

**T.C.
SÜLEYMAN DEMİREL ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ**

**BARYUM-TİTANAT NANOFİBERLERİN ÜRETİMİ VE
KARAKTERİZASYONU**

Ayşegül İNCEOĞLU

**Danışman
Doç. Dr. Nalan ÇİÇEK BEZİR**

**YÜKSEK LİSANS TEZİ
FİZİK ANABİLİM DALI
ISPARTA - 2019**



© 2019 [Ayşegül İNCEOĞLU]

TEZ ONAYI

Ayşegül İNCEOĞLU tarafından Hazırlanan " Baryum-Titanat Nanofiberlerin Üretimi ve Karakterizasyonu " adlı tez çalışması aşağıdaki jüri üyeleri önünde Süleyman Demirel Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Fizik Anabilim Dalı'nda YÜKSEK LİSANS TEZİ olarak başarı ile savunulmuştur.

Danışman

Doç. Dr. Nalan ÇİÇEK BEZİR
Süleyman Demirel Üniversitesi



Jüri Üyesi

Prof. Dr. Esengül KIR
Süleyman Demirel Üniversitesi



Jüri Üyesi

Doç. Dr. Atilla EVCİN
Afyon Kocatepe Üniversitesi



Enstitü Müdürü

Doç. Dr. Şule Sultan UĞUR



TAAHHÜTNAME

Bu tezin akademik ve etik kurallara uygun olarak yazıldığını ve kullanılan tüm literatür bilgilerinin referans gösterilerek tezde yer aldığını beyan ederim.

AYŞEGÜL İNCEOĞLU



İÇİNDEKİLER

Sayfa

İÇİNDEKİLER.....	i
ÖZET	ii
ABSTRACT	iii
TEŞEKKÜR.....	iv
ŞEKİLLER DİZİNİ	v
ÇİZELGELER DİZİNİ	vi
SİMGELER VE KISALTMALAR DİZİNİ	vii
1. GİRİŞ.....	1
1.1. Nanofiberlerin Kullanım Alanları	5
2. KAYNAK ÖZETLERİ.....	7
3. NANOFİBER ÜRETİM YÖNTEMLERİ	14
3.1. Çekme (Drawing) Yöntemi.....	14
3.2. Kalıp ile sentezleme(Template Sentezi) Yöntemi	15
3.3. Faz Ayrışması(Phase Separation) Yöntemi	15
3.4. Kendi Kendine Toplanma(Self-Assembly) Yöntemi.....	17
3.5. Eriyik Püskürtme Yöntemi	17
3.6. Bikomponent Yöntemi	18
3.7. Elektrospınleme(Elektrospinning).....	20
3.7.1. Elektrospınleme Tekniğinde Kullanılan Düzenekler	22
3.7.2. Elektrospın Yönteminin Tarihiçesi.....	22
3.7.3. Elektrospın Yönteminin Diğer Yöntemlerle Karşılaştırılması.....	25
4. MATERYAL VE YÖNTEM	27
4.1. Kullanılan Kimyasal Maddeler	27
4.2. Deney Düzenegi.....	27
4.2.1. Yüksek Voltajlı Güç Kaynağı.....	28
4.2.2. Besleme Ünitesi	28
4.2.3. Toplayıcı Plaka.....	29
4.3 Nanofiberlerin Üretilmesi.....	29
5. ARAŞTIRMA BULGULARI VE TARTIŞMA.....	31
5.1. Diferansiyel Termal Analizi / Termogravimetre (DTA/TGA) Analizi	31
5.2. XRD Analiz Sonuçları	32
5.3. Sem Analizi Sonuçları.....	32
5.3.1. 1. Çözelti SEM Görüntüleri	33
5.3.2. 1. Çözeltide Uygulanan Zamanın ve Akış Hızlarının Nanofiberlere Etkisi	34
5.3.3. 2.Çözelti SEM Görüntüler	35
5.4. EDX Analiz sonuçları.....	37
5.5. Cam Üzerine Nanofiber Üretimi.....	38
5.6. Isıl işlem sonrası Toz BaTi ₃	40
6. SONUÇ VE ÖNERİLER.....	42
KAYNAKLAR	43
ÖZGEÇMİŞ.....	45

ÖZET

Yüksek Lisans Tezi

BARYUM TİTANAT NANOFİBERLERİN ÜRETİMİ VE KARAKTERİZASYONU

Ayşegül İNCEOĞLU

Süleyman Demirel Üniversitesi
Fen Bilimleri Enstitüsü
Fizik Anabilim Dalı

Danışman: Doç. Dr. Nalan Çiçek Bezir

Bu tez çalışmasında baryum tuzu ve TiO_2 çözeltisi kullanılarak ($BaTiO_3$) nanofiberler elde edilmiştir. Nanofiberler elektrospinning yönteminde 20kV voltaj değeri, farklı akışkan hızları (0.1 mL/sn, 0,5 mL/sn), farklı süreler (2 dk, 5 dk) ve sabit uzaklık (7 cm) sabit tutularak üretilmiştir. Üretilen nanofiberlerin morfolojisi ısıtma işlemi öncesi ve sonrası taramalı elektron mikroskopu ile (SEM) gözlemlenmiştir. Daha sonra nanofiberlerin kristal yapısı X ışını kırınımı (XRD) ile incelenmiştir. Ayrıca nanofiberlerin termal analiz/termal gravimetrik analiz ölçümleri de (DTA / TG) gerçekleştirilmiştir.

XRD ölçümleri örneklerin Baryum Titanatın kristal yapıda olduğunu göstermiştir. Akış hızı ve süre arttığında nanofiberlerin çaplarında artma olduğu, akış hızı ve süre azaldığında ise nanofiberlerin çaplarında azalma olduğu gözlemlenmiştir. SEM görüntüleri ile örneklerin morfolojisinin ısıtma işlemi nasıl değiştiği gösterilmiştir. Sonuç olarak, karakterizasyon verilerinin literatürle uyumlu olduğu görülmüştür.

Anahtar Kelimeler: TiO_2 , Ba, Elektrospinning yöntemi, Nanofiberler

2019, 45 sayfa

ABSTRACT

M.Sc. Thesis

PRODUCTION AND CHARACTERIZATION OF BARIUM-TITANATE NANOFIBERS

Ayşegül İNCEOĞLU

**Süleyman Demirel University
Graduate School of Natural and Applied Sciences
Department of Physics**

Supervisor: Assoc. Doç.Dr. Nalan ÇİÇEK BEZİR

In this thesis, BaTiO₃ nanofibers have been obtained by using barium salt and TiO₂ solution. Nanofibers have been fabricated by electrospinning method applying 20 kV voltage, different flow rates (0,1 mL/sec, 0,5 mL/sec) different times (2 min, 5 min) and 7 cm at height. The morphology of the produced nanofibers have been observed by scanning electron microscope (SEM) at before and after heat treatment. Then, the crystal structure of the nanofibers have been examined by X-ray diffraction (XRD). In addition, thermal analysis / thermal gravimetric analysis (DTA/TG) of nanofibers have been performed.

XRD measurements have been showed that the samples were crystalline in barium titanate. It has been observed that the diameters of the nanofibers increased when the flow rate and time increased, while the diameters of the nanofibers decreased when the flow rate and time decreased. SEM images have been observed how the morphology of the samples changed by heat treatment. As a result, characterization data have been found to be consistent with the literature.

Keywords: TiO₂, Barium, Elektrospining method, Nanofibers

2019, 45 pages

TEŐEKKÜR

Bu arařtırma iin beni ynlendiren, karřılařtıđım zorlukları bilgi ve tecrbesi ile bana destek olan danıřman hocam Do. Dr. Nalan iek BEZİR 'e ve zerimden desteđini hibir zaman esirgemeyen maddi manevi yanımda olan canım anneme, babama, abilerime ve eřime teőekkr ediyorum. Ayrıca Sleyman Demirel niversitesi Arařtırma Projeleri Koordinasyon Birimi'ne 4690-YL1-16 nolu projede desteklerinden dolayı teőekkr ediyorum.

Ayřegl İNCEOĐLU
İSPARTA, 2019



ŞEKİLLER DİZİNİ

	Sayfa
Şekil 1.1. Fiberlerin saç teliyle karşılaştırılmış mikroskop görüntüsü	1
Şekil 3.1. Çekme yöntem ile nanofiber üretim yöntemi	14
Şekil 3.2. Kalıp sentez yöntemiyle nanofiber üretimi	15
Şekil 3.3. (A)Faz ayrımı yönteminin gösterimi, (B) Faz ayrımı yöntemiyle elde edilmiş SEM görüntüsü.....	16
Şekil 3.4. Kendi kendine toplanma yöntemi ile nanofiber üretimi.....	17
Şekil 3.5. Eriyik Püskürtme yöntemiyle Nanofiber üretimi	18
Şekil 3.6. Denizde ada yöntemi ile liflerin çekilme prensibi	19
Şekil 3.7. Ayırma yöntemine göre nanofiber üretim prensibi	19
Şekil 3.8. Çok katmanlı tip üretim prensibine göre üretilmiş nanofiber görüntüsü	20
Şekil 3.9. Elektrospin yöntemiyle nanofiber üretimi.....	21
Şekil 3.10. N-6,6 nanoelyafların SEM görüntüleri	21
Şekil 3.11. Zeleyn deney düzeneği	23
Şekil 3.12. Taylor deney düzeneği	24
Şekil 4. 1. Süleyman Demirel üniversitesi Fizik bölümün kullanılan elektrospin deney düzeneği. Nanofiberlerin üretimi bu düzenekte gerçekleştirilmiştir.....	28
Şekil 4.2. Top-5300 besleme ünitesinin görüntüsü.....	29
Şekil 5.1. BaTiO ₃ + PVP çözeltisinden elde edilen tozların DTA/TGA analizi.....	31
Şekil 5.2. BaTiO ₃ tozuna ait XRD grafiği.....	32
Şekil 5.3. BaTiO ₃ Nanofiberlerin 7 cm mesafeden ısıtılma işlem öncesi (a) 0,1 mL akış hızı, 2 dakika, 20 kV, (b)0,1mL akış hızı, 5 dakika, 20 kV uygulanan voltajın etkisi SEM görüntüleri	33
Şekil 5.4. BaTiO ₃ Nanofiberlerin 7 cm mesafeden ısıtılma işlem öncesi (a)0,5 mL akış hızı, 2 dakika, 20 kV, (b) 0,5 mL akış hızı, 5 dakika, 20 kV uygulanan voltajın etkisi sem görüntüleri.....	33
Şekil 5. 5. BaTiO ₃ 1. Çözeltide Nanofiberlerin 7 cm mesafeden ısıtılma işlem öncesi (a) 2 dakika, 0,1 mL akış hızı (b) 5 dakika, 0,1 mL akış hızı (c) 2 dakika, 0,5 mL akış hızı, (d) 5 dakika, 0,5 mL akış hızı ile üretilen nanofiberlerin çapları.....	34
Şekil 5.6. BaTiO ₃ Nanofiberlerin 7 cm mesafeden ısıtılma işlem öncesi (a) 0.1 mL akış hızı, 2 dakika, 20 kV, (b) 0,1 mL akış hızı, 5 dakika, 20 kV uygulanan voltajın etkisi SEM görüntüleri	35
Şekil 5.7. BaTiO ₃ Nanofiberlerin 7 cm mesafeden ısıtılma işlem öncesi (a)0,5 mL akış hızı, 2 dakika, 20 kV, (b)0,5 mL akış hızı, 5 dakika, 20 kV uygulanan voltajın etkisi SEM görüntüleri.....	35
Şekil 5 8. BaTiO ₃ 2. Çözeltide Nanofiberlerin 7 cm mesafeden ısıtılma işlem öncesi (a) 2 dakika, 0,1 mL akış hızı (b) 5 dakika, 0,1 mL akış hızı (c) 2 dakika, 0,5 mL akış hızı, (d) 5 dakika, 0,5 mL akış hızı ile üretilen nanofiberlerin çapları.....	36
Şekil 5.9. BaTiO ₃ Nanofiberler üzerinden alınan EDX sonucu	37
Şekil 5.10. Isıl İşlem Sonrası Cam üzerine Üzerine Üretilen BaTiO ₃ EDX.....	38
Şekil 5.11. BaTiO ₃ Isıl İşlem Sonrası Toz Halinin EDX Sonucu.....	39

ÇİZELGELER DİZİNİ

Sayfa

Çizelge 1.1. Baryum titanatın fiziksel özellikleri	4
Çizelge 3.1. Nanofiber Üretim Yöntemleri Karşılaştırılması.....	25
Çizelge 4.1. Çalışmada Kullanılan kimyasallar ve formülleri.....	27
Çizelge 5.1. BaTiO ₃ Nanofiberlerin Süre ve Akış Hızlarının Çaplarındaki Etkisi.....	34
Çizelge 5.2. BaTiO ₃ Nanofiberlerin Süre ve Akış Hızlarının Çaplarındaki Etkisi.....	36
Çizelge 5.3. BaTiO ₃ Nanofiberler Üzerinden alınan EDX sonucu	37
Çizelge 5.4. Isıl İşlem Sonrası Cam Üzerine Üretilen BaTiO ₂ Nanofiberlerin Üzerinden alınan EDX sonucu	39
Çizelge 5.5. Isıl işlem sonrası toz BaTiO ₃ EDX sonucu	40



SİMGELER VE KISALTMALAR DİZİNİ

°C	Santıgrad derece
m	Metre
ml	Mililitre
cm	Santimetre
g	Gram
cm ³	Santimetreküp
e	Elektrik yükü
kv	Kilo Volt
eV	Elektro Volt
DTA	Diferansiyel Termal Analiz
PVA	Polivinil Alkol
PMMA	Polimetil Metakrilat
PVB	Polivinil Borat
n	Nano
FTIR	Fourier dönüşümlü kızılötesi spektroskopi
AFM	Atomik kuvvet mikroskopi
DSC	Diferansiyel taramalı kalorimetre
SEM	Taramalı elektron mikroskopi
TGA	Termal Gravimetrik analiz
XRD	X ışınları difraktogramı
Q	Teta
π	Pi
λ	Lamda
δ	Sigma

1. GİRİŞ

Nano, Yunancada cüce anlamına gelen “nanos” kelimesinden gelmektedir. Metrenin bir milyarda birine eşit fiziksel bir büyüklüğü ifade eder. Nano boyuttaki yapılar uzunluk olarak yaklaşık 10-100 atomluk sistemlerde (10^{-9}) karşılık gelmektedir.

Nano boyuttaki malzemelerin yapılabileceğini ilk defa 29 Aralık 1959 yılında Nobel ödüllü Amerikalı Fizikçi Richard Feynman tarafından yapılan “There’s plenty of Room at the Bottom” adlı konuşmasıyla ortaya çıkmıştır. Konuşmasında 24 ciltlik bir ansiklopedinin bir toplu iğne başına yazabileceğini söylemiştir. Malzemelerin atom atom manipüle edilebileceğini, daha küçük cihazlarla ölçülebileceğini göstermiş ve ortaya yeni bir vizyon çıkarmıştır. Nano boyutu insan saç teliyle kıyaslırsak saç teli 20000-30000 nanometre ise nano boyutun ne kadar küçük yapıda olduğunu anlayabiliriz (Çakmakçı, 2009) .



Şekil 1.1. Fiberlerin saç teliyle karşılaştırılmış mikroskop görüntüsü (Altaş ,2009).

Nanofiber, nanofiber, ortalama lif çapları nanometreler (nanometre= 10^{-9} metre) mertebesinde olan yaklaşık olarak bir insan saç telinin binde biri kadar ince

liflerdir. Günümüzde, mevcut lif üretim teknikleriyle çapı bir mikron ve altında lif üretilmediği için, çalışmalarda “çapı bir mikron ve altındaki lifler” nanofiber olarak kabul edilmektedir. İnce lifler olduğu için nanofiber mikroskopsuz çıplak gözle görülemezler.

Nanofiberler yeni nesil malzeme olup oldukça hafif, geniş gözenekli ve geniş yapılara sahiptirler. Nanofiberlerin oldukça fazla kullanım alanı olup birden çok üretim yöntemleri vardır. Bunlardan bazıları tarım uygulamaları, cilt bakım ürünleri, uzay uygulamaları, yara örtücüler, biyomedikal uygulamalar, kompozit uygulamalar vb. gibi kullanım alanları çoktur. Nanofiberlerin kullanıldığı malzemelere kazandıracığı bazı özellikler vardır. Bunlar;

- İnsan saçından daha ince 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,
- Su geçirmezlik, tutmazlık, kırılmazlık gibi kumaş performans özelliklerinde yüksek derecede artış (Kozanoğlu, 2006).

Formhals 1934 yılında filament lif üretilmesi işleminin patentini alıp, kullanılan lif üretim yöntemini elektrospining olarak tanımlamıştır. Bu lifleri üretmek için geliştirilmiş en son teknolojilerden biri olan elektro-üretim (elektro eğirme) yöntemidir. Polimer esaslı nanofiberlerin üretimi için en etkin ve kolay yöntem elektro-üretim (electrospinning) yöntemi olarak görülmektedir. Elektrospin yöntemi yüksek elektrik alanlarındaki elektrostatik itme kuvvetlerinin nanofiber sentezleri için kullanıldığı elektrostatik ilkeye dayanır (Kenry, Chwee Tech Tim, 2017).

Bu yöntem ile bir mikrondan başlayıp 100 nm'nin altında değişen nanofiberler üretmek mümkündür.

Nanoteknoloji, nano boyutta yeni malzemeler tasarlayıp, molekülleri veya mevcut nano yapıları işlevsel hale getirip onların kazandıkları özellikleri yeni uygulamalarda kullanmayı amaçlayan bilim dalıdır. Nanoteknoloji kelimesini ilk kez Tokyo Üniversitesinde profesör Norio Tanugichi tarafından kullanılmıştır. Tanugichi tanımına göre nanoteknoloji, malzemelerin atom ya da molekül işlenmesi, ayrılması, birleştirilmesi ve bozulmasıdır.

Nanoteknoloji alanında 90'lı yıllardan sonra çalışmalar artmıştır. Çünkü nanoteknoloji 21. Yüzyıl için önemli bir teknolojik buluş olarak görülmüş sanayi ve bilgi devriminde 21. Yüzyıla damgasını vurmuştur. Uzmanlar nanoteknolojinin bilişim sağlık ve birçok alanda farklı ürünler geliştireceğini, bugünkü üretim yöntemlerinin ve yaşam kalitesinin olumlu anlamda değişeceğini öngörmektedir.

Nanoteknolojiyi mikro teknolojiden ayıran en önemli özelliği ikiside küçük yapılardır fakat nano seviyede farklı özellikler göstermesidir. Bir malzemenin özelliği bir ya da birden fazla nano boyutuna küçüldüğünde değişir. Bu yüzden nanoteknoloji daha çok temel bilime ve kuramsal araştırmalara ihtiyaç duyar.

Üretilen yeni ürünlerde kullanılan malzemenin boyutları ne kadar küçülürse o malzemenin yeni özellikleri ortaya çıkmaktadır. Ölçüler küçüldükçe malzemenin klasik davranışların yerini kuantum davranışlar alır.

Nanoteknolojinin birçok uygulama alanı vardır. Bunlar; fizik, kimya, biyoloji, ilaç Sanayi, tekstil, makine, elektrik mühendisliği, savunma sanayi, uzay araştırmaları vb. gibi bilimin her alanında kullanılmaktadır.

Nanoteknoloji kirlenmeyen kumaşlardan, kanser hücrelerinin yok edilmesine, kendi kendine temizleyen boyalardan, kokmayan çoraplara, mikrop barındırmayan buzdolaplarına vb. gibi uygulama alanları vardır. Daha sonraki zamanlarda nanoteknoloji sayesinde farklı sektörlerde, farklı çalışmalarla ortaya çıkacağı düşünülmektedir (Altaş, 2009).

Baryum titanat ($BaTiO_3$), kimyasal formülü ABO_3 olan organik bir bileşiktir. Titanatın bulunuşlu ile dielektrik malzemelerin bugünkü devrini açmıştır. Baryum titanat 2. Dünya savaşı sırasında 1942 yılında Amerikan Lava Co.

Tarafından bulunmuştur. Saf Baryum Titanat ile stokiometre birleşiminde oda sıcaklığında $10 \Omega \cdot \text{cm}$ ' nin üzerinde özdirenç gerçekleştirmiştir. Bu özelliğinden Baryum Titanatın günümüzde seramik dielektrik malzemesi haline gelmiştir (Yüksel, 2003).

Erime sıcaklığı $1618 \text{ }^\circ\text{C}$ olup yüksek dielektrik sabiti ($25 \text{ }^\circ\text{C}$ 'de 1350-1600), piezoelektrik, piroelektrik ve ferroelektrik özellikleri nedeniyle elektronik sanayinde kullanılır. Baryum titanatın crue sıcaklığı $120 \text{ }^\circ\text{C}$ dir. Baryum titanat toz ve kristal formlarda görülebilir. Düşük sıcaklıktan yüksek sıcaklıklara doğru beş farklı fazda bulunabilirler. Bunlar rhombohedral, ortorombik, tetragonal, kübik ve altıgendir.

Baryum titanat oda sıcaklığında ve üzerinde ferromanyetik özelliğini korur. Birçok asitte çözünür ancak alkali suda çözünmez. Saf halinde iyi bir yalıtıcıdır. Fakat skandiyum, itriyum, neodimyum, samaryum vb. gibi metallerde az miktarda dahi katkılındığında yarı iletken hale gelir.

Çizelge 1.1. Baryum titanatın fiziksel özellikleri

Özellik	Değer
Yoğunluk (g/cm^3)	6,02
Erime Sıcaklığı ($^\circ\text{C}$)	1650
Young Modülü (GPa)	67
Sertlik (Mohs)	5

Baryum Titanat nanofiber üretiminde son yıllarda öne çıkmıştır. Kullanım alanları;

- Saf halde elektriksel yalıtkan olarak kullanılabilir.
- Kondansatörlerde dielektrik seramik malzeme olarak kullanılır.
- Mikrofonlarda ve diğer transdüserlerde piezoelektrik bir malzeme olarak da kullanılır.
- Bileşiğin polikristalin formları pozitif sıcaklık katsayısı gösterir. Bu nedenle kendinden regüleli elektrikli ısıtma sistemleri ve termistörlerin hazırlanmasında kullanılır.
- Baryum titanat fotorefraktif uygulamalarda kullanılabilir.
- Bu maddenin ferroelektrik ve piroelektrik özellikleri, termal kameralarda kullanılan bazı soğutmamış sensörleri üretmek için kullanılır.
- Yüksek saflıkta baryum titanat tozu, elektrikli taşıtlarda kullanılan baryum titanatlı kapasitör enerji depolama sistemleri üretiminde kullanılır (Çelen, 2013).
- Doğrusal olmayan optik cihazlarda kullanılır.
- Dielektrik amplifikatörlerde ve dinamik holografide kullanılır.
- Malzeme elemanlarının aynı anda yük taşıyıp depolamaları gereken çok işlevli yapısal kapasitörlerde kullanılır.

1.1. Nanofiberlerin Kullanım Alanları

Polimer lif çapları nanometre boyutlarına düştüğünde bilinen diğer materyallere göre yüksek yüzey alanı/hacim oranı, mekanik performans ve yüzel profesyonelliklerinde değişikik gösterirler. Bu özellikler sayesinde nanofiberler pek çok uygulama alanında kullanılmıştır (Üstündağ, 2009). Bunlar;

- Doku mühendisliği uygulamaları (Ayarlanabilir biyo bozunma hızı, Çok iyi hücre tutması, Kontrol edilebilir hücre gelişmesi)

- Kontrollü ilaç salınımı (Yüksek çözünme hızı, İç içe girmiş ilaç nanofiber sistemi)
- Yara örtüleri (Bakteri ve virüs geçişini önleyen filtrasyon özelliği, Hava almayı sağlayan gözenekli yapı)
- Medikal protezler (Düşük gerilim konsantrasyonu, Yüksek sürtünme mukavemeti)
- Kozmetik ürünler (Etkin kullanım, Yüksek nüfuz hızı, Cilt arındırma, cilt iyileştirme, İlaçla cilt terapisi)
- Koruyucu giysiler (Kimyasal madde geçişini önleyen nefes alabilir kumaşlar)
- Kompozitler (Hafiflik, Yüksek kırılma muhavemeti, Biyolojik ve kimyasal alanlarda koruma)
- Filtrasyon uygulamaları (Sıvı Filtrasyonu, Gaz filtrasyonu, Molekül filtrasyonu)
- Elektriksel ve optik uygulamalar (Ultra küçük aygıtlar, LC optik kapaticılar, Elektrodlar, Algılayıcılar)
- Sensörler (Temel sensörler, Biyokimyasal sensörler, Floresan optik Kimyasal sensör)
- Tarım uygulamaları (Bitki koruma örtüleri, Gübre vericiler)

2. KAYNAK ÖZETLERİ

Kozanođlu (2006), alıřmasında elektrospin yntemiyle farklı dzenekler, farklı polimerler ve farklı sıvılar kullanarak retilen lifin morfolojisini incelemiřtir. Deney ařamasındaki deđiřkenler olarak uygulanan voltajın etkisi ve besleme nitesiyle toplayıcı plaka arasındaki mesafenin etkisini incelemiřtir. Sonu olarak voltajın artmasıyla liflerin dzensizliđi ve yusek ap dađılımı grlmř, aralarındaki mesafenin artması ile de lif apının arttıđını ve daha dzgn lifler elde ettiđini gzlemiřtir.

Dařtan (2009), alıřmasında sol-jel yntemiyle yitrium, baryum ve bakır astat zeliřisini %10 'luk PVA ile uygun sıcaklıklarda karıřtırıp bor katkılı ve bor katkısız olarak elektrospinleme yntemiyle nanofiber yapılar elde etmiřtir. Oluřan fiberleri 500 C ve 600 C ısıl iřlemden geirerek fiberlerin ısıl iřlem ncesi ve sonrası morfolojik yapılarını sem grntleriyle incelemiřtir. Elektrospin ynteminde baz alınan parametreler uygulanan voltajın etkisi ve toplayıcı plaka ile besleme nitesi arasındaki mesafenin etkisi incelenmiřtir. Sonu olarak besleme nitesiyle toplayıcı plaka arasındaki mesafenin artmasıyla lif apının azaldıđı, voltajın artmasıyla nanofiberlerde dzensizlik olduđunu gzlemiřtir.

Din (2013), alıřmasında polivinil borat sentezi ve elektrospin cihazıyla nanofiber retimini amalamaktadır. Polivinil borat (PVB); polivinil alkol ve borik asitin kondenzasyon reaksiyonuyla sentezlenmiřtir. Elektrospin yapılmadan nce, fiber yapabilme kabiliyetini artırmak amacıyla polivinil borat, polivinil alkol (PVA) ve polimetil metakrilat (PMMA) zeltileriyle ayrı ayrı karıřtırılmıřtır. PVA ve PMMA ile deđiřik kompozisyonlarda polivinil borat ieren nanofiberler hazırlanmıřtır. 100-250 nm ap aralıđında nanofiber ieren homojen ve yusek gzenekli kaplamalar elektrospin prosesi ile PVB/PVA karıřım zeltisinden elde etmiřtir. FTIR sonularına gre, bor atomlarının polimer ađına entegre olduđu tespit edilmiřtir. PVB/PVA kaplamaların SEM grntlerine gre, polivinil borat ieriđinin lif morfolojisi zerine herhangi bir etkisine rastlanmamıřtır. TGA sonularına gre; en yusek bor ieriđine sahip

polimer karışım kompozisyonunun, termal olarak kararlı nanofiber oluşumu için uygun olduğu tespit edilmiştir. Buna ek olarak, SEM resimlerine göre, PMMA' nın PVB ile karışımından elde edilen kaplamaların fiber çapının 218 nm' den 93 nm' ye azaldığı ve fiber yüzeyinde boncuksu yapılarının ortaya çıktığı gözlemlenmiştir. PVB/PMMA karışım kompozisyonlarından elde edilen nanofiber mat yapılarının yüzey pürüzlülüğü artmıştır. PVB/PMMA nanofiber kaplamaların su ıslatma özelliği yüzey pürüzlülüğünden etkilenmiştir. PVB/PMMA nanofiberlerinin PVB içeriğindeki artışa paralel olarak su ile yaptığı temas açısı artmıştır.

Altaş (2009), çalışmasında naylon 6'nın bor ile birlikte çapraz bağlı yapıdaki çözeltileri formik asit ve borik asit kullanılarak başarıyla elde etmiştir. Elektrospin prosesi hibrid naylon 6/borik asit çözeltileri kullanılarak yüksek gerilim güç kaynağı ile 20-25 kV arasında değişik voltajlarda yapmıştır. 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 yapıları fourier dönüşümlü kızılötesi spektroskopi (FTIR), diferansiyel taramalı kalorimetri (DSC), atomik kuvvet mikroskobu (AFM) ve taramalı elektron mikroskobu (SEM) ile incelemiştir. DSC analizleri elektrospin metodu ile üretilen naylon 6 fiberin daha kararlı yapıda olduğunu, borik asit içeriği arttırıldığında polimer kararlılığının daha da arttığı gözlemlenmiştir.

Çaydamlı (2012), çalışmasında selüloz asetat polimeri kullanarak elektrospin yöntemiyle lif üretimini gerçekleştirmiştir. Liflerin üretiminde polimer çözeltilerine anyonik, non-iyonik ve katyonik aktif madde klorür ve nitrat grubu olarak iki farklı tuz katkısı yapmış, elde edilen sonuçların morfolojik özellikleri ,polimer çözeltinin özellikleriyle karşılaştırılarak analiz etmiştir. Üretilen liflere temas açısı testi yapılarak, yapılan katkıların lif hidrofilliğini ne yönde

etkilediğini gözlemleyerek liflere antimikrobiyal performansı hem katitatif hemde kantitatif yöntemlerle incelemiştir.

Aksoy (2010), çalışmasında ikinci sınıf dielektrik kapasitör üretimini amaçlamıştır. Bu amaçla çalışmasında stronsiyum karbonat (SrCO_3), niobyum pentoksit (Nb_2O_5) ve kobalt oksit(CoO)katkılı, tek ve çiftler halinde belirli sıcaklık aralıklarıyla 2 ve 4 saatlik ısıtma ile (BaTiO_3) esaslı seramikler üretilmiştir.

Yoğunlaşma ve faz oluşumları incelendikten sonra dielektrik testlerine tabi tutularak, düşük yoğunluklu numunelerin daha yüksek dielektrik kayıplarına sahip olduğu görülmüştür. Nb ile katkılanmış BaTiO_3 ' ün 2 saat sinterlendikten sonra numunelerle karşılaştırılıp ve 10° ile 125° arasında ikinci sınıf kapasitör üretilmiştir.

Üstündağ (2009), çalışmasında elektro çekim yöntemini kullanarak sodyum alginat (NaAlg) karışımı nanofiberli yüzeylere etkisini inceleyerek bu yüzeylerin yara örtücü özelliğini araştırmıştır. PVA'nın sulu çözelti ve nanofiberli yüzeyler üzerinde parametreleri değiştirerek gözlemlemiştir. Sodyum alginatın farklı hacim oranlarında PVA eklenerek elde edilen çözeltilerin elektrik iletkenliği, yoğunluğu ve yüzey gerilimini tespit edip bu çözeltilerin elektroçekim yöntemiyle üretilen nanofiber yüzeylerin nanofiber çapları hesaplamıştır. Çözelti parametrelerini nonlif çaplarıyla ilişkilendirerek %9 PVA %1 NaAlg çözeltisi elektro çekim yöntemiyle nanofiberli yüzeyler çapraz bağlama ve sterilizasyon işlemlerinden elde edilerek yara örtüsü olarak değerlendirmiştir. Çapraz bağlama testinin başarılı olup olmadığını kanıtlamak için yüzeylere işlem öncesi ve sonrası suya dayanım testi yapılarak kalınlık, hava geçirgenliği, suya dayanıklılık ve su emicilik testleri SEM analizi yapılmıştır. Tavşanlarda uygulayarak yaranın gün geçtikçe küçülme parametrelerini alarak hesaplamalar yapılmıştır. Sonuç olarak PVA/NaAlg çözeltisi nanofiber yüzeylerin çap ve değerleri üzerinde önemli bir etkiye sahip olduğu görülmüştür.

Kaya vd. (2016), çalışmasında elektrospin yöntemiyle Baryum Titanat ($BaTiO_3$) 800 C⁰ ısıtma işlemine tabi tutularak baryum titanat nanotoz elde etmiştir. Isıl işlem sonrası numunelerin SEM ve XRD görüntülerinde 50-250 nm boyunda silindirik nanofiber elde edilmiş $BaTiO_3$ nanotozların kristal yapıda olduğunu göstermiştir.

Çelebi (2007), çalışmasında $BaTiO_3$ tozlarını kullanarak su içerisinde kararlı olduğu PH koşullarını bulmayı amaçlamıştır. Aniyonik ve kationik gibi farklı karakterli suda çözünebilir polimeri test edilip etkilerini karşılaştırmıştır. Kationik Polielektrolitlerin toz yüzeyinde bulunan ve solüsyondaki polimerin hareketlerine karşı taneler arası etkileri düzenlendiğini koloidal süspansiyonu kararlı hale getirdiğini gözlemiştir. Dağıtıcı olarak etkilerinin PH'a bağlı olmadığını ve solüsyondaki konsantrasyon miktarının önemli olduğunu gözlemiştir.

Yüksel (2003), çalışmasında stokiometrenin ve SiO_2 katkısıyla $BaTiO_3$ 'ün mikroyapı özelliğini incelemek için 3 numune hazırlamıştır. 1. numunede Ba/Ti oranları 1.0025, 1.0, 0.98 olarak hazırlanmış, 2. Numunede SiO_2 katkısının mikroyapı etkisini incelemek için Ba/Ti oranı 1.0025, 1.0, 0.98 ve SiO_2 0.02 mol içeren numuneler hazırlanmıştır. 3. Numunede ise TiO_2 'ün toz olan birleşimine $TiCl_3$ ilave edilerek TiO_2 'e katkısını incelemiştir. Numuneler klasik seramik üretim yöntemiyle hazırlanıp 1250, 1300, 1335, 1360 °C' de 1, 3, 5, 10 saatlik sürelerde sinterlemiştir. Bütün bu numunelerin bulk değerini ölçerek toz halinde TiO_2 'ye ilave edilen $TiCl_3$ 'ün yoğunluğu $BaTiO_3$ 'ün teorik yoğunluğuna yaklaştığını görmüş ve SiO_2 ilavesinde $BaTiO_3$ 'ün bulk yoğunluğunun artmasına neden olduğunu gözlemiştir. Sonuç olarak $TiCl_3$ ve SiO_2 ilavesinin $BaTiO_3$ 'ün bulk yoğunluğunu olumlu yönde etkilediğini gözlemiştir.

Meansiri vd. (2005), çalışmasında baryum stronsiyum titanatın elektrospin yöntemiyle farklı sıcaklıklarda nanofiber üretilmesini anlatmıştır. Baryum stronsiyum titanatın TG-DTA, X ışını kırınımı, SEM ve TEM görüntülerinde incelemiştir. Bükülmüş ve kalsine edilmiş BST/PVP kompozit nanofiberleri karakterize edilip 700 °C sıcaklıkta 2 saat bekletip çapı 188 ± 25 nm olan BST

nanofiberleri elde etmiştir. Kalsinasyon sıcaklığın arttırıldığında ise nanofiberlerin çaplarının azaldığını ve çözeltinin kireçlendiğini gözlemlemiştir.

Nuansing vd. (2006), çalışmasında elektrospin yöntemiyle hazırlanan titanyum dioksit (TiO_2) nanofiberlerinin karakterizasyon ve morfolojisini incelemiştir. Titanyum dioksit ve PVP çözeltisinin $300\text{ }^\circ\text{C}$ 'de 3 saat beklettikten sonra 80-100 nm çaplarında nanofiberleri üretmiştir. 3 saat kalsine edilmiş TiO_2 /PVP kompozit nanofiberler TG-DTA, SEM ve TEM görüntüleri ile karakterize etmiştir. Analiz sonucunda kalsinasyon sıcaklığının kristal faz üzerinde önemli etkiye sahip olduğunu gözlemlemiştir.

Ercenk vd. (2014), çalışmasında $BaCO_3$, TiO_2 ve SiO_2 tozlarından üretilen TiO_2 - BaO - SiO_2 malzemelerin sıcaklığını süreye bağlı olarak tane büyüme kinetiğini incelemişlerdir. Farklı bileşimlerde hazırlanan toz karışımları ZrO_2 bilye kullanılarak saf suda bilyeli değirmen yardımıyla 20 saatte hazırlamışlardır. $1000\text{ }^\circ\text{C}$ 'de 2 saat kalsine edip %5 polivinil alkol ilave edilerek şekillendirilmiştir. Numuneleri 1175 - 1200 ve $1225\text{ }^\circ\text{C}$ 'de 1-4 saat arasında sinterleyip tane büyüme kinetik denklemi, $G^n=K.t.exp(Q-RT)$ kullanılarak belirlenmiştir. Sonu olarak XRD faz analizi inceleme sonucunda yapıda $BaTiO_3$ ve $Ba_2TiSi_2O_8$ fazlarının varlığını tespit etmiştir.

Durmuş (2017), çalışmasında elektrospin yöntemiyle önce saf Nylon -6,6 kullanarak nanofiber üretip, sonra Nylon-6,6 polimerinin içine ağırlıkça %1, %3, %5 oranlarında ÇCKNT(Çok cidarlı karbonlu nanotüp) ilave ederek katkılı nanofiber elde etmiştir. Saf ve katkılı nanofiberlerin statik yükleme altında çekme dayanımlarını, elastik modellerini ve tokluklarını karşılaştırmıştır.

Çakmakçı (2009), çalışmasında akrilatmış selüloz türevlerinden UV ile sertleştirilmiş nanofiber elde etmek için elektrospining yöntemiyle UV sertleştirme teknolojisini birleştirmiştir. Akrilatlanmış selüloz asetat bütrat iki farklı yolla sentezlenmiş, örnekler çeşitli çözdürücülerle çözdürülüp foto başlatıcı ile karıştırmıştır. Örnekler elektrospininig işlemi ile aynı anda UV ışığı tutularak jetin havadaki uçuşu boyunca polimerize olmasını sağlamış.

Sonuç olarak dinamik ve hızlı bir üretim metodu geliştirip reaktif çözücü kullanarak çözücü kullanımının azaltılması yönünde öncü bir çalışma yapmıştır.

Uyaner (2019), çalışmasında PVA (polivinilalkol) ve PVP (polivinilpirolidon) 'dan elde edilen nanofiberlerin kompozit ta bakalarına olan etkilerini incelemiştir. E-cam/Epoksi kompozit malzemeler arasına PVA ve PVP koyup elektro eğirme yöntemiyle nano yapılar yerleştirerek vakum destekli reçine kaplama yöntemi ile kompozit malzeme üretimi gerçekleştirmişlerdir. Nano elyafla modifiye edilmiş kompozit malzemelerin çekme testleri yapılarak SEM görüntüleride incelenmiştir. Sonuç olarak PVA ve PVP nano yapıların epoksi ile yeterince ıslanmadığı görülmüştür.

Oktay (2014), çalışmasında metal katkıli TiO_2 , katkısız ve AG katkıli nanofiberler elde etme etmek için elektro eğirme yöntemiyle farklı voltaj değerleri ve farklı uzaklıklarda sabit 0,5 ml/sn akış hızı ile nanofiberler üretmiştir. XRD, SEM ve UV ölçümleri 500°C ısıtma işlemi öncesi ve sonrasında yapılmıştır. XRD ölçümleri örneklerin kristal yapıda olduğunu göstermiş, katkısız ve AG katkıli TiO_2 nanofiberlerin enerji bant aralıkları sırasıyla 3,6 eV ve 2,6 eV bulunmuştur. Bu sonuçların literatürle uyumlu olduğu görülmüştür.

Çelen vd. (2018), çalışmasında Baryum Titanatın tekstildeki elektromanyetik kalkanlama uygulamaları, baryum titanatın yapısını, özelliklerini ve elektromanyetik kalkanlama uygulamalarındaki yerini incelemiştir.

Karhan (2017), çalışmasında elektro eğirme yöntemini kullanarak PVA, PVP, PAA nanofiberleri üretip bunların spektroskopik, termal, ve mikroskopik görüntülerini incelemiştir. PVA polimerini dusaki derişimini %10 olacak şekilde hazırlayıp sonra bu çözelti kullanılarak ve derişimi PVA'nın %10'u olacak şekilde, PAA ilave edilerek ikinci polimer çözeltisi PVA/PAA hazırlamıştır. Üçüncü polimer çözeltiyi ise derişim oranı 10:1 şeklinde PVA/PAA polimer çözeltisi içine PVA'nın %10 una karşılık gelecek şekilde PEI ilave edip PVA/PAA/PEI karışımı hazırlamıştır. Hazırlanan bu çözeltileri nanofiber haline getirip en iyi nanofiber üretimi için deęişkenlerin optimum deęerleri tespit

edilmiştir. Gerilim değeri 20 kV, şırınga ile toplayıcı arasındaki mesafe 12 cm, polimer akış hızı 1 ml/saat değerleri en uygun değer olarak belirlenmiştir. Her üç örneğin Diferansiyel Taramalı Kalorimetre (DSC) ve Termal Gravimetrik Analiz (TGA) ile Taramalı Elektron Mikroskopu (SEM) sonuçları karşılaştırmıştır. Sonuç olarak eklenen PVA çözeltisine PAA ve PAI eklenmesi ile üretilen nanofiberlerin çarplarında artış olmuştur.

Heping vd. (2014), çalışmasında nm çapında CO/BaTiO₃ nanofiberleri elektrospin yöntemiyle hazırlayarak indirgeyici tavlama tekniğinin ardından sentezlenen CO/BaTiO₃ nanofiberlerin, çift bazlı bir heterostyapı içeren polikristal olduğunu gözlemlemiştir. TEM, XPS ve Raman spektroskopisi analizi ile hem Co metal faz hemde BaTiO₃ tetragonal faz yapılan ölçümlerle nano elyafların bir sıcaklığa bağlı olduğunu göstermiştir.

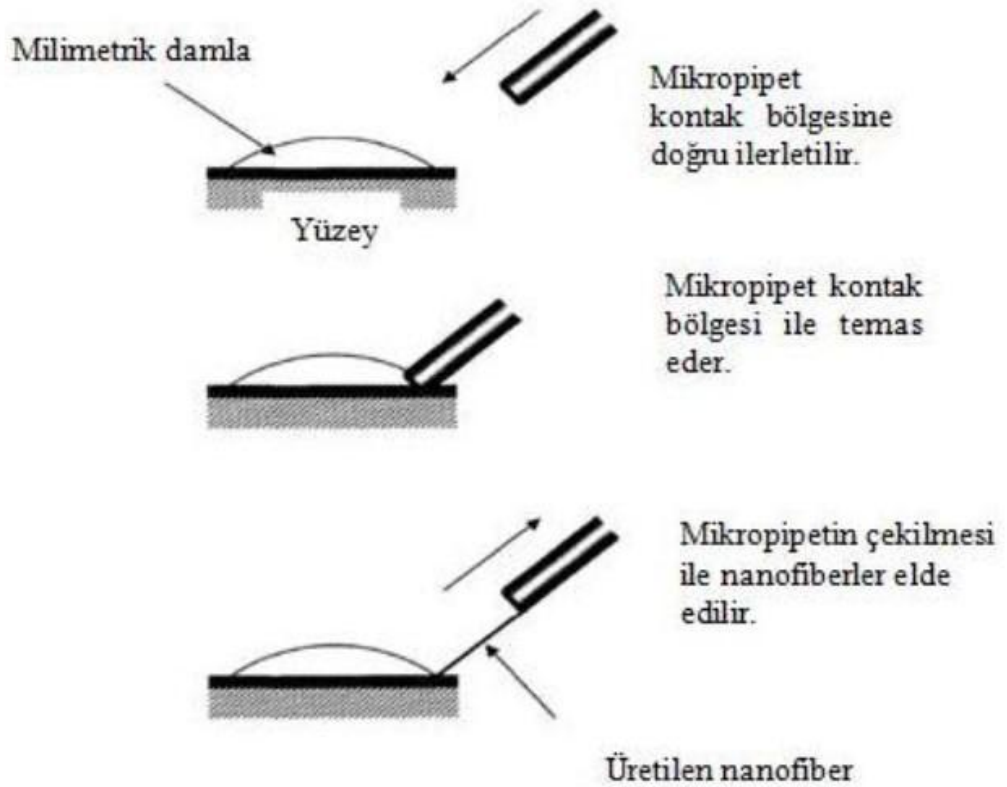


3. NANOFİBER ÜRETİM YÖNTEMLERİ

3.1 Çekme (Drawing) Yöntemi

Çekme yöntemiyle uzun ve tek nanofiberler elde edilebilir. Bu işlemde bir mikromanipülator ile bir pipet çözeltinin içine daldırılarak belirli bir hızla çekilir. Bu yöntemde çözücünün buharlaşmasıyla viskozite artışı olur ve bunun sonucunda fiberlerin parçalanması gerçekleşir. Bu sebeple viskoelastik çözeltilere ihtiyaç duyulur. Çünkü viskoelastik çözeltiler yapışkan olduğu için parçalanmayı önler. Bu yöntemin dezavantajı şunlardır;

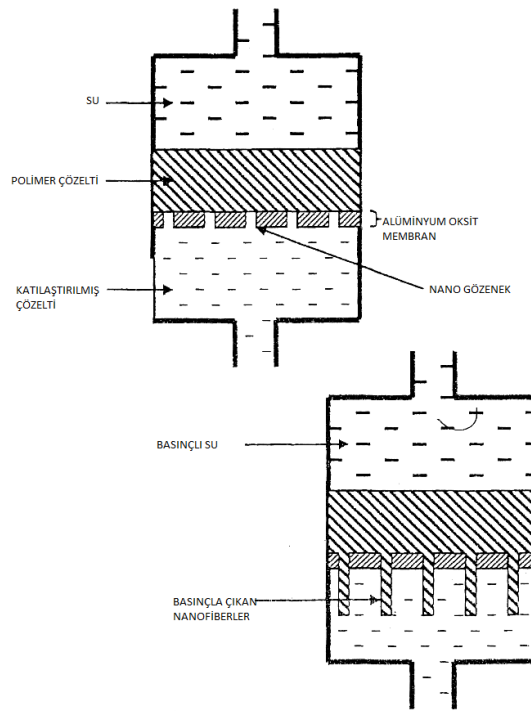
- Bu yöntemle fiber üretimi çok zordur.
- Fiberlerin çapları 100 nm' den büyüktür.
- Üretilen fiberlerin çapları kontrol edilemez.
- Süreksiz işlem olduğu için pratik olarak uygulanmaz.



Şekil 3.1. Çekme yöntem ile nanofiber üretim yöntemi (Ramarkrishra, 2005).

3.2 Kalıp ile sentezleme(Template Sentezi) Yöntemi

Kalıp sentez yönteminde nanofiberler, nano gözenekli zarların gözeneklerinden geçirilen çeşitli özel malzemelerle elde edilirler. Membranlar 5–50 mm kalınlığında olup, silindirik gözeneklere sahiptir. Her bir gözenek, istenen nano yapının sentezlendiği beherler olarak görülebilir. Burada polimer çözeltisinin membrandan geçişi su basıncıyla gerçekleştirilir. Katılaştırıcı sıvı ile polimer karşılaşır karşılaşmaz, fiber oluşur. Fiber çapları, birkaç nanometre ile 100 nanometre arasındadır.



Şekil 3.2. Kalıp sentez yöntemiyle nanofiber üretimi (Daştan, 2009).

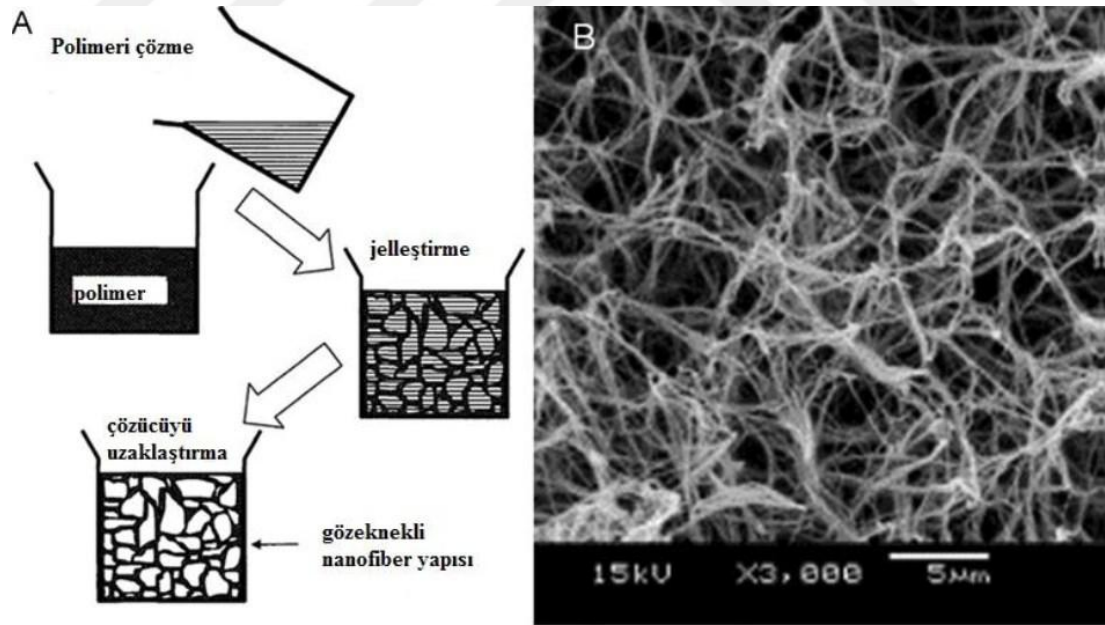
3.3 Faz Ayrışması(Phase Separation) Yöntemi

Faz ayrışması yöntemiyle nanofiber üretimi 5 aşamadan oluşur.

- a. Polimer çözme: Polimer uygun bir çözücü ile çözülür.
- b. Jelleşme: Jelleşme için polimer içerisine uygun kimyasal madde eklenerek, jelleşmenin gerçekleşmesi için teflon şişeye konulup buzdolabında bekletilir.

- c. Çözücü uzaklaştırma: Çözücü değişimi için teflon şişe saf suyun içerisine konur ve 2 gün bekletilir. İki gün içerisinde saf su günde 3 kez değiştirilir.
- d. Dondurma: Jel sudan çıkarılır ve kâğıt süzgeç yardımıyla süzülür, donması için -180C de 2 saat bekletilir.
- e. Soğuk kurutma: Donmuş olan jel soğuk kurutma kanallarına boşaltılır ve -550C de 1 hafta bekletilir (Ramarkrishra, 2005).

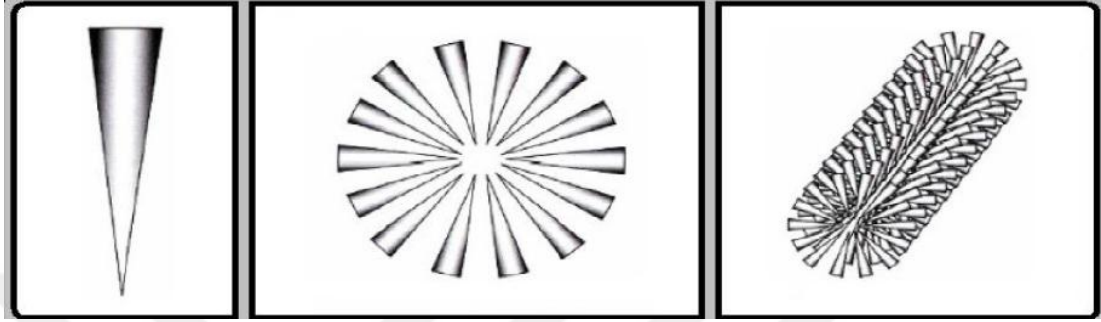
Faz ayrımı yönteminde temeli homojen polimer çözeltisinin, polimerce zengin ve polimerce fakir iki ayrı fazın termodinamik olarak ayrışmasına dayanır. Yöntem zaman alıcı ve karmaşıktır. Kullanılan polimer tipi, çözücü, konsantrasyon, faz ayırım sıcaklığı, soğutma ve ısıtma basamakları önemli parametrelerdir. Fiber çapının kontrol edilmesi hem çok zordur hem de yöntem sadece bazı polimerler ile sınırlıdır.



Şekil 3.3. (A)Faz ayrımı yönteminin gösterimi, (B) Faz ayrımı yöntemiyle elde edilmiş SEM görüntüsü (Baştürk, 2012).

3.4 Kendi Kendine Toplanma(Self-Assembly) Yöntemi

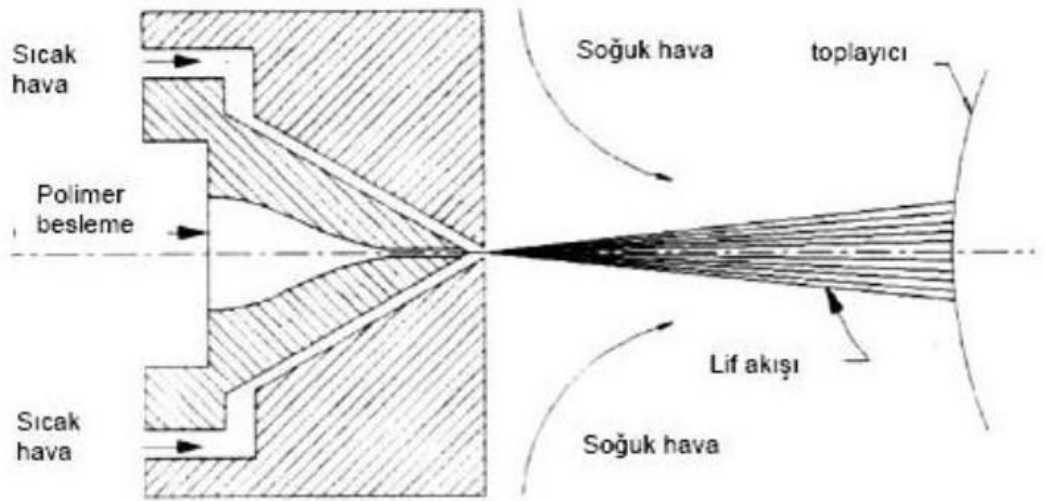
Kendi kendine toplanma yöntemde, atom ya da moleküller kendiliğinden zayıf ve non-kovalent etkileşimlerle (H-bağı, hidrofobik kuvvetler, vb.) belirli yapılara düzenlenirler. Yöntem karmaşık, uzun ve düşük üretim gücüne sahiptir.



Şekil 3.4. Kendi kendine toplanma yöntemi ile nanofiber üretimi (Dinç, 2013).

3.5 Eriyik Püskürtme Yöntemi

Eriyik püskürtme yöntemiyle çok miktarda çapları küçük fiberler üretmek için kullanılan yaygın bir yöntemdir. Bu yöntemde polimer kaptan çıkarken sıcak hava ile üflenirken dışarıdan üflenene soğuk hava yardımıyla inceltir ve fiberler elde edilir. Çapları 5-10 mikron arasında olup bu yöntemle üretilen fiberler dayanıklı değildir ve fiber çapları düzensizdir. Eriyik püskürtme yöntemini geliştirmek için çalışmalar devam etmektedir (BALCI, 2006).

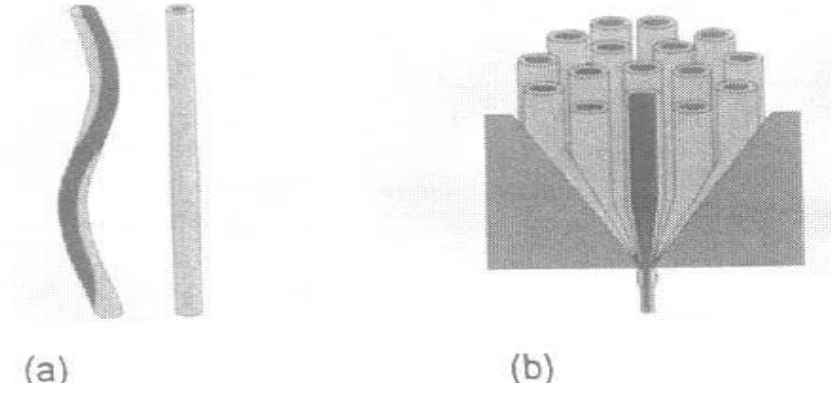


Şekil 3.5. Eriyik Püskürtme yöntemiyle Nanofiber üretimi (Balcı, 2006).

3.6 Bikomponent Yöntemi

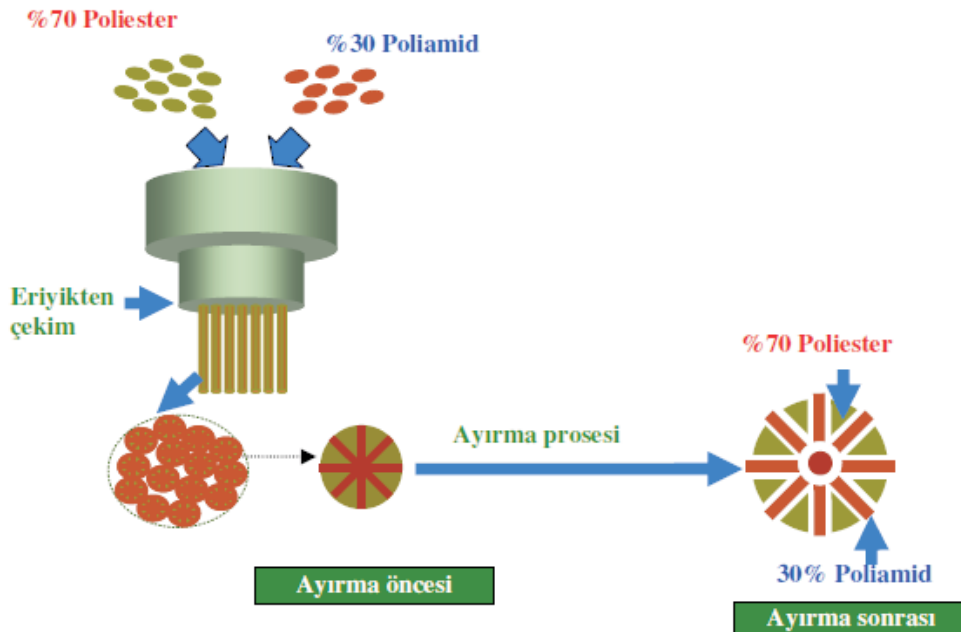
Bikomponent yöntemi denizde ada, ayırma ve çok katmanlı olmak üzere 3 şekilde gerçekleştirilmektedir.

Denizde ada yöntemiyle birbirine karışmayan 2 bileşenin bikomponent yöntemini kullanarak liflerin birbirini çekmesi ile oluşmaktadır. Liflerin bir kısmı ada bileşenini oluştururken diğer kısımda deniz bileşenini oluşturmaktadır. Mikro denyeli iplikçikler, lifler kumaş haline geldikten sonra deniz polimerinin çözdürülmesi ile meydana gelir. Yani iki bileşenden oluşan polimer akışı, tek akış olacak şekilde bir araya gelir. Bu yöntem maliyeti yüksek olmasına rağmen deri ürünlerinin elde edilmesinde çok başarılı bir şekilde uygulanmaktadır.



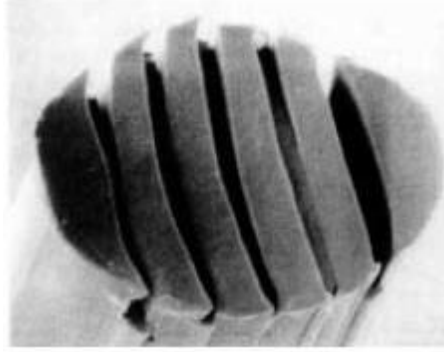
Şekil 3.6. Denizde ada yöntemi ile liflerin çekilme prensibi

Ayırma yöntemi fiber üretme yönteminde eski bir metottur. Bu yöntemde birbirine karışmayan iki farklı polimer içerisinde pasta dilimleri veya üçgen prizma şeklinde düzenlenmiştir. Denizde ada yönteminden farkı ikinci bileşenin uzaklaşması yerine, ikinci bileşeninde birinci bileşen gibi lifin içinde yer almasıdır. Ayırma yöntemiyle üretilen lifler daha yumuşak daha hacimli olduğu için ipek benzeri kumaşlarda ve su geçirmez kumaşlarda kullanılmaktadır.



Şekil 3.7. Ayırma yöntemine göre nanofiber üretim prensibi (Gün, 2011).

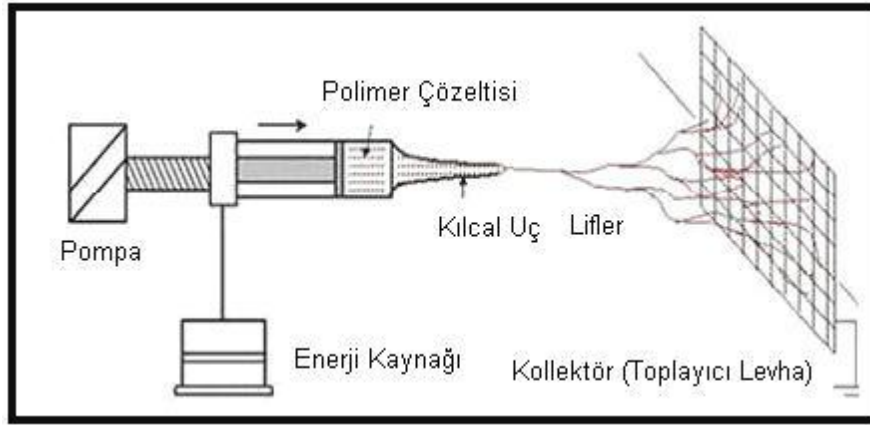
Çok katmanlı tip (yan-yana bikomponent lifler) ise deniz ada ve ayırma yönteminden farklı olarak birbirinden farklı 2 polimerin eş zamanlı püskürtülerek yan yana birbirine paralel katman oluşturur.



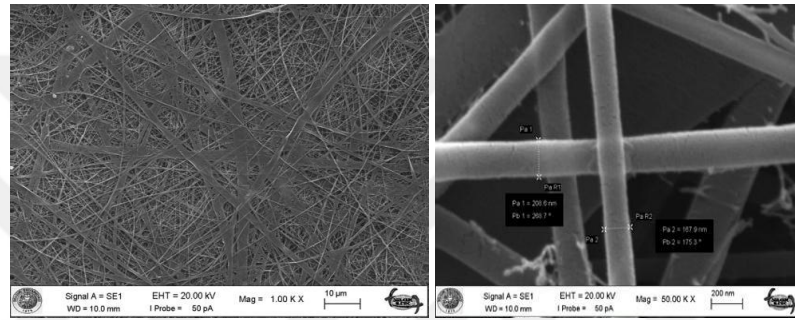
Şekil 3.8. Çok katmanlı tip üretim prensibine göre üretilmiş nanofiber görüntüsü

3.7. Elektospinleme(Elektrospining)

Elektro- püskürme yöntemi (electrospinning) diğer yöntemlere kıyasla, Elektro- püskürtme çeşitli polimerlerden sürekli olarak nanofiber seri üretim için geliştirilebilir tek yöntem olarak görünmektedir. Elektrospon yöntemi, basit olarak 3 kısımdan oluşmaktadır: yüksek voltaj güç kaynağı, bir tüp veya küçük çaplı şırınga ve topraklanmış metal bir toplayıcı. Düzeneğe ait şematik görüntü ve elde edilen nanofiberin SEM görüntüsü şeklindedir.



Şekil 3.9. Elektrospin yöntemiyle nanofiber üretimi (Dinç, 2013).



Şekil 3.10. N-6,6 nanoelyafın SEM görüntüleri (Durmuş vd, 2017).

Son yıllarda elektro-eğrilmiş polimer nanofiberlerin kullanım alanları giderek artmaktadır. Uygulama alanları arasında filtrasyon sistemleri ve özellikle doku nakli gibi tıbbi protezler en yaygın olanlarıdır. Hedeflenen diğer uygulamalar doku şablonu, elektromanyetik koruyucu, kompozit delaminasyon direnci ve sıvı kristal cihazını içerir.

Elektrospin yöntemi nano ve mikro yapılar üretebilmek için diğer yöntemlere göre yüksek başarı göstermiş en sık kullanılan yöntemdir. Bir şırınganın içine yerleştirilmiş polimer çözeltisinin güç kaynağı yardımıyla, yüksek elektrik alanına maruz kalmasıyla oluşan sıvının yüzey gerilimini yenmesiyle tabakada oluşan nano veya mikro yapıların elde edilmesi mantığına dayanır. (Çaydamlı, 2012).

3.7.1 Elektrospınleme Tekniđinde Kullanılan Dzenekler

Elektrospın yntemi hazırlanmıř polimer zelti veya eriyikten zelti elektriksel olarak yklenmiř bir jet boyunca nanofiber oluřturulan bir sreedir. İstenilen ozellikte nanofiber elde etmek iin uygun dzenek kullanılmalıdır. En uygun dzenek elektrospın yntemidir.

Basit bir elektrospın dzenegi paradan oluřur;

1. Besleme unitesi (řırına, pıper, metal iđne...)
2. Yksek voltaj g kaynađı
3. Toplayıcı (iletken plaka)
4. zelti

3.7.2 Elektrospın Ynteminin Tarihesi

Elektrospın yntemi eski bir yntemdir. 1600'l yıllarda William Gilbert manyetizma zerinde alıřırken tesadf eseri elektro-manyetizmanın sıvılar zerindeki etkisini gzlemlemesiyle ortaya ıkmıřtır. alıřmasında su damlasının elektriksel kuru yzeyden koni biiminde ekildiđini gzlemlemiřtir. Bylelikle elektro retim yntemi bařlamıřtır.

Lord Rayleigh 1882'de elektro retim sırasında dzensiz elektrik ykne sahip damlalar zerinde alıřmalar yapmıřtır. Rayleigh yalıtılmıř ykl damlacıđın zerine alıřmalar yaparak ykn kararlılıđını sađlayan yzey geriliminin stnde bir deđer aldıđını, damlacıđın kararsız hale geldiđini ve paralanmanın gerekleřtiđini tahmin etmiřtir. Bu sonulara gre damla zerine etkiyen 2 kuvvetin biri elektrik kuvveti, diđeri ise elektrik kuvvetini tam zıt ynde etkileyen yzey gerilimi kuvvetidir. Elektrik kuvvetinin yzey geriliminden kaynaklanan kuvveti yendiđi anda ise damla ince jetlere ayrılarak akmaya bařlar. Aynı zamanda damlanın dze ucundan ıkması gereken maksimum ykde hesaplamıřtır. Bu olay iin kritik nokta denklemi ise;

$$q^2 = 64\pi^2\epsilon_0 \gamma a^3 \text{ olarak vermiřtir.} \quad (3.1)$$

Burada;

q : damla üzerindeki yük

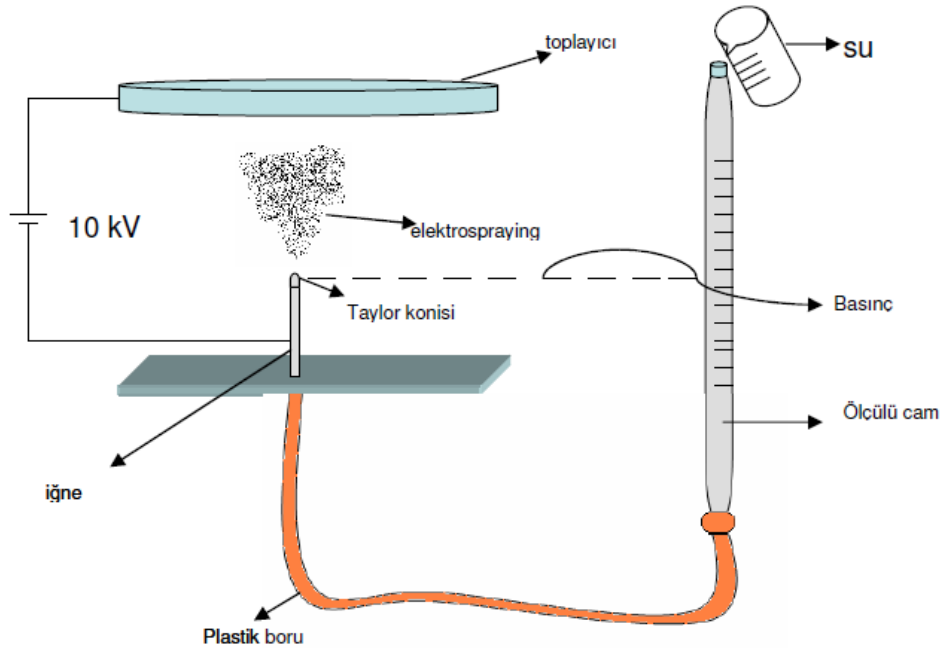
ϵ_0 : serbest uzayın iletkenlik sabiti

γ : damlanın yüzey gerilimi

a : damlanın çapıdır. (Daştan, 2009).

Elektrospinin yönteminde ilk patent J. F. Cooley tarafın selüloz nitratin asetat ya da eter içindeki çözeltisiyle alınmıştır. Sonrasında bu yöntemde ait birçok patent alınmıştır.

Zelevyn 1914 yılında, damla ucundaki elektrik yükü yoğunluğunu basınçlı sıvı kolonunun yüksekliğine bakarak tespit etmiştir. Elektrik yüklü damla ucuna mekanik bir kuvvet uygulayarak sıvı kolonunun yükselişinin artacağını varsaymıştır. Damla ucundaki deformasyonları inceleyen Zelevyn, yaptığı deneyle Lord Rayleigh ile aynı sonuçları elde etmiştir. Zelevyn molekül ağırlığı düşük bir sıvı kullanarak püskürtme olayını fotoğraflarla desteklemiştir. Bu fotoğraflara bakıldığında suyun damladan jete geçiş konumuna gelmesi için alkolden daha yüksek bir gerilime ihtiyaç duymasındır. Zelevyn 1917 yılında ilk defa elektrikleşmiş sıvı yüzeylerinin hızlı elektro-hidrokinamik çarpmasını gözlemlemiştir (Kozanoğlu, 2009).



Şekil 3.11. Zelevyn deney düzeneği (Kozanoğlu, 2009).

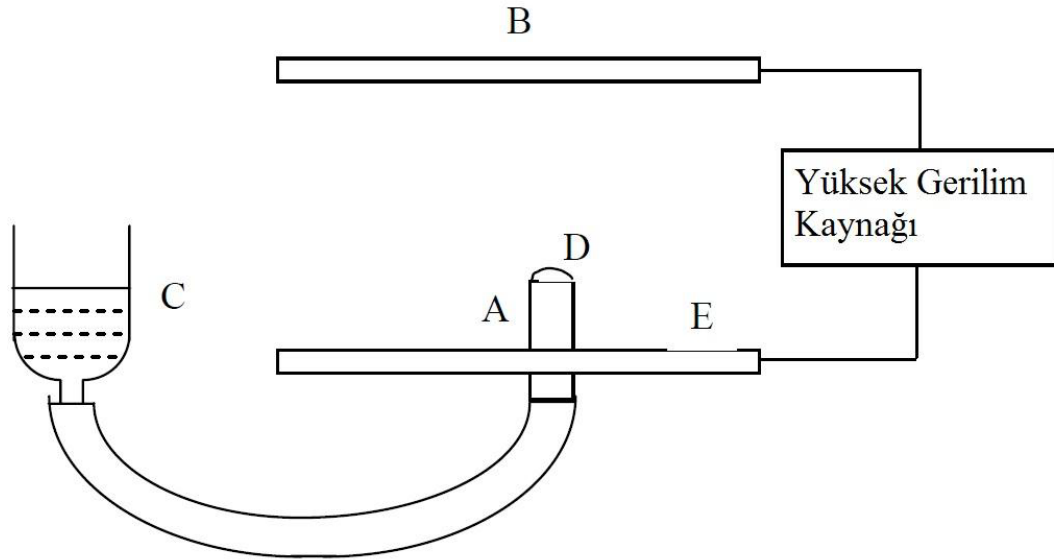
Taylor,1969 yılında elektrospin yöntemimine çok önemli katkılar sağlamıştır. Jet oluşum mekanizmasını ortaya koyan Taylor, elektrik alanının etkisi altında polimerin nasıl hareket ettiğini açıklamıştır. Buna göre; elektrostatik kuvvetle yüzey gerilimi dengelendiğinde iğne ucundaki damla konik bir yapı alır bunada Tylor konisi adı verilmiştir. Kararlı haldeyken bu koninin tepe açısı 98,6°dir(yarı açısı 49.3°). Yani bu durum liflerin çapınının, kullanılan iğnenin çapına göre nasıl küçük olduğunun kanıtıdır. (Çaydamlı, 2012)

Taylor denklemi;

$$V_c^2 = 4(H^2/L^2) * (\ln(2L/R) - 1,5) * (1,3\pi RT) * (0,09) \quad (3.2)$$

Burada;

H: elektrotlar arası uzaklık (cm), L : iğne ucunun uzunluğu (cm), R : iğne ucunun yarıçapı (cm) ve T: yüzey gerilimi (dyne/cm) dir.



Şekil 3.12. Taylor deney düzeneği (Çaydamlı, 2012)

3.7.3. Elektrospin Yönteminin Diğer Yöntemlerle Karşılaştırılması

Elektrospin yöntemi (elektrospining), çekme yöntemi, faz ayırma yöntemi, kalıp sentez yöntemi, kendiliğinden birleşme yöntemi, eriyik püskürtme yöntemi, bi komponent yöntemi gibi yöntemlere göre daha öne çıkmış ve daha sıklıkla kullanılmaktadır. Elektrospin yönteminin avantajları olduğu gibi dezavantajları da vardır. Elektrospinin yöntemini etkileyen birçok morfolojik özellikler vardır. Bunlar; polimer çeşidi, polimer konsatrasyonu, elektrik alan kuvveti, voltaj, sıcaklık, nem vb gibi etkenlerdir.



Çizelge 3.1. Nanofiber Üretim Yöntemleri Karşılaştırılması

	Avantajları	Dezavantajları
Elektrospining	Sistemin ayar kolaylığı	Yapıların merkezinde düşük infiltrasyon
	Ucuz	2 boyutlu gözenek ya da yapı oluşumu
	Lif çapını, yapısını ve dizilimini kontrol etmeye izin veren yüksek beceri	Genellikle yüksek zehirli çözücüler kullanılmaktadır
	Geniş malzeme seçeneği	
Kendiliğinden birleşim	Lif oluşum esnasında hücrelerin birbirleriyle kaynaşması	Karmaşık süreç
	3- boyutlu gözenek oluşumu	Lif yönelimi ve dizilimi hakkında kontrolsüzlük
	Vücut içi aktarıma uygun	Sınırlı aralıkta lif çapı ve boyu
Faz ayrımı	3- boyutlu gözenek oluşumu	Karmaşık işlem
		Lif dizilimi hakkında kontrolsüzlük
Kalıplama	Geniş malzeme seçeneği	Malzeme kaybı
	Lif çapı ve uzunluğu hakkında kontrol	Lif boyutları ve dizilimi konusundasınırlama
Çekme	Geniş malzeme seçeneği	Düşük verim (tek seferde tek lif)
	Basit işlem	Tutarlı çapta lif üretim zorluğu
Buhar-Faz polimerizasyonu	Polimer doğrudan nanofiber olarak sentezlenir	Lif çapı ve uzunluğu hakkında sınırlı kontrol
		Sınırlı malzeme seçeneği
		Karmaşık işlemler

4. MATERYAL VE YÖNTEM

4.1 Kullanılan Kimyasal Maddeler

Deneylerde kullanılan kimyasal maddeler çizelge 1.'de verilmiştir. Tüm kimyasal maddeler Merck, Carlo Erba ve Fluka firmalarından temin edilmiştir ve analitik saflıktadır.

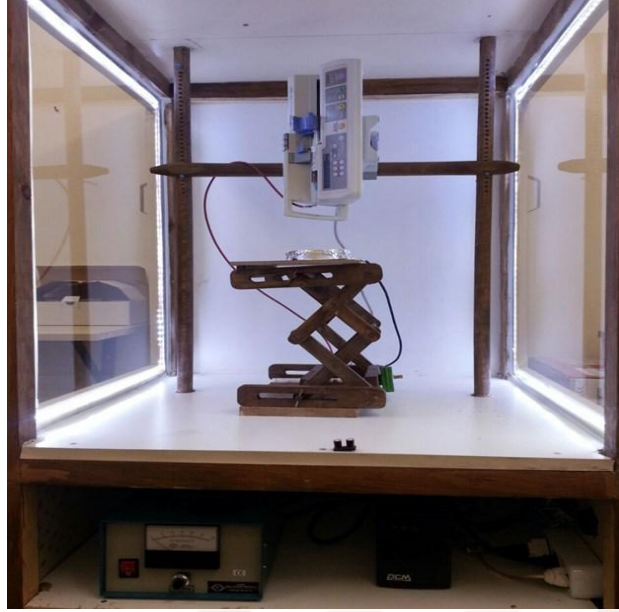
Çizelge 4.1. Çalışmada Kullanılan kimyasallar ve formülleri

Kimyasal Madde	Formülü
Polyvinylpyrrolidone	PVP
Baryum Asetat	$(\text{Ba}(\text{C}_2\text{H}_3\text{O}_2)_2)$
Titanium İzopropoxide	$\text{C}_{12}\text{H}_{28}\text{O}_4\text{Ti}$
Asetik asit	CH_3COOH
Polietilen Glikol	$\text{HO}(\text{C}_2\text{H}_4\text{O})_n\text{H}$
Ethanol	$\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$
Dietonolamin	$\text{C}_4\text{H}_{11}\text{NO}_2$

4.2 Deney Düzenegi

Çalışmamızda top syringe pump top-5300 model elektrospin cihazını kullanılmıştır. Elektrospin işlemi için 4 ana eleman bulunmaktadır. Bunlar;

1. Yüksek voltajlı güç kaynağı
2. Besleme ünitesi
3. Toplayıcı plaka
4. Çözelti



Şekil 4.1. Süleyman Demirel üniversitesi Fizik bölümün kullanılan elektrospin deney düzeneği. Nanofiberlerin üretimi bu düzenekte gerçekleştirilmiştir.

4.2.1 Yüksek Voltajlı Güç Kaynağı

Yapılacak olan deneylerde Gamma ES30 marka, DC güç kullanılmıştır. Kademesiz olarak voltaj ayarlaması bulunmaktadır. Elektrospin deney düzeneğinde, besleme ve toplama ünitelerine bağlanan pozitif (+) ve negatif uçlar (-) ile voltaj uygulanır. Uygulanan voltaj elektroğirme işleminde solun besleyici üniteden toplayıcı üniteye hareketini sağlar ve bu sırada lif incelir.

4.2.2 Besleme Ünitesi

Farklı derişimlerde hazırlanan çözelti 5 ml' lik çelik uçlu şırıngaya şırıngaya çekilerek elektrospin deney düzeneğinde bulunan pompaya yerleştirilir.



Şekil 4.2. Top-5300 besleme ünitesinin görüntüsü

4.2.3 Toplayıcı Plaka

Besleme ünitesinin altına toplayıcı plaka yerleştirilerek güç kaynağına bağlandı. Besleme ünitesi ve toplayıcı plakaya bağlanan uçlara akım uygulanır, böylelikle besleme ünitesiyle toplayıcı plakaya akış oluşturulmuştur. Bu çalışma esnasında toplayıcı plaka cam olarak kullanıldı.

4.3 Nanofiberlerin Üretilmesi

Çalışmanın deneysel kısmında öncelikle elektrospin işlemi için gerekli olan çözelti hazırlanmıştır. Hazırlanan bu çözelti şırınga yardımıyla alüminyum folyo üzerinde elektrospin ile üretilerek nanaofiberler hazırlanmıştır. Bu çalışmada iki ayrı çözelti hazırlanmıştır.

Birinci Çözelti: Bu çözeltiyi elde etmek için ilk olarak TiO_2 çözeltisi hazırlandı. Bunun için 2.28 isopropoksit (C_3H_8O) bir beherde tartılarak üzerine 1.05 g diethanolamin damla damla ilave edildi ve manyetik karıştırıcıda karıştırıldı. Karışan bu çözeltiye 100 mL ethanol ilave edilerek karıştırılmaya devam edildi. Yine çözeltinin içine 0.8 g polietilen glikol eklenerek manyetik karıştırıcıda 1 saat berrak çözelti olana kadar üstü kapalı şekilde karıştırıldı. Bu çözelti ayrı bir yere alındıktan sonra başka bir yerde 2.61 g Baryum asetat 25 mL asetik asit içinde çözüldü. Bu çözelti de ayrı bir yere koyulduktan sonra 3g PVP 30mL

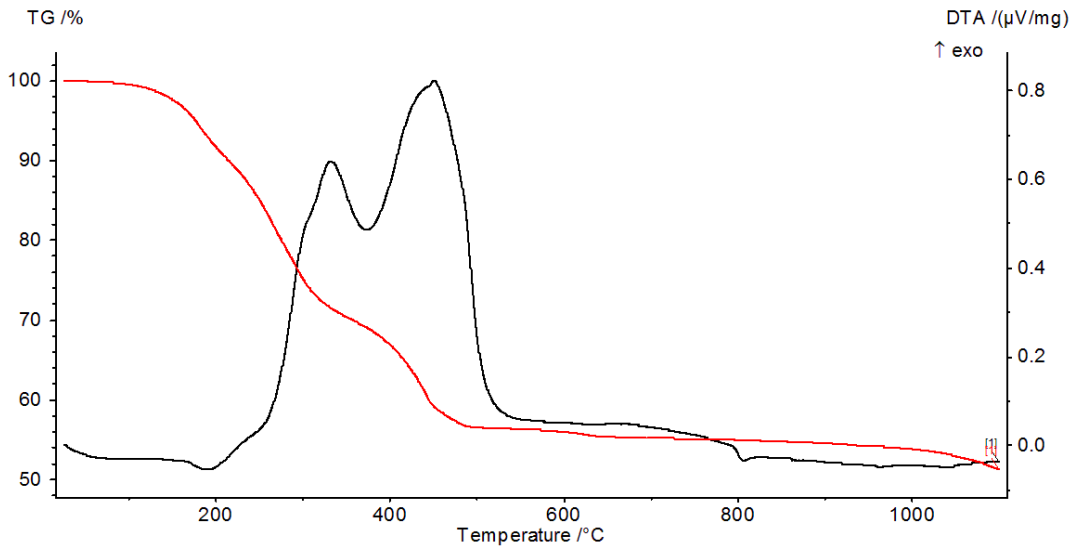
etanolde çözüldü. Son olarak nanofiberleri üretebilmek için ayrı bir behere hazırlanan stok TiO₂ çözeltisinden 3 mL alınarak üzerine 3 mL baryum asetat çözeltisi ilave edildi. En son olarak 14 mL PVP bu çözeltiliye ilave edilerek yarım saat manyetik karıştırıcıda karıştırıldı ve fiberleri üretmek üzere şırınga çekildi.

İkinci Çözelti: Öncelikle 2,84 g titanyum izopropoksit 10 ml etanol içine çözüldü. Daha sonra ayrı bir yerde 2.55 g baryum asetat 10 ml asetik asit içerisinde çözüldü. Son olarak 2gr PVP 10 ml etanol içerisinde çözüldü. En son hazırlanan titanyum isopropoksit çözeltisinin içine baryum asetat çözeltisi ve 10 ml PVP çözeltisi eklenerek manyetik karıştırıcıda yarım saat daha karıştırıldı. Hazırlanan bu çözelti 10 ml lik şırıngaya çekilerek elektrospin düzeneğine yerleştirildi. Hız 0.1mL/h ve 0.5 mL/h, süre 2 ve 5 dakika, uzaklık 7 cm ve uygulanan voltaj 20 kV olarak ayarlandı ve fiberler üretildi.

5. ARAŞTIRMA BULGULARI VE TARTIŞMA

Çalışmanın bu bölümünde yapılan deneylerden elde edilen sonuçlar tartışılmıştır. Çıkan sonuçları sistem parameteleri ve morfolojik açıdan incelenmiştir. Sistem parametreleri akış hızı ve uygulanan zamandır. Elde edilen nanofiberler 1100 °C ' de 1 saat ısıtılma tabii tutularak PVP 'nin giderilmesi amorf yapı kristalize olması sağlanmıştır. Elde edilen nanofiberlerin morfolojik yapısı taramalı elektron mikroskopu (SEM) görüntüleriyle incelenerek nanofiberlerin çapları belirlenmiştir. DTA/TG analizleri yapılmıştır.

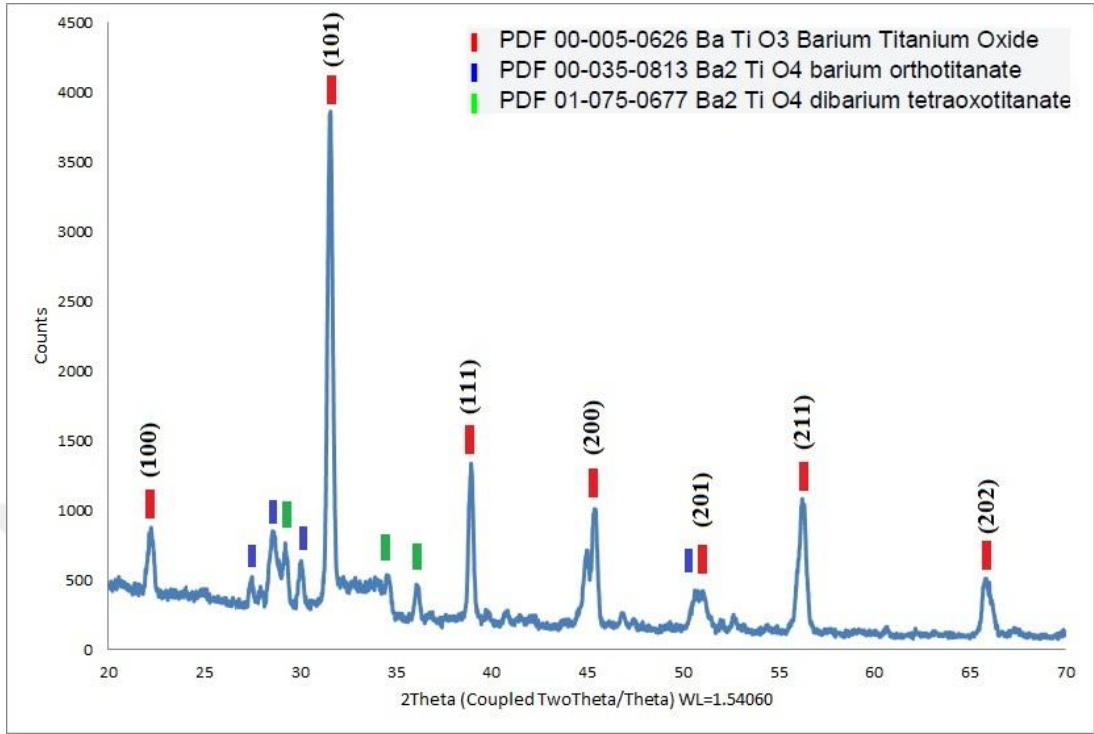
5.1 Diferansiyel Termal Analizi / Termogravimetre (DTA/TGA) Analizi



Şekil 5.1. BaTiO₃ + PVP çözeltisinden elde edilen tozların DTA/TGA analizi

180 ° C'ye yakın ilk endotermik pik, H₂O molekülünün uzaklaşması ile ilgilidir. 200 ila 550 ° C arasındaki pikler, baryum ve titanyum başlangıç maddelerinin parçalanmasından kaynaklanan CO ve CO₂ (ekzotermik pik) oluşumuna karşılık gelir. Bu aşamada BaTiO₃'ün oluşumu son endotermik piktir. Oda sıcaklığından 1200 °C'ye kadar olan toplam ağırlık kaybı %45 civarındadır. Bu meydana gelen reaksiyon ve ağırlık kaybı literatürde de benzer sonuçlar göstermiştir. (L. Simon-Seveyrat vd. , 2007)

5.2 XRD Analiz Sonuçları



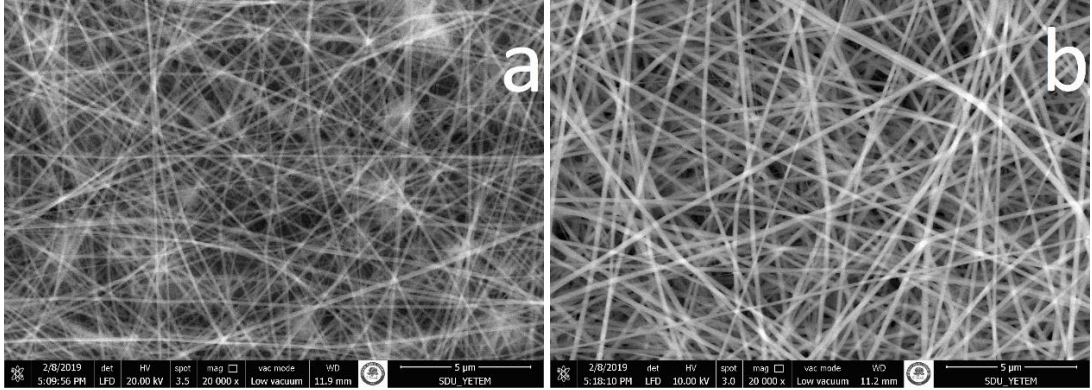
Şekil 5.2. BaTiO₃ tozuna ait XRD grafiği

Şekil 5.2 BaTiO₃ tozuna ait XRD grafiği şekil 5.2 deki gibidir. BaTiO₃ tozunun kristal yapıda olduğu görülmüştür. Sonuçlar literatürle uyumludur.

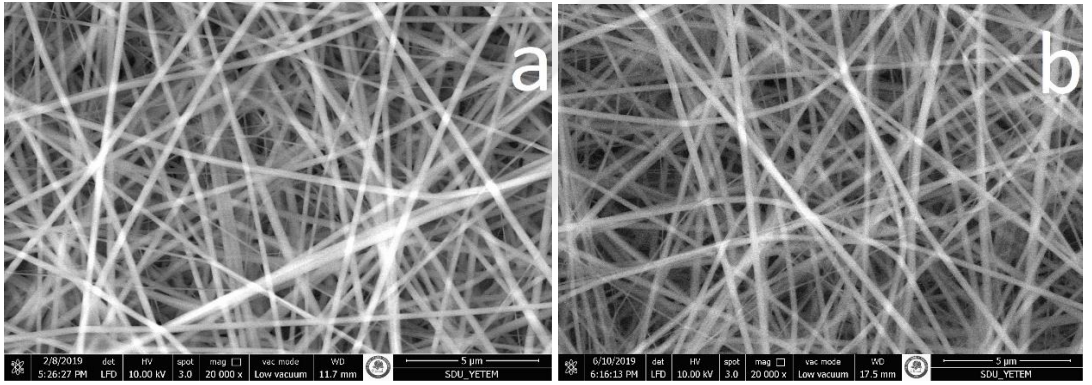
5.3 Sem Analizi Sonuçları

Nanofiber üretebilmek için farklı parametreler denenmiştir. Oluşan nanofiberler üzerinde akışkan hızları ve uygulanan zaman değerlerinin etkisi araştırılmıştır. BaTiO₃ nanofiberlerin ısı işlem öncesi SEM görüntüleri verilmiştir.

5.3.1 1.Çözelti SEM Görüntüleri



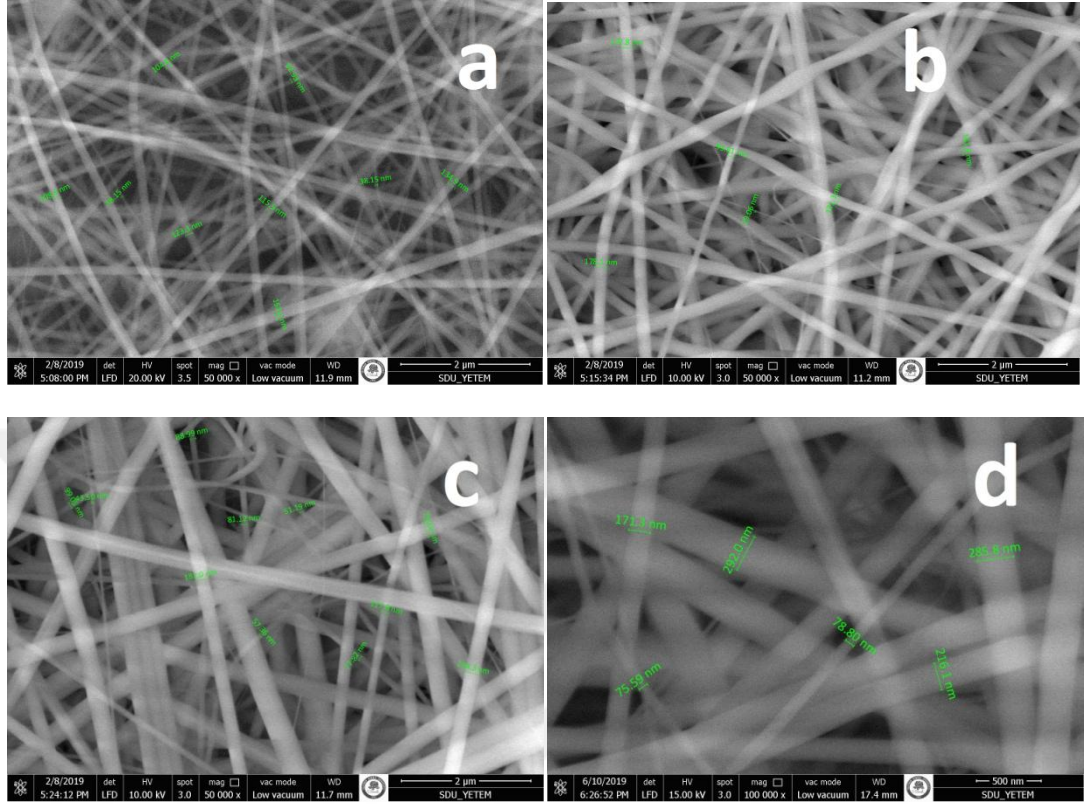
Şekil 5.3. BaTiO₃ Nanofiberlerin 7 cm mesafeden ısıtılma işlemi öncesi (a) 0,1 mL akış hızı, 2 dakika, 20 kV, (b) 0,1 mL akış hızı, 5 dakika, 20 kV uygulanan voltajın etkisi SEM görüntüleri



Şekil 5.4. BaTiO₃ Nanofiberlerin 7 cm mesafeden ısıtılma işlemi öncesi (a) 0,5 mL akış hızı, 2 dakika, 20 kV, (b) 0,5 mL akış hızı, 5 dakika, 20 kV uygulanan voltajın etkisi SEM görüntüleri

Şekil 5.3 ve 5.4 de Baryum Titanat nanofiberlerin ısıtılma işlemi öncesi SEM görüntüleri verilmiştir. Nanofiberler üzerinde herhangi bir boncuklanma görülmemiştir.

5.3.2 1. Çözeltide Uygulanan Zamanın ve Akış Hızlarının Nanofiberlere Etkisi



Şekil 5.5. BaTiO₃ 1. Çözeltide Nanofiberlerin 7 cm mesafeden ısı işlem öncesi (a) 2 dakika, 0,1 mL akış hızı (b) 5 dakika, 0,1 mL akış hızı (c) 2 dakika, 0,5 mL akış hızı, (d) 5 dakika, 0,5 mL akış hızı ile üretilen nanofiberlerin çapları

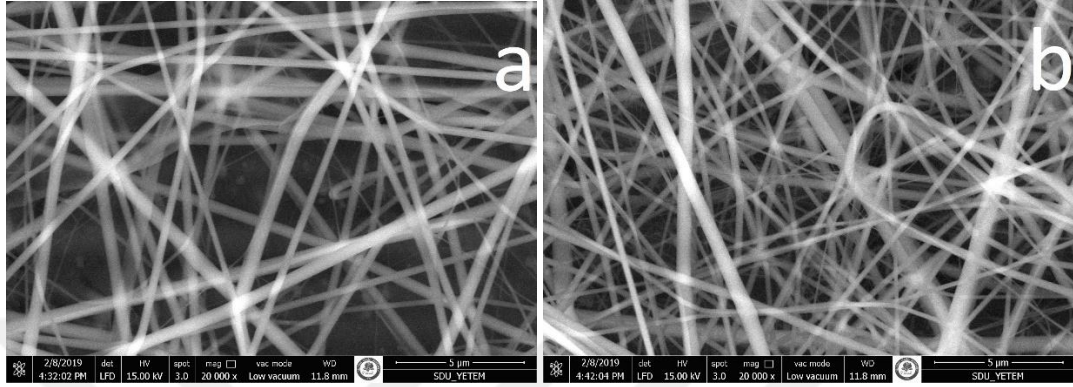
Çizelge 5.1. BaTiO₃ Nanofiberlerin Süre ve Akış Hızlarının Çaplarındaki Etkisi

Çap min (nm)	Çap max(nm)	Ort. Çap (nm)	Mesafe (cm)	Uygulanan voltaj (kV)	Akış Hızı (mL)	Süre (dk)
38,15	153,6	95,875	7	20	0,1	2
29,06	178,1	103,58	7	20	0,1	5
43,50	234,3	138,9	7	20	0,5	2
75,59	292,0	183,795	7	20	0,5	5

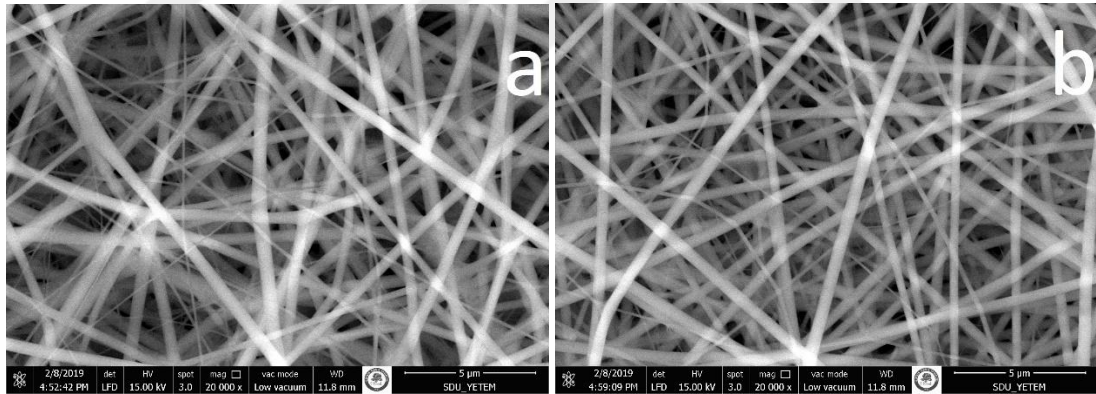
Çizelge 5.1 de ısı işlem öncesi üretilen nanofiberlerde uygulanan voltaj ve mesafe sabit tutularak, akış hızlarındaki farklılık ve uygulanan zamanın etkisinin SEM görüntüleri karşılaştırılmıştır. SEM görüntülerinde herhangi bir boncuklanma görülmemektedir. Akış hızlarının ve uygulanan sürenin

artmasıyla lif çaplarının arttığı, akış hızının ve uygulanan sürenin azalmasıyla ise lif çaplarında azalma olduğu gözlemlenmiştir.

5.3.3 2.Çözelti SEM Görüntüleri



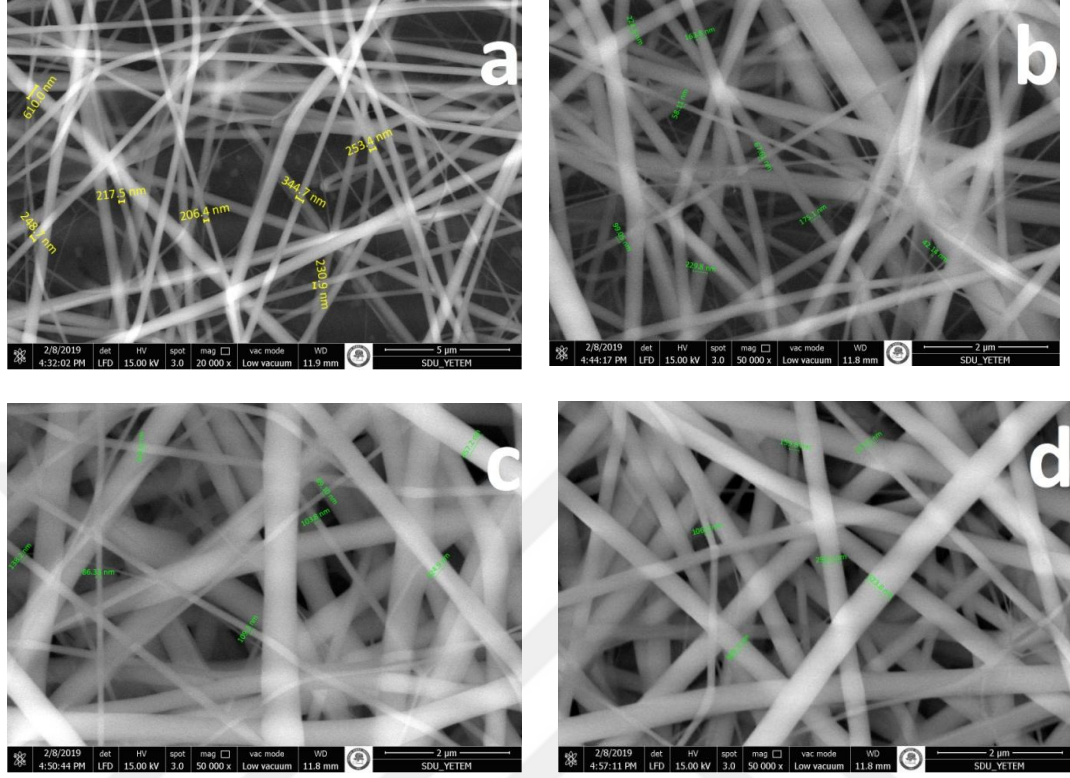
Şekil 5.6. BaTiO₃ Nanofiberlerin 7 cm mesafeden ısıtılma işlemi öncesi (a) 0.1 mL akış hızı, 2 dakika, 20 kV, (b) 0,1 mL akış hızı, 5 dakika, 20 kV uygulanan voltajın etkisi SEM görüntüleri



Şekil 5.7. BaTiO₃ Nanofiberlerin 7 cm mesafeden ısıtılma işlemi öncesi (a)0,5 mL akış hızı, 2 dakika, 20 kV, (b)0,5 mL akış hızı, 5 dakika, 20 kV uygulanan voltajın etkisi SEM görüntüleri

Şekil 5.6 ve şekil 5.7 de nanofiberler üretilmiş ve üzerinde herhangi bir boncuklanma görülmemiştir.

5.3.4 2. Çözelti İçin Uygulanan Zamanın ve Akış Hızlarının Nanofiberlere Etkisi

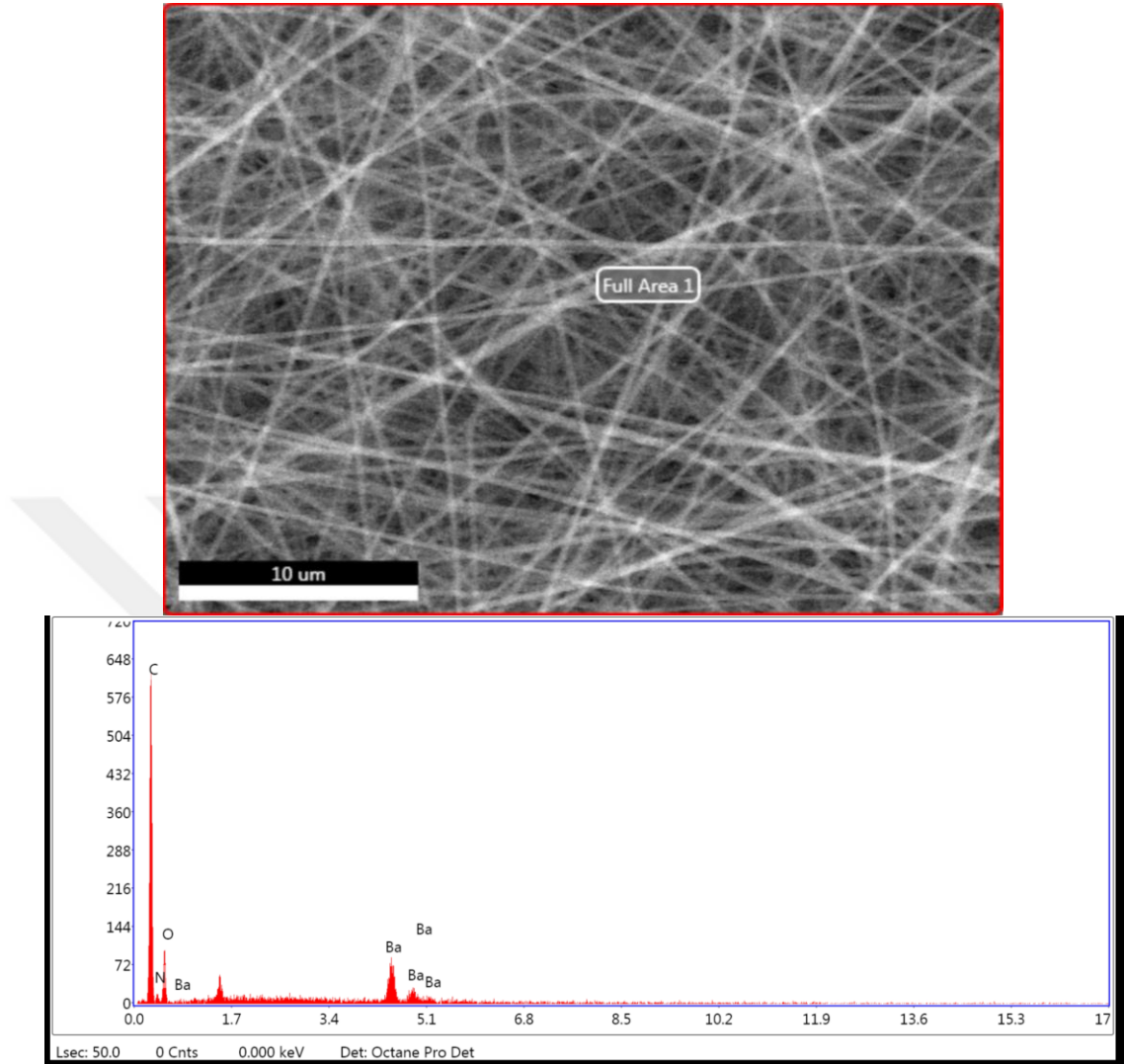


Şekil 5.8. BaTiO₃ 2. Çözeltide Nanofiberlerin 7 cm mesafeden ısı işlem öncesi (a) 2 dakika, 0,1 mL akış hızı (b) 5 dakika, 0,1 mL akış hızı (c) 2 dakika, 0,5 mL akış hızı, (d) 5 dakika, 0,5 mL akış hızı ile üretilen nanofiberlerin çapları

Çizelge 5.2. BaTiO₃ Nanofiberlerin Süre ve Akış Hızlarının Çaplarındaki Etkisi

Çap min (nm)	Çap max(nm)	Ort. Çap (nm)	Mesafe (cm)	Uygulanan voltaj (kV)	Akış Hızı (mL)	Süre (dk)
206,4	610,0	408,2	7	20	0,1	2
42,14	229,8	135,97	7	20	0,1	5
69,10	457,2	263,15	7	20	0,5	2
106,0	523,8	314,9	7	20	0,5	5

5.4 EDX Analiz sonuçları



Şekil 5.9. BaTiO₃ Nanofiberler üzerinden alınan EDX sonucu

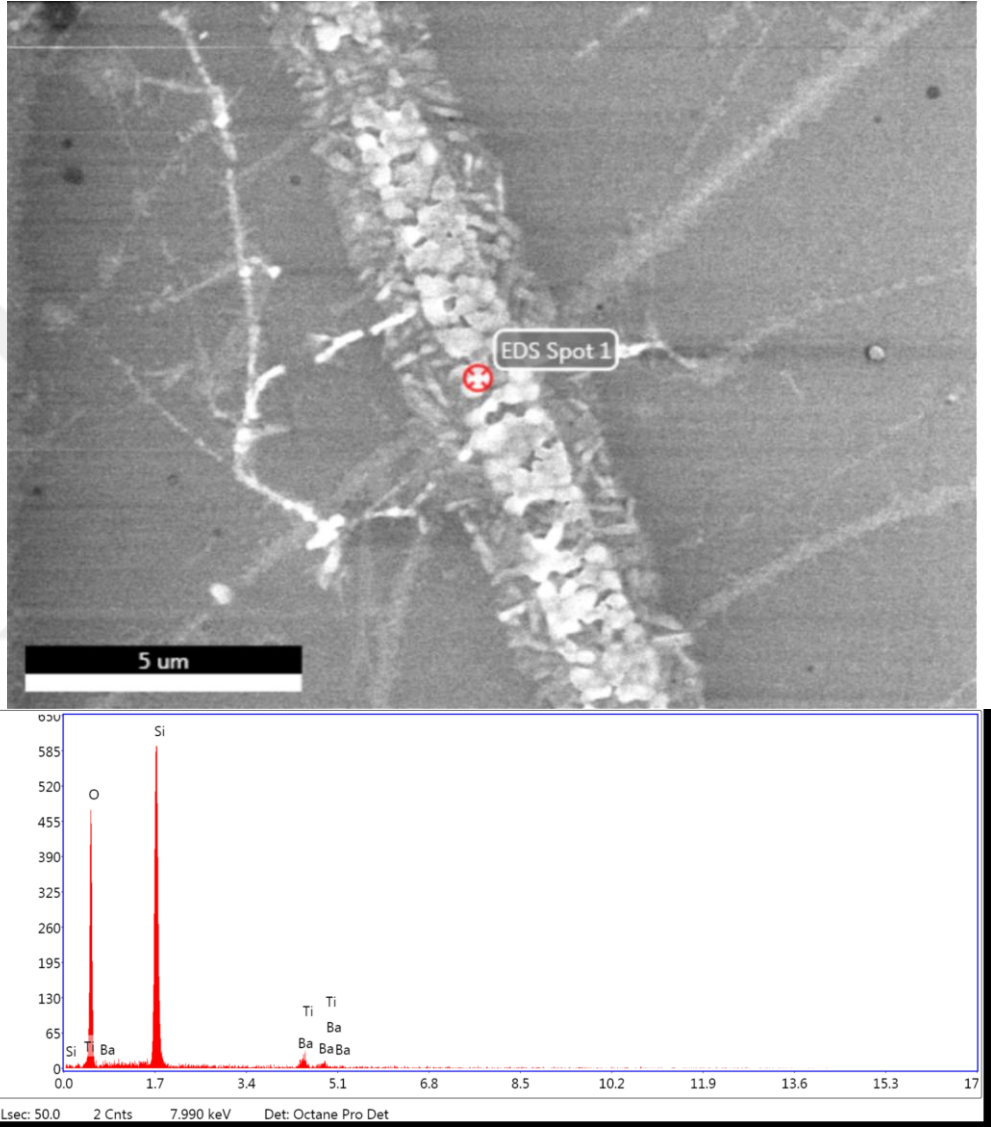
Çizelge 5.3. BaTiO₃ Nanofiberler Üzerinden alınan EDX sonucu

Element	Weight %	Atomi c	Net int.	Error %	Kratio	Z	R	A	F
C K	58.38	66.37	61.81	5.85	0.3998	1.0236	0.9810	0.661	1.0000
N K	13.74	13.39	2.19	26.43	0.0119	1.0036	0.9915	0.086	1.0000
O K	22.92	19.56	10.44	14,60	0.0226	0.9860	1.0010	0.099	1.0000
BaL	3.98	0.40	10.35	21.17	0.0353	0.6493	1.3146	1.275	1.0702
TiK	0.98	0.28	7.11	18.35	0.7868	0.7868	1.0875	1.058	1.1006

Bor katkılı BaTiO₃ nanofiberler üzerinden alınan EDX sonu şekil 5.3 de element yüzdeleriye çizelge 5.8 de gösterilmiştir. Sadece baryumun çıkması titanatla baryumun bütünleşmesindedir. Azda olsa %0,98 oranında Titanyum vardır.

5.5 Cam Üzerine Nanofiber Üretimi

Elde edilen çözülden cam ve seramik üzerine nanofiber üretildi. Çözelti 1100 °C de fırınlanıp toz haline getirilerek çözeltinin, X ışını difraksiyonu (XRD) incelendi.



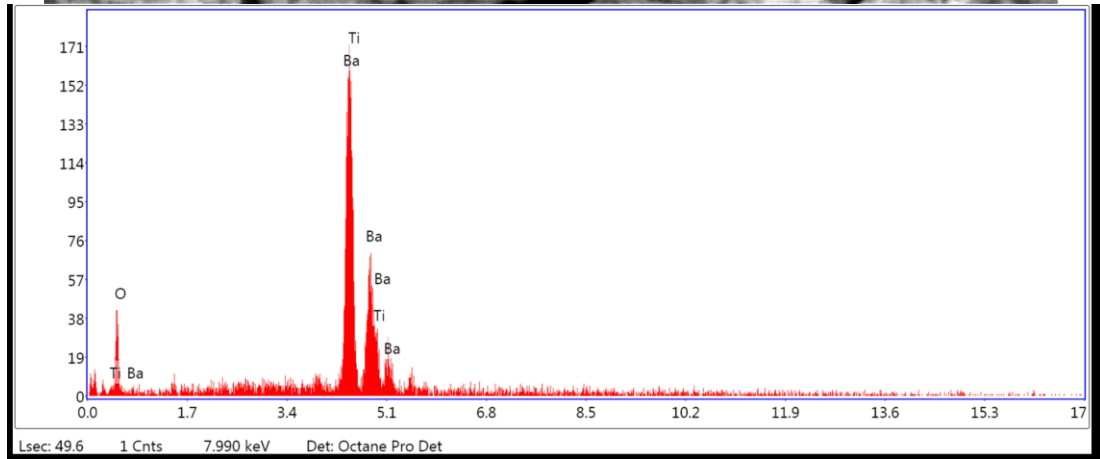
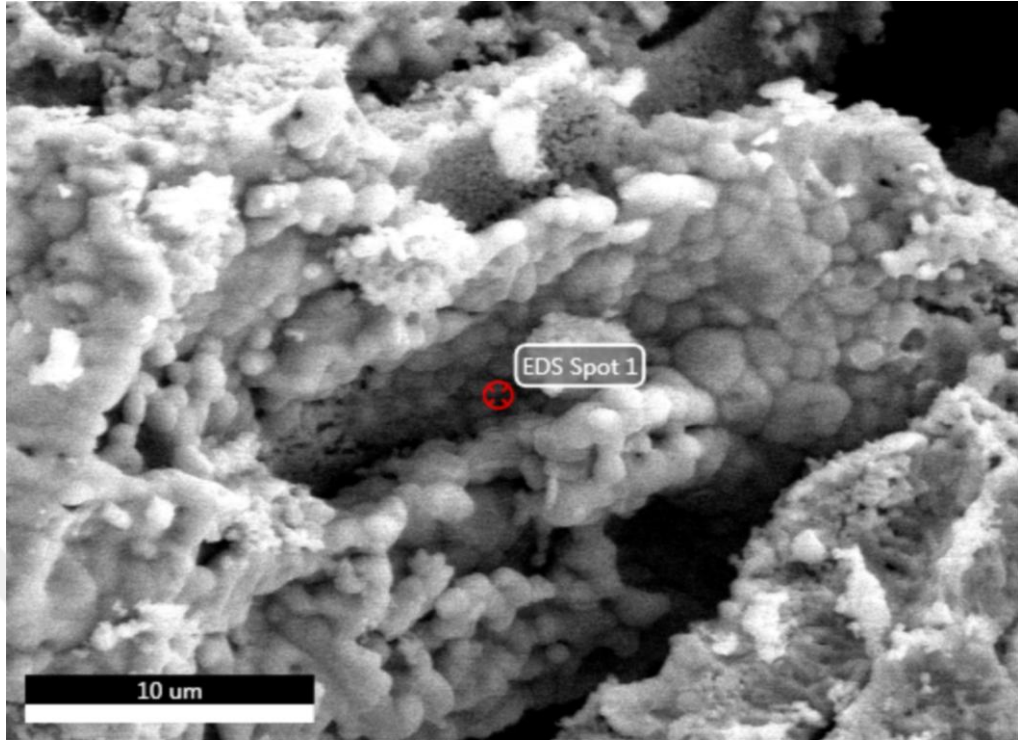
Şekil 5.10. Isıl İşlem Sonrası Cam üzerine Üretilen $BaTiO_3$ EDX Sonuc

Çizelge 5.4. Isıl İşlem Sonrası Cam Üzerine Üretilen BaTiO₃ Nanofiberlerin Üzerinden alınan EDX sonucu

Element	Weight %	Atomic %	Net Int.	Error%	Kratio	Z	R	A	F
O K	46.26	64.67	50.16	8.64	1.2432	1.0914	0.9524	0.4818	1.0000
Si K	41.30	32.89	93.96	4.58	0.3415	0.9865	1.0019	0.8351	1.0039
BaL	11.08	1.80	3.34	27.74	0.0778	0.6450	1.2078	1.0474	1.0396
TiK	1.36	0.63	1.17	60.18	0.0117	0.8386	1.0425	0.9795	1.0516

BaTiO₃ Isıl işlem sonrası cam üzerine üretilen fiberlerde Baryum %11,08, titanyum ise %1,36 görülmüştür. Camın üzerinde Silisyum oranının %41,30 olmasının sebebi ise camın hammaddesi kum olması ve silisyumun kumda, özellikle deniz kumunda çok bulunmasındandır.

5.6 Isıl işlem sonrası Toz BaTi₃



Şekil 5.11. BaTiO₃ ısıl işlem sonrası toz halinin EDX sonucu

Çizelge 5.5. Isıl işlem sonrası toz BaTiO₃ EDX sonucu

Element	Weight %	Atomic %	Net Int.	Error %	Kraitto	Z	R	A	F
O K	9,61	40,89	4,52	16,51	0,0378	1,4273	0,7775	0,2756	1,0000
BaL	74,95	37,16	27,80	6,88	0,7209	0,9127	1,0708	1,0244	1,0288
TiK	15,44	21,95	16,53	8,51	0,1769	1,1460	0,9005	0,9348	1,0698

Isıl işlem sonrası 1100 °C de toz haline getirilen BaTiO₃ EDX sonucunda, baryum %74,95 titanyum ise %15,44 oranında çıkmıştır. Baryum ve titanyum ısı işlem sonrası özelliğinden hiçbirşey kaybetmemiştir.



6.SONUÇ VE ÖNERİLER

Bu çalışmada baryum tuzu ve TiO_2 çözeltisi kullanılarak $BaTiO_3$ (baryum titanat) nanofiberler üretilmiştir. Elektrospin düzeneğinde uygulanan voltaj ve mesafe sabit tutularak, uygulanan zaman (2dk, 5 dk) ve akış hızlarında (0,1 Ml/sn, 0,5 ml/sn) farklı olarak nanofiberler üzerindeki etkisi SEM görüntüleriyle incelenmiştir. İncelenen sem görüntülerinde nanofiber elde etmek için akış hızı ve zaman değerlerinin artmasıyla, nanofiberlerin çaplarında artma olduğu görülmüştür. Fiberler üzerinde boncuklanma görülmemiştir.

1100 °C de elde edilen örneklerle XRD çekimleriyle malzemenin kristal yapısı incelenmiştir. Elde edilen bilgiler literatürle uygunluğunu görülmüştür.

Seramik ve cam üzerine nanofiber üretilip 1100 C° de ısıtılan fiberler SEM görüntüsünde yoğun bir şekilde gözlenmemiştir. Cam üzerine üretilen fiberlerde kopmalar görülmüştür. Sebebi ise nanofiber üretmek için kullanılan polimerin ısıl işlem sonrası özelliğini kaybetmesindedir.

DTA/TGA analizinde hazırladığımız çözelti 1100° C'de ısıl işleme konularak grafiği incelenmiştir. 200 ila 550 ° C arasındaki pikler, Baryum ve Titanyum başlangıç maddelerinin parçalanmasından kaynaklanan CO ve CO2 (ekzotermik pik) oluşumuna karşılık gelir. Bu aşamada $BaTiO_3$ 'ün oluşumu son endotermik piktir. Oda sıcaklığından 1200 °C'ye kadar olan toplam ağırlık kaybı %45 civarındadır.

Elektrospin deney düzeneği basit bir yöntem gibi gözüksede lifin özelliklerini etkileyen çok fazla parametrelere sahip olması ile karmaşık bir yöntemdir. Elektrospin yöntemi nanofiber üretmede en verimli yöntem olarak bilinir. Bu yöntemle üretilen nanofiberler sağlık başta olmak üzere çeşitli alanlarda kullanılmaktadır.

KAYNAKLAR

- Altaş, A. , 2009. Bor katkılı Naylon 6 Nanofiberlerin Elektrospinning Yöntemi ile Eldesi. Selçuk Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Yüksek Lisans Tezi, 61s, Konya.
- Arda, A. , 2007. Hızlandırılmış Kemik iyileşmesi Uygulamaları İçin Hidroksilapatit/Baryum Titanat ve TCP/Baryum Titanat Kompozit Piezo-Biyoseramiklerin Geliştirilmesi. İstanbul Teknik Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Yüksek Lisans Tezi, 98s, İstanbul.
- Azili, A. , 2014. BaTiO₃ 'in Yüksek Basınç Altındaki Yapısal Faz Geçişleri. Ahi Evran Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Yüksek Lisans Tezi, 50s, Kırşehir
- Çakmakçı, E. , 2009. Elektrospinning Yöntemi ile Yeni Polimerik Malzemelerin Sentezi ve Karakterizasyonu. Marmara Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Yüksek Lisans Tezi, 100s, İstanbul.
- Çaydamlı, Y. , 2012. Elektrospinning Yöntemi ile Biyopolimer Esaslı Nanoyapıların Hazırlanması ve Karakterizasyonu. Dokuz Eylül Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Yüksek Lisans Tezi, 177s, İzmir.
- Çelebi, A. , 2007. Su Bazlı Baryum Titanat Asıtlarında Kararlılığını ve Reolojik Özelliklerin incelenmesi. Gebze Yüksek Teknoloji Enstitüsü, Mühendislik ve Fen Bilimleri Enstitüsü, 51s, Gebze.
- Daştan, H. , 2009. Bor Katkılı Süperiletken Nanofiberlerin Elektrospinning Yöntemi ile Eldesi. Selçuk Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Yüksek Lisans Tezi, 91s, Konya.
- Dinç, H. , 2013. Polivinil Borat Sentezi; Elektrospinning Yöntemiyle Nanofiber Hazırlanması ve Karakterizasyonu. Selçuk Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Yüksek Lisans Tezi, 59s, Konya.
- Ersoy, S. , 2010. Baryum Titanat Esaslı Seramiklerin Üretilmesi ve Karakterizasyonu. Gebze İleri teknoloji Enstitüsü ve Fen Bilimleri Enstitüsü, Yüksek Lisans Tezi, 71s, Gebze.
- Feifei Wang, Yiu-Wing Mai, Danyang Wang, Rui Ding, Wangzhou Shi, 2015. High Quality Barium Titanate Nanofibers For Flexiblen Piezoelectric Device Applications. 233, 195-201.
- Heping Li, Lihong Xue, Youwei Yan, 2014. Preparation and magnetic Properties of Electrospun Co/BaTiO₃ Heterostructured nanofibers. 611, 38-42.
- Kenry, Chewee Teck Lim, 2017. Nanofiber Technology: Current Status and Emerging Developments. 70, 1-17.

- Kozanođlu, S. , 2006. Elektrosponing Yöntemiyle Nanofiber Üretim Teknolojisi. İstanbul Teknik Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Yüksek Lisans Tezi, 148s, İstanbul.
- L.Simon vd. , 2007, Re-investigation of synthesis of BaTiO₃ by conventional solid-state reaction and oxalate coprecipitation route for piezoelectric applications, L. Simon-Seveyrat, A. Hajjaji, Y. Emziane, B. Guiffard, D. Guyomar, *Ceramics International* 33 (2007) 35–40
- M. Sima, M. Baibarac, E. Vasie, Ma. Sima, L. Mihut, 2015. Fabration and Raman Scattering of a Core-Shell Structure Based on Mn Doped ZnO and Barium Titanate, 355, 1057-1062.
- Ramarkrishra, S., Fujihara, K., Teo, W., Lim, T. ve Ma, Z., 2005. An Introduction to Electrospinning and Nanofibers (3). Singapore: World Scientific.
- Santi Meansiri, Wiwat Nuansing, Jutharatana Klinkaewnarong, Paveena Laokuli Jinda Khemprasit, 2006. Nanofibers of Barium Strontium Titanate (BST) by Sol-Gel processing and elektrosponing. 297,578-583.
- Oktay, A. , 2014. Metal Katkılı TiO₂ Nanofiberlerin Eektroegirme Yöntemi İle Hazırlanması ve Karakterizasyonu. Süleyman Demirel Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Yüksek Lisans Tezi, 73s, Isparta.
- Üstündağ, G.C. , 2009. Elektrosponing Yöntemi ile Biyomedikal kullanıma Yönelik Nanofiber Yüzey Üretimi ve Uygulaması. Uludağ Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Yüksek Lisans Tezi, 181s, Bursa
- Yüksel, B. , 2003. Baryum Titanatın Mikroyapısına Stokiometrinin ve SiO₂ Katkısının İncelenmesi. İstanbul Üniversitesi, fen Bilimleri Enstitüsü, Yüksek Lisans Tezi, 321s, İstanbul.

ÖZGEÇMİŞ

Adı Soyadı : Ayşegül İNCEOĞLU

Doğum Yeri ve Yılı : Isparta, 1988

Medeni Hali : Evli

Yabancı Dili : İngilizce

E-posta : aasgulll@hotmail.com

Eğitim Durumu

Lise : Isparta Gazi Lisesi, 2015

Lisans : SDÜ, Fen Edebiyat Fakültesi Fizik Bölümü

Mesleki Deneyim

Burdur Birey Özel Eğitim Kursu	2017-2018
Arena Özel Eğitim Kursu	2018-2019