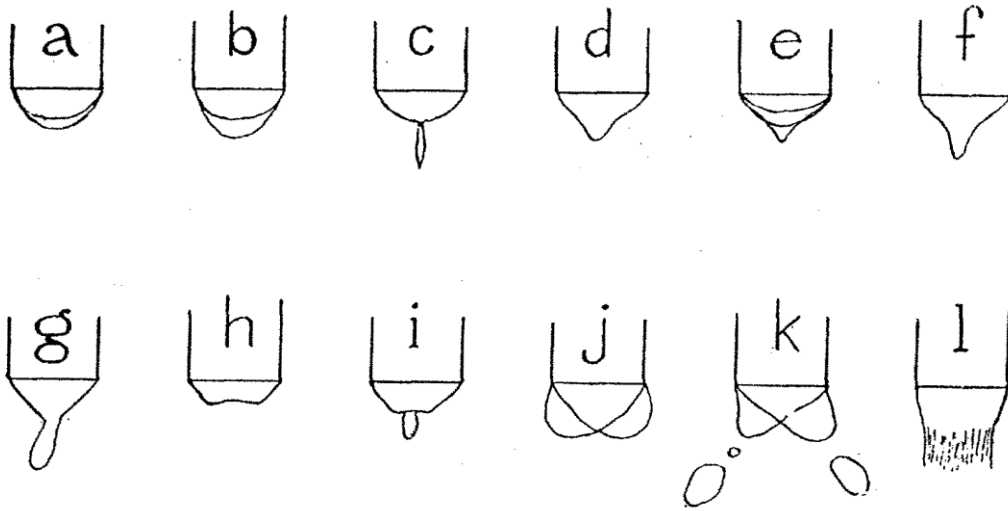
1914 yılında Zeleny elektriksel yükün sıvıların yüzeyleri üzerine olan etkisini incelemiştir. Zeleny, yapmış olduğu çalışmalar sonucunda sıvı damlacık üzerine uygulanacak olan elektriksel kuvvetin, sıvının vizkozitesi ve yüzey gerilimi ile arasında doğru bir orantının olduğunu tespit etmiştir. Yani sıvının vizkozitesi ve yüzey gerilimi ne kadar fazla ise sıvı damlacığı püskürtmek için verilmesi gereken elektriksel güçte o kadar fazla olacaktır.[18]

Zeleny'nin çalışmış olduğu deney düzeneğinin bir benzeri Şekil 1.13'de görülmektedir.



Şekil 1.13. Zeleny deney düzeneği. [19]

1915 yılında Zeleny sıvı damlacığının ucunda (menisküs) meydana gelen deformasyonları ve damladan jete geçiş durumunu fotoğraflarla incelemiştir. Gözlemin sonucunda oluşan spreyin çözücünün yapısına, uygulanan voltaja ve borunun ucundaki sıvı basıncına bağlı olduğunu belirlemiştir. Elektrostatik kuvvetler ile damlacığının ucunun meydana getirdiği deformasyon şekilleri Şekil 1.14 görülmektedir.[15]

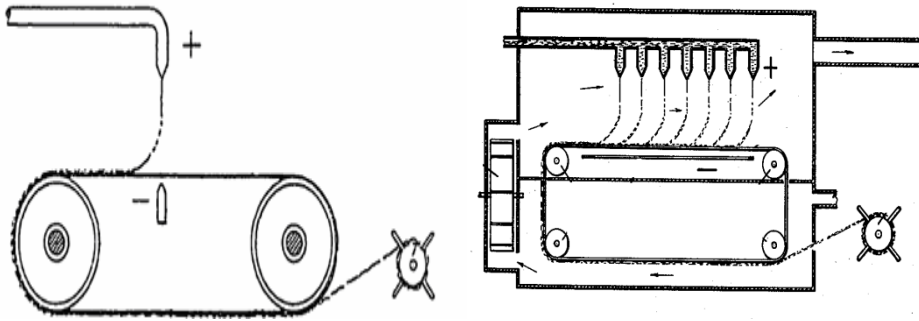


Şekil 1.14. Damlacık ucunda meydana gelen deformasyonlar. [15]

Formhals almış olduğu patentte selüloz asetat polimer çözeltisinden elektro üretim yöntemiyle fiberleri elde etmiştir. Hazırlanan polimer çözeltisi içerisine zıt kutuplara sahip elektrotlardan birini koymuş ve diğer elektrotu ise toplayıcıya monte etmiştir. Bu şekilde polimer damlacığı üzerine elektriksel güç uygulandığında polimer damlacığı filamentler halinde toplayıcı üzerinde birikmiştir. İşlem sırasında polimer damlacığına verilmesi gereken gerilim çözeltinin yapısına ,çözünmüş olan polimerin mol ağırlığına ve çözelti vizkozitesine bağlıdır. Formhals 1939 ve 1940 yıllarında almış olduğu patentlerde de polimer çözeltisinin püskürtüldüğü şıranğa ile toplayıcı arasındaki mesafenin fiber morfolojisine etkilerini incelemiştir.[20]

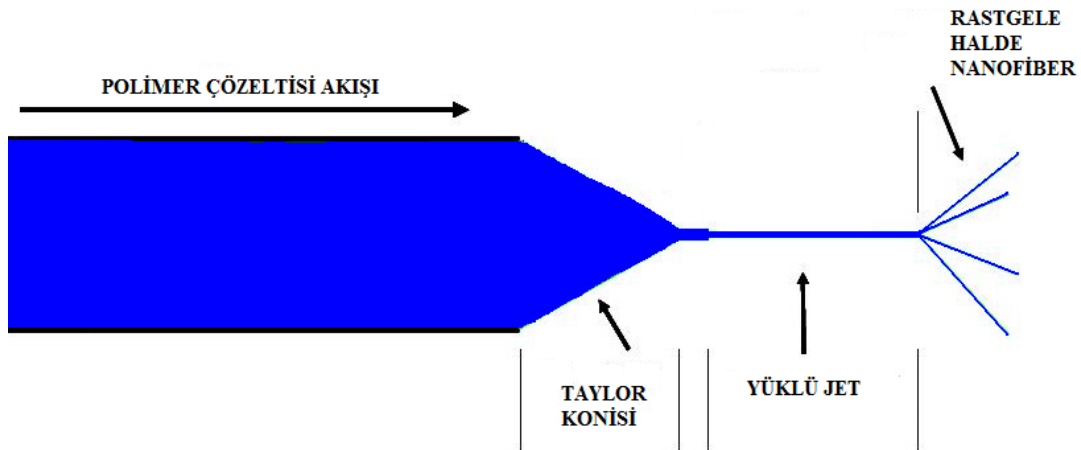
Şekil 1.15. Formhals'ın deney düzeneği. [20]

Gladding [21] geliştirmiş olduğu sistemde elektro üretim yöntemiyle elde ettiği fiberleri bir konveyer toplayıcı üzerinde toplamıştır. Bu şekilde elde edilen fiberlerin iplik gibi sarılmasını sağlamıştır. Tasarladığı sistemler Şekil 1.16'da görülmektedir.



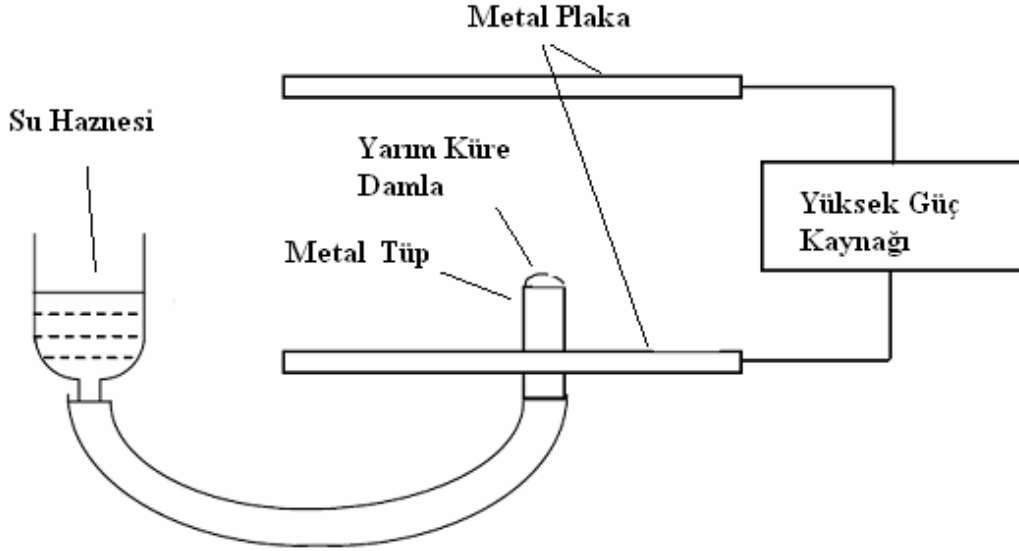
Şekil 1.16. Gladding'in tasarlamış olduğu fiber çekim sistemleri. [21]

1960'lı yıllara gelindiğinde Taylor tarafından yapılan çalışmalarda, elektriksel alan altındaki bir sıvı damlacığının elektriksel olarak yükleneceğini ve uygulanan elektrostatik kuvvetle, sıvı damlacığının koni formunu alacağını ve fazla yüklerin sıvı damlacığının ucundan dışarı doğru çıkacağını ortaya koymuştur [22-24].



Şekil 1.17. Taylor konisi. [25]

Taylor deney düzeneği Şekil 1.18’de verilmektedir. Taylor’a göre sıvı damlacığı üzerine uygulanan voltaj eşik değeri geçtiğinde sıvı damlacığı koni formunu almaktadır. Taylor’un kritik voltaja ait denklemi eşitlik 1.1’de verilmiştir.[15]



Şekil 1.18. Taylor deney düzeneği. [19]

$$V_c^2 = 4(H^2/L^2) * (\ln(2L/R) - 1.5) * (1.3\pi RT) * (0.09) \quad \text{Eş}$$

itlik 1.1. Taylor’un kritik voltaja ait denklemi.

Eşitlikte;

V_c = kritik voltaj

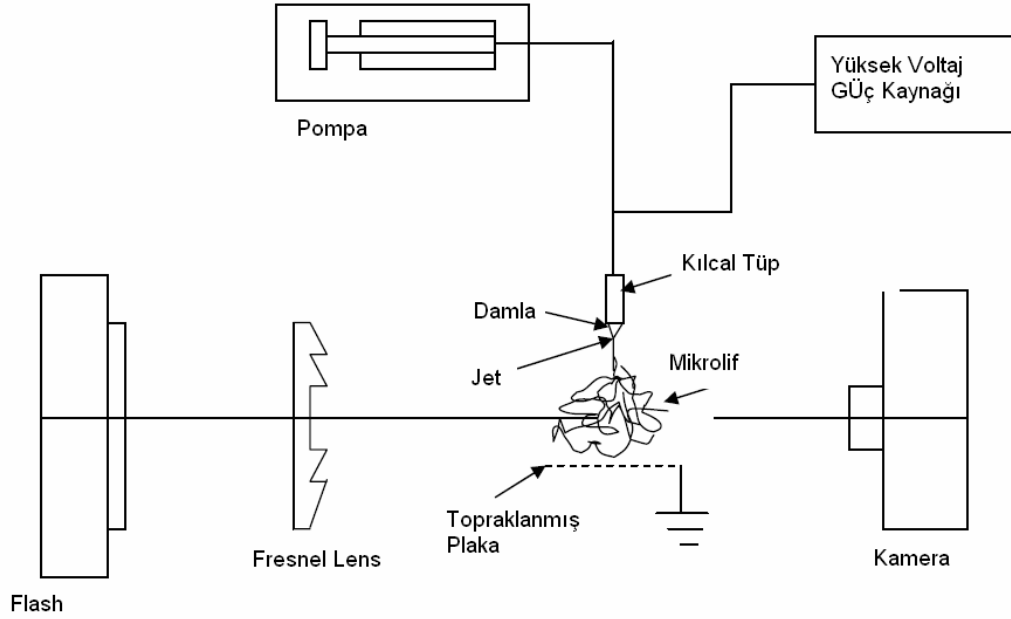
H= kapiler ve toplayıcı arası mesafe

L= R yarıçaplı kapilerin uzunluğu

T= sıvının yüzey gerilimi

1971 yılında Baumgarten, elektro-üretim yöntemiyle akrilik polimerlerden 0.00-1.1 μm çaplarında, sürekli bir şekilde, lifler üreten bir cihaz geliştirmiştir. Yapılan bu deneyde, lif çapı, çözelti vizkozitesi, jet uzunluğu, debi ve ortam gazı arasındaki ilişkiler

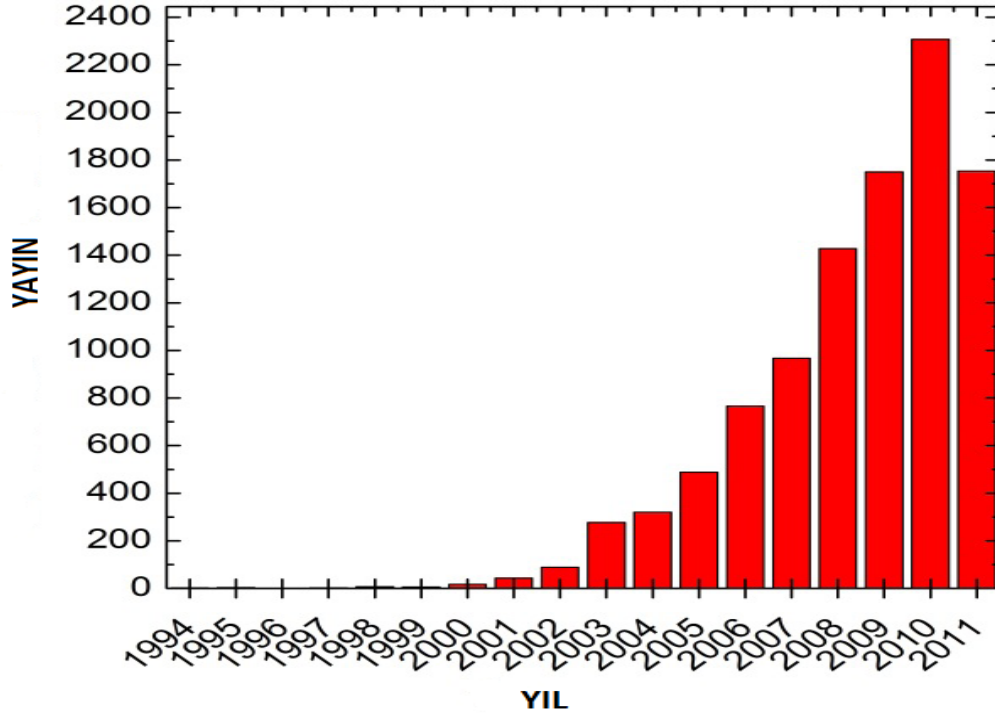
incelenmiştir.[26] Baumgarten'ın tasarlamış olduğu deney düzeneği Şekil 1.19'da görülmektedir.



Şekil 1.19. Baumgarten deney düzeneği. [19]

1986 yılında Hayati ve Tadros çalışmalarında elektrik alanın, kararlı jetler oluşturabilme kabiliyetini incelediler.Yayınlarında jet oluşumunu belirleyen en önemli faktörün sıvının iletkenliği olduğunu ortaya koydular.Yüksek iletkenliğe sahip sıvıların,voltaj artışıyla birçok damlaya ayrılabilen jetler oluştururken, yalıtkan malzemelerin yüzeylerinde yük taşıyamaması nedeniyle jetin meydana gelmediğini belirlediler.Yarı iletken sıvılarınsa koni şeklinde kararlı jetler oluşturduğunu gösterdiler.[27]

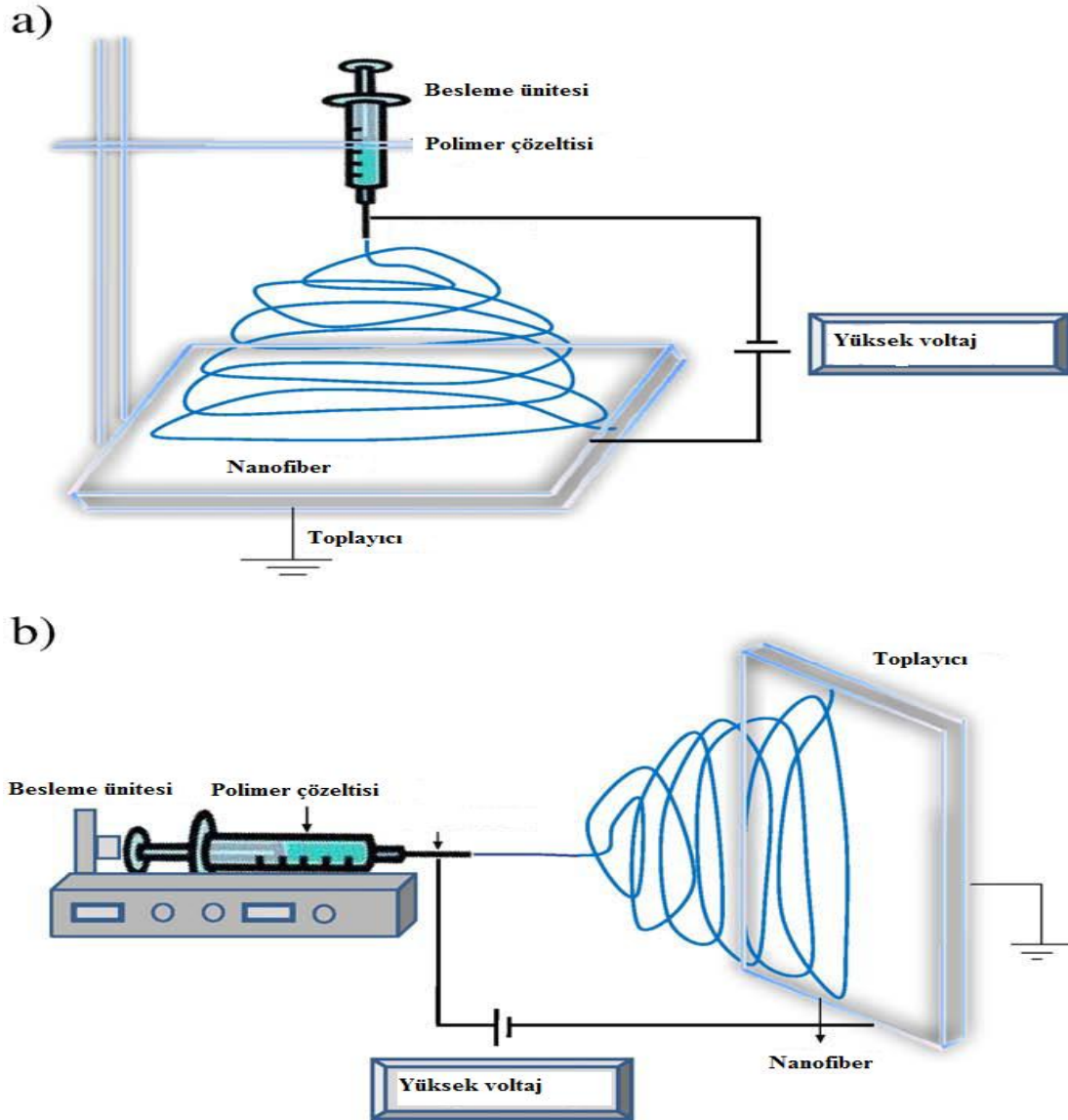
1995 yılına gelindiğinde Reneker ve Doshi tarafından ‘‘Elektrospinning’’ yöntemi geniş alanda kullanılan bir yöntem haline gelmiştir ve birçok organik polimerden elektrospinning yöntemiyle fiberler elde edilmiştir.[28,29] Bu yıllardan sonra elektrospinning yöntemi hakkında birçok yayın yapılmış ve patent alınmıştır.[30]



Şekil 1.20. Elektrosinning yöntemine ait yayınların yıllara göre değişimi. [30]

1.7. Elektrosinning Yöntemi İle Nanofiber Üretimi

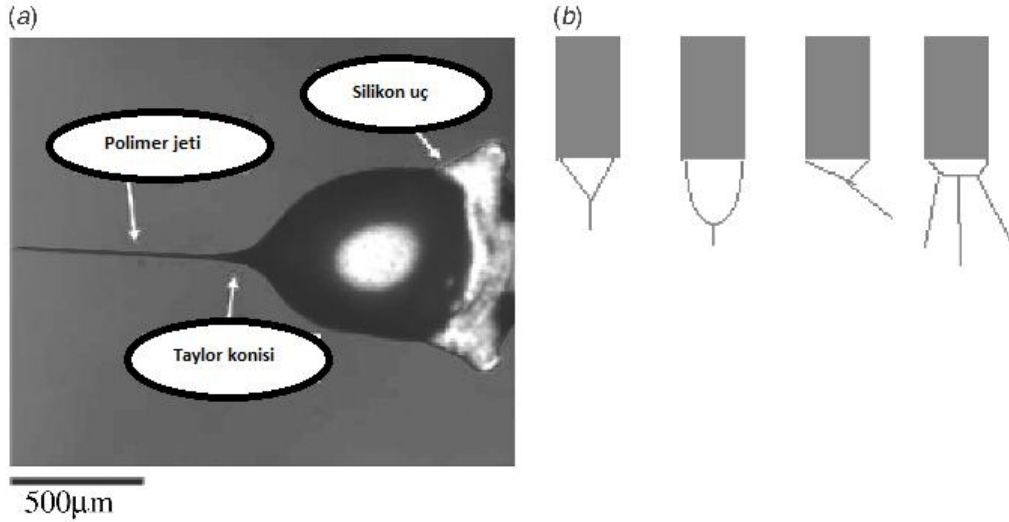
Elektrosinning yöntemi ile polimer çözeltisi ya da eriyiğinden nanofiber çekiminde, yüksek bir potansiyel gerilim kullanılarak polimer damlacığı elektriksel olarak yüklenmekte, ince jet düzesinden çıkan polimer jeti, düzenin karşısına yerleştirilmiş olan topraklanmış hedefe doğru akmaktadır. Bu akım sırasında polimer jeti çok ince fiberler halinde saçılmakta ve bu sayede nano seviyede çapa sahip fiberler elde edilebilmektedir [31]. Şekil 1.21’de elektrosinning işleminin genel şeması görülmektedir.[30]



Şekil 1.21. Elektrosinning Yönteminin Şematik Gösterimi (A) Dikey Kurulum (B) Yatay Kurulum. [30]

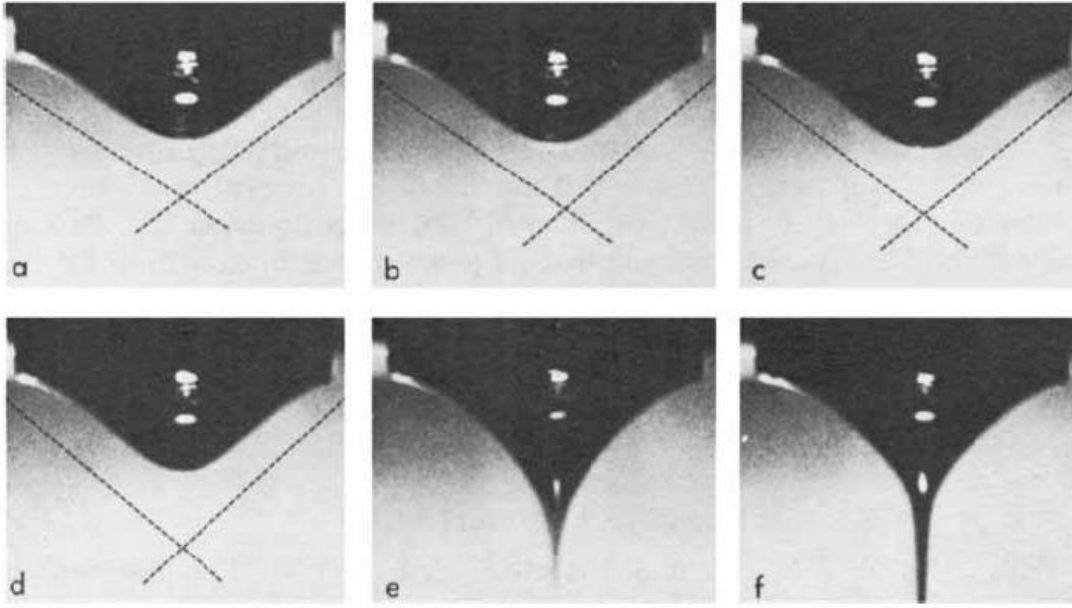
Elektrosinning yönteminde, enerji kaynağı ve toplayıcı bir uçlarından toprak bağlantılı olduklarından, sistem kapalı devre görünümündedir. Devredeki iki elektrottan biri fiber çekim çözeltisi ya da eriyiğinin içine doğru yerleştirilmekte, diğeri ise karşıdaki toplayıcıya bağlanmaktadır. Şınganın arka kısmına yerleştirilmiş olan bir pompa, şınga içerisindeki polimer çözeltisini, pipet boyunca uç kısma doğru itecek sürekli bir basınç meydana getirmektedir. Polimer çözeltisine verilen elektrik akımı ile elektriksel alan oluşturulmaktadır. Sıvının yüzeyinde bir elektriksel yüklenme meydana getirilmekte ve yüzey gerilimine zıt yönde bir kuvvet oluşmaktadır. Sisteme yüklenen gerilim 50 kV'a kadar çıkabilmektedir. Elektriksel alanın şiddeti arttığında düze

ucundaki yarı küresel haldeki sıvı, konik bir şekil oluşturacak şekilde uzamaktadır. Bu konik şekil, literatürde “Taylor Cone” (Taylor Konisi) olarak geçmektedir [31,32]. Taylor konisinin optik görünümü ve farklı geometrilerdeki Taylor koni oluşumları Şekil 1.22’de görülmektedir [33].



Şekil 1.22. (A) Taylor Konisinin Optik Resmi (B) Farklı Geometrilerdeki Taylor Koni Oluşumları. [33]

Elektriksel kuvvet yüzey gerilimini yendiği anda elektriksel olarak yüklenmiş polimer jeti hızla düzeden dışarıya doğru yönlenmekte ve aynı elektriksel yüke sahip partiküllerin birbirini itmesi ilkesinden hareketle de, polimer jeti çok ince fiberler halinde ayrılarak metal bir plaka üzerine düşmektedir.[31,34] Şekil 1.23’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.[19] Taylor’ın koni üzerine yaptığı çalışmada bulduğu kritik voltaj değerindeki yarı koni açısı 49.3° dir.[35]



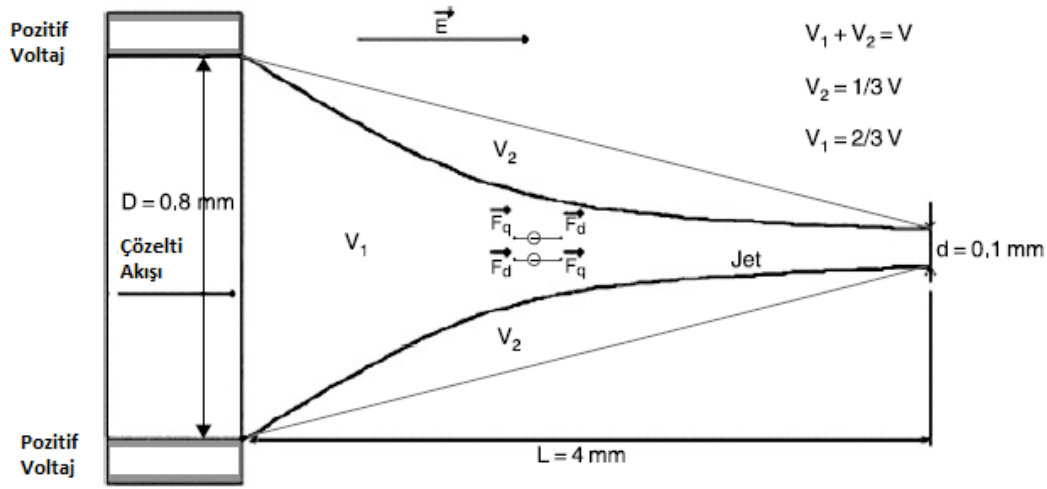
Şekil 1.23. Artan Voltaj Etkisiyle Polimer Damlacığından Taylor Konisi Ve Jet Oluşumu [19]

Elektrospinning işleminde polimer jeti tamamen yüklü ya da kısmi yüklü hale gelmiş olabilmektedir. Elektrospinning işleminde polimer jetinin kısmi yüklenmesi sırasında, polimer jetinden geçen akım şiddeti aşağıda belirtildiği şekilde formüle edilebilmektedir.

$$2 \pi u \sigma^{\alpha} + k \pi r^2 E = I$$

Eşitlik 1.2. Polimer jetinden geçen akım şiddetinin değeri.

Eşitlikte, k akışkanın iletkenliğini, E uygulanan elektriksel alanı, I polimer jetinden geçen akımı, u polimer jetinin akış hızını, σ yüzey yük yoğunluğunu ve r polimer jetinin yarıçapını ifade etmektedir. α bir yüzey parametresi olup, çözeltiliye eklenen tuzun konsantrasyonu ve/veya dielektrik karakterine bağlı bir değerdir. $\alpha=0$ iken yüzeyde yük yoktur, $\alpha=1$ iken ise polimer jeti, tam yüklüdür [31].

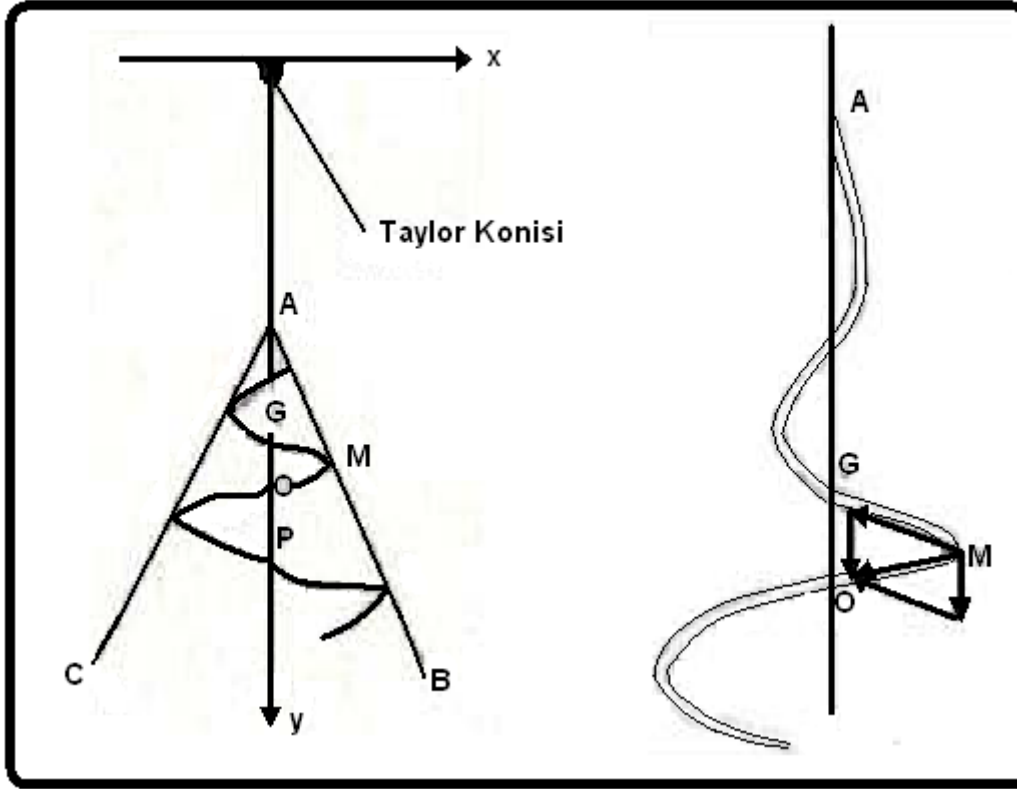


Şekil 1.24. Taylor Konisinin Geometrik Modellenmesi.

Yapılan hesaplamalar ve denemeler neticesinde, yüksek gerilim altında fiber üretim hızının, en az sesin havadaki yayılma hızı kadar olduğu tespit edilmiştir (340 m/s). Polimer jeti elektriksel kuvvet etkisiyle hızlanırken viskoz direnci de giderek artmaktadır ve viskoz direnci elektriksel kuvvete eşit olduğu anda polimer jeti stabil olmayan bir harekete başlamaktadır. Bu durumda, oluşan hafif bir hava türbülansı bile salınıma neden olmaktadır. Şekil 1.25’de fiber M noktasına geldiğinde fiberin x eksenindeki hızı sıfırdır ve bu noktada üç kuvvetin etkisi altındadır (viskoz kuvveti, elektriksel kuvvet ve eylemsizlik kuvveti). Viskoz kuvvetinin yönü polimer jetinin hareketine ters yöndedir. Elektriksel kuvvet ve eylemsizlik kuvvetinin bileşkesinin yönü de z eksenı yönündedir. Bu da paralel kenar kanunu ile diyagonalin yönünde hareketi gerektirmektedir ve polimer jeti bu kuvvetlerin bileşkesi yönünde hareketine devam etmektedir.[36] Elektrosinning yönteminde, bu stabil olmayan hareket, sarkaç hareketine benzemektedir. İşlem sırasında polimer jeti önce hızlanmakta, hız arttıkça hava direnci artmakta, bir müddet sonra ivme sıfıra düşmekte ve sabit hızla hareketine devam etmektedir. [31]

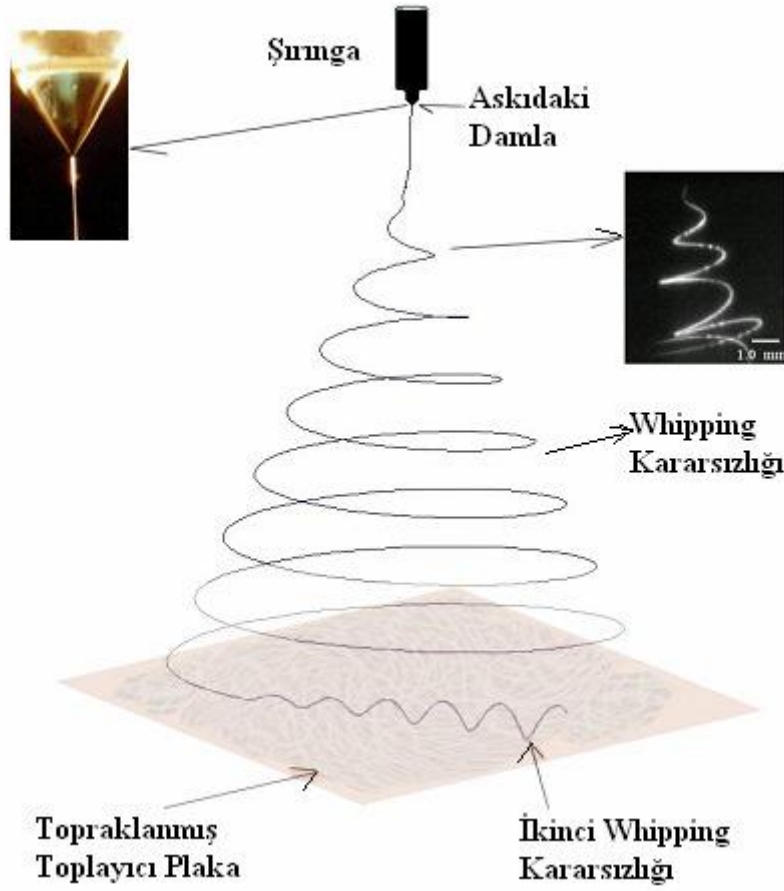
Jet toplayıcı levha ile metal iğne ucu arasında ilerlerken farklı yollar izler. Yüklenen jet Taylor konisinden çıktıktan sonra belli bir mesafede kararlı bir şekilde hareket eder. Daha sonra jette kararsızlık hali belirir. Kullanılan polimerin çözeltisi veya eriyiğinin

özelliğine ve sistem değişkenlerine bağlı olarak değişebilen üç kararsızlık hali mevcuttur. Jet bu kararsızlık hallerinden sadece birini gösterebileceği gibi üç kararsızlık halini de gösterebilir [19]. Bu kararsızlık halleri; (i) klasik Rayleigh kararsızlığı, (ii) Eksenel simetrik elektrik alan akımlanması, (iii) Whipping kararsızlığı olarak Shin [19] ve arkadaşları tarafından açıklanmış ve matematiksel olarak modellenmiştir.



Şekil 1.25. Kararsızlık Bölgesinde Jete Etki Eden Kuvvetler

Elektro üretim işleminde en çok görünen kararsızlık hali whippingdir. Whipping oluşumunun nedeni, jet yüzeyindeki yüklerin karşılıklı olarak birbirlerini itmesi ile meydana gelen ve yüklerin bir arada olamamalarından dolayı jette merkezden radyal bir şekilde tork oluşmasıdır. Jet toplayıcı plakaya yaklaştığında ise ana jetten ayrılan küçük jetler meydana gelir. Bu küçük jetlerin oluşmasının nedeni ise radyal yüklerin birbirini itmesi sonucu ana jetten ayrılması olarak izah edilmiştir [19]. Jet yeterince incelendiğinde ve viskoelastik kuvvetler yeterince sönümlendiğinde yeni whipping kararsızlıkları oluşur. Bu kararsızlık haline ikinci whipping kararsızlığı denir. Bu olay Şekil 1.26’da gösterilmiştir.



Şekil 1.26. Elektrospinning İşleminde Whipping Kararsızlığı Ve Taylor Konisi.

1.7.1 Elektrospinning yöntemi ile üretilen nanofiberlerin özellikleri

Elektrospinning yöntemi ile üretilen nanofiberler küçük çaplı olmaları sebebiyle, nanofiber membranın kalınlığı da oldukça küçüktür. Ancak bu ince mebranların düşük mekanik özellikleri, kullanımlarını sınırlamaktadır. Bunun sonucu olarak da nanofiber membranların çeşitli malzemeler üzerine uygulanmaktadır. Zemin malzemeleri, uygun mekanik özellikleri sağlayacak ve nanofiber membranının işlevselliklerini arttıracak şekilde seçilmektedirler.

Nanofiberler yüksek mekanik özelliklere ve iyi esnekliğe sahiptirler. Her ne kadar çapı 3-5 nm olan fiberlerin üretilebilirliğinden bahsediliyorsa da, 50 nm’ den daha küçük çaptaki fiberler üniform olmayan bir yapıya sahip olmaktadır. İnce çapa sahip

fiberlerde, çözücünün buharlaşması ve polimer jet stabilitesinin sağlanamaması, üzerinde çalışılması gereken konulardır [31,37].

Bu yöntem ile üretilen polimerik, karbon ve seramik nanofiberleri; karbon ve diğer nano tüplerle karşılaştırıldıklarında, maliyet ve tek adımda üretimin gerçekleşmesi gibi konularda çeşitli avantajlara sahiptirler. Ayrıca boyutları itibarıyla tıbbi amaçlı kullanıma da uygundur. Bu yöntemle çok çeşitli doğal ve sentetik polimer maddeden nano ve mikro boyutta fiberler elde edilebilmektedir [31]. Tablo 1.2’de çeşitli polimerlerden elektrospinning işlemi ile üretilmiş nanofiberler gösterilmiştir.

Nanofiber, özel uygulamalara sahip materyallerin geliştirilmesine olanak sağlayan mikro ve nano yapısal özellikleri nedeniyle, son yıllarda giderek önem kazanan bir araştırma konusu haline gelmişlerdir. Büyük yüzey alanları ve küçük gözenek boyutları, nanofiberlerin önemini artırmaktadır. Elektrospinning prosesi ile nanofiber üretimi, hem elektrostatik kuvvetlerden, hem de polimerin visko-elastik özelliklerinden etkilenmektedir.

Nanofiber genellikle fiber çekimi sonrasında bir yüzey üzerinde toplanarak dokusuz yüzey haline getirilmektedirler. Alternatif olarak tek tek fiber ya da bu fiberlerin oluşturduğu ipliklerin elde edilebilmesinin de mümkün olduğu belirtilmektedir [31,38]. Sayısız nanofiberden elde edilen bu ipliklerin çapları mikron seviyesindedir. Bu iplikler, nanofiberlerin dokuma ve örme yüzeylerde kullanılmasına olanak sağlamaktadırlar [31,39]. Çeşitli kimyasal ve fiziksel yöntemlerle üretilen bir boyutlu nano yapılarla kıyaslandıklarında, nanofiberler oldukça uzundurlar. Elektrospinning kesintisiz bir proses olduğundan elde edilen fiber birkaç kilometre uzunluğunda olabilmektedir. Bu uzunluk, geleneksel yöntemlerle üretilen kimyasal fiberlerinkine benzemektedir. Üretilen fiberler doğrudan dokusuz yüzey haline getirilmektedir ve bu gözenekli yüzeyler çok çeşitli uygulamalar için kullanılabilir.

Elektrospinning prosesi sırasında hızlı bir buharlaşma meydana gelmektedir ve polimer zincirleri oldukça yüksek kayma gerilimlerine maruz kalmaktadırlar. Bu kayma gerilmeleri ve hızlı katılma polimer zincirlerinin gerilimsiz denge durumlarına dönmelerini engellemektedir. Sonuç olarak, zincir yerleşimi ve kristalinite, geleneksel yöntemlerle üretilen liflerden farklı olmaktadır [39].

Tablo 1.2. Elektrosinning İşlemi İle Nanofiber Üretimi Yapılan Polimer Çeşitleri.

POLİMER	ÇÖZÜCÜSÜ
Poliakrilonitril, <i>PAN</i>	Dimetilformamid
Polianilin, <i>PANI</i>	Kloroform
Poliakrilamid, <i>PAAm</i>	Destile su
Nylon 6,6, <i>PA-6,6</i>	Formik asit
Poliüretan, <i>PU</i>	Dimetilformamid
Polibenzimidazol, <i>PBI</i>	Dimetilasetamid
Polikarbonat, <i>PC</i>	Diklorometan
Polivinil alkol, <i>PVA</i>	Destile su
Polimetilmetakrilat, <i>PMMA</i>	Dimetilformamid:toluen
Polietilenoksit, <i>PEO</i>	Destile su
Polivinilkarbazol, <i>PVK</i>	Diklorometan
Polietilen teraftalat, <i>PET</i>	Diklorometan ve triflorasetik asit
Poliakrilik asit, <i>PAA</i>	Destile su
Polistiren, <i>PS</i>	Tetrahidrofuran
Polivinil fenol, <i>PVP</i>	Tetrahidrofuran
Polivinil klorür, <i>PVC</i>	Tetrahidrofuran
Polikaprolakton, <i>PCL</i>	Kloroform : metanol
Poliviniliden florid, <i>PVDF</i>	Dimetilformamid : dimetilasetamid
Polieter imid, <i>PEI</i>	Hekzafloro-2-prapanol
Polietilenglikol, <i>PEG</i>	Kloroform
Poliferrosenidimetilsilan, <i>PFDMS</i>	Tetrahidrofuran : dimetilformamid
Polietilen-ko-vinil alkol	İsopropanol : destile su
Polivinil prolidon, <i>PVP</i>	İzopropanol
Poliamit, <i>PA</i>	Dimetilasetamid
Polilaktik asit, <i>PLA</i>	Dimetilformamid
Poli laktik glikolik asit, <i>PLGA</i>	Tetrahidrofuran : dimetilformamid
Poli(2-hidroksietil metakrilat), <i>HEMA</i>	Etanol : formik asit
Kolajen	Hidroklorik asit
Kitin	Hekzafloroisopropil alkol
Kitosan	Formik asit
Kitosan/Polietilen oksit	Asetik asit
Kitosan/Polivinil alkol	Asetik asit
Selüloz asetat, <i>CA</i>	Asetik asit
Jelatin/Polietilen oksit	2,2,2-trifloroetanol

Nanofiber kompozit membranların kullanımı, filtrasyon etkisinde çok yüksek bir artış sağlamaktadır. Koruyucu giysilerde istenen özelliklerin: Yüksek su buharı transferi, arttırılmış nefes alabilirlik ve geliştirilmiş toksik kimyasal direnç olduğu bilinmektedir. Elektrospinning yöntemi ile üretilmiş yüksek gözenekliliğe sahip membran yüzeyler, su buharı transferine de yardımcı olmaktadır [37].

1.8. Elektrospinning Yöntemini Etkileyen Parametreler

Elektrospinning yöntemi ile farklı çaplarda nanofiberler elde etmek mümkündür. Bunun için işleme etki eden faktörler amaca göre ayarlanabilir. İstenen özellikte nanofiber eldesi için işleme etki eden bu faktörlerin kontrol edilebilmesi gerekmektedir. Bu faktörler genel olarak üç başlık altında toplanabilir:

- 1) Polimer çözeltisinden kaynaklanan parametreler
 - a. Çözelti iletkenliği
 - b. Yüzey gerilimi
 - c. Dielektrik etki
 - d. Çözelti vizkozitesi
 - e. Molekül ağırlığı
- 2) Polimer prosesinden kaynaklanan parametreler
 - a. Voltaj
 - b. Akış hızı
 - c. İğne-toplayıcı arası mesafe
 - d. Toplayıcı etkisi
 - e. Şırınga çapı
- 3) Çevresel parametreler
 - a. Sıcaklık
 - b. Nem
 - c. Basınç
 - d. Atmosfer tipi

Elektrospinning işleminde nanofiber çapını ve morfolojisini etkileyen faktörler aşağıdaki tabloda kısaca özetlenmiştir [15].

Parametre	Fiber Morfolojisine Etkisi
Uygulanan voltaj ↑	Fiber çapı başlangıçta ↓ sonra ↑ (monoton değil)
Akış hızı ↑	Fiber çapı ↑ (çok fazla akış hızı varsa boncuk oluşumu gözlenir)
Kapiler ve toplayıcı arası uzaklık ↑	Fiber çapı ↓ (mesafe çok kısa ise boncuk oluşumu gözlenir)
Polimer konsantrasyonu ↑	Fiber çapı ↑ (belli bir aralıkta)
Çözelti iletkenliği ↑	Fiber çapı ↓ (geniş çap dağılımı)
Çözücü uçuculuğu ↑	Yüzeyde gözenekler oluşur ve yüzey alanı genişler

Şekil 1.27. Elektrospinning İşlemini Etkileyen Parametreler [15].

1.8.1. Polimer çözeltisinden kaynaklanan parametreler

Polimer çözeltisinin özellikleri, elektrospinning işlemini ve oluşan fiberin morfolojisini etkileyen en önemli parametredir. Yüzey gerilimi, nanofiberli 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 nanofiberin çapı üzerinde etkiye sahiptir[36].

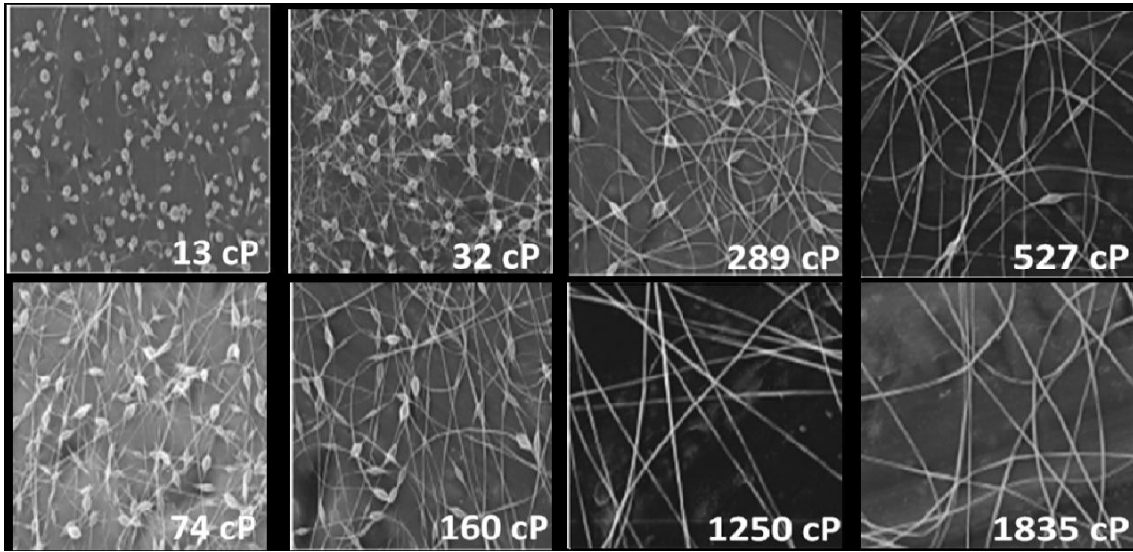
1.8.1.1. Molekül ağırlığı ve çözelti viskozitesi

Polimer molekül ağırlığı, çözelti viskozitesini etkileyen en önemli faktördür. Polimer molekül ağırlığı arttıkça oluşturduğu çözeltinin viskozitesi de artar. Elektrospinning işleminde polimer jetinin gerildiği süreçte, elektrikle hareket eden polimer jetinde kopuşlar olmasını önleyen ve böylece sürekli bir çözelti jetinin oluşmasını sağlayan etken, molekül zincirlerinin karmaşıklığıdır. Polimerin molekül ağırlığı, polimer zincirinin uzunluğunu temsil eder. Polimer zinciri uzunluğu ise çözücü içindeki polimer zincirlerinin karmaşıklık miktarını tanımlar. Dolayısı ile polimerin molekül ağırlığı, polimer çözeltisinin viskozitesini belirleyen önemli bir faktördür. Verimli bir elektrospinning işlemi için elektrospinning çözeltisi, uygun molekül ağırlığına sahip polimerlerle hazırlanmalı ve uygun viskoziteye sahip olmalıdır [40,41].

Çözeltinin viskozitesine etkileyen diğer bir önemli faktör ise polimer konsantrasyonudur. Konsantrasyonun yükselmesi de polimer zincir karmaşıklığının

artmasına ve böylece elektrospinning sürecinde jet sürekliliğinin sağlanmasına sebep olur. Yong ve arkadaşları konsantrasyonun, nanofiber çapına ve morfolojisine etkisini incelemişlerdir. Yaptıkları çalışmada farklı konsantrasyondaki polivinilalkol/kitosan blend çözeltilerinden nanofiberleri elde etmişlerdir. Buldukları sonuçlara göre konsantrasyon artışı ile boncuklu yapının kaybolduğu ve daha düzgün nanofiber yapılar elde edildiğini göstermişlerdir [42].

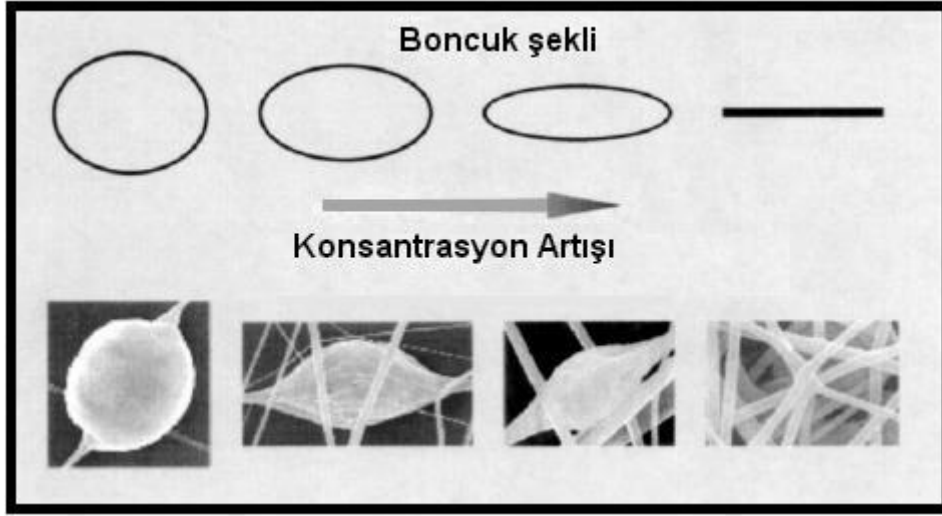
Konsantrasyondaki artışla, elde edilen nanofiberlerdeki boncuk oluşumu azalırken boncuk şekilleri de küresel formdan iğ benzeri bir yapıya doğru değişirler. Ancak tüm bunlara rağmen elektrospinning prosesi için minimum polimer zinciri karmaşıklığı ve dolayısıyla minimum viskozite gereklidir. Çok yüksek viskozite, çözeltinin düzeden pompalanmasını zorlaştıracaktır. Ayrıca çok yüksek viskozite, daha elektrospinning işlemi başlamadan çözeltinin iğnenin ucunda kurumasına sebep olabilmektedir [42].



Şekil 1.28.Viskozitenin Nanofiber Morfolojisine Etkisinin SEM Fotograflarıyla İncelenmesi (PVA/KS=80/20; Voltaj,15 Kv; TDM,15 Cm)

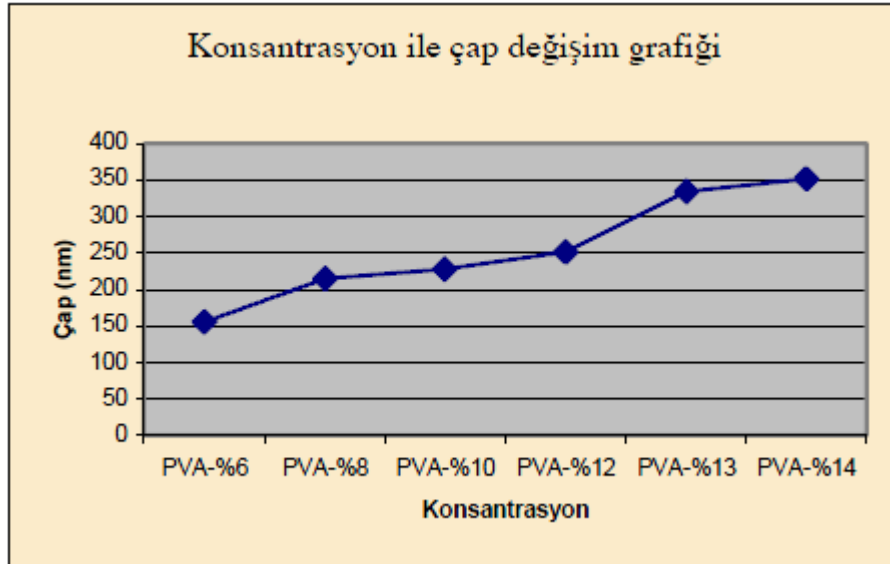
Düşük viskozitelerde, düşük zincir karmaşıklığı vardır ve elektro çekim esnasında jet üzerinde yüzey gerilimi kuvvetlerinin baskın etkisi olur. Bu nedenle sürekli bir jetin oluşmaması veya boncuk oluşumları görülebilir. Viskozitedeki artış polimerin zincir karmaşıklığını artırarak elektro çekim prosesinde sürekli jet oluşumunu sağlar. Artan

viskozite ile fiber çapları da artar. Bu durum muhtemelen çözeltinin jetteki yükler nedeniyle gerilmeye karşı direncinin artmasına bağlıdır [36].



Şekil 1.29. Çözelti Konsantrasyonundaki Artışla Boncuk Şekli Arasındaki İlişki [36].

Yüksel İkiz yapmış olduğu çalışmada farklı konsantrasyonda PVA çözeltileri hazırlamış ve bu çözeltilerden nanofiberler elde etmiştir. Nanofiberlerin çaplarını hesaplayarak nanofiber çapına konsantrasyon etkisini incelemiştir. Elde ettiği sonuçlara göre PVA çözeltisinin konsantrasyonu arttıkça nanofiber çapları artmaktadır [43].

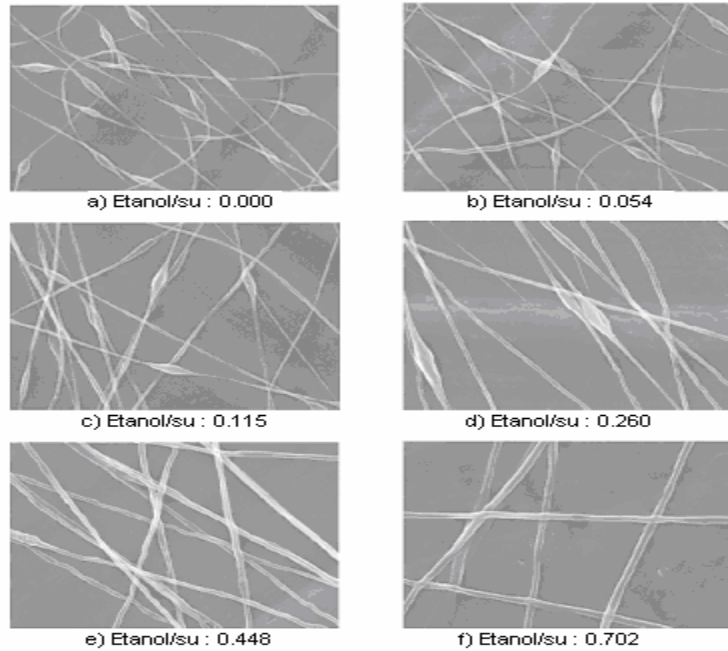


Şekil 1.30. Farklı Konsantrasyonlardaki PVA Nanofiberlerinin 20 Kv Ve 10 Cm Mesafedeki Ortalama Çapları [43]

1.8.1.2. Yüzey gerilimi

Yüzey gerilimi; birim uzunluk başına yüzey düzlemine etki eden kuvvet olarak tanımlanır. Bir sıvı damlasının havadan düşerken küresel bir şekil almasının sebebi bu yüzey gerilimidir. Elektrospinning işlemi ile nanofiber eldesi ancak elektriksel olarak yüklenen polimer damlacığının , yüzey geriliminin üstesinden gelmesi ile başarılabilir. Çözelti yüzey gerilimi nanofiberlerin üretilebileceği konsantrasyon aralığına etki eder ve ($\eta < 1$ poise) gibi düşük viskozitelerde, yüzey gerilimin nanofiber morfolojisi üzerine etkisi büyüktür. Yüzey gerilimi boncuk oluşumuna neden olan bir faktördür, fakat düşük bir yüzey gerilimi boncuk oluşumunu engelleyebilir [15].

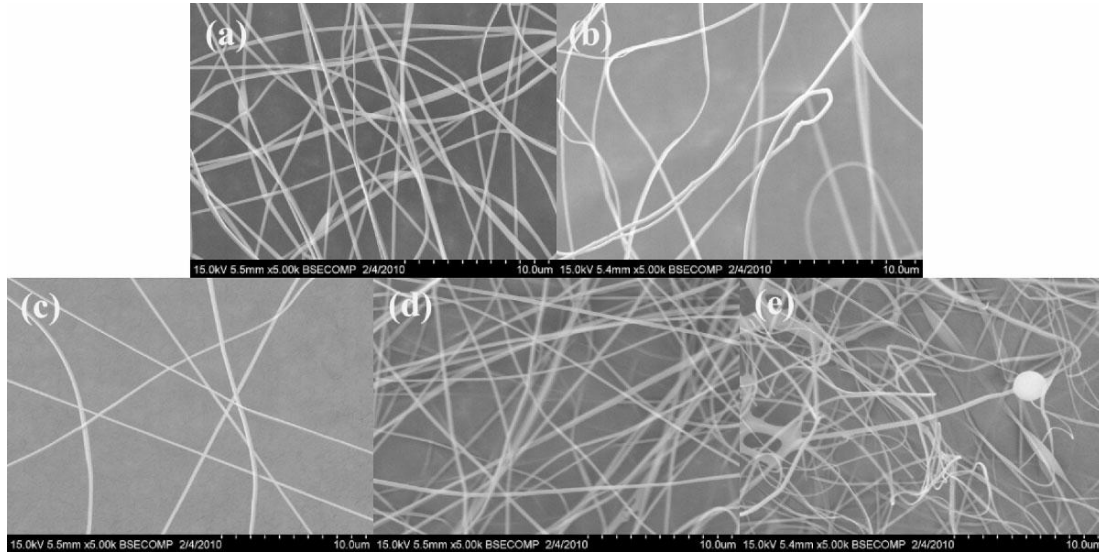
Yüzey gerilimi faktörü polimer ve çözücüye bağlıdır. Düzgün nanofiberlerin oluşumunu desteklemek için elektrospinning çözeltisine etanol gibi düşük yüzey gerilimine sahip çözücüler ilave edilebilir. Şekil 1.31’de PEO çözeltisine etanol eklenerek çözeltinin yüzey gerilimi düşürülmüş ve diğer değişkenlerin durumu gözlenmiştir. Yüzey gerilimini azaltmanın diğer bir yolu da, çözeltiye yüzey aktif madde ilave etmektir. Yüzey aktif madde ilavesi ile daha üniform nanofiberler elde edilebilir. Çözeltiye, ince toz halinde, çözünmeyen bir yüzey aktif madde ilave edildiğinde dahi, nanofiber morfolojisi geliştirilir [36].



Şekil 1.31. PEO Çözeltisine Etanol Eklenerek Yüzey Geriliminin Düşürülmesi Ve Bu Şekilde Daha Üniform Nanofiberlerin Elde Edilmesi.

1.8.1.3. Çözelti iletkenliği

Polimer çözeltisinden elektrospinning işlemi ile nanofiber elde edilebilmesi için, polimer çözeltisinin mutlaka belirli bir iletkenlik değerine sahip olması gerekmektedir. Elektrospinning işleminde polimer çözeltisi, yüzeyindeki yüklerin itmesi sayesinde gerilir. Eğer çözeltinin iletkenliği artırılırsa, polimer jetinde daha fazla yük taşınabilir. Çözeltinin iletkenliği, iletken çözücüler, iyonik ya da non-iyonik yüzey aktif maddelerin ilavesi, organik ya da inorganik tuz ilavesi veya pH ayarlanmasıyla gerçekleştirilebilir [45]. Wei ve arkadaşları, iletkenliğin artışı için inorganik tuzların ilavesinin etkisini incelenmiştir. NaCl ve $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$ ilavesi iletkenlik artışı sağlamış ancak artan tuz miktarı ile elde edilen nanofiberlerin çapı artmıştır. Bunun nedeni ise viskoelestatik kuvvetin artışı ve artan kütle miktarıdır[44].



Şekil 1.32. Farklı Konsantrasyonlardaki NaCl Eklenmiş PVA Çözeltisinden Elde Edilen Nanofiberlerin SEM Fotoğrafları(A) 0.1(B) 0.2 (C) 0.3 (D) 0.5 (E) 1.0 Wt %

1.8.1.4. Çözücünün dielektrik etkisi

Bir çözücünün dielektrik sabiti, elektrospinning işlemi için oldukça önemli bir etkidir. Genellikle, yüksek dielektrik özelliğine sahip bir çözelti, boncuk oluşumunu ve elde edilen nanofiber çapını azaltır. Yüksek dielektrik sabitli çözelti kullanıldığında toplam yük yoğunluğu artar. Buda polimer jeti boyunca yük artışına sebep olur. Jet

uzaması kolaylaşır. Nanofiber çapının azalması ve boncuk oluşumunun azalması böylece açıklanabilir.

1.8.2. Polimer prosesinden kaynaklanan parametreler

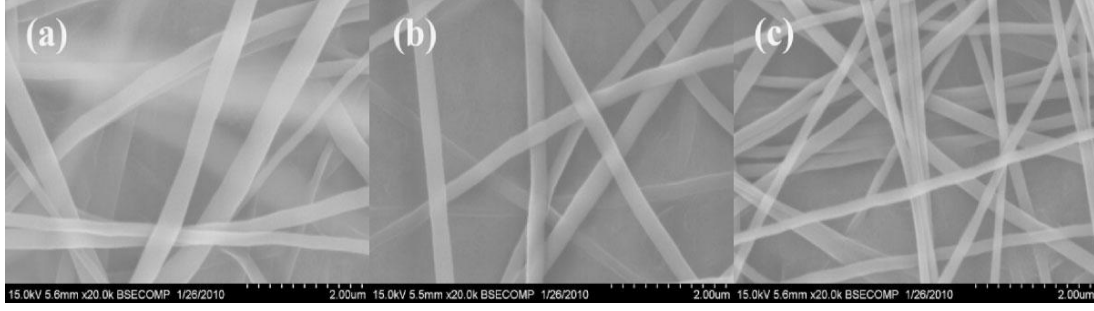
Elektrospinning işlemini etkileyen önemli bir parametre de, polimer jetini etkileyen çeşitli dış faktörlerdir. Bu faktörler; uygulanan voltaj, akış hızı, toplayıcı tipi, düze çapı ve düze ile toplayıcı arasındaki mesafedir.

1.8.2.1. Uygulanan voltaj

Polimer çözeltisine yüksek voltaj uygulanması, elektrospinning işleminin kilit noktasıdır. Uygulanan yüksek voltaj, belirli bir elektrik iletkenliğine sahip polimer çözeltisinin 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 elektrospinning işlemi başlar[46].

Voltajın artmasıyla nanofiber çapı belli bir noktaya kadar azalırken, o noktadan sonra voltajın 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. Öte yandan nanofiber çapı artarken, elektrospinning işleminde hata olarak nitelendirilen, nanofiberler üzerinde boncuklu yapı oluşmaya başlar [15].

Wei ve arkadaşları yapmış oldukları çalışmada %11'lik PVA çözeltisi farklı elektrik voltajları altında elektrospin edilerek nanofiberler elde edilmiştir. Uygulanan voltajın artmasıyla nanofiber çapları 291 nm'den 161 nm'ye küçülmüştür. Şekil 1.33'de artan voltaj etkisiyle nanofiberlerin morfolojilerinin değişimi görülmektedir.[44]

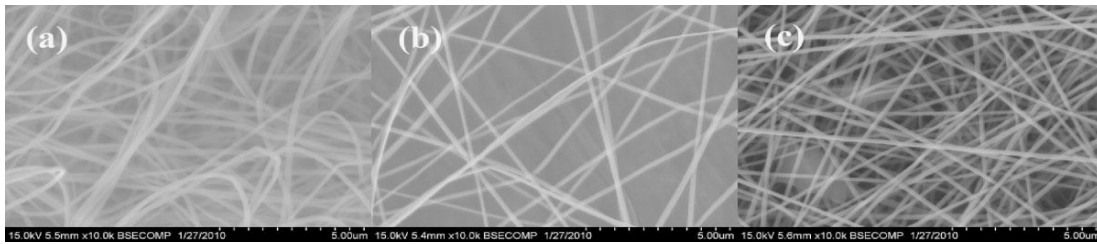


Şekil 1.33. Farklı Voltaj Değerlerinde Hazırlanan PVA Nanofiberlerinin SEM Görüntüleri. Uygulan Voltaj (A) 10, (B) 15, (C) 20 Kv [44].

1.8.2.2. Çözelti besleme hızı

Besleme hızı, elektrospinning işlemi için kullanılabilir çözelti miktarını tanımlar. Besleme hızı arttığında, düzeden çekilen çözeltinin hacmi arttığından nanofiber çapında ya da boncuk boyutlarında artış gerçekleşir. Ancak, yüksek besleme hızına bağlı olarak nanofiber çapındaki artışın da bir limiti vardır. Düze ucundan çekilen çözelti hacminin daha fazla olmasına bağlı olarak, jetin kuruması daha uzun zaman alır. Sonuç olarak ise, aynı uçuş süresinde toplanan nanofiberler içindeki çözücü, buharlaşmak için yeterli süreyi bulamaz. Buharlaşmadan kalan bir miktar çözücü, nanofiberler toplayıcı üzerinde konumlandıktan sonra buharlaşacağından nanofiberlerin birbiri ile temas ettiği noktalarda yapışmalar gerçekleşebilir. Bu nedenle çözelti besleme hızı, çözücünün buharlaşmak için yeterli zaman bulabileceği kadar düşük olmalıdır [36].

Wei ve arkadaşları yapmış oldukları çalışmada %10'luk PVA çözeltisi farklı çözelti besleme hızları ile elektrospin edilerek nanofiberler elde edilmiştir. Besleme hızını artması artmasıyla nanofiber çapları 174 nm'den 179 nm'ye genişlemiştir. Şekil 1.34'de artan besleme hızıyla nanofiberlerin morfolojilerinin değişimi görülmektedir.[44]



Şekil 1.34. Farklı Besleme Hızlarında Elektrospin Edilmiş PVA Nanofiberlerinin SEM Fotoğrafları .Besleme Hızları (A) 8, (B) 10, (C) 12 μl/Dk [44].

1.8.2.3. Toplayıcı ile düze arasındaki mesafe

Toplayıcı ile düze arasındaki mesafe, jet oluşumunun gerçekleştiği, jetin incelendiği ve çözücünün buharlaşıp katı halde nanofiberlerin olduğu bölgedir. Polimer jetinin toplayıcıya ulaşana kadar havada geçirdiği uçuş süresi ve elektrik alan kuvveti, elektrospinning işlemini ve oluşan nanofiberleri etkileyen faktörlerdir. Düze ile toplayıcı arasındaki mesafe değiştirilerek hem uçuş süresi hem elektrik alan kuvveti değiştirilmiş olur. Bağımsız nanofiber oluşumu için jetin uçuş süresi, çözücünün buharlaşmasına yetecek kadar uzun olmalıdır. Mesafe kısaldığında bu süre kısılacak, çözücünün tamamı buharlaşmadığı için nanofiberlerin temas noktalarında yapışmalar ve boncuk oluşumları görülecektir. Mesafe arttığında jetin izlediği yol arttığından elde edilen nanofiber çaplarında düşüş görülür [47-50].

1.8.3. Çevresel parametreler

Elektrospinning işleminin gerçekleştirildiği ortam şartlarının polimer jetine etkileri, üzerinde az sayıda araştırma yapılan bir konudur. Ancak jetin bulunduğu ortamın rutubeti, atmosfer tipi ve basıncı, elektrospinning jeti ve elde edilen nanofiberlerin yapısı üzerinde etkili faktörlerdir. Ortamın yüksek rutubeti, özellikle uçucu bir çözücü ile hazırlanan çözeltilerin elektroçekiminden elde edilen nanofiberlerin morfolojisi üzerinde etkilidir. THF içerisinde polisülfon (PS) çözülen polimer çözeltisi ile yapılan bir çalışmada, %50'nin altındaki bağıl rutubette nanofiber yüzeylerinin düzgün olduğu, ancak rutubet miktarı artınca nanofiber yüzeyinde dairesel gözenekler olduğu ve rutubet miktarı arttıkça gözenek boyutlarının arttığı tespit edilmiştir. Ayrıca bağıl rutubet, çözücünün uçuş hızını da belirler. Çok düşük bağıl rutubette çözücü çok hızlı buharlaşabilmektedir. Hatta buharlaşma, çözelti henüz düzenin ucundayken gerçekleşebilmekte ve düze ucunda katılaşma meydana gelmektedir. Bu durum tıkanmalara yol açar ve elektro çekimi engeller. [36] Literatürde ortamın bağıl rutubeti ile oluşan nanofiber çapları arasındaki ilişkinin incelendiği çalışmalarda, rutubet arttıkça elde edilen nanofiber çaplarında da artış olduğu gözlemlenmiştir. Bu durum, rutubet arttıkça polimerin elektrik yükünün artması ile açıklanmıştır. Yani bağıl rutubetin artışı, jetin incilmesi için gereken elektrik alan kuvvetini azaltmaktadır [19].

Elektrospinning işleminin 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. Elektrospinning, 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 [36].

1.9. Nanofiberlerin Potansiyel Kullanım Alanları

Elektrospinning yöntemi ile oluşturulabilecek malzemelerde kullanılan polimer çeşidinin çok fazla oluşu, çok çeşitli malzeme üretimine olanak sağlar. Bunun sonucu olarak bu yöntem ile üretilmiş nanofiberlerin kullanım alanı da oldukça geniş olacaktır. Ayrıca, nanofiberlerden oluşturulan yapıların, birim ağırlıkta sağlanan yüksek alan özelliği, yumuşak tutumu, iyi mukavemet/birim ağırlık özelliği ve mikroorganizmalar ile ince parçacıklara bariyer oluşturması gibi özellikleri, nanofiberlerin birçok alanda kullanılmasının başlıca sebepleridir.

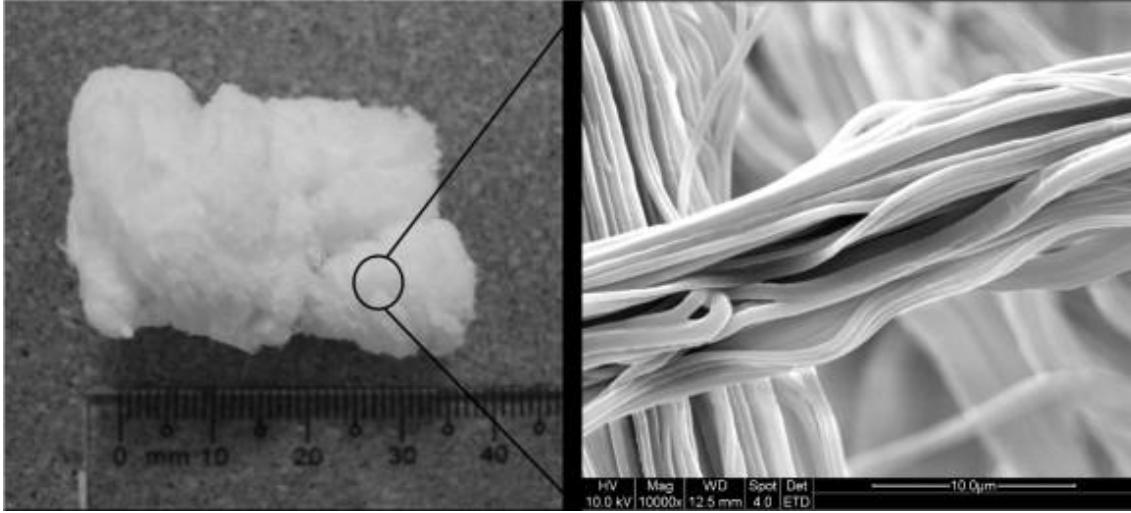
Bu avantajlar, nanofiberlerin birçok endüstri alanına rahatlıkla girmesine ve kendisine potansiyel kullanım alanı sağlamasına izin vermektedir. Nanofiberlerin endüstriyel üretimi üzerine çalışmaların ve buna verilen önemin artmasının yanında, daha önemli bir nokta kullanım alanlarının araştırılıp tespit edilmesidir.[51] Nanofiberlerin sahip oldukları üstün fiziksel özellikleri kullanarak çeşitli alanlarda (Doku mühendisliği uygulamalarında, kontrollü ilaç salınımında, yara örtülerinde, medikal protezlerde, kozmetik ürünlerde ve giysilerde vb. gibi) teknolojik devrim niteliğinde yeni ürünler elde edilebilmektedir. Elektrospinning işlemi ile üretilen nanofiberlerin uygulama alanları Şekil 1.35’de gösterilmiştir.



Şekil 1.35. Elektrosinning İşlemi İle Üretilen Nanofiberlerin Potansiyel Uygulama Alanları

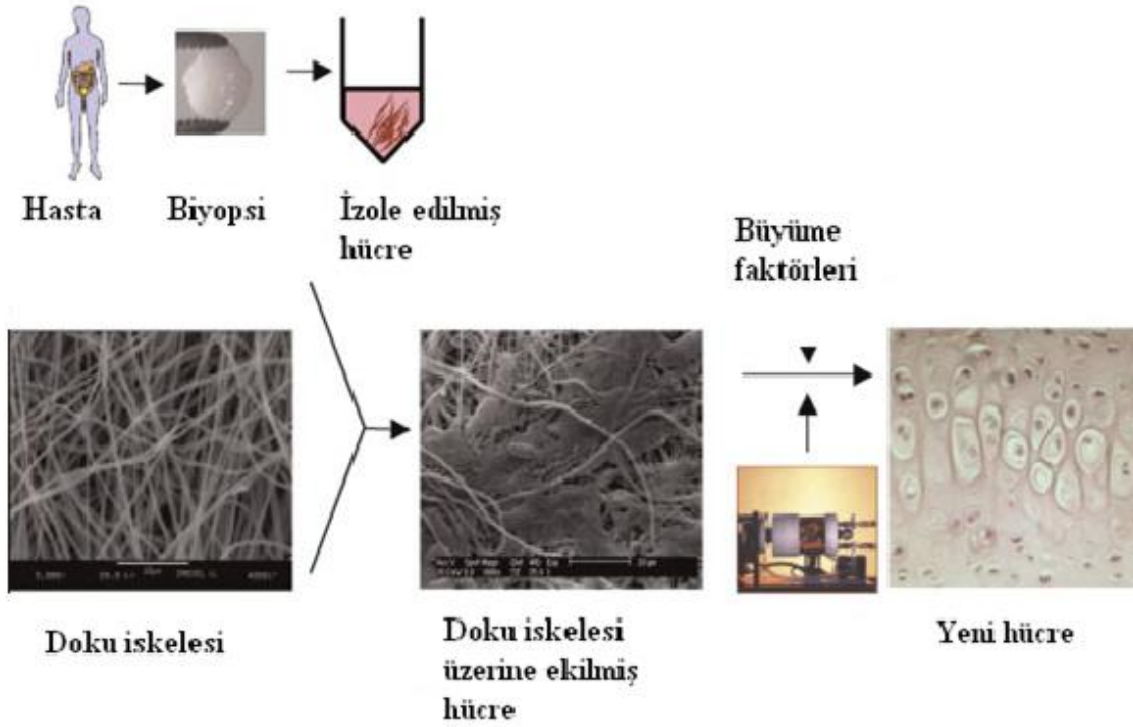
1.9.1. Doku mühendisliği uygulamaları

Nanofiberler, doğal dokular oluşmadan önce bu dokuların yerine geçebilecek geçici doku destekleri olarak kullanılabilmektedirler. Elektrosinning yöntemi ile elde edilen nanofiberler sayesinde, geniş yüzey alanı; kontrollü gözeneklilik, yapı ve mekaniksel özellikler gibi istenen parametreler sağlanabilmektedir. Doğal yapıların taklit edilmesinin yanı sıra, nano seviyede biyolojik olarak parçalanabilen nanofiberlerin kullanılması ile istenen parçalanma seviyesi de kolaylıkla sağlanabilmektedir. Nanofiberler, kıkırdak, kemik, atardamar, kalp ve sinir dokuları için yapay doku destek yapısı olarak kullanılabilirler. Nanofiberlerin yüksek yüzey/hacim oranı, diğer fiberlerden daha fazla hücre eklenebilmesini sağlamaktadır. Doku mühendisliği uygulamalarında: poliglikolik asit, poli-ε-kaprolaktam, PLGA ve PLA gibi birçok malzeme kullanılabilir.



Şekil 1.36. Kemik Doku Onarımı İçin Üretilmiş 3 Boyutlu Nanofiber Doku İskelesi [51].

Örneğin, diklormetan çözeltisinden elde edilen PLA nanofiberleri, kemik hücreleri için kullanılmaktadır. Bulgular hücrelerin kuvvetli bir şekilde nanofiberlere tutunduğunu ve nanofiberler içerisinde büyüdüğünü göstermiştir. Bu amaçla kullanılan nanofiberler, elektrospinning yöntemiyle elde edilmektedir. Doku destek yapılarında kullanılacak fiberler için elektrospinning yönteminin tercih edilmesinin avantajları arasında: Doğal dokunun taklit edilmesini sağlayan oldukça ince fiberlerin elde edilebilmesi, çeşitli polimerlerin, polimer karışımlarının ve inorganik maddeler, çeşitli biyo-moleküller ve hatta canlı hücreler gibi maddelerle karıştırılması sayesinde fonksiyonel olarak aktif nanofiber yapılarının oluşturulmasına izin vermesi sayılabilmektedir. Doku destek yapılarının konstrüksiyonu ve kullanılan materyal, doku gelişimini ve yapı içerisindeki hücre kültürlerinin davranışlarını etkilemektedir [31,52,53].

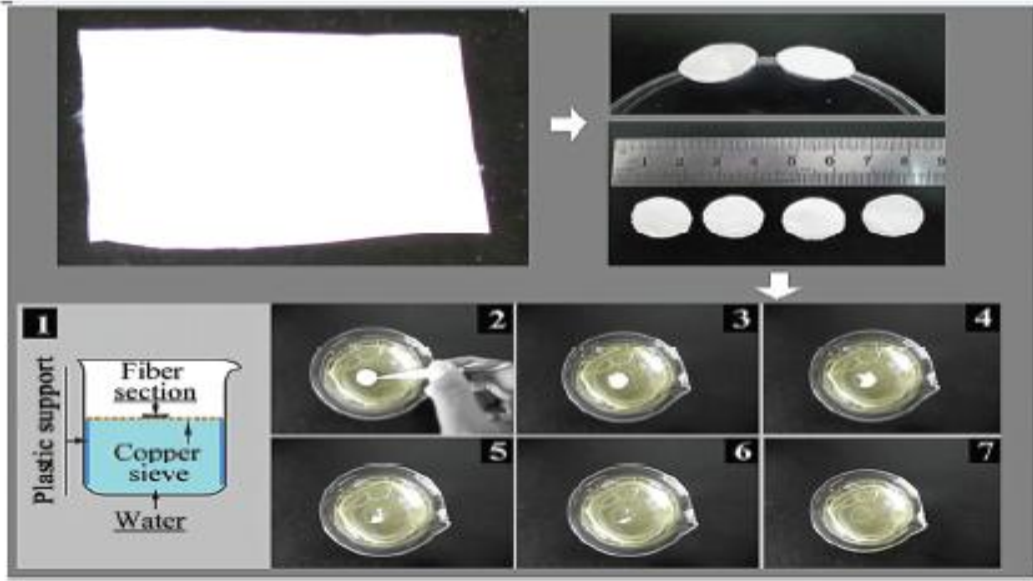


Şekil 1.37. Nanofiber Yüzeyi Üzerine Ekilmiş Hücrenin Büyümesi.

Doku mühendisliği uygulamaları için seçilecek malzemelerin organizmaya uygun yanıtlar verebilecek biyo-uyumlu ve toksik olmayan bir malzeme olması gerekmektedir. İnsan vücudundaki doğal matrisin biyolojik fonksiyonlarını ve yapısını taklit edebilmek için sentetik matrislerin ve yapı malzemelerinin ideal tasarımı gereklidir. Bu da doku mühendisliği ve biyomalzemelerin uygulama alanına girer.

1.9.2. Kontrollü ilaç salınımı uygulamaları

Nanofiberlerin bir diğer kullanım alanı da, ilaçların veya diğer fonksiyonel maddelerin, nanofiberlerin veya nano tüplerin içerisine katılmasıdır. Böylece nanofiberler, hem ilaç taşıyıcı, hem de ilaç salınım sistemi olarak görev yapmaktadırlar. Kontrollü bir ilaç iletimi için, nanofiberlerin geniş yüzey alanlarının yanı sıra başka avantajları da bulunmaktadır. Örneğin, kapsamlı hazırlık işlemleri içeren kapsülleme işleminden farklı olarak, maddeler direkt olarak elektrospinning esnasında verilmektedirler. Genellikle elektrospinning öncesi ilaçlar ve taşıyıcı polimerler karıştırılmaktadır. Karışımdan elde edilen nanofiberler, ilaç ve taşıyıcı polimer arasındaki etkileşime bağlı olarak değişik yapılar oluşturabilmektedirler.



Şekil 1.38. Elektrosinning Yöntemiyle Üretilmiş Hızlı Çözünen İlaç Salım Membranı[51].

Çok küçük parçacıklardan oluşan ilaçlar nanofiberlerin sadece yüzeyine tutunmaktadırlar. Hem ilaçlar hem de taşıyıcı polimerler ayrı ayrı elektrosinning yöntemiyle çekilebiliyorsa üretilen iki farklı nanofiber birbirine karıştırılarak bir yüzey elde edilmektedir. Daha çok tercih edilen yöntem, çeşitli formlardaki ilaç ve taşıyıcı karışımlarından tek bir kompozit nanofiber elde edilmesidir[31].

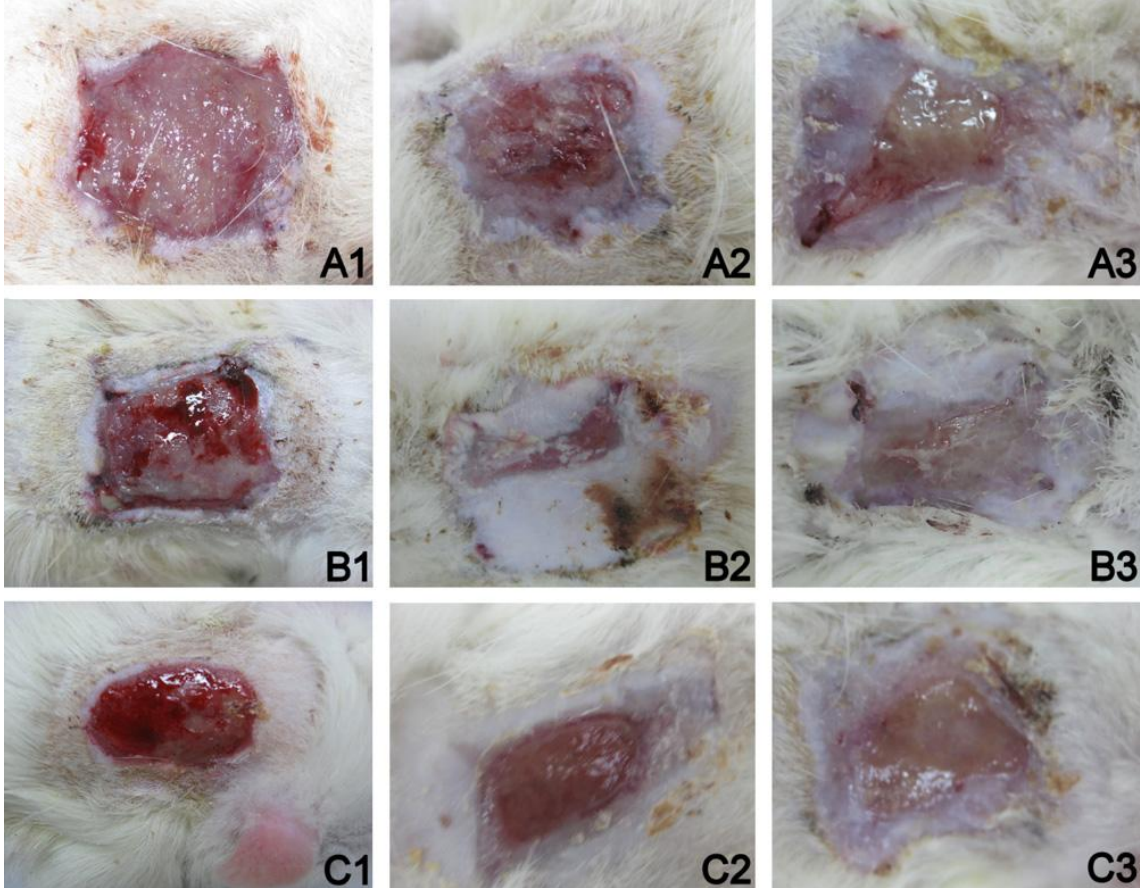
1.9.3. Yara örtüsü uygulamaları

Nanofiberler insan derisindeki yara ve yanıkların tedavisinde de kullanılmaktadır. İnsan yarası akıntı üreten bir yapıya sahip olduğundan, bu tarz fiberlerin gözenekli yapıya sahip olmaları büyük avantaj sağlar. Böyle bir yüzey yaranın kurummasını önlerken, yaranın akan sıvısını dışarı alınmasını ve tabaka altında birikmemesini de sağlar. Bunlara ilaveten, mükemmel oksijen ve hava iletimi, enfeksiyon yapıcı bakterileri engellemesi gibi önemli özelliklere sahiptir. Belli özelliklerle hemostatik aletler için tasarlanabilir. Şekil 1.39’da elektrik alan yardımıyla biyolojik olarak parçalanabilen polimerlerin ince fiberleri yaralı yüzey üzerine doğrudan spreylenebilir veya püskürtülür [51].



Şekil 1.39. Yara Örtüsü Olarak Kullanılan Nanofiberlerin Uygulanması [51].

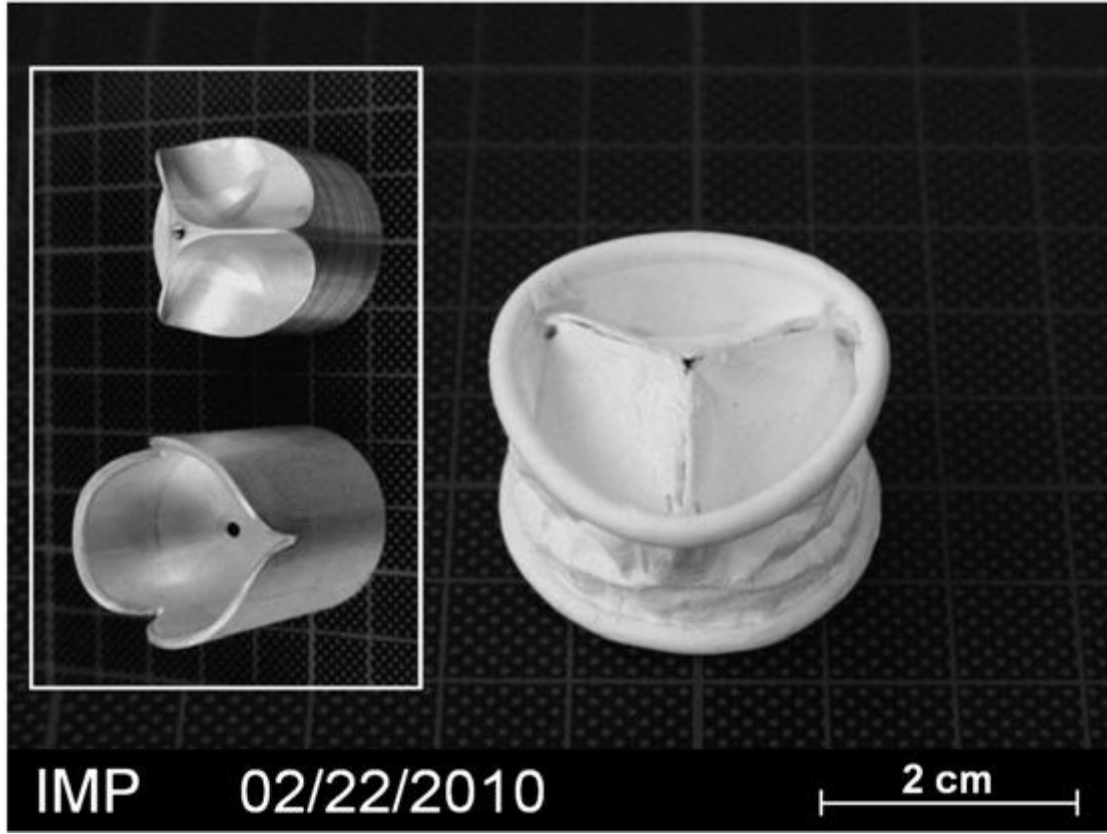
Yüzey üzerinde bir fibrilli tabaka oluşturur. Bu da yaraların iyileşmesine yardımcı olur, normal cilt büyümesini geliştirir. Konvansiyonel yöntemle yapılan tedavi sonrasında iz kalırken, bu uygulamadan sonra iz kalmaz. Dokusuz yüzey nanofiber yapılarından yara örtüsü olarak kullanılanların gözenek boyutları 500 nm ve 1 μ m arasındadır. Bunlar yarayı bakteri nüfuzuna karşı korur, parçacık yerleşmesini engeller. 5-100 m²/g civarında olan yüksek yüzey alanı değerleri de sıvı Emilimi için oldukça verimlidir. Nanofiberlerin inceliğinden dolayı ağ çok gözenekli ve birim kütlede elde edilen yüzey alanının fazlalığından dolayı ağı gözenekliliğini hesaplamakta önemli iki özelliktir. Böyle sarıcılar oksijen ve su buharının atmosferle yara yüzeyinde değişimi için yeterli gözenekliliği sağlamaktadır. Elektroüretim ile elde edilmiş nanofiberler direkt olarak insan derisine toplanabilir. Yara örtüsü olarak kullanılan polimerlerin basında kolajen, kitosan, jelatin gelmektedir. Kitin, antibakteriyel ve antiosteroprotik ajan olarak aktiftir. [51]



Şekil 1.40. Fare Derisine Açılmış Yaraların 1,2 Ve 3 Haftalık Periodlarda Kullanılan Yara Örtücüleri İle Kapanması (A) Gazlı Bez (B) Nanofiber Yara Örtüsü (C) Ticari Yara Örtücüsü [54].

1.9.4. Biyomedikal uygulamaları

Biyolojik açıdan insan doku ve organları nanofibrilli yapıda bulunurlar. Kemik, diş, deri ve kıkırdak doku örnek olarak verebilir. Tümü nanometre ölçeğinde lifli yapılardır. Bundan dolayı nanofiberlerin günümüzdeki araştırmaları da onların biyomühendislik alanındaki uygulamaları yönündedir. Araştırmacılar, kan içerisinde bulunan bir bileşimden elyaf oluşturmuşlardır. Bu nano ölçekteki elyaflar, tamamıyla vücut içerisinde çözülebilen bandajlarda ve dikişlerde kullanılmakta olup yaralanma oranını, kan kaybını ve yaradaki enfeksiyon olasılığını düşürmektedir.



Şekil 1.41. Nanofiberlerden Üretilmiş Kalp Kapakçığı [55].

Nanolifler, biyomedikal alanda tıbbi protezlerde (yapay kan damarlarında, yapay organlar), teletıp malzemelerinde, ilaç transferinde, yara örtü malzemelerinde, cilt bakım ürünlerinde, tıbbi yüz maskelerinde ve doku iskelelerinde kullanılmaktadır [51].

1.9.5. Kompozit uygulamaları

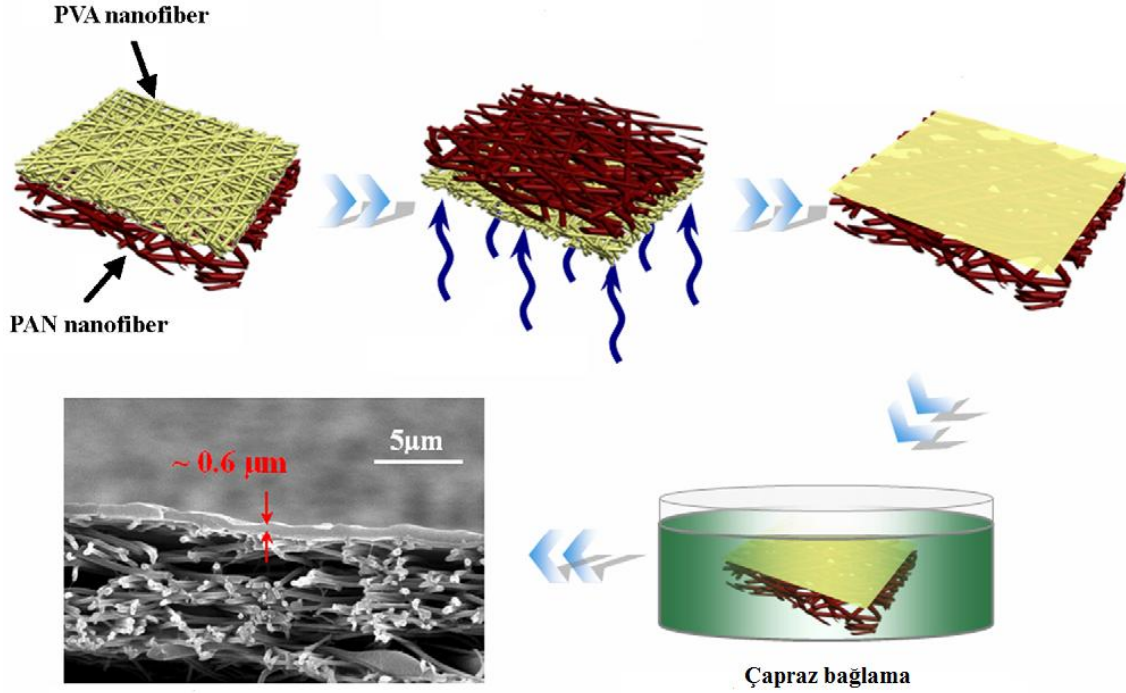
Nanofiber teknolojisinin oldukça küçük ve hafif ürünler oluşturabilmesi, kompozit endüstrisinde yaygın kullanımına olanak sağlamaktadır.

Bu güçlendirmelerle kompozitler;

- ✓ Yüksek elastiklik modülü, ve
- ✓ Mukavemet/ağırlık oranı gibi önemli özellikler kazanırlar.

Nanofiberler bazı malzemelerin mikro fiberlerinden daha iyi mekanik özellikler gösterir ve bu da kompozitlerde süper yapısal özellikleri artırır. Bunun yanında nanofiberle güçlendirilmiş kompozitler geleneksel mikrofiberli kompozitelerde görülmeyen artı bazı

niteliklere sahiptir. Mesela matris ile nanofiber arasındaki yansıma indekslerinde bir fark var ise, oluşan kompozitte ışık dağılması yüzünden saydam olmayan bir yapı olur. Fakat bu sınırlamadan görünen ışığın dalga boyundan daha küçük çaplı nanofiberler kullanılarak kaçınılabilir [51].



Şekil 1.42. PVA Nanofiberi İle Çapraz Bağlı PAN Nanofiber Konpozit Membranın Şematik Görünümü [56].

1.9.6. Filtrasyon uygulamaları

Filtrasyon için kullanılan fibrilli materyallerin avantajları yüksek filtrasyon verimlilikleri, düşük hava dirençleridir. Filtrasyon verimliliği fiber inceliği ile yakından alakalıdır ve bu özellik filtre performansını belirleyen en önemli özelliktir.

Yüksek yüzey alanı ve gözenekli yapısı sayesinde nanofiberlerden 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.

İnce partiküller ($<0.3\mu\text{m}$ boyutunda olanlar) nanofiber yapılarında kolaylıkla tutulabilirler ve filtrasyon verimliliğini geliştirebilirler. Nanofiberler ile elde edilen kumaş yapısı 100 nm'den daha küçük parçacıkları veya damlacıkları sıvıdan veya gazlardan uzaklaştırabilir. Bu da nanofiberlerin filtrasyon amaçlı kullanımını sağlar.

Nanofiber 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.

Endüstride bütün filtre yapıları temiz hava sağlamak için kullanılır. Bu filtre yapılarının yaklaşık $0,5\mu\text{m}$ boyutunda yağ parçacıklarını tutması gerekir. Elektro eğirme yöntemi ile mikrondan daha küçük çapa sahip olan lifler elde edildiği için bu parçacıkların uzaklaştırılması kolaydır. Yakın zamandaki bir Amerikan patenti, nanofiberli örülmemiş bir tabaka ve taşıyıcı malzeme tabakasından oluşan çok tabakalı bir toz filtreleme çantasının icadını duyurmuştur. Yine nanofiberlerin kullanıldığı ve maden araçlarının hava filtrelemesinde kullanılan bir filtre malzeme kabini yapılmıştır. Polimer nanofiberleri elektrostatik olarak yüklenebildiği için filtreleme verimini artırmak için basınç farkında bir artma olmadan parçacıklar elektrostatik çekim ile tutulurlar. Bu bağlamda elektrospinning tekniği tek basamakta hem nanofiber üretir hem de liflerin elektrostatik olarak yüklenmesini sağlar.

Filtrasyonda geleneksel amaçların dışında nanofiber membranlar kullanılarak özellikle özel polimerlerin kullanılmasıyla kimyasal ve biyolojik ajanlara karşı da filtreleme yapılabilir[51].

1.9.7. Elektriksel ve optik uygulamaları

Tekstil kumaşlarının iletkenliğini geliştirme konusunda yapılmış ilk yaklaşım metalik tellerin ve ince metalik bantların kullanılmasıdır. Metalik teller kumaş yapısı içerisine bir ağ gibi örülürler ve kumaşa gerekli elektriksel iletim özelliğini kazandırır. Elektrik iletkenliğine sahip polimerlerden nanofiberler üretilebilmesi pek çok avantajı beraberinde getirmiştir. İletken nanofiberlerin küçük elektronik aletlerin veya

makinelerin imalatında kullanımı söz konusudur. Elektrodun yüzey alanı ile elektro kimyasal reaksiyon hızı orantılı olduğu için iletken nanofiberlerden 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 [51].

1.9.8. Tarımsal uygulamaları

Nanofiberlerden oluşmuş tülbent ile kaplanmış bitkiler zararlı kimyasallara ve böceklere karşı korunmuş olur. Aynı zamanda bu nanofiberden oluşmuş tabaka sayesinde bitkiye, daha önceden nanofiberden oluşmuş tülbente enjekte edilmiş gübrenin zamanla salınması sağlanabilir [51].



Şekil 1.43. Bitkinin Böceklere Karsı Korunması İçin Elektrospinning İle Üretilmiş Nanofiberden Oluşan Örtü İle Kaplanması.

1.9.9. Savunma sanayii uygulamaları

Askeri uygulamalarda 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 ağır kumaşlardan yapılmışlardır. Hafif ve nefes alabilen kumaşlar, hava ve

su buharı geçirebilen kumaşlar tam çözücülerde kolaylıkla çözülür ve gazlarla, diğer kimyasallarla yüksek reaktiviteye sahiptir.

Nanofiberlerden yapılmış kumaşlar ise yüksek yüzey alanları sebebiyle kimyasal maddenin nötralizasyonunu gerçekleştirebilir. Su buharı ve hava geçişine de izin verir. Nanofiberler yüksek gözenekliliğe sahip ama gözenek boyutu çok küçük olan bir yüzey üzerine yatırılarak kimyasal maddenin kumaş içine nüfuzuna karşı iyi bir direnç sağlanabilir [51].

1.9.10. Uzay uygulamaları

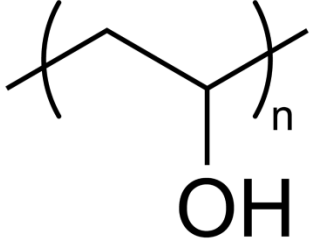
Özellikle karbon tabanlı nanofiberlerin, yüksek mukavemette olmaları, çelikten yüzlerce kez daha sağlam olması, düşük ağırlıkları gibi muhteşem özellikleri sayesinde uzay araç ve gereçlerinde yoğun bir şekilde kullanılmaları söz konusudur. Ayrıca gelecekte karbon, cam ve seramik benzeri nanofiberlerden uzay yapıları inşa edilebilecektir.

Uzayda kurulan güneş ve ışık panellerinde de nanofiberlerden oluşturulmuş yüzeyler kullanılmaktadır [51].

2. MATERİYAL VE YÖNTEM

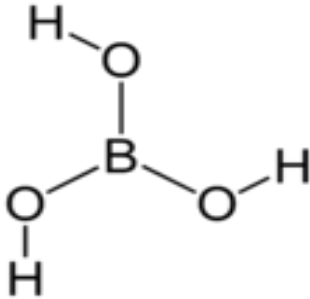
2.1. Kullanılan Kimyasal Malzemeler

Polivinil alkol (PVA)



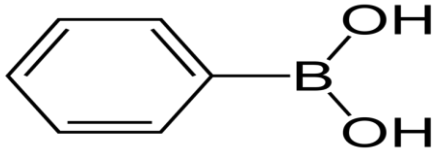
Üretici Firma :	Sigma-Aldrich
Molekül Formülü :	$(C_2H_4O)_n$
Molekül Ağırlığı:	84000-89000 g/mol
Hidroliz Derecesi:	% 86-89 mol
Polimerizasyon derecesi:	1700-1800

Borik Asit



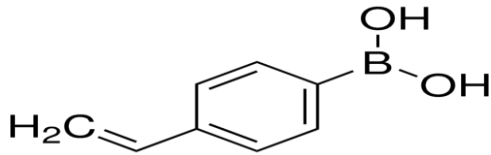
Üretici Firma :	Merck
Molekül Formülü:	H ₃ BO ₃
Molekül Ağırlığı:	61.83 g/mol
Yoğunluk:	1.435 g/ cm ³
Su İçinde Çözünürlük:	5.7 g/100 ml (25 °C)

Fenilboronik Asit



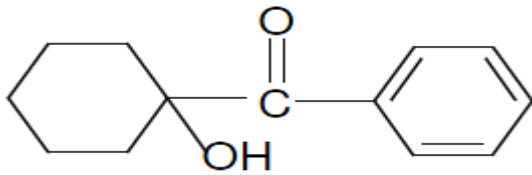
Üretici Firma:	Fluka
Molekül Formülü:	$C_6H_7BO_2$
Molekül Ağırlığı:	121.93 g/mol
Erime Noktası:	218-222 °C

4- Vinilfenilboronik Asit



Üretici Firma :	Alfa Aesar
Molekül Formülü:	$C_8H_9BO_2$
Molekül Ağırlığı:	147.97 g/mol

Irgacure 184 (1-Hidroksi sikloheksil fenil keton)



Üretici Firma :	Ciba Speciality Chemicals
Molekül Formülü:	$C_{13}H_{16}O_2$
Molekül Ağırlığı:	204 g/mol

Kullanılan Çözücüler

Deneysel çalışmaların çeşitli aşamalarında değişik amaçlarla teknik saflıkta N,N-Dimetilformamid hiçbir işlem uygulanmadan kullanılmıştır.

2.2. Kullanılan Cihaz ve Aletler

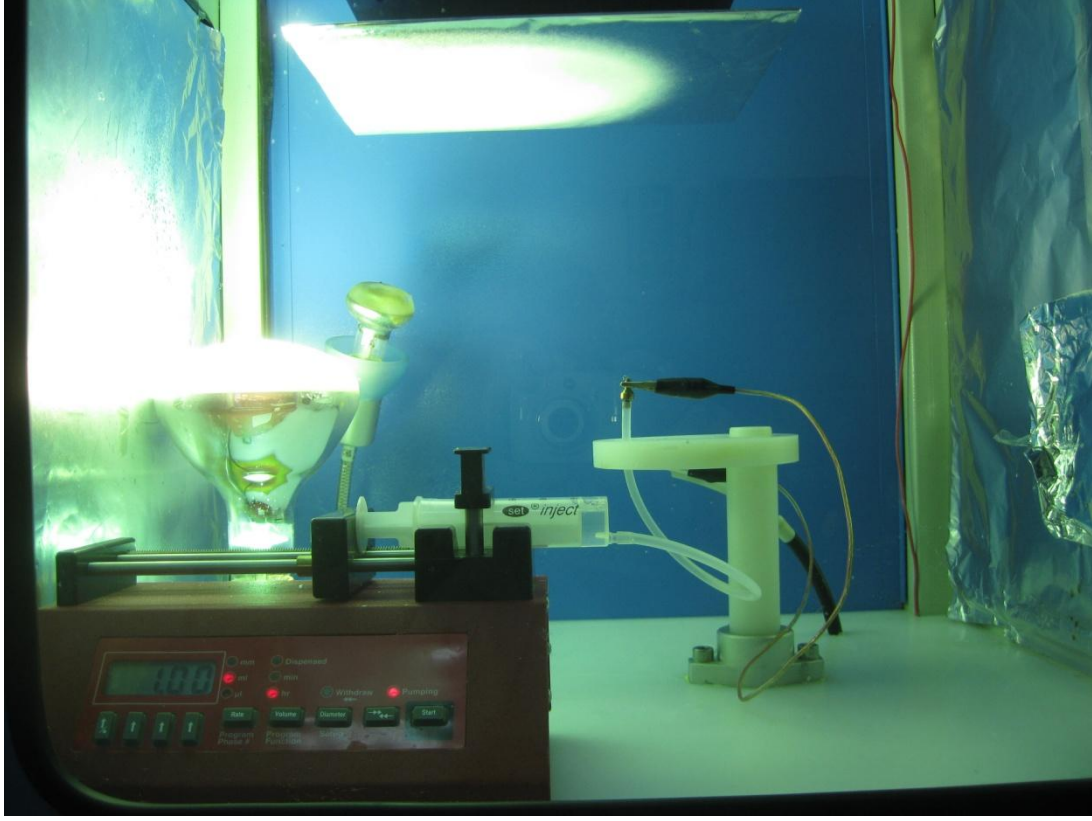
Laboratuvar Ölçekli Elektrospinning Cihazı

NE 200 tipi laboratuvar ölçekli elektrospinning cihazı nanofiberlerin üretilmesi için kullanılmıştır. Kullanılan elektrospinning cihazı Şekil 2.1’de görülmektedir.



Şekil 2.1. Elektrospinning Cihazı.

Belirli büyüklüklerde düzeler ve şırınga iğneleri ile besleme yapmak için yalıtımlı ve kimyasal olarak inert malzemeler besleyici tablası olarak seçilmiştir.



Şekil 2.2. Elektrosinning Cihazı Polimer Besleme Ünitesi.

Elektrosinning işleminde kullanılacak polimer çözeltisi yükleme ünitesine aktarılır. Yükleme ünitesi yüzeyi, yüzey gerilimini yenebilmeyi etkilediği için çok önemlidir.

Toplayıcı, elektroüretim işleminin üç ana bileşeninden biridir. Toplayıcı üzerinde üretilen nanofiber toplanır. Toplayıcı olarak levha tip alüminyum toplayıcı kullanılmıştır. Nanofiber üretimi sırasında kullanılan toplayıcı plaka Şekil 2.3’de gösterilmiştir.



Şekil 2.3. Elektrosinning Cihazı Toplayıcı Ünitesi.

Polimer çözeltisi besleme boruları, kullanılacak kimyasallara karşı dayanıklı olarak seçilmiştir.

UV Lambası:

Kuvars camdan, yüksek basınçlı civa ark tüpü ve tungsten filamentten yapılmış, güneş ışınlarının spektral dağılımına yakın ışık verebilen Osram firmasına ait Ultrawit 300 markalı, 300 Watt gücünde UV lambası kullanılmıştır.

Fourier Transform Infrared (FTIR) Spektroskopisi:

Hazırlanan nanofiberlerin fonksiyonel grup analizi FT-IR Spektroskopisi kullanılarak gerçekleştirildi. Spektrumlar, ATR aparatı takılı olan Perkin Elmer Spektrum 100 FT-IR Spektrometre cihazı ile $400-4000\text{ cm}^{-1}$ aralığında kaydedilmiştir.

Termogravimetrik analiz (TGA):

Hazırlanan nanofiber malzemelerin termo-oksidatif kararlılıkları ölçmek amacıyla, Perkin Elmer Pyris 1 model TGA cihazı kullanıldı. Ölçümler azot atmosferinde 10 °C / dak ısıtma hızıyla 20 °C-900 °C sıcaklıkları arasında yapılmıştır.

Viskozimetre :

Elektrospin edilecek çözeltilerin viskozitelerini belirlemek için 200 mm çapında 70 mm derinlikte bir numune haznesine sahip Brookfield RV DV-II + Pro viskozimetresi kullanılmıştır.

Diferansiyel Tarama Kalorimetresi (DSC):

Hazırlanan nanofiberlerden 8-10 mg arasında numuneler alınıp, 0 °C'den 220 °C'ye kadar 10 °C/dk hızı ile ısıtılıp, 220 °C'de 1 dk boyunca tutulmuş ,bu sıcaklıktan 0°C'ye kadar 100 °C/dk hız ile soğutulmuş, 0 °C'de 5 dk boyunca tutulmuş ve tekrar 0 °C'den 220 °C' ye kadar 10°C/dk hız ile ısıtılmıştır. Deney sırasında ortamda 30 mg/dk hız ile azot gazı beslenmiştir.

Taramalı Elektron Mikroskopu (Scanning Electron Microscopy) (SEM):

Hazırlanan nanofiberlerin morfolojisi ve çaplarının boyutu Philips marka XL30 ESEM-FEG/EDAX model cihaz ile incelenmiştir. (Boğaziçi Üniversitesi)

Vakum Etüvü :

Memmert marka fırın elektrospin edilmiş nanofiberlerde kalan çözücünün uzaklaştırılmasında kullanılmıştır.

2.3. Deneysel Yöntemler

- ✓ Çalışmanın ilk aşamasında, polivinil alkol çözeltisinden sabit proses parametrelerinde elektrospinning yöntemi ile nanofiber yüzeyler elde edilmiş ve yüzey morfolojisi ve üretilen PVA nanofiberin çap boyutu araştırılmıştır.
- ✓ Çalışmanın ikinci aşamasında polivinil alkol çözeltisi içerisine borik asit, fenilboronik asit ve 4-vinil boronik asit çözeltileri katılarak 3 farklı hibrit çözelti hazırlanmıştır. Hazırlanan her bir çözeltiden farklı proses parametrelerinde elektrospinning yöntemi ile nanofiber yüzeyler elde edilmiştir. Proses parametrelerindeki değişimlerin nanofiber çapına ve morfolojisine etkisi araştırılmıştır. Son aşamada ise PVA çözeltisine eklenen inorganik katkının nanofiberin termal kararlılığına olan etkisi incelenmiştir.

2.3.1. Polivinil alkol çözeltisinin hazırlanması ve elektrospinnig yöntemi ile nanofiber eldesi

Deneysel çalışmaların ilk aşamasında, elektrospinning yönteminde uygulanacak optimum proses parametrelerinin belirlenebilmesi için suda kolay çözünen ve elektrospinning yönteminde çok iyi nanofiber malzeme oluşturan PVA polimerinin sulu çözeltisi kullanılmıştır. Toz PVA polimeri, saf su içerisinde 80 °C sıcaklıkta manyetik karıştırıcıda 6 saat karıştırılarak %10'luk konsantrasyonda homojen bir çözelti elde edilmiş ve hazırlanan çözelti oda sıcaklığında 24 saat bekletilmiştir.

Tablo 2.1. PVA Nanofiberinin Üretiminde Uygulanan İşlem Parametreleri

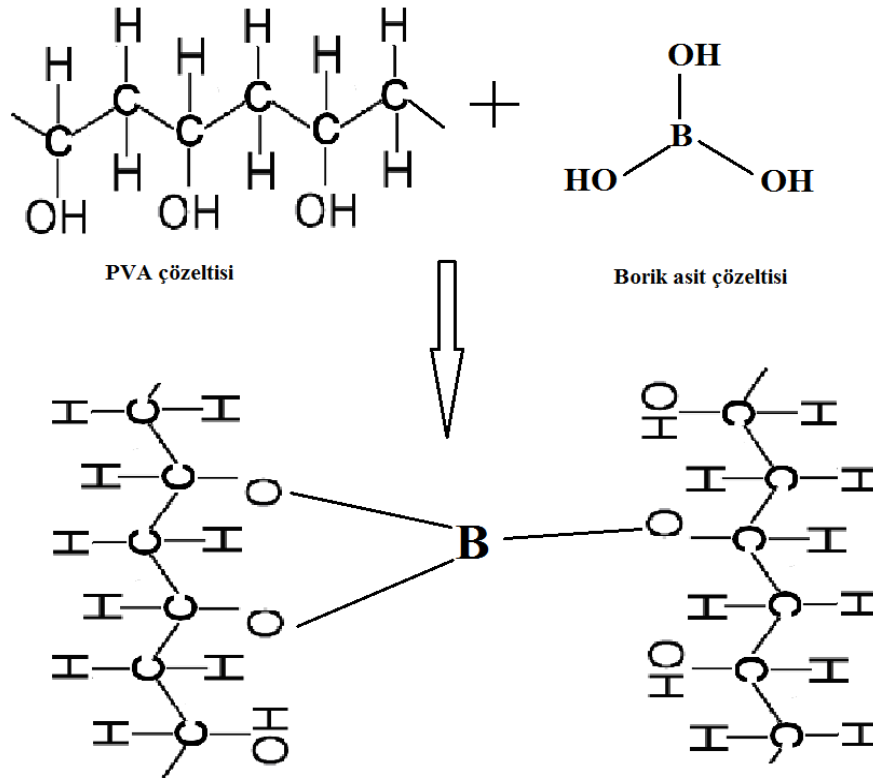
Numune kodu	%10 PVA çözeltisi (ml)	Uygulanan Voltaj (Kv)	Toplayıcı-Besleme arası mesafe (cm)	Polimer akış hızı (ml / saat)	Ortalama nanofiber çapı (nm)
P1	10	17	17	1	180

Hazırlanan % 10'luk PVA çözeltisinden Tablo 2.1'de gösterilen işlem parametrelerinde elektrospinning yöntemi ile PVA nanofiber üretilmiştir. Elde edilen nanofiberler

80°C’de 1 gün boyunca kurutulmuş ve morfolojik analizleri SEM, termal analizleri ise TGA ve DSC ile yapılmıştır.

2.3.2. %10’luk PVA çözeltisi içerisine katılacak borik asit çözeltisinin hazırlanması ve elde edilen hibrit çözeltiden elektrospinning yöntemi ile çapraz bağlı nanofiber eldesi

Toz haldeki borik asit, saf su içerisinde oda sıcaklığında manyetik karıştırıcıda hızlı bir şekilde karıştırılarak %10’luk konsantrasyonda berrak bir çözelti elde edilmiş ve elde edilen borik asit sulu çözeltisi %10’luk PVA çözeltisine mekanik karıştırıcıda hızla karıştırılırken damla damla ve her damlanın iyici karışması beklenerek ilave edilmiştir. PVA polimeri ile H_3BO_3 arasındaki etkileşim Şekil 2.4’da gösterilmektedir.



Şekil 2.4. PVA ile H_3BO_3 Arasındaki Etkileşim.

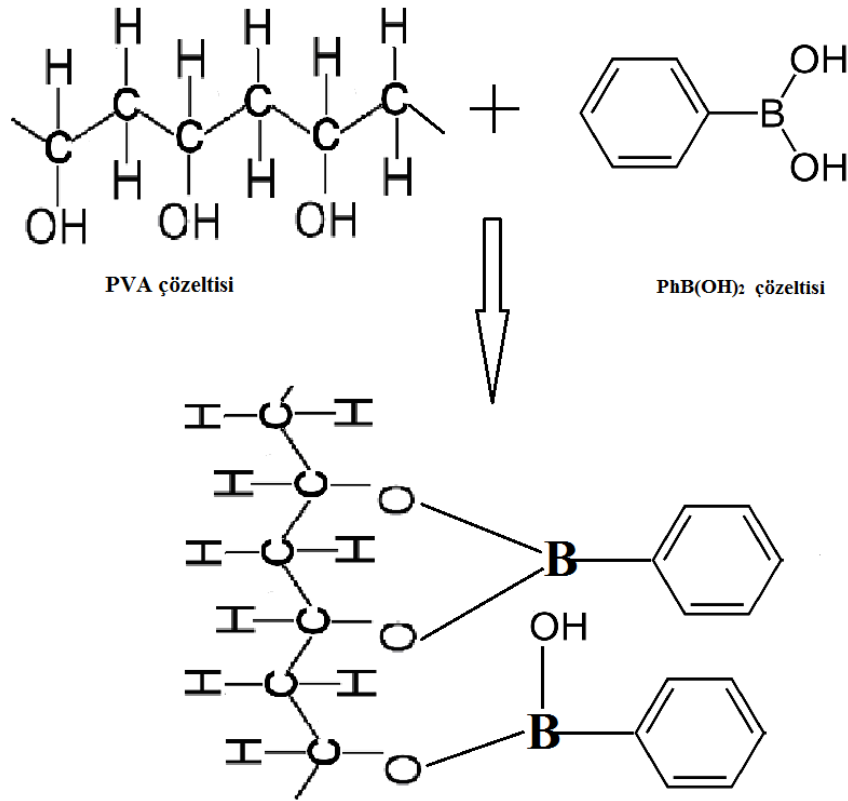
Borik asit çözeltisi PVA çözeltisi içerisine hızlı bir şekilde damlatılır ise çözelti içinde beyaz katı topaklanmalar oluşmaktadır. Karıştırma sonucunda köpüklü ve kıvamlı jel formunda çözelti elde edilmiştir. Elde edilen kıvamlı çözelti buzdolabında $+4^{\circ}\text{C}$ ' de 2 saat bekletildiğinde köpükler kaybolmuş ve homojen bir çözelti edilmiştir. Hazırlanan hibrit çözeltiden Tablo 2.2'de gösterilen işlem parametrelerinde elektrospinning yöntemi ile çapraz bağlı PVA- H_3BO_3 hibrit nanofiberleri üretilmiştir. Elde edilen nanofiberler 80°C 'de 1 gün boyunca vakum etüvünde kurutulmuş ve morfolojik analizleri SEM, termal analizleri ise TGA ve DSC ile yapılmıştır.

Tablo 2.2. Çapraz Bağlı PVA- H_3BO_3 Hibrit Nanofiberlerin Üretimde Uygulanan İşlem Parametreleri

Numune kodu	%10 PVA çözeltisi (ml)	%10 H_3BO_3 çözeltisi (ml)	Uygulanan Voltaj (Kv)	Toplayıcı-Besleme arası mesafe (cm)	Polimer akış hızı (ml / saat)	Ortalama nanofiber çapı (nm)
B1	10	1	17	17	2	389
B2	10	1	15	15	0.5	388
B3	10	1	15	16	0.5	374
B4	10	1	15	17	2	372
B5	10	1	13	17	0.5	293

2.3.3. %10'luk PVA çözeltisi içerisine katılacak fenil boronik asit çözeltisinin hazırlanması ve elde edilen hibrit çözeltiden elektrospinning yöntemi ile nanofiber eldesi

Toz haldeki fenil boronik asit, DMF içerisinde oda sıcaklığında manyetik karıştırıcıda hızlı bir şekilde karıştırılarak %10'luk konsantrasyonda berrak bir çözelti elde edilmiş ve elde edilen fenil boronik asit çözeltisi %10'luk PVA çözeltisine 50 °C'de mekanik karıştırıcıda hızla karıştırken damla damla ve her damlanın iyici karışması beklenerek ilave edilmiştir. PVA polimeri ile PhB(OH)_2 arasındaki etkileşim Şekil 2.5'de gösterilmektedir.



Şekil 2.5. PVA ile PhB(OH)_2 Arasındaki Etkileşim.

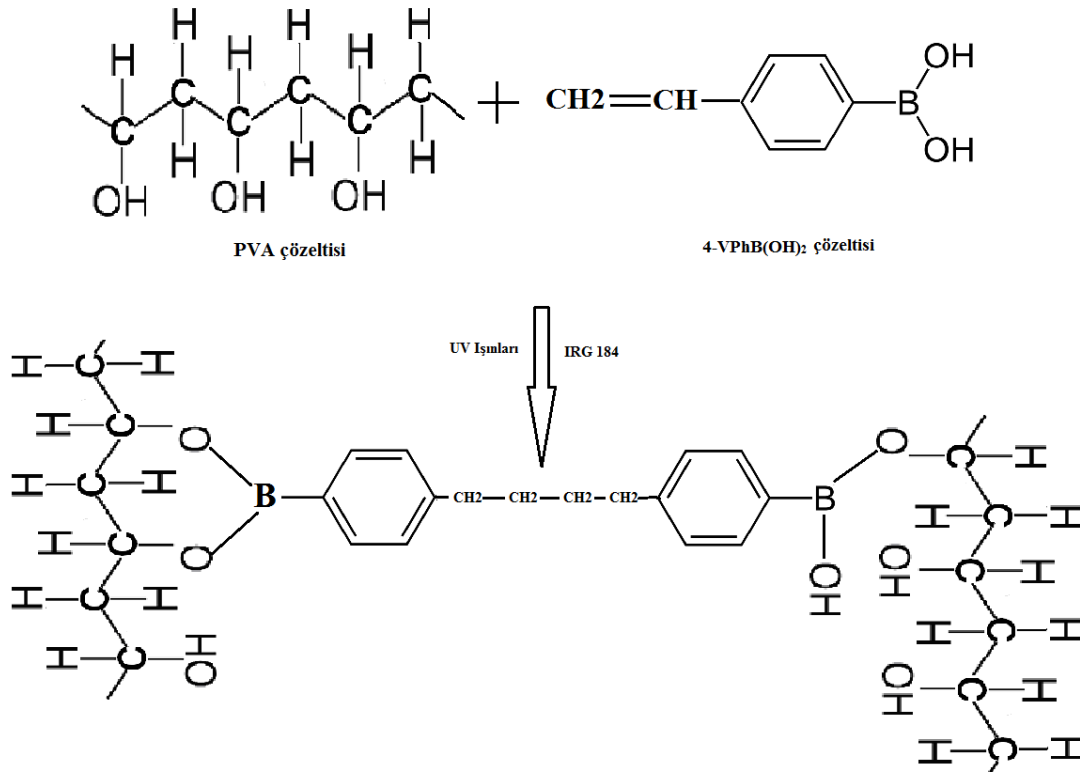
Karıştırma sonucunda köpüklü bir çözelti elde edilmiştir. Elde edilen kıvamlı çözelti buzdolabında +4 °C’ de 3 saat bekletildiğinde köpükler kaybolmuş ve homojen bir çözelti edilmiştir. Hazırlanan hibrit çözeltiden Tablo III.3’de gösterilen işlem parametrelerinde elektrospinning yöntemi ile PVA-PhB(OH)₂ hibrit nanofiberleri üretilmiştir. Elde edilen nanofiberler 80 °C’de 1 gün boyunca vakum etüvünde kurutulmuş ve morfolojik analizleri SEM, termal analizleri ise TGA ve DSC ile yapılmıştır.

Tablo 2.3. PVA- PhB(OH)₂ Hibrit Nanofiberlerin Üretimde Uygulanan İşlem Parametreleri

Numune kodu	%10 PVA çözeltisi (ml)	%10 PhB(OH) ₂ çözeltisi (ml)	Uygulanan Voltaj (Kv)	Toplayıcı-Besleme arası mesafe (cm)	Polimer akış hızı (ml / saat)	Ortalama nanofiber çapı (nm)
F1	10	1	15	17	0.5	219
F2	10	1	15	15	0.5	252
F3	10	1	17	17	0.5	391
F4	10	1	15	13	1.0	307
F5	10	1	20	17	1.0	371
F6	10	1	23	17	1.0	295

2.3.4 %10'luk PVA çözeltisi içerisinde katılacak 4-vinilfenilboronik asit çözeltisinin hazırlanması ve elde edilen hibrit çözeltiden elektrospinning yöntemi UV ışınları ile sertleştirilmiş çapraz bağlı nanofiber eldesi

Toz haldeki 4-vinilfenilboronik asit ve monomer ağırlığının %3'ü kadar fotobaşlatıcı, DMF içerisinde oda sıcaklığında manyetik karıştırıcıda hızlı bir şekilde karıştırılarak %10'luk konsantrasyonda berrak bir çözelti elde edilmiş ve elde edilen çözelti %10'luk PVA çözeltisine 50 °C'de mekanik karıştırıcıda hızla karışırken damla damla ve her damlanın iyici karışması beklenerek ilave edilmiştir. PVA polimeri ile 4-VPhB(OH)₂ arasındaki etkileşim Şekil 2.6'da gösterilmektedir.



Şekil 2.6. PVA İle 4/VPhB(OH)₂' in UV Işınları İle Çapraz Bağlanması.

Karıştırma sonucunda köpüklü bir çözelti elde edilmiştir. Elde edilen kıvamlı çözelti buzdolabında +4 °C' de 1 saat bekletildiğinde köpükler kaybolmuş ve homojen bir çözelti elde edilmiştir. Hazırlanan hibrit çözeltiden Tablo 2.3'de gösterilen işlem parametrelerinde elektrospinning yöntemi ile PVA-4VPhB(OH)₂ hibrit nanofiberleri

üretimiştir.Elektrospinning işlemi sırasında eş zamanlı olarak UV ışınları ile etkileşime bırakılmış ve işlem sırasında çapraz bağlanmış nanofiberler elde edilmiştir.Elde edilen nanofiberler 80 °C’de 1 gün boyunca vakum etüvünde kurutulmuş ve morfolojik analizleri SEM, termal analizleri ise TGA ve DSC ile yapılmıştır.

Tablo 2.4. PVA- 4-VPhB(OH)₂ Hibrit Nanofiberlerin Üretimde Uygulanan İşlem Parametreleri

Numune kodu	%10 PVA çözeltisi (ml)	%10 4-VPhB(OH) ₂ çözeltisi (ml)	Uygulanan Voltaj (Kv)	Toplayıcı-Besleme arası mesafe (cm)	Polimer akış hızı (ml / dak)	Ortalama nanofiber çapı (nm)
V1	10	1	15	15	0.5	260
V2	10	1	17	17	0.5	268
V3	10	1	20	15	0.5	366
V4	10	1	20	17	1.0	309
UV5	10	1	17	17	1.0	330

3. BULGULAR VE TARTIŞMA

Bu çalışmada elde edilen sonuçlar aşağıdaki sıralamaya göre incelenecektir:

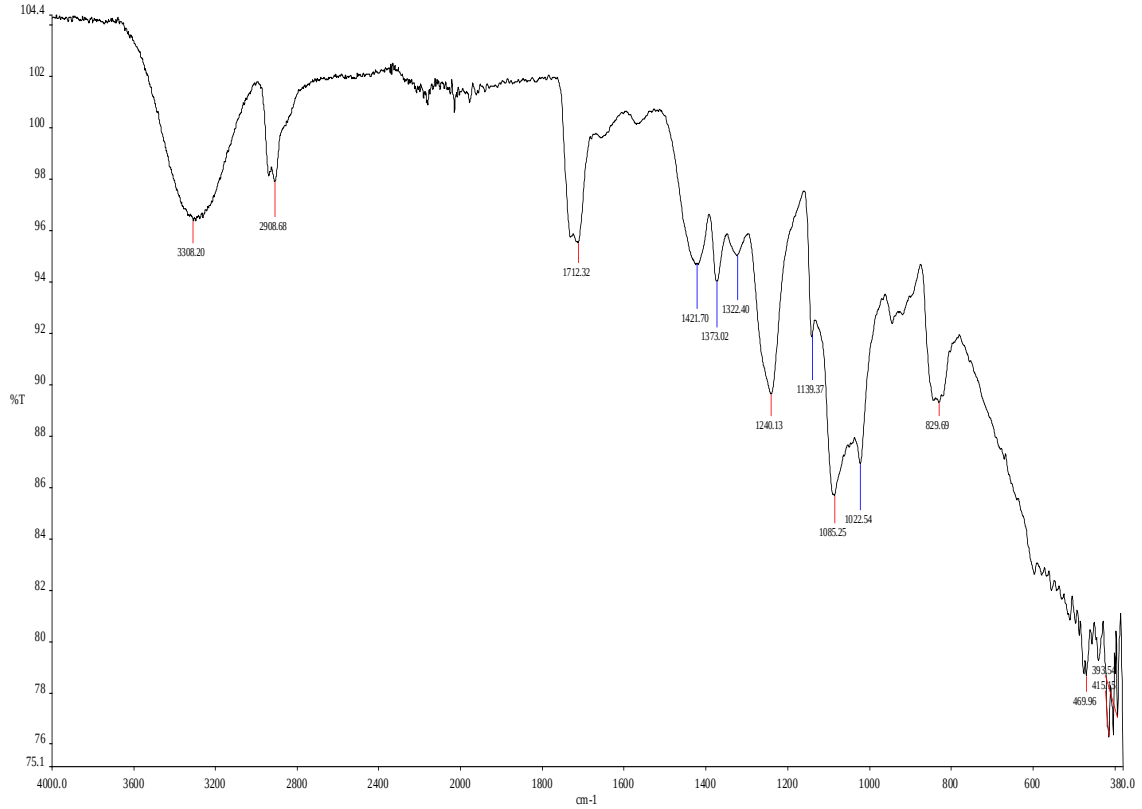
- ✓ Elektrospinning yöntemi ile nanofiber üretilcek polimer çözeltilerinin hazırlanma işlemi 2. bölümde açıklanmıştır. PVA polimerinden üretilen nanofiberin morfolojisi ve çapı SEM fotoğraflarına göre yorumlanacaktır. PVA nanofiberinin termal analizi TGA ve DSC ile ,yüzeyinin fonksiyonallitesi ise FTIR analizinden yararlanılarak incelenecektir.
- ✓ PVA-H₃BO₃, PVA-PhB(OH)₂ ,PVA-4/VPhB(OH)₂ hibrit nanofiberleri elektrospinning işlemi ile elde edilecektir. PVA ile inorganik katkıları arasında oluşturulan fiziksel etkileşimler FTIR analizi ile karakterize edilecektir. Nanofiberlerin morfolojileri ve çapları üzerine çözelti ve proses parametrelerinin etkisi grafiksel olarak olarak incelenecek ve optimum parametreler araştırılacaktır. Hazırlanan hibrit nanofiberlerin içerdikleri inorganik katkıların nanofiberlerin termal karakterlerine etkisi TGA ve DSC analizleri ile incelenecektir.
- ✓ PVA-4/VPhB(OH)₂ hibrit çözeltisi elektrospin edilirken UV ışığına maruz bırakılacak ve bu şekilde çapraz bağlı nanofiber elde edilmiş olacaktır. Foto çapraz bağlanma FTIR analizi ile karakterize edilecektir. Çapraz bağlanmanın nanofiber morfolojisini nasıl etkilediği karşılaştırmalı olarak SEM fotoğraflarından yorumlanacaktır.

3.1. Polivinil Alkol Nanofiberinin Elektrospinning Yöntemi İle Hazırlanması Ve Karakterizasyonu

3.1.1. Polivinil alkol nanofiberinin FTIR analizi

Bölüm 2.3.1 de anlatıldığı şekilde PVA çözeltisi hazırlanmış ve elektrospin yöntemi ile nanofiber elde edilmiştir. Elde edilen PVA nanofiberinin yapısı FT-IR spektroskopisi yöntemi ile karakterize edildi. Şekil 3.1’de FT-IR spektrumu verilmektedir. FT-IR spektrumu incelendiğinde karakteristik PVA pikleri 3308, 2908, 1712, 1421, 1322, 1085, 829 cm⁻¹’de görülmektedir.[44] 3308 cm⁻¹’de PVA ana zincirindeki hidroksil gruplarına ait (-OH) bantları görülmektedir. 2908 cm⁻¹’de görülen bant C-H alkil

gruplarına ait piktir. 1712 cm⁻¹'de karbonil grubuna ait bant varlığı görülmektedir. PVA'nın -CH₃, -CH eğilme bandları sırasıyla 1421 ve 1322 cm⁻¹'de C-O-C bandına ait pikde 1085 cm⁻¹'de görülmüştür.



Şekil 3.1. PVA Nanofiberine Ait FT-IR Spektrumu

3.1.2. Polivinil alkol çözeltisinin viskozite ölçümü

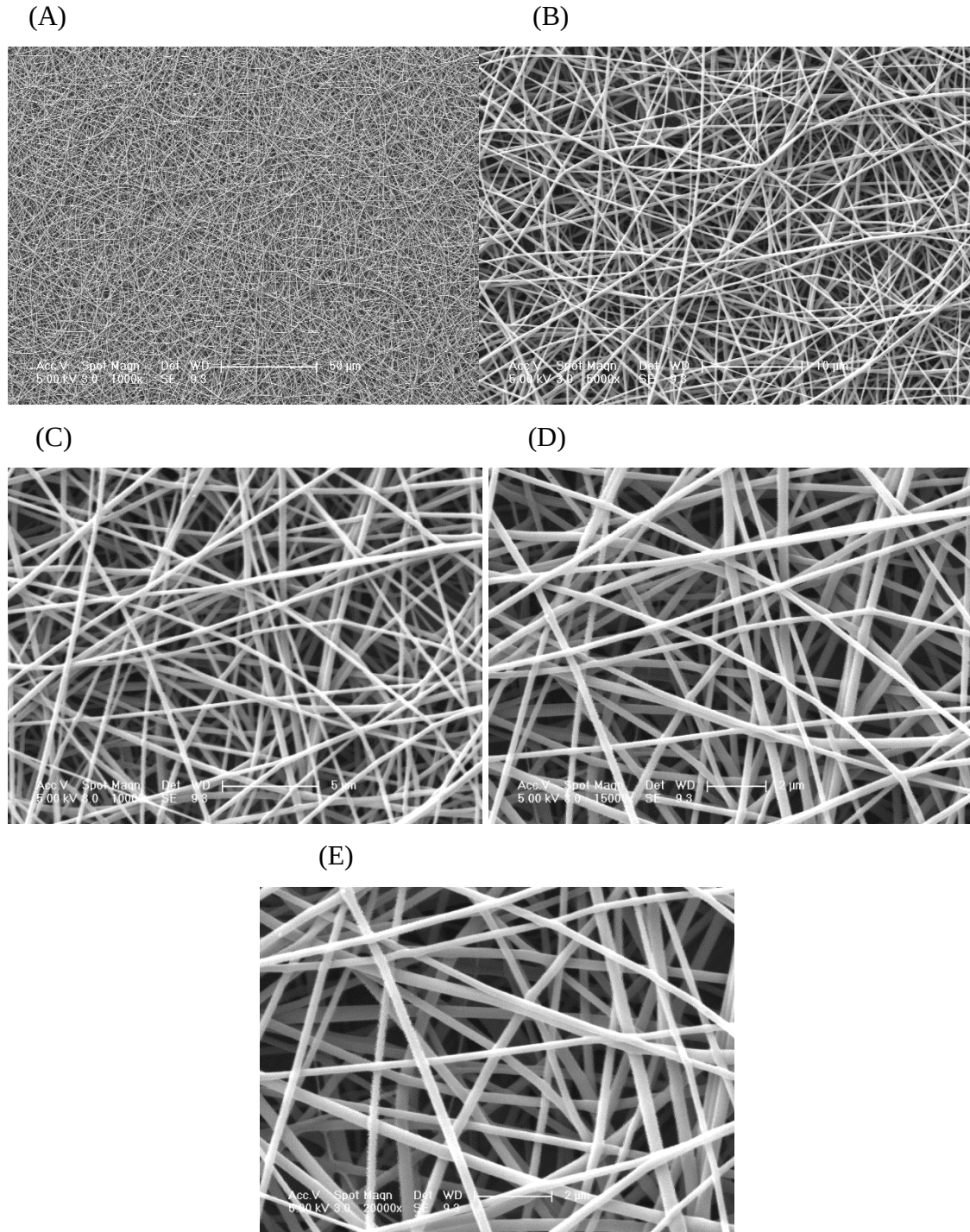
Polivinil alkol çözeltisinin viskozitesi Brookfield RV DV-II+Pro viskozimetre cihazı kullanılarak ölçülmüştür. Polimer çözeltisi, 25°C'ye ayarlanmış olan su banyosuna daldırılmış hazne içine aktarıldı ve 60 rpm hızda viskozitesinin ölçümü yapıldı. Tablo 3.1'de sonuç verilmiştir.

Tablo 3.1. Polivinil Alkol Çözeltisinin Viskozite Ölçümü Sonucu

Numune	Hız (rpm)	Viskozite (cP)
%10'luk PVA çözeltisi	60	468

3.1.3. Polivinil alkol nanofiberinin morfolojik analizi

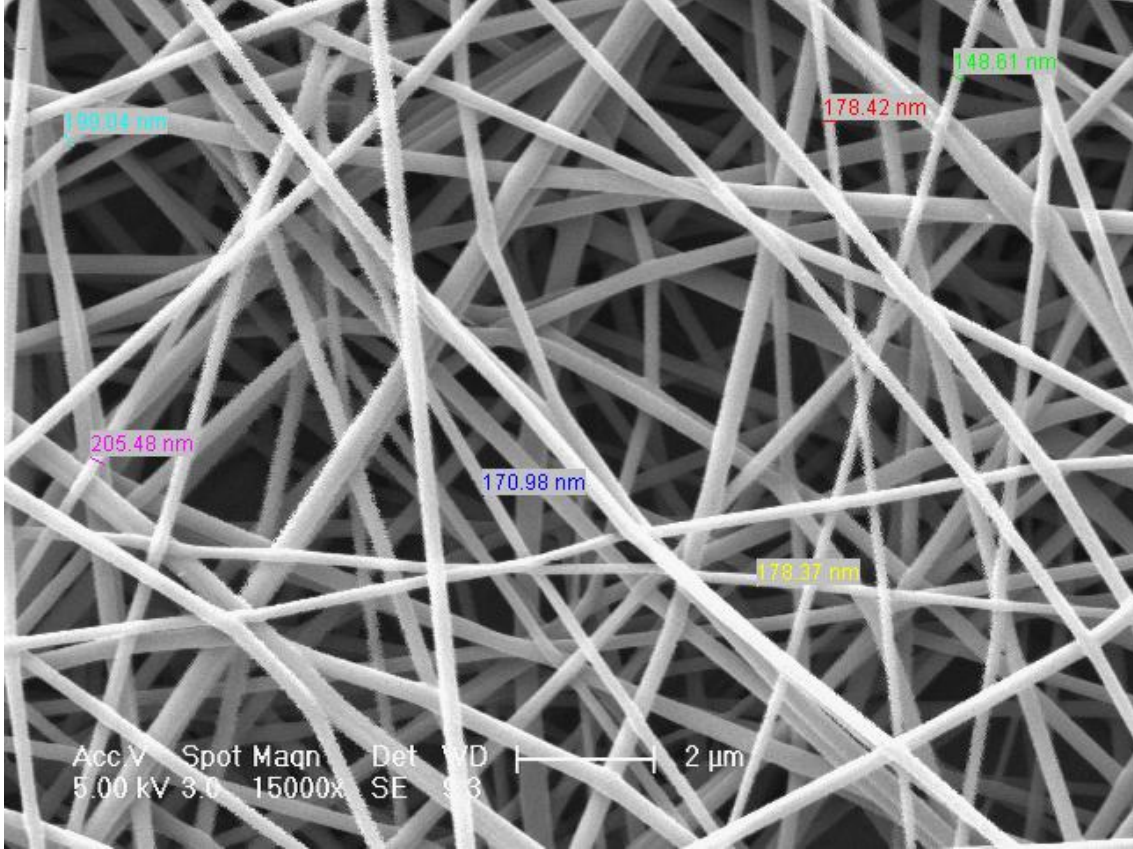
PVA'dan literatürdeki sonuçlara uygun olarak 17 kV voltaj değerinde 17 cm toplayıcı ile düze arası mesafede ve 1 ml polimer çözeltisi/ saat akış hızında nanofiber elde edilmiştir.



Şekil 3.2. P1 Nanofiberinin SEM Görüntüleri: A) P1 x 1000 B) P1 x 5000

C) P1 x 10000 D) P1 x 15000 E) P1 x 20000

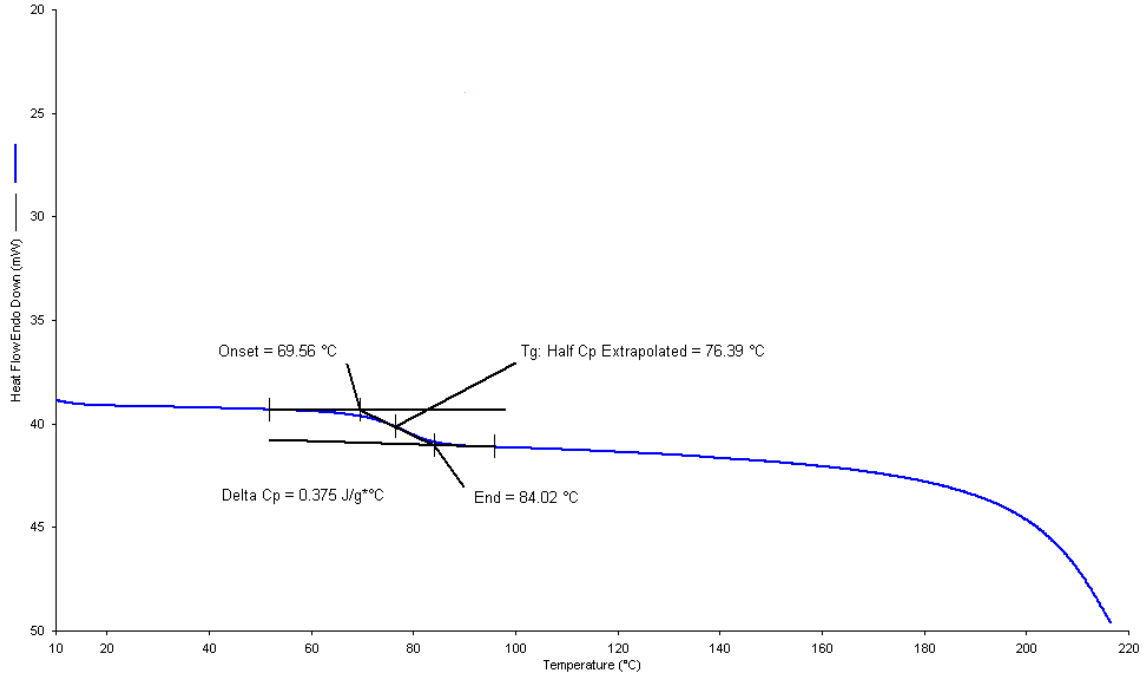
SEM görüntüleri incelendiğinde PVA nanofiberinin düzgün bir ağ yapısına ve boncuksuz bir morfolojiye sahip olduğu gözlemlenmektedir.Şekil 3.3’de PVA nanofiberinin ortalama çapının 180 nm olduğu görülmektedir.PVA nanofiberine ait 1000x , 5000x , 10000x , 15000x, 20000x büyütmedeki SEM görüntüleri Şekil 3.2’de verilmiştir.



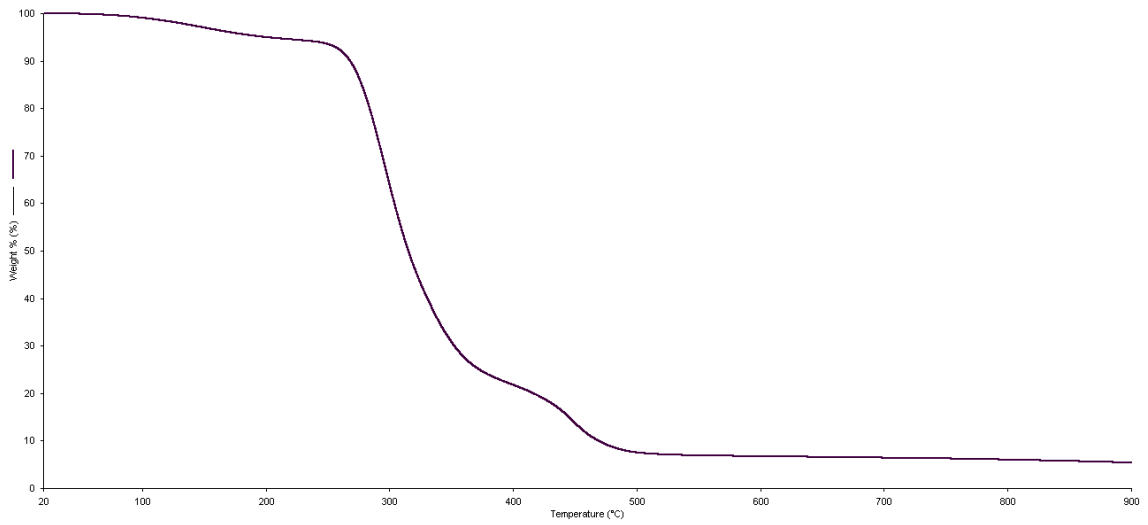
Şekil 3.3. Ortalama 180 nm Çapında PVA Nanofiberinin SEM Görüntüsü

3.1.3. Polivinil alkol nanofiberinin termal analizi

PVA nanofiberinin ısı davranışını gözlemlemek için DSC (Şekil 3.4) ve TGA (Şekil 3.5) ölçümleri yapılmıştır. DSC analizinde camsı geçiş sıcaklığı (T_g) 76.39 °C bulunmuştur. TGA analiz sonucuna göre %5'lik bozunma 200 °C'de maksimum kütle kaybı 315 °C'de ve 900 °C'de 5,401 g geriye kül kalmıştır.DSC ve TGA termogramları sırasıyla Şekil 3.4 , Şekil 3.5'de ve kütle kayıpları ile T_g değeri Tablo 3.2'de toplu olarak verilmiştir.



Şekil 3.4. PVA Nanofiberinin DSC Grafiği



Şekil 3.5. PVA Nanofiberinin Azot Atmosferindeki TGA Grafiği

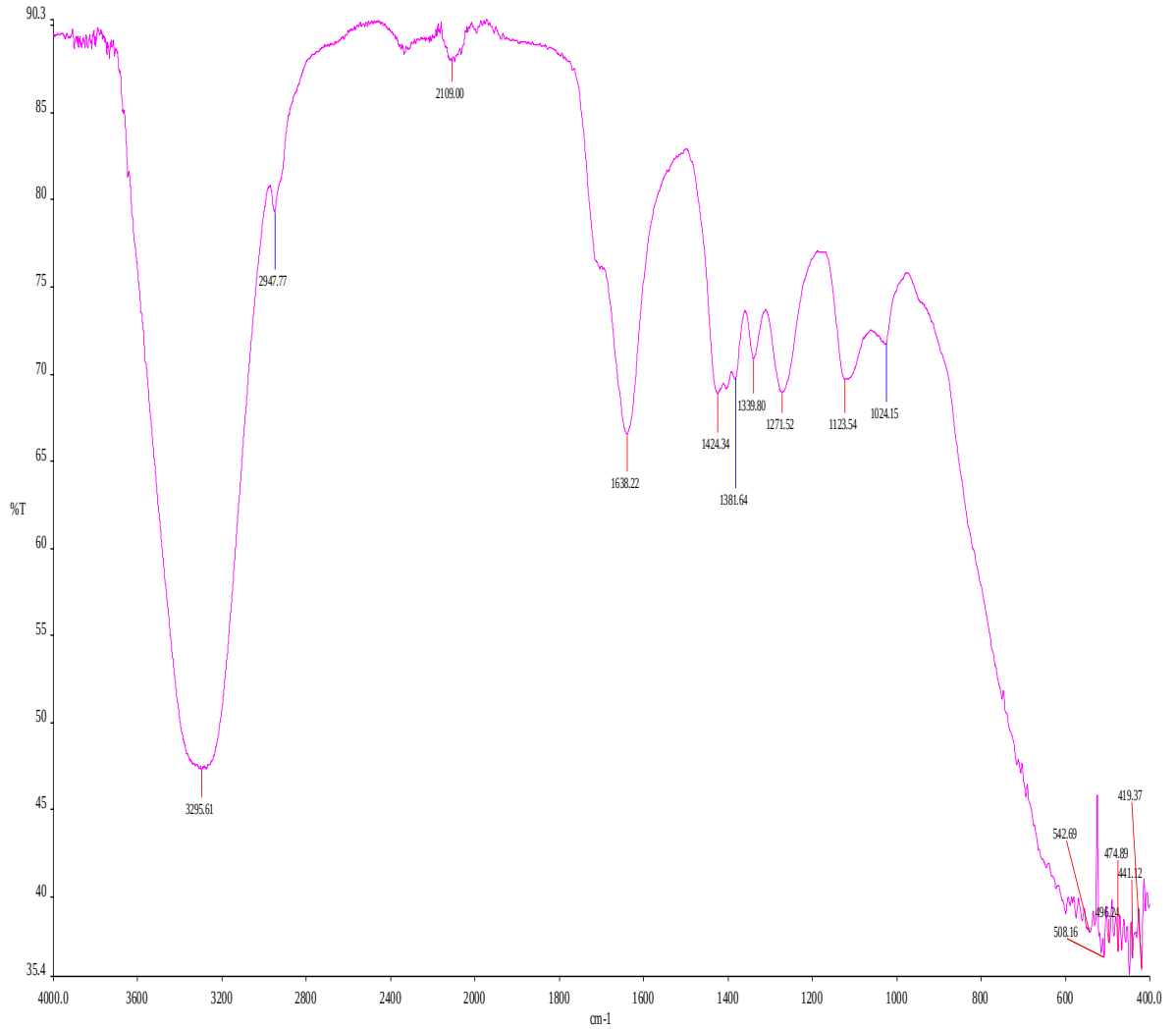
Tablo 3.2. PVA Nanofiberinin TGA ve DSC Analiz Değerlendirmeleri

Numune	T ₅ (°C)	Max.Kütle Kaybı (°C)	Kül (%)	T _g (°C)
P1	200	315	5.401	76.39

3.2. Polivinil Alkol – Borik Asit Hibrit Nanofiberinin Elektrosinning Yöntemi İle Hazırlanması Ve Karakterizasyonu

3.2.1. PVA – H₃BO₃ hibrit nanofiberin FTIR analizi

Polivinil alkol ile borik asit arasındaki etkileşimin karakterizasyonu FT-IR spektroskopisi yardımı ile yapılmıştır. PVA-H₃BO₃ ait FT-IR spektrumları Şekil 3.6’de gösterilmiştir. Şekil 3.6’daki FT-IR spektrumu incelendiğinde borik asitin B-OH bandına ait 1190 cm⁻¹ ‘de pikin, PVA- H₃BO₃ yapısında kaybolduğu ve 1024 cm⁻¹ deki B-O-C yapısına ait piklerin oluşumu PVA ile H₃BO₃ arasında etkileşimin sağlandığının bir kanıtıdır.[58]



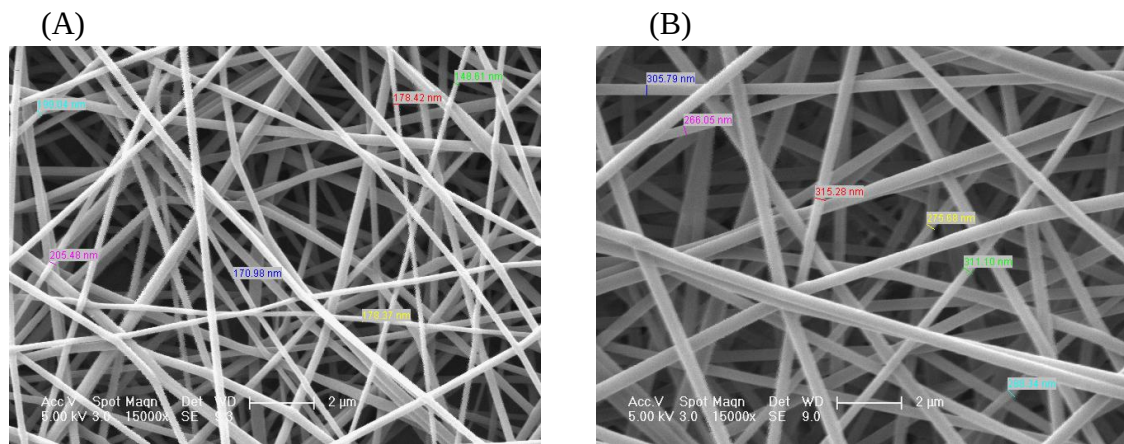
Şekil 3.6. PVA- H₃BO₃ Nanofiberine ait FT-IR Spektrumu.

3.2.2. PVA – H₃BO₃ çözeltisinin viskozite ölçümü

Hibrit polimer çözeltisi, 25°C'ye ayarlanmış olan su banyosuna daldırılmış hazne içine aktarıldı ve 60 rpm hızda viskozitesinin ölçümü yapıldı. Tablo 3.3'de PVA çözeltisi ile PVA – H₃BO₃ çözeltisinin karşılaştırmalı olarak viskozite ölçüm sonuçları ve bu çözeltilerden elde edilen nanofiberlerin ortalama çaplarının sonuçları verilmiştir. Viskozite sonuçları incelendiğinde PVA çözeltisi içerisine katılan H₃BO₃ çözeltisi viskozite değerini yaklaşık 2 katına kadar arttırmıştır. Yapılan literatür araştırmasında viskozitenin artmasıyla nanofiber çapının artacağı vurgulanmıştır.[42] Sonuçlar incelendiğinde PVA – H₃BO₃ hibrit nanofiberinin çapı viskozite artışına paralel olarak PVA nanofiberine göre artmıştır.

Tablo 3.3. PVA – H₃BO₃ Çözeltisinin Viskozite Ölçümü Sonucu

Numune	Viskozite (cP)	Elektrospinning Koşulları TDM - EV	Ortalama nanofiber çapı (nm)
%10'luk PVA çözeltisi	468	17 cm , 17 kV	180
PVA – H ₃ BO ₃ çözeltisi	955	17 cm , 17 kV	389



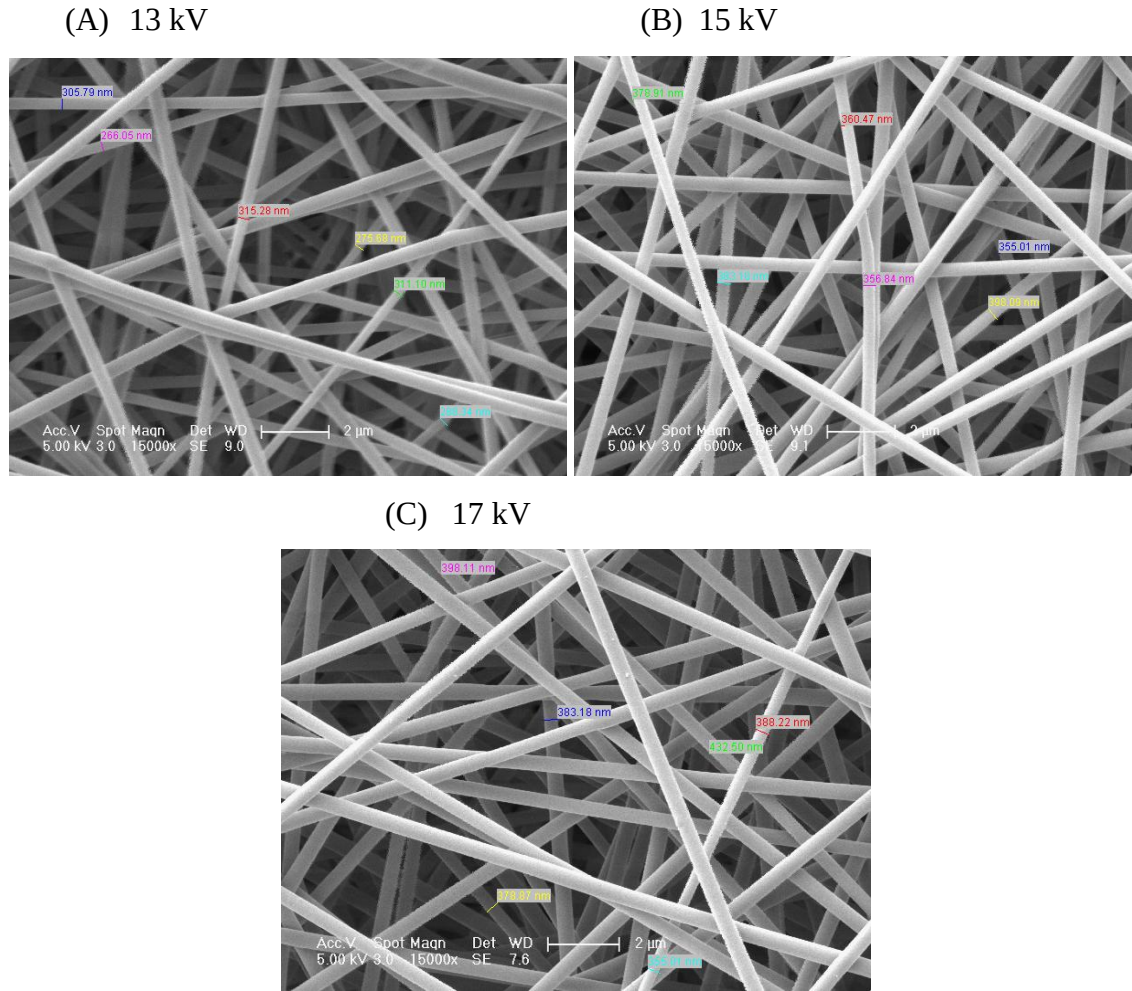
Şekil 3.7. Nanofiberlerin SEM Görüntüleri: (A) P1 x 15000 (B) B1 x 15000

3.2.3. PVA–H₃BO₃ hibrit nanofiberin çapına ve morfolojisine işlem parametrelerinin etkisinin analizi

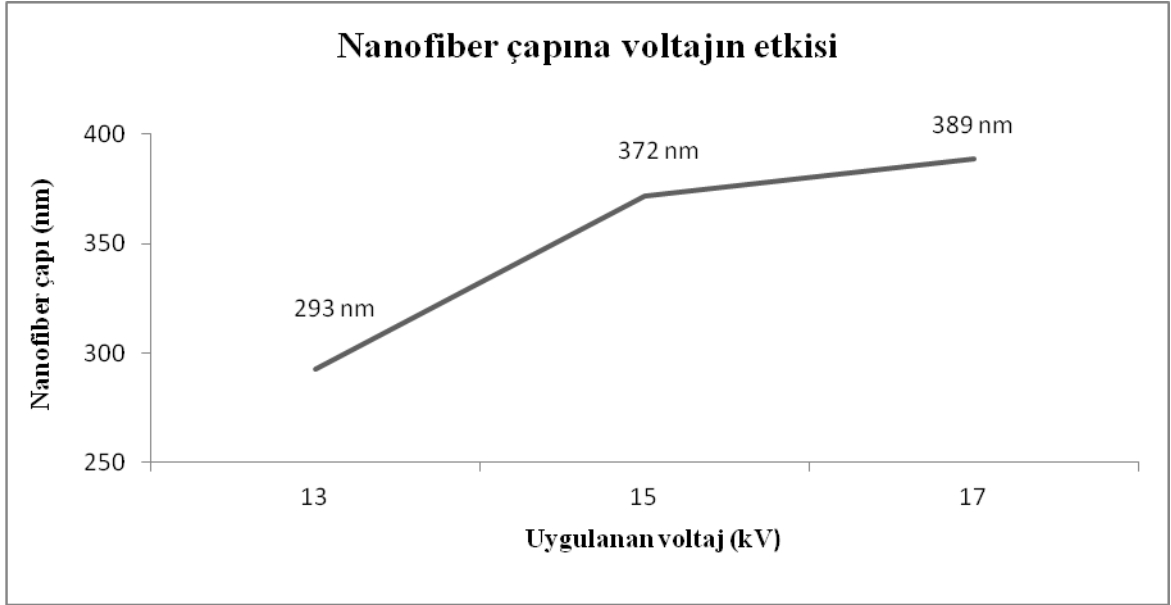
Farklı işlem parametrelerinde hazırlanan nanofiberlerin ortalama çapları Tablo 2.2’de gösterilmiştir.

3.2.3.1. Uygulanan voltajın etkisi

Uygulanan voltajın toplayıcı ile düze arasındaki mesafenin sabit kaldığı durumlarda artması ile nanofiberlerin çapları genelde artmaktadır. Şekil 3.8’deki SEM görüntüleri incelendiğinde nanofiberler hazırlanırken uygulanan voltaj değeri arttırıldığında nanofiber çaplarının arttığı görülmektedir.



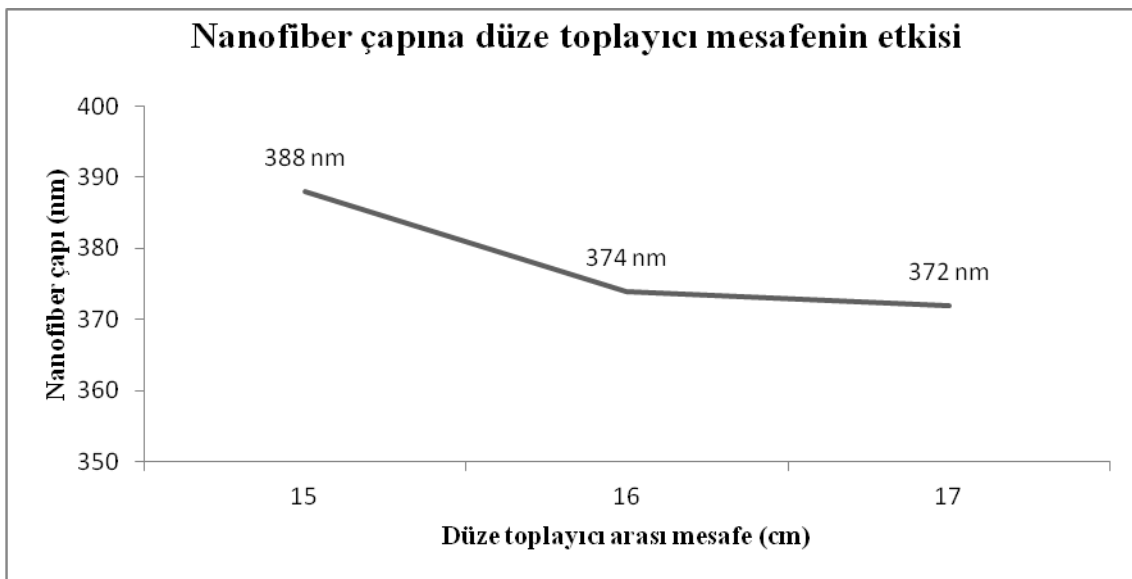
Şekil 3.8. Farklı Voltaj Değerlerinde Hazırlanmış PVA–H₃BO₃ Hibrit Nanofiberlerin SEM Fotoğrafları: (A) B5 x15000 (B) B4 x 15000 (C) B1 x 15000



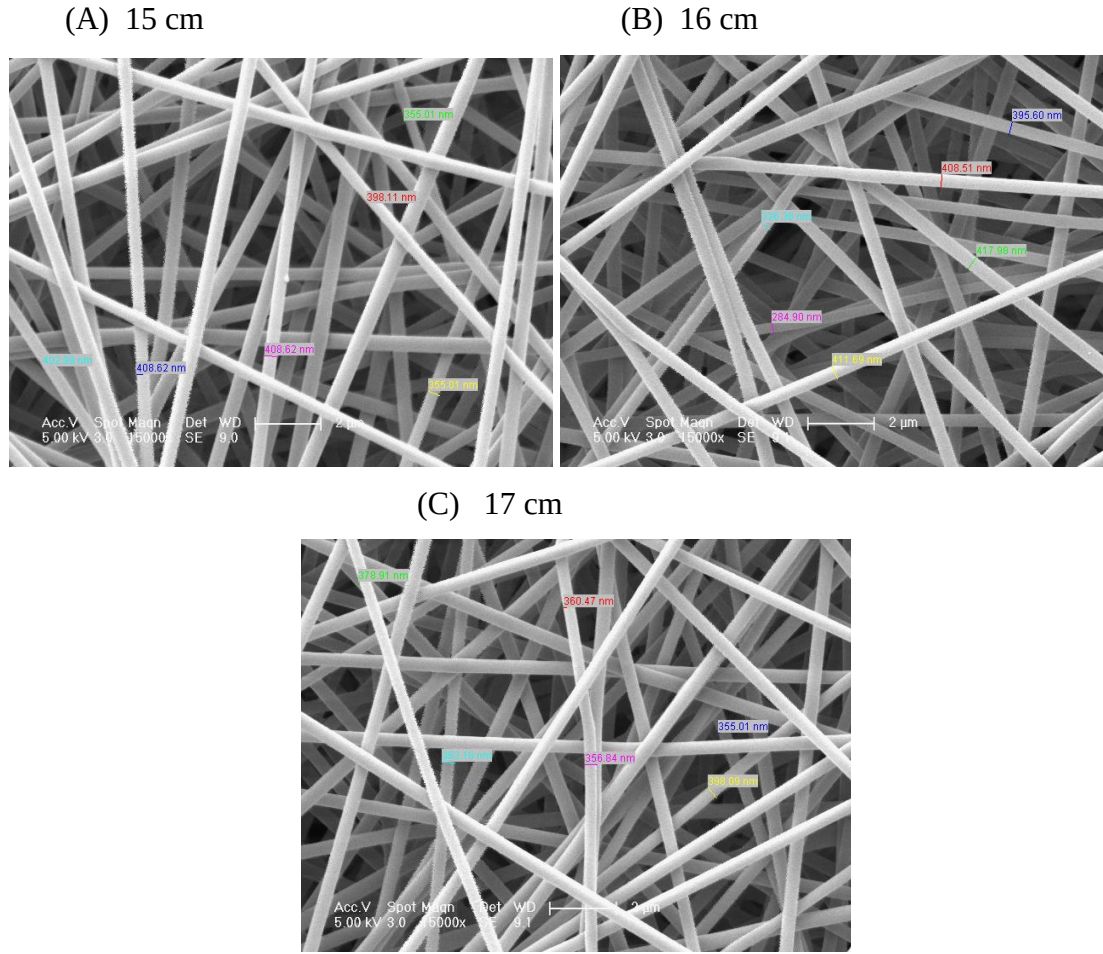
Şekil 3.9. Uygulanan Voltajın Nanofiber Çapına Etkisi

3.2.3.2. Düze ile toplayıcı arası mesafenin etkisi

Düze ile toplayıcı arasındaki mesafenin uygulanan voltajın sabit kaldığı durumlarda artması ile nanofiberlerin çapları azalmaktadır. Şekil 3.10 incelendiğinde nanofiberler hazırlanırken mesafe arttırıldığında nanofiber çaplarının azaldığı görülmektedir. Mesafe arttığında jetin izlediği yol arttığından elde edilen nanofiberin çaplarında düşüş görülür [47].



Şekil 3.10. Düze ile Toplayıcı Arası Mesafenin Nanofiber Çapına Etkisi

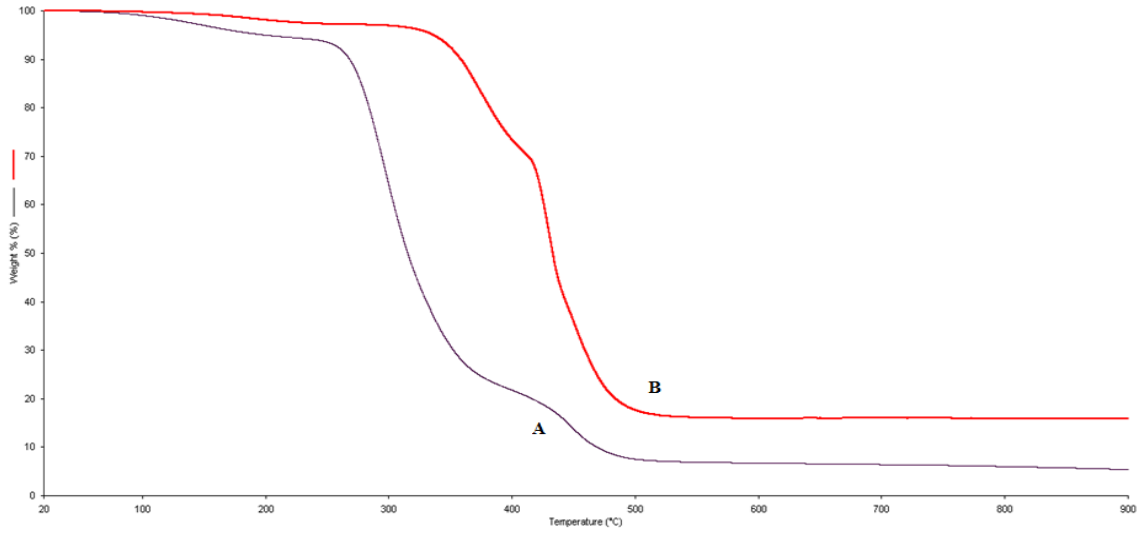


Şekil 3.11. Farklı Mesafelerde Hazırlanmış PVA–H₃BO₃ Hibrit Nanofiberlerinin SEM Fotoğrafları: (A) B2 x15000 (B) B3 x 15000 (C) B4 x 15000

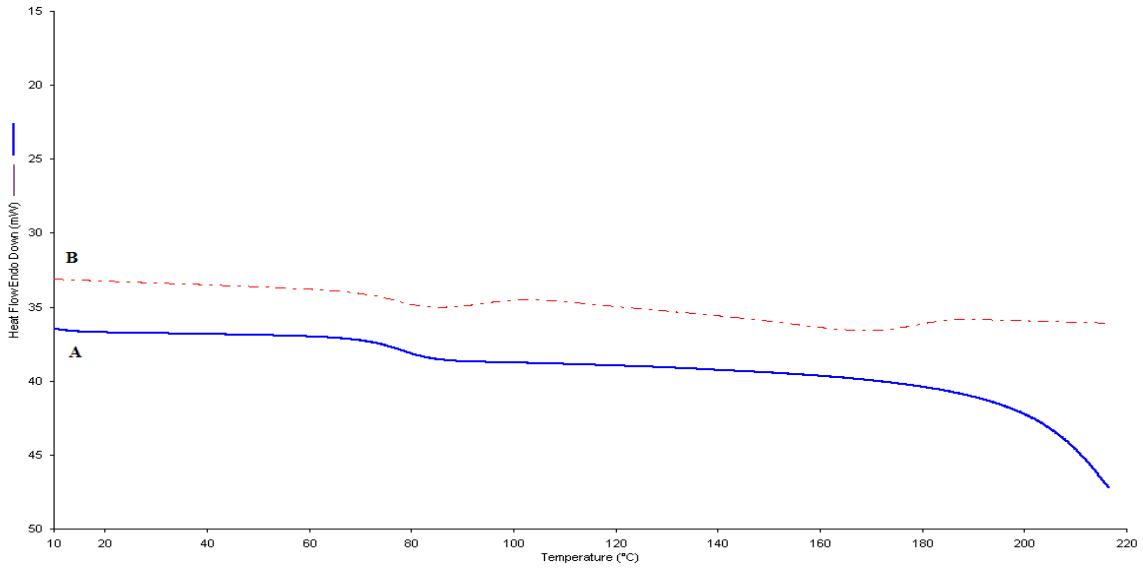
3.2.4. Nanofiberlerin TGA ve DSC analizi ile termal karakterizasyonu

Nanofiberler TGA cihazında 20 °C den 900 °C ye 10 °C/dk hızla azot atmosferi altında ısıtılarak Şekil 3.12 de görülen termogramlar elde edildi. Tablo 3.4 deki termogravimetrik analiz sonuçlarına göre borik asit içeren hibrit nanofiberlerin PVA nanofiberine göre ağırlık kaybının daha yüksek sıcaklık değerine kaydığı görülmektedir. Kül miktarlarındaki artış ise borik asitten kaynaklanmaktadır. Borik asidin aleve dayanıklı polimerik ürün oluşturduğu, organik polimerlerin yüzeyinde camsı bir tabaka oluşturarak hava ile teması kestiği ve bu nedenle de % kül miktarlarının yüksek olduğu bulunmuştur. Şekil 3.13 de PVA ve PVA- H₃BO₃ ait DSC grafikleri verilmiştir. DSC analizlerinde PVA ve PVA- H₃BO₃ nanofiberleri için

sırasıyla 76.36 °C ve 75.83°C’de camsı geçiş sıcaklığı pikleri görülmektedir. Borik asit katkısı az da olsa T_g azalmaya neden olmuştur.



Şekil 3.12. Nanofiberlerin Azot Atmosferindeki TGA Grafikleri: (A) PVA
(B) PVA- H₃BO₃



Şekil 3.13. Nanofiberlerin DSC Grafikleri : (A) PVA (B) PVA- H₃BO₃

Tablo 3.4. Nanofiberlerin TGA ve DSC Analiz Değerlendirmeleri

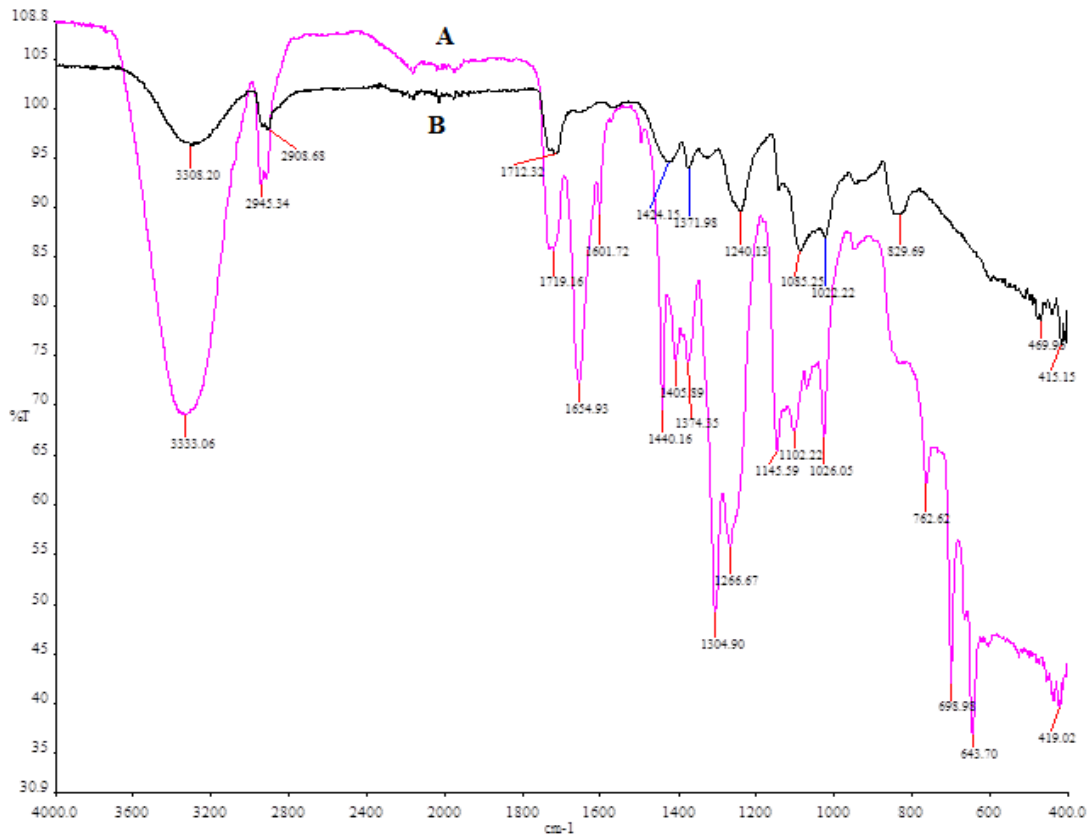
Numune	T_5 (°C)	Max.Kütle Kaybı (°C)	Kül (%)	T_g (°C)
--------	------------	-------------------------	---------	---------------

P1	200	315	5.401	76.39
B1	336	433	15.83	75.82

3.3. Polivinil Alkol – Fenilboronik Asit Hibrit Nanofiberinin Elektrosinning Yöntemi İle Hazırlanması Ve Karakterizasyonu

3.3.1. PVA – PhB(OH)₂ hibrit nanofiberin FTIR analizi

Polivinil alkol ile fenilboronik asit arasındaki etkileşimin karakterizasyonu FT-IR spektroskopisi yardımı ile yapılmıştır. PVA ve PVA- PhB(OH)₂'e ait FT-IR spektrumları Şekil 3.14'de gösterilmiştir. Şekil 3.14'deki FT-IR spektrumu incelendiğinde; PVA nanofiber spektrumunda bulunmayan ancak PVA- PhB(OH)₂ nanofiber yapısında ortaya çıkan 1719 cm⁻¹ 'de hidrojen bağı yapmış fenilboronik asit piki, 1601 cm⁻¹'de C=C benzen halkası yapısına ait pik, 1440 cm⁻¹'de Ph-B bandı piki, 1375 cm⁻¹'de B-O yapısına ait piklerin oluşumu PVA ile PhB(OH)₂ arasında etkileşimin sağlandığının birer kanıtıdır.[59]



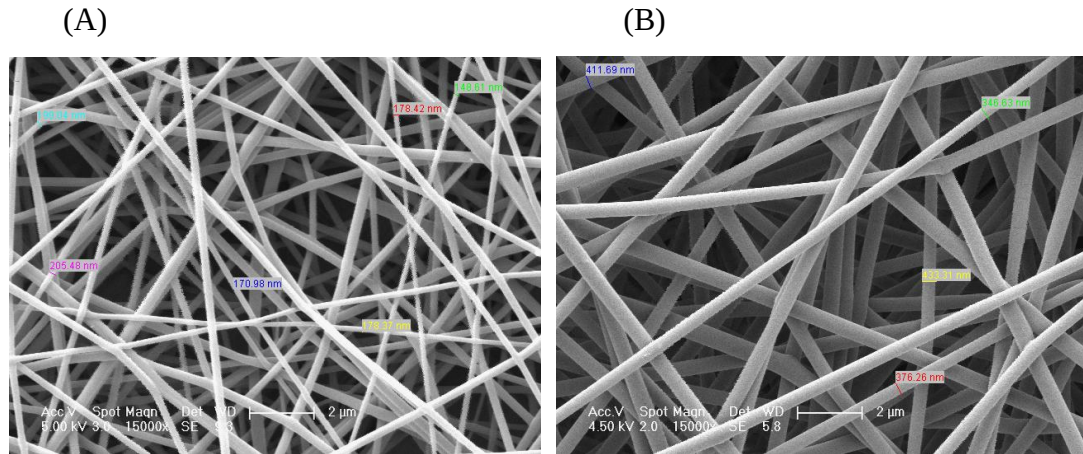
Şekil 3.14. Nanofiberlere ait FT-IR Spektrumu: (A) PVA – PhB(OH)₂ (B) PVA

3.3.2. PVA – PhB(OH)₂ çözeltisinin viskozite ölçümü

Hibrit polimer çözeltisi, 25°C'ye ayarlanmış olan su banyosuna daldırılmış hazne içine aktarıldı ve 60 rpm hızda viskozitesinin ölçümü yapıldı. Tablo 3.5'de PVA çözeltisi ile PVA – PhB(OH)₂ çözeltisinin karşılaştırmalı olarak viskozite ölçüm sonuçları ve bu çözeltilerden elde edilen nanofiberlerin ortalama çaplarının sonuçları verilmiştir. Viskozite sonuçları incelendiğinde PVA çözeltisi içerisine katılan PhB(OH)₂ çözeltisi viskozite değerini arttırmıştır. Şekil 3.15'deki SEM fotoğrafları ve Tablo 3.5'deki sonuçlar incelendiğinde PVA – PhB(OH)₂ hibrit nanofiberinin çapı viskozite artışına paralel olarak PVA nanofiberine göre artmıştır.

Tablo 3.5. PVA – PhB(OH)₂ Çözeltisinin Viskozite Ölçümü Sonucu

Numune	Viskozite (cP)	Elektrospinning Koşulları TDM - EV	Ortalama nanofiber çapı (nm)
%10'luk PVA çözeltisi	468	17 cm , 17 kV	180
PVA – PhB(OH) ₂ çözeltisi	630	17 cm , 17 kV	295



Şekil 3.15. Nanofiberlerin SEM Görüntüleri: (A) P1 X 15000 (B) F3 X 15000

3.3.3. PVA–PhB(OH)₂ hibrit nanofiberin çapına ve morfolojisine işlem parametrelerinin etkisinin analizi

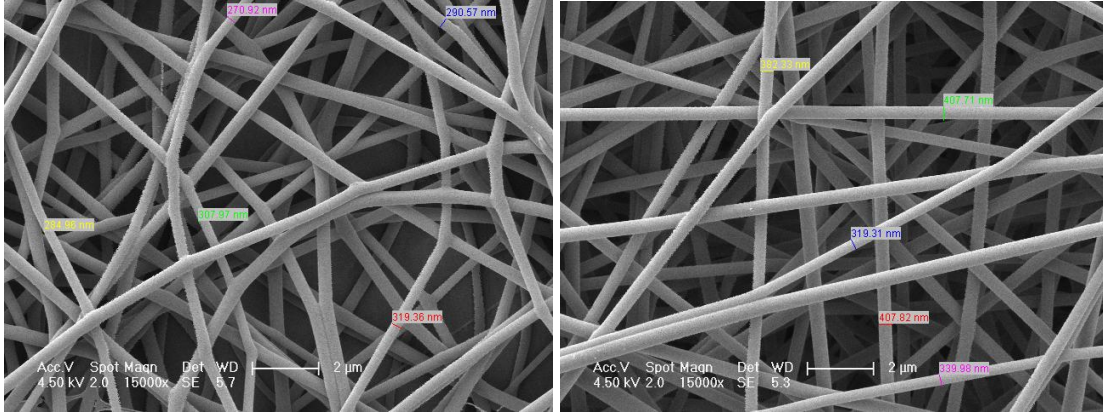
Farklı işlem parametrelerinde hazırlanan nanofiberlerin ortalama çapları Tablo 2.3’de gösterilmiştir.

3.3.3.1. Uygulanan voltajın etkisi

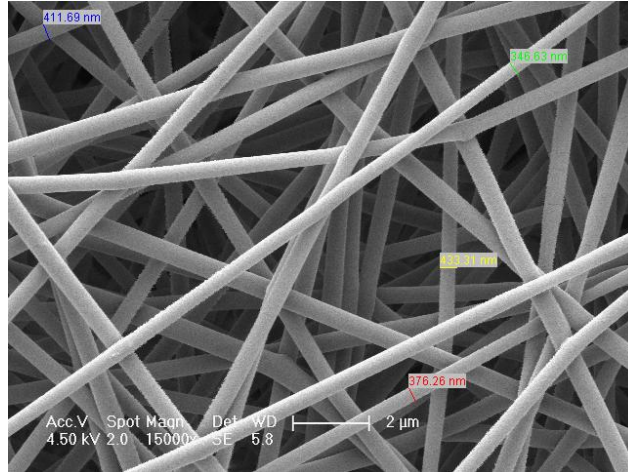
Şekil 3.16 incelendiğinde PVA–PhB(OH)₂ nanofiberleri hazırlanırken voltaj değeri arttırıldığında nanofiber çaplarının arttığı görülmektedir.

(A) 17 kV

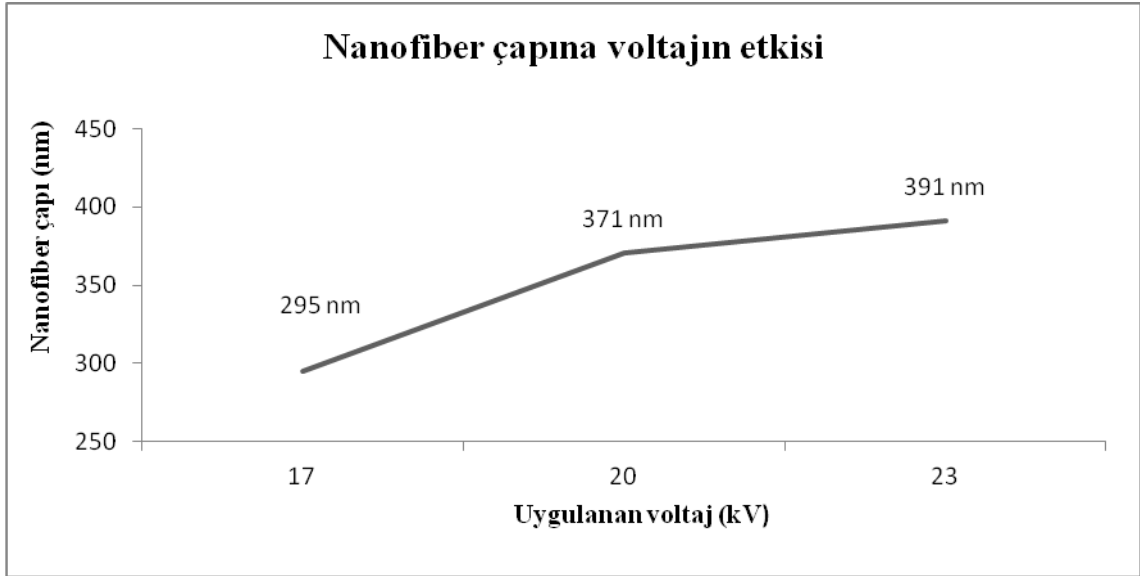
(B) 20 kV



(C) 23 kV



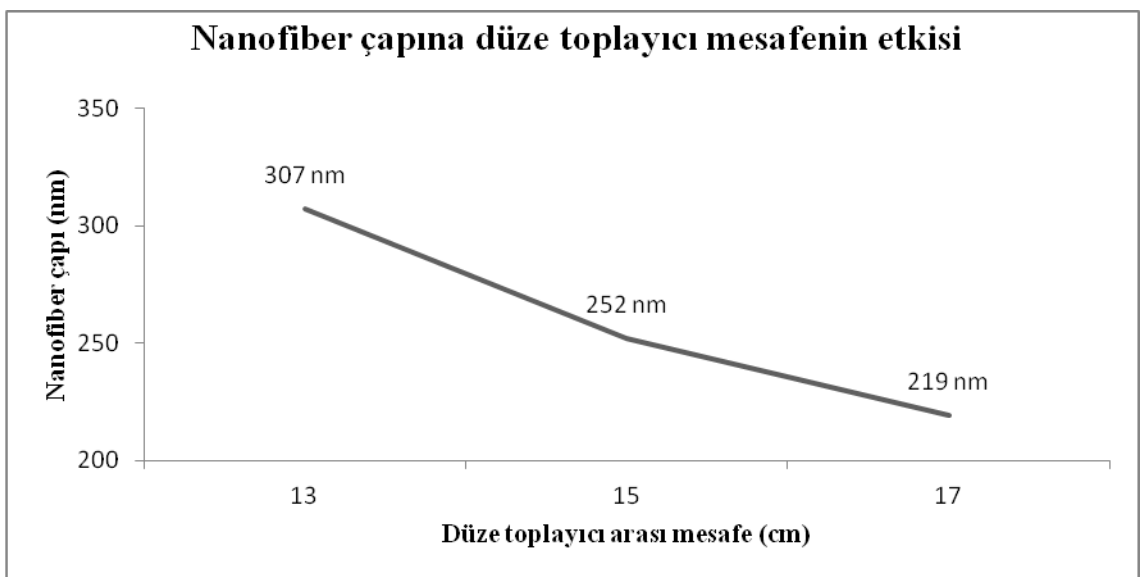
Şekil 3.16. Farklı Voltaj Değerlerinde Hazırlanmış PVA– PhB(OH)₂ Hibrit Nanofiberinin SEM Fotoğrafları :(A) F3 x15000 (B) F5 x 15000 (C) F6 x 15000



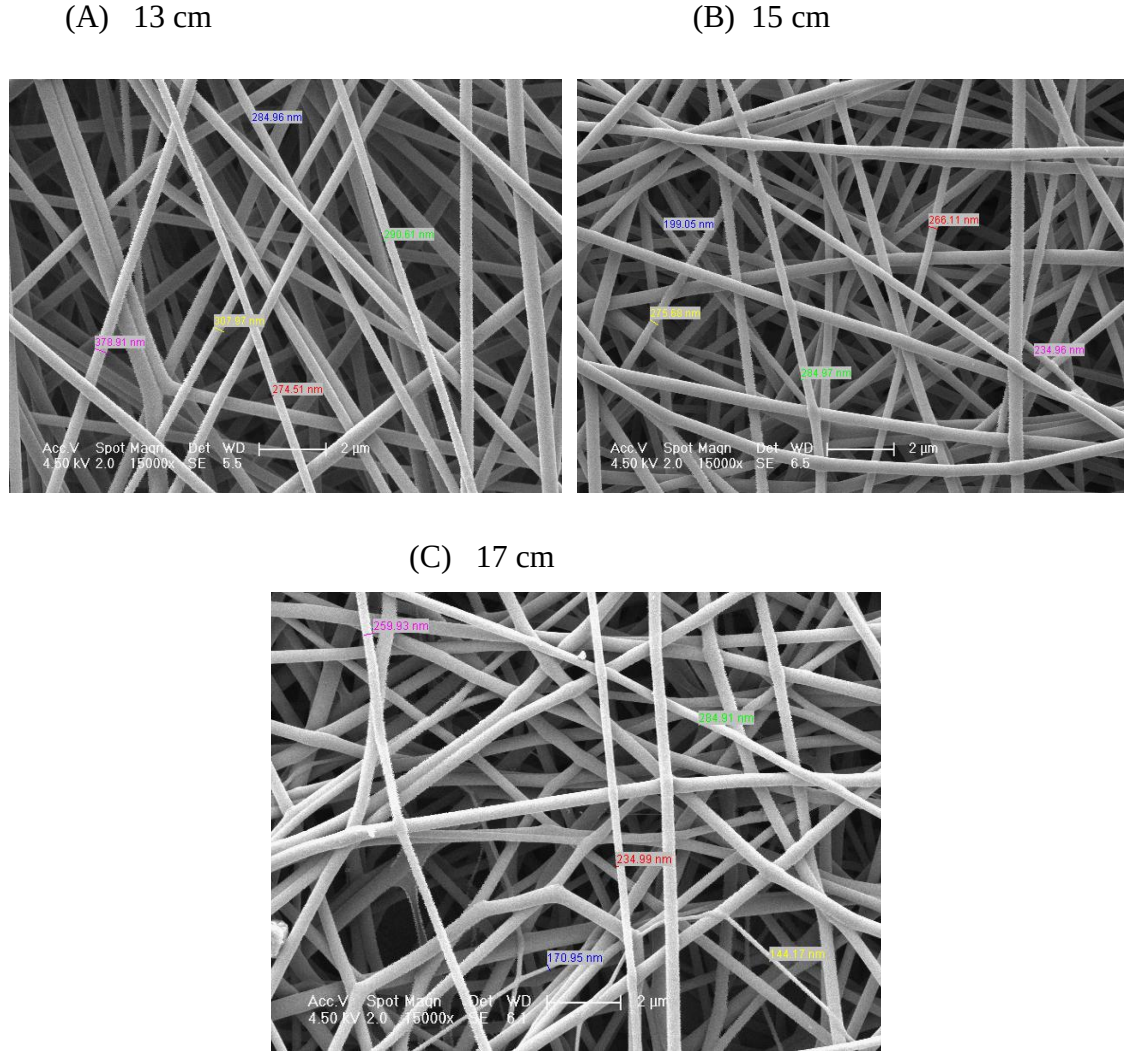
Şekil 3.17. Uygulanan Voltajın Nanofiber Çapına Etkisi

3.3.3.2. Düze toplayıcı arası mesafenin etkisi

Düze ile toplayıcı arasındaki mesafenin uygulanan voltajın sabit kaldığı durumlarda artması ile nanofiberlerin çapları azalmaktadır. SEM görüntüleri incelendiğinde Şekil 3.19 düze ile toplayıcı arası mesafe arttırıldığında nanofiber çaplarının azaldığı görülmektedir.



Şekil 3.18. Düze Toplayıcı Arası Mesafenin Nanofiber Çapına Etkisi

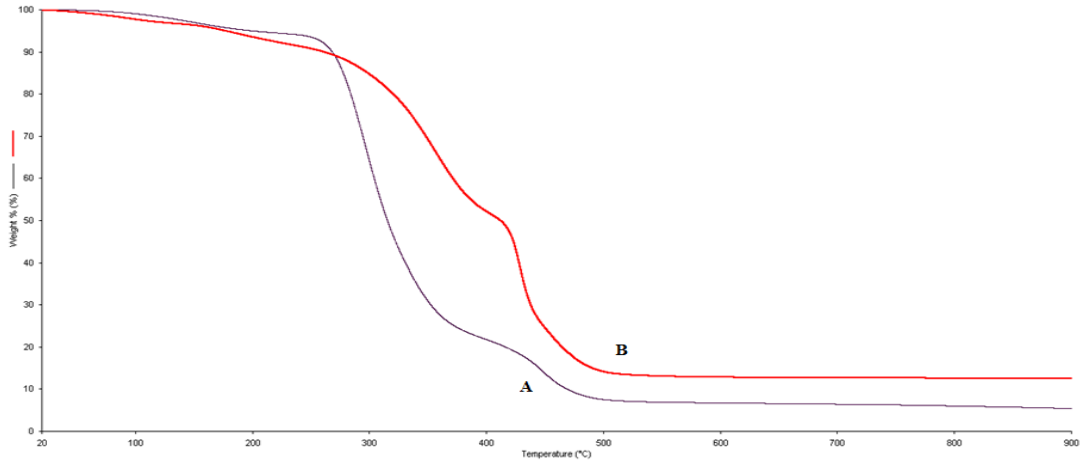


Şekil 3.19. Farklı Mesafelerde Hazırlanmış PVA– PhB(OH)₂ Hibrit Nanofiberlerin SEM Fotoğrafları :(A) F4 x15000 (B) F2 x 15000 (C) F1 x 15000

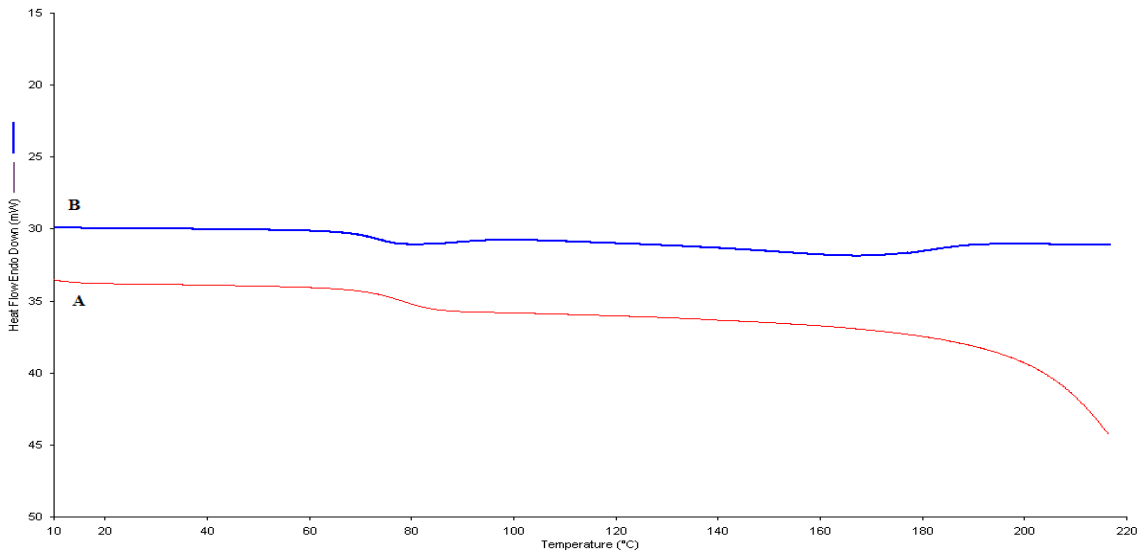
3.3.4. Nanofiberlerin TGA ve DSC analizi ile termal karakterizasyonu

Şekil 3.20 de nanofiberlere ait TGA termogramlar verilmektedir. Tablo 3.6 daki termogravimetrik analiz sonuçlarına göre fenilboronik asit içeren hibrit nanofiberlerin PVA nanofiberine göre ağırlık kaybının daha yüksek sıcaklık değerine kaydığı görülmektedir. Kül miktarlarındaki artış ise fenilboronik asitten kaynaklanmaktadır. Şekil 3.21 de PVA ve PVA- PhB(OH)₂ ait DSC grafikleri verilmiştir. DSC analizlerinde PVA ve PVA- PhB(OH)₂ nanofiberleri için sırasıyla 76.36 °C ve 71.66 °C’de camsı

geçiş sıcaklığı pikleri görülmektedir. Fenilboronik asit katkısı T_g değerinde yaklaşık 5°C 'lik azalmaya neden olmuştur.



Şekil 3.20. Nanofiberlerin Azot Atmosferindeki TGA grafikleri : (A) PVA
(B) PVA- PhB(OH)₂



Şekil 3.21. Nanofiberlerin DSC grafikleri : (A) PVA (B) PVA- PhB(OH)₂

Tablo 3.6. Nanofiberlerin TGA ve DSC Analiz Değerlendirmeleri

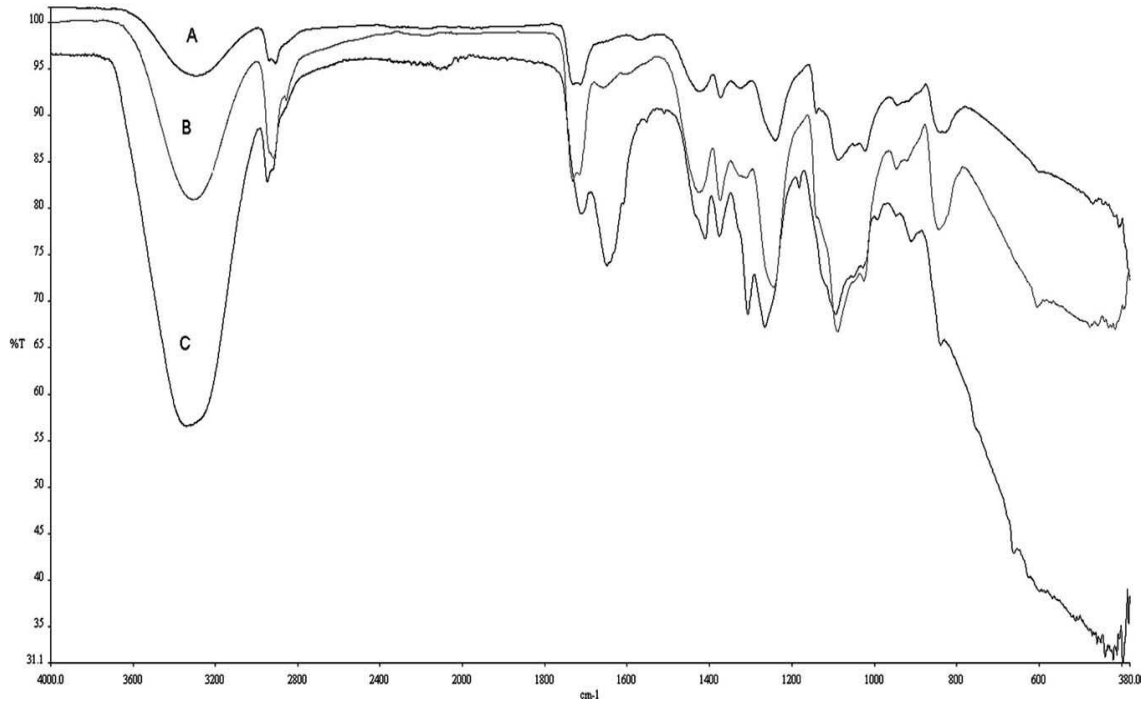
Numune	$T_5 (^{\circ}\text{C})$	Max.Kütle Kaybı	Kül (%)	T_g
--------	--------------------------	-----------------	---------	-------

		(°C)		(°C)
P1	200	315	5.401	76.39
F1	176	412	12.451	71.66

3.4. PolivinilAlkol – 4/Vinilfenilboronik Asit Çapraz Bağlı Hibrit Nanofiberinin Elektrosinning Yöntemi İle Hazırlanması Ve Karakterizasyonu

3.4.1.UV ışınları ile çapraz bağlanmış PVA – 4/VPhB(OH)₂ hibrit nanofiberin FTIR analizi

Polivinil alkol ile 4/vinilfenilboronik asit arasındaki etkileşimin ve UV ışınları ile yapılan çapraz bağlanma işleminin karakterizasyonu FT-IR spektroskopisi yardımı ile yapılmıştır. PVA , PVA- 4/VPhB(OH)₂ ve çapraz bağlı PVA- 4/VPhB(OH)₂'e ait FT-IR spektrumları Şekil 3.22'de gösterilmiştir. Şekil 3.22'deki FT-IR spektrumu incelendiğinde;1030 cm⁻¹ deki B-O-C yapısına ait piklerin oluşumu PVA ile 4/VPhB(OH)₂ arasında etkileşimin sağlandığının ve 4/vinilfenilboronik asitinin C=C bandına ait 1650 cm⁻¹ 'de gözlenen pikinin PVA- 4/VPhB(OH)₂ yapısında tamamen kaybolması UV ışınları ile çapraz bağlanmanın gerçekleştirildiğinin birer kanıtıdır.[50]



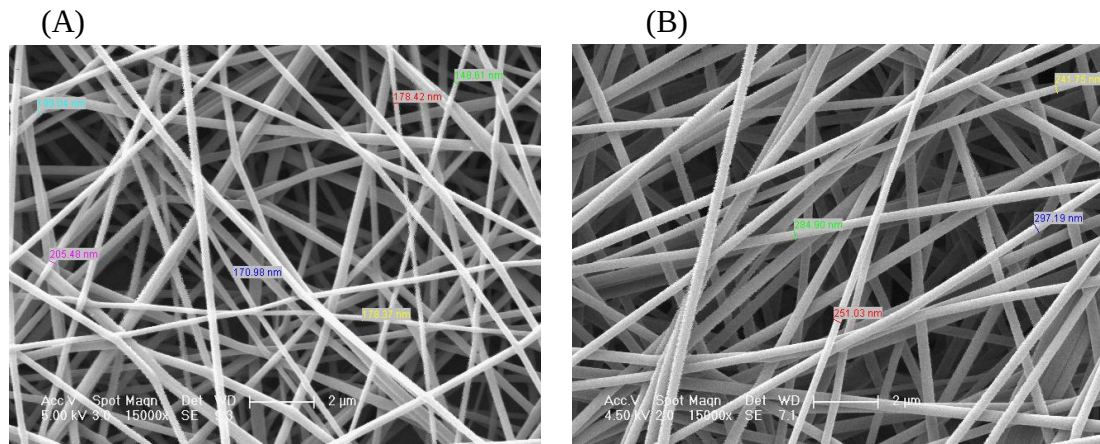
Şekil 3.22. Nanofiberlere Ait FT-IR Spektrumları: (A) P1, (B) UV5, (C) V2 Hibrit Nanofiberi

3.4.2. PVA – 4/VPhB(OH)₂ çözeltisinin viskozite ölçümü

Hibrit polimer çözeltisi, 25°C'ye ayarlanmış olan su banyosuna daldırılmış hazne içine aktarıldı ve 60 rpm hızda viskozitesinin ölçümü yapıldı. Tablo 3.7'de PVA çözeltisi ile PVA – 4/VPhB(OH)₂ çözeltisinin karşılaştırmalı olarak viskozite ölçüm sonuçları ve bu çözeltilerden elde edilen nanofiberlerin ortalama çaplarının sonuçları verilmiştir. Viskozite sonuçları incelendiğinde PVA çözeltisi içerisine katılan 4/VPhB(OH)₂ çözeltisi viskozite değerini arttırmıştır. Sonuçlar incelendiğinde PVA – 4/VPhB(OH)₂ hibrit nanofiberinin çapı viskozite artışına paralel olarak PVA nanofiberine göre artmıştır.

Tablo 3.7. PVA – 4/VPhB(OH)₂ Çözeltisinin Viskozite Ölçümü Sonucu

Numune	Viskozite (cP)	Elektrospinning Koşulları TDM - UEV	Ortalama nanofiber çapı (nm)
%10'luk PVA çözeltisi	468	17 cm , 17 kV	180
PVA – 4/VPhB(OH) ₂ çözeltisi	800	17 cm , 17 kV	268



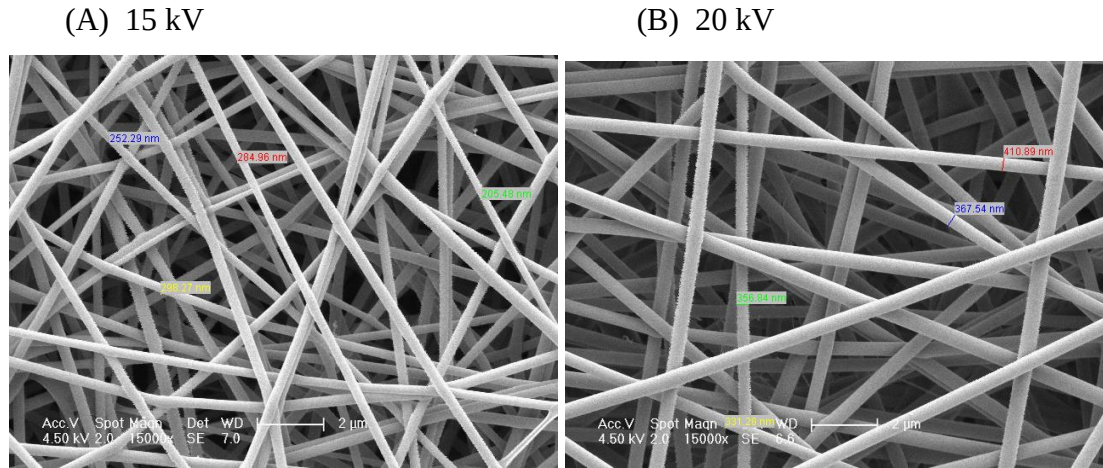
Şekil 3.23. Nanofiberlerin SEM görüntüleri: (A) P1 x 15000 (B) V2 x 15000

3.4.3. PVA-4/VPhB(OH)₂ hibrit nanofiberin apına ve morfolojisine iřlem parametrelerinin etkisinin analizi

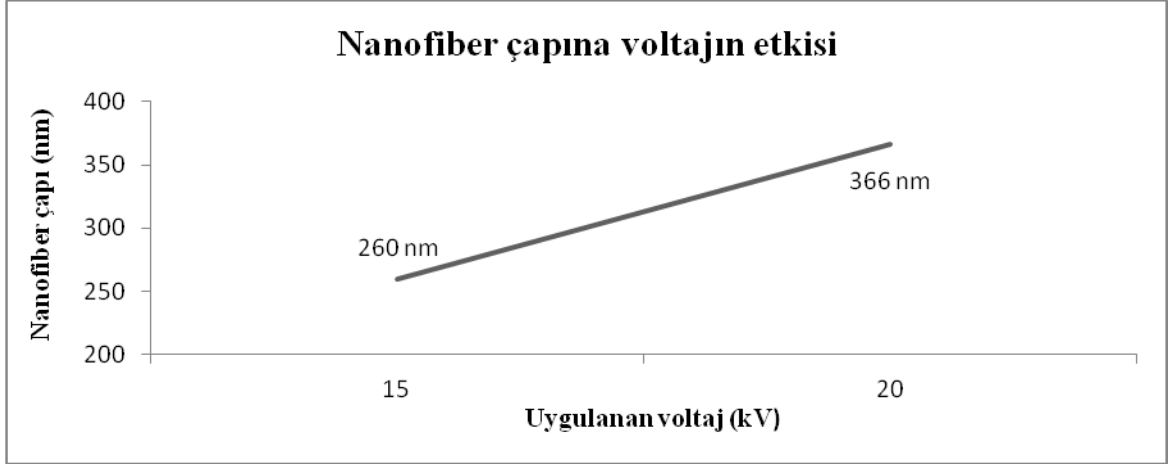
Farklı iřlem parametrelerinde hazırlanan nanofiberlerin ortalama apları Tablo 2.4’de gsterilmiřtir.

3.4.3.1. Uygulanan voltajın etkisi

Uygulanan voltajın toplayıcı ile dse arasındaki mesafenin sabit kaldığı durumlarda artması ile nanofiberlerin apları genelde artmaktadır. řekil 3.24 ve 3.25 incelendiğinde nanofiberler hazırlanırken voltaj değeri arttırıldığında nanofiber aplarının arttığı grlmektedir.



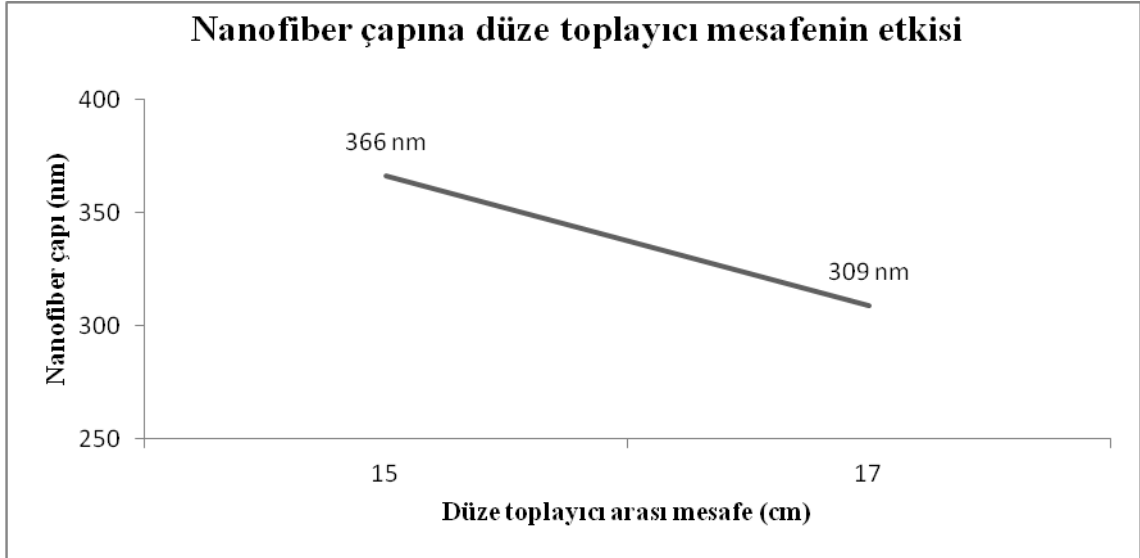
řekil 3.24. Farklı Voltaj Değeriinde Hazırlanmış PVA-4/VPhB(OH)₂ Hibrit Nanofiberinin SEM Fotoğrafları :(A) V1 x15000 (B) V3 x 15000



Şekil 3.25. Uygulanan Voltajın Nanofiber Çapına Etkisi

3.4.3.2. Düze toplayıcı arası mesafenin etkisi

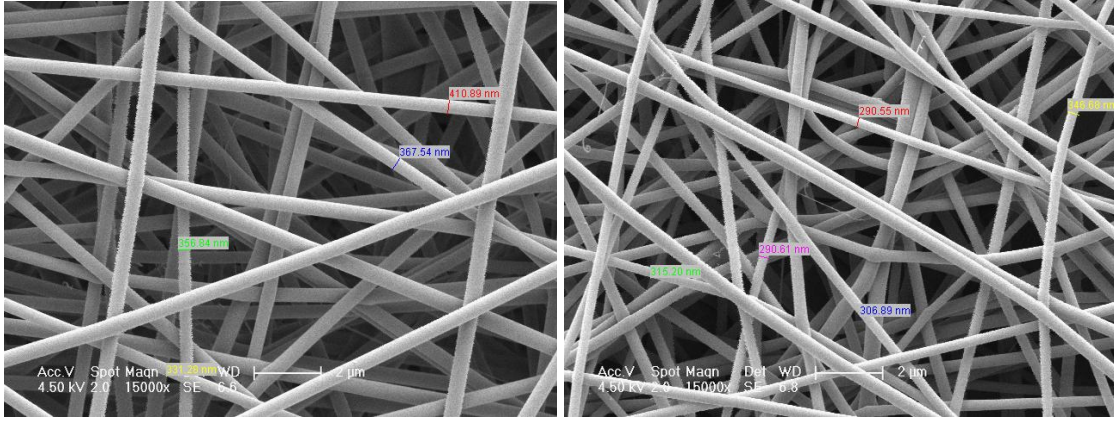
Düze ile toplayıcı arasındaki mesafenin uygulanan voltajın sabit kaldığı durumlarda artması ile nanofiberlerin çapları azalmaktadır. Şekil 3.26 ve 3.27 incelendiğinde nanofiberler hazırlanırken mesafe arttırıldığında nanofiber çaplarının azaldığı görülmektedir. Mesafe arttığında jetin izlediği yol arttığından elde edilen nanofiberin çaplarında düşüş görülür [47].



Şekil 3.26. Düze Toplayıcı Arası Mesafenin Nanofiber Çapına Etkisi

(A) 15 cm

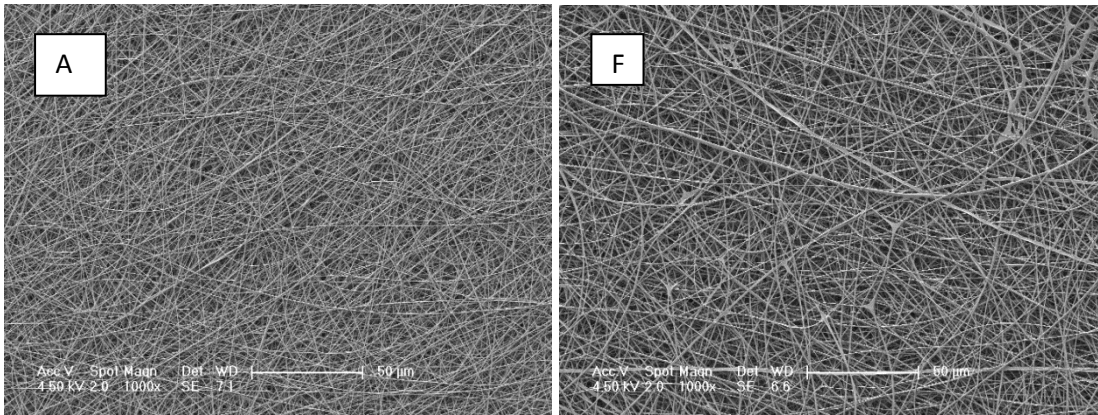
(B) 17 cm

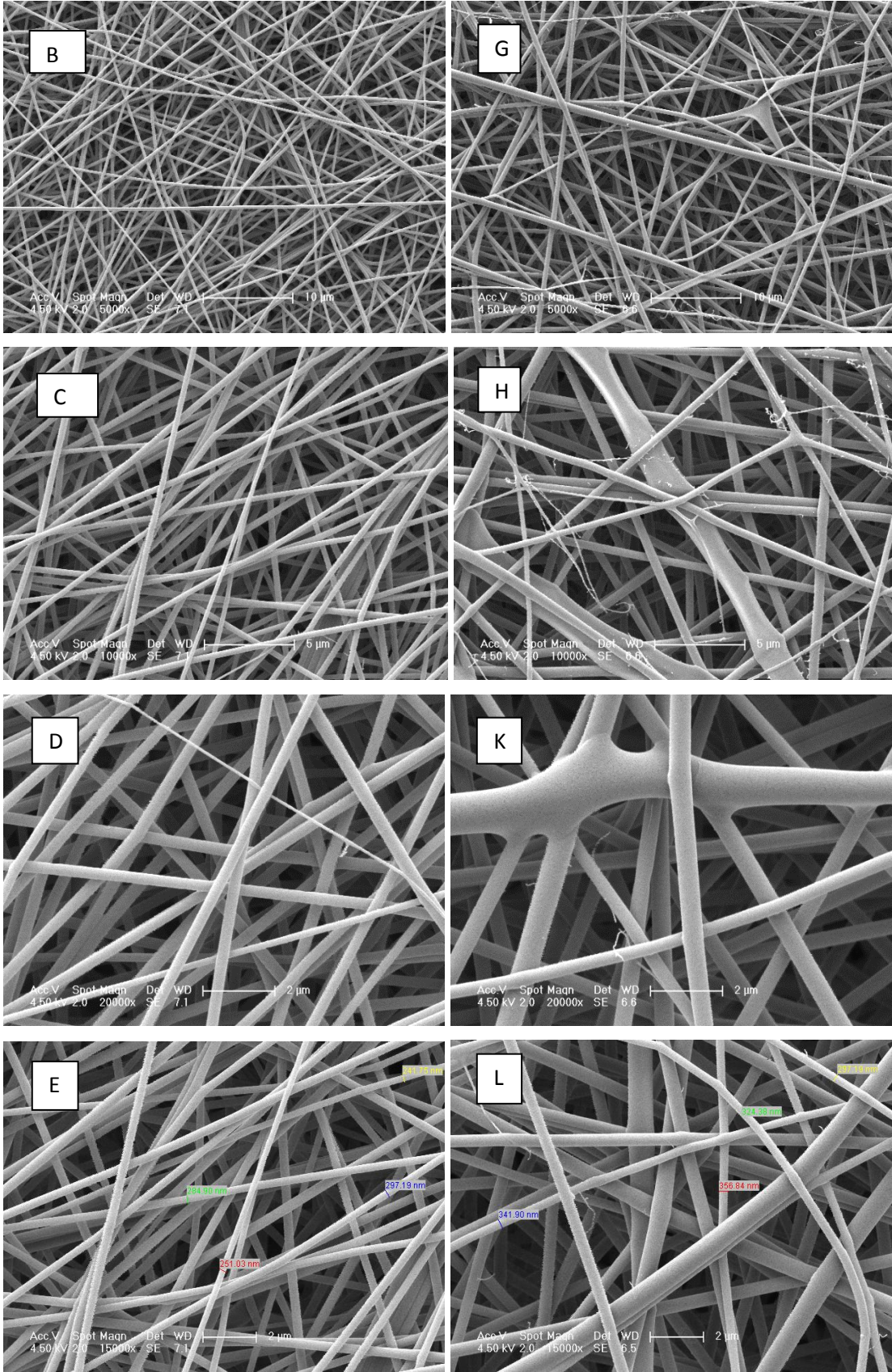


Şekil 3.27. Farklı Mesafelerde Hazırlanmış PVA–4/VPhB(OH)₂ Hibrit Nanofiberinin SEM Fotoğrafları: (A) V3 x15000 (B) V4 x 15000

3.4.4. PVA–4/VPhB(OH)₂ hibrit nanofiberin çapına ve morfolojisine UV ışınları ile çapraz bağlanmanın etkisinin analizi

PVA–4/VPhB(OH)₂ elektrospinning çözeltisinden 17 kV voltaj değerinde 17 cm toplayıcı ile düze arası mesafede ve 1 ml polimer çözeltisi akış hızında işlem parametrelerinde UV ışınları ile çapraz bağlanmış nanofiber elde edilmiştir. Çapraz bağlanmamış PVA–4/VPhB(OH)₂ nanofiberi ile çapraz bağlanmış PVA–4/VPhB(OH)₂'in SEM görüntüleri karşılaştırmalı olarak incelendiğinde çapraz bağlanmış nanofiberin SEM fotoğraflarında çapraz bağlantı noktaları açık bir şekilde görülmektedir. Her iki nanofiberinde düzgün bir ağ yapısına ve boncuksuz bir morfolojiye sahip olduğu gözlemlenmektedir.



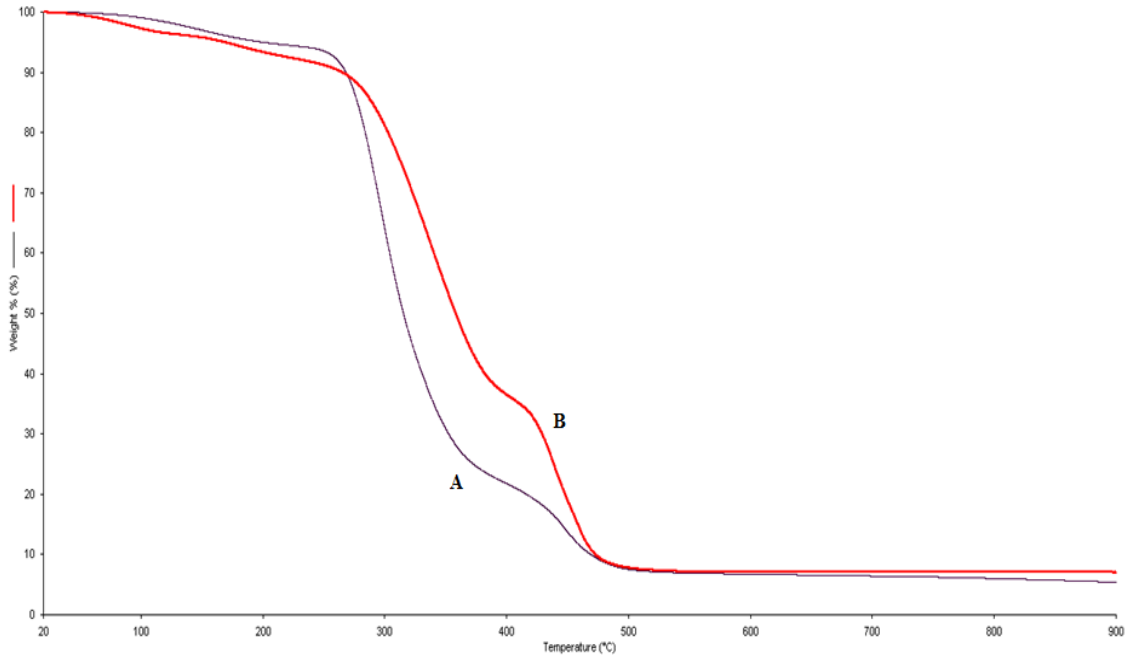


Şekil 3.28. Çapraz Bağlanma Öncesi ve Sonrası PVA-4/VPhBO₂ Hibrit Nanofiberlere

Ait SEM Görüntüleri:(A) V2 x1000, (B) V2 x 5000, (C) V2 x 10000, (D) V2 x 20000, (E) V2 x 15000, (F) UV5 x 1000, (G) UV5 x 5000, (H) UV5 x 10000, (K) UV5 x 20000, (L) UV5 x 15000.

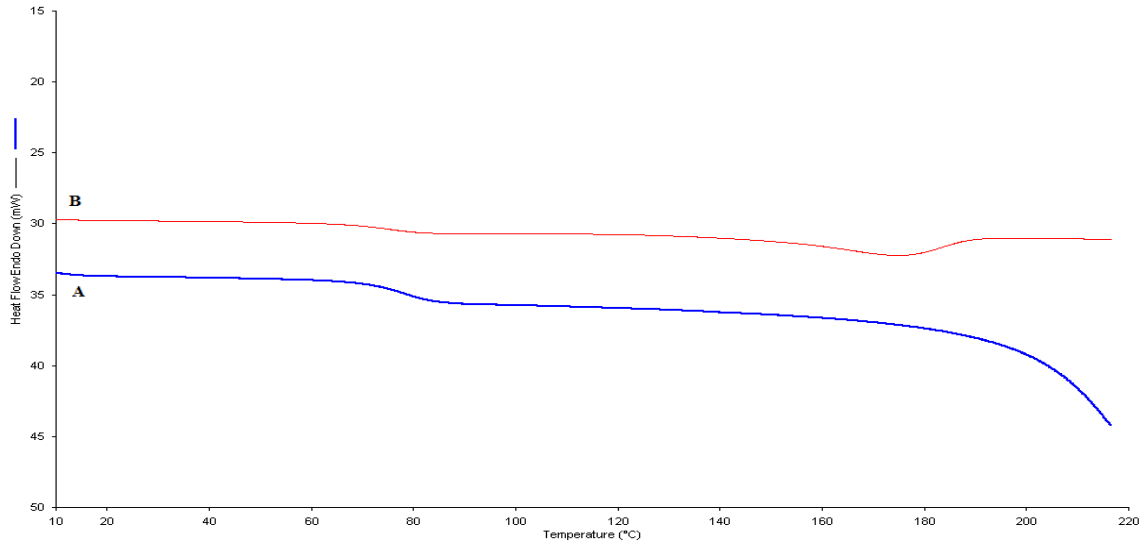
3.4.5. Nanofiberlerin TGA ve DSC analizi ile termal karakterizasyonu

Nanofiberler TGA cihazında 20 °C den 900 °C ye 10 °C/dk hızla azot atmosferi altında ısıtılarak Şekil 3.29 da görülen termogramlar elde edildi. Tablo 3.8 daki termogravimetrik analiz sonuçlarına göre 4/vinilfenilboronik asit içeren hibrit nanofiberlerin PVA nanofiberine göre ağırlık kaybının daha yüksek sıcaklık değerine kaydığı görülmektedir. Kül miktarlarındaki artış ise 4/vinilfenilboronik asitten kaynaklanmaktadır. Şekil 3.30 da PVA ve PVA- 4/VPhB(OH)₂ ait DSC grafikleri verilmiştir. DSC analizlerinde PVA ve PVA- 4/VPhB(OH)₂ nanofiberleri için sırasıyla 76.36 °C ve 72.90 °C’de camısı geçiş sıcaklığı pikleri görülmektedir. 4/vinilfenilboronik katkısı T_g değerinde 3 °C ‘lik azalmaya neden olmuştur.



Şekil 3.29. Nanofiberlerin Azot Atmosferindeki TGA Grafikleri

(A) PVA (B) PVA- 4/VPhB(OH)₂



Şekil 3.30. Nanofiberlerin DSC grafikleri (A) PVA (B) PVA- 4/VPhB(OH)₂

Tablo 3.8. Nanofiberlerin TGA ve DSC Analiz Değerlendirmeleri

Numune	T ₅ (°C)	Max.Kütle Kaybı (°C)	Kül (%)	T _g (°C)
P1	200	315	5.401	76.39
V1	167	358	6.996	72.90

4. SONUÇLAR

Bu tez çalışmasında; elektrospinning yöntemi kullanılarak nanometre boyutlarında çaplara sahip homojen dağılımlı nanofiberlerin hazırlanması amaçlanmıştır.

Bu amaç doğrultusunda polivinil alkol ,polivinil alkol-borik asit,polivinil alkol-fenil boronik asit ve polivinil alkol-4-vinilfenilboronik asit çözeltilerinden 4 farklı nanofiber hazırlanmıştır.Farklı işlem parametrelerinde hazırlanan nanofiberlerin morfolojilerinin ve çaplarının bu işlem parametrelerinden nasıl etkilendiği SEM analizi ile aydınlatılmıştır.Hazırlanan hibrit nanofiberlerin içermiş oldukları inorganik katkıların nanofiberlerin termal karakterlerine ne yönde katkıda bulunduğu TGA ve DSC analizleri ile araştırılmıştır.Yapılan bu tez çalışmasında aşağıdaki sonuçlar elde edilmiştir.

- ✓ Tüm nanofiberlerin yapısal karakterizasyonu FT-IR spektroskopisi ile yapılmıştır.Polivinil alkol-borik asit nanofiberindeki 1024 cm^{-1} deki B-O-C yapısına ait piklerin oluşumu PVA ile H_3BO_3 arasında etkileşimin sağlandığının, polivinil alkol-borik asit nanofiberindeki 1729 cm^{-1} 'de hidrojen bağı yapmış fenilboronik asit piki, 1608 cm^{-1} 'de C=C benzen halkası yapısına ait pik, 1440 cm^{-1} 'de Ph-B bandı piki, 1375 cm^{-1} 'de B-O yapısına ait piklerin oluşumu PVA ile PhB(OH)_2 arasında etkileşimin sağlandığının göstergesidir.
- ✓ Polivinil alkol çözeltisinden 180 nm çapa sahip boncuksuz ve homojen dağılımlı nanofiber elde edilmiştir. PVA nanofiberinin termal ve morfolojik özellikleri bizim için temel kabul edildi ve diğer 3 farklı nanofiberin bu özellikleri PVA nanofiberi ile karşılaştırıldı.
- ✓ 4 farklı çözelti için viskozite ölçümleri yapılmıştır.Elde edilen sonuçlara göre ; polivinil alkol çözeltisi 468 santipoise, polivinil alkol-borik asit çözeltisi 955 santipoise, polivinil alkol-fenil boronik asit çözeltisi 630 santipoise ve polivinil alkol-4/vinilfenilboronik asit çözeltisi ise 800 santipoise vizkozite değerine sahiptir.Bu sonuçlar doğrultusunda polivinil alkol çözeltisi içine katılan bor türevi inorganik katkılar çözeltinin viskozite değerini arttırmıştır.Bu sebeple borik asit , fenil boronik asit ve 4/vinilfenilboronik asit katkılı hibrit

nanofiberlerin ortalama apları PVA nanofiberine gre artmıřtır. Ancak nanofiberlerin homojen ve boncuksuz daėılımında herhangi bir deėiřim olmamıřtır. Bu sonu literatrdeki alıřmalar ile uyumludur.

- ✓ Nanofiberler farklı elektrik voltajı deėerlerinde hazırlanmıř ve voltajın nanofiberlerin aplarına ve morfolojilerine etkisi incelenmiřtir. Elde edilen sonulara gre borik asit, fenilboronik asit ve 4/vinilfenilboronik asit ieren nanofiberin apları artan elektrik voltajı etkisiyle artmıřtır. Ancak elde edilen nanofiberler homojen bir yapıya sahiptirler.
- ✓ Nanofiberler farklı dze toplayıcı mesafelerinde hazırlanmıř ve mesafenin nanofiberlerin aplarına ve morfolojilerine etkisi incelenmiřtir. Elde edilen sonulara gre borik asit, fenilboronik asit ve 4/vinilfenilboronik asit ieren nanofiberin apları dze toplayıcı arası mesafenin arttırılması ile azalmıřtır. Ancak elde edilen nanofiberler homojen bir yapıya sahiptirler. Elde edilen sonular literatrdeki alıřmalar ile paralellik gstermektedir.
- ✓ Borik asit, fenilboronik asit ve 4/vinilfenilboronik asit katkılı 3 farklı polivinilalkol nanofiberinin termal zellikleri azot atmosferlerinde TGA ve DSC ile incelendi. Elde edilen sonulardan polivinil alkol zeltisine bor trevi inorganik yapıların ilavesiyle yksek sıcaklıklardaki dayanımın arttıėı gzlenmiřtir. Bor ieren katkıların katılmasıyla bařlangıtaki sıcaklıklar belli derecede deėiřiklik gstermiřtir ve termogravimetrik analizlere gre, yapı iine katılan inorganik katkılar ile son aėırılık kaybı sıcaklıėının daha yksek deėerlerde deėiřtiėi grlmřtr. Polivinil alkol ierisine bor ieren katkılar katılmasına baėlı olarak TGA sonularından elde edilen kl miktarlarındaki artıř da hibrit nanofiberlerin termooksidatif kararlılıėını arttırdıėını gstermiřtir. DSC sonuları incelendiėinde ; polivinil alkol nanofiberi 76.39 °C, polivinil alkol-borik asit nanofiberi 75.82 °C, polivinil alkol-fenil boronik asit nanofiberi 71.66 °C ve polivinil alkol-4/vinilfenilboronik asit nanofiberi ise 72.90 °C T_g deėerine sahiptir. Bu sonular doėrultusunda polivinil alkol nanofiberi iine katılan bor ieren katkılar nanofiberin T_g deėerini dřrmřtr.
- ✓ Hazırlanan tm nanofiberler 100 ila 400 nanometre aralıėında aplara sahip homojen daėımlı, boncuk oluřumu iermeyen yapılardır.

- ✓ Polivinil alkol çözeltisi içine katılan çapraz bağlanma yeteğini bulan 4/vinilfenilboronik asit elektrospin edilirken UV ışımaya maruz bırakıldı ve bu şekilde çapraz bağlanması sağlanmıştır. Çapraz bağlanma 4/vinilfenilboronik asitin C=C bandına ait 1650 cm^{-1} 'de gözlenen pikinin PVA- 4/VPhB(OH)₂ yapısında tamamen kaybolması ile FT-IR ile takip edildi. Çapraz bağlanmanın nanofiberin morfolojisi üzerine etkisi SEM görüntüleri ile de incelenmiştir. SEM görüntüleri nanofiberlerin belli noktalarda birbirleri üzerinde kovalent olarak çapraz bağlandığını göstermektedir.

KAYNAKLAR

- [1] Çıracı, S., Özbay, E., Gülseren, O., Demir, H.V., Bayındır, M., Oral, A., Senger, T., Aydın, A., Dana, A. (2005) Türkiye’de Nanoteknoloji, Tübitak Bilim ve Teknik Dergisi, Ağustos 6-10.
- [2] Baykara, T., Günay, V., Musluoğlu, E. (2010) Nanoteknoloji ve Nano-Malzeme Süreçleri , Tübitak Mam Malzeme Enstitüsü.
- [3] Erkoç, Ş.(2007) Nanobilim ve Nanoteknolojide Gelişmeler ve Uygulamalar, ODTÜ Geliştirme Vakfı Yay. ve İletişim A.Ş.
- [4] Cireli, A., Kutlu, B., Onar, N., Erkan, G.(2006) Tekstilde İleri Teknolojiler, Tekstil ve Mühendislik Dergisi.
- [5] Lyons, J. M. (2004) Melt Electrospinning of Thermoplastic Polymers: An Experimental and Theoretical Analysis. PhD Thesis, The Faculty Of Drexel University.
- [6] Beachley, V., Wen, X. (2010) Polymer nanofibrous structures: Fabrication, biofunctionalization, and cell interactions. Progress in Polymer Science, 35 868–892.
- [7] Nain, A., Goldman D. H., Sitti M. (2004) Three-dimensional nanoscale manipulation and manufacturing using proximal probes: controlled pulling of polymer micro/nanofibers. Process of the IEEE International Conference on Robotics and Automation, 434-439.
- [8] Nain, S. A., Wong, C.J., Amon, C., Sitti, M. (2006) Drawing suspended polymer micro-/nanofibers using glass micropipettes. Applied Physics Letter, 89.
- [9] Porter, J.R., Henson, A., Popat, K.C. (2009) Biodegradable poly (epsilon-caprolactone) nanowires for bone tissue engineering applications. Biomaterials, 8 , 780–78.
- [10] Grimm, S., Giesa, R., Sklarek, K., Langner, A., Gosele, U., Schmidt, H.W., Steinhart, M. (2008) Nondestructive replication of self-ordered nanoporous alumina membranes via cross-linked polyacrylate nanofiber arrays. Nano

Letter, 8 ,1954–1959.

- [11] Ma, P.X., Zhang, R.(1999) Synthetic nano-scale fibrous extracellular matrix. Journal of Biomedical Materials Resource, 46, 60-72.
- [12] Matson, B.J, Zha, R.H, Stupp, I.S. (2011) Peptide self-assembly for crafting functional biological materials. Current Opinion in Solid State and Materials Science. 15 , 225-235.
- [13] Andrady, A.L. (2008) Science and Technology of Polymer Nanofibers. Wiley Pres, NewJersey, USA.
- [14] Gilbert, W.(1600) deMagnete.
- [15] Çakmakçı, E.(2009) Elektrosinning Yöntemi İle Yeni Polimerik Malzemelerin Sentezi Ve Karakterizasyonu. Yüksek Lisans Tezi, Marmara Üniversitesi Fen bilimleri Enstitüsü, İstanbul, Türkiye.
- [16] Bose, G.M. (1745) Recherches sur la causa et sur la veritable theorie del'electricite. Wittenberg.
- [17] Raleigh, X.L. Dublin Philosophy Magazine, 184, London, Edinburgh.
- [18] Zeleny, J. (1884) The Electrical Discharge from Liquid Points, and A Hydrostatic Method of Measuring the Electric Intensity at their Surfaces. Physical Review, 3, 69-91.
- [19] Kozanoğlu, S.G. (2006) Elektrosinning Yöntemi İle Nanolif Üretim Teknolojisi. Yüksek Lisans Tezi, İstanbul Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul, Türkiye.
- [20] Formhals, A. (1934) Process And Apparatus For Preparing Artificial Threads. US Patent, 1 975 504, Oct 2.
- [21] Gladding K.E. (1939) Apparatus For The Production Of Filaments, Threads, And The Like. US Patent 2 168 027, Aug 1.
- [22] Taylor, G. (1964) “Disintegration Of Water Drops In An Electric Field”, Proceedings of the Royal Society of London A: Mathematical, Physical & Engineering Sciences, 280 (1964) 383-397.
- [23] Taylor, G. (1965) The Force Exerted By An Electric Field On A Long Cylindrical Conductor. Proceedings of the Royal Society of London A: Mathematical, Physical & Engineering Sciences, 291, 145-158.
- [24] Taylor, G. (1969) Electrically Driven Jets. Proceedings of the Royal Society of

- [25] Picciani, H.P., Medeiros, S.E., Orts, J.W., Mattoso, C.H.L. (2011) Advances In Electroactive Electrospun Nanofibers. Production, Properties and Functional Applications Edited by Tong Lin, ISBN 978-953-307-420-7 InTech, Nov 14, 85-116.
- [26] Baumgarten, P.K.(1971) Electrostatic spinning of acrylic microfibers. Journal of Colloid Interface Science , 36 , 71–79.
- [27] Hayati, I., Bailey, A.I., Tadros, T.F. (1987) Investigations into the mechanisms of electrohydrodynamic spraying of liquids. 1. Effect of electric-field and the environment on pendant drops and factors affecting the formation of stable jets and atomization. Journal of Colloid Interface Science, 117, 205–221.
- [28] Reneker, D.H., Chun, L.(1996) Nanometre diameters of polymer, produced by electrospinning. Nanotechnology, 7, 216–223.
- [29] Reneker, D.H., Yarin, A.L. (2008) Electrospinning jets and polymer nanofibers. Polymer, 49 , 2387–2425.
- [30] Bhardwaj, N., Kundu, C.S. (2011) Electrospinning: A fascinating fiber fabrication technique. Biotechnology Advances, 28, 325-347.
- [31] Süpüren, G., Kanat, Z.E., Çay, A., Kırıcı, T., Gülümser, T., Tarakçıoğlu, I (2007) Nanolifler. Tekstil Ve Konfeksiyon Dergisi.
- [32] Özdoğan, E., Demir, A., Seventekin, N. (2006) Nanoteknoloji Ve Tekstil Uygulamaları. Tekstil Ve Konfeksiyon Dergisi.
- [33] Andraday, L.A. (2008) Science And Technology Of Polymer Nanofibers. John Wiley & Sons, Inc. 15
- [34] www.che.vt.edu/.../electrspinning.html
- [35] Sir Geoffrey Taylor. (1964) Disintegration of Water Droplets in an Electric Field. Proceedings of the Royal Society Seri. A 280 1382- 1392.
- [36] Üstündağ, C.Ü. (2009) Elektrosinning Yöntemi İle Biyomedikal Kullanıma Yönelik Nanolif Yüzey Üretimi Ve Uygulaması. Yüksek Lisans Tezi, Uludağ Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Bursa, Türkiye.

- [37] Grafe, T., Graham, K., (2002) Polymeric Nanofibers and nanofiber Webs: A New Class of Nonwovens, INTC 2002: International Nonwovens Technical Conference (Joint INDA – TAPPI Conference), Atlanta, Georgia.
- [38] Ko, F.K. Nanofiber technology. Bridging the Gap between Nano and Macro World.
- [39] Li, D., Xia, Y. (2004) Electrospinning of nanofibers: Reinventing the Wheel. *Advanced Materials*, 16, 1151-1170.
- [40] Lee, J.Y., Lyoo, S.W. (2009) Preparation and Characterization of High-Molecular-weight atactic polyvinyl alcohol/ sodium alginate/ silver nanocomposite by electrospinning. *Journal of Polymer Science*, 47,1916-1926.
- [41] Lee, S.J., Choi, H.K., Ghim, D.H., Kim, S.S., Chun, H.D.,Kim, Y.H., Lyoo, S.W. (2004) Role of Molecular Weight of Atactic Poly(vinyl alcohol) (PVA) in the Structure and Properties of PVA Nanofabric Prepared by Electrospinning. *Journal of Polymer Science*, 93,1638-1646.
- [42] Jia, T.Y., Gong, J., Gu, H.X., Kim, Y.H., Dong, J., Shen, Y.X.(2007) Fabrication and characterization of poly (vinyl alcohol)/chitosan blend nanowbers produced by electrospinning method. *Carbohydrate Polymers* 67, 403–409.
- [43] İkiz, Y. (2009) Elektroçekim yöntemi işlem parametrelerinin PVA nanolif morfolojisine etkileri. *Pamukkale Üniversitesi Mühendislik Bilimleri Dergisi*, 15,3, 363-369.
- [44] Ding, W., Wei, S., Zhu, J., Chen, X., Rutman, D., Guo, Z. (2010) Manipulated electrospun pva nanofibers with inexpensive salts. *Macromolecular Materials and Engineering*, 295, 9958-965.
- [45] Li, N., Qin, H.X., Yang, L.E., Wang, Y.S. (2008) Effect on instability section of PVA electrospinning nanofibers by adding LiCl. *Materials Letters*, 62, 1345-1348.
- [46] Adomavičiūtė, E., Milašius, R. (2007) The Influence of Applied Voltage on Poly(vinyl alcohol) (PVA) Nanofibre Diameter. *Fibres & Textiles* 15 ,64 – 65.
- [47] Sarabjit Singh, S., Lakshmi, S. G. , Vijayakumar, M. (2009) Effect of Process Parameters on the Microstructural Characteristics of Electrospun Poly(Vinyl Alcohol) Fiber Mats. *Nanobiotechnology* , 5,10–16.

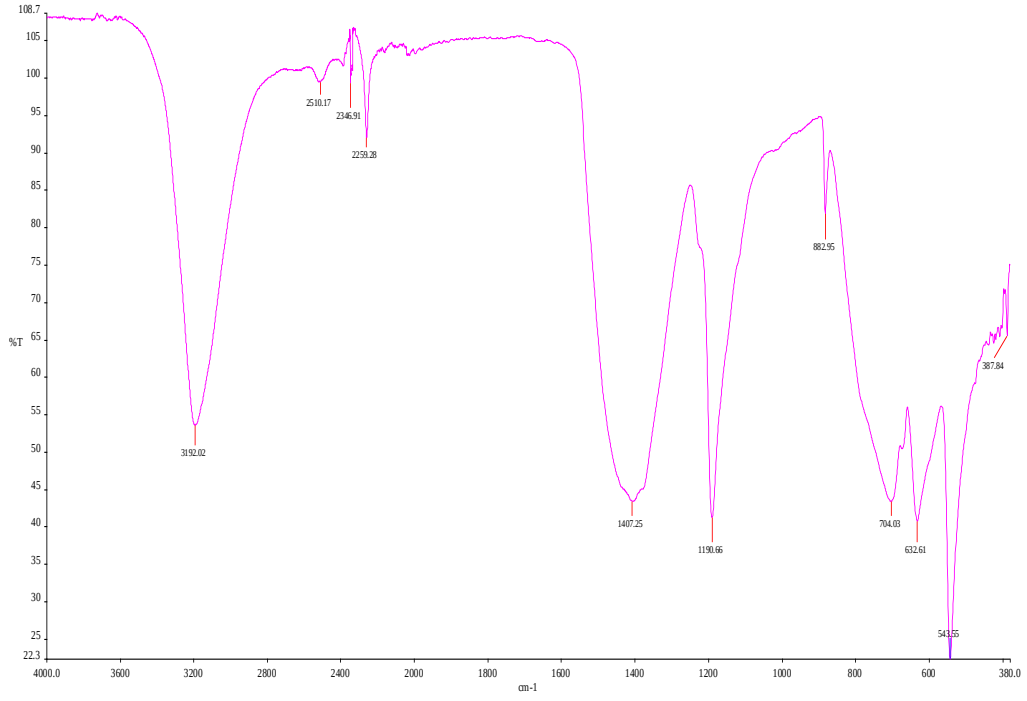
- [48] Theron, S.A., Zussman, E., Yarin, A.L. (2004) Experimental investigation of the governing parameters in the electrospinning of polymer solutions. *Polymer*, 45, 2017-2030.
- [49] Supaphol, Pitt., Chuangchote, S. (2008) On the Electrospinning of Poly(vinyl alcohol) Nanofiber Mats: A Revisit. *Journal of Applied Polymer Science*, 108, 969–978.
- [50] Baştürk, E., Kahraman, M.V. (2012) Thermal and Morphological Properties of PVA/4- Vinylbenzene boronic acid Hybrid Nanofibrous. *Polymer Composites*.
- [51] Çakmak, S. (2011) Elektroeğrilmiş Nanofiberlerin Uygulama Alanları. *Nanobülten ,Hacettepe Üniversitesi Yayınları*.
- [52] Shanmugasundaram, S., Griswold, K.A., Prestigiacomo, C.J., Arinzeh, T., Jaffe, M. (2004) Applications of electrospinning: Tissue engineering scaffolds and drug delivery system, *IEEE*.
- [53] Dersch, R., Steinhart, M., Boudriot, U., Greiner, A., Wendorff, J.H. (2005) Nanoprocessing of polymers: application in medicine, sensors, catalysis, photonics. *Polymers for Advanced Technologies*, 16, 276-282.
- [54] Liua, J.S., Kaua, C.Y., Choua, Y.C. Chenc, K.J. Wud, R.C. Yehe, L.W. (2010) Electrospun PLGA/collagen nanofibrous membrane as early-stage wound dressing. *Journal of Membrane Science* 355 53–59.
- [55] Szentivanyi, A., Chakradeo, T., Zernetsch, H., Glasmacher, B., (2010) Electrospun cellular microenvironments: Understanding controlled release and scaffold structure.
- [56] Wanga, X., Zhanga, K., Yanga, Y., Wangb, L., Zhoua, Z., Zhua, M., Hsiaoa, S.B., Chuc, B. (2010) Development of hydrophilic barrier layer on nanofibrous substrate as composite membrane via a facile route. *Journal of Membrane Science* 356, 110–116.
- [57] Li, D., Xia, Y. (2004) Electrospinning of nanofibers: Reinventing the Wheel. *Advanced Materials*, 16, 1151-1170.
- [58] Barros, P.M., Yoshida, P.V.I., Schiavon, A.M. (2006) Boron-containing poly(vinyl alcohol) as a ceramic precursor. *Journal of Non-Crystalline Solids*, 352 , 3444–3450.
- [59] Kahraman, G., Beşkardeş, O., Rzaev, M.O.Z., Pişkin, E. (2004) Bioengineering

polyfunctional copolymers. VII. Synthesis and characterization of copolymers of p-vinylphenyl boronic acid with maleic and citraconic anhydrides and their self-assembled macrobranched supramolecular architectures. Polymer 45,5813-28.

EKLER

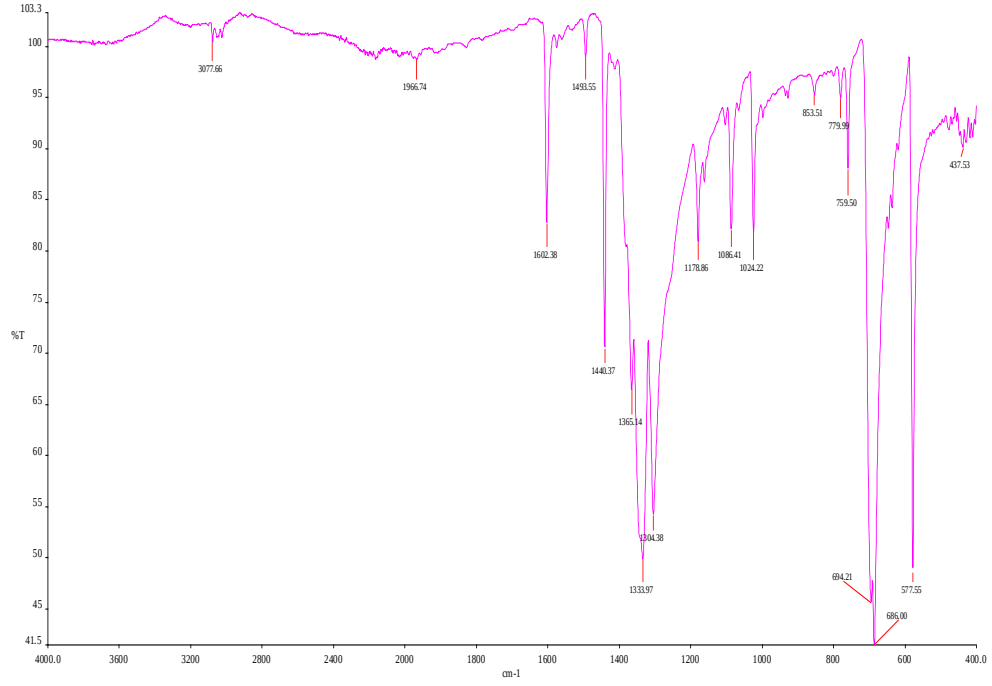
Ek 1- Şekil 1

Borik Asit FT-IR Spektrumu



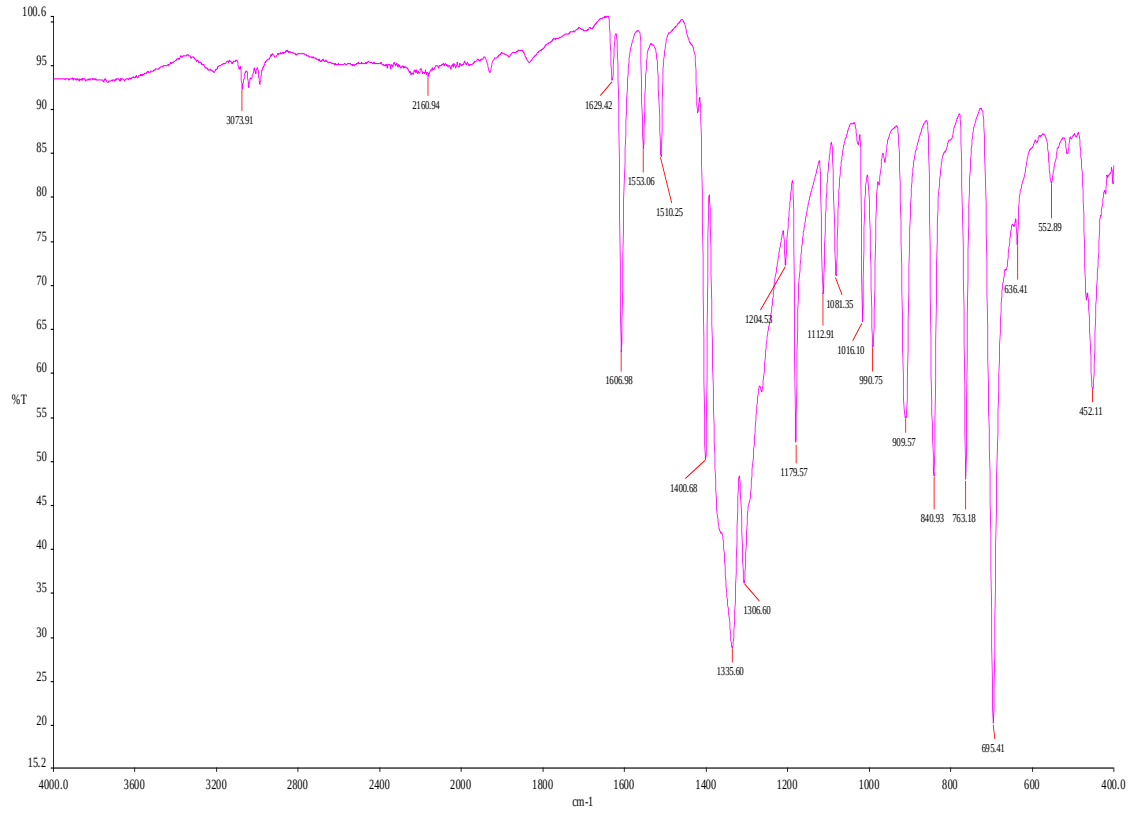
Ek 1- Şekil 2

Fenilboronik asit FT-IR Spektrumu



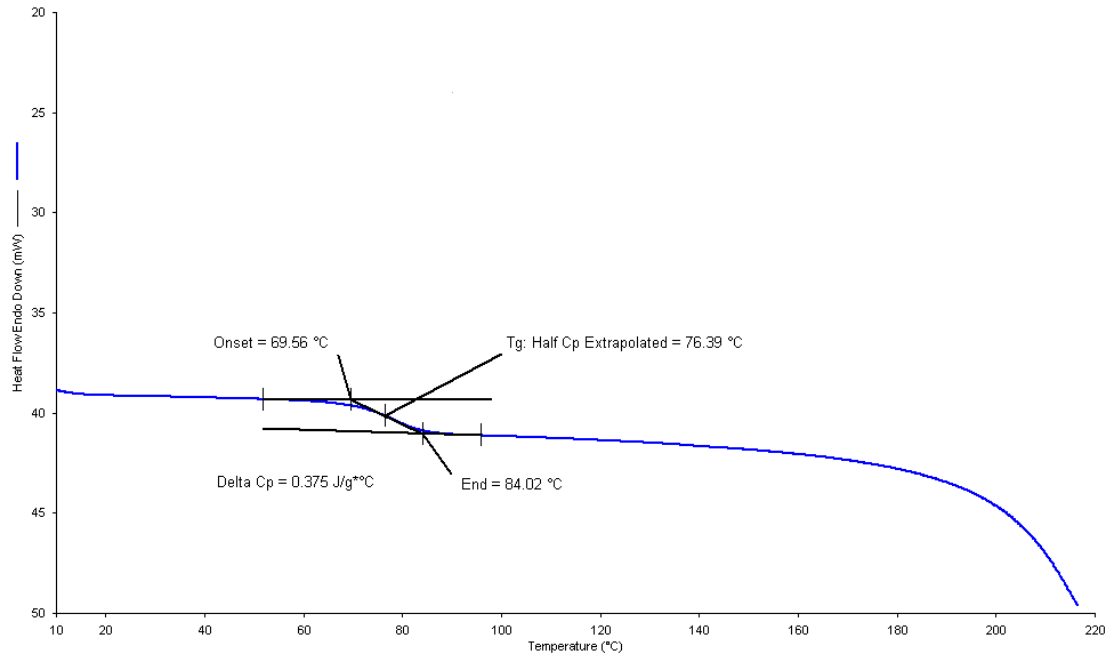
Ek 1- Şekil 3

4-Vinilfenilboronik asit FT-IR Spektrumu



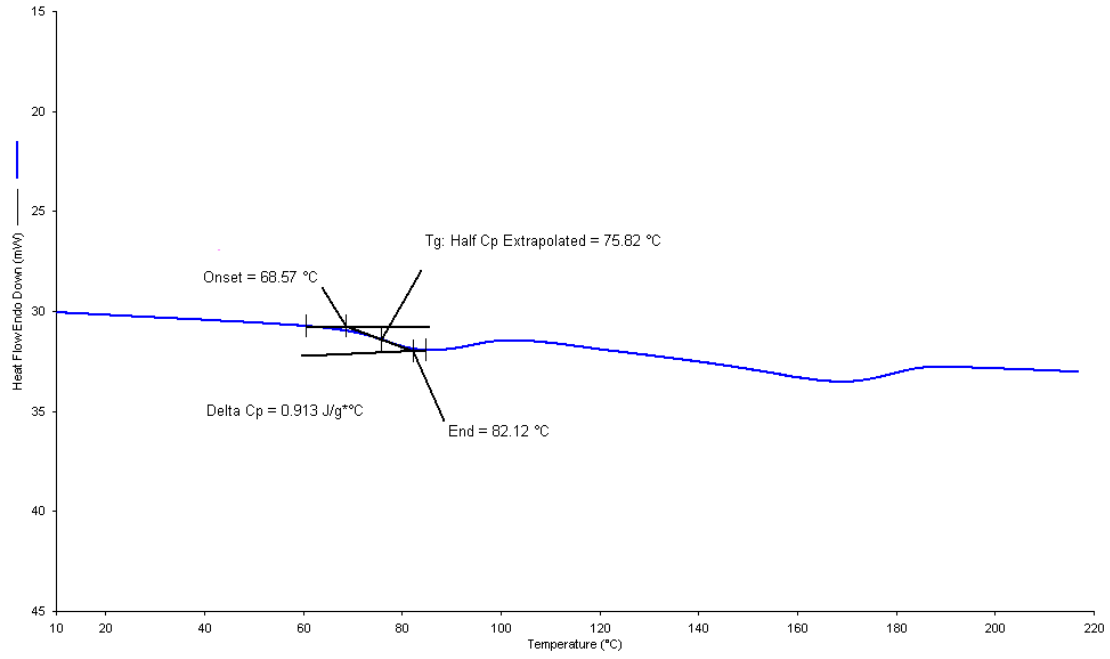
Ek 2- Şekil 1

PVA DSC Grafiği



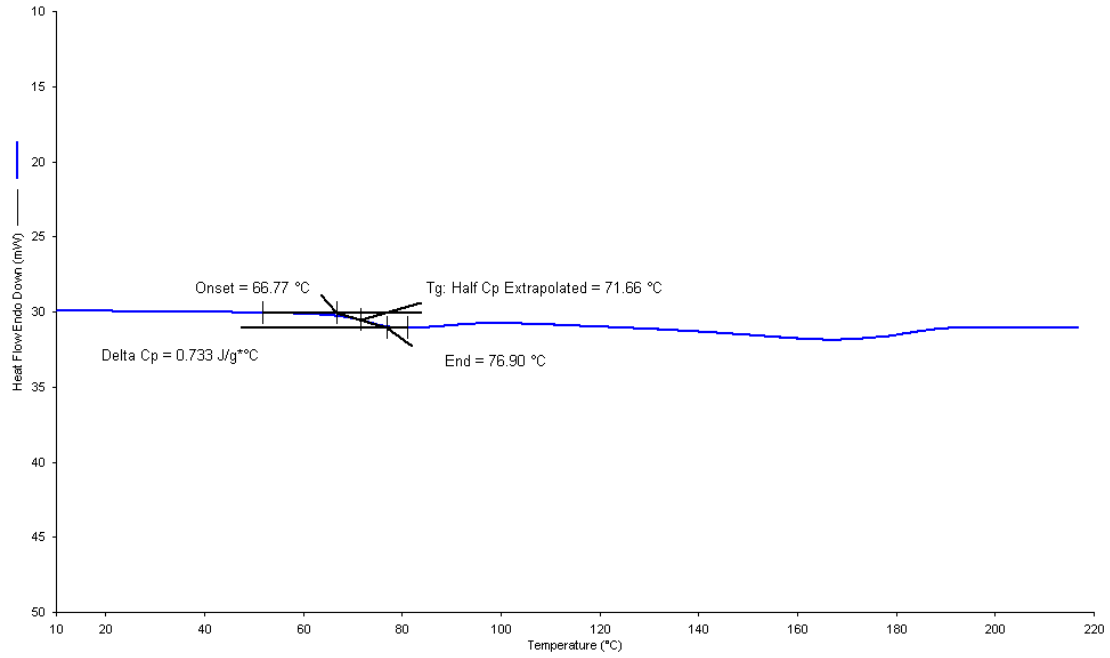
Ek 2- Şekil 2

PVA-H₃BO₃ DSC Grafiği



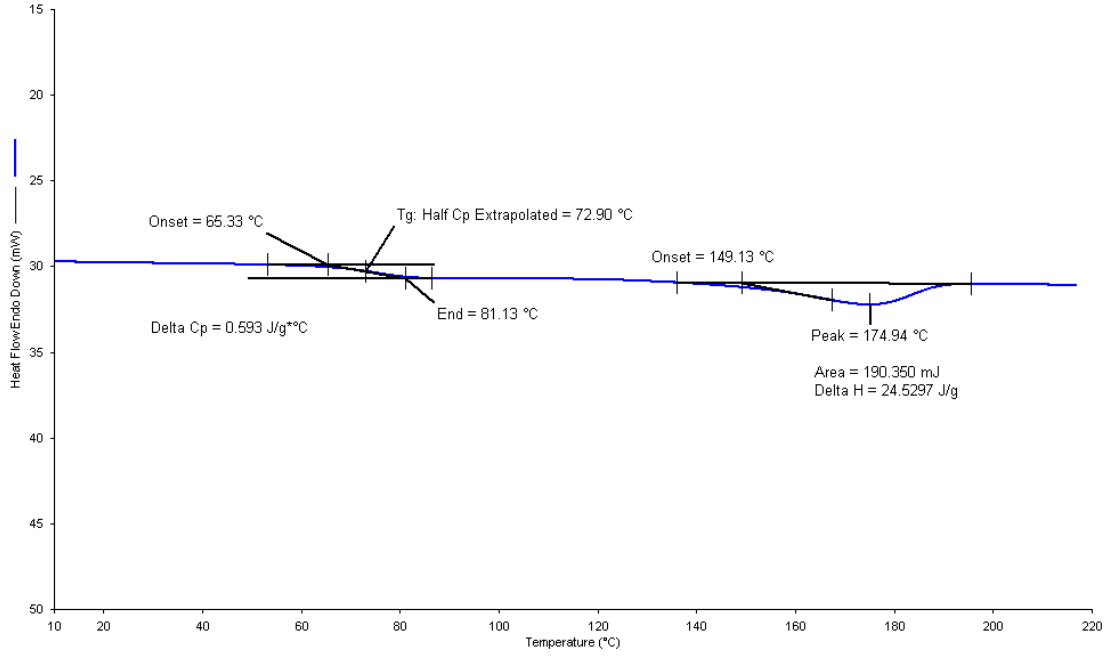
Ek 2- Şekil 3

PVA-PhB(OH)₂ DSC Grafiği



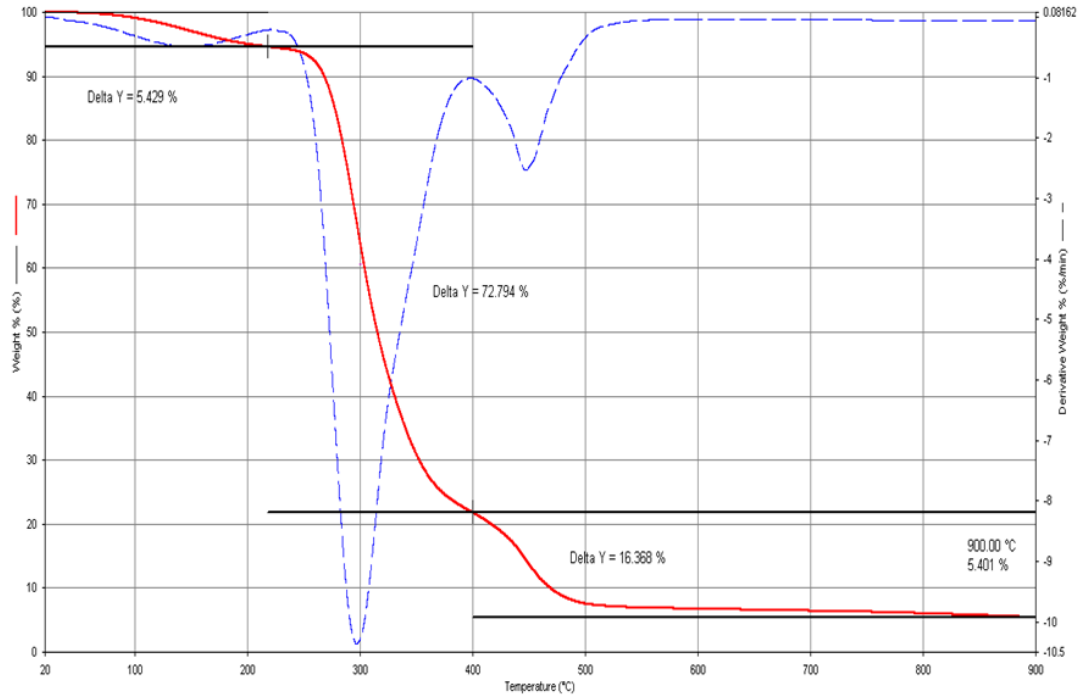
Ek 2- Şekil 4

PVA-4/VPhB(OH)₂ DSC Grafiği



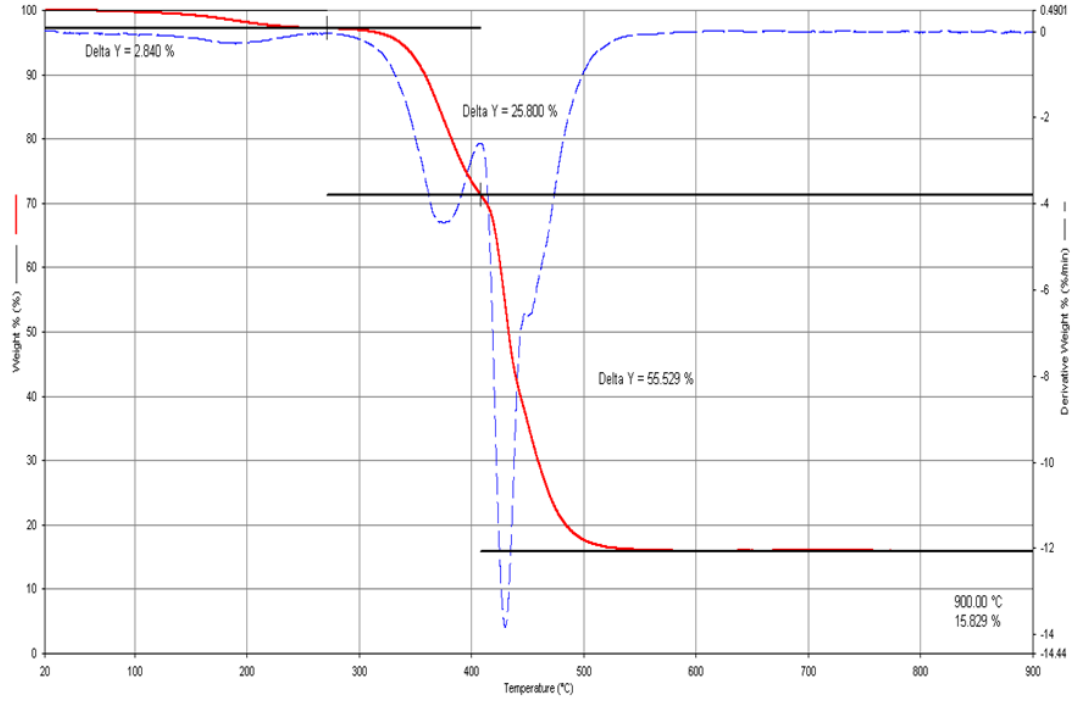
Ek 3- Şekil 1

PVA TGA Grafiği



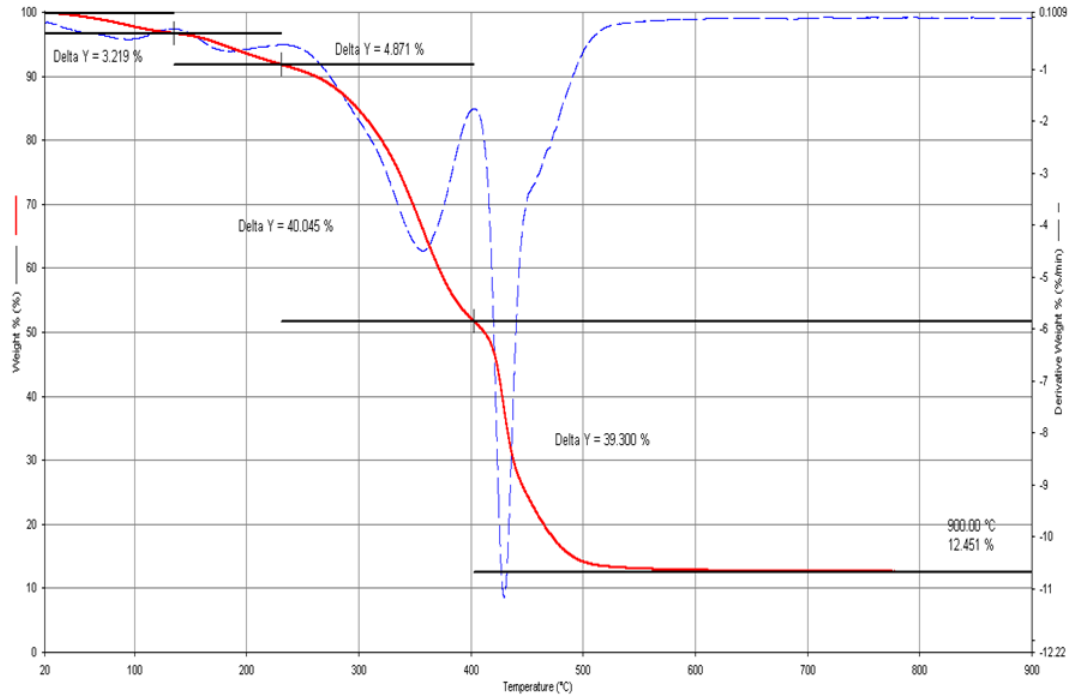
Ek 3- Şekil 2

PVA-H₃BO₃ TGA Grafiği



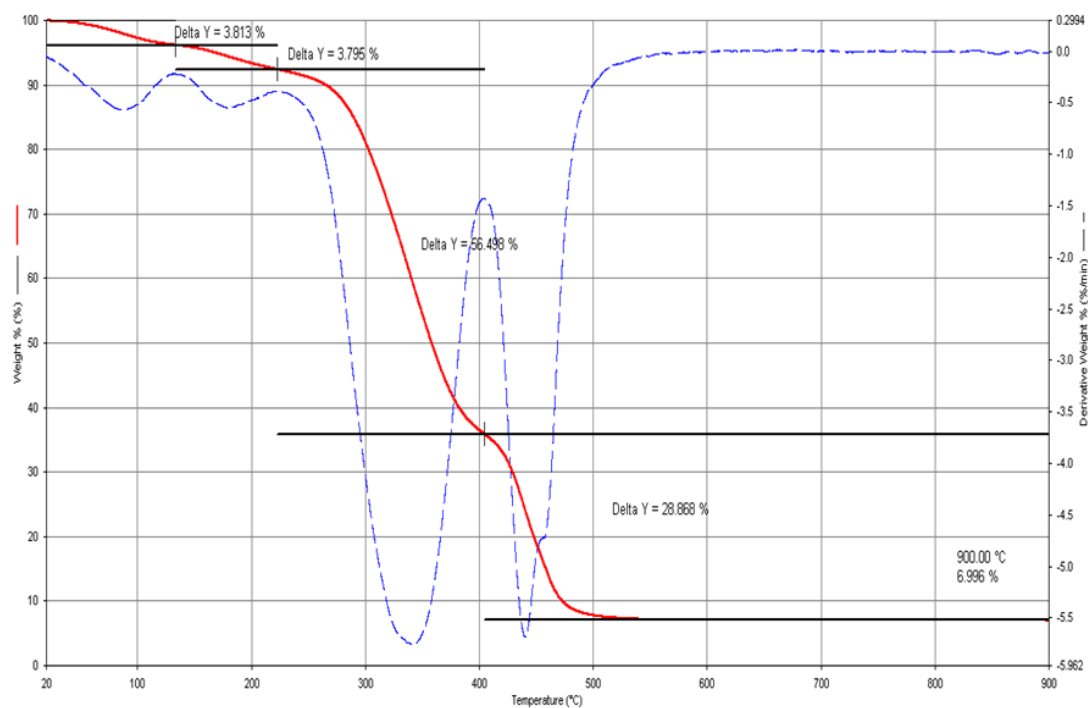
Ek 3- Şekil 3

PVA-PhB(OH)₂ TGA Grafiği



Ek 3- Şekil 4

PVA-4/VPhB(OH)₂ TGA Grafiği



ÖZGEÇMİŞ

Adı Soyadı : Emre BAŞTÜRK
Doğum Yeri ve Tarihi : Kocaeli – 11/04/1985
Yabancı Dili : İngilizce
E-Posta : emrebasturk_41@hotmail.com

Öğrenim Durumu

Derece	Bölüm/Program	Üniversite/Lise	Mezuniyet Yılı
Lise	Sayısal	Merkez Bankası Derince Anadolu Lisesi	2003
Üniversite	Kimya	Kocaeli Üniversitesi	2009

İş Deneyimi

Yıl	Firma/Kurum	Görevi
2010-2012	TÜBİTAK Marmara Araştırma Merkezi	110T143 nolu TÜBİTAK proje bursiyeri

Bilimsel Eserler:

- Baştürk E.**, Kahraman M.V., (2012) Thermal and Morphological Properties of PVA/4-Vinylbenzene boronic acid Hybrid Nanofibrous . Polymer composite, 33, 829-837.
- Baştürk E.**, Demir S., Danış Ö., Kahraman M.V., (2012) Immobilization of amylase onto crosslinked electrospun (PVA/PAA) nanofibrous membrane. Journal of Applied Polymer Science, 127, 349-355.

3. **Bařtürk E.**, İnan T., Güngör A., (2012) Flame Retardant UV-Curable Acrylated Epoxidized Soybean Oil Based Organic-Inorganic Hybrid Coating. Progress in Organic Coating hakem aşamasında.
4. **Bařtürk E.**, Oktay B., Kahraman M.V., Apohan Kayaman N., (2012) UV Cured Thiol ene Flame Retardant Hybrid Coatings. Progress in Organic Coating hakem aşamasında.

Projelerde Yaptığı Görevler:

1. Polimer elektrolit membranlı yakıt pili uygulamaları için poli (arilen eter) esaslı membranların hazırlanması’’ adlı 110T143 numaralı Tübitak 1001 projesi bursiyeri.(01/10/2010-01/10/2012).

Ödüller:

1. Kocaeli Üniversitesi Fen-Edebiyat Fakültesi Kimya Bölümü 2005-2006, 2006-2007, 2007-2008, 2008-2009 Eğitim-Öğretim Yılları Onur Öğrencisi.
2. Kocaeli Üniversitesi Fen-Edebiyat Fakültesi Kimya Bölümü ‘’ Kimya Bölüm Üçüncüsü ‘’ olarak mezun oldu.