

ÖZET

YÜKSEK LİSANS TEZİ

BOR KATKILI NAYLON 6 NANOFİBERLERİN ELEKTROSPİNLEME YÖNTEMİ İLE ELDESİ

Ayşe Nur ALTAŞ (GÖZÜBÜYÜK)

Selçuk Üniversitesi
Ortaöğretim Fen ve Matematik Alanlar Eğitimi Anabilim Dalı
(Kimya Öğretmenliği Programı)

Danışman : Prof. Dr. İbrahim USLU

2009, Sayfa: 61

Jüri : Prof. Dr. İbrahim USLU

Prof. Dr. Bedrettin MERCİMEK

Yrd. Doç. Dr. Ahmet OKUDAN

Bu çalışmada naylon 6'nın bor ile birlikte çapraz bağlı yapıdaki çözeltileri formik asit ve borik asit kullanılarak başarıyla elde edilmiştir. Elektrospin prosesi hibrid naylon 6/borik asit çözeltileri kullanılarak yüksek gerilim güç kaynağı ile 20-25 kV arasında değişik voltajlarda yapılmıştır. Naylonun endüstride çoğunlukla kullanılmasının sebebi mekanik özelliklerinin oldukça iyi olmasından kaynaklanmaktadır. Bor eklenmesinin sebebi borun alev dayanıklılığının iyi olması ve naylon 6 fiberinin esneklik gibi mekanik özelliklerini iyileştirmesidir.

Sentezlenen nanofiber yapılar fourier dönüşümlü kızılötesi spektroskopisi (FTIR), diferansiyel taramalı kalorimetri (DSC), atomik kuvvet mikroskobu (AFM) ve taramalı elektron mikroskobu (SEM) ile incelenmiştir.

DSC analizleri eletrospin metodu ile üretilen naylon 6 fiberin daha kararlı yapıda olduğunu, borik asit içeriği artırıldığında polimer kararlılığının daha da arttığını göstermiştir. Bor içeriğinin artması ile birlikte fiber çapının azaldığı SEM analizlerinden anlaşılmaktadır. FT-IR analizi, bütün N-H yapıları karakteristiklerinin literatür ile uyumlu olduğunu göstermektedir.

Anahtar Kelimeler : naylon 6, borik asit, elektrospinleme, nanofiber, nanoteknoloji

ABSTRACT

M.Sc. Thesis

PRODUCTION OF NYLON 6 NANOFIBERS DOPED WITH BORON USING ELECTROSPINNING TECHNIQUE

Ayşe Nur ALTAŞ (GÖZÜBÜYÜK)

Selcuk University
Graduate School of Natural and Applied Science
Department of Chemistry Education

Supervisor : Prof. Dr. İbrahim USLU

2009, Page: 61

Jury : Prof. Dr. İbrahim USLU
Prof. Dr. Bedrettin MERCİMEK
Yrd. Doç. Dr. Ahmet OKUDAN

In this study, Nylon 6 was successfully cross-linked with boron using formic acid and boric acid as solution. Electrospinning process was performed by putting hybrid nylon 6/boric acid solutions at different applied voltage in a range from 20 to 25 kV using a high voltage power supply. Nylon has been widely used in industry because of its good mechanical properties. The use of boron improves the strength, flame retardant characteristics and mechanical properties such as elasticity of the nylon 6 fibers.

The structures of the nanofibers synthesised are characterized by the fourier transformed infrared spectroscopy (FTIR), differential scanning calorimetry (DSC), atomic force microscopy (AFM), and scanning electron microscopy (SEM).

DSC analysis revealed that stability of electrospun nylon 6 fiber is higher than non spun sample and increase of boric acid content increases the stability of the polymer. It is observed from the SEM images that the diameters of the fibers decreased with boron content increased. FT-IR analysis revealed that all characteristic N-H structures are observed and consistent with literature

Keywords : nylon 6, boric acid, electrospinning, nanofiber, nanotechnology

ÖNSÖZ

Bu çalışma, Selçuk Üniversitesi Eğitim Fakültesi Kimya Eğitimi Anabilim Dalı öğretim üyelerinden Prof. Dr. İbrahim USLU'nun danışmanlığında hazırlanarak, Selçuk Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü'ne Yüksek Lisans Tezi olarak sunulmuştur. Bu çalışma aynı zamanda S.Ü. Bilimsel Araştırma Projeleri Koordinatörlüğü tarafından BAP 9201036 no lu proje olarak desteklenmiştir.

Yüksek lisans tez konusunun seçiminde, hazırlanmasında ve çalışmamın her safhasında yardımlarını gördüğüm; beni bilgi ve önerileriyle yönlendiren, her zaman ve her konuda desteğini arkamda hissettiğim değerli danışman hocam Sayın Prof. Dr. İbrahim USLU'ya saygı ve şükranlarımı sunarım.

Selçuk Üniversitesi Fen-Edebiyat Fakültesi Kimya Bölümü öğretim üyelerinden Yrd. Doç. Dr. Ahmet OKUDAN'a, Ahmet Keleşoğlu Eğitim Fakültesi Kimya Eğitimi Anabilim Dalı'ndaki Yrd. Doç. Dr. Sabri ALPAYDIN'a ve diğer hocalarıma teşekkür ederim.

Hayatımın her alanında desteğini ve yardımını gördüğüm değerli arkadaşım Havva Nur Demirtaş'a teşekkür ederim.

Son olarak aileme ve eşim Alper'e, sonsuz sevgi ve destekleri için teşekkür ediyorum; her şey sizinle birlikte oldu.

Ayşe Nur ALTAŞ

Konya-2009

İÇİNDEKİLER

ÖZET	i
ABSTRACT	iii
ÖNSÖZ	v
İÇİNDEKİLER	vi
ŞEKİLLER LİSTESİ	viii
ÇİZELGELER LİSTESİ	x
1. GİRİŞ	1
1.1. Nano Nedir ?	1
1.2. Nanoteknoloji.....	4
1.2.1. Nanoteknolojinin Uygulama Alanları	7
1.3. Nano Malzemeler	8
1.3.1. Nanofiberler	10
1.4. Nanofiber Üretim Teknikleri.....	11
1.4.1. Bikomponent Tekniği ile Nanofiber Üretimi.....	11
1.4.2. Meltblown Tekniği ile Nanofiber Üretimi	12
1.4.3. Fibrilasyon Tekniği ile Nanofiber Üretimi	12
1.4.4. Çekme (Drawing) Tekniği ile Nanofiber Üretimi.....	13
1.4.5. Kalıp (Template Sentezi) Tekniği ile Nanofiber Üretimi	13
1.4.6. Kendi Kendine Toplanma (Self-Assembly).....	14
1.4.7. Elektrospinleme (Elektroüretim).....	14
1.5. Elektrospinleme Tekniği	14
1.5.1. Elektrospinleme Tekniğinde Kullanılan Düzenekler	16
1.5.1.1. Besleme Ünitesi	16
1.5.1.2. Yüksek Voltaj Güç Kaynağı	17
1.5.1.3. Toplayıcı	19
1.5.2. Elektrospinleme Tekniğinin Uygulanması.....	21
1.5.3. Elektrospinleme Tekniğine Etki Eden Faktörler	23
2. KAYNAK ARAŞTIRMASI	24

3. MATERYAL VE METOT	29
3.1. Kullanılan Kimyasal Maddeler	29
3.1.1. Naylon 6	29
3.1.2. Formik Asit	30
3.1.3. Borik Asit	30
3.2. Deney Düzenegi	30
3.2.1. Yüksek Voltaj Güç Kaynağı	31
3.2.2. Besleme Ünitesi	32
3.2.3. Toplayıcı	32
3.3. Metotlar	32
4. DENEYSEL BÖLÜM	33
4.1 Çalışmanın Amacı.....	33
4.2. Çözelti Hazırlama.....	33
4.2.1. % 0' lık çözelti:	35
4.2.2. % 100'lük çözelti:	35
4.2.3. %20'lik çözelti:	36
4.2.4. %50'lik çözelti:	36
4.2.5. % 60'lık ve %80'lik çözelti:	36
4.3. İletkenlik Ölçümü.....	37
4.4. Elektrosinleme işlemi.....	38
5. ARAŞTIRMA SONUÇLARI VE TARTIŞMA	39
5.1. AFM Analizleri	39
5.2. SEM Analizleri.....	41
5.2.1. Fiberlere Bor İlavesinin Etkisi	43
5.2.2. Fiberlere Besleme Ünitesi ve Toplayıcı Arasındaki Mesafenin Etkisi	44
5.2.3. Fiberlere Voltaj Etkisi	46
5.2.4. Fiberlere Viskozite Etkisi.....	48
5.3. FT-IR Analizleri.....	49
5.4. DSC Analizleri	53
6. SONUÇ VE ÖNERİLER	56
7. KAYNAKLAR	58
ÖZGEÇMİŞ	61

ŞEKİLLER LİSTESİ

Şekil 1.1. Kırmızı kan hücresi	2
Şekil 1.2. Fiberlerin saç teliyle karşılaştırılmış mikroskop görüntüsü.....	2
Şekil 1.3. Doğadan ve insan yapımı nano boyutta madde örnekleri	3
Şekil 1.4. Atomik Kuvvet Mikroskobu.....	5
Şekil 1.5. Nanoteknolojinin gelişim süreci	6
Şekil 1.6. Fiberin mikroskop görüntüsü.....	11
Şekil 1.7. Basit bir elektrospin düzeneği	15
Şekil 1.8. İkili besleme ünitesi.....	17
Şekil 1.9. Güç Kaynağı	18
Şekil 1.10. Elektrospin Düzeneginde	
a) Elektrik alan çizgilerinin gösterimi	
b) Çemberler kullanıldığında elektrik alan çizgileri	19
Şekil 1.11. Toplayıcı (topraklanmış)	20
Şekil 1.12. Çeşitli Toplayıcı Şekilleri	20
Şekil 1.13. Whipping Kararsızlığı	22
Şekil 2.1. Taylor Konisi Oluşumu ve Liflerin Dağılımı	26
Şekil 3.1. Naylon 6 polimerinin bağ yapısı.....	29
Şekil 3.2. Elektrospin düzeneği	31
Şekil 4.1. Naylon 6 ile borik asitin çapraz bağlanması.....	34
Şekil 5.1. % 60'lık çözeltiden elde edilen fiberlerin AFM görüntüleri	40
Şekil 5.2. a) %0, b) %20, c) %50, d) %100 çapraz bağlanma düşünülen Çözeltilerden elde edilen fiberlerin SEM görüntüleri	42
Şekil 5.3. Dört farklı çözeltiden elde edilen fiberlerin yaklaşık çapları	43
Şekil 5.4. %'20'lik çözeltinin a) 13cm de, b) 17cm de spinlenmesiyle elde edilen fiberlerin SEM görüntüleri	45
Şekil 5.5. % 100'lük çözeltinin a) 20 kV, b) 25 kV, c) 30 kV'ta spinlenmesi ile elde edilen fiberlerin SEM görüntüleri.....	47
Şekil 5.6. Viskozitesi düşük çözeltiden elde edilen fiberlerin SEM görüntüleri.....	48

Şekil 5.7. Saf naylon-6, % 0'lık çözelti ve % 0'lık çözülden elde edilen fiberlerin FT-IR spektrumları	50
Şekil 5.8. % 0, % 20, % 50 ve % 100 lük çözümlerin FT-IR spektrumları.....	51
Şekil 5.9. % 0, % 20, % 50 ve % 100 lük çözümlerden elde edilen fiberlerin FT-IR spektrumları	52
Şekil 5.10. a) Çözelti, b) Fiber formlarının DSC pikleri	54
Şekil 5.10. % 20, % 60 ve % 80'lik çözümlerden elde edilen fiberlerin DSC pikleri	55

ÇİZELGELER LİSTESİ

Çizelge 1.1. Nano' nun Uzunluk Birimleri Arasındaki Yeri	1
Çizelge 1.2. Farklı Malzemelerin Ölçüleri	2
Çizelge 1.3. Nano malzemelerin temel sınıflandırması	9
Çizelge 4.1. Çözeltilerin iletkenlik değerleri	37

1. GİRİŞ




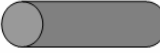

1.1. Nano Nedir ?

Yunanca “cüce, küçük yaşlı adam” anlamına gelen “nannos”, günümüzde fiziksel bir büyüklüğü gösteren ölçü birimidir. Bir nano, metrenin bir milyarda birine (10^{-9} da biri) eşit ölçü birimidir. Bu fiziksel büyüklükler nanometre (nm), nano saniye, nano gram, nano farat v.s. gösterilebilir. Bir nanometre yaklaşık olarak ardi ardına dizilmiş 3 ila 5 atom genişliğindedir. Yaklaşık 100 ila 1000 atom bir araya gelerek nano ölçeklerde bir nesneyi oluşturur.

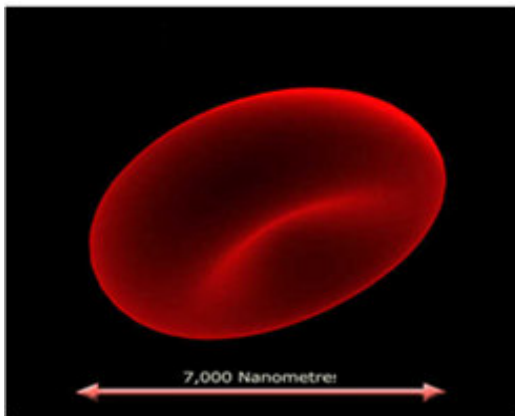
Çizelge 1.1. Nano’ nun uzunluk birimleri arasındaki yeri

Adı	Sayısal Değeri	Orijinal Dili
Yokto	10^{-24}	Latin
Femto	10^{-15}	Danimarka
Pico	10^{-12}	İspanyolca
Nano	10^{-9}	Yunanca
Mikro	10^{-6}	Yunanca
Hekto	10^{+2}	Fransızca
Giga	10^{+9}	Yunanca
Yotto	10^{+24}	Latin

Çizelge 1.2. Farklı malzemelerin ölçüleri

Malzeme	Boyut (çap) nm (nanometre) 10^{-9} m	
Atom	0,3	
Polimer nanolifi	50-500	
Meltblown lifi	2 000-5 000	
Kan hücresi	5 000	
1,5 denye lif	12 500	
İnsan saç	20 000-30 000	

İnsan saç telinin çapının yaklaşık 20000-30000 nanometre olduğu düşünüldüğünde nano boyutu için ne kadar küçük bir ölçekten bahsettiğimiz daha iyi anlaşılır.



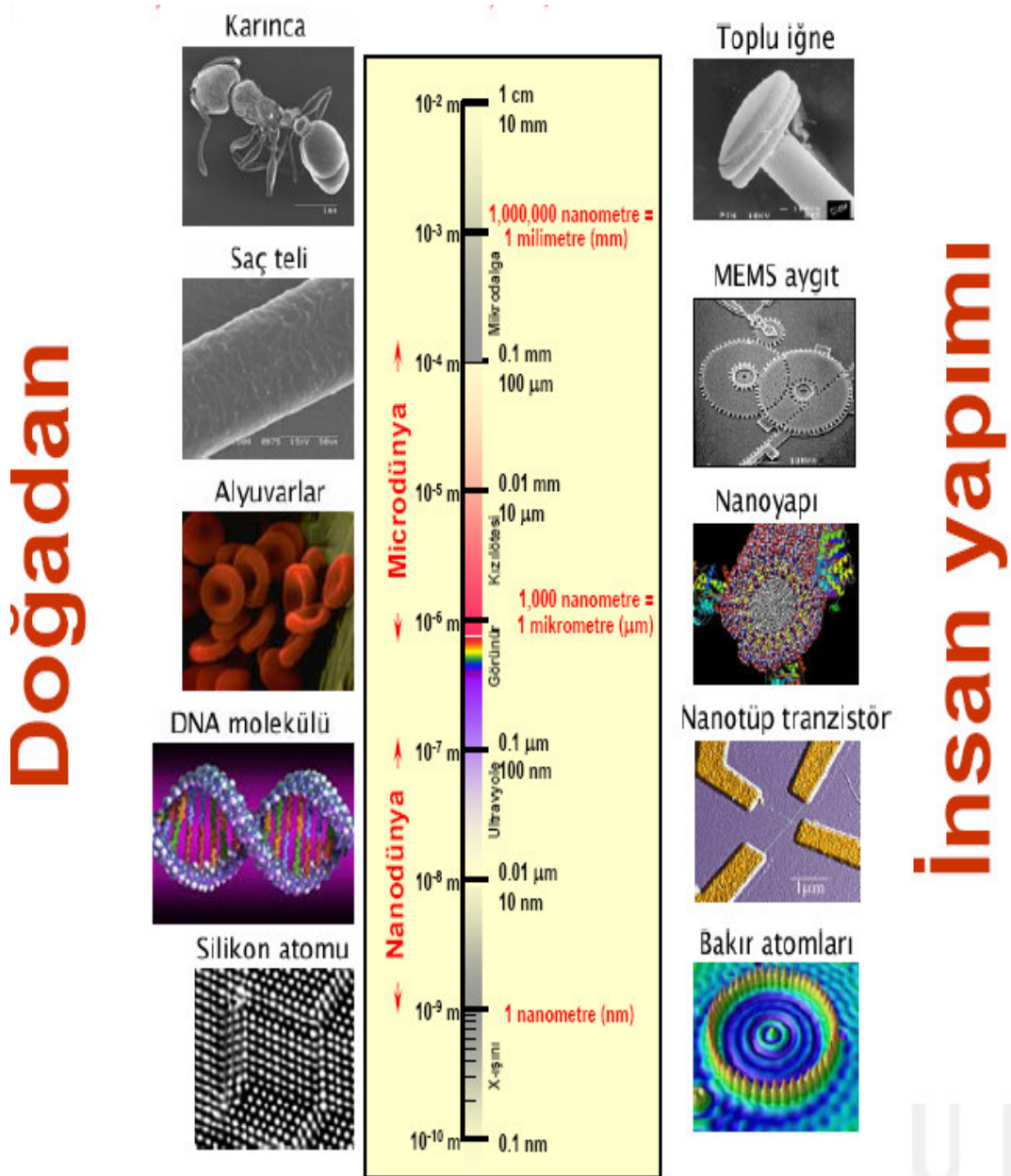
Şekil 1.1. Kırmızı kan hücresi



Şekil 1.2. Fiberlerin saç teliyle

karşılaştırılmış mikroskop görüntüsü

Şekil 1.3.'te laboratuvar çalışmalarında elde edilen nano boyutlu malzemeler ile doğada mevcut olan nano boyutlu malzemelerden bazı örnekler karşılaştırmalı gösterilmiştir.



Şekil 1.3. Doğadan ve insan yapımı nano boyutta madde örnekleri

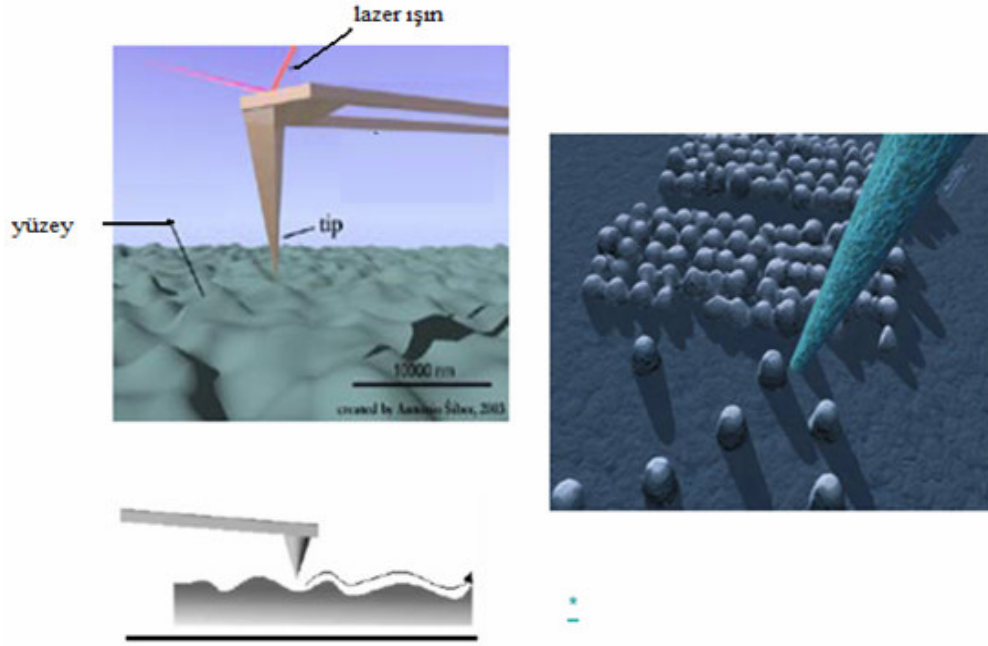
1.2. Nanoteknoloji

Nanoteknoloji, nano boyutta yeni malzemeler tasarlayıp, sentezlemeyi ya da mevcut nano yapıları veya molekülleri işlevsel hale getirip onların kazandıkları olağanüstü özellikleri yeni uygulamalarda kullanmayı amaçlayan bilim dalıdır. Nanoteknoloji kelimesini ilk kez Tokyo Bilim Üniversitesi'nden Norio Taniguchi kullanmıştır. Taniguchi'nin tanımına göre ise, nanoteknoloji malzemelerin atom atom ya da molekül molekül işlenmesi, ayrılması, birleştirilmesi ve bozulmasıdır.

Richard P. Feynman 1959'da yaptığı bir konuşmada her şeyi küçük bir ölçekte yönlendirme ve denetleme düşüncesini dile getirdi. Binnig ve arkadaşlarının 1986'da taramalı tünelleme mikroskopunu keşfi ile nano boyutta ölçüm ve modelleme yapılabilmesi mümkün oldu (1986 Nobel fizik ödülü).

Atomların doğrudan görüntülerini veren taramalı tünelleme mikroskopundan faydalanılarak atomik kuvvet mikroskobu keşfedildi.

Atomik kuvvet mikroskopunun keşfi nanometre boyutlarında fizik ve kimyaya çok güçlü bir göz kazandırdı. Bu mikroskoplarla nanometre aleminde çeşitli süreçler, etkileşimler, kimyasal reaksiyonlar gözlenebiliyor, atomlar teker teker kontrollü bir şekilde istenen yerlere taşınıp yapay malzemeler oluşturulabiliyor. Şekil 1.4.'te atomik kuvvet mikroskopunun görüntülenme yaparken 'tip' adı verilen uç kısmının çalışması gösterilmiştir.



Şekil 1.4. Atomik Kuvvet Mikroskobu

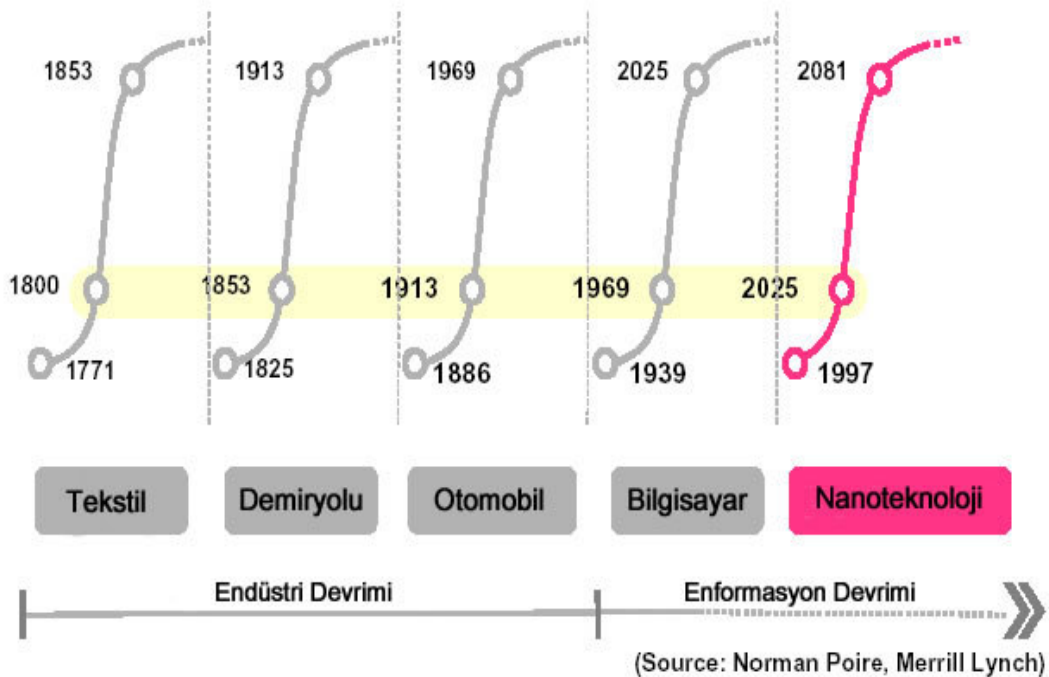
1990'ların başında Rice Üniversitesinde Richard Smalley öncülüğündeki araştırmacılar 60 karbon atomunun simetrik biçimde sıralanmasıyla elde edilen futbol topu şeklindeki “fullerene” molekülleri geliştirdi. Elde edilen molekül 1 nanometre büyüklüğünde ve çelikten daha güçlü, plastikten daha hafif, elektrik ve ısı geçirgen bir yapıya sahipti. Çelikten 100 kat daha güçlü ve ağırlığı çeliğin ağırlığının 1/6'sı kadardı. Araştırmacılar bu çalışmaları ile 1996 yılında Nobel Kimya ödülünü aldı.

Sumio Iijima 1991'de karbon nanotüpleri keşfetti. Karbon nanotüp, grafitin, bal peteğini andıran atom düzleminin bir silindir etrafında sarılmış şekli olarak düşünülebilir. Karbon nanotüplerin çapı insan saç telinin çapından yaklaşık elli bin kat daha küçüktür. Karbon nanotüpler, düğüm yapılabilecek kadar esnek, ayrıca çelik alaşımından otuz kat daha güçlüdür. Isıl iletkenlikleri elmasın iki katı, elektrik iletkenlikleri bakırın bin katıdır. Yoğunluğu ise en hafif malzemelerden olan

alüminyumun yarısı kadardır. Karbon nanotüpler düz ekran televizyonlar, hidrojen depolama ve yakıt hücresi, gaz dedektörü gibi birçok malzemede kullanılmaktadır. Ayrıca karbon nanotüp transistörler geleceğin hızlı ve küçük bilgisayarlarının yapıtaşı, karbon nanotüp kablo ise uzay asansörü teknolojisinin bir parçasıdır.

1999 yılında ABD’de Bill Clinton hükümeti nanoteknoloji alanında yürütülen araştırma, geliştirme ve ticarileştirme faaliyetlerinin hızını artırma amacını taşıyan ilk resmi hükümet programını; Ulusal Nanoteknoloji Adımı’nı (National Nanotechnology Initiative) başlattı. 2001 yılında Avrupa Birliği, çerçeve programına nanoteknoloji çalışmalarını öncelikli alan olarak dahil etti.

90’lardan sonra nanoteknoloji alanındaki çalışmalar hızlı bir artış göstermiştir. Çünkü nanoteknoloji 21. yüzyıla damgasını vuran büyük bir sanayi ve bilgi devrimidir. Nanobilim ve teknoloji son on yılda dünya ülkelerinin sivil ve askeri, bilim ve teknoloji stratejilerini belirler hale gelmiştir. Öyle ki yakın bir gelecekte bir ülkenin nanoteknoloji alanındaki seviyesi o ülkenin gücünü gösterecektir. Bu tezde yapılan çalışmalar da nanoteknoloji kapsamındadır. Şekil 1.5.’te nanoteknolojinin, dünya teknolojisini etkileyen diğer büyük buluşlarla birlikte, gelişim süreci gösterilmiştir.



Şekil 1.5. Nanoteknolojinin gelişim süreci

1.2.1. Nanoteknolojinin Uygulama Alanları

Nanoteknolojik çalışmalar için atomsal düzeyde mühendislik de denilebilir. Bir aygıtta kullanılan malzemenin boyutu küçüldükçe, o malzemenin yeni özellikleri ortaya çıkıyor. Malzemenin büyüklüğü nanometre ölçütlerine inince bilinen klasik davranışların yerini kuantum davranışlar almaktadır. Kimyasal ve fiziksel olarak, yapının büyüklüğü ve atom yapısının ayrıntıları yerine göre çok farklı ve olağanüstü özellikler sergilemektedir. Maddeyi nano boyutlarda işleyerek ve ortaya çıkan değişik özellikleri kullanarak, yeni teknolojik nano boyutta aygıtlar ve malzemeler yapmak mümkün olmuştur.

Nanoteknolojinin fizik, kimya, biyoloji, tıp, ilaç sanayi, tekstil, makine ve elektrik mühendisliği, savunma sanayi, enerji sanayi, uzay araştırmaları gibi bilimin hemen hemen her alanında uygulamaları bulunmaktadır.

Nanoteknoloji kendi kendini temizleyen boyalardan, kirlenmeyen kumaşlara, kanserli hücrelerin vücuda zarar vermeden öldürülmesinden, günlerce etkisini kaybetmeyen kremlere, tek şarbon mikrobunu bile algılayabilen sensörlerden, bakterileri öldürdüğünden dolayı kokmayan çoraplara ve mikrop barındırmayan buzdolaplarına kadar hayatımıza girmeye başlamıştır. Yakın bir gelecekte ise nanoteknoloji sayesinde süper bilgisayarlar ve ameliyat yapan nanorobotlar, insan hafızasını güçlendiren ek nano hafızalar, ayrıca uzay ve savunma araştırmaları için çok daha hafif ve dayanıklı roket ve uçak tasarımlarının ortaya çıkması mümkün olacaktır.

Bazı alanlardaki nanoteknolojik uygulamalar aşağıda kısaca özetlenmiştir.

Endüstriyel Alan: Otomotiv parçaları (mikro sensör, makine ve pompa kullanan otomobiller), nano boyutlu kaplamalar, chip ve cd üretimi, kir ve leke tutmayan camlar, çizilmeye ve kirlenmeye karşı dirençli boyalar. Nano parçacıklar kullanılarak üretilen klimalar bakteri ve virüsleri öldürürerek alerjiye sebep olan mikropları yok etmektedir.

Tıp ve Sağlık Alanı: Mikro-nano cerrahi (özellikle göz ve beyin cerrahisi), hücre, doku ve moleküllerdeki hasarların belirlenmesi, ultraviyole korumalı

kozmetik ürünler, insan vücudu içinde hastalıklı dokuyu bulup ameliyat yapan nano-robotlar, beyni güçlendiren ek hafızalar, yanık tedavisini hızlandırıcı ve açık yaralar için hava alabilen ancak enfeksiyonlara karşı etkili yara örtücüleri, mikroorganizmaların taşınması, DNA modifikasyonu. Kanserli bir dokuya enjekte edilen nanometre boyutunda ilaç taşıyan keseciklerden salınan kimyasallar vücutta başka bir dokuya zarar vermeden kanseri tedavi edebilmektedir. Ayrıca küçük gözenekli yapı ve yüksek yüzey alanı sağlaması bakımından biyomedikal uygulamalarda kullanılması imkan dahilindedir.

Enerji: Nanoteknolojiyle üretilen yakıt hücreleri, gelişmiş piller, güneş hücreleri, boyutu çok küçük ancak dayanma süresi daha uzun bataryalar. Nanoteknolojik ışıklandırma sistemleri ile dünya enerji ihtiyacının % 10 oranında azalması bekleniyor.

Malzeme Bilimi: Nanoteknoloji çok daha güçlü, hafif, kimyasal işlemlere ve sıcaklığa dayanıklı malzemelerin üretiminde kullanılıyor. Radyasyon veya ışığa karşı kontrol edilebilir tepkiler veren malzemeler de geliştirildi.

Tekstil: Dokuma esnasında ipliğe eklenen nanometre boyutunda kesecikler içindeki kimyasallar kumaşa antibakteriyel özellikler kazandırmaktadır. Ayrıca su geçirmezlik, leke tutmazlık, kırışmazlık gibi kumaş performans özelliklerinde yüksek derecede artış sağlanmaktadır. Karbon nanotüplerden üretilmiş kumaşlar kurşun geçirmediği için savunma amaçlı kullanılıyor. Bu yolla üretilen ve nanotext denilen kumaşlar da leke ve bakteri tutmuyor ve çok sağlam oluyor.

1.3. Nano Malzemeler

Bazı malzemeler nano düzeyde üretilebilmektedir. Malzemeler nano düzeyde küçültüldüğü zaman normalde gözlenmeyen yeni üstün özellikler ortaya çıkmaktadır.

Üretilen nanoteknoloji ürünlerinin daha dayanıklı, daha hafif ve daha hassas olması günümüzde nano malzemeleri ilgi odağı haline getirmiştir. Nano

malzemelerin sınıflandırılmasında birçok farklı yaklaşım vardır. Örneğin nanofiberler iki boyutlu nano malzemelerdir. Çizelge 1.3.'te nano malzemelerin sınıflandırılmaları gösterilmiştir.

Çizelge 1.3. Nano malzemelerin temel sınıflandırması

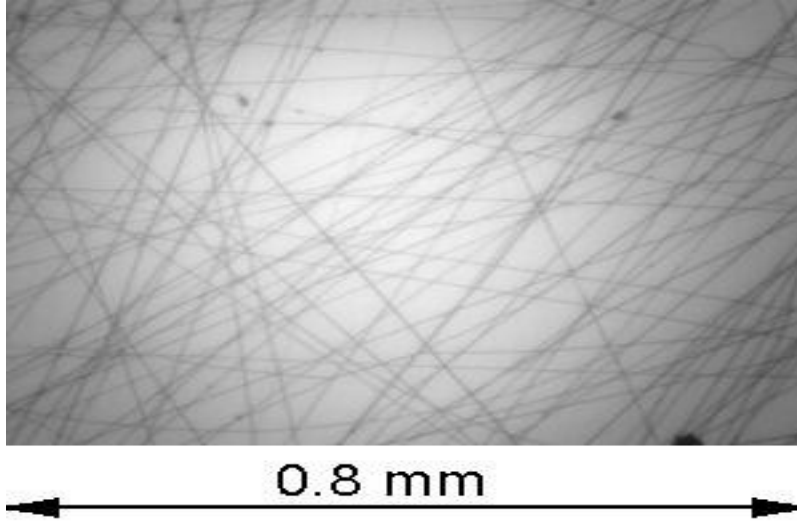
SINIFLANDIRMA	ÖRNEKLER
Boyut <ul style="list-style-type: none"> • 3 boyutlu • 2 boyutlu • 1 boyutlu 	Parçacıklar, kuantum noktaları, içi boş küreler vs. Tüpler, fiberler, kablolar ve tabakacıklar vs. Filmler, kaplamalar, çok katmanlılar vs.
Faz Bileşimi <ul style="list-style-type: none"> • Tek fazlı katılar • Çok fazlı katılar • Çok fazlı sistemler 	Kristal, amorf parçacık ve katmanlar Matris kompozitler, kaplanmış parçacıklar Kolloidler, aerogeller, ferroakışkanlar
Üretim süreci <ul style="list-style-type: none"> • Gaz fazlı reaksiyonlar • Sıvı fazlı reaksiyonlar • Mekanik işlemler 	Alev sentezi, kondenzasyon, CVD vs. Sol-jel, çöktürme, hidrotermal işleme vs. Öğütme, plastik deformasyonu vs.

1.3.1. Nanofiberler

Nanofiberler, nano boyutta olup ipliksi görünüme sahip yapılardır. Çapı 1 mikron (1000nm) ve altındaki ince iplikçiklere nanofiber ya da nanolif denir. Mikroskop olmaksızın çıplak gözle görülemezler. Ve birçok kullanım alanı vardır. Bunlardan bazıları uzay uygulamaları, tarım uygulamaları, savunma uygulamaları, optik ve elektriksel uygulamalar, cilt bakım ürünleri, yara örtücüler, biyomedikal uygulamalar, filtrasyon uygulamaları, kompozit uygulamalar ve enzim taşıyıcılarıdır. Nanofiberler nano malzemelerin boyutlarına göre yapılan sınıflandırmasında iki boyutlu nano yapılar olarak gösterilir.

Nanofiberlerin ürünlere kazandıracığı bazı özellikler aşağıda belirtilmiştir:

- İnsan saçından daha ince bir yapıya sahip olması
- Birim kütleden elde edilebilecek yüzey alanında artış
- Farklı yarıçaplarda, çok katlı olabilen, çok kararlı yapılar
- Daha dayanıklı, daha hafif, daha hızlı yapılar
- Daha az malzeme kullanımı
- Daha az enerji kullanımı
- Filtrelemede yüksek performans (Grafe ve ark. 2003)
- Su geçirmezlik, leke tutmazlık, kırışmazlık gibi kumaş performans özelliklerinde yüksek derecede artış (Lyons 2004)



Şekil 1.6. Nanofiberin mikroskop görüntüsü

1.4. Nanofiber Üretim Teknikleri

Nanofiberlerin üretimi için kullanılan birçok teknik vardır. Bu tekniklerden en yaygın olanları aşağıda verilmiştir. Bu çalışmada elektrospınleme tekniği kullanılmıştır.

1.4.1. Bikomponent Tekniği ile Nanofiber Üretimi

Bikomponent tekniği, kısaca aynı fiberi oluşturacak, iki farklı polimerin aynı besleme ünitesi deliğinden akıtılarak elde edilmesi olarak tanımlanabilir. Bikomponent fiberler genel olarak kesit şekillerine göre içi içe, yan yana, denizde

adacık ya da dilimli pasta bikomponent fiberler olarak sınıflandırılırlar (Kikutani, 1996). Nanofiberlerin üretiminde bu teknolojinin kullanımı için birçok yaklaşım ileri sürülmüştür. Üzerinde en çok çalışılan yaklaşım ise standart bir üretim-çekim işlemi ile deniz-adacık tipi bikomponent liflerin üretimidir. Denizde adacık modelinde iki ayrı polimer özel yapılmış besleme ünitelerinden geçirilerek iç yapıdaki polimer fibrilli bir şekilde dıştaki polimerin içine yerleşir. Denizde adacıklar yöntemiyle üretilen fiberler özellikle sentetik damarlarda, filtrasyon malzemelerinde ve birçok uygulama alanında kullanılabilir.

1.4.2. Meltblown Tekniği ile Nanofiber Üretimi

Meltblown tekniği, küçük çaplı fiber üretimi için kullanılan yaygın bir yöntemdir. Bu teknolojiye termoplastik fiberler kullanılmakla beraber yaygın olarak PET (poli etilen teraftalat), polipropilen, ve poliamid 6 (nylon-6) kullanılmaktadır. Sıvı haldeki polimer çeşitli filtrelemelerden geçtikten sonra pompa yardımıyla karıştırıcı bölgeye iletilir. Besleme ünitesinden polimer geçirilirken yüksek basınçta sıcak hava üflenir ve hareketli bant üzerine dökülür. Daha sonra silindirlere geçerek yuvarlak bir yüzeye sahip sarıcı etrafında toplanarak elde edilir. Ancak bu işlemin geliştirme çalışmaları halen sürdürülmektedir. Kore'deki Nano Tecnic's'in nanofiber filtre materyali, değiştirilmiş bir meltblown işlemiyle üretilmektedir

1.4.3. Fibrilasyon Tekniği ile Nanofiber Üretimi

Selüloz gibi doğrusal hücresel yapıya sahip fiberlerin nano boyutlu daha ince, fiberler halinde fibrilasyonu işlemi ile nanofiber üretim yöntemidir. Çözünme,

jelleşme, farklı çözücüler kullanarak üretim, dondurma ve nano gözenekli köpük oluşturacak şekilde kurutmayı içerir. Bu işlem zaman alıcı bir süreçtir. Bu teknikle üretilen fiberler orta düzeyde mukavemet özelliklerine sahiptir (Şenol ve ark. 2005).

1.4.4. Çekme (Drawing) Tekniği ile Nanofiber Üretimi

Birkaç mikrometre büyüklüğünde bir pipet, mikro ayarlayıcı kullanılarak kontak çizgisi yakınındaki damlacığa daldırılır. Daha sonra mikro pipet sıvıdan geri çekilir ve yaklaşık 10^{-4} ms^{-1} lik bir hızla hareket eder. Sonuçta çekilmiş (uzatılmış) bir nanofiber elde edilir. Nanofiberlerin çekilmesi her bir damlacık üzerinde birkaç kez tekrarlanır. Damlacığın yüzeyinde maddenin viskozitesi buharlaşma ile artar. Bu yüzden bir fiberin çekilmesinde viskoz materyal gerekir. Nanofiberler çekme süreci boyunca sitrat molekülleri ile elde edilmiştir.

1.4.5. Kalıp (Template Sentezi) Tekniği ile Nanofiber Üretimi

Bu teknikte polimerlerde, yüzey üzerine uygulanan basınçlı su polimerlerin membran gözeneklerden geçmesini sağlar. Geçen fiberler katılaştırıcı bir çözeltiyle temas geçerler. Kullanılan gözenek boyutlarında nano fiberler elde edilir.

1.4.6. Kendi Kendine Toplanma (Self-Assembly)

Genellikle nanofiberlerin kendiliğinden toplanması basit bloklar halinde küçük moleküllerin kullanılması ile nanofiberlerin elde edilmesini ifade eder. Genel bir kendi kendine toplanma için ana mekanizma, küçük moleküllerin aynı merkezli olarak düzenlenmesi ve iç moleküler kuvvetlerle makro moleküllerin nanofiberler olarak şekillenmeleri ile ifade edilir.

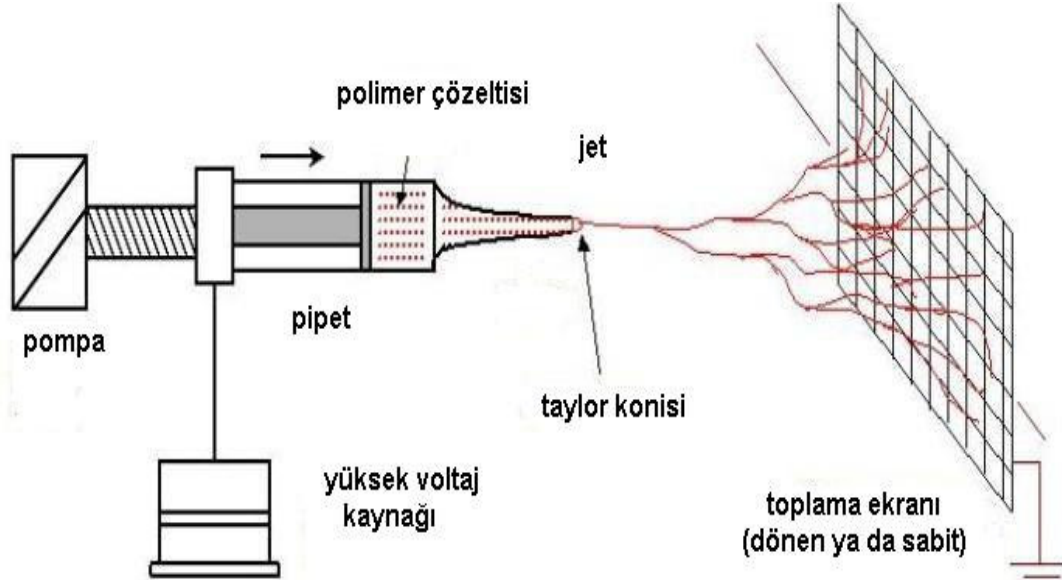
1.4.7. Elektrospinleme (Elektroüretim)

Elektrospinleme veya elektroüretim polimer çözelti veya polimer eriyikten elektriksel olarak yüklenmiş bir jet boyunca nanofiber oluşturulan bir süreçtir. Bu süreci araştıran bazı araştırmacılar şunlardır; Baumgarten (1971), Larrondo ve Manley (1981), Reneker ve Chun (1996), Fong ve ark. (1999), Reneker ve ark. (2000), Huang ve ark. (2003), Chun (2005). Elektrospinleme yöntemi, nanofiber üretim teknikleri arasındaki en avantajlı yöntemdir. Bu yöntem sonraki bölümde detaylı olarak açıklanacaktır.

1.5. Elektrospinleme Tekniği

Elektrospinleme (electrospinning) polimer çözelti veya polimer eriyikten elektriksel olarak yüklenmiş bir jet boyunca nanofiber (nanolif) oluşturan bir süreçtir.

Bu yöntem akışkanlar dinamiği, polimer kimyası, temel fizik, elektrik fiziği, makine ve tekstil mühendisliği gibi disiplinleri barındıran multi disiplinler bir yöntemdir.



Şekil 1.7. Basit bir elektrosipin düzeneği

Şekil 1.7.'de gösterildiği gibi basit bir elektrosipin düzeneği üç ana parçadan oluşur :

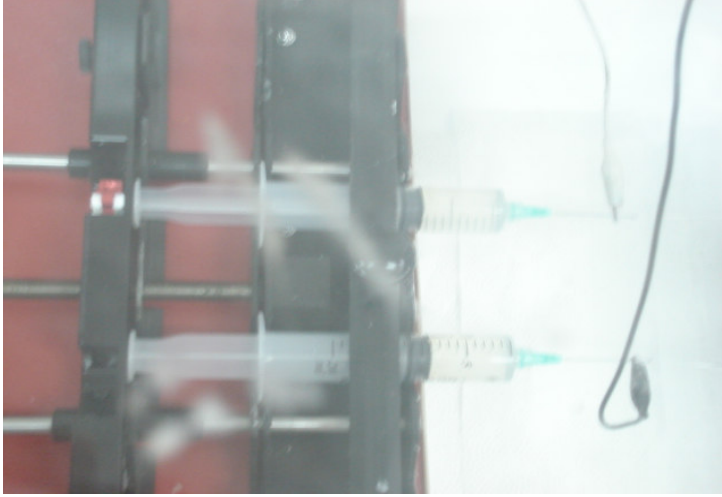
1. Besleme ünitesi (şırınga, pipet, metal iğne, v.b.)
2. Yüksek voltaj güç kaynağı,
3. Toplayıcı (iletken plaka, döner silindir, v.b.)

1.5.1. Elektrospınleme Tekniđinde Kullanılan Dzenekler

Elektrospınleme tekniđi uygulanırken istenen amaca gre dzeneklerde farklı parçaların kullanılması durumu sz konusudur. Kullanılan parçalar temelde aynı yapıya sahip oldukları halde farklı modifikasyonlarda olabilmektedirler. Bu dzeneklerden elde edilen nanofiberlerin yapısı da farklı olmaktadır. İstenilen zellikte fiber elde etmek iin uygun dzenek kullanılmalıdır. Burada son yıllarda elektrospınleme tekniđinde kullanılan parçalar zerinde durulacaktır.

1.5.1.1. Besleme nitesi

Besleme nitesi polimer zeltisi veya eriyiđin iine konulduđu kaptır. Bu kabın zelliđi ucunda zeltinin ıkışı iin kk bir delik olması ve kapiler uca sahip olmasıdır. Bu ama iin şırınga, pipet gibi malzemeler kullanılabilir. Ayrıca tek bir besleme nitesi kullanılabileceđi gibi, retim hızını arttırmak iin oklu yapıda besleme niteleri de kullanılabilir. oklu besleme nitelerinin her nite iin farklı konsantrasyonlarda ve farklı zellikte zeltiler kullanabilme avantajı da vardır. Şekil 1.8.'de iki tane şırınga kullanılarak ikili besleme nitesi kurulmuştur.



Şekil 1.8. İkili besleme ünitesi

Theron ve ark. (2005) aynı hızda ve aynı düzlem içine birden fazla besleme ünitesi yerleştirerek çalışmışlardır. Theron bu sistemde sadece üretimi arttırmayı değil aynı zamanda jetlerin birbiriyle etkileşimini de incelemeyi amaçlamıştır.

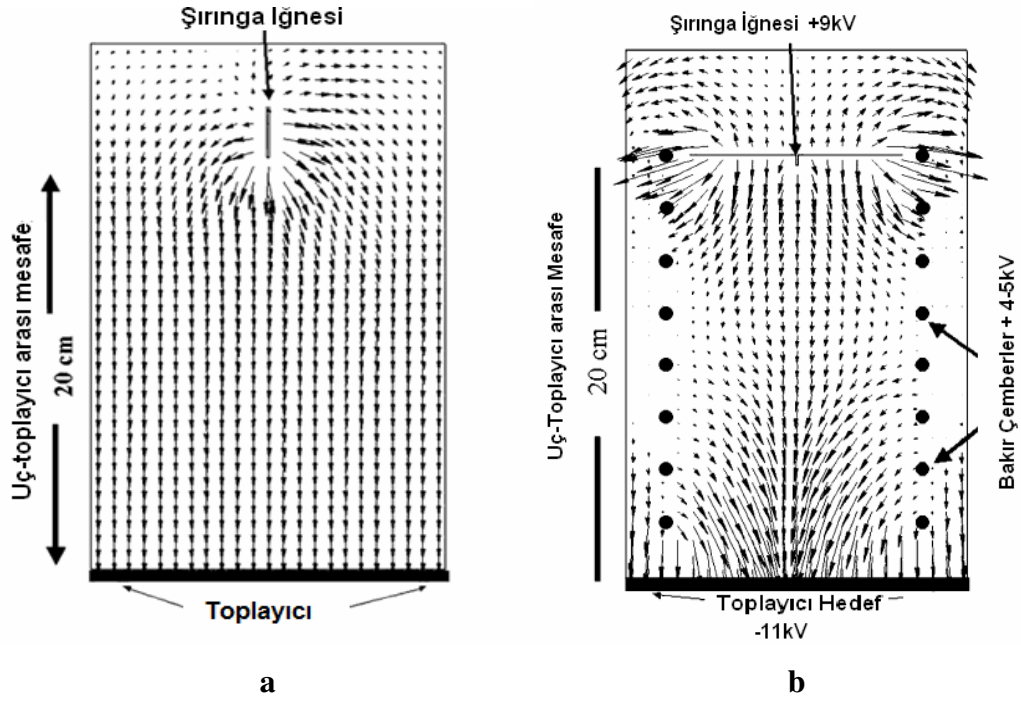
1.5.1.2. Yüksek Voltaj Güç Kaynağı

Elektrospın düzeneğinde yüksek voltajlara ulaşabilen güç kaynağı üç ana parçadan biridir. İstenen fiberin amacına göre uygulanan voltaj doğru akım veya alternatif akım olabilmektedir. Güç kaynağından çıkan elektrotların çözelti ve toplayıcı plaka ile bağlantısı sağlanır. Uygulanan elektrik alanının niteliğini artırmak için ek modifikasyonlarda kullanılabilir. Bornat 1987’de elektrik alan uyguladığı, yardımcı bir elektrot kullanmış ve daha düzenli fiberler elde etmiştir (Mo ve ark. 2004).



Şekil 1.9. Güç kaynağı

Deitzel ve ark. (2001) şırınga ve toplayıcı arasındaki elektrik alan çizgilerini incelemişlerdir. Elektrik alan gücünün şırınga iğnesine yakın yerlerde arttığını uzağında ise azaldığını, elektrik alan gücünü oklarla göstererek şematize etmişlerdir. Deitzel ve ekibi elektrik alan çizgilerindeki bu kararsızlık durumunu azaltmak için farklı bir sistem tasarlamışlardır. Şırınga ve toplayıcı arasına düşük voltajda elektrikle yüklenmiş çemberleri iki taraflı yerleştirmişlerdir. Bu şekilde birden fazla elektrik alan oluşturmuşlardır. Birincisi şırınga, ikincisi kullanılan sekiz adet çember, üçüncüsü toplayıcı olmak üzere üç tane güç kaynağı olmuştur. Böylece elektrik alan içindeki yüklerin birbirleriyle etkileşimi sonucu oluşan jetteki kararsızlık durumu en aza indirilmiş ve çemberlerden dolayı elektrik alan çizgilerinin düzenli bir halde merkezde yoğunlaştığı belirtilmiştir. Şekil 1.10.'da Deitzel'in bu çalışması gösterilmiştir.



Şekil 1.10. Elektrospin Düzeninde a) Elektrik alan çizgilerinin gösterimi b) Çemberler kullanıldığında elektrik alan çizgileri

Shin ve ark. (2001) ise elektrik alan uyguladığı, iki paralel plaka arasında elektrospinleme işlemini gerçekleştirmişlerdir. Böylece elektrik alan iki plaka arasında daha düzenli bir şekilde oluşturulmuştur.

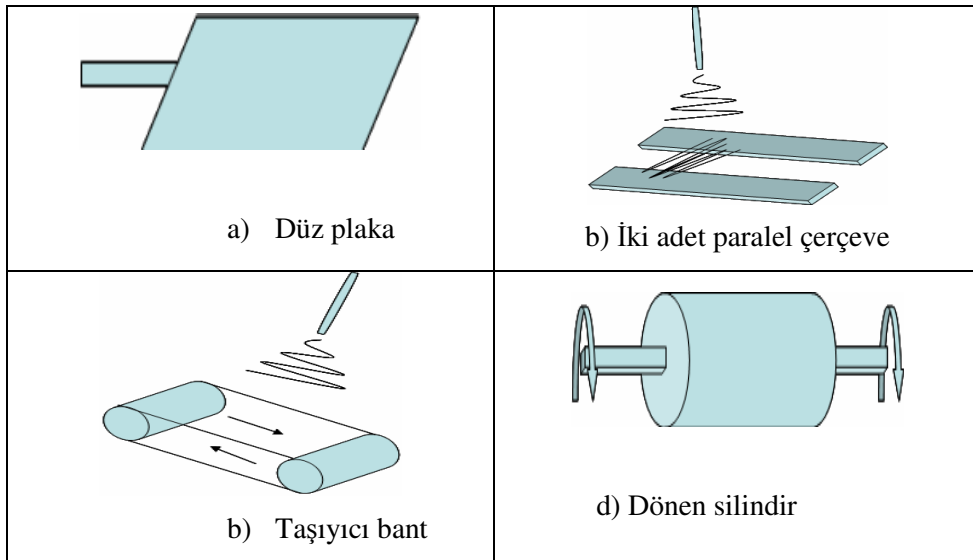
1.5.1.3. Toplayıcı

Elektrospinleme işleminde oluşan fiberlerin biriktiği düzeneklere toplayıcı denir. Yapılan çalışmalarda istenen fibere göre çok çeşitli şekillerde toplayıcılar kullanılmıştır. Ancak çoğunlukla düz plakalar, ızgara veya çerçeveler

kullanılmaktadır. Şekil 1.11.'de gösterilen, bir parça alüminyum folyo sarılmış metal düz bir plaka, toplayıcı olarak kullanılmıştır.



Şekil 1.11. Toplayıcı (topraklanmış)



Şekil 1.12. Çeşitli toplayıcı şekilleri

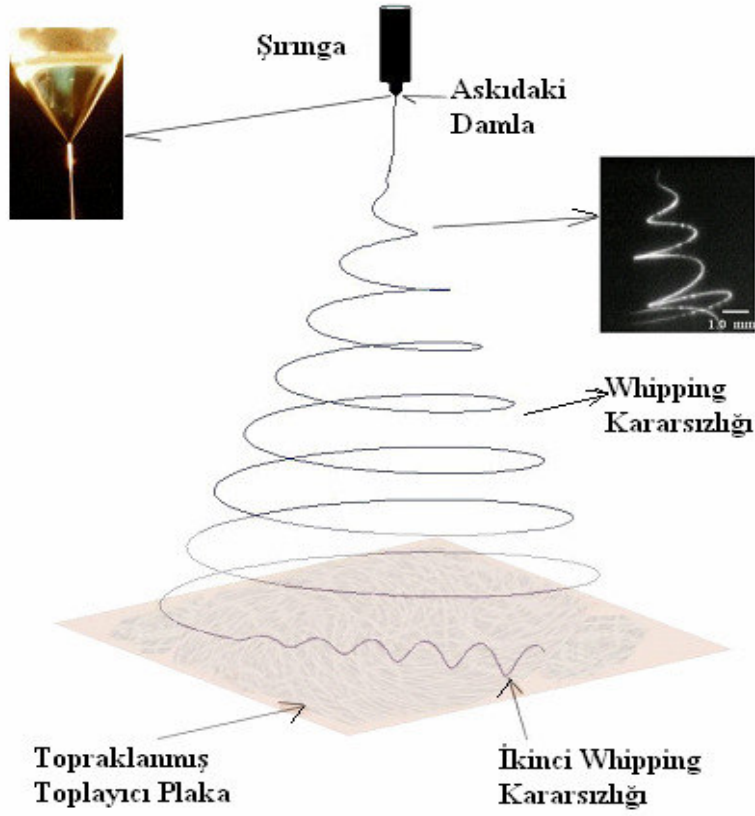
Yapılan bazı deneylerde kullanılan farklı toplayıcı düzenekleri şekil 1.12.'de gösterilmiştir. Kullanılan toplayıcının besleme ünitesine olan uzaklığı oluşan fiberin çapını değiştirmektedir. İstenilen boyutta fiber eldesi için toplayıcı uygun uzaklığa ayarlanmalıdır.

1.5.2. Elektrospınleme Tekniğinin Uygulanması

Elektrospınleme tekniği polimer esaslı nanofiber eldesi için en etkili tekniklerden birisidir. Teknik uygulanırken önce polimer uygun bir çözücüde çözülür veya eriyik halde kullanılır. Çözelti içinde küçük bir delik bulunan besleme ünitesi olarak kullanılan kaba dökülür. Daha sonra besleme ünitesi ile toplayıcı arasında uygun bir değerde voltaj uygulanır. Besleme ünitesinin ucunda polimer damlası yüzey geriliminden dolayı küresel biçimde durur. Uygulanan gerilim kritik bir değere ulaştığında yüzey gerilimi ve elektrostatik kuvvetler eşitlenir. Bu durumda damlacığın küresel hali değişir ve koni şekline dönüşür. Bu koniye 'Taylor konisi' denir. Taylor yaptığı çalışmalarda oluşan koninin açısını da ölçmüştür (Yarin ve ark. 2001).

Koni halindeki damlacık daha sonra voltaj arttıkça jet haline döner ve toplayıcıya doğru fıskırır. Besleme ünitesi ucundan fıskıran jet bir süre sonra kararsızlık hali gösterir.

Shin ve ark. (2001) jette bu kararsızlık durumlarını, üç farklı kararsızlık durumu olarak açıklamışlar ve matematiksel olarak modellemişlerdir. Jette en fazla görülen kararsızlık hali 'Whipping' kararsızlığıdır. Bu durum şekil 1.13.'te gösterilmiştir. Whipping kararsızlığı, jet yüzeyindeki yüklerin karşılıklı olarak birbirini itmesi nedeniyle oluşur ve toplayıcı yüzeyine yaklaşıldığında bu nedenle ana jetten ayrılan küçük jetler oluşur. Jet yeterince incelmediğinde ise ikinci Whipping kararsızlığı oluşur.



Şekil 1.13. Whipping kararsızlığı

Elektrospin işleminde birincisi damlanın kararlılığını bozup jet oluşumuna yardım eden, ikincisi sıvının akmasını engelleyerek damlanın sabitlenmesine neden olan birbirini dengeleyen iki kuvvet vardır. Bu kuvvetler neticesinde jet incelerek fiber halinde toplayıcı yüzeyinde birikir. Başlangıçta kullanılan çok az kütlede polimerden maksimum büyüklükte yüzey alanına sahip fiberler böylece oluşmuş olur. Ve oluşan fiberlerin karakterizasyonu taramalı elektron mikroskobu (SEM) ile yapılır.

1.5.3. Elektrospınleme Tekniđine Etki Eden Faktörler

Bu teknik ile farklı yapılar da fiberler elde etmek mümkündür. Bunun için işleme etki eden faktörler amaca göre ayarlanabilir. İstenen özellikte fiber eldesi için işleme etki eden bu faktörlerin kontrol edilebilmesi gerekmektedir. Bu faktörler genel olarak üç başlık altında toplanabilir:

- Çözelti deđişkenleri: Kullanılan polimerin yapısı, moleköl ađırlığı, çözeltinin viskozitesi, konsantrasyonu, iletkenliđi, yüzey gerilimi gibi özellikler.
- İşlem deđişkenleri: Uygulanan voltaj, besleme ünitesinden polimerin akış hızı, toplayıcı ile besleme ünitesi arasındaki mesafe, toplayıcının hareketi gibi özellikler.
- Çevresel deđişkenler: Sıcaklık, bađıl nem, vakum gibi deđişkenler.

Çözelti deđişkenleri olarak en önemli özelliklerden biri viskozitedir. Polimerin konsantrasyonundaki deđişim çözeltinin viskozitesini deđiştirir. Çözelti viskozitesi fiberin çapını etkilemektedir. Yapılan çalışmalara göre kullanılan çözelti viskozitesi yüksek olduđunda fiber oluşumu gerçekleşmez, besleme ünitesinden polimerin akışı zorlaşır. Viskozitesi düşük olduđunda gerekli yüzey gerilimi sağlanamaz ve fiberler üzerinde boncuk oluşumu (toplayıcı üzerine çözelti sıçraması) gözlenir (Chun 2005).

İşlem deđişkenlerinden gerilim etkisini diđer parametreleri sabit tutarak Deitzel ve ark. (2001) yaptıđı deneylerde incelemiřlerdir. Voltaj artmasıyla oluşan fiberin çapı belli bir noktaya kadar azalırken, voltajın daha fazla artışıyla fiber çapı artma göstermiştir. Bunun nedeni artan voltajdan dolayı fazla polimer çıkışıdır. Ayrıca belli bir noktadan sonra voltaj artışı fiberler üzerinde boncuk oluşmasına da neden olmuřtur.

Toplayıcı ile besleme ünitesi arasındaki mesafe de elektrospın tekniđine etki eden faktörler arasındadır. Yapılan çalışmalarda bu mesafe arttıkça fiber çapının azaldığı, azaldıkça fiber üzerinde boncuk oluştuđu gözlenmiştir.

2. KAYNAK ARAŞTIRMASI

Elektrospınleme yeni bir teknik deęildir. Bu teknik 1600'lü yıllarda, William Gilbert'in manyetizma üzerine çalıřmalarını sürdürürken tesadüfi bir şekilde elektro-manyetizmanın sıvılar üzerine etkisini gözlemlemesiyle ortaya çıkmıřtır. Çalıřmasında bir su damlasının elektriksel olarak kuru bir yüzeyden belli bir mesafede, bir koni biçiminde çekildiđini vurgulamıřtır. İřte bu elektro püskürme ve elektrospınleme işleminin tarihinin bařladıđı noktadır (Kataphınan 2004). Sonraki yıllarda elektrospınleme işleminin farklı yönleri üzerine birçok araştırma yapılmıřtır.

Rayleigh (1882), elektrik yüküne sahip damlaların elektrospınleme sırasında gösterdiđi düzensiz hareketler üzerinde çalıřmıřtır. Rayleigh yalıtılmıř bir yüklü damlacıđın kararlılıđı üzerine teorik bir çalıřma yapmıřtır. Çalıřmasında yükün, kararlılıđını sađlayan yüzey geriliminin üstünde bir deđer aldıđında damlacıđın kararsız bir hale geldiđini ve parçalanmanın gerçekteřtiđini tahmin etmiřtir. Elde ettiđi sonuçlara göre, damla üzerine etkiyen iki kuvvetten biri elektrik kuvveti, diđerisi ise elektrik kuvvetine tam zıt yönde damlayı etkileyen yüzey gerilimi kuvvetidir.

Zeleny 1914 yılında damla ucundaki elektrik yük yoğunluđunu basınçlı sıvı kolonunun yüksekliđine bakarak tespit etmiřtir. Ayrıca, Zeleny damla ucunda meydana gelen deformasyonları incelemiř ve 1915 yılında damladan jete geçiř durumunu inceleyerek Lord Rayleigh ile aynı sonuçları elde etmiřtir (Chun 2005). 1917 yılında ise Zeleny, ilk defa elektriklenmiř sıvı yüzeylerinin hızlı elektro-hidrokinamik çarpmasını gözlemlemiřtir. Gözleminin sonucunda oluřan spreyn çözücünün yapısının, yüksek voltajın ve borunun ucundaki sıvı basıncının bir fonksiyonu olduđunu belirlemiřtir (Marginean ve ark. 2004)

Elektrospınleme tekniđi ile fiber üretimi hakkındaki ilk patent 1934 yılında Anton Formhals (US Patent, 1-975-504) tarafından alınmıřtır. Formhals polimer fiberlerin üretimi için elektrostatik kuvvetin kullanıldıđı bir sistem geliřtirdi. Selüloz asetatın, etilen glikolde çözünmesiyle hazırlanan polimer çözeltilisi elektrik alanına maruz bırakıldı. Elektrotlardan biri çözeltilinin içerisine konurken diđerisi de hareketli

bir toplayıcıya monte edildi. Zıt kutuplara sahip elektrotlar arasında yol alan polimer çözültüsünden fiberler elde edildi. Formhals patentinde gereken potansiyel farkın, polimerin moleküler ağırlığı ve viskozitesi gibi parametrelere bağlı olduğunu ifade etmiştir. Potansiyel fark olarak 5-10 kV (kilovolt) uygulamıştır. Hareketli toplayıcı plaka sayesinde fiberlerin tamamen kurumasına imkân tanımış ve plakaya yapışmamasını sağlayacak mesafe oluşturmuştur.

1940 yılında Formhals hareketli bir ana tabaka üzerine elektrostatik kuvvetler vasıtasıyla üretilen polimer fiberleri ve çoklu polimerden oluşmuş kompozit fiber tülbenti üreten bir sistemin patentini aldı (Subbiah ve ark. 2005).

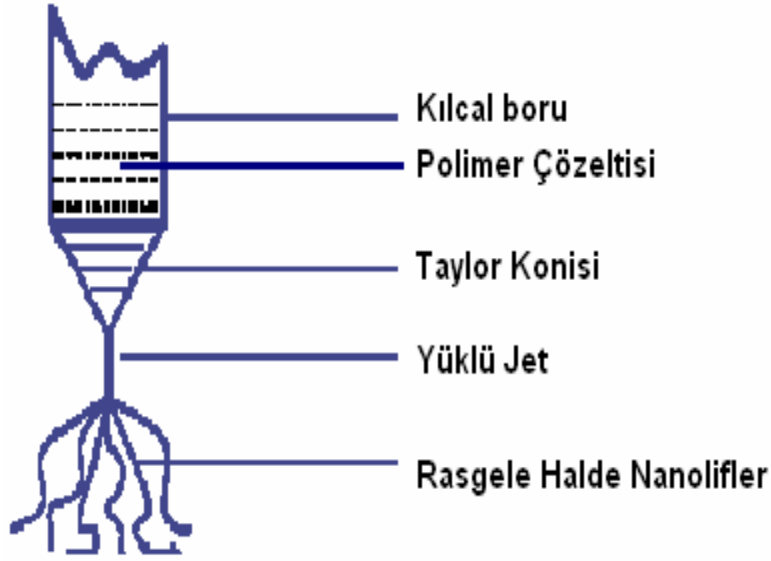
Gladding elektrospin ile daha iyi bir üretim yapabilmek amacıyla iki elektrot arasında oluşan fiberleri toplayan bir bant kullanarak yeni bir sistem geliştirdi.

Wilson ve ark. gerilim uygulanan plaka üzerine yerleştirilmiş sabun baloncununun hareketlerini incelemiş ve denge denklemleri hesaplamışlardır (Chun, 2005). Macky çapları 0.085-0.26 cm arasında değişen su damlalarının elektrik alan içerisindeki davranışlarını incelediği deneyinde Wilson'unkine benzer sonuçlar elde etmiştir (Chun 2005).

Vonnegut ve Neubauer (1952), yaptıkları çalışmada tasarladıkları elektronik fiskiye ile çapları yaklaşık 0.1 mm olan elektrikle yüklü damlalar elde etmeyi başardılar.

Drozin deneylerinde kullandığı birçok sıvı üzerine 0-12 kV aralığında yüksek gerilim uygulayarak jet oluşumunu gözlemlemiştir. Wachtel ve ark. elektrostatik yöntemi kullanarak çapları 0.5 ve 1.6 mikron arasında değişen emülsiyon damlacıkları elde etmişlerdi (Chun, 2005).

Taylor yaptığı birçok çalışma sonucu 1960'lı yıllarda elektriklelenmiş sıvıların temel teorik prensiplerini açıklamıştır (Hohman ve ark. 2001). Bu çalışmalarda gözlemlediği ara yüzeyde oluşan koni şekline 'Taylor konisi' demiş ve koninin oluşumu üzerine denklemler hesaplamıştır. Deneyinde kullanılan sıvı elektrik alan içerisinde yüklenir ve karşılıklı yüklerin birbirini itmesi ile dış kuvvet oluşur. Elektriksel kuvvet yüzey gerilimine eşit olduğunda sıvı ucundaki damlacık koni şeklini alır. Koni şeklindeki damlacıktaki fazla yükler ucundaki jetten çıkar. Bu Taylor'a göre kararsızlık halidir ve rasgele fiber oluşumu ile sonuçlanır.



Şekil 2.1. Taylor konisi oluşumu ve liflerin dağılımı

Kullanılan viskoz polimer çözeltinin uygulanan elektriksel kuvvetlerin karşısında yüzey kıvrımlılığı değişmektedir. Bu sırada elektriksel kuvvete karşı koyan tek kuvvet sıvı ucundaki yüzey gerilimidir. Ve koni ucundaki fiber oluşumundan önceki maksimum kararsızlık halindeki kritik voltaj (V_c) değerinin denklemi, Taylor (1969) tarafından verilmiştir.

$$V_c^2 = 4(H^2/L^2) \times (\ln(2L/R) - 1.5) \times (1.3\pi RT) \times (0.09)$$

Denklemden ;

H: elektrotlar arası mesafe (cm),

L: kılcal borunun uzunluğu (cm),

R: kılcal borunun yarı çapı (cm) ve

T: yüzey gerilimi (dyne/cm) dir.

Simon 1966'da ürettiği yeni makinenin patentini aldı ve yaptığı deneyler sonucunda düşük viskoziteli çözeltilerden daha kısa ve ince fiberler üretirken, daha

yüksek viskoziteye sahip çözeltilerden daha uzun fiberler elde edildiğini bulmuştur (Huang, ve ark. 2003).

Baumgarten (1971), akrilik polimerinden elektrospin yöntemiyle sürekli bir şekilde fiber üreten bir cihaz geliştirmiştir. 1970'lerin sonunda Baumgarten elektrospin yöntemiyle üretilen fiberleri, kurduğu deney düzeneğinde yüksek hızda fotoğraflama tekniği kullanarak görüntülemeyi başarmıştır. Ve deneyinde uygulanan elektrik alan ile jet çapının değişimini incelemiştir. Elde ettiği sonuçlara göre uygulanan elektrik alan şiddeti belli bir seviyede iken jet çapı minimuma ulaşmış ve elektrik alan şiddeti arttıkça jetin çapı da artmıştır. Çünkü elektrostatik kuvvetten dolayı kılcal boru içindeki polimer daha fazla çekilmiş, böylece polimer besleme oranı artmıştır (Wang ve ark. 2005).

Martin ve ark., 1977'de organik polimerlerden tıbbi amaçlı kullanılacak fiberler elde ettiler. Öyle ki elde edilen fiber ağı sargı bezi olarak kullanıldığında çok ince olduğu için oksijen ve su buharı geçişine olanak sağlıyor, ayrıca sahip olduğu ince boşluklar ve geniş yüzey alanı sayesinde uygulanan yaradaki pıhtılaşmayı kolaylaştırıyordu (Mohan 2002).

Simm ve ark., 1978'de elektrospinleme ile elde ettikleri fiberleri hava filtresinde kullanmışlardır. Amaç ise fiberlerin sahip olduğu elektriksel yüklerin yine yüklü toz parçacıklarını çekebilme özelliğini kullanarak filtreleme yapmaktır (Chun, 2005).

Lorrand ve Manley (1981), polietilen ve polipropilen gibi çabuk kristalleşebilen termoplastik polimerlerin elektrik alan kuvvetleri altında çekimi ile, bu polimerlerin sürekli fiber eldesi üzerine çalışmışlardır.

Bornat, 1982'de bir silindir üzerine takılıp sökülebilir bir tabaka sararak oluşturduğu mekanizmayı elektrospinlemede kullanmıştır. Bornat, bu işlemde poliüretanın kullanılmasıyla elde edilen tüp yapılarının suni kan damarı ve idrar kanalı olarak kullanılabilmesini iddia etmiştir. Ve 1982' de patent almıştır (Mohan, 2002). 1985 yılında ise, How poliüretandan sentetik damar üretimi için bir proses tanımlamış ve patentini almıştır (Mohan 2002).

1990'lı yılların ortalarına doğru Reneker ve grubunun elektrospinleme işlemi üzerine çalışmaya başlamasıyla birçok araştırmacı da bu konu üzerine yoğunlaştı. Bu

tarihten sonra nanoteknoloji alanında yapılan çalışmalar, yayınlanan makaleler ve tezler giderek artmıştır.

Naylon 6 üstün mekanik özelliklerinden dolayı laboratuvar çalışmalarında daima ilgi çekici olmuştur. Murthy ve ark. (1985) naylon 6 ve borik asit çözeltisini şırınga içine koyarak akış hızı ayarlanabilir bir pompa düzeneği ile spinlemiştir. Aoki ve Ishii (1970) ve Reneker ve Chun (1996)'de polimerlerle elektrospinleme çalışmaları yapan araştırmacılardandır. Fong ve ark. (2002) ve arkadaşları, naylon 6'nın elektrospinlenmesi üzerine deneyler yapmışlardır. Ryu ve ark. (2003) ve ekibinin yaptığı çalışmalarda da farklı konsantrasyonlarda hazırlanan naylon 6 çözeltilerinden elde edilen fiberlerin karakterizasyonu yapılmıştır.

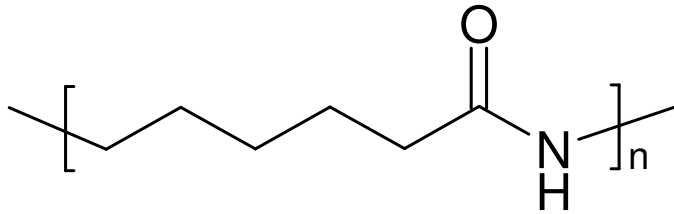
3. MATERYAL VE METOT

3.1. Kullanılan Kimyasal Maddeler

Deneysel çalışmalarda üç temel kimyasal madde kullanılmıştır. Bunlar naylon 6 polimeri, borik asit ve formik asittir.

3.1.1. Naylon 6

Naylon 6 kondensasyon polimerizasyonu ile elde edilen bir poliamidtir. Endüstriyel bir polimerdir. Bütün plastik temelli ürünler dahil çok fazla kullanım alanına sahiptir. Naylon 6 bileşiğin ticari ismidir. Kimyasal formülü $((CH_2)_5CONH)_n$ 'dir. "n" polimerdeki birim sayısını göstermektedir. Molekül ağırlığı $113 \times n$ gramdır. Kristal yapılı bir polimerdir. Erime sıcaklığı $223 \text{ }^\circ\text{C}$ 'tır. Bu deneyde Merck'ten temin edilen naylon 6 polimeri kullanılmıştır. Naylon 6 polimerinin bağ yapısı aşağıdaki şekilde gösterilmiştir.



Şekil 3.1. Naylon 6 polimerinin bağ yapısı

3.1.2. Formik Asit

Deneyde metanoik asit olarak da isimlendirilen formik asit (Riedel-de haen, %98) kullanılmıştır. Formik asit, HCOOH, tek karbonlu karboksilik asittir. Formik asitin molekül ağırlığı 46 g/mol ve yoğunluğu 1.22 g/ml'dir.

3.1.3. Borik Asit

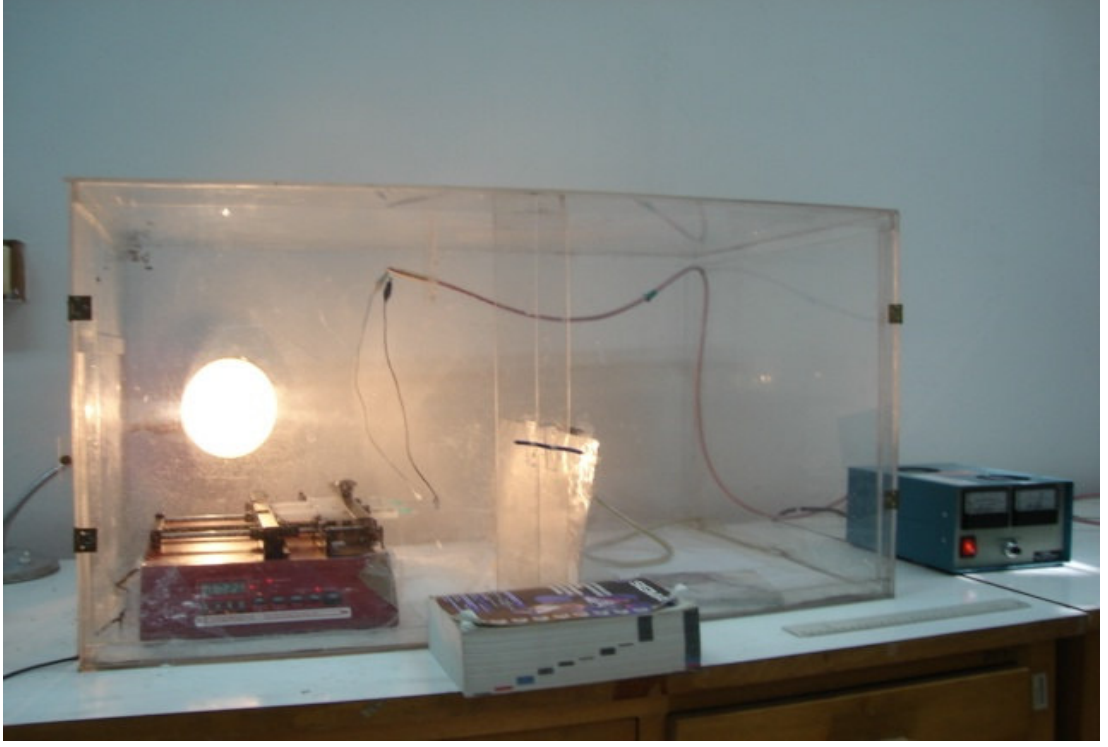
Deneyde borik asit (Merck, % 99.5) kullanılmıştır. Borik asit, elementel borun oksiasiti olup, H₃BO₃ formülüne sahip ve molekül ağırlığı 61.83 g/mol'dur.

3.2. Deney Düzenegi

Bu çalışma için literatürdeki çalışmalar baz alınarak uygun deney düzenegi kullanıldı. Deney düzenegi Orta Doğu Teknik Üniversitesi Kimya Mühendisliği laboratuvarında tasarlanan elektrospinleme cihazıdır. Şekil 3.2. çalışmada kullanılan elektrospin düzenegine aittir.

Kullanılan düzenekte elektrospin işlemi için gerekli üç ana eleman mevcuttur:

- Yüksek voltaj güç kaynağı
- Besleme ünitesi
- Toplayıcı



Şekil 3.2. Elektroselin düzeneđi

3.2.1. Yüksek Voltaj Güç Kaynađı

Yapılan deneylerde Gamma ES 30P-20W/DAM marka 30 kV'a kadar voltaj uygulayabilen güç kaynađı kullanılmıřtır. Cihazda kademesiz olarak voltaj ayarlama imkanı vardır. Cihazın voltaj uygulaması esnasında pozitif ve negatif uçlarının toplayıcı ve besleme ünitesi ile temasları yapılarak polimerin fiber haline dönüşmesi sağlanmıřtır. Deneyde kullanılan yüksek voltaj güç kaynađı řekil 1.9.'da gösterilmiřtir.

3.2.2. Besleme Ünitesi

Bu çalışmada besleme ünitesi olarak şırınga (10 ml'lik) kullanılmıştır. Şırıngalar düzeneğe ikili veya üçlü yerleştirilerek çoklu besleme ünitesi oluşturulmuştur. Şırıngalar belli sürede belirli miktarda polimer akışını sağlayan pompa cihazına takılarak deney yapılmıştır. Deneyde kullanılan besleme ünitesi şekil 1.8.'de gösterilmiştir.

3.2.3. Toplayıcı

Toplayıcı olarak alüminyum folyo sarılmış bir metal yüzeyi kullanılmıştır. Kullanılan toplayıcı şekil 1.11.'de gösterilmiştir.

3.3. Metotlar

Deneyde önce naylon 6'dan incelenecek farklı çözeltiler hazırlanmıştır. Hazırlanan çözeltilerden yukarıda görülen elektrospin düzeneği kullanılarak nanofiberler elde edilmiştir. Fiberlerin morfolojisi taramalı elektron mikroskobu (SEM) ve atomik kuvvet mikroskobu (AFM) ile gözlenmiştir. Fiberlerin yapısı Fourier dönüşümlü kızıl ötesi spektrumu (FTIR) ile karakterize edilmiştir. Fiberlerin termal özellikleri diferansiyel taramalı kalorimetre (DSC) kullanılarak ölçülmüştür. Ayrıca hazırlanan çözeltilerin iletkenlikleri de ölçülmüştür.

4. DENEYSEL BÖLÜM

4.1 Çalışmanın Amacı

Bu çalışmanın öncelikli amacı; elektrospınleme metodunu kullanarak naylon 6 polimerlerinden nanofiber üretmek ve üretilen nanofiberlerin yapısal ve mekanik özellikleri çeşitli teknikler kullanılarak incelemektir.

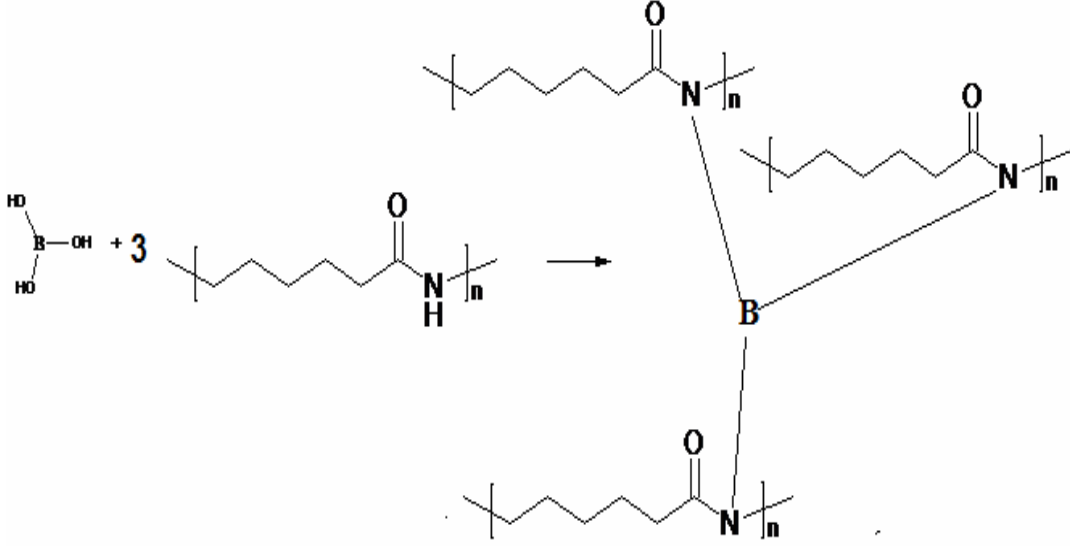
Bu çalışmada hedeflenen diğer amaç ise; elektrospınleme yöntemindeki çözelti ve işlem değişkenlerini irdeleyip, sonuçlarını inceleyerek en optimum çözelti ve işlem değişkenlerini belirlemektir.

4.2. Çözelti Hazırlama

Naylon 6'nın çeşitli formlarda formik asit ve borik asitle çözeltileri hazırlandı. Katı naylon 6 için formik asit çözücü olarak kullanıldı. Formik asit kullanmanın sebebi spinleme için uygun viskozitede çözelti hazırlayabilmek ve formik asitin uçucu özelliğe olmasından dolayı fiber oluşumunu kolaylaştırmaktı. Ayrıca çözeltiye borik asit ilave edilmiştir. Bunun amacı ise ilave edilen borik asit ile naylon 6'nın reaksiyonunu sağlamak ve bor ilavesinin fibere kattığı özellikleri incelemektir.

Borik asitin çözelti içinde naylon 6'nın azot grupları ile reaksiyona girmesi beklenmektedir. Bu reaksiyonda üç fonksiyonlu borik asitte oksijenler ile naylon 6'nın amit gruplarındaki azot üzerinden çapraz bağlanma olacağı düşünülmektedir.

Buna göre tam verimle (% 100) bağlanma durumu için 1 mol borik asitteki 3 bağlanma noktası için 3 mol naylon 6 gerekmektedir.



Şekil 4.1. Naylon 6 ile borik asitin çapraz bağlanması

1 mol naylon 6 polimeri $113 \times n$ gramdır. 1 mol borik asit ise 61.83 gramdır. Çözelti hazırlarken yapılan kütle hesapları naylon 6 ile borik asitin bağlanma durumlarına göre düşünülmüştür.

Naylon 6 ile borik asit arasında oluşabilecek reaksiyon şekil 4.1.'de bağlanma noktaları ile gösterilmiştir.

4.2.1. % 0'lık çözelti:

İlk çözeltide % 0 durumu hiç borik asit ilavesi olmadığını ifade etmektedir. İlk çözelti bor ilaveli çözeltilerle karşılaştırma yapabilmek ve bor katkısı ile oluşabilecek durumları gözlemleyebilmek amaçlı hazırlanmıştır.

Çözelti hazırlanırken 5 gram naylon 6 ile çözücü olarak 25 ml formik asit karıştırılmış ve bir gece bekletilmiştir. Daha sonra iki saat karıştırıcıda tutularak kristal halindeki naylon 6'nın tam olarak çözünmesi sağlanmıştır.

4.2.2. % 100'lük çözelti:

Bu çözelti naylon 6 ile borik asitin tam verimle çapraz bağlanacağı durum düşünülerek hazırlanmıştır. Buna göre 1 mol borik asit (61.83 g) için 3 mol naylon 6 (339×n g) gerekmektedir. Buna göre 5 gram olarak kullanılacak naylon 6 için yaklaşık 1 gram borik asit kullanılmıştır.

Çözelti hazırlanırken çözücü olarak 25 ml formik asit 5 g naylon 6 ile 1 g borik asite ilave edilmiş, bir gece bekletilip daha sonra karıştırıcı ile iyice çözünmeleri sağlanmıştır.

4.2.3. %20'lik çözelti:

Bu çözelti naylon 6 ile borik asitin çapraz bağlanma veriminin % 20 olacağı düşünülerek hazırlanmıştır. Bunun için 5 gram naylon 6 için 0.2 gram borik asit gerekeceği hesaplanmıştır. Çözücü olarak aynı miktarda yani 25 ml formik asit ilave edilmiş ve aynı yöntemle çözelti hazırlanmıştır.

4.2.4. %50'lik çözelti:

Bu çözelti naylon 6 ile borik asitin çapraz bağlanma veriminin % 50 olacağı düşünülerek hazırlanmıştır. Bunun için 5 gram naylon 6 için 0.5 gram borik asit gerekeceği hesaplanmıştır. 25 ml formik asit ilavesi ile aynı yöntemle çözelti hazırlanmıştır.

4.2.5. % 60'lık ve %80'lik çözelti:

Bu çözeltilerde de 5 gram naylon 6'ya aynı hesaplamalar ile borik asit ilave edilmiştir. 25 ml formik asit çözücü olarak eklenip aynı yöntem kullanılarak hazırlanmıştır.

4.3. İletkenlik Ölçümü

Hazırlanan çözeltilerden % 0, % 20, % 50 ve % 100'lük olanların iletkenlikleri ölçülmüştür. Bu ölçüm için WTW Cond. 315i/set model cihaz kullanılmıştır.

Elektrospinleme işleminde iletken çözeltilerin kullanılması spinleme işlemi için daha uygun olmaktadır. Ölçümler oda sıcaklığında yapılmıştır. İletkenlik birimi mikrosiemens/cm ($\mu\text{S/cm}$) cinsinden verilmiştir. Çözeltiler için bulunan iletkenlik değerleri çizelge 4.1.'de gösterilmiştir. (Saf suyun iletkenliği $0.055 \mu\text{S/cm}$ 'dir.)

Çizelge 4.1. Çözeltilerin iletkenlik değerleri

Çözeltiler	İletkenlik $\mu\text{S/cm}$
% 0	4.96
% 20	4.69
% 50	4.24
% 100	4.02

4.4. Elektrospınleme işlemleri

Hazırlanan bütün çözeltilerden (% 0, % 20, % 50, % 60, % 80 ve % 100) elektrospınleme ile fiber elde edilmiştir. Bu çözeltiler ile elektrospınleme işleminde optimum şartları belirleyebilmek için birçok deney yapılmıştır. En fazla deney, bor ilavesinin hiç olmadığı % 0'lık ve en çok olduğu % 100'lük çözeltiler ile yapılmıştır. Yapılan birçok spınleme işlemine göre, besleme ünitesi ve toplayıcı arası en uygun uzaklık değeri 17 cm, en uygun voltaj değeri ise 20 kV olarak ayarlanmıştır.

Elde edilen fiberler 70 °C ısıya ayarlanan etüvde 12 saat bekletilmiştir. Böylece fiberlerde oluşabilecek nem alınmıştır.

Çözeltiye bor katkısının etkisi % 0, % 20, % 50 ve % 100 lük çözeltilerden elde edilen fiberlerle incelenmiştir.

Elektrospınleme işlemine etki eden değişkenlere bakmak için hazırlanan çözeltilerden herhangi biri baz alınarak kullanılabilir.

% 20'lik çözelti, toplayıcı ve besleme ünitesi arasındaki mesafe farklı değerlere ayarlanarak, fiber oluşumunda işlem değişkenlerinden uzaklık etkisini inceleyebilmek için kullanılmıştır. 10, 13, 15, 17 ve 20 cm'ye ayarlanarak beş kez spınleme yapılmıştır.

% 100'lük çözelti ile voltaj 15, 20, 25, 30 ve 35 kV'a ayarlanarak beş kez spınleme yapılmıştır. Amaç fiber oluşumunda işlem değişkenlerinden voltaj etkisini inceleyebilmektir.

% 0'lık çözeltilerden viskozitesi farklı iki çözelti daha hazırlanıp üç kez spınleme yapılmıştır. Amaç fiber oluşumunda çözelti değişkenlerinden viskozite etkisini inceleyebilmektir.

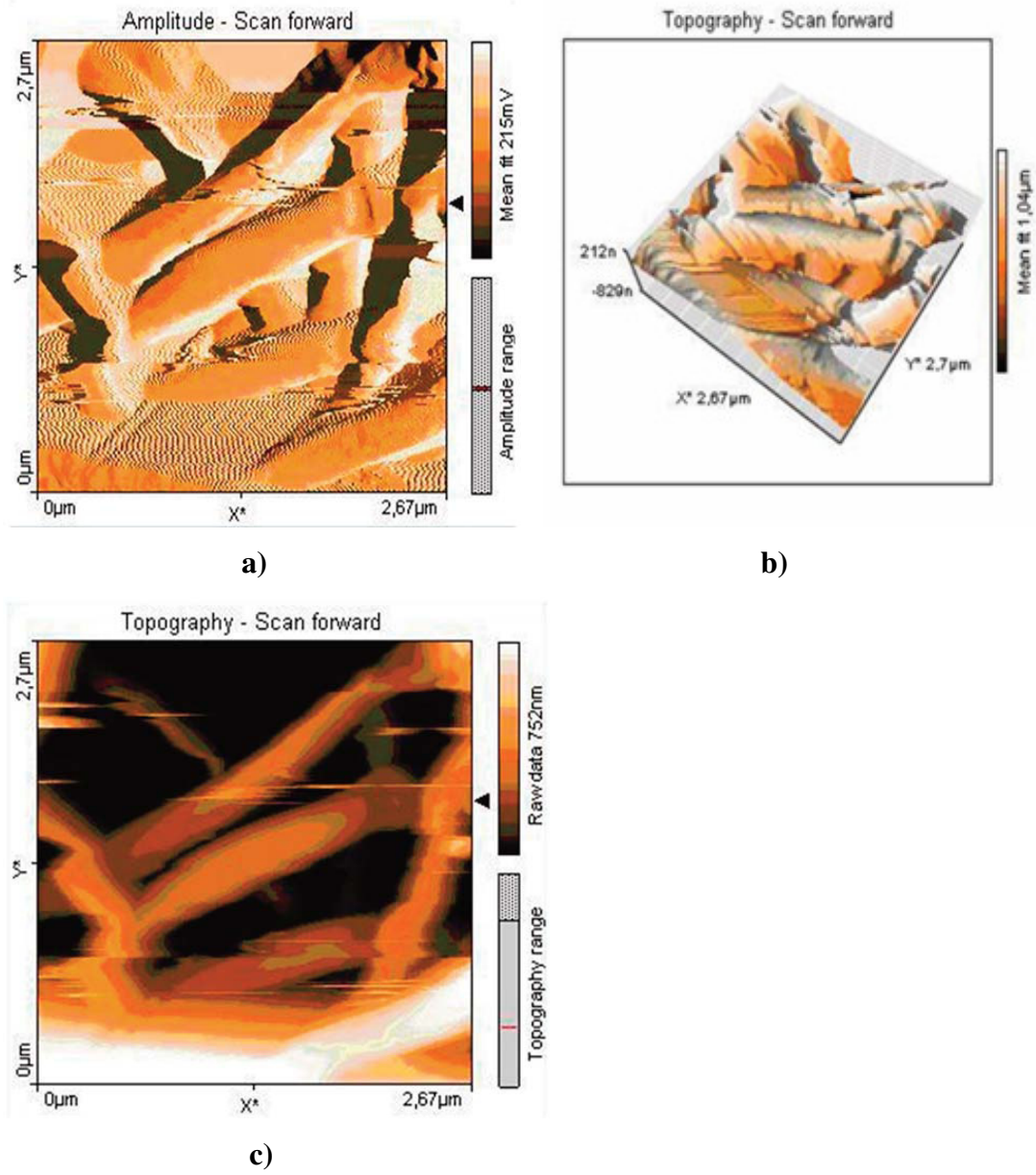
Elde edilen fiberlerin SEM, AFM, DSC ve FTIR'da görüntüleri alınmıştır.

5. ARAŞTIRMA SONUÇLARI VE TARTIŞMA

5.1. AFM Analizleri

Atomik kuvvet mikroskobu (AFM) bir yüzeyin nasıl olduğu hakkında bilgi sahibi olmamızı sağlar. AFM yüzeylerin topografik görüntülerini verebilmektedir. Şekil 1.4.'te ölçüm yapan kısmı gösterilen AFM cihazının çalışması, birkaç atom genişliğine kadar sivriltilen uç kısmının (tip), yüzey üzerinde gezdirilerek atom ve moleküllerin oluşturduğu tepe ve çukurları algılamasına dayanmaktadır. Uç kısmının yüzey üzerinde tarama yaparken, bükülmeler esnasında yüzey ile arasındaki kuvvet ölçülür ve bir bilgisayar yardımı ile kaydedilerek yüzeyin şekli bulunmuş olur.

Şekil 5.1.' de elektrospin sonucu elde edilen fiberin AFM görüntüsü vardır. AFM çalışmasında % 60 çapraz bağlanma düşünülen çözeltiden elde edilen fiberler kullanılmıştır. Elde edilen grafikten fiber çaplarının 100 ila 350 nm arasında olduğu gözlemlenmiştir.



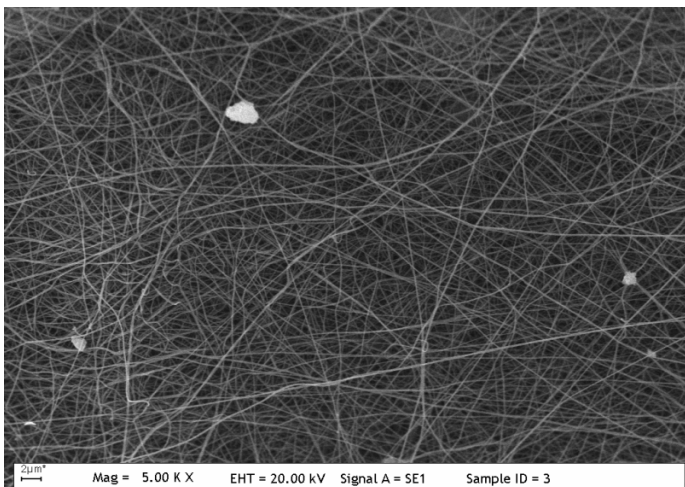
Şekil 5.1. % 60'lık çözeltiden elde edilen fiberlerin AFM görüntüleri

5.2. SEM Analizleri

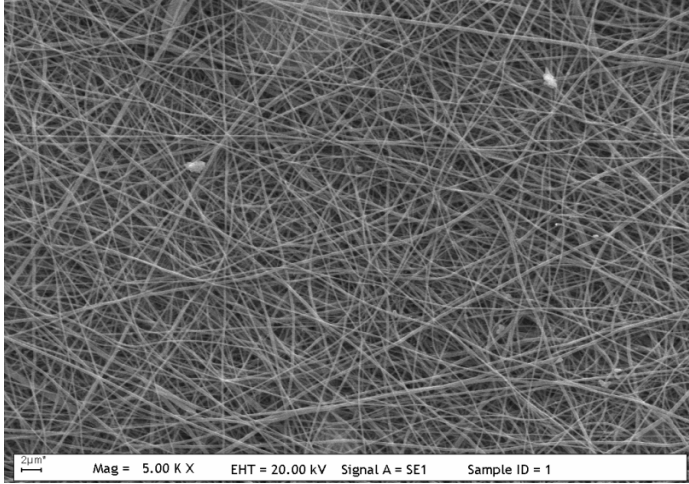
% 0, % 20, % 50 ve %100 çapraz bağlanma için hazırlanan çözeltilerden elde edilen dört farklı fiberin taramalı elektron mikroskopunda (SEM) görüntüleri alındı. Ve şekil 5.2' de gösterilmiştir.

SEM'de görüntü yüksek voltaj ile hızlandırılmış elektronların numune üzerine odaklanması, bu elektron demetinin numune yüzeyinde taratılması sırasında elektron ve numune atomları arasında oluşan çeşitli girişimler sonucunda meydana gelen etkilerin uygun algılayıcılarda toplanması ve sinyal güçlendiricilerden geçirildikten sonra bir katot ışınları tüpünün ekranına aktarılmasıyla elde edilir. Modern sistemlerde bu algılayıcılardan gelen sinyaller dijital sinyallere çevrilip bilgisayar ekranına verilmektedir. Metal olmayan numunelerin incelenmeden önce yüzeyleri iletkenliği sağlama açısından altın veya karbon ile kaplanmaktadır.

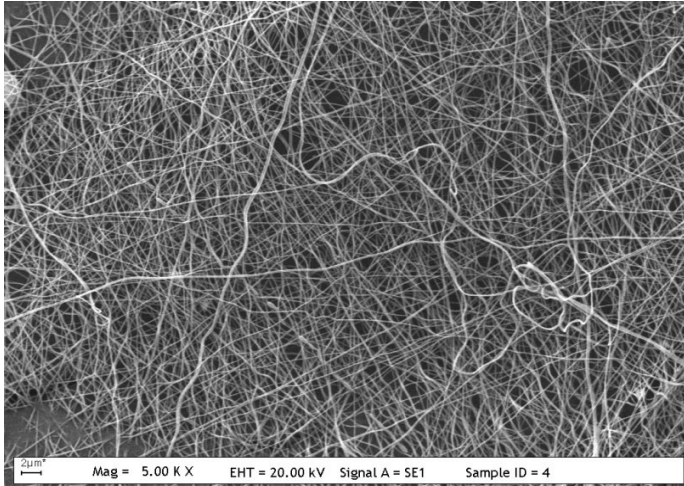
Fiberlere ait dört numunemizin yüzeyleri altın ile kaplanmıştır. Görüntüler JEOL JSM-5410 LV model mikroskop ile çekilmiştir. Ölçümler sonucu her bir numuneden elde edilen fiberlerin hemen hemen tek formda olduğu yani çaplarının birbirine yakın olduğu gözlenmiştir.



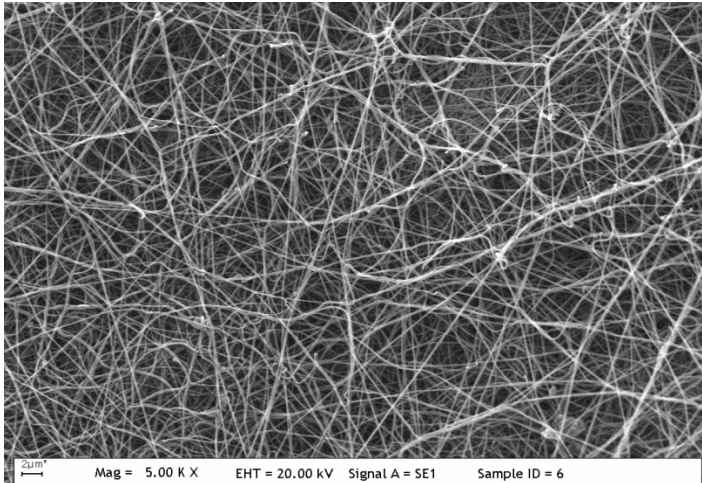
a) % 100



b) % 50



c) % 20



d) % 0

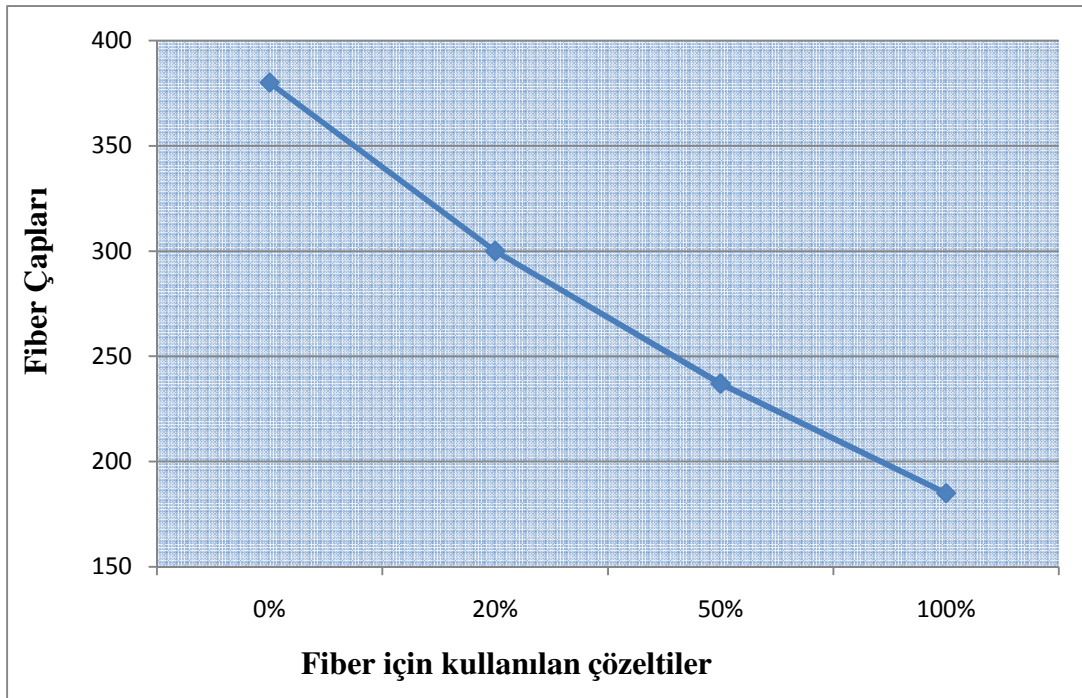
Şekil 5.2. a) % 100, b) % 50, c) % 20, d) % 0 çapraz bağlanma düşünülen çözeltilerden elde edilen fiberlerin SEM görüntüleri

5.2.1. Fiberlere Bor İlavesinin Etkisi

Borik asit olmayan çözelti ile (% 0) elde edilen fiberler ve borik asit ilavesinin giderek artırıldığı (% 20, % 50, % 100) diğer çözeltilerden elde edilen fiberlerin şekil 5.2’ de gösterilen SEM görüntüleri incelenmiştir.

Elde edilen görüntülerde fiberlerin çapları “image prosesing and analysis in JAVA” isimli dijital görüntü analizi programı vasıtasıyla ölçülmüştür.

Ölçümlerin sonucuna göre sadece naylon 6 ve formik asit ile hazırlanan çözültiden elde edilen fiberlerin diğer fiberlere göre en kalın çaplara sahip olduğu bulundu. Ancak borik asit ilavesi fiberlerin boyutlarının azalmasına neden olmuştur. Öyle ki, çözeltilerde borik asit ilavesi arttıkça (en fazla % 100 lük çözültide) fiber çapı azalmıştır. Buna göre borik asit ilavesi naylon 6 polimeri için elektrospinlemede fiber çapını azaltıcı bir etkidir. Fiberlerin ortalama çapları ile kullanılan çözeltiler grafiğe geçirildi. Ve şekil 5.3’te gösterildi.



Şekil 5.3. Dört farklı çözültiden elde edilen fiberlerin yaklaşık çapları

5.2.2. Fiberlere Besleme Ünitesi ve Toplayıcı Arasındaki Mesafenin Etkisi

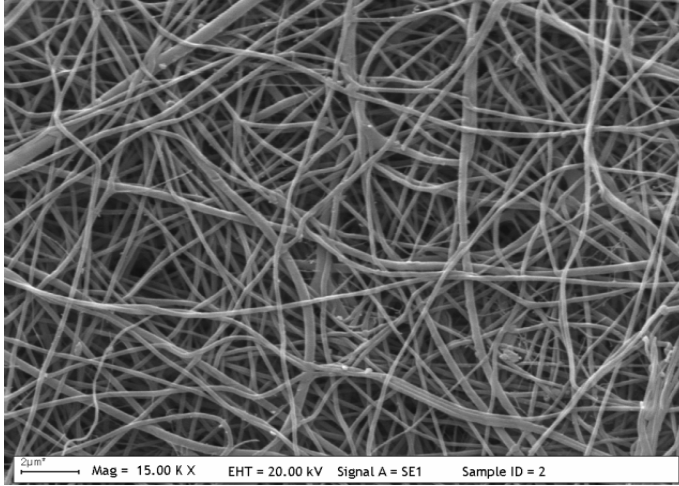
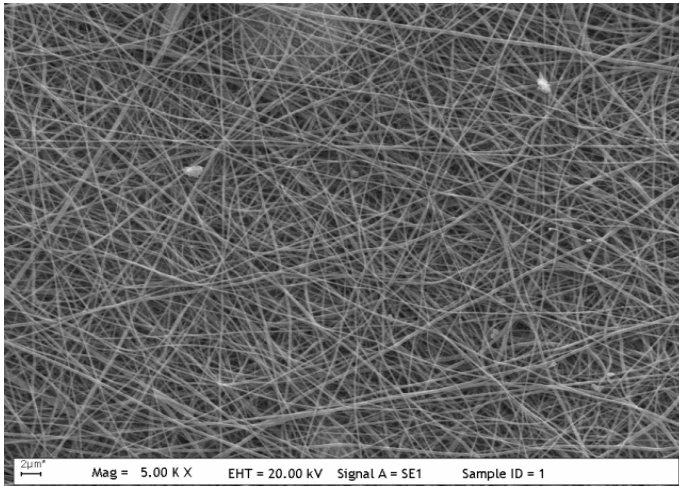
Çözeltilerden % 20 olanı besleme ünitesi ve toplayıcı arası mesafe 10,13,15,17 ve 20 cm'ye ayarlanarak (voltaj sabit 20 kV tutulup) beş kez spinlenmiştir.

Mesafe 10 cm'ye ayarlandığında spinleme işlemi olmamıştır. Deney esnasında çözelti fiber haline dönüşmeden toplayıcı üzerine sıçramıştır. Yakın mesafede 20 kV voltaj daha etkili olduğu için çözeltinin fibere dönüşümünü engellemiştir. Buna göre 20 kV voltaj için 13 cm altındaki uzaklıklarda fiber elde edilememiştir.

Mesafe 20 cm'ye ayarlandığında da spinleme işlemi uygun düzeyde olmamıştır. Çünkü bu uzaklıkta voltaj etkisi azalmaktadır. Bu ise fiber oluşmadan çözeltinin düzeneğin zeminine akmasına neden olmuştur.

Mesafe 13, 15 ve 17 cm'ye ayarlandığında spinleme işlemi gerçekleşmiştir. Bu deneyler sonucu elde edilen fiberler incelendiğinde optimum aralıkta mesafe en fazla iken (17 cm) fiber çapının en az olduğu bulunmuştur. Çünkü uzaklık arttığında sıringa ucundaki jetin fibere dönüşürken alacağı yol artmıştır. Bu artış ise polimer çözeltisindeki çözücünün daha rahat uçmasına ve böylece fiberin daha fazla incelmesine neden olmuştur. Mesafe en yakın olduğunda ise voltaj daha etkili olduğu için çözeltilerden fiber oluşmadan toplayıcı yüzeyine sıçramalar (boncuk hataları) olmuştur.

Çekilen SEM görüntülerinden 13 ve 17 cm mesafedeki spinlemelerden elde edilen fiberler şekil 5.4.'te gösterilmiştir. Elde edilen fiberlerden çekilen SEM görüntüleri sonucu uzaklık belli bir mesafeye kadar artırıldığında lif çapında azalma olduğu gözlenmiştir. Belli bir noktadan sonra artış ise voltaj etkisini azaltacağından fiber oluşumunu engellemektedir. Daha yakın mesafeye ayarlandığında ise polimer çözeltisinin, voltaj etkisi arttığından dolayı fiber oluşmadan toplayıcı yüzeyine damlacıklar haline sıçramasına yani boncuk oluşmasına neden olmuştur.

**a****b**

Şekil 5.4. %'20'lik çözeltinin **a)** 13cm de, **b)** 17cm de spinlenmesiyle elde edilen fiberlerin SEM görüntüleri

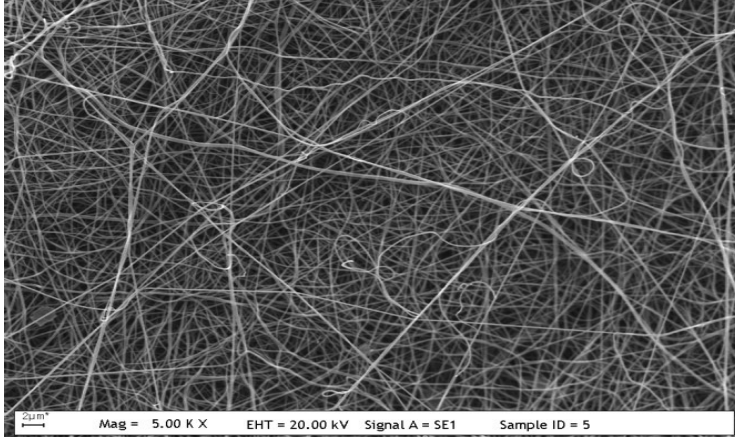
5.2.3. Fiberlere Voltaj Etkisi

Çözeltilerden % 100'lük olanı voltaj değeri 15, 20, 25, 30 ve 35 kV'a ayarlanarak beş kez spinlenmiştir. Spinleme esnasında besleme ünitesi ve toplayıcı arasındaki mesafe 17 cm'de sabit tutulmuştur.

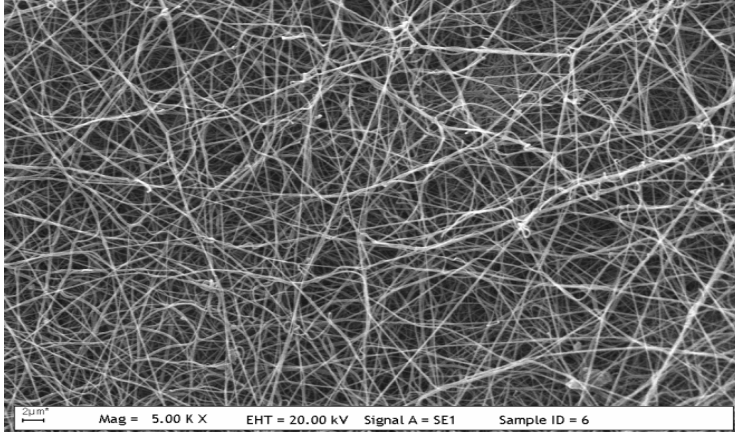
15 kV'ta yapılan spinlemede voltaj etkisi zayıf olduğu için çözeltinin bir kısmı fiber oluşmadan düzeneğin zeminine akmış, bir kısmı ise çözücü tam olarak uzaklaşmadan fiber oluşturmuştur.

35 kV'ta spinleme olmamıştır. Çünkü 17 cm'de 35 kV'luk bir voltaj çok etkili olmuştur. Bu ise çözeltinin fiber oluşmadan besleme ünitesi ucunda tıkanıklık yaparak akışını engellemiştir.

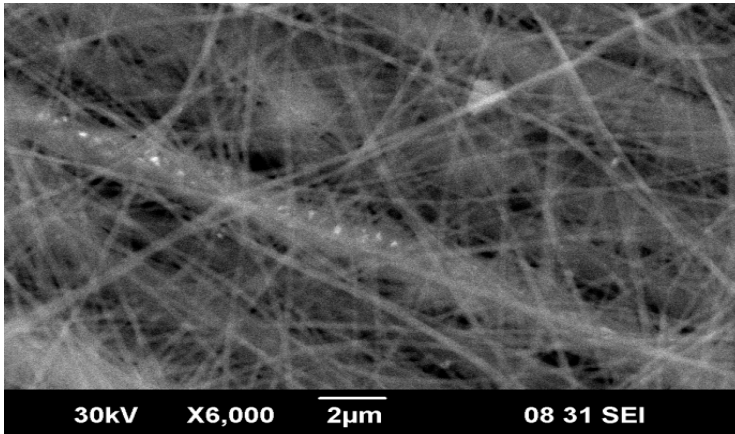
Voltaj 15 ve 30 kV aralığındaki değerlerde spinleme olmuştur. Bu aralıktaki spinlemeden elde edilen fiberin SEM görüntüleri alınarak şekil 5.5.'te gösterilmiştir. Belirlenen optimum aralıkta yapılan deneylere göre voltaj arttıkça (25, 30 kV) fiber çapı azalmıştır ancak toplayıcı üzerinde fiberler daha düzensiz toplanmış ve boncuk hataları gözlenmiştir. Voltaj azaldığında ise (15 kV) polimer çözeltisinden çözücünün tam olarak uzaklaşmadan fiber oluştuğu gözlenmiştir Buna göre naylon 6 çözeltisinden 17 cm mesafede en uygun 20 kV'ta fiber oluştuğu sonucuna ulaşılmıştır.



a) 20 kV



b) 25 kV



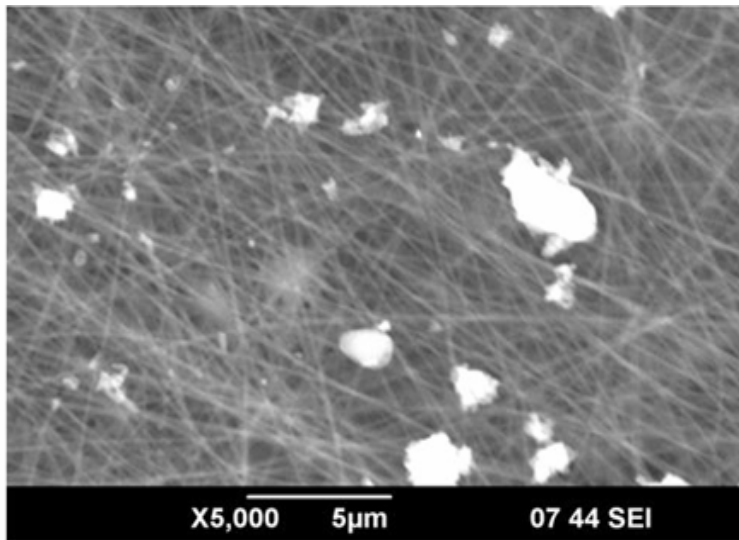
c) 30 kV

Şekil 5.5. % 100'lük çözeltinin a) 20 kV, b) 25 kV, c) 30 kV'ta spinlenmesi ile elde edilen fiberlerin SEM görüntüleri

5.2.4. Fiberlere Viskozite Etkisi

Elektrospınleme işleminde kullanılan çözeltinin viskozitesi önemli bir deęişkendir. Çözeltinin akışkanlığına göre fiber oluşmaktadır. Yapılan deneylerde naylon 6'nın 5 gramı ve 25 ml formik asit ile hazırlanan % 0'lık çözeltinin elektrospınleme işleminde uygun viskoziteye sahip olduęu görülmüştür. Viskozite etkisini görebilmek için formik asit miktarının artırılarak (35 ml) konsantrasyonun azaltıldıęı böylece viskozitenin de azaldıęı bir çözelti hazırlanmıştır. Ayrıca formik asit miktarı azaltılarak (15 ml) viskozitenin arttıęı bir çözelti hazırlanmıştır. Bu üç çözelti de dięer çözeltiler gibi 17 cm toplayıcı uzaklığında ve 20 kV'ta spinlenmiştir.

Yapılan deney sonucu viskozite azalmasının fiber oluşumu sırasında boncuk hatalarına neden olduęu gözlenmiştir. Şekil 5.6' da boncuk hataları net bir şekilde görülmektedir. Viskozite arttıęında ise çözelti akışı zorlaştıęı için besleme ünitesinin ucu sık sık tıkanarak fiber oluşmasını engellemiştir.



Şekil 5.6. Viskozitesi düşük çözeltiden elde edilen fiberlerin SEM görüntüleri

5.3. FT-IR Analizleri

Fourier dönüşümlü kızıl ötesi spektroskopisi kimyasal maddelerin yapılarının aydınlatılması için kullanılır. Tekniğin uygulanması madde üzerine gönderilen kızıl ötesi ışınların yapıdaki her bağın enerjisine göre belirli dalga boylarındaki ışığı absorbe etmesi ya da geçirmesine ve bu durumun ölçülmesine dayanır. Ölçümler sonucu spektrumlar elde edilir. Bir maddenin kızıl ötesi spektrumu, o maddenin en karakteristik özelliklerinden biridir.

Bu deneyde Bruker IFS 66/S (400-4000 cm^{-1}) model cihaz kullanılmıştır.

Kristal haldeki katı, saf naylon 6'nın IR'si, naylon 6 ile formik asitten hazırlanan borik asit koyulmamış % 0'luk çözeltinin IR'si ve bu çözeltinin spinlenmesi ile elde edilen fiberlerin IR'si çekilmiş ve şekil 5.7.'de gösterilmiştir.

Saf ve katı naylon 6'ya bakıldığında yaklaşık 1500 cm^{-1} ve 1700 cm^{-1} de polimer zincirinde bulunan karbonil (C=O) grubuna ve amit (NHR₂) grubuna ait pikler görülmektedir. Formik asitle çözdükten sonra oluşturulan çözeltinin IR'sine bakıldığında 3400 cm^{-1} de yayvan OH bandı görülmektedir. Yine çözeltilen kaynaqlanan 1100 cm^{-1} C-O eğilme bandını görmekteyiz. Bunun, çözelti içindeki formik asit moleküllerinin polimerle etkileşiminden ve bu etkileşim sonucu perdelemeler nedeniyle bazı piklerin görülmemesinden kaynaklandığı sanılmaktadır.

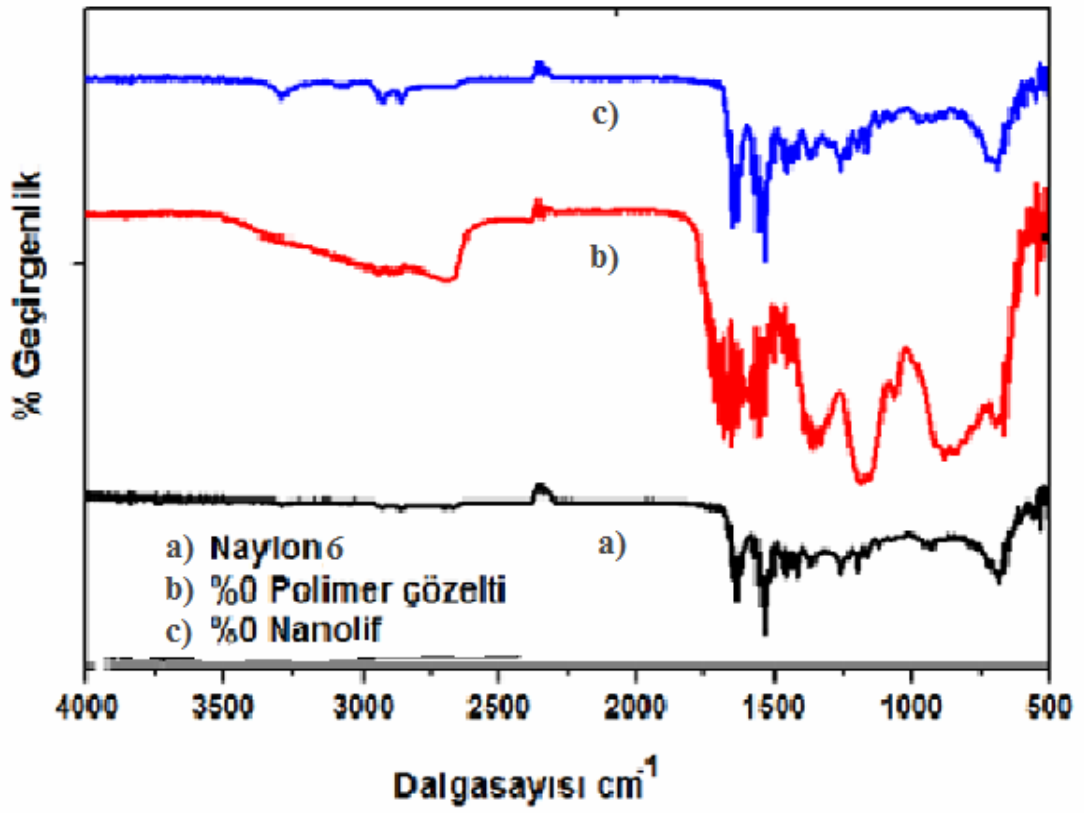
Elektrospinleme yöntemi çözelti halinin oluşturduğu tüm dezavantajları ortadan kaldırır. Polimer yapının hem çözücü içinde aktiflik göstermesi hem de çözücüsü spinleme sonucu uzaklaştığında da aktifliğini devam ettirme özelliğinin kazanılması, elektrospinleme yönteminin amaçladığı durumdur.

Spinleme sonrası oluşan fiberlerin ve spinlenmeden önce çözelti halinin IR'si alınan iki spektrumu karşılaştırdığımızda bu amacın yerine geldiğini rahatlıkla söyleyebiliriz. Nanofiberde 3400 cm^{-1} de ortamda formik asitten kaynaqlanan OH bantları olmadığından naylon 6'nın yapısındaki (NHR₂) amit grubu pik olarak gözlemlenmiştir.

Yine 3000 cm^{-1} nin altındaki ufak zayıf pikler polimer yapısındaki alifatik CH gruplarının varlığını bize söyler.

1600 cm^{-1} ve 1750 cm^{-1} deki iki pik naylon-6'da yapıda bulunan karbonillerin pikleridir. Biraz düşük alanda çıkmalarının nedeni amit grubunun indüktif etkisindedir.

1100 cm^{-1} civarında çıkan C-N tekli bağ eğilmesi piki karakteristik olarak nanofiber yapısında görülmektedir. Sonuç olarak bu spektrumlar elektrospin yönteminin çalışmamızdaki önemini göstermektedir.

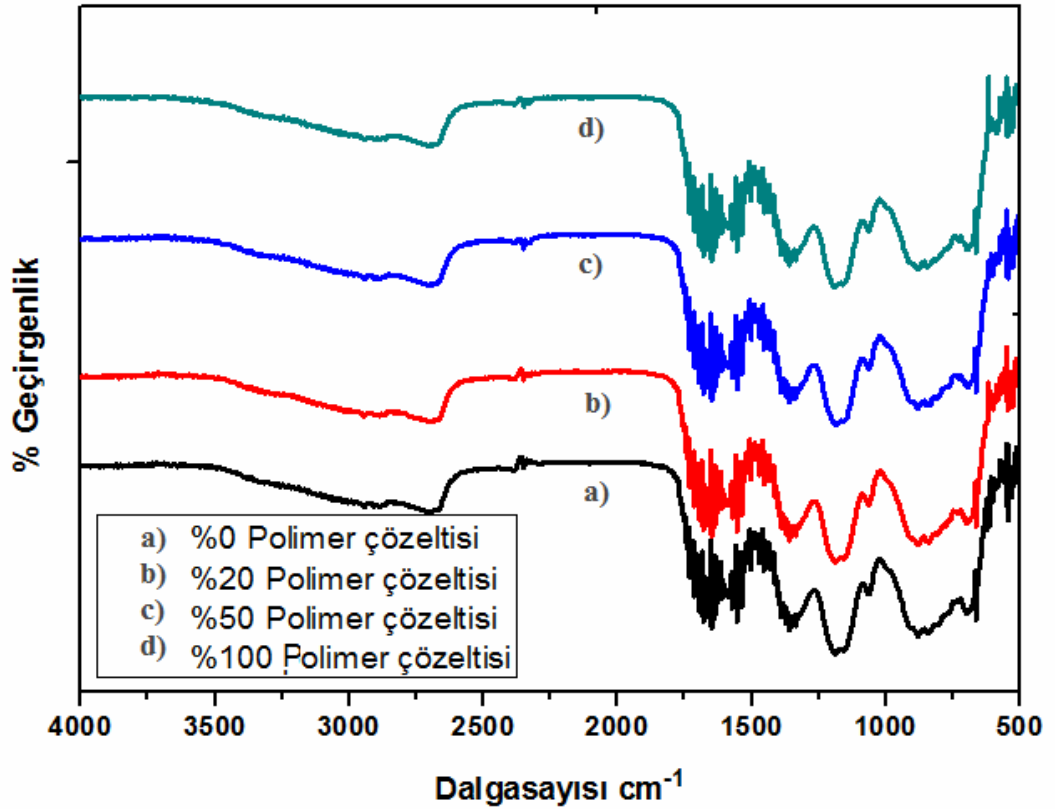


Şekil 5.7. Saf naylon-6, % 0'lık çözelti ve % 0'lık çözülden elde edilen fiberlerin FT-IR spektrumları

Naylon 6 ve borik asitin çapraz bağlanma yüzdelerine göre %0, %20, %50 ve %100 artan karışımlarla hazırlanan çözeltilerin de IR'si çekilmiş ve spektrumları şekil 5.8.'de gösterilmiştir.

Bu spektrumlara göre çözelti ortamından gelen formik asit moleküllerinden kaynaklanan yayvan OH bantları 3400 cm^{-1} civarında başlayıp 2700 cm^{-1} e kadar görülmektedir. Bu pikler yapıdaki NHR_2 gruplarının varlığını görmemizi engellemiştir. Diğer spektrumda çözeltilerden elektrospin yöntemiyle elde edilen nanofiberlerin IR'sine bakıldığında (Şekil 5.9.) yapıdaki formik asit moleküllerinin yok olduğunu ve böylece NHR_2 gruplarına ait piklerin net görüldüğünü söyleyebiliriz.

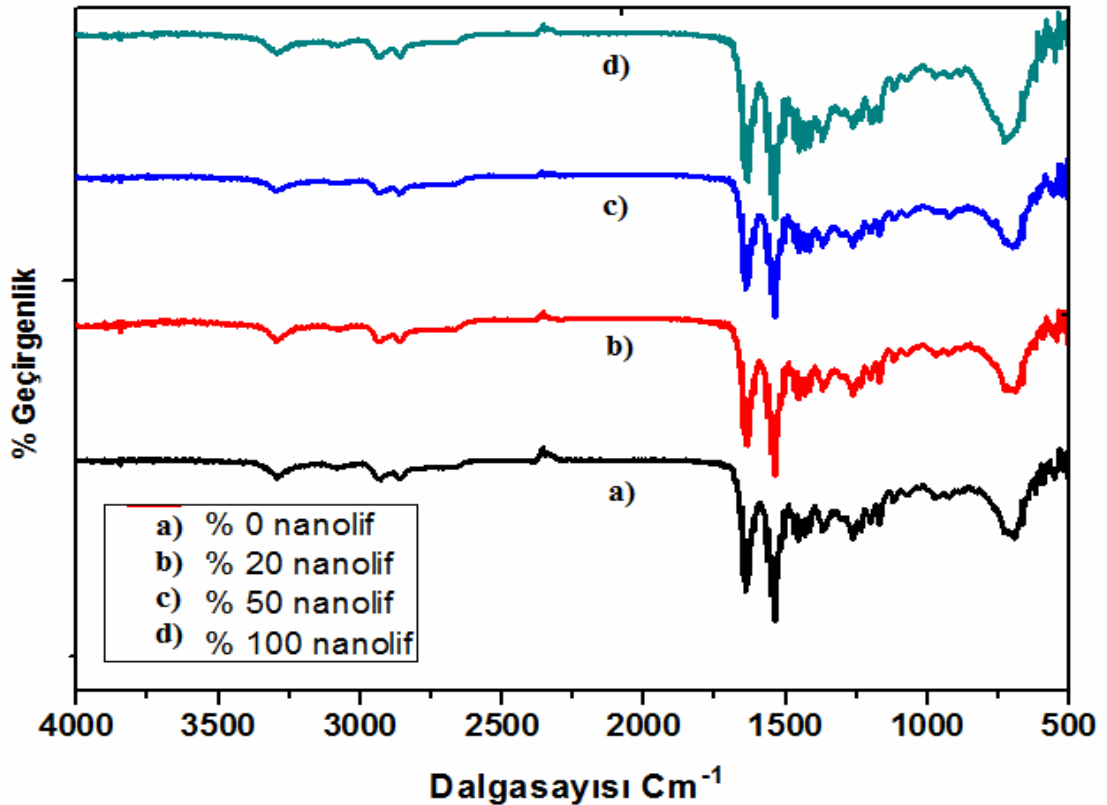
Karbonil gruplarına ($\text{C}=\text{O}$) ait gerilme frekansları spektrumların dördünde de 1750 cm^{-1} de gözlenmektedir.



Şekil 5.8. % 0, % 20, % 50 ve % 100 lük çözeltilerin FT-IR spektrumları

Ayrıca borik asit miktarı arttıkça gözlenmesi beklenen C-B bağlarının gerilme titreşimleri, ortamdaki formik asitten kaynaklanan oksijen atomlarının yapıdaki boru tutmasından dolayı çözelti halindeki IR spektrumlarında gözlenmemektedir. 1100 cm^{-1} de bulunan çatallanmış C-N tekli bağ gerilmesi nanofiber spektrumunda olduğu gibi yine aynı bölgede gözlemlenmiştir.

Şekil 5.9.'da % 0, % 20, % 50 ve % 100 oranlarında naylon 6 ve borik asit çözeltilerinden elde edilen fiberlerin absorpsiyon pikleri görülmektedir. 3400 cm^{-1} de her dört nanofibere ait amit (NHR_2) bandını görmekteyiz. Yine aynı bölgede çözeltilerden gelmesi beklenen yaygın OH gerilme piki dört spektrumda da yoktur. Bunun nedeni elektrospin yönteminin yapıdaki formik asit moleküllerini uzaklaştırıp daha dayanıklı fiber oluşumunu sağlamasıdır. 3000 cm^{-1} nin altında gözlemlenen pikler alifatik CH gruplarının varlığını göstermektedir.



Şekil 5.9. % 0, % 20, % 50 ve % 100 lük çözeltilerden elde edilen fiberlerin FT-IR spektrumları

Naylon 6 yapısındaki C=O grupları komşu amit gruplarının etkisi nedeniyle 1750 cm^{-1} de çıkması beklenirken daha düşük alana kaymıştır.

1100 cm^{-1} de gözlenen çatallanmış pikler yapıdaki C-N tekli bağ gerilmelerinden kaynaklanmaktadır. Nanofiberlerdeki borik asit miktarının yüzdeleri arttıkça parmak izi bölgesinde C-B bağlarına karşılık gelen 550 cm^{-1} şiddeti artan pikler beklenmektedir. Ancak, beklenildiği gibi olmasa da $500\text{-}750\text{ cm}^{-1}$ aralığında pikler gözlenmiştir. Bu duruma göre, parmak izi bölgesinde değerlendirmeler yanıltıcı olabilse de, en iyi çapraz bağlanmanın, %100 olan, naylon 6 ve borik asit karışımında olduğu düşünülebilir.

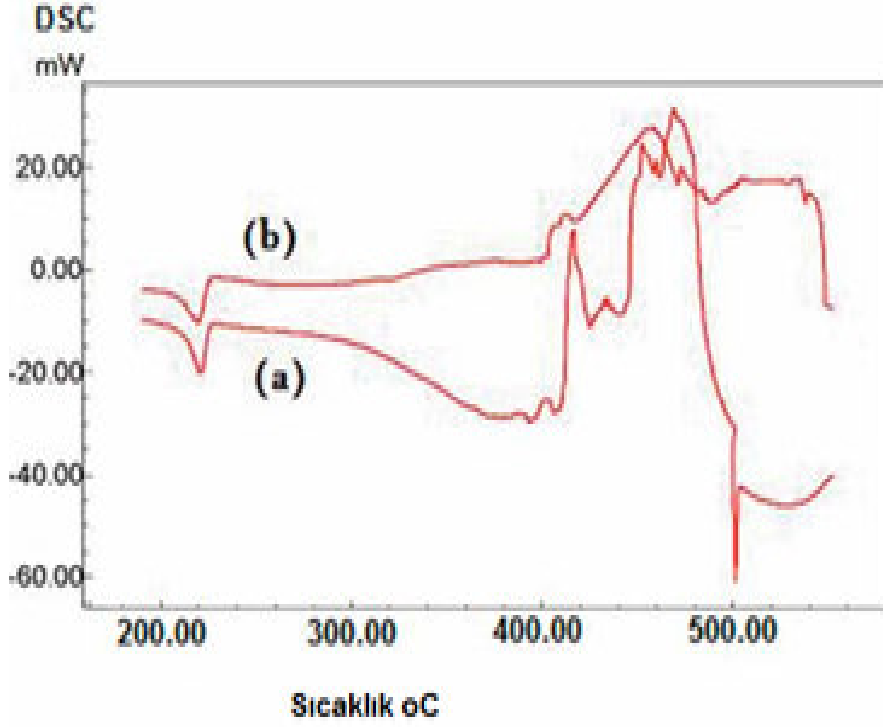
5.4. DSC Analizleri :

Diferansiyel taramalı kalorimetre (DSC) termal analizlerde sıklıkla kullanılan tekniklerden biridir. DSC ölçümü ile yapıların ısı kapasiteleri, faz değişimi, termal genişleme, oksitlenme, camsı geçiş sıcaklıkları, termal kararlılık gibi özellikleri aydınlatılabilir.

Tekniğin uygulaması ısı farkına dayanır. Buna göre numune ve referans ısıtılırken, soğutulurken ya da sabit bir sıcaklıkta tutulurken, salınan (ekzotermik) ya da soğrulan (endotermik) enerji miktarları arasındaki fark ölçülür. Bu farkın nedeni sıcaklık uygulanırken, numunede gerçekleşen fiziksel ve kimyasal değişimlerdir. Uygulama esnasında numune ve referansın sıcaklıkları, ısı alınarak veya verilerek aynı tutulur. Sıcaklıkları aynı tutmak için uygulanan bu ısı farkı, sıcaklığın veya zamanın bir fonksiyonu olarak gösterilir.

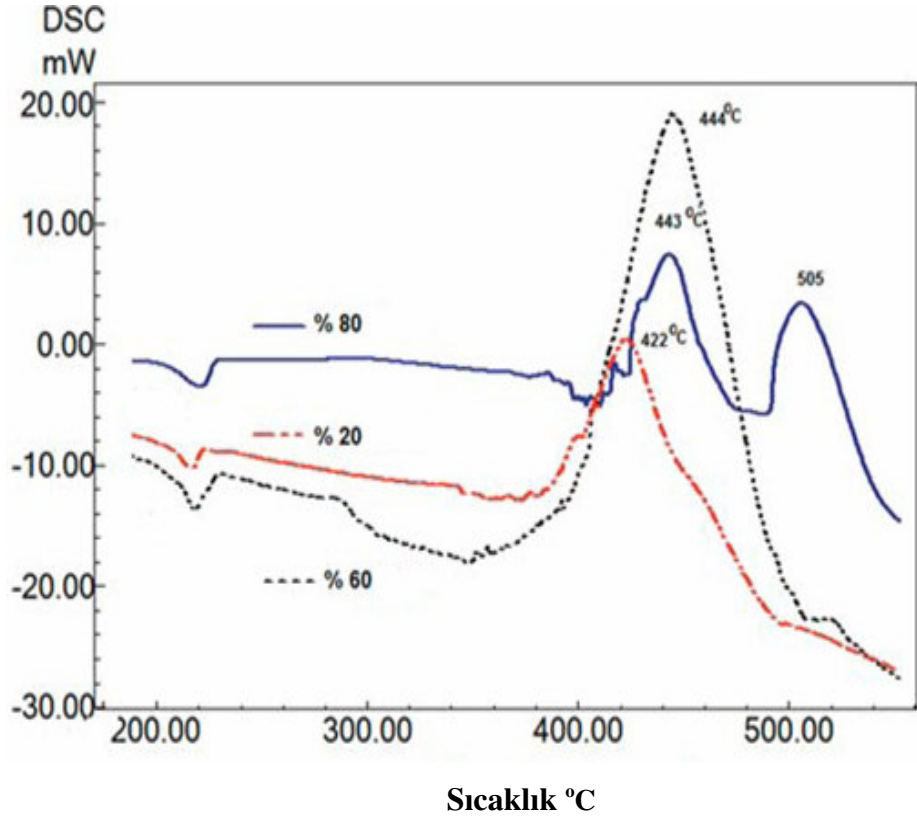
Bu deneyde Shimadzu DSC-60 model cihaz kullanılmıştır. Ortam gazı olarak azot gazı kullanılmıştır.

Yapılan ölçüm sonucu elde edilen grafik şekil 5.10.'da gösterilmiştir. Şekildeki grafik naylon 6'nın % 20'lik çözeltisine ve bu çözeltiden elde edilen fiberlere aittir.



Şekil 5.10. a) Çözelti, b) Fiber formlarının DSC pikleri

Çözelti formunun ısıl bozunumu 420, 450 ve 480 °C sıcaklıklarında pik vermiştir. Fiber formunda ise ısıl bozunum için 540 °C civarında yayılan pik gözlenmiştir. Buna göre fiber hali daha karardır. Bu durum literatürdeki çalışmalarla tutarlılık göstermektedir. Sonuçta fiber oluşumu polimere karardlık katmış ve bozunma sıcaklığını yükseltmiştir.



Şekil 5.11. % 20, % 60 ve % 80'lik çözeltilerden elde edilen fiberlerin DSC pikleri

Şekil 5.11 naylon 6'nın % 20, % 60 ve % 80'lik çözeltilerinden elde edilen fiberler için sonuçlar karşılaştırılmıştır. Grafiğe göre çözeltilerde borik asit miktarı arttıkça elde edilen fiberlerin kararlılığının arttığı gözlenmiştir. Grafikte 400-500 °C aralığındaki pikler borik asit içeren polimerin bozunma sıcaklıklarına aittir. % 20'lik çözeltiden elde edilen fiberler yaklaşık 422 °C'ta pik vermiştir. % 60'lık çözeltiden elde edilen fiberler yaklaşık 444 °C'ta pik vermiştir. Bu piklere bakıldığında en fazla borik asit içeren % 80'lik çözeltiden elde edilen fiberler yaklaşık 443 ve 505 °C olmak üzere iki tane bozunma sıcaklığı vermiştir. Bu da kararlılığın arttığını göstermektedir.

6. SONUÇ VE ÖNERİLER

- Naylon 6 çözeltilerine farklı miktarlarda borik asit ilave edilerek, borik asitin fiberler üzerindeki etkisi incelendi. Elde edilen fiberler SEM ile görüntülenerek çap analizleri yapıldı. Analiz ile naylon 6 çözeltilerinde bor ilavesi arttıkça oluşan fiberlerin çaplarının azaldığı sonucuna ulaşıldı.
- Elektrospınleme işlemine etki eden işlem deęişkenlerinden, besleme ünitesi ve toplayıcı arasındaki mesafe 10, 13, 15, 17 ve 20 cm'ye ayarlanıp (voltaj sabit) beş defa spinleme yapılarak incelendi. Deney sonucuna göre besleme ünitesi ve toplayıcı arasındaki mesafe 13 cm'nin altında iken voltaj etkisi arttığından çözelti fiber oluşmadan toplayıcı yüzeyine sıçramıştır. Mesafe 17 cm'nin üstünde iken voltaj etkisi azaldığından çözelti fiber oluşmadan düzenek zeminine akmıştır. 13 ve 17 cm aralığındaki mesafelerde spinleme işlemi gerçekleşmiştir. Bu mesafelerde elde edilen fiberlerin SEM analizinde mesafenin en fazla olduğunda (17 cm) fiber çapının daha ince olduğu bulunmuştur. Yani optimum aralıkta mesafe arttıkça fiber çapı incelmektedir.
- Elektrospınleme işlemine etki eden işlem deęişkenlerinden voltaj 15, 20, 25, 30 ve 35 kV'a ayarlanarak beş kez spinleme yapılarak incelendi. Spinleme esnasında besleme ünitesi ve toplayıcı arası mesafe 17 cm'de sabit tutuldu. 15 kV'ta voltaj etkisi az olmuş ve çözeltinin bir kısmı fiber oluşmadan düzenek zeminine akmış bir kısmı ise çözücü tam uçmadan fiber oluşturmuştur. Voltaj 35 kV'a ayarlandığında ise fazla etkili olmuş ve fiber oluşmamıştır. Deney sonucuna göre 20-30 kV optimum voltaj aralığıdır. Bu aralıkta voltaj arttıkça fiber çapı azalmış ancak daha düzensiz fiber oluşumu ve boncuk hataları gözlenmiştir.
- Elektrospınleme işlemine etki eden çözelti deęişkenlerinden viskozite, viskoziteleri farklı üç çözeltinin spinlenmesi ile incelendi. Yapılan deneylerde kullanılan çözeltinin optimum viskozitesi azaltıldığında toplayıcı üzerinde çok fazla boncuk hataları oluşmuştur. Viskozite artırılması ise besleme ucunda sık sık tıkanmaya neden olmuş ve fiber oluşmasını engellemiştir.

- Çözelti ve fiber formlarının DSC analizleri yapılmıştır. Yapılan analizlerde elektrospindleme sonucu oluşan fiberlerin, çözelti haline göre polimerin bozunma sıcaklığını yükselterek kararlılığını arttırdığı gözlenmiştir.
- Elektrospindleme yöntemi basit bir yöntem olsa da fiber oluşumunda etkili olan bir çok değişken (voltaj, viskozite, sıcaklık,...) olması yöntemin uygulanmasını karmaşık hale getirmektedir. Yapılacak deneylerde işleme etki eden değişkenler için optimum viskozite, mesafe ve voltaj değerleri belirlenmeli ve fiber kalitesini arttırmak için bu değişkenler kontrol edilebilmelidir.
- Ayrıca elektrospindleme yönteminin düşük ürün çıktısı, yüksek çap dağılımı gibi dezavantajları vardır. Deneylerin uzun sürmesine rağmen elde edilen fiberlerin miktarları çok az olmaktadır. Bu yüzden bu çalışmalarda çoklu besleme üniteleri ve belli süre için besleme miktarı ayarlanabilen düzenekler kullanılması tavsiye edilmektedir. Bu şekilde hem çözelti kaybı azaltılmış, hem de elde edilecek ürün miktarı artırılmış olmaktadır.
- Bu alanda çalışacaklara düz ve hareketsiz bir toplayıcı kullanmaları yerine farklı şekillerde toplayıcı kullanmaları tavsiye edilebilir. Çünkü düz yüzeylerde oluşan boncuk hataları bütün fiberi kullanılmaz hale getirmektedir.
- Elektrospindleme yeni bir tekniktir. Ancak yapılan araştırmalarla gelişmekte olduğu için yukarıda bahsedilen sorunların çözülebileceği düşünülmektedir.

Sonuç olarak, malzemenin nano boyuta inmesi ona düşük ağırlık, yüksek yüzey alanı gibi üstün özellikler kazandırmaktadır. Ve elektrospindleme işlemi nano boyutlarda fiber eldesi için uygun bir yöntemdir. Polimerler bu teknikte en fazla çalışılan yapılardır. Günümüzde polimerlerin çok geniş kullanım alanı vardır. Bu kullanım alanlarında polimerleri nano boyutlara indirgemek endüstriyel olarak büyük önem arz edecektir. Ve elektrospindleme tekniğinin 21. yüzyılın nanoteknolojisinde önemli bir yere sahip olacağı düşünülmektedir.

“Nanoteknolojinin etkilemeyeceği bir endüstri kolunu düşünebilmek neredeyse imkansız.” David Bishop, Bell Laboratuvarları, Lucent Technologies

7. KAYNAKLAR

- Aoki, I.K. ve Ishii, T., 1970, *J Appl Polym Sci*, 14, 1597
- Bankar, V.G., Spruiell, J.E., ve White, J.L., 1977, *J Appl Polym Sci.*, 21, 2341
- Baumgarten, P., 1971, "Electrostatic spinning of Acrylic microfibers", *J. Colloid Interface Sci.*, 36, 71
- Mo, X., and Weber, H.J., 2004. Electrospinning P(LLA-CL) Nanofiber: A Tubular Scaffold Fabrication with Circumferential Alignment, *Macromolecular Symp.*, 217, 413-416.
- Bozkaya, Y., 2006, "Nanoteknoloji ve Uygulamaları", Anadolu Üniversitesi
- Chun, I., 2005. *Finer Fibers Spun By Electrospinning Process From Polymer Solutions and polymer Melts in Air and Vacuum: Characterization of Structure and Morphology on Electrospun Fibers and Developing a New Process Model*, PhD Thesis, The Graduate Faculty of The University of Akron.
- Cui, X.M., 2006, *Supercond. Sci. Technol.* 19, 1264
- Deitzel, J. M., Kleinmeyer, J., Haris, D. ve Beck Tan, N. C., 2001, The Effect of Processing Variables on The Morphology of Electrospun Nanofibers and Textiles *Polymer*, 42, 261-272.
- Feynman, R., 2006, There's Plenty of Room at the Bottom. An Invitation to Enter a New Field of Science, lecture, annual meeting of the American Physical Society, California Institute of Technology
- Fong, H., Chun, I. and Reneker, D.H., 1999. Beaded Nanofibers During Electrospinning, *Polymer*, 40, 4585-4592.
- Fong, H., Liu, W., Wang, C., Vaia, R., 2002, Generation of Electrospun Fibers of Nylon 6 and Nylon 6-montmorillonite Nanocomposite, *Polymer*, 43, 775-780
- Fong, H., 2004, *Polymer*, 45, 2427
- Formhals, A., 1934, "Process and Apparatus for Preparing Artificial Threads", US Patent 1975504
- Grafe, T. ve Graham, K. M., 2003, Nanofiber Webs From Electrospinning, Nonwovens in Filtration Fifth International Conference, March 2003, Stuttgart, GERMANY, 1-5.
- Hohman, M.M., Shin, M., Rutledge, G. and Brenner, M.P., 2001. Electrospinning and Electrically Forced Jets. I. Stability Theory, *Physics Of Fluids*, 13-8, 2201- 2220.
- Huang, M.Z., Zhang, Y.Z., Kotaki, M. ve Ramakrishna, S., 2003, A Review On Polymer Nanofibers By Electrospinning And Their Applications In Nanocomposites, *Composites Science And Technology*, 63, 2223-2253.

- Kataphinan, W., 2004, Electrospinning and Potential Applications, PhD Thesis, The Graduate Faculty Of The University Of Akron.
- Kayed, T.S., 2002, Materials Research Bulletin 38, 533
- Kikutani, I, Radhakrishnan, J., Arikawa, S., Takaku, A., Okui, N., Jin, N., Niwa, F. ve Kudo, Y., 1996, High-Speed Melt Spinning of Bicomponent Fibers: Mechanism of Fiber Structure Development in Poly (ethylene terephthalate)/ Propylene System, Journal Applied Polymer Science, 62, 1913-1924.
- Kim, J.S., Reneker, D.H., 1999, Polym. Eng. Sci., 39, (5) 849
- Kojima, Y., Matsuoka, T., Takahasi, H. ve Kurachi, T., 1994, J Appl Polym Sci, 51, 683.
- Kojima, Y., Usuki, A., Kawasumi, M., Okada, A., Kurachi, T., Kamigaito, O., Kaji, K., 1995, J Polym Sci: Polym Phys, 33, 1039
- Kozanoğlu, G.S., 2006, Elektrosinning Yöntemiyle Nanolif Üretim Teknolojisi, İstanbul Teknik Üniversitesi, Y. Lisans Tezi
- Lam, H. L., 2004. Electrospinning of Single Wall Carbon Nanotube Reinforced Aligned Fibrils and Yarns, PhD Thesis, The Faculty Of Drexel
- Lee, K.W., Pickett, W.E., 2004, Phys. Rev. Lett. 93, 23 7003
- Larrondo, L., and Manley, J., 1981, Electrostatic Fiber Spinning from Polymer Melts. II. Examination of the Flow Field in an Electrically Driven Jet, Journal of Polymer Science: Polymer Physics Edition, 19, 921-932.
- Lyons, J. M., 2004, Melt Electrospinning of Thermoplastic Polymers: An Experimental and Theoretical Analysis, PhD Thesis, The Faculty Of Drexel University.
- Marginean, I., Parvin, L., Heffernan, L. and Vertes, A., 2004, Flexing the Electrified Meniscus: The Birth of a Jet in Electrosprays, Analytical Chemistry, 76, 14, 4202-4207.
- Mohan, A., 2002, Formation and Characterization of Electrospun Nonwoven Webs, MSc Thesis, The Graduate Faculty of North Carolina State University.
- Murthy, N.S., Aharoni, S.M., Szollosi, A.B., 1985, J Polym Sci B, 23, 2549
- Pathak, L.C., Mishra, S.K., 2005, Supercond. Sci. Technol. 18, 67
- Rayleigh, L., 1882, Phil. Mag. 14, 184
- Reneker, D.H., Chun, I., 1996, Nanotechnology, 7, 216
- Reneker, D.H., Yarin, A.L., Koombhongse, S. and Fong, H., 2000, Bending instability of electrical charged liquid jets of polymer solutions in electrospinning., Journal of Applied Physics, 87-9, 4531-4547.
- Ryu, Y.J., Kim, H.Y., Lee, K.H., Park, F.C., Lee, D.R., 2003, European Polymer Journal, 39, 1883
- Shin, Y.M., Hohman, M.M., Brenner, M.P., Rutledge, G.C., 2001, Experimental Characterization of Electrospinning: The Electrically Forced Jet and Instabilities, Polymer, 42, 9955-9967.

- Subbiah, T., Bhat, G.S., Tock, R.W., Parameswaran, S., Ramkumar, S.S., 2005. Electrospinning of Nanofibers, *Journal of Applied Polymer Science*, 96, 557-569.
- Şahin, Ö., 2006, *Atomik Kuvvet Mikroskobu*, Stanford Üniversitesi, Kaliforniya
- Şenol, F., Tayyar, E., Doğan, G. ve Yaman, N., 2005, *Nanolifler ve Uygulama Alanları*, *Tekstil Maraton*, 3, 20-25.
- Taylor, G., 1969, “Electrically driven jets”, *Proceedings of the Royal Society of London*, 313, p453, 1969.
- Theron, S. A., Yarin, A.L., Zussman, E. and Kroll, E., 2005, Multiple Jets in Electrospinning: Experiment and Modeling, *Polymer*, 46, 2889-2899.
- Wang, Y., Yang, Q., Shan, G., Wang, C., Du, J., Wang, S., Li, Y., Chen, X., Jing, X. and Wei, Y., 2005. Preparation of Silver Nanoparticles Dispersed in Polyacrylonitrile Nanofiber Film Spun By Electrospinning, *Materials Letters*.
- Vonnegut, B., Neubauer, R., 1952, “Production of monodisperse liquid particles by electrical atomization”, *Journal of Colloid Science*, 7, 616
- Yarin, A.L., Koombhongse, S., Reneker, D. H., 2001, Taylor cone and jetting from liquid droplets in electrospinning of nanofibers , *Journal of Applied Physics*, 90-9, 4837-4846.
- Yarin, L., and Zussman, E., 2004, *Electrospinning of Nanofibers From Polymer Solutions* , XXI ICTAM, Warsaw-Poland, 1-2
- Zeleny, J., 1917, *Phys. Rev.* 10, 1
- <http://www.hillsinc.net/>
- <http://istanbul.edu.tr/eng/metalurji/sem.htm>
- <http://www.nano.gov.tr>
- <http://www.nanoteknoloji.gen.tr>
- <http://vizyon2023.tubitak.gov.tr/stratejikteknoloji/nano.pdf>
- rsb.info.nih.gov/ij/notes/html

ÖZGEÇMİŞ

22 Nisan 1983 Konya doğumlu. İlk ve orta öğrenimini Ankara'da tamamladı. 2001 yılında Konya Selçuklu Cumhuriyet Lisesinden mezun oldu. Aynı yıl Selçuk Üniversitesi Eğitim Fakültesi Kimya Eğitimi Anabilim Dalını kazandı. 2006 yılında bölümden mezun oldu ve Ankara Üniversitesi Fen Fakültesi Dekanlığına memur olarak atandı. 2007 yılında memurluk görevinden istifa etti. 2008 yılında Ağrı Doğubeyazıt Dr. Reşat Erden Lisesine kimya öğretmeni olarak atandı. Halen bu okulda görev yapmaktadır.

Yaptığı deneysel çalışmalara ait yayınlanmış makaleleri vardır.