



T.C.

ALANYA ALAADDİN KEYKUBAT ÜNİVERSİTESİ

LİSANSÜSTÜ EĞİTİM ENSTİTÜSÜ

METALURJİ VE MALZEME MÜHENDİSLİĞİ ANABİLİM DALI

YÜKSEK VOLTAJA İHTİYAÇ DUYULMADAN NANO BOYUTTA SÜREKLİ
LİF ÇEKİMİ GERÇEKLEŞTİRİLEBİLECEK BİR PROTOTİP
HAZIRLANMASI

Yüksek Lisans Tezi

Güray ERKUT

Danışman

Prof. Dr. Derman VATANSEVER BAYRAMOL

ALANYA
2024

T.C.
ALANYA ALAADDİN KEYKUBAT ÜNİVERSİTESİ
LİSANSÜSTÜ EĞİTİM ENSTİTÜSÜ

YÜKSEK VOLTAJA İHTİYAÇ DUYULMADAN NANO BOYUTTA SÜREKLİ
LİF ÇEKİMİ GERÇEKLEŞTİRİLEBİLECEK BİR PROTOTİP
HAZIRLANMASI

Yüksek Lisans Tezi

Güray ERKUT

Anabilim Dalı: Metalurji ve Malzeme Mühendisliği
Program Adı: Metalurji ve Malzeme Mühendisliği

Danışman

Prof. Dr. Derman VATANSEVER BAYRAMOL

Bu tez çalışması BAP Komisyonunca kabul edilen 2022-02-03-LTP02 nolu proje ile ve TÜBİTAK 2210-C Yurtiçi Öncelikli Alanlar Yüksek Lisans Burs programı kapsamında desteklenmiştir.

ALANYA

(2024)

JÜRİ VE ENSTİTÜ ONAYI

Güray ERKUT'un "Yüksek Voltaja İhtiyaç Duyulmadan Nano Boyutta Sürekli Lif Çekimi Gerçekleştirilebilecek bir Prototip Hazırlanması" başlıklı tezi 24/04/2024 tarihinde aşağıdaki jüri tarafından değerlendirilerek "Alanya Alaaddin Keykubat Üniversitesi Lisansüstü Eğitim-Öğretim Yönetmeliği"nin ilgili maddeleri uyarınca, Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Anabilim Dalında Yüksek Lisans tezi olarak oy birliği ile kabul edilmiştir.

	Unvanı-Adı Soyadı	İmza
Üye (Tez Danışmanı) :	Prof. Dr. Derman VATANSEVER BAYRAMOL
Üye	: Doç. Dr. İbrahim Savaş DALMIŞ
Üye	: Dr. Öğr. Üyesi Fatma AYDIN ÜNAL

Enstitü Müdürü

ETİK İLKE VE KURALLARA UYGUNLUK BEYANNAMESİ

Bu tezin bana ait, özgün bir çalışma olduğunu; çalışmamın hazırlık, veri toplama, analiz ve bilgilerin sunumu olmak üzere tüm aşamalarında bilimsel etik ilke ve kurallara uygun davrandığımı; bu çalışma kapsamında elde edilemeyen tüm veri ve bilgiler için kaynak gösterdiğimi ve bu kaynaklara kaynakçada yer verdiğimi; bu çalışmamın Alanya Alaaddin Keykubat Üniversitesi tarafından kullanılan “bilimsel intihal tespit programıyla tarandığını ve “intihal içermediğini” beyan ederim. Herhangi bir zamanda, çalışmamla ilgili yaptığım bu beyana aykırı bir durumun saptanması durumunda, ortaya çıkacak tüm ahlaki ve hukuki sonuçlara razı olduğumu bildiririm.

Güray ERKUT

TEŞEKKÜR SAYFASI

Bu çalışmada yüksek voltaja gerek duyulmadan nano boyutta sürekli lif üretimi gerçekleştirilebilecek bir sistem kurulmuştur. Literatürde sadece bir yöntem olarak adı geçen ve elektro lif çekim prosesinin hızlı bir şekilde yaygınlaşması sayesinde geri planda kalmış olan “çekim” yöntemi temelinde sürekli lif üretilebilir bir sistem prototipi geliştirilmiştir.

Çalışma boyunca beni yönlendiren ve çalışmanın oluşmasında katkıları olan ve her daim bilgi ve becerileriyle benden desteğini esirgemeyen sevgili hocam Prof. Dr. Derman VATANSEVER BAYRAMOL’a,

Tez süresince prototip üretimimde ve analizlerimde şahsıma yardımcı olan sayın hocam Ercan ŞENER’e,

2022-02-03-LTP02 numaralı proje kapsamında vermiş oldukları destekten dolayı, Alanya Alaaddin Keykubat Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri Koordinatörlüğüne,

TÜBİTAK 2210-C Yurtiçi Öncelikli Alanlar Yüksek Lisans Burs programı kapsamında yüksek lisans tezime vermiş oldukları destekten dolayı, Türkiye Bilimsel ve Teknolojik Araştırmalar Kurumuna,

Son olarak, hayatım boyunca desteğini esirgemeyen ve eğitim hayatım boyunca her koşulda almış olduğum kararlarda yanımda olan sevgili aileme,

Teşekkürü borç bilirim...

Güray ERKUT

ÖZET

YÜKSEK VOLTAJA İHTİYAÇ DUYULMADAN NANO BOYUTTA SÜREKLİ LİF ÇEKİMİ GERÇEKLEŞTİRİLEBİLECEK BİR PROTOTİP HAZIRLANMASI

Güray ERKUT

Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Anabilim Dalı

Alanya Alaaddin Keykubat Üniversitesi, Lisansüstü Eğitim Enstitüsü,

Nisan, 2024 (39 Sayfa)

Yüzey alanının mikro ve makro boyuttaki benzerlerine kıyasla çok daha yüksek olması, nano boyuttaki malzemelerin ilgi odağı olmasına yol açmıştır. Nano boyuttaki malzemeler, nanoparçacıklar, nanorodlar, nanolifler, nanomembranlar/filmler olmak üzere sınıflandırılmaktadırlar. Nanolif üretiminde ise birçok farklı teknik bulunmaktadır. Bunlar; çekim prosesi, faz ayırma yöntemi, şablon yöntemi, fibrilasyon, elektro lif çekim yöntemi, santrifüj lif çekim yöntemi ve kendiliğinden düzenlenme gibi sıralanabilir. Ancak bu tekniklerden en öne çıkanı elektro lif çekim yöntemi olmuştur. Bir besleme ünitesi, bir yüksek voltaj sağlayıcı ve bir toplayıcı olmak üzere 3 temel unsurdan oluşan bu sistemde yüksek gerilimler kullanılmaktadır. Buradaki yüksek voltaj kullanımı hem maliyet hem de risk teşkil etmektedir.

Bu çalışmada, literatürde hakkında oldukça limitli bilgi bulunan “çekim prosesini” sürekli lif üretimi yapar hale getirecek bir prototip üretmek amaçlanmıştır. Böylece nano boyutta lif üretimi için yaygın olarak kullanılan elektro lif çekim prosesindeki yüksek voltaj kullanımı elimine edilmiştir. Çalışmada hem polivinilalkol (PVA) hem de aljinat (ALG) polimerlerinden çözelti hazırlanmıştır ancak PVA polimeri ile üretim, polimer kaynaklı sorun nedeniyle başarıyla gerçekleştirilmemiştir. ALG ile yapılan denemelerde ise, hazırlanan prototip ile sürekli lif üretimi başarılı bir şekilde gerçekleştirilmiş olup üretilen liflerin öncelikle optik mikroskop ve seçilen en ince liflerin ise taramalı elektron mikroskobu altında yüzey morfolojileri ve lif çapları incelenmiştir. Elde edilen veriler, kurulan prototipin nano boyutta lif üretimi için kullanılabilir olduğunu kanıtlamış olup prosesin biraz daha geliştirilerek daha ince çaplarda lif üretimi için kullanılabilirliğini göstermektedir.

Anahtar Sözcükler: Nano, Lif, Polimer, Çekim, Prototip.

ABSTRACT

PREPARATION OF A PROTOTYPE FOR CONTINUOUS FIBER DRAWING AT NANO SIZE WITHOUT THE NEED FOR HIGH VOLTAGE

Güray ERKUT

Department of Metallurgy and Material Engineering

Alanya Alaaddin Keykubat University, Graduate School of Education

April, 2024

The fact that the surface area is much higher compared to their micro- and macro-sized counterparts has led to nanoscale materials being the center of attention. Nanoscale materials are classified as nanoparticles, nanorods, nanofibers, nanomembranes/films. There are many different techniques in nanofiber production. These can be listed as attraction process, phase separation method, template method, fibrillation, electro fiber extraction method, centrifugal fiber extraction method and self-assembly. However, the most prominent of these techniques is the electro fiber extraction method. High voltages are used in this system, which consists of 3 basic elements: a feeding unit, a high voltage provider and a collector. The use of high voltage here poses both cost and risk.

In this study, it is aimed to produce a prototype that will enable the "drafting process", about which there is very limited information in the literature, to produce continuous fiber production. Thus, the use of high voltage in the electro fiber drafting process, which is widely used for nano-sized fiber production, is eliminated. In the study, solutions were prepared from both polyvinylalcohol (PVA) and alginate (ALG) polymers, but production with PVA polymer was not realized due to polymer-related problems. In the experiments with ALG, continuous fiber production was successfully achieved with the prepared prototype and the surface morphology and fiber diameters of the produced fibers were examined first under optical microscope and the selected finest ones under scanning electron microscope. The data obtained proved that the prototype can be used for nano-sized fiber production and shows that the process can be further developed and used for fiber production with finer diameters.

Keywords: Nano, Fiber, Polymer, Drawing, Prototype.

İÇİNDEKİLER

İÇ KAPAK SAYFASI	
JÜRİ VE ENSTİTÜ ONAYI	i
ETİK İLKE VE KURALLARA UYGUNLUK BEYANNAMESİ	ii
TEŞEKKÜR SAYFASI.....	iii
ÖZET	iv
ABSTRACT.....	v
İÇİNDEKİLER	vi
ŞEKİLLER LİSTESİ	vii
TABLolar LİSTESİ.....	viii
SİMGELER VE KISALTMALAR	ix
1. GİRİŞ.....	1
1.1 Amaç ve Kapsam	3
2. LİTERATÜR	5
2.1 Nanolif Üretim Yöntemleri	5
2.2 Elektro Eğirmede Kullanılan ve Suda Çözünen Bazı Polimerler	16
2.2.1 Polivinilalkol (PVA)	16
2.2.2 Polivinilpirolidon (PVP).....	17
2.2.3 Aljinat (ALG).....	18
3. YÖNTEM.....	21
3.1. Kullanılan Malzemeler ve Metotlar	21
3.2. Polimer Çözeltilerinin Hazırlanması.....	21
3.3. Hazırlanan Çözeltilerinin Yoğunluk ve Viskozitelerinin Tespiti.....	21
3.5. Lif Üretimi	25
3.6. Üretilen Liflerin Karakterizasyonu	26
3.6.1 Optik Mikroskop	26
3.6.2 Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM).....	27
4. BULGULAR	28
4.1. Yoğunluk ve Viskozite Değerler.....	28
4.2 Optik Mikroskop Görüntüleri	28
4.3. Taramalı Elektron Mikroskobu Görüntüleri	31
5. TARTIŞMA, SONUÇ VE ÖNERİLER.....	33
6. KAYNAKLAR.....	34
ÖZGEÇMİŞ	

ŞEKİLLER LİSTESİ

Şekil 1.1 Nanomalzeme üretiminde kullanılan başlıca aşağıdan-yukarıya (sol) ve yukarıdan-aşağıya (sağ) yöntemler (Ateş ve Bahçeci, 2015; Baig vd., 2021).....	2
Şekil 1.2 Nanomalzeme üretiminin malzeme durum ve boyutu ile ilişkisinin şematik gösterimi	2
Şekil 2.1 Arayüzey polimerizasyonu türleri	6
Şekil 2.2 Şablon sentezi ile nanolif üretimi	7
Şekil 2.3 Faz ayırma yöntemi ile nanolif oluşumu	8
Şekil 2.4 Çekim yöntemi ile nanolif üretim prosesi (Ramakrishna vd., 2005; Üstündağ vd., 2009)	9
Şekil 2.5 Yaş eğirme prosesi şematik gösterimi (Khayyama vd., 2020).....	9
Şekil 2.6 Elektro eğirme düzeneği şematik gösterimi (Long vd., 2019)	11
Şekil 2.7 Besleme ve toplayıcı arası oluşan polimer jetin izlediği yolun şematik gösterimi (Angammana ve Jayaram, 2011)	13
Şekil 2.8 Santrifüj eğirme (sol) ve elektro-santrifüj eğirme (sağ) tekniklerine ait şematik gösterim (Xu vd., 2023)	15
Şekil 2.9 %10'luk PVA çözeltisi ile yapılan elektro lif çekim işlemi sonucunda elde edilen liflere ait SEM görüntüleri (Beypazar, 2013)	16
Şekil 2.10 Aljinat kimyasal yapısı (Shari ve Kamarudin, 2015)	18
Şekil 3.1 Polimer Çözeltisinin Viskozitelerinin Ölçüldüğü Viskozimetre Cihazı	22
Şekil 3.2 Oluşturulan Sisteme Ait Taslak Tasarımı	23
Şekil 3.3 Nano incelikte lif üretimi amacıyla oluşturulan prototipe ait görsel.....	24
Şekil 3.4 Oluşturulan prototipin akış şeması	25
Şekil 3.5 Lif Görüntülerinin İncelendiği Optik Mikroskop Cihazı	26
Şekil 3.6 Lif görüntülerinin alındığı SEM cihazı	27
Şekil 4.1 Farklı kanül çaplarından üretilen %1 Alg liflerine ait görsel ve optik mikroskop görüntüleri a) 0,6mm'lik kanül çapı b) 9mm'lik kanül çapı c) 1,1mm'lik kanül çapı d) 1,3mm'lik kanül çapı	29
Şekil 4.2 Farklı kanül çaplarından üretilen %2'lik Alg liflerine ait görsel ve optik mikroskop görüntüleri a) 0,6mm'lik kanül çapı b) 0,9mm'lik kanül çapı c) 1,1mm'lik kanül çapı d) 1,3mm'lik kanül çapı	30
Şekil 4.3 Üretilen liflere ait mikroskop görüntüleri; a) %1'lik ALG lif; b) %2'lik ALG lif.....	31
Şekil 4.4 %1'lik ALG çözeltisinin 0,6-0,9-1,1 ve 1,3mm kanül çaplarından 5-10-15 bar basınç değerlerindeki akış hızı.....	32
Şekil 4.5 %2'lik ALG çözeltisinin 0,6-0,9-1,1 ve 1,3mm kanül çaplarından 10-15-20 bar basınç değerlerindeki akış hızı.....	32

TABLULAR LİSTESİ

Tablo 2.1 Elektro lif çekim prosesini etkileyen değişkenler (Islam ve Karim, 2010; Lee ve Mooney, 2012; Long vd., 2019)	14
Tablo 4.1 Hazırlanan polimer çözeltilerine ait ölçülen viskozite ve hesaplanan yoğunluk değerleri	28



SİMGELER VE KISALTMALAR

Simgeler

bar	Basınç birimi
cm	Santimetre
DC	Doğru akım
Fe ₃ O ₄	Demir oksit
G	1,4-bağlı α -L-guluronik asit
g/cm ³	Yoğunluk birimi
M	1,4-bağlı β -D-mannuronik asit
mm	Milimetre
nm	Nanometre
rpm	Dakikadaki devir sayısı
SiO ₂	Silika
%	Yüzde

Kısaltmalar

Ag	Gümüş
ALG	Aljinat
Au-Pd	Altın-Paladyum
cP	Santipoise
Cs	Kitosan
FE-SEM	Alan emisyonlu taramalı elektron mikroskobu
kV	Kilovolt
PVA	Polivinilalkol
PVP	Polivinilprolidon
SEM	Taramalı elektron mikroskobu
μ m	Mikronmetre

1. GİRİŞ

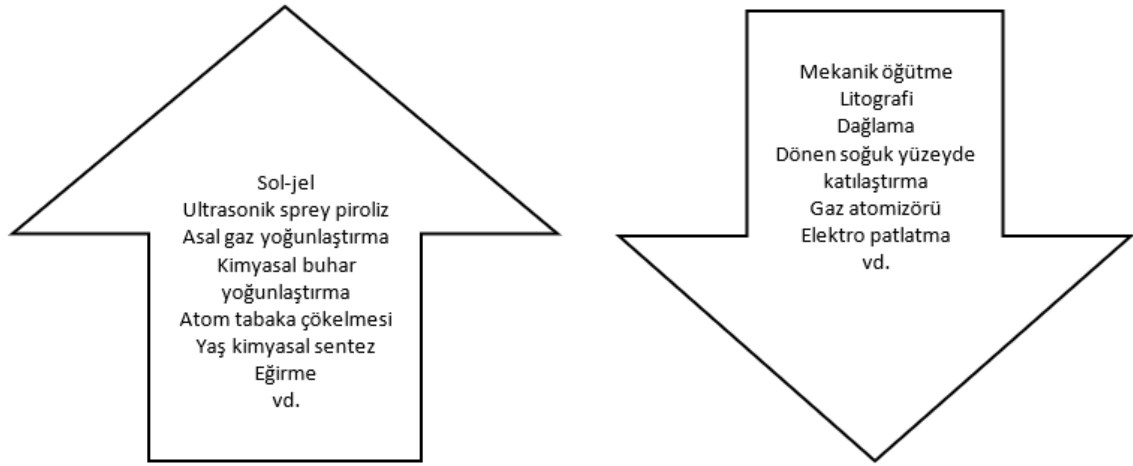
Nano kelimesi aslında bir uzunluk birimi olup metrenin milyarda birini ifade etmektedir. Nano malzeme ise kabul görmüş tek bir tanım olmamakla birlikte nano boyutlara sahip malzemelerdir. İlk olarak “nanometre” ifadesi her ne kadar 1914 yılında Richard Adolf Zsigmondy (Santamaria, 2012) tarafından kullanılmış olsa da 1959 yılında Amerikan Fizik Derneği'nin yıllık toplantısında “Altta Bolca Yer Var” başlıklı bir konferans sunan Nobel Ödülü sahibi fizikçi Richard Feynman nanoteknolojiyi tanıtan ilk bilim insanı olarak anılmaktadır. Feynman, doğadaki aşağıdan yukarıya doğru oluşumlara dikkat çekerek bir sınır bulunmadığını ancak teknolojik anlamdaki çalışmaların doğru teknik ve uygun ekipman eksikliğinden kaynaklandığını ortaya atmıştır (Nasrollahzadeh vd., 2019). 1959 yılında tohumlanan nanoteknoloji kavramı 1980'lere kadar akıllarda filizlenmiş, 1980'lerden sonra gün yüzüne çıkmaya başlamıştır. Günümüzde ise nanomalzemeler çizilmeyen boyalarda, yüzey kaplamalarında, elektronikte, kozmetikte, çevresel iyileştirmede, spor ekipmanlarında, sensörlerde ve enerji depolama cihazları gibi birçok alanda ticari olarak yer almaktadır (Sharifi vd., 2012).

Tüm bu gelişmelere rağmen kesin bir nanomalzeme tanımı bulunmamaktadır. Bazı araştırmacılar en az bir boyutu 1-100 nm ölçek aralığında olan malzemeler için nanomalzeme ifadesini kullanırken (Trotta ve Mele, 2019; Kreyling vd., 2010), bazı araştırmacılar da “nanometre” bir uzunluk birimi olduğundan bir mikron metreden küçük malzemeleri nanomalzeme olarak kabul etmektedir.

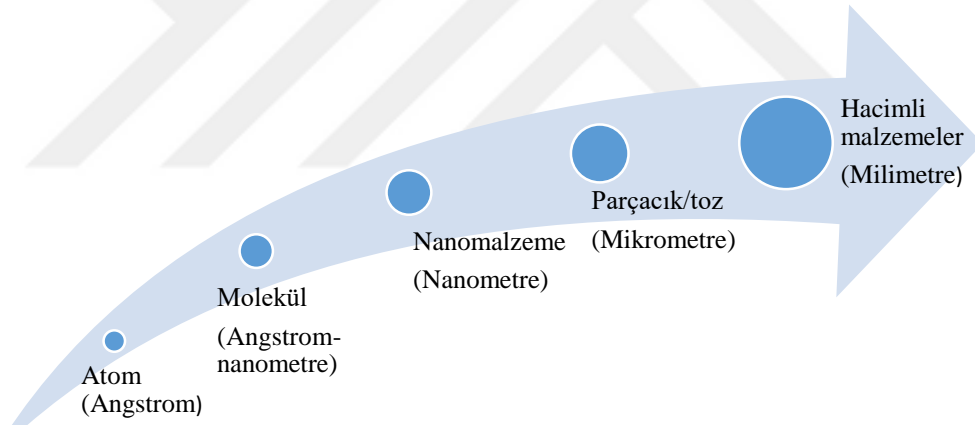
Mikro ve makro boyuttaki benzerlerine göre geliştirilmiş mekanik, optik, manyetik ve elektriksel iletkenlik gösterebilen bu malzemeler, aynı zamanda araştırma ve inceleme için çok az miktarlarda kullanımlarının yeterli olması gibi birçok avantajı nedeniyle bilimin ilgisini çekmiş ve birçok farklı disiplin tarafından çalışılan bir malzeme grubu olmuştur. Bu nedenle, nano boyuttaki malzemelerin yeni yapı, cihaz ve sistemlerde kullanımları hızla artmıştır.

Nanomalzeme terimi için tam olarak kabul görmüş tek bir tanım bulunmasa da nanomalzeme üretim teknikleri araştırmacılar tarafından ortak kabul görmüştür. Bu teknikler, aşağıdan-yukarıya ve yukarıdan-aşağıya üretim yöntemleri olmak üzere iki temel sınıfta toplanmaktadır. Üretim yöntemlerine ait yapılan bu sınıflandırmada dikkate alınan husus, üretimin atomik düzeyden mi yoksa makro düzeyden mi başladığı ile ilişkili olup nanomalzeme üretiminde kullanılan başlıca aşağıdan-yukarıya ve yukarıdan-aşağıya

yöntemler Şekil 1.1’de, üretim sırasında malzeme durum ve boyutu ile ilgili şematik gösterim Şekil 1.2’de verilmiştir.



Şekil 1.1 Nanomalzeme üretiminde kullanılan başlıca aşağıdan-yukarıya (sol) ve yukarıdan-aşağıya (sağ) yöntemler (Ateş ve Bahçeci, 2015; Baig vd., 2021)



Şekil 1.2 Nanomalzeme üretiminin malzeme durum ve boyutu ile ilişkisinin şematik gösterimi

Nanomalzemeler, kendi içerisinde farklı sınıflara ayrılmaktadır. Temel alınan özellik, boyut veya kullanım alanına göre farklı sınıflandırmalarla karşılaşmak mümkündür. Bu sınıflandırmayı boyutlarına göre yaparsak; boyutsuz, bir-boyutlu, iki-boyutlu ve üç-boyutlu nanomalzemeler olarak sınıflandırabiliriz.

Bunun dışında morfolojilerine, yapılarına, kimyasal bileşimlerine göre de sınıflandırma yapılabiliriz. Her sınıflandırma kendi içinde farklılaşacaktır (Saleh, 2020), yaptığı sınıflandırmada nanomalzemeleri 12 kategoriye ayırmıştır. Bu sınıflandırmaya göre (Saleh, 2020);

- metal nanomalzemeler,
- metal oksit nanomalzemeler,

- bimetalik nanomalzemeler,
- kompozit nanomalzemeler,
- karbon bazlı nanomalzemeler,
- zeolit ve silika bazlı nanomalzemeler,
- seramik nanomalzemeler,
- yarıiletken nanomalzemeler,
- polimerik nanomalzemeler,
- lipid bazlı nanomalzemeler,
- metal-organik çerçeveler,
- çekirdek-kabuk nanomalzemeler

olmak üzere gruplandırılmıştır. Bu kategoriler de her biri kendi içinden birçok farklı nanomalzemeyi barındırmaktadır. Bazı nanomalzemeler ise birden fazla kategoride değerlendirilebilir. Örneğin bir nanomalzeme hem polimerik olabilir hem de çekirdek-kabuk olarak üretilmiş olabilir.

Makro boyuttaki malzemelerin fiziksel özellikleri, malzemenin boyutu nanometre ölçeğine düştüğünde farklılık gösterebilmektedir. Örneğin, nanokompozitlerde nanometre boyutunda matris içinde dağılan parçacıklar yüzey alanını artıracığından polimer ile etkileşim olasılıkları geleneksel kompozitlere göre çok daha fazladır. Ayrıca nano ölçekli parçacıklar, saf polimerler ve geleneksel kompozitlerden daha üstün mekanik, termal, optik ve fizikokimyasal özellikler sağlar. Katmanlı nanokompozitler (interkalasyonlu) ve pul pul dökülmüş nanokompozitler olarak tanımlanan iki tür nanokompozit vardır. Örneğin, elektro lif çekim yöntemi ile elde edilen polimerik nanokompozitler, tabakalı gruba dahil edilir (Reznik vd., 2004).

1.1 Amaç ve Kapsam

Üretilmesi planlanan nanomalzeme ile üretim yöntemi arasında da bir ilişki bulunmaktadır. Yukarıda bahsedildiği gibi nanomalzemeler çok farklı olabilmektedir. Bu nedenle de tüm nanomalzemelerin üretiminde kullanılacak tek bir yöntem yoktur ancak farklı yöntemlerden en uygun olanı seçmek gerekmektedir. Polimer nanomalzemeler, nanoparçacık, nanolif, nanolayer/sheet ya da doku mühendisliğinde olduğu gibi 3-boyutlu olarak karşımıza çıkabilmektedir. Bu çalışmada, polimerik bir hammadde kullanılacak olup bu polimerden sürekli nanolif üretimi gerçekleştirebilecek bir prototip hazırlanması amaçlanmıştır. Lif üretiminin yapılması optik mikroskop ve

taramalı elektron mikroskobu (SEM) ile lif morfolojileri ve lif inceliklerine dair gerekli incelemelerin yapılması bu çalışma kapsamında gerçekleştirilmiştir.



2. LİTERATÜR

2.1 Nanolif Üretim Yöntemleri

Nano boyutta lif üretimine olanak sağlayan çeşitli teknikler mevcut olup bu teknikler arasında iki bileşenli ekstrüzyon, faz ayırma, şablon sentezi, çekim, eriyik üfleme, elektrospinning ve santrifüj eğirme yöntemleri yer almaktadır. Bahsi geçen teknikler birbirleri ile kıyaslandığında, her birinin kendine göre güçlü ve zayıf yönleri bulunmaktadır. Bu nedenle bazı teknikler diğerlerinden daha ön plana çıkabilmişken bazı teknikler üzerine sınırlı sayıda çalışma yapılmıştır.

Elektro lif çekim yoluyla nanolif üretimi ile ilgili ilk çalışmalar 1900'lü yılların ilk yarısında başlamış olsa da asıl çalışmalar son 30 yılda gerçekleştirilmiştir. Bayramol vd. tarafından Web of Science verilerine dikkate alınarak yapılan bir çalışmada, "electrospinning, electrospun, nanofibre ve nanofiber" anahtar kelimeleri üzerinden bir tarama yapılmıştır. İlgili anahtar kelimeler bazında yapılan çalışma sayısının 1990-1999 yılları arasında toplamda sadece 33 olduğu, bu sayının 2000-2009 arasında 4.599'a çıktığı, devam eden 10 yılda ise (2010-2019) 23.782 olduğu ifade edilmiştir (Bayramol vd., 2021).

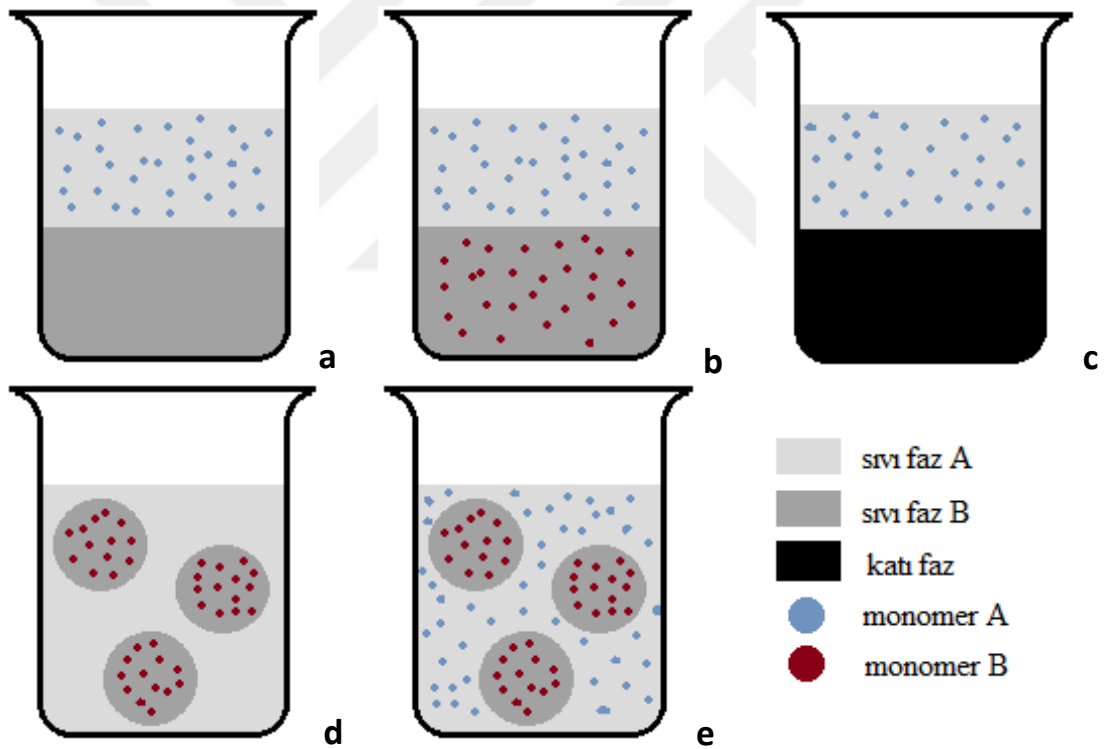
Elektro eğirme bu kadar ön plana çıkarken, arka planda kalmış başka nanolif üretim teknikleri de bulunmaktadır. Bunlar;

- arayüzey polimerizasyonu,
- çekim,
- nozzle tabanlı ayarlanabilir tasarlanmış parametreler,
- şablon sentezi,
- faz ayrımı,
- kendi kendine düzenlenme,
- dondurarak kurutma,

gibi yöntemlerdir. Bu yöntemlerin hemen hepsi laboratuvar ortamındaki denemelerle sınırlı kalmış, üzerine sınırlı sayıda çalışma yapılmış yöntemlerdir.

Ara yüzey polimerizasyonunda polimer oluşumu kondenzasyon reaksiyonu ile gerçekleşir. Bu yöntem, düşük basınç ve yüksek sıcaklıkla gerçekleştirilen eriyik polimerizasyonuna alternatif arayan Emerson L. Wittbecker ve Paul W. Morgan tarafından 1959 yılında keşfedilmiştir (Wittbecker ve Morgan, 1959). Kullanılan başlangıç maddeleri birbirine karışmayan iki farklı fazdır. Polimerizasyon bu iki faz

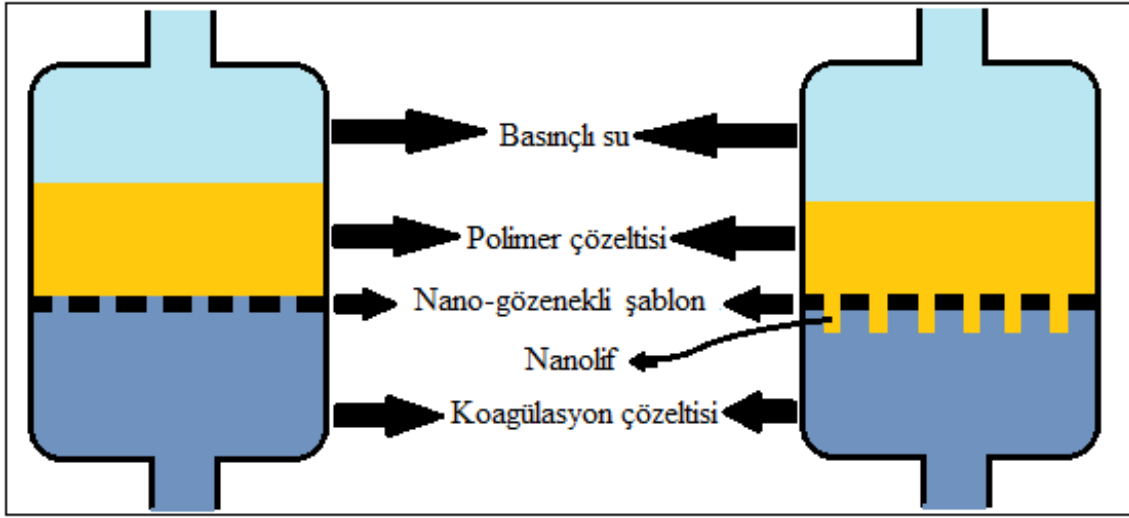
arayüzeyinde gerçekleşir. Bunlar, sıvı-sıvı, sıvı-katı ve sıvı içinde sıvı emülsiyonu şeklinde karşımıza çıkmaktadır (Song vd., 2017). Sıvı-sıvı arayüzey polimerizasyonu her iki fazın çözülmüş halde monomer içerdiği durum ve sadece tek fazın çözülmüş halde monomer içerdiği durum olmak üzere iki farklı şekilde karşımıza çıkmaktadır. Birinci durumda polimerizasyon arayüzeyin her iki tarafında meydana gelirken, ikinci durumda polimerizasyon arayüzün sadece bir tarafında meydana gelir. Sıvı-katı arayüzey polimerizasyonunda bir katı ve çözülmüş halde monomer içeren bir sıvı bulunmaktadır. Sıvı içinde sıvı emülsiyonunda ise çözülmüş halde monomer içeren sıvının bir başka sıvı içinde emülsiyon durumunda olduğu polimerizasyondur. Ana fazın monomer bulundurma ve bulundurmama durumuna göre 2 farklı tipte meydana gelmektedir (Raaijmakers ve Benes, 2016; Song vd., 2017). Arayüzey polimerizasyonu türleri Şekil 2.1’de gösterilmiştir.



Şekil 2.1 Arayüzey polimerizasyonu türleri

Arayüzey polimerizasyonu ile nanolifler, nanokapsüller, ince film ve membranlar olmak üzere farklı yapılar üretmek mümkündür. Literatürde yapılan çalışmalara bakıldığında, bu yöntemin nanolif üretiminden ziyade ince film ve membran üretiminde ve filtrasyon başta olmak üzere farklı uygulama alanlarında kullanım bulmaktadır (Lee vd., 2017; Par vd., 2017; Ateş-Genceli vd., 2021; Liu vd., 2021; Ouyang vd., 2024).

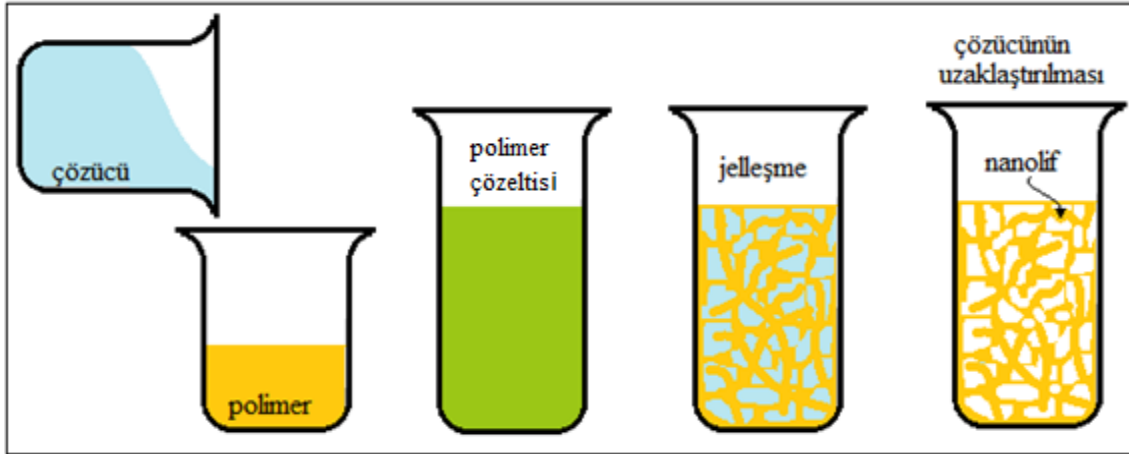
Şablon sentezi yönteminde nanolif oluşumu, çok sayıda nanoboyutta gözenek bulunan bir şablonda geçerek gerçekleşir. Kullanılan şablon, yüzey stabilize edici moleküller veya polimer bulunduran yumuşak bir membran olabileceği gibi anyonik alüminyum oksit, sıralı makro-gözenekli karbon veya mezo-gözenekli silika gibi sert bir şablon da olabilir (Sabzehmeidani ve Ghaedi, 2021). Şablon sentezine ait şematik bir gösterim Şekil 2.2’de verilmiştir.



Şekil 2.2 Şablon sentezi ile nanolif üretimi

Şablon sentezinde su basıncı yardımıyla gözenekli şablona doğru itilen polimer çözeltisi gözeneklerden geçerek polimerin katılaşmasını sağlayan koagülasyon çözeltisi/banyosuna daldırılmış olur. Katılaşma banyosu ile temas ettiği anda lif şeklinde katılaşma gerçekleşir. Şablon gözenek çaplarına bağlı olarak üretilen nanolif incelikleri değişeceğinden kontrollü çaplarda nanolif üretimi gerçekleştirilebilir. Bu yöntemin en büyük dezavantajı lif uzunluğu sistem içindeki polimer çözeltisi miktarı ile sınırlıdır. Sürekli lif üretimi için uygun bir yöntem değildir (Altıntaş vd., 2023).

Faz ayırma diğer yöntemlere kıyasla en az ekipman gerektiren tekniklerden biridir ancak sadece belirli sayıda polimer için uygulanabilir bir yöntemdir. Nanolif oluşumu için öncelikle uygun çözücü ile uygun konsantrasyonda homojen bir polimer çözeltisi hazırlanır. Hazırlanan çözelti, jelleşme sıcaklığında bekletilir. Faz ayırmasının gerçekleşmesi sıcaklık değişimi veya polimer çözeltisine çözücü olmayan bir madde eklenmesi ile gerçekleştirilir. Laboratuvar ölçekli bir teknik olup üretilen lif uzunlukları sınırlıdır (Garg vd., 2014; Zheng vd., 2020; Asano vd., 2022; Altıntaş vd., 2023). Faz ayırma yöntemi ile nanolif üretimini gösteren bir çizim Şekil 2.3’de verilmiştir.

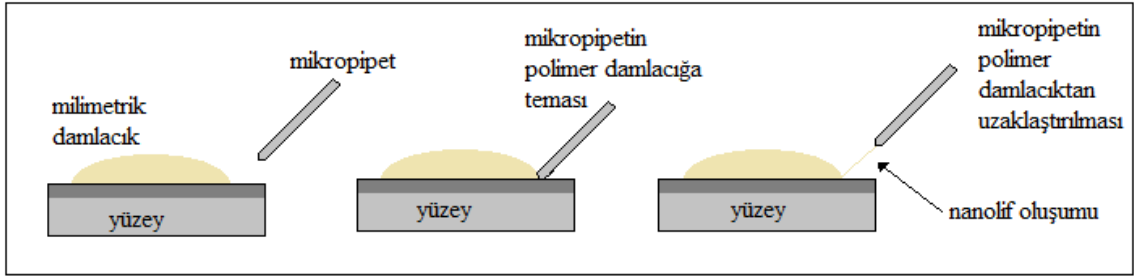


Şekil 2.3 Faz ayırma yöntemi ile nanolif oluşumu

Kendiliğinden düzenlenme, sınırlı sayıda polimer için söz konusu bir tekniktir. Lif oluşumu, kovalent olmayan bazı kuvvetler etkisiyle gerçekleşir. Bunlar genellikle hidrofobik kuvvetler, hidrojen bağı ve elektrostatik olmaktadır. Düzenlenme sırasında meydana gelen itme ve çekme kuvvetlerinin etkisiyle gerçekleşmektedir (Beachley vd., 2020; Altıntaş vd., 2023). Bu yöntemin en yaygın olarak peptidlerde, medikal ve biyomedikal uygulamalara yönelik kullanıldığı söylenebilir (Chen ve Zou, 2019; Gelain vd., 2021).

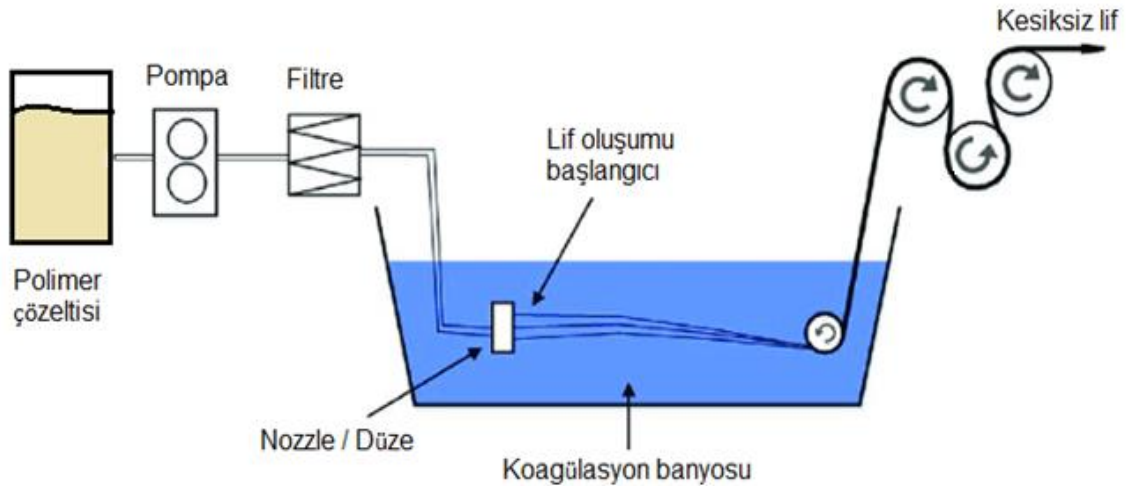
Dondurarak kurutmada, su ve buz kristalleri nanolif oluşumu için kullanılmaktadır. Öncelikle bir polimer çözeltisi hazırlanır ve hazırlanan çözelti düşük sıcaklıkta dondurulur. Vakum yoluyla dondurulan numune basıncı düşürülür. Numune daha sonra iki farklı kurutmadan geçer, biri buzun diğeri suun uzaklaştırılması için yapılır. Katı- sıvı faz ayrımı olarak da bilinen bu yöntemle, çalışılması zor olan kitin gibi polimerlerden istenen çaplarda lifler üretmenin mümkün olması bu tekniği avantajlı hale getirmektedir (Jazeri vd., 2011; Stojanovska vd., 2016; Altıntaş vd., 2023).

Çekim yöntemi ise aslında mikro boyutlu lif üretimlerinde yaş eğirme, kuru eğirme gibi isimler altında kullanılmaktadır. Laboratuvar düzeyinde kalan çekim prosesindeki 3 temel unsur, SiO_2 bir yüzey, bir mikropipet ve bir mikro manipülatördür (Ramakrishna vd., 2005). Tipik bir çekim prosesine ait görsel Şekil 2.4'de gösterilmiştir.



Şekil 2.4 Çekim yöntemi ile nanolif üretim süreci (Ramakrishna vd., 2005; Üstündağ vd., 2009)

Çekim yöntemi, uygun çözücüde çözdürülmüş polimerin genellikle SiO_2 bir yüzey üzerine damlatılması, bir mikropipetin bu damlacığa daldırılması ve geri çekilmesi esasına dayanmaktadır. Bu teknikle sürekli lif elde etmek mevcut sistemde mümkün değildir. Çözeltiden sürekli lif üretimine imkan sağlayan ancak lif inceliği nozzle/düze deliklerinin çapına bağlı olarak mikron-milimetre mertebelerinde olan “yaş eğirme” yöntemi bulunmaktadır. Bu yöntemde polimerin uygun bir çözücü ile çözeltisi hazırlanır. Hazırlanan polimer çözeltisi bir besleme haznesine konulur. Daha sonra polimer çözeltisi sabit basınç altında üzerinde farklı çap, sayıda ve şekilde delikler bulunan düzelerden koagülasyon banyosu da denilen katılaştırma çözeltisi içerisine püskürtülür. Bu banyoda katılaşmaya başlayan lifler alınarak silindirlere sarılır ve besleme haznesi içerisindeki çözelti bitene kadar lif üretimi devam eder. Bu yöntemle üretilen liflerin inceliği genellikle mikron mertebesindedir. Yaş eğirme prosesine ait şematik bir gösterim Şekil 2.5’de verilmiştir.



Şekil 2.5 Yaş eğirme süreci şematik gösterimi (Khayyama vd., 2020)

Elektro-fiber ekstraksiyonu, William Gilbert’in manyetizma üzerinde çalıştığı ve tesadüfen elektromanyetizmanın sıvılar üzerindeki etkisini gözlemlediği durum 1600’lerde meydana geldi. Çalışmada, elektrikle kuru bir yüzeyden belirli bir mesafede

koni şeklinde bir su damlasının çizildiğine dikkat çekildi. Bu çalışma elektro-elyaf çekim tekniği ile ilgili ilk çalışma olarak kabul edilebilir (Allee vd., 2003). Elektro elyaf çekme işleminde temel prensip, ilk kez 1880'lerde Rayleigh tarafından yürütülen elektrostatik kuvvetleri kullanarak, polimer çözelti üzerinde var olan viskoelastik kuvveti ve yüzey gerilimi kuvvetlerini yenerek, çözülden çok ince fibril yapılar oluşturmaktır.

Elektro lif çekim yöntemi, polimer bazlı nanolif üretimi için en çok tercih edilen yöntem olarak kabul görmektedir. Bu yöntem, akışkanlar dinamiği, polimer kimyası, temel fizik, elektrik fiziği, makine ve tekstil mühendisliğini içeren multidisipliner bir yöntemdir. Yıllar içerisinde elektro lif çekim yöntemi kendi içerisinde (Alghoraibi ve Alomari, 2018);

- multi-jet elektro eğirme,
- gözenekli içi boş tüp ile elektro eğirme,
- emülsiyon elektro eğirme,
- koaksiyel elektro eğirme,
- gaz destekli eğirme,
- roller elektro eğirme,
- kendiliğinden demetlenen elektro eğirme,
- solventsiz elektro eğirme,
- manyetik alan destekli elektro eğirme,
- çift komponentli eğirme,
- yük enjeksiyonu yöntemi,
- yakın alan elektro eğirme,
- santrifüjlü eğirme

gibi farklı tasarımlarla çeşitlenmiştir. Bu derece hızlı gelişen bir teknoloji tabii ki sadece tasarımda değil üretilen yüzeylerin toplandığı toplayıcı tipinde de farklılaşma yaşamıştır. Kullanılan toplayıcının şekline göre elektro eğirme sistemleri (Alghoraibi ve Alomari, 2018);

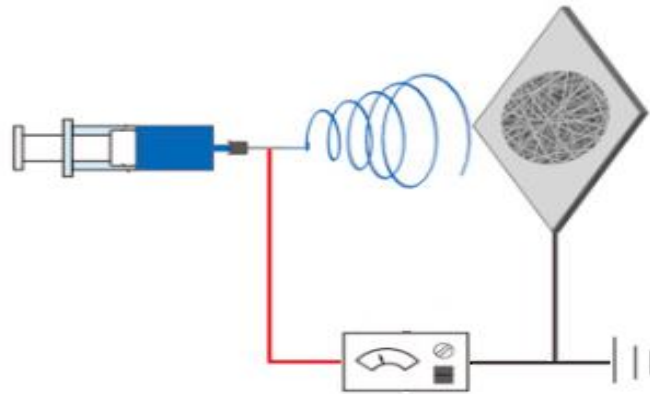
- sabit plaka toplayıcı,
- hareketli plaka toplayıcı,
- döner tamburlu toplayıcı,
- döner mandrelli keskin pim,
- bıçak kenarı elektrotlu döner tüp toplayıcı,
- paralel iletkenli döner mandrel toplayıcı,

- mikrofiber destekli döner toplayıcı,
- dönen dondurulmuş mandrel,
- paralel iletken toplayıcı,
- desenli elektrotlar,
- döner tel tambur toplayıcı,
- dönen ince bir disk,
- iki halkalı toplayıcı,
- su banyosu topraklı kollektör,

başta olmak üzere çeşitlenmiştir. Ancak temel prensip çok farklılaşmamıştır. Bugün bir elektro eğirme sistemini tanımlarken 3 temel kısımdan söz etmekteyiz. Bunlar;

1. Enjektör ve dozlama ünitesinin bulunduğu besleme kısmı,
2. Yüksek voltajlı DC güç kaynağı
3. Hareketli ve/veya sabit toplayıcıdır.

Elektro eğirme tekniğinde, polimer ısı ile eritilir veya uygun bir çözücü içinde çözeltisi hazırlanır. Daha sonra ucunda küçük bir delik olan şırıngaya yerleştirilir ve yüksek voltaj sayesinde oluşturulan elektrik alanı boyunca hareket ederek toplayıcıya ulaşır. Kullanılacak yüksek voltaj polimerin çeşidinden ve molekül ağırlığından hazırlanan çözeltinin viskozitesine kadar birçok değişkenden etkilendiği için farklılık göstermektedir. Ancak yapılan çalışmalarda genellikle <50 kV'a kadar voltaj uygulanır. Standart bir elektro eğirme tertibatı şematik olarak Şekil 2.6'da gösterilmiştir.



Şekil 2.6 Elektro eğirme düzeneği şematik gösterimi (Long vd., 2019)

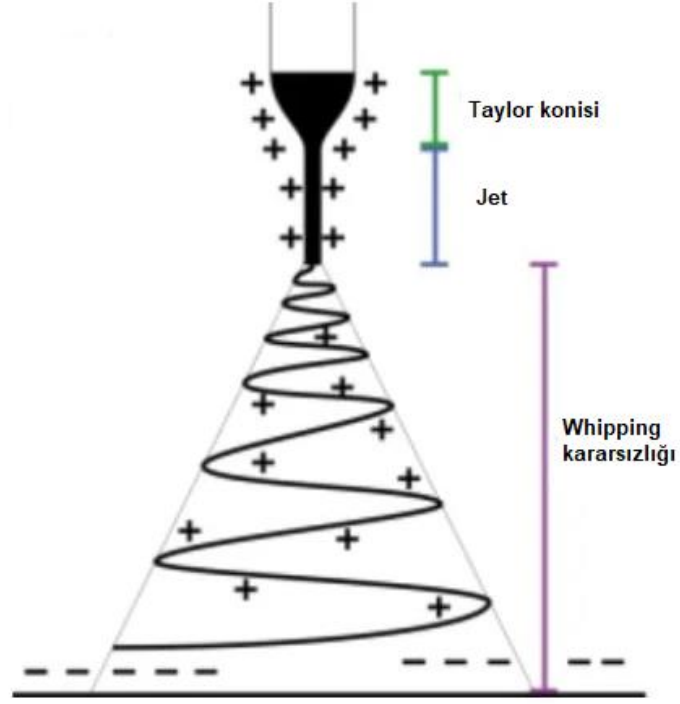
Besleme tertibatı sayesinde şırınganın ucuna kadar gönderilen polimer, iğne ucunda asılı kalarak yüzey geriliminin uyguladığı kuvvetler nedeniyle kritik bir voltaj değerine kadar küresel olarak bulunur daha sonra bir polimer damlası halini alır.

Uygulanan potansiyel fark, bir eşiğe ulaşır ulaşmaz, elektrostatik kuvvet yüzey gerilimi kuvvetine eşitlenir. Bu noktada polimer damlası şekil değiştirerek koni şeklini alır. Bu koniye Taylor konisi denir (Hohman vd., 2001; Kozanoğlu, 2006; Reneker ve Yarin, 2008; Beypazar, 2013).

Kullanılan polimerin özelliğine, çözelti konsantrasyonuna ve sistem değişkenlerine bağlı olarak değişebilen üç kararsızlık durumu vardır. Polimer jeti, bu istikrarsızlık durumlarından sadece birini de gösterebileceği gibi üç kararsızlık durumunun hepsinin ortaya çıkması da söz konusu olabilir. Bu kararsızlık durumları; klasik Rayleigh kararsızlığı,

- Eksenel simetrik elektrik alan akımı,
- Whipping kararsızlığı

olarak açıklanmış ve matematiksel olarak modellenmiştir (Wendorff vd., 2012). Elektro üretim sürecindeki en belirgin istikrarsızlık durumu Whipping kararsızlığıdır. Whipping oluşumunun nedeni, jet yüzeyindeki yüklerin karşılıklı olarak itilmesi ve yüklerin bir arada bulunamaması nedeniyle merkezin radyal tork üretmesidir. Besleme ünitesinden püskürtülen polimer, toplayıcı tablaya yaklaştıkça besleyici ucundan uzayan tek bir jetin fıskiye şeklinde ve farklı yönelmelere sahip küçük jet oluşumları gözlemlenir. Bu küçük jetlerin oluşum nedeni ana jetten gelen radyal yüklerin birbirini itmesiyle açıklanır. Eğer jet yeterince inceyse ve viskoelastik kuvvetler yeterince sönümlenirse, yeni bir Whipping kararsızlığı oluşur ve buna ikinci Whipping kararsızlığı denir (Hohman vd., 2001). Besleme ve toplayıcı arası oluşan polimer jetin izlediği yolun şematik gösterimi Şekil 2.7’de verilmiştir.















Şekil 2.7 Besleme ve toplayıcı arası oluşan polimer jetin izlediği yolun şematik gösterimi (Angamma ve Jayaram, 2011)

Elektro lif çekim sürecini ilgilendiren iki kuvvet dengesi vardır. Birincisi sürecin devamı için gerekli olan kuvvet sistemi, ikincisi ise sürece engel olan kuvvet sistemidir. İlk kuvvet sistemi damlanın dengesini bozarak damlanın deforme olmasına ve damladan ince bir jet oluşturmasına yardımcı olur. İkinci kuvvet sistemi ise sıvının uzamasını ve akmasını engelleyerek damlayı sabitleme eğilimine sürükler. Püskürtmeden sonra, birinci ve ikinci Whipping kararsızlık bölgeleri meydana gelir ve daha sonra lifler, toplayıcı plaka üzerinde rastgele toplanır. Toplama plakasının yüzeyinde 3 nm'den 1 µm'den fazlasına kadar değişen lifler bulunabilir (Salas, 2017; Nayak vd., 2017). Elektro lif çekim sürecinin özünü anlamaya yönelik çok sayıda çalışma yapılmıştır ve yapılmaktadır. Nanolif morfolojisi, yapısı ve yüzey fonksiyonlarının kontrolü sağlanabilmelidir (Reneker ve Yarin, 2008).

Elektro lif çekim prosesini etkileyen parametre sayısı oldukça fazla olup genellikle çevresel değişkenler, çözeltiliye ait değişkenler ve elektro eğirme proses parametrelerine ait değişkenler olarak üç grup altında toplanmakta olup Tablo 2.1'de daha detaylı olarak gösterilmiştir.

Tablo 2.1 Elektro lif çekim prosesini etkileyen değişkenler (Islam ve Karim, 2010; Lee ve Mooney, 2012; Long vd., 2019)

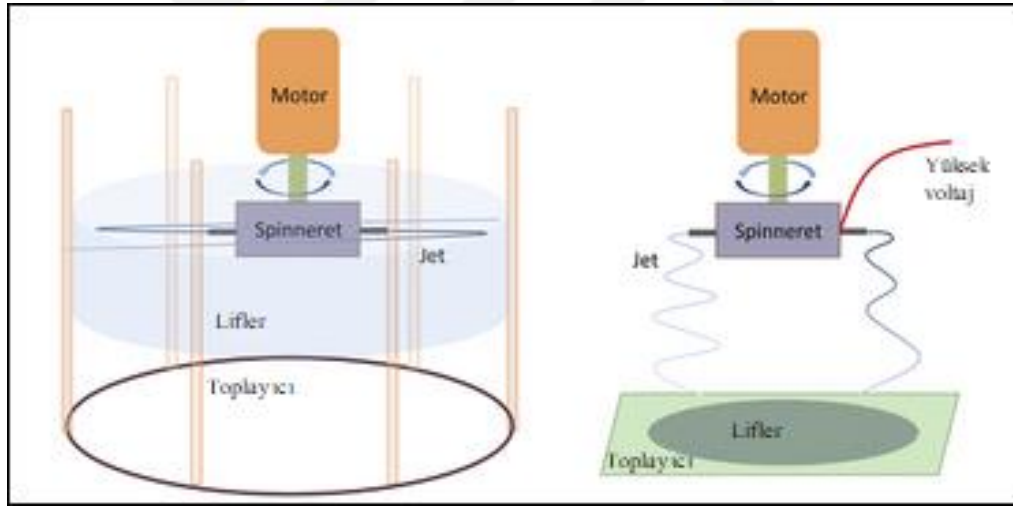
Çözelti değişkenleri;		Konsantrasyon
		İletkenlik
		Viskozite
		Moleküler ağırlık
		Çözücünün uçuculuğu
		Moleküler yapı
Elektro eğirme prosesine ait değişkenler;		Mesafe
		Voltaj
		Besleme oranı
		Toplayıcı
Çevresel değişkenler		Nem
		Sıcaklık

Yıllar içinde yapılan çalışmalarla, çeşitli polimerler ve biyopolimerler için elektro üretim koşulları büyük oranda belirlenmiştir. Örneğin, nanolif üretebilmek için polimer çözeltisi yeterince yüksek bir konsantrasyona sahip olmalıdır. Ancak çok yüksek olması viskoziteyi artırdığından ve çok yüksek viskozite elektrik alanda polimer hareketini engellediğinden dezavantaj yaratır. Çözeltinin yüzey gerilimi yeterince düşük, yük yoğunluğu ise yeterince yüksek olmalıdır (Hohman vd., 2001). Şırınganın kılcal ucu ile toplayıcı arasındaki mesafe azaltılarak morfolojik değişiklikler yapılabilir. Mesafeyi artırarak veya elektrik alan şiddetini azaltarak damla yoğunluğu azalır. Yüklü alanlar periyodik olarak morfolojiyi etkileyebilir ve yüzeyde değişikliklere neden olabilir (Reznik vd., 2004). Elektro lif çekimi ve elektro spreyleme hakkındaki mevcut bilgiler, üretilen yüzeylerin hem morfolojisinin hem de yapısının, elektrostatik kuvvetlerin ve çözelti parametrelerinin sinerjistik etkisinden etkilendiğini belirtmektedir.

Sürekli lif üretimi gerçekleştirilebilen elektro lif çekim prosesinin ön plana çıkması, hızlı bir üretim sağlaması ve hızlı bir şekilde yaygınlaşması, diğer bazı teknikler üzerinde yapılan çalışmaların sınırlı sayıda kalmasına neden olmuştur. Ancak elektro lif prosesinde kilovoltlar mertebesinde gerilim uygulanıyor olması ve cihaz maliyetlerindeki son artışlar nedeniyle alternatif sürekli nanolif üretimi gerçekleştirilebilecek tekniklerinin geliştirilmesini önemli hale getirmektedir. Bu çalışmada, yüksek voltaj kullanmadan nano boyutta lif üretimi gerçekleştirebilecek “çekim” ve “yaş eğirme” yöntemleri temelinde sürekli lif üretimi sağlanabilmesi için bu yöntemler modifiye edilerek bir prototip dizayn

edilmiştir. Bu nedenle, çalışmanın önemli olduğu ve literatüre katkı sunacağı öngörülmektedir.

Pamuk şeker üretim prensibini ilham alarak yola çıkan Badrosamay ve ark. (Badrossamay vd., 2010), benzer bir yöntemle nanolif üretiminin de gerçekleştirilebileceğini öngörerek bir çalışma yapmış ve 2010 yılında santrifüj eğirme yöntemini tanıtmıştır. Yönteme ait ilk patent, 2012 yılında alınmıştır (Lozano ve Kamalaksha, 2012). Bu yöntem ile yüksek voltaj olmadan ve elektro lif eğirmeye nazaran daha hızlı üretim mümkün olmuştur (Stojanovska vd., 2016). Bu yöntemde toplayıcı bir çember şeklindedir ve tam merkezinde, bir dizi delik bulunduran döner bir hazne içerisine polimer çözeltisi bulunmaktadır. Dönme ile oluşan santrifüj kuvveti etkisiyle oluşan merkezkaç kuvveti, çözeltinin viskozitesini ve yüzey gerilimini aşar aşmaz polimer jeti çember şeklindeki toplayıcının iç yüzeyine doğru itilir. Bu esnada lifler hem gerilir hem de polimer çözeltisindeki çözücü buharlaştığından polimer lif şeklinde katılaşır (Gholipou-Kanani ve Daneshi, 2022).



Şekil 2.8 Santrifüj eğirme (sol) ve elektro-santrifüj eğirme (sağ) tekniklerine ait şematik gösterim (Xu vd., 2023)

Elektro-santrifüj eğirme yöntemi ise santrifüj yönteminden kısa bir süre sonra geliştirilen ve elektro eğirme ile santrifüj eğirmenin bir kombinasyonu olarak tanımlanan nanolif üretim yöntemidir. Burada amaç, elektro eğirme yöntemindeki gibi ince ve düzgün nanolifleri, santrifüj eğirme yöntemindeki gibi hızlı üretmektir. Xu ve ark. bu üç yöntemi araştırmışlar, birbirlerine benzerliklerini ve farklarını ortaya koymuşlardır. Çalışmada, elektro eğirme yönteminin hala en çok tercih edilen yöntem olduğu, santrifüj yönteminin her ne kadar endüstriyel üretime uygun olsa da elde edilen liflerin elektro

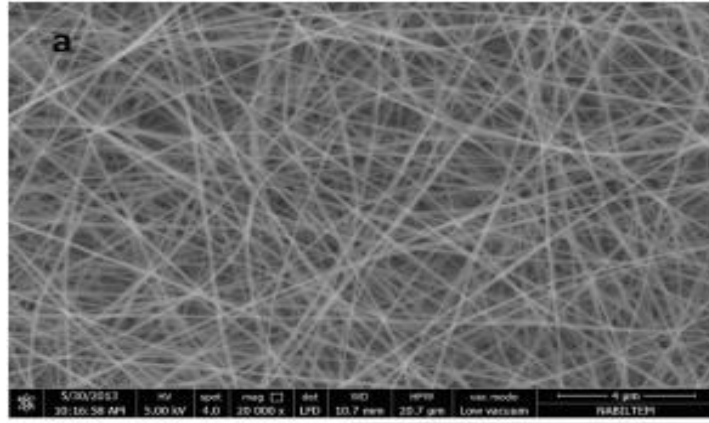
eğirmedeki kadar düzgün olmadığı, santrifüj yönteminin geliştirilmiş versiyonu olarak kabul edebileceğimiz elektro-santrifüj yönteminin ise ileriye yönelik elektro eğirmeye rakip olabileceği ifade edilmiştir (Xu vd., 2023).

2.2 Elektro Eğirmede Kullanılan ve Suda Çözünen Bazı Polimerler

2.2.1 Polivinilalkol (PVA)

Nanolif üretimi için birçok polimer kullanılabilir. Oda sıcaklığında, suda kolaylıkla çözülebilen polivinilalkol (PVA) yaygın olarak kullanılan polimerlerin başında gelmektedir. Hatta cihazın ilk kurulumunda deneme amaçlı yapılan üretimlerde genellikle PVA ile deneme yapılmaktadır.

PVA termal ve kimyasal dayanıklılığa sahip, toksik olmayan, havada çözünebilen biyoyumluluğu oldukça fazla, yarı kristalli sentetik polimerdir. Düşük maliyetli, yüksek ısı direnci, iyi şekilde film oluşumu, iyi kimyasal direnç, toksik olmama gibi özelliklere sahiptir. PVA Elektro lif çekim ünitesi ile gerçekleştirilen nano incelikteki PVA liflerine ait SEM görüntüsü Şekil 2.9'da verilmiştir. Standart elektro eğirme yöntemi ile üretilen lifler, tek tek lif olarak değil, nano incelikteki liflerden oluşan bir yüzey halinde toplanmaktadır.



Şekil 2.9 %10'luk PVA çözeltisi ile yapılan elektro lif çekim işlemi sonucunda elde edilen liflere ait SEM görüntüleri (Beypazar, 2013)

Beypazar, nanolif üretiminde çap kontrolüne yönelik yaptığı tez çalışmasında, %10, %12 ve %14'lük PVA çözeltilerinden iki farklı iğne çapı (0,7 mm ve 0,9 mm), iki farklı besleme hızı (0,10 ml/sa ve 0,20 ml/sa), iki farklı iğne-toplayıcı mesafesi (10 cm ve 15 cm) ve farklı gerilim değerlerinde üretimler yaparak farklı üretim parametrelerinde üretilmiş olan 96 adet PVA yüzey üretmiştir. Üretilen yüzeylerin SEM görüntüleri incelenmiş ve her numuneden yaklaşık 50 adet çap ölçümü alınmıştır. Sonuç olarak,

üretilem liflerin incelik değeriilerin voltaj, besleme hızı ve iğne-toplayıcı mesafesinden etkilendiğı tespit edilmiştir (Beypazar, 2013).

Kusumawati ve ark. tarafından gerçekleştirilen çalışmada, %8, %10 ve %12 konsantrasyonlarda PVA nanolifleri, 5 ml/sa besleme hızı ile iki farklı voltajda (17 kV ve 20 kV), üç farklı iğne-toplayıcı mesafesinde (7 cm, 10 cm ve 15 cm) üretilmiştir. Lif morfolojileri ve lif çapları optik mikroskop ile incelenmiş ve değerlendirilmiştir. Verilen parametrelerde yapılan üretimlerde tespit edilen boncuksuz ve en homojen lifin, %10 PVA polimer konsantrasyonu ile hazırlanan çözeltiden 20 kV voltaj ve 15 cm iğne-toplayıcı mesafesinde üretildiğı ifade edilmiştir (Kusumawati vd., 2021).

2.2.2 Polivinilpirolidon (PVP)

Suda kolayca çözünen ve elektro lif eğirmede yaygın olarak karşımıza çıkan bir diğer polimer ise polivinilpirolidon (PVP)'dur. Pınarbaşı ve Çallıođlu tarafından gerçekleştirilen bir çalışmada, farklı polimer konsantrasyonlarında (%10, %12 ve %14) farklı çözücüler (etanol, dimetilformamid, dimetilasetamid, kloroform, asetik asit ve damıtılmış su) ile hazırlanan polimer çözeltileri, üç farklı besleme hızında (0,7 ml/sa, 0,8 ml/sa ve 0,9 ml/sa), üç farklı voltaj değeriinde (24.4 kV, 26.4 kV ve 28.4 kV) ve üç farklı iğne-toplayıcı mesafesinde (17 cm, 19 cm ve 21 cm) üretilmiştir. Çalışmalar esnasında ortam nemi kontrol edilmiş ve %25, %30 ve %35 olacak şekilde ayarlanmıştır. SEM görüntüleri ve lif çap dağılımları incelenen liflerde, en ince lif oluşumunun dimetilasetamid ile hazırlanan (61 µm) ve suda hazırlanan (78 µm) %10'luk PVP ile elde edildiğı ifade edilmiş ancak bu liflerde boncuklanmaların varlığından da bahsedilmiştir (Pınarbaşı ve Çallıođlu, 2022).

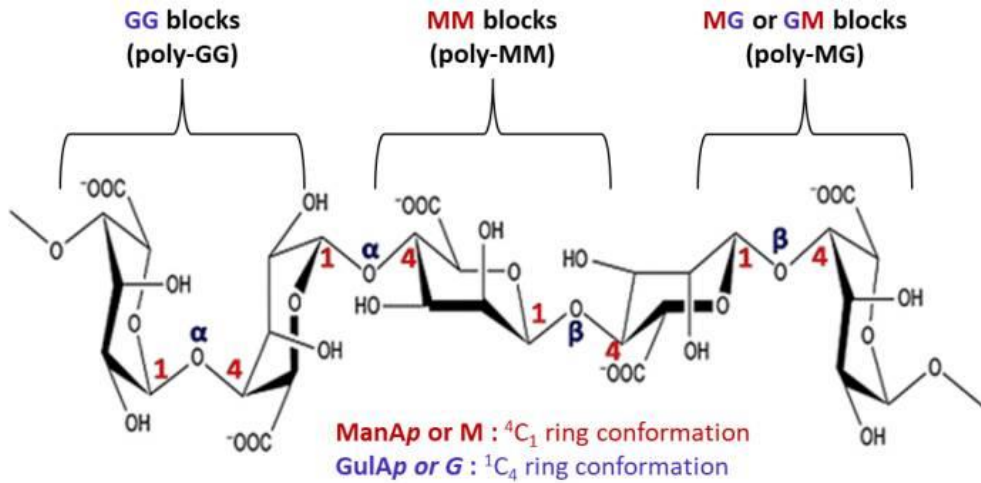
PVP, elektro eğirme prosesinde sıklıkla nanoparçacıklar için taşıyıcı polimer olarak kullanılmaktadır. Nanoparçacıklar, bazı fonksiyonel özelliklere sahip yapılar oluşturmak için birden fazla katmandan oluşabilir. Bu nanoparçacıklar aynı zamanda nanokompozit olarak da karşımıza çıkmaktadır. Yıldız ve diğerleri tarafından sentezlenen Fe₃O₄-Cs-Ag parçacıklar, kitosan (Cs) polimeri içeren aslında nano boyutta kompozit yapılarıdır. Çalışmada, sentezlenen Fe₃O₄-Cs-Ag nanokompozitler, PVP polimer çözeltilisine eklenmiş ve manyetik nanolifler ve nanolifli membranlar üretmek için kullanılmıştır. Üretim tekniğı olarak ise elektroegirme yöntemi kullanılmıştır. Üretilen nanoliflerin yapısal, manyetik, morfolojik, spektroskopik ve termal özellikleri ile Fe₃O₄-Cs-Ag nanolifli membranın antibakteriyel etkileri incelenmiştir. Sonuç olarak, Staphylococcus aureus, Bacillus subtilis, Enterococcus faecalis, Escherichia coli,

Proteus mirabilis ve Pseudomonas aeruginosa bakterilerine karşı iyi antibakteriyel aktivite sergileyen nanolifli membranlar üretilmiş olduğu ifade edilmiştir (Yıldız vd., 2020).

2.2.3 Aljinat (ALG)

Nanolif üretimi için kullanılan polimerlerden bir diğeri de Aljinat (ALG) polimeridir. ALG kahverengi deniz yosunundan elde edilen doğal bir polimer olup yara iyileşmesi, film oluşumu, doku mühendisliği gibi biyotıp uygulamalarında kullanımı yaygındır. ALG jelleri farklı çapraz bağlama yöntemleriyle elde edilebilir ve bunların yapısal benzerliği, yara iyileşmesinde, kimyasal ilaç ve proteinlerin taşınmasında olanak sağlar ancak yüksek viskoziteye sahip ALG çözeltisi protein ya da hücrelerle karıştırılıp vücuda enjekte edildiğinde oldukça yüksek kesme kuvvetinden dolayı vücudun zarar görmesine sebep olabilir. ALG yara pansumanları doğal olarak nemli küçük bir ortam sağlar ve yara bölgesindeki enfeksiyonu yok edecek kadar aza indirerek yaranın iyileşmesini basitleştirir (Mokhena vd., 2020).

Kahverengi deniz yosunlarından elde edilen aljinatların yapısında 1,4-bağlı β -D-Mannuronik Asit (M) ve 1,4-bağlı α -L-Guluronik Asit (G) olmak üzere iki adet temel monomer bulunmaktadır. ALG bir polisakkarit olup polimer zincirleri anyonik lineer yapıdadır.



Şekil 2.10 Aljinat kimyasal yapısı (Shari ve Kamarudin, 2015)

Mokhena ve ark. aljinatın elektro eğirme yöntemi ile üretilebilirliğine ve uygulama alanlarına yönelik yapılan çalışmaları derledikleri makalelerinde özellikle uygulama alanlarına yönelik oldukça kapsamlı bir değerlendirme yapmıştır (Mokhena vd., 2020). Li ve ark. metilen mavi adsorpsiyonu için sodyum aljinat polimerine MXene takviye ederek elektro eğirme yöntemi ile yüzeyler elde etmişler ve metilen mavi

giderimine yönelik çalışmalar yapmışlardır. Sodyum aljinat içerisindeki MXene varlığının metilen mavi adsorpsiyonunu artırdığı sonucuna varılmıştır (Li vd., 2023).

Düşük molekül ağırlığına sahip aljinat polimerinden elektro eğirme yöntemiyle nanolif üretimine yönelik çalışmalarda, viskoziteyi artırmak ve lif oluşumunu desteklemek için ilave bir polimer kullanımına rastlamak mümkündür. Bu amaçla polietilenoksit (PEO) polimeri sıklıkla karşımıza çıkmaktadır. Hu ve ark. sodyum aljinat (NaAlg):PEO içeriğini 1:1 ila 1:3 arasında değişen oranlarda kullanarak, polimer konsantrasyonu %5 olan polimer çözeltileri hazırlamışlar ve analizlerini gerçekleştirmişlerdir. Sonuç olarak pürüzsüz ve homojen NaAlg/PEO nanoliflerinin elde edildiği ifade edilmiştir (Hu vd., 2015). Kyziol ve ark. ilaç taşıyıcı olarak seçtikleri aljinat polimerinden üretilecek nanolifler için taşıyıcı polimer olarak PEO ve az miktarda yüzey aktif madde kullanmışlardır. PEO daha sonra ortamdan uzaklaştırılmıştır ve ilaç yüklemesi yapılmış aljinat liflerinin 161 nm çapa sahip olduğu, yüklenmemiş liflerin ise 109 nm ortalama çapa sahip olduğu belirtilmiştir (Kyziol vd., 2017). NaAlg'in PEO ile birlikte üretildiği bir başka çalışmada ise PEO ve az miktarda Triton \times 100 yüzey aktif madde varlığında NaAlg nanolifleri elektro eğirme yöntemi ile üretilmiştir. Nanolifler, NaAlg/PEO oranı 70:30 ve 80:20 olacak şekilde hazırlanan %4'lük homojen bir polimer çözeltisinden üretilmiştir. Bu çalışma için belirlenen optimum üretim koşullarının 0,4 ml/sa besleme hızı, 10,5 kV voltaj ve 16 cm iğne-toplayıcı mesafesi olduğu ifade edilmiştir. Üretilen nanoliflerin morfolojileri SEM ile incelenmiş olup NaAlg/PEO oranının 70:30 olduğu çözeltinin beslendiği elektro eğirme işlemi ile üretilen nanoliflerin daha düzgün ve kararlı olduğu belirtilmiştir (Hossain ve Rahman, 2021).

NaAlg nanoliflerinin üretiminde destek/taşıyıcı olarak kullanılan bir diğer polimer PVA'dır. Özellikle yara örtüsü veya doku mühendisliği gibi tıbbi alanlara yönelik uygulamalar için üretilen NaAlg nanoliflerinde PVA kullanımına sıklıkla rastlanmaktadır. Najafiasl ve ark. tarafından gerçekleştirilen bir çalışmada, PVA ve NaAlg kullanılarak biyouyumlu ve şişme eğilimi artırılmış nanolifler üretilmesi amaçlanmıştır. İlaç salınımına yönelik yapılan çalışmada, elektro eğirme öncesinde PVA/NaAlg çözeltisinin glutaraldehit ile kombinasyonunun daha iyi çapraz bağlanmaya neden olduğu ifade edilmiştir. PVA/NaAlg bileşimine ilaç olarak dekspantenol eklenmiştir. Kontrollü ilaç salınımı için farklı kabuk maddeleri ile çalışılmış ve kabukta %1'lik Cs varlığının ilaç salınımının daha iyi kontrol edilmesine katkı sağladığı belirtilmiştir (Najafiasl vd., 2020). Doku mühendisliği uygulaması için elektro eğirme yöntemiyle NaAlg/PVA polimer doku iskelelerinin üretildiği bir çalışmada, proses parametreleri optimize edilmiş ve üretilen

yüzeyle nanofiber çapı, bozunabilirlik, gözeneklilik, gerilme mukavemeti, şişme, temas açısı ve sitotoksikite bakımından incelenmiş olup SEM ve FTIR ile karakterize edilmiştir. Sonuç olarak en iyi NaAlg/PVA oranının 1:6,5 olduğu ve en homojen ve düzgün nanoliflerin 0,55 µl/sa besleme hızı, 30 kV voltaj ve 12,5 cm iğne-toplayıcı mesafesi ile elde edildiği belirtilmiştir. Üretilen nanoliflerin ortalama lif çap değerinin 166 nm olduğu ve bu koşullarda üretilen yüzeylerin doku mühendisliğinde kullanım için uygun olabileceği ifade edilmiştir (Jadbabaei vd., 2021).

Bunların yanında, ALG polimeri ile birlikte elektro eğirme yöntemiyle nanolif ve yüzey üretiminde kullanılan polimerler arasında poly(ϵ -caprolactone) (PCL) (Norouzi vd., 2022; Doderö vd., 2020) ve polylactic acid (PLA) (Xu vd., 2017; Ye vd., 2019; Cesur vd., 2019) bulunmaktadır.



3. YÖNTEM

3.1. Kullanılan Malzemeler ve Metotlar

Prototipin kurulumunda flowmetre, güç kaynağı, manometre (0-2,5 bar), 12V DC motorlar (60rpm-125rpm) ve motor hız kontrol cihazı kullanılmıştır.

Nanolif üretimi için denemeler yaptığımız polimerler; 1,19 g/cm³ yoğunluğa sahip PVA ve 1,6 g/cm³ yoğunluğa sahip ALG polimeri laboratuvarımızdan kullanılmıştır.

Hazırlanan polimer çözeltilerinin viskoziteleri JKI-JK-RV-1 model viskozimetre cihazı ile ölçülmüş olup Konya Selçuk Üniversitesi Mühendislik ve Mimarlık Fakültesi alt yapısı kullanılmıştır. Yoğunluk hesaplamaları için gerekli ölçümler laboratuvarımızda yapılmıştır.

Liflerin mikro yapısını görüntülemek için optik mikroskop kullanılmış olup ancak en ince çapa sahip liflerin(minimum 2) görüntüsü SEM cihazı ile alınmıştır. SEM görüntüleri, Çanakkale Onsekiz Mart Üniversitesi Bilim ve Teknoloji Uygulama ve Araştırma Merkezinden hizmet alımı şeklinde gerçekleştirilmiştir.

3.2. Polimer Çözeltilerinin Hazırlanması

Burada amaç, kurulan prototipin çalışır olduğunun ispatlanması amacıyla suda kolay çözüldüğü için elektro lif çekiminde en çok kullanılan polimerlerden olan ve hatta ilk kurulumlarda deneme üretimleri için tercih edilen PVA polimeri kullanımı öncelikli olarak yer almıştır. Bu amaçla, PVA polimeri ağırlıkça %10 ve %8 olacak şekilde su içerisinde manyetik karıştırıcı ile yaklaşık 3 saat karıştırılarak tamamen çözünmesi sağlanmıştır (İslam vd., 2010).

Laboratuvardan kullandığımız PVA polimeri ile yapılan denemelerde karşılaşılan ve bir sonraki bölümde daha detaylı açıklanacak sorunlar nedeniyle, polimer değiştirme ihtiyacı doğmuştur. Yeni seçilen polimer, suda kolay çözünen ve yine sıklıkla kullanılan bir diğer polimer olan ALG olmuştur. ALG polimeri ağırlıkça %1 ve %2 olacak şekilde saf su ile karıştırılarak çözünmesi sağlanmıştır. Çözelti hazırlama işlemi manyetik karıştırıcıda 3 saat sürede gerçekleşmiştir.

3.3. Hazırlanan Çözeltilerinin Yoğunluk ve Viskozitelerinin Tespiti

Elde edilen polimer çözeltilerine ait yoğunluk hesaplaması formül (3.1)'de verilen eşitlikle hesaplanmış olup viskozite ölçümleri Şekil 3.1'de gösterilen JKI-JK-RV-1 model viskozimetre cihazı ile ölçülmüştür.

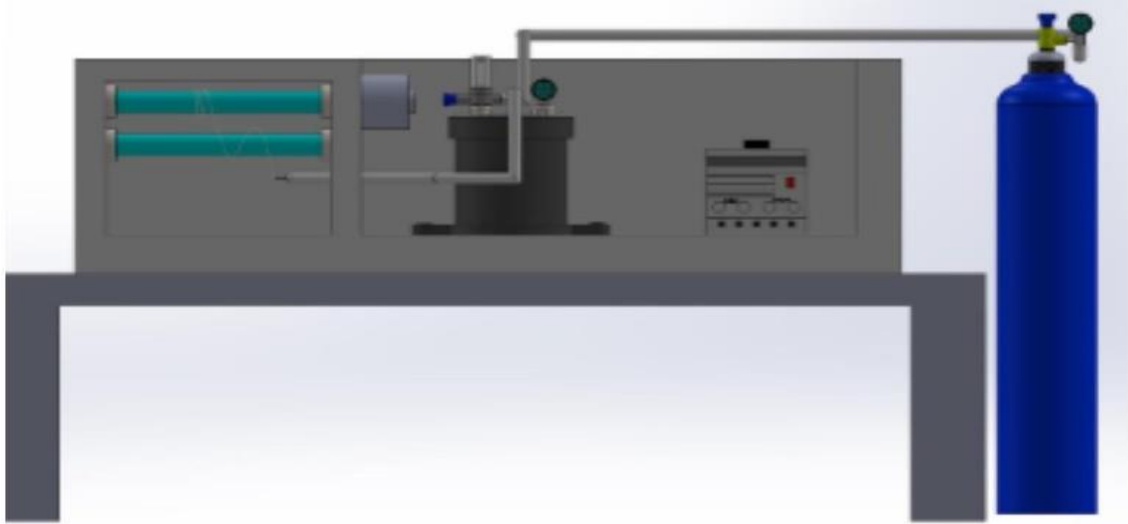


Şekil 3.1 Polimer Çözeltisinin Viskozitelerinin Ölçüldüğü Viskozimetre Cihazı

$$Yoğunluk = \frac{\text{çözünen madde kütlesi}}{\text{çözeltinin hacmi}} \quad (3.1)$$

3.4. Prototipin Kurulumu

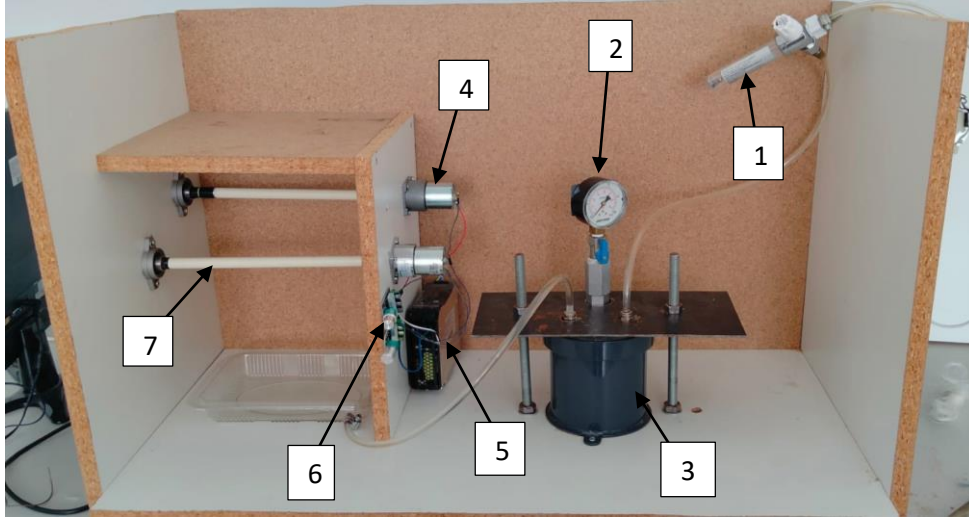
Nanolif üretim teknikleri arasında yer alan ancak çalışmalarını günümüze kadar laboratuvar ortamında kalmış ve sürekli üretim gerçekleştirilemeyen çekim prosesinin handikabı, sürekli bir besleme yapılamaması ve oluşan lifin sınırlı bir uzunluk aralığında olmasıdır. Bu çalışmada, polimer çözeltisini sürekli olarak beslemeye imkan sağlayan ve elektro lif çekiminde kullanılan şırınga pompası dışında bir besleme sistemi kullanılmıştır. Lif oluşumunun gerçekleşeceği kısmın ise 3 tarafı kapalı bir sistem olması gerekli görüldüğü durumda 4. tarafın fleksi-glass ile kapatılması planlanmış ancak buna ihtiyaç duyulmamıştır. Bahsi geçen tasarıma ait ön çizim Şekil 3.2’de verilmiştir.



Şekil 3.2 Oluşturulan Sisteme Ait Taslak Tasarımı

Prototipin hazırlanmasında manometre, flowmetre, Arduino, dc motor, güç kaynağı, toplayıcı miller, rulman, sunta, hortumlar, metrik 12 cıvata, silindirik kap, conta, kanül, kelepçe, sıcak hava tabancası, motor hız kontrol cihazı gibi unsurlar yer almıştır.

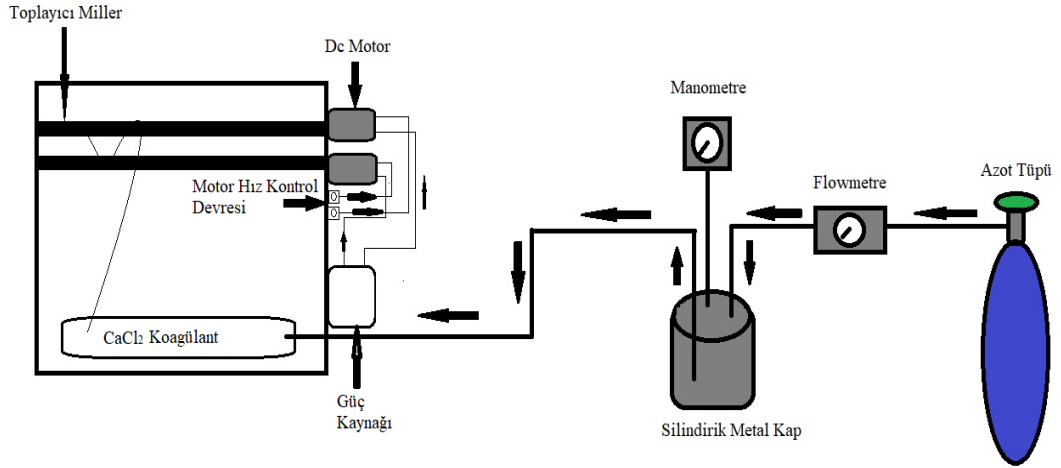
Sistemin oturtulacağı suntalar 40x50 cm, 40x80 cm, 25x25 cm, 25x35 cm, 50x80cm şeklinde kesilmiştir ve montajlanmıştır. Daha sonra toplayıcı miller, sabitlenen rulmanlar arasına yerleştirilmiş ve DC motor ile bağlantısı yapılmıştır. Güç kaynağının kablolar ile etkileşimi sağlanarak DC motorun çalışmasını sağlayacak şekilde bağlantı oluşturulmuş ve toplayıcı millerin düzgün dönüşü ayarlanmıştır. 125 rpm hızla dönme kapasitesine sahip 12V DC motorun dönüş hızını kontrol etmek için motor hız kontrol cihazı montaj edilmiş ve bağlantısı sağlanmıştır.



- | | | | | |
|---|-------------------------|---|-------------------------------------|------------------|
| 1 | Flowmetre(0-10Lt) | 4 | Dc Motor(12v
60Rpm-125Rpm) | |
| 2 | Manometre(0-2,5
bar) | 5 | Güç Kaynağı(0-
30v) | 7 |
| 3 | Silindirik Metal
Kap | 6 | Motor Hız Kontrol
Devresi(6-28v) | Toplayıcı Miller |

Şekil 3.3 Nano incelikte lif üretimi amacıyla oluşturulan prototipe ait görsel

Polimer çözeltisini kanüle taşıyacak bir taşıyıcı sistem oluşturulmuştur. Bu sistem için bir silindirik metal kap kullanılmıştır. Bu silindirik kabın üzerine hortum ve manometre bağlantısı yapılmak üzere montaj delikleri açılmıştır. Silindirik kap conta ile sızdırmaz hale getirilmiştir. Solüsyon çözeltisini hortumdan çıkışını sağlayabilmek için azot gazı kullanılarak basınç verilmiştir. Daha sonrasında solüsyonun akış hızını kontrollü bir şekilde sağlamak amacıyla gaz akışını kontrol edebilmek için flowmetre bağlantısı yapılmıştır. Silindirik kabın yanlarına iki montaj deliği açılmış ve cıvatalar montajlanmıştır. Sistemin son hali Şekil 3.3'de gösterilmiştir. Oluşturulan sistemin akış şeması ise Şekil 3.4'de verilmiştir.



Şekil 3.4 Oluşturulan prototipin akış şeması

3.5. Lif Üretimi

Polimer çözeltileri daha önce de belirtildiği gibi laboratuvarımızda hali hazırda bulunan polimerler kullanılarak hazırlanmıştır. PVA'nın sulu çözeltisi, polimer oranı %8 olacak şekilde manyetik karıştırıcı kullanarak hazırlanmıştır. Çözünmenin tam olarak gerçekleştiğinden emin olmak için karıştırma işlemine yaklaşık 3 saat devam edilmiştir. Hazırlanan PVA polimer çözeltisi sistemde bulunan silindirik kap içine dökülmüştür. Polimeri kanüle taşımak için verilecek olan gazın haznedan dışarı sızmasını engellemek için silindirik kabın üzeri, metal bir levha kullanılarak tıpkı mengene sistemi gibi sıkıştırılmıştır. Polimer çözeltisi, besleme haznesinden ucunda farklı çaplarda kanül yerleştirilen bir hortum ile taşınmıştır. Kanül, sızıntı olmaması için hortuma kelepçe yardımıyla sıkıştırılmıştır. Lif çekimi sırasında kanül ucunun iç çapı ne kadar büyürse solüsyonun debisinin o kadar arttığı ve bir noktadan sonra hızın düştüğü gözlemlenmiştir. Lif üretimlerinde 0,6 - 0,9 - 1,1 ve 1,3 mm çapında kanüller kullanılmıştır. Ancak liflerin en ince şekilde üretilmesi amaçlandığı için 0,6mm çapında kanül seçilmiştir.

Sistem kurulduktan sonra silindirik kap içerisine gaz akışı sağlanmıştır. İçeride bulunan PVA, basınç 15 bar'a geldiğinde kanül ucundan çıkmaya başlamıştır. Ancak polimerin lif şeklinde katılaşması gerçekleşmediği için %1'lik sodyum sülfat içeren bir koagülasyon banyosu hazırlanmıştır (Nahısokawa vd., 2015). Ne yazık ki katılaşma yine sağlanamamıştır. Normal şartlar altında katılaşmanın gerçekleşmesi beklenmektedir. Öncelikle kurulan prototip'den kaynaklı olup olmadığı değerlendirilmiştir ancak burada yaşanan sorunun polimer kaynaklı olduğu kanısı oluşmuştur.

Bu nedenle, laboratuvarımızda bulunan diğerk bir polimer olan aljinat polimeri ile sistem denemesi tekrarlanmıştır. Polimer konsantrasyonunun etkisini görebilmek için %1'lik ve %2'lik aljinat çözeltileri hazırlanmıştır. Çözeltiler saf su ile hazırlanmış ve manyetik karıştırıcıda 3 saat karıştırılmış daha sonra silindirik besleme haznesine dökülmüştür. Gaz akışı verildikten sonra %1'lik aljinat polimer çözeltisi için 5 bar, %2'lik aljinat polimer çözeltisi için 10 bar'a gelindiğinde kanül ucundan polimer çıkışı gerçekleşmiştir.

Lif şeklinde kanülden çıkan polimerin hızlı katılaşması ve sarılabilmesi için koagülasyon banyosu hazırlanmıştır. %1'lik CaCl_2 (kalsiyum klorür) içeren bir çözelti hazırlanmış ve koagülant olarak kullanılmıştır. Koagülasyon banyosuna daldırılan polimer çözeltisi katılaşmaya başlamış ve lif oluşumu gerçekleşmiştir. Toplayıcı millerin dönüş hızı güç kaynağı, DC motor ve motor hız kontrol cihazı kullanılarak kontrol edildiği için B planı olarak alınan arduino set kullanılmamıştır.

3.6. Üretilen Liflerin Karakterizasyonu

3.6.1 Optik Mikroskop

Hazırlanan prototip ile üretilen liflerin hem yüzeylerini hem de çaplarını tespit edebilmek için öncelikle optik mikroskop kullanılmıştır. Üretilen lifler SOIF marka, XJP-6A model optik mikroskop ile görüntülenmiştir (Şekil 3.5).



Şekil 3.5 Lif Görüntülerinin İncelendiği Optik Mikroskop Cihazı

3.6.2 Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM)

Elde edilen liflerin görüntüleri alınıp daha sonra optik mikroskop altında incelenmiş olup seçilen bir adet %1'lik ve bir adet %2'lik aljinat lifi yüzey morfolojisinin daha net görüntülenebilmesi için JEOL marka, JSM-7100-F model emisyonlu taramalı elektron mikroskobu (FE-SEM) ile görüntülenmiştir (Şekil 3.6). Numuneler iletken olmadığı için görüntüleme öncesi numunelere Au-Pd kaplama yapılmıştır.



Şekil 3.6 Lif görüntülerinin alındığı SEM cihazı

4. BULGULAR

4.1. Yoğunluk ve Viskozite Değerler

Elde edilen polimer çözeltilerine ait yoğunluk hesaplaması formül (3.1)'de verilen eşitlikle hesaplanmış olup viskozite ölçüm ve yoğunluk hesabına ait veriler Tablo 4.1'de verilmiştir.

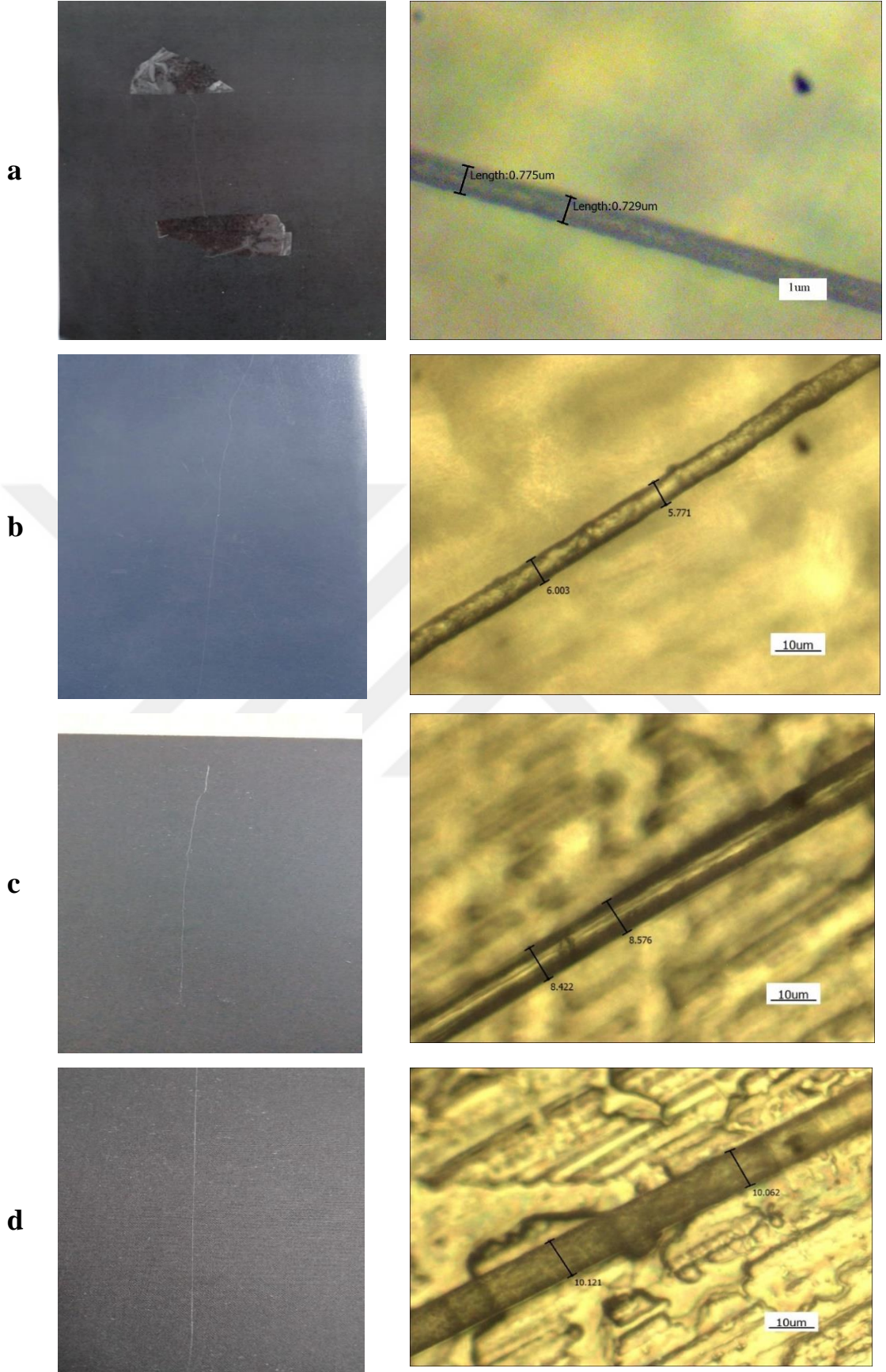
Tablo 4.1 Hazırlanan polimer çözeltilerine ait ölçülen viskozite ve hesaplanan yoğunluk değerleri

NUMUNE	YOĞUNLUK	VİSKOZİTE
%1 ALG Çözeltisi	1,0037 g/cm ³	325 cP
%2 ALG Çözeltisi	1,0075 g/cm ³	1262 cP

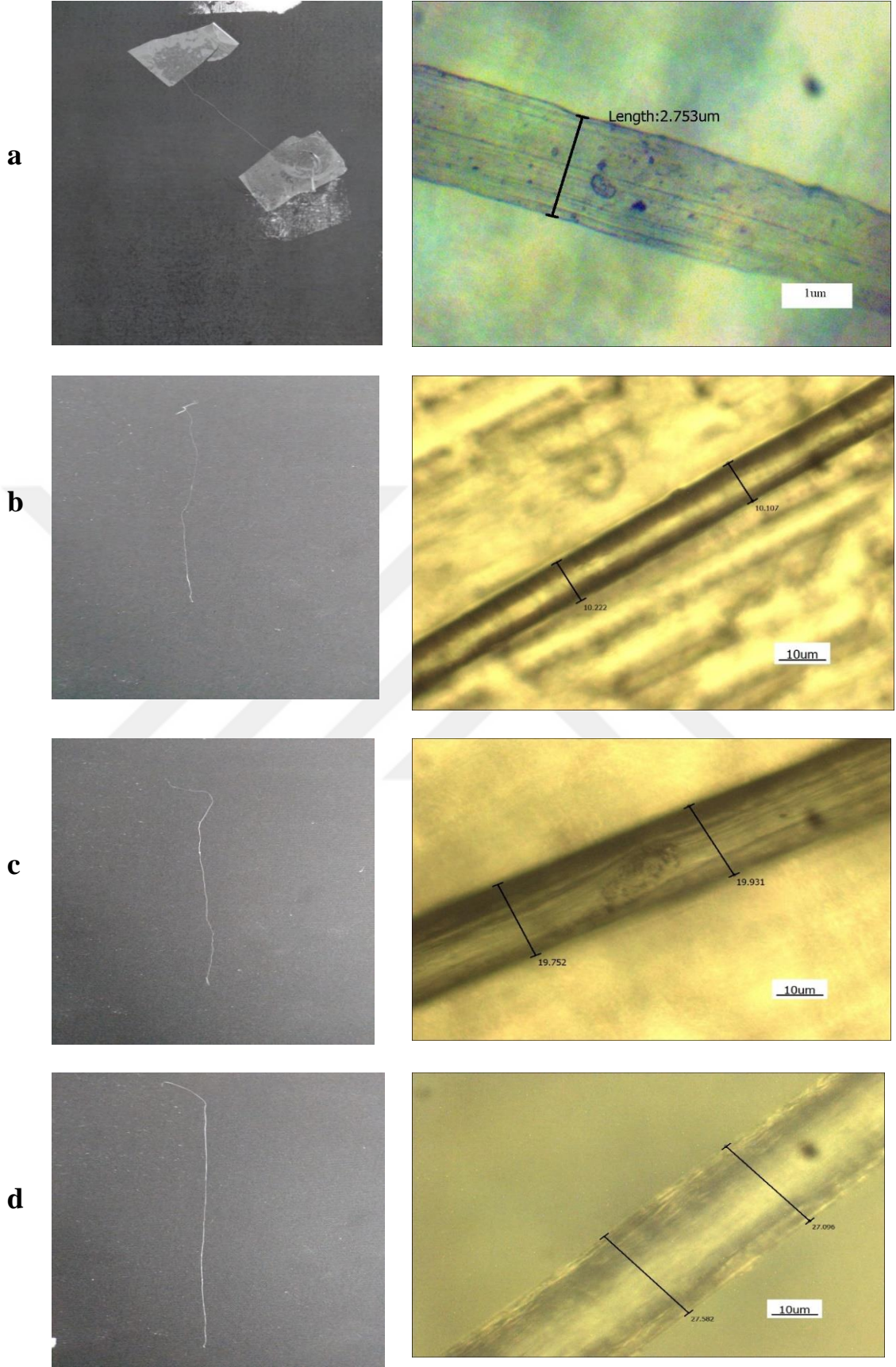
ALG polimeri yapısı gereği çok kolay jelleşme özelliğine sahip bir polimerdir. Bu nedenle, çözelti içerisindeki ALG miktarı %1'den %2'ye çıktığında viskozite önemli bir değişim meydana gelmiştir. Bu değişimin üretilen liflerin çap değerlerine yansıtacağı tahmin edilmiştir.

4.2 Optik Mikroskop Görüntüleri

Çalışma kapsamında hazırlanan prototip ile üretimi gerçekleştirilen liflere ait görseller ile optik mikroskop görüntüleri Şekil 4.1 ve Şekil 4.2'de verilmiştir. Şekil 4.1'de sol taraftaki görüntülerden anlaşılacağı üzere makro boyuttaki analizler lif yüzeyi ve morfolojisi ile lif çaplarına ilişkin bilgi sahibi olmak için uygun değildir. Bu nedenle üretilen lifler, optik mikroskop altında görüntülenmiştir.



Şekil 4.1 Farklı kanül çaplarından üretilen %1 Alg liflerine ait görsel ve optik mikroskop görüntüleri a) 0,6mm'lik kanül çapı b) 9mm'lik kanül çapı c) 1,1mm'lik kanül çapı d) 1,3mm'lik kanül çapı

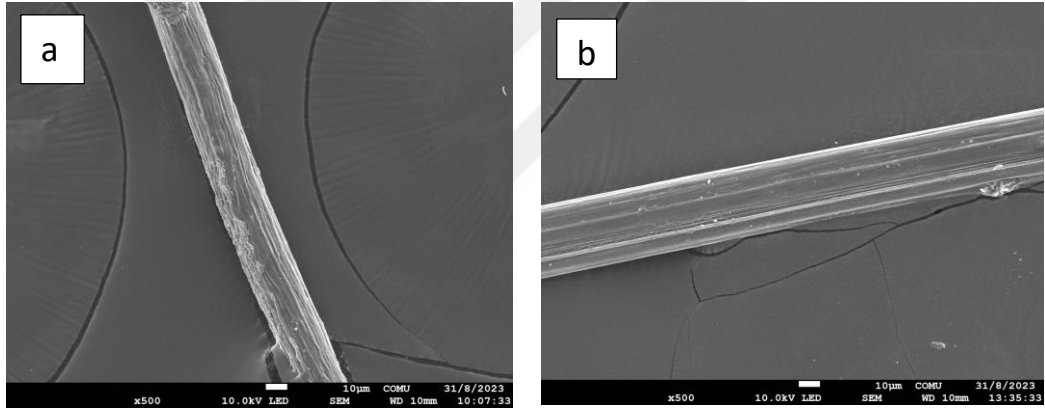


Şekil 4.2 Farklı kanül çaplarından üretilen %2'lik Alg liflerine ait görsel ve optik mikroskop görüntüleri a) 0,6mm'lik kanül çapı b) 0,9mm'lik kanül çapı c) 1,1mm'lik kanül çapı d) 1,3mm'lik kanül çapı

Optik mikroskop altındaki görüntüler incelendiğinde, lif yüzeylerine ait kısmi bilgiler edinmek ve lif çapını daha yaklaşık sonuçlarla tahminlemenin daha mümkün olduğu görülmüştür. Liflerin farklı kanül çaplarında üretildiğinde lif çaplarının kalınlaştığı gözlemlenmiştir. Ancak doğru bilgiye daha da yaklaşabilmek adına liflerin taramalı elektron mikroskobu (SEM) altında incelenmesinin doğru olacağı kanaati oluşmuştur.

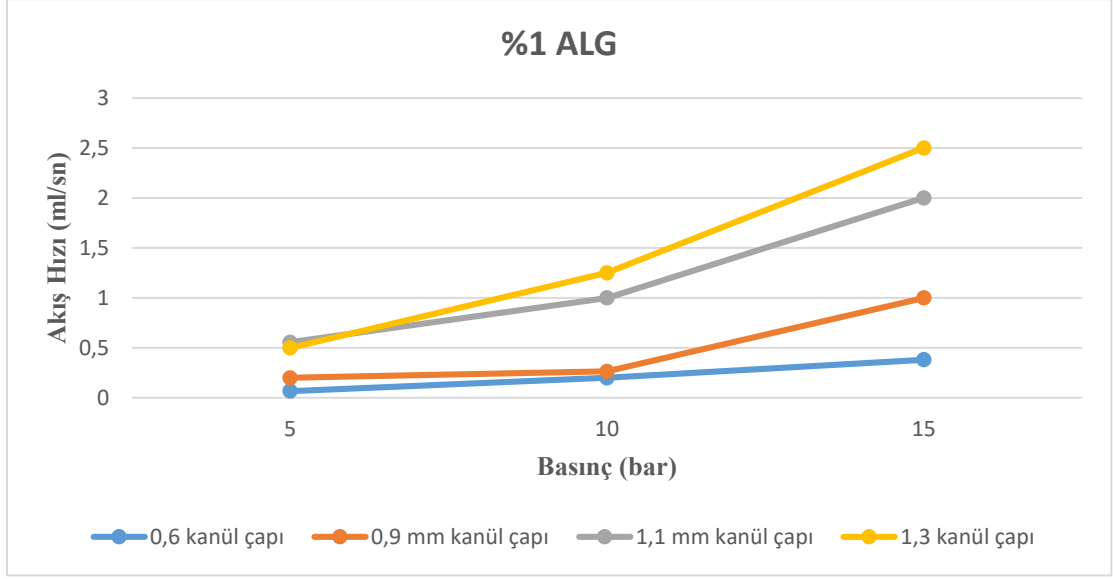
4.3. Taramalı Elektron Mikroskobu Görüntüleri

Hazırlanan prototipin düzgün çalışıp çalışmadığı, lif oluşumunun gerçekleşme durumu ile ilişkilendirilerek yorumlanacağından öncelikle makro ve mikro düzeyde görüntülenerak değerlendirilen liflerden seçilmiş iki lif SEM altında görüntülenmiştir. Üretilen lifler, iletken yapılar olmadığından görüntüleme öncesi iletkenlik kazandırmak ve daha iyi görüntü almak için Au-Pd ile kaplanmıştır. SEM görüntüleme hizmet alımı şeklinde gerçekleştirilmiş olup ilgili görüntüler Şekil 4.3 a-b’de gösterilmiştir.

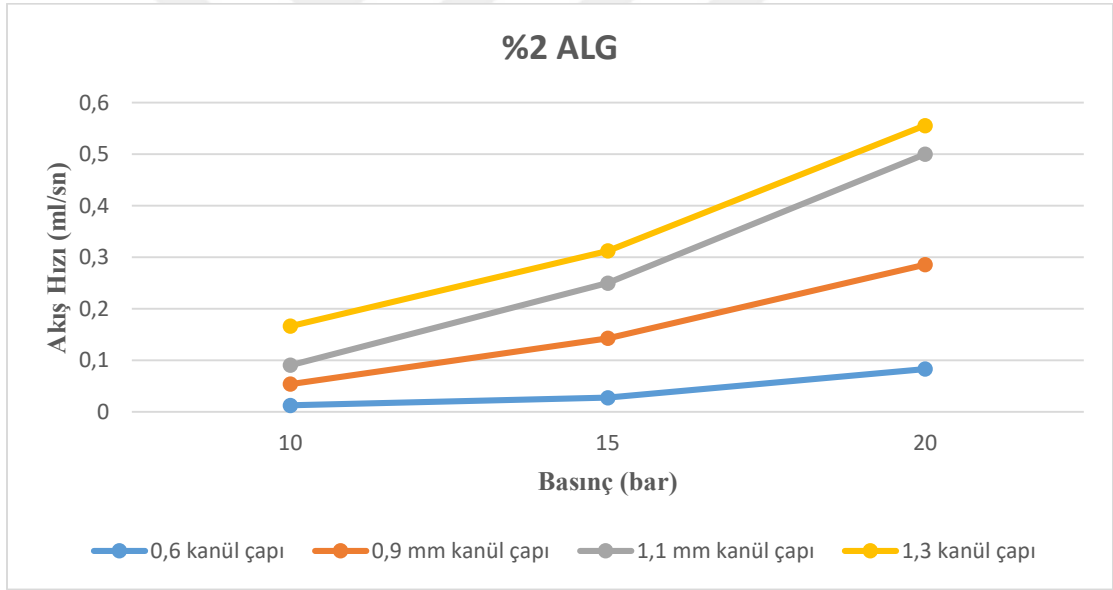


Şekil 4.3 Üretilen liflere ait mikroskop görüntüleri; a) %1’lik ALG lif; b) %2’lik ALG lif

Gerek makro boyutta göz ile yapılan incelemelerde gerekse optik mikroskopta yapılan değerlendirmelerde birbirine çok yakın çaplara sahip liflermiş gibi görünen lif çaplarının aslında birbirinden farklı oldu SEM görüntülerinde kolay ve net bir şekilde anlaşılmaktadır. SEM görüntülerinden, çözelti içerisindeki ALG konsantrasyonunun artmasına bağlı olarak lif çap değerinin arttığı açıkça görülmektedir.



Şekil 4.4 %1'lik ALG çözeltisinin 0,6-0,9-1,1 ve 1,3mm kanül çaplarından 5-10-15 bar basınç değerlerindeki akış hızı



Şekil 4.5 %2'lik ALG çözeltisinin 0,6-0,9-1,1 ve 1,3mm kanül çaplarından 10-15-20 bar basınç değerlerindeki akış hızı

Şekil (4.4 ve 4.5)'de 0,6-0,9-1,1 ve 1,3 kanül çaplarında, %1'lik ALG çözeltisinin 5-10-15 bar ve %2'lik ALG çözeltisinin 10-15-20 bar basınçlarda 10ml'lik beher içerisinde akış hızları incelenmiş olup grafik dağılımı gösterilmiştir. %1'lik ALG çözeltisinin %2'lik ALG çözeltisine oranla daha hızlı akış gösterdiği gözlemlenmiş olup viskozite ölçümlerinde elde edilen değerlerle örtüşmektedir. Viskozitesi yüksek daha yüksek olan %2'lik ALG çözeltisinin kanülden çıkışı için daha yüksek basınç değerine ihtiyaç duyulmuş ve akış hızı %1'lik ALG çözeltisine göre daha düşük gerçekleşmiştir.

5. TARTIŞMA, SONUÇ VE ÖNERİLER

Bu çalışmada, nano incelikte lif üretimi gerçekleştirilebilen prototip bir sistem geliştirilmiştir. Sistemin, elektro eğirme ile arasındaki temel fark, üretim sırasında yüksek voltaja ihtiyaç duyulmamasıdır. Uygun çözücü ile çözeltisi hazırlanan polimer basınç yardımıyla beslenmektedir. Optimizasyon sürecinde yapılan üretimlerdeki lif çapları ise < 1 mikron ile 30 mikron arasında çıkmıştır. Optimizasyon sonrası, %1 ve %2'lik ALG çözeltileri ile gerçekleştirilen lif üretimlerin optik mikroskop ile yapılan incelemeleri sonucunda elde edilen lif çaplarının < 0,7 mikron ile 3 mikron arasında değiştiği, sistemin elektrik alan olmadan nano incelikte lif üretimine uygun olduğu sonucuna varılmıştır. Bu da prototipin nano boyutta lif çekimine uygun olduğunu göstermektedir. Yine mikroskop görüntüleri incelendiğinde farklı kanül çaplarına ait %1'lik Aljinat çözeltisinden üretilen liflerin, %2'lik aljinat çözeltisinden üretilen liflere kıyasla daha ince olduğu gözlemlenmiştir ki bu sonuç literatür verileri (Ağırhan, 2013; Beypazar, 2013) ile örtüşmektedir. Sistemde, döner silindirlerin hız farkı yardımıyla life uygulanan gerilimin artırılması ile lif çap değerinin daha da azaltılabileceği öngörüsü oluşmuştur. İleriki çalışmalarda hızı kontrollü olarak değiştirilebilen silindirler yardımıyla ve daha kontrollü besleme yapılarak daha ince lif çaplarına ulaşılması hedeflenmektedir.

6. KAYNAKLAR

- Ađırgan, A.Ö., (2013). *Aloe Vera jel katılımının biyopolimer karışımlarından üretilmiş nanokompozitin mekaniksel ve termal özelliklerine etkileri*, (Doktora Tezi), Marmara Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Tekirdađ, (Turkey).
- Allee, T., Handorf, A., & Li, W. J. (2010). Electrospinning: development and biomedical applications. *Intelligent Medical Technologies and Biomedical Engineering: Tools and Applications*, 48-78.
- Altıntaş, F., Delimanlar, M., Kolcu, E., Olgaç, B.M. & Koluman, A. (2023). Nanofiberler ile Filtrasyon. *Research Journal of Biomedical and Biotechnology*, 4(1), 1-11.
- Angammana, C. J., & Jayaram, S. H. (2016). Fundamentals of electrospinning and processing technologies. *Particulate Science and Technology*, 34(1), 72-82.
- Asano, N., Sugihara, S., Suye, S. I., & Fujita, S. (2022). Electrospun porous nanofibers with imprinted patterns induced by phase separation of immiscible polymer blends. *ACS omega*, 7(23), 19997-20005.
- Hakan, A. T. E. Ş., & Bahçeci, E. (2015). Nano malzemeler için üretim yöntemleri. *Gazi University Journal of Science Part C: Design and Technology*, 3(2), 483-499.
- Genceli, E., Ürper, G., Şengür, R., Türken, T., & Koyuncu, İ. (2021). Arayüzey Polimerizasyonu Metodu ile İnce Boşluklu Nanofiltrasyon (NF) Membran Üretimi ve Performans Deđerlendirmesi. *Academic Platform-Journal of Engineering and Science*, 9(1), 92-102.
- Badrossamay, M. R., McIlwee, H. A., Goss, J. A., & Parker, K. K. (2010). Nanofiber assembly by rotary jet-spinning. *Nano letters*, 10(6), 2257-2261.
- Baig, N., Kammakakam, I., & Falath, W. (2021). Nanomaterials: A review of synthesis methods, properties, recent progress, and challenges. *Materials Advances*, 2(6), 1821-1871.
- Bayramol, D. V., Atav, R., Ađırgan, A. Ö., & Yıldız, A. (2021). Colored Nanofiber Production: A Literature Review and Case Study. *Innovative and Emerging Technologies for Textile Dyeing and Finishing*, 165-190, ISBN:9781119710288.
- Beachley, V., & Wen, X. (2010). Polymer nanofibrous structures: Fabrication, biofunctionalization, and cell interactions. *Progress in polymer science*, 35(7), 868-892.
- Beypazar, Ö. (2013). *Nanolif üretiminde çap kontrolü* (Yüksek Lisans Tezi), Namık Kemal Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Tekstil Mühendisliđi Anabilim Dalı, Tekirdađ, Turkey.
- Cesur, S., Oktar, F. N., Ekren, N., Kilic, O., Alkaya, D. B., Seyhan, S. A., Ege, Z.R., Lin, C-C., Kuruca, S.E., Erdemir, G. & Gunduz, O. (2020). Preparation and characterization of electrospun polylactic acid/sodium alginate/orange oyster shell composite nanofiber for biomedical application. *Journal of the Australian Ceramic Society*, 56, 533-543.
- Chen, J. & Zou, X. (2019). Self-assemble peptide biomaterials and their biomedical applications. *Bioactive Materials*, 4:120-131.
- Dodero, A., Alloisio, M., Castellano, M., & Vicini, S. (2020). Multilayer alginate–polycaprolactone electrospun membranes as skin wound patches with drug delivery abilities. *ACS applied materials & interfaces*, 12(28), 31162-31171.

- Garg, T., Rath, G., & Goyal, A. K. (2015). Biomaterials-based nanofiber scaffold: targeted and controlled carrier for cell and drug delivery. *Journal of drug targeting*, 23(3), 202-221.
- Gelain, F., Luo, Z., Rioult, M., & Zhang, S. (2021). Self-assembling peptide scaffolds in the clinic. *NPJ Regenerative medicine*, 6(1), 9.
- Gholipour-Kanani, A., & Daneshi, P. (2022). A review on centrifugal and electro-centrifugal spinning as new methods of nanofibers fabrication. *Journal of Textiles and Polymers*, 10(1), 41-55.
- Hohman, M. M., Shin, M., Rutledge, G., & Brenner, M. P. (2001). Electrospinning and electrically forced jets. I. Stability theory. *Physics of fluids*, 13(8), 2201-2220.
- Hossain, M. F., & Rahman, M. (2021). Preparation and Characterization of the Electrospun Alginate Nanofibers. *Journal of Textile Science and Technology*, 7(2), 91-100.
- Hu, C., Gong, R. H., & Zhou, F. L. (2015). Electrospun sodium alginate/polyethylene oxide fibers and nanocoated yarns. *International Journal of Polymer Science*, 2015: 126041.
- Huang, Z. M., Zhang, Y. Z., Kotaki, M., & Ramakrishna, S. (2003). A review on polymer nanofibers by electrospinning and their applications in nanocomposites. *Composites science and technology*, 63(15), 2223-2253.
- Isokawa, N., Fueda, K., Miyagawa, K., & Kanno, K. (2015). Demonstration of the coagulation and diffusion of homemade slime prepared under acidic conditions without borate. *Journal of Chemical Education*, 92(11), 1886-1888.
- Islam, M. S., & Karim, M. R. (2010). Fabrication and characterization of poly (vinyl alcohol)/alginate blend nanofibers by electrospinning method. *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, 366(1-3), 135-140.
- Jadbabaei, S., Kolahdoozan, M., Naeimi, F., & Ebadi-Dehaghani, H. (2021). Preparation and characterization of sodium alginate–PVA polymeric scaffolds by electrospinning method for skin tissue engineering applications. *Rsc Advances*, 11(49), 30674-30688.
- Jazaeri, E., Zhang, L., Wang, X., & Tsuzuki, T. (2011). Fabrication of carbon nanofiber by pyrolysis of freeze-dried cellulose nanofiber. *Cellulose*, 18, 1481-1485.
- Khayyam, H., Jazar, R. N., Nunna, S., Golkarnarenji, G., Badii, K., Fakhrhoseini, S. M., Kumar, S. & Naebe, M. (2020). PAN precursor fabrication, applications and thermal stabilization process in carbon fiber production: Experimental and mathematical modelling. *Progress in Materials Science*, 107, 100575.
- Khajouei, R.A., Tounsi, L., Shahabi, N., Patel, A. K., Abdelkafi, S., & Michaud, P. (2022). Structures, properties and applications of alginates. *Marine drugs*, 20(6), 364.
- Kreyling, W. G., Semmler-Behnke, M., & Chaudhry, Q. (2010). A complementary definition of nanomaterial. *Nano today*, 5(3), 165-168.
- Kozanoğlu, G. S. (2006). *Elektrospinning yöntemiyle nanolif üretim teknolojisi* (Doktora Tezi), İstanbul Teknik Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Tekstil Mühendisliği Anabilim Dalı, İstanbul, Turkey.
- Kusumawati, D. H., Istiqomah, K. V. N., Husnia, I., & Fathurin, N. (2021, November). Synthesis of nanofiber polyvinyl alcohol (PVA) with electrospinning method. In *Journal of Physics: Conference Series* (Vol. 2110, No. 1, p. 012010). IOP Publishing.

- Kyziół, A., Michna, J., Moreno, I., Gamez, E., & Irusta, S. (2017). Preparation and characterization of electrospun alginate nanofibers loaded with ciprofloxacin hydrochloride. *European Polymer Journal*, 96, 350-360.
- Lee, K. Y., & Mooney, D. J. (2012). Alginate: properties and biomedical applications. *Progress in polymer science*, 37(1), 106-126.
- Lee, H. W., Karim, M. R., Ji, H. M., Choi, J. H., Ghim, H. D., Park, S. M., ... & Yeum, J. H. (2009). Electrospinning fabrication and characterization of poly (vinyl alcohol)/montmorillonite nanofiber mats. *Journal of Applied Polymer Science*, 113(3), 1860-1867.
- Lee, K. P., Zheng, J., Bargeman, G., Kemperman, A. J., & Benes, N. E. (2015). pH stable thin film composite polyamine nanofiltration membranes by interfacial polymerisation. *Journal of membrane science*, 478, 75-84.
- Li, M., Zhang, P., Wang, Q., Yu, N., Zhang, X., & Su, S. (2023). Electrospinning novel sodium alginate/MXene nanofiber membranes for effective adsorption of methylene blue. *Polymers*, 15(9), 2110.
- Liu, C., Yang, J., Guo, B. B., Agarwal, S., Greiner, A., & Xu, Z. K. (2021). Interfacial polymerization at the alkane/ionic liquid interface. *Angewandte Chemie*, 133(26), 14757-14764.
- Long, Y. Z., Yan, X., Wang, X. X., Zhang, J., & Yu, M. (2019). Electrospinning: the setup and procedure. In *Electrospinning: Nanofabrication and applications* (pp. 21-52). William Andrew Publishing.
- Lozano, K., & Sarkar, K. (2012). *U.S. Patent No. 8,231,378*. Washington, DC: U.S. Patent and Trademark Office.
- Mokhena, T. C., Mochane, M. J., Mtibe, A., John, M. J., Sadiku, E. R., & Sefadi, J. S. (2020). Electrospun alginate nanofibers toward various applications: A review. *Materials*, 13(4), 934.
- Najafiasl, M., Osfouri, S., Azin, R., & Zaeri, S. (2020). Alginate-based electrospun core/shell nanofibers containing dexpanthenol: A good candidate for wound dressing. *Journal of Drug Delivery Science and Technology*, 57, 101708.
- Nasrollahzadeh, M., Sajadi, S.M., Sajjadi, M. & Issaabadi, Z. (2019). Interface science and technology. *Elsevier B.V.*, 28:1-27.
- Nayak, R., Padhye, R., & Arnold, L. (2017). Melt-electrospinning of nanofibers. In *Electrospun nanofibers* (pp. 11-40). Woodhead Publishing.
- Norouzi, M. R., Ghasemi-Mobarakeh, L., Itef, F., Schoeller, J., Fashandi, H., Borzi, A., Neels, A., Fortunato, G. & Rossi, R. M. (2022). Emulsion electrospinning of sodium alginate/poly (ϵ -caprolactone) core/shell nanofibers for biomedical applications. *Nanoscale Advances*, 4(13), 2929-2941.
- Ouyang, Y., Li, X., Zhu, J., Zong, W., Dai, Y., Gao, X., Zhang, W., Yang, S., Bagherzadeh, R., Lai, F., Miao, Y-E. & Liu, T. (2024). Interface-induced polymerization strategy for constructing titanium dioxide embedded carbon porous framework with enhanced chemical immobilization towards lithium polysulfides. *Nano Research*, 17(3), 1473-1481.

- Park, S. J., Choi, W., Nam, S. E., Hong, S., Lee, J. S., & Lee, J. H. (2017). Fabrication of polyamide thin film composite reverse osmosis membranes via support-free interfacial polymerization. *Journal of Membrane Science*, 526, 52-59.
- Pınarbaşı, A. & Çallıoğlu, C. (2022). Electrospinning of PVP Nanofibers and Optimization with Taguchi Experimental Design. *Süleyman Demirel University Faculty of Arts and Science Journal of Science*, 17(2), 478-495.
- Raaijmakers, M. J., & Benes, N. E. (2016). Current trends in interfacial polymerization chemistry. *Progress in polymer science*, 63, 86-142.
- Reneker, D. H., Yarin, A. L., Zussman, E., & Xu, H. (2007). Electrospinning of nanofibers from polymer solutions and melts. *Advances in applied mechanics*, 41, 43-346.
- Reznik, S. N., Yarin, A. L., Theron, A., & Zussman, E. (2004). Transient and steady shapes of droplets attached to a surface in a strong electric field. *Journal of Fluid Mechanics*, 516, 349-377.
- Reneker, D. H., & Yarin, A. L. (2008). Electrospinning jets and polymer nanofibers. *Polymer*, 49(10), 2387-2425.
- Ramakrishna, S., Fujihara, K., Teo, W-E., Lim, T-C. & Ma, Z. (2005). *An introduction to electrospinning and nanofibers*. World scientific, Publishing Co. Singapore.
- Sabzehmeidani, M. M., & Ghaedi, M. (2021). Adsorbents based on nanofibers. In *Interface Science and Technology* (Vol. 33, pp. 389-443). Elsevier.
- Salas, C. (2017). Solution electrospinning of nanofibers. In *Electrospun nanofibers* (pp. 73-108). Woodhead Publishing, UK.
- Saleh, T. A. (2020). Nanomaterials: Classification, properties, and environmental toxicities. *Environmental Technology & Innovation*, 20, 101067.
- Santamaria, A. (2012). Historical overview of nanotechnology and nanotoxicology. *Nanotoxicity: methods and protocols*, 1-12.
- Shaari, N., & Kamarudin, S. K. (2015). Chitosan and alginate types of bio-membrane in fuel cell application: An overview. *Journal of Power Sources*, 289, 71-80.
- Sharifi, S., Behzadi, S., Laurent, S., Forrest, M. L., Stroeve, P., & Mahmoudi, M. (2012). Toxicity of nanomaterials. *Chemical Society Reviews*, 41(6), 2323-2343.
- Song, Y., Fan, J. B., & Wang, S. (2017). Recent progress in interfacial polymerization. *Materials Chemistry Frontiers*, 1(6), 1028-1040.
- Stojanovska, E., Canbay, E., Pampal, E. S., Calisir, M. D., Agma, O., Polat, Y., ... & Kilic, A. (2016). A review on non-electro nanofibre spinning techniques. *RSC advances*, 6(87), 83783-83801.
- Trotta F. & Mele, A. (2019). Nanomaterials: Clasification and Properties. In: *Nanosponges: From Fundamentals to Applications*, 1–24.
- Üstündağ, G. Ç. (2009). *Elektrospinning yöntemi ile biyomedikal kullanıma yönelik nanolif yüzey üretimi ve uygulaması* (Doctoral dissertation, Bursa Uludağ University (Turkey)).
- Wendorff, J. H., Agarwal, S., & Greiner, A. (2012). *Electrospinning: materials, processing, and applications*. John Wiley & Sons., Germany, 62–64.

Wittbecker, E. L., & Morgan, P. W. (1959). Interfacial polycondensation. I. *Journal of Polymer Science*, 40(137), 289-297.

Xu, H., Yagi, S., Ashour, S., Du, L., Hoque, M. E., & Tan, L. (2023). A review on current nanofiber technologies: electrospinning, centrifugal spinning, and electro-centrifugal spinning. *Macromolecular Materials and Engineering*, 308(3):2200502.

Xu, W., Shen, R., Yan, Y., & Gao, J. (2017). Preparation and characterization of electrospun alginate/PLA nanofibers as tissue engineering material by emulsion electrospinning. *Journal of the mechanical behavior of biomedical materials*, 65, 428-438.

Ye, Z., Xu, W., Shen, R., & Yan, Y. (2020). Emulsion electrospun PLA/calcium alginate nanofibers for periodontal tissue engineering. *Journal of biomaterials applications*, 34(6), 763-777.

Zheng, X., Bian, T., Zhang, Y., Zhang, Y., & Li, Z. (2020). Construction of ion-imprinted nanofiber chitosan films using low-temperature thermal phase separation for selective and efficiency adsorption of Gd (III). *Cellulose*, 27, 455-467.



ÖZGEÇMİŞ

Adı Soyadı: Güray ERKUT

Eğitim Geçmişi:

- 2021, Alanya Alaaddin Keykubat Üniversitesi, Rafet Kayış Mühendislik Fakültesi, Metalurji ve Malzeme Mühendisliği (Lisans)
- 2017, Konya Selçuk Üniversitesi, Teknik Bilimler Meslek Yüksek Okulu, Makine Bölümü (Önlisans)

Mesleki Geçmişi:

- Eylül 2014 – Mayıs 2015, Stajyer, Hars Makine
- Haziran 2016 – Ağustos 2016, Stajyer, Aytaçlar Torna
- Haziran 2017 – Temmuz 2017, Stajyer, Aytaçlar Torna
- Temmuz 2020 – Ağustos 2020, Stajyer, Hars Makine