

**T.C.
HİTİT ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ**

**ELEKTROSPİNLEME YÖNTEMİ İLE GRAFEN
KATKILI SERAMİK NANOLİF ÜRETİMİ VE
KARAKTERİZASYONU**

Nesrin KAYACI ÖZTÜRK

**YÜKSEK LİSANS TEZİ
KİMYA ANABİLİM DALI**

**DANIŞMAN
Doç. Dr. Ebru GÖKMEŞE**

**HAZİRAN 2019
ÇORUM**

**T.C.
HİTİT ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ**

**ELEKTROSPİNLEME YÖNTEMİ İLE GRAFEN
KATKILI SERAMİK NANOLİF ÜRETİMİ VE
KARAKTERİZASYONU**

Nesrin KAYACI ÖZTÜRK

**YÜKSEK LİSANS TEZİ
KİMYA ANABİLİM DALI**

**DANIŞMAN
Doç. Dr. Ebru GÖKMEŞE**

**HAZİRAN 2019
ÇORUM**

TEZ BEYANI

Tez içindeki bütün bilgilerin etik davranış ve akademik kurallar çerçevesinde elde edilerek sunulduğunu, ayrıca tez yazım kurallarına uygun olarak hazırlanan bu çalışmada bana ait olmayan her türlü ifade ve bilginin kaynağına eksiksiz atıf yapıldığını beyan ederim.

İmza
Nesrin Kayacı Öztürk

ELEKTROSPİNLEME YÖNTEMİ İLE GRAFEN KATKILI SERAMİK NANOLİF ÜRETİMİ VE KARAKTERİZASYONU

Nesrin KAYACI ÖZTÜRK

HİTİT ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

Haziran 2019

ÖZET

Bu çalışmada elektrospınleme yöntemiyle grafen katkılı seramik bakır oksit nanolif üretimi amaçlanmıştır. Elektrospınleme yöntemiyle nanolif üretimine uygun çözelti hazırlamak için polivinil alkol, grafen oksit ve bakır asetat sulu çözeltisi sol-jel yöntemiyle hazırlanmıştır. Hazırlanan farklı içerikteki çözeltiler elektrospınleme yöntemi ile spinlenerek nano boyutta lif üretimi gerçekleştirilmiştir. Elde edilen lif yapıya 400 °C’de kalsinasyon işlemi uygulanmıştır. Polimer, seramik ve kompozit nanolifler üretilmiştir.

Üretilen nanoliflerin termal karakterizasyonu; diferansiyel taramalı kalorimetri (DSC), termogravimetrik ve diferansiyel termal analiz (TGA/DTA) ile yüzey karakterizasyonu taramalı elektron mikroskop yöntemi (SEM) ile yapısal karakterizasyonu ise Fourier Transform Infrared spektrometresi (FT-IR) ile yapılmıştır. Kalsinasyon işleminden sonra kalan ürün için de yüzey karakterizasyonu ve yapısal karakterizasyon işlemleri uygulanmıştır. Kalsinasyon öncesi ve sonrası sonuçlar birlikte değerlendirilerek nanoliflerin karakterizasyonu yapılmıştır.

Anahtar Kelimeler: Elektrospınleme, nanolif, grafen oksit, seramik, kompozit

FABRICATION AND CHARACTERIZATION OF CERAMIC NANOFIBERS BASED GRAPHENE BY ELECTROSPINNING

Nesrin KAYACI ÖZTÜRK

HITIT UNIVERSITY

GRADUATE SCHOOL OF NATURAL AND APPLIED SCIENCES

JUNE 2019

ABSTRACT

In this study, producing ceramic copper oxide with graphene doped, was aimed by electrospinning method. In order to prepare a solution suitable for nanofiber production by electrospinning method, an aqueous solution of polyvinyl alcohol graphene oxide and copper acetate was prepared by sol-gel method. The solutions of different contents were spun and nano-sized fiber was produced by electro-spinning. Calcination process was applied to the fiber structure at 400°C polymer, composite and ceramic nanofibers produced.

Thermal characterization of produced nanofibers; differential scanning calorimetry (DSC), thermogravimetric and differential thermal analysis (TGA/DTA) and surface characterization by scanning electron microscope method (SEM), the structural characterization of the Fourier Transform Infrared Spectrometer (FT-IR) was made with. Surface characterization and structural characterization processes were applied to the product after calcination. The results were evaluated together and nanofibers were characterized.

Keywords: Electrospinning, nanofiber, graphene oxide, ceramic, composite

TEŞEKKÜR

Yüksek lisans eğitimim boyunca ve tez çalışmamda bilgisini, ilgisini ve desteğini esirgemeyen çok kıymetli danışman hocam Doç. Dr. Ebru GÖKMEŞE'ye teşekkür ederim.

Çalışmalarım sırasında bilgi ve tecrübelerinden yararlandığım saygıdeğer hocam Kimya Anabilim Dalı Başkanı Sayın Prof. Dr. Faruk GÖKMEŞE'ye teşekkür ederim.

Laboratuvar çalışmalarında desteğini aldığım değerli hocam sayın Prof. Dr. İbrahim USLU'ya teşekkür ederim.

Maddi manevi her zaman yanımda olan bu günlerin mimarı annem Necla KAYACI ve babam Muhittin KAYACI'ya teşekkür ederim.

Sevgili eşim Talha'ya, canım kızım Bilge'ye fedakarlıkları ve anlayışları için çok teşekkür ederim.

Bu tez alıřmasına, FEF19004.17.003 numaralı proje kapsamında vermiř oldukları destekten dolayı, Hitit niversitesi Bilimsel Arařtırma Projeleri Koordinatrlę'ne teřekkr ederiz.

İÇİNDEKİLER

	Sayfa
ÖZET.....	iv
ABSTRACT	v
TEŞEKKÜR.....	vi
İÇİNDEKİLER	viii
ÇİZELGELER DİZİNİ	xi
ŞEKİLLER DİZİNİ.....	xii
RESİMLER DİZİNİ.....	xiv
SİMGELER VE KISALTMALAR.....	xv
1.GİRİŞ	1
2.KURAMSAL TEMELLER VE KAYNAK ARAŞTIRMASI.....	2
2.1. Elektrospinleme Yöntemi.....	2
2.2. Elektrospinleme Yöntemine Etki Eden Parametreler.....	5
2.2.1. Çözelti özellikleri.....	6
2.2.2. İşlem parametreleri	7
2.2.3. Çevre koşulları	9
2.3. Nanolifler ve Kullanım Alanları	10
2.3.1. Nanolifler	10
2.3.2. Nanoliflerin kullanım alanları.....	11
2.4. SOL – JEL YAPISI	14
2.5. SERAMİKLER	15
2.6. GRAFEN ve GRAFEN OKSİT	18
2.7. GRAFEN ve GRAFEN OKSİT KULLANIM ALANLARI.....	21
3. MATERYAL VE YÖNTEM	24
3.1. Materyal	24
3.1.1. Polivinil alkol (PVA)	24
3.1.2. Bakır asetat ($\text{Cu}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot n\text{H}_2\text{O}$).....	24
3.1.3. Grafen oksit (GO)	25
3.1.4. Elektrospinleme düzeneği.....	25
3.1.5. Hassas terazi	26

3.1.6. Isıtıcıly manyetik karıřtırıcı	26
3.1.7. Etüv	26
3.1.8. Fırın.....	26
3.1.9. Taramalı elektron mikroskopu (SEM).....	26
3.1.10. FT-IR (fourier transform infrared) spektrometresi	27
3.1.11. Termogravimetrik ve diferansiyel termal analiz (TGA/DTA)	27
3.1.12. Diferansiyel taramalı kalorimetri (DSC)	27
3.2. Yöntem	27
3.2.1. PVA çözeltilsinin hazırlanması.....	28
3.2.2. PVA/Cu(CH ₃ COO) ₂ .nH ₂ O çözeltilsinin hazırlanması	28
3.2.3. PVA/GO çözeltilsinin hazırlanması.....	28
3.2.4 PVA/Cu(CH ₃ COO) ₂ .nH ₂ O/GO çözeltilerinin hazırlanması.....	28
3.2.5. Polimer çözeltilerinden elektrospinleme ile nanolif eldesi.....	29
3.2.6.SEM (Taramalı elektron mikroskopu) analizi	29
3.2.7.FT-IR (Fourier transform infrared) analizi	29
3.2.8. Termal analiz (DSC, TGA/DTA)	30
3.2.9. PVA/Cu(CH ₃ COO) ₂ .nH ₂ O/GO kompozit nanolifin kalsinasyonu.....	30
4.ARAřTIRMA SONUÇLARI VE TARTIřMA	31
4.1. Nanolif Yüzeylein SEM Sonuçları	32
4.2. Nanolif Yüzeylein FT-IR Spektrumları	34
4.3. Nanolif Yüzeylein Termal Analiz Sonuçları	38
4.3.1. PVA nanolifi TGA/DTA sonucu	39
4.3.2. PVA/Cu(CH ₃ COO) ₂ .nH ₂ O nanolifi TGA/DTA sonucu.....	40
4.3.3. PVA/GO nanolifi TGA/DTA sonucu	41
4.3.4. PVA/Cu(CH ₃ COO) ₂ .nH ₂ O/GO % 1 nanolifi TGA/DTA sonucu.....	41
4.3.5. PVA/Cu(CH ₃ COO) ₂ .nH ₂ O/GO % 0,5 nanolifi TGA/DTA sonucu.....	42
4.3.6. PVA/Cu(CH ₃ COO) ₂ .nH ₂ O/GO % 0,1 nanolifi TGA/DTA sonucu.....	42
4.4. DSC SONUÇLARI	43
4.4.1. PVA nanolifi DSC sonucu	43
4.4.2. PVA/Cu(CH ₃ COO) ₂ .nH ₂ O nanolifi DSC sonucu.....	44
4.4.3. PVA/GO nanolifi DSC sonucu	44
4.4.4. PVA/Cu(CH ₃ COO) ₂ .nH ₂ O/GO % 1 nanolifi DSC sonucu	45

4.4.5. PVA/Cu(CH ₃ COO) ₂ .nH ₂ O/GO % 0,5 nanolifi DSC sonucu	45
4.6. Kalsinasyon Sonrası SEM Görüntüsü	46
4.7. EDX Analizi Sonucu	46
4.8. Kalsinasyon Sonrası FT-IR	47
KAYNAKLAR	50
ÖZ GEÇMİŞ	56



ÇİZELGELER DİZİNİ

Çizelge	Sayfa
Çizelge 2. 1. Elektrospinleme yöntemine etki eden parametreler	6
Çizelge 2. 2. Karbon allotroplarının karşılaştırılması	20
Çizelge 3. 1. Mesafe-voltaj-pompalama hızı optimizasyonları	29



ŞEKİLLER DİZİNİ

Şekil	Sayfa
Şekil 2. 1. Elektrospınleme düzeneđi	2
Şekil 2. 2. Elektrospınleme yöntemi, Taylor Konisi ve nanolif SEM görüntüsü	4
Şekil 2. 3. Nanolif kullanım alanları	12
Şekil 2. 4. Sol-Jel yapının görünümü.....	14
Şekil 2. 5. Sol yapının spınleme ve diđer kullanımları	14
Şekil 2. 6. Elektrospınleme ile seramik nanolif üretim aşamaları	15
Şekil 2. 7. Gözenekli içi boş CuO nanolif oluşumu	17
Şekil 2. 8. Karbon allotroplarının moleküler yapısı	19
Şekil 2. 9. Grafen oksit moleküler yapısı.....	21
Şekil 2. 10. Grafen oksit filtrenin seçiciliđi	23
Şekil 3. 1. Polivinil alkol yapı formülü.....	24
Şekil 3. 2. Bakır asetat yapı formülü.....	24
Şekil 3. 3. Grafen oksit yapı formülü.....	25
Şekil 4. 1. % 10'luk PVA nanolifinin FT-IR sonuçları	34
Şekil 4. 2. PVA/Cu(CH ₃ COO) ₂ .nH ₂ O nanolifinin FT-IR sonuçları.....	35
Şekil 4. 3. PVA/GO nanolifinin FT-IR sonuçları	35
Şekil 4. 4. PVA/Cu(CH ₃ COO) ₂ .nH ₂ O/Grafen Oksit (% 1)	36
Şekil 4. 5. PVA/Cu(CH ₃ COO) ₂ .nH ₂ O/Grafen Oksit (% 0,5)	36
Şekil 4. 6. PVA/Cu(CH ₃ COO) ₂ .nH ₂ O/Grafen Oksit (% 0,1)	36
Şekil 4. 7. PVA/CuAc ile PVA/CuAc/GO kompozit nanoliflerin IR spektrumları karşılaştırılması (GO oranları sırasıyla % 0,1, % 1 ve % 0,5'dir)	37
Şekil 4. 8. PVA nanolif yapının TGA/DTA eğrisi	38
Şekil 4. 9. PVA/Cu(CH ₃ COO) ₂ .nH ₂ O nanolifinin TGA/DTA eğrisi	39
Şekil 4. 10. PVA/GO nanolifinin TGA/DTA eğrisi	40
Şekil 4. 11. PVA/Cu(CH ₃ COO) ₂ .nH ₂ O/GO % 1 nanolifinin TGA/DTA eğrisi....	41
Şekil 4. 12. PVA/Cu(CH ₃ COO) ₂ .nH ₂ O/GO % 0,5 nanolifinin TGA/DTA eğrisi	41
Şekil 4. 13. PVA/Cu(CH ₃ COO) ₂ .nH ₂ O/GO % 0,1 nanolifinin TGA/DTA eğrisi.....	42
Şekil 4. 14. PVA nanolifinin DSC eğrisi	43

Şekil 4. 15. PVA/Cu(CH ₃ COO) ₂ .nH ₂ O nanolifinin DSC eğrisi.....	44
Şekil 4. 16. PVA/GO nanolifinin DSC eğrisi	44
Şekil 4. 17. PVA/Cu(CH ₃ COO) ₂ .nH ₂ O/GO % 1 nanolifinin DSC eğrisi.....	45
Şekil 4. 18. PVA/Cu(CH ₃ COO) ₂ .nH ₂ O/GO % 0,5 nanolifinin DSC eğrisi.....	45
Şekil 4. 19. Kalsinasyon sonucu EDX analizi grafiği.....	47
Şekil 4. 20. Kalsinasyon sonrası seramik nanolifin FT-IR grafiği	47



RESİMLER DİZİNİ

Resim	Sayfa
Resim 2. 1. Kılcal boru ucundaki damlanın artan voltaj ile Taylor Konisi ve jet oluşumu	3
Resim 2. 2. Voltajın lif yapısına etkisi	7
Resim 2. 3. Şırınga ucu ve toplayıcı arasındaki mesafenin lif yapısına etkisi.....	8
Resim 2. 4. Ortalama 300-400 nm çaplı nanolif görüntüsü.....	11
Resim 2. 5. İçi boşluklu ve gözenekli CuO nanolif SEM fotoğrafı	18
Resim 3. 1. Elektrospinleme düzeneği elemanları a) Şırınga Pompası b) Güç Kaynağı c)Toplayıcı Plaka	26
Resim 4. 1. a) % 10'luk PVA nın SEM görüntüsü b) % 10'luk PVA/CuAc ikili kompozit nanolifin SEM görüntüsü	33
Resim 4. 2. a) PVA/GO nanolifinin SEM görüntüsü b) PVA/CuAc/GO % 1 nanolifinin SEM görüntüsü	33
Resim 4. 3. a) PVA/CuAc/GO % 0,5 nanolifinin SEM görüntüsü b) PVA/CuAc/GO % 0,1 nanolifinin SEM görüntüsü	33
Resim 4. 4. Kalsinasyon sonrası SEM görüntüsü.....	48

SİMGELER VE KISALTMALAR**Simgeler**

μm	Mikrometre
cm	Santimetre
kV	Kilovolt
mg	Miligram
mL	Mililitre
nm	Nanometre
$^{\circ}\text{C}$	Santigrat derece
T _c	Kristalizasyon sıcaklığı
T _g	Camsı geçiş sıcaklığı
T _m	Erime sıcaklığı
v	Hacim
w	Kütle

Kısaltmalar

DSC	Diferansiyel taramalı kalorimetre
FTIR	Fourier transform infrared spektroskopisi
GO	Grafen oksit
PVA	Polivinil alkol
SEM	Taramalı elektron mikroskobu
TGA	Termogravimetrik analiz
PEO	Polietilen oksit
rGO	İndirgenmiş grafen oksit
DTA	Diferansiyel termal analiz

1.GİRİŞ

Seramik ve polimer nanoliflerin yanı sıra kompozit nanolifler de günümüzde teknolojinin en çok ilgi çeken malzemelerindedir. Boyutlarının küçük, yüzey alanlarının büyük olması bu malzemelere çeşitli uygulama alanlarında oldukça üstün mekanik, optik, elektronik, manyetik ve kimyasal özellikler sağlar. Elektrosinleme yöntemi polimerler, kompozitler ve seramikler gibi çok çeşitli materyallerden, nanolifler oluşturmak için uygulaması kolay olan etkili bir yöntemdir. Elektriksel olarak yüklenmiş sıvı polimerlerin bir toplayıcı yüzey üzerinde, lif şeklinde biriktirilmesi esasına dayanmaktadır.

Nanolif elde etmekte en sık kullanılan yöntem olan elektrosinlemede genel olarak, erimiş veya çözünmüş halde bulunan polimer çözeltisi besleme ünitesine konularak küçük bir metal uçtan geçirilir. Yüksek gerilim güç kaynağına bağlı metal uç ile toplayıcı yüzey arasında elektriksel alan oluşturularak, yüklü polimer çözeltisi veya eriyiğinin toplayıcı yüzeye doğru hareket etmesi sağlanır. Uygulanan gerilim değeri artırıldıkça metal uçtan çıkan polimer damlacığı koni formunu alır. Koni ucundaki yüklerin itme kuvvetleri, yüzey gerilimi kuvvetlerini yendiği anda kritik gerilim değerine ulaşılır. Bu esnada oluşan koninin ucundan ayrılan polimer jeti, toplayıcı yüzeye doğru hareket eder ve çözücüsü buharlaşır. Bu sırada önce kararlı ve doğrusal sonrasında ise kararsız ve helezonik bir yol izleyerek toplayıcı levha üzerinde birikir.

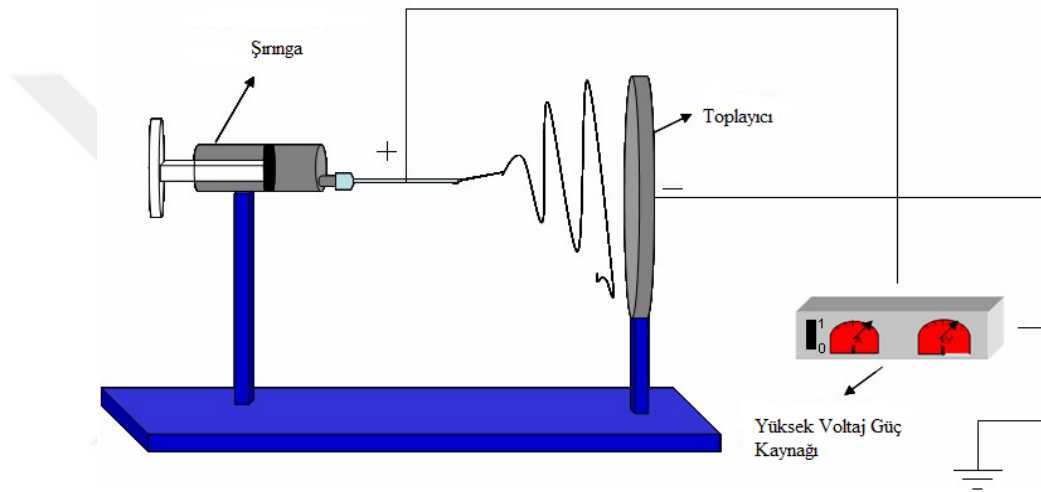
Seramik malzemeler yüzyıllardır kullanılan en eski malzemelerdendir. Yüksek sıcaklığa dayanıklı, kimyasal olarak kararlı, sert, metallere göre hafif, hammadde kaynağı çok olan seramikler bu özellikleriyle tercih sebebidirler. Kırılgan olmaları ise istenmeyen özellikleridir. Seramik kompozit malzemeler ile istenmeyen özelliklerin giderilmesi ve yeni özellikler kazandırılması sağlanır.

Grafen mekanik, termal, optik ve elektrik özelliklerinin çok iyi olması nedeniyle araştırmacıların yoğun ilgisini çeken bir maddedir. Sahip olduğu üstün özelliklerden dolayı seramik kompozitler için de iyi bir takviye elemanıdır. Çok küçük oranlarda grafen takviyesi bile seramiklerin özelliklerinin iyileştirilmesi ve seramiklere yeni özellikler kazandırılması anlamına gelir.

2.KURAMSAL TEMELLER VE KAYNAK ARAŞTIRMASI

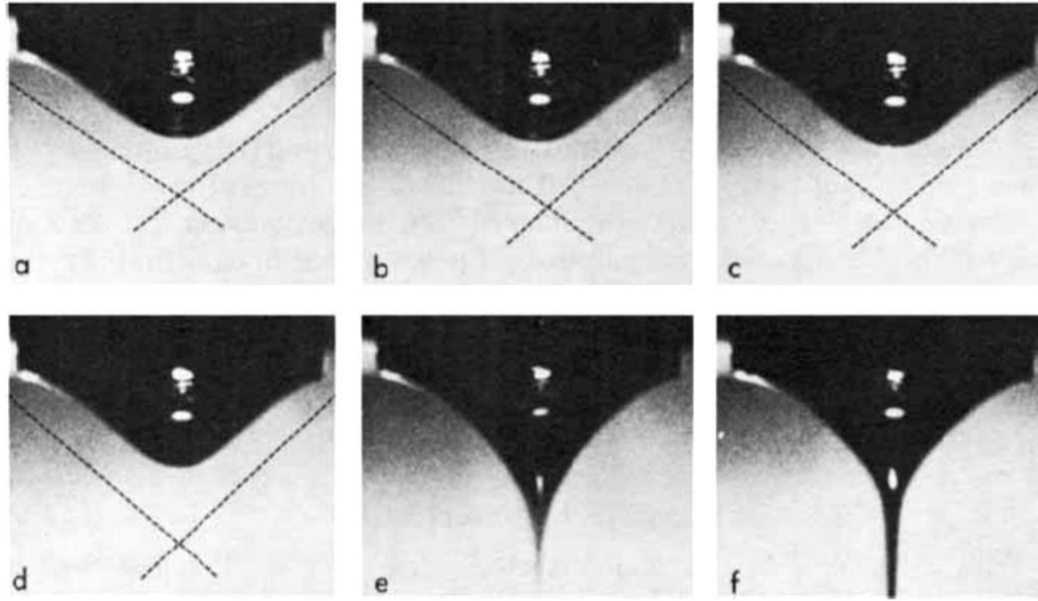
2.1. Elektrospınleme Yöntemi

Elektrospınleme, polimer esaslı çözeltilerden elektrostatik çekimle nano boyutta lif üretim yöntemidir. Elektrospınleme düzeneđi Şekil 2.1'deki gibi üç temel parçadan oluşur. Bunlar; yüksek voltaj güç kaynađı, besleme ünitesi (şırınga, metal iğne vb.), toplayıcı (iletken plaka, döner silindir vb.) dir.



Şekil 2.1. Elektrospınleme düzeneđi (Kozonođlu 2006)

Elektrospınleme yöntemiyle lif üretimi polimerin uygun bir çözücüde çözünmesi veya eritilmesi ile başlar. Hazırlanan çözeltiler şırınga içine yerleştirilerek şırınganın metal ucuna ve toplayıcı levhaya güç kaynađının elektrotları bağlanır. Şırınga pompası çözeltileri istenilen hızda iterken uygulanan voltaj ile şırınga ucunda bulunan polimer damlası çekilir. Kritik bir voltaj değerine kadar polimer damlası, yüzey geriliminin uyguladığı kuvvetlerden dolayı, küresel bir biçimde bulunur. Uygulanan potansiyel fark bir eşik değerine ulaştığı anda, elektrostatik kuvvetler yüzey gerilimi kuvvetlerine eşitlenir. Bu noktada polimer damlası şekil değiştirerek koni biçimini alır. Bu koniye Taylor Konisi denir. Resim 2.1'de polimer damlasının artan voltaj etkisiyle yarı küresel damladan Taylor Konisine geçişi (a), Taylor Konisindeki şekli (b,c) ve Taylor Konisinden bir jet halinde çıkışı (d,e,f) verilmiştir (Kozonođlu, 2006).



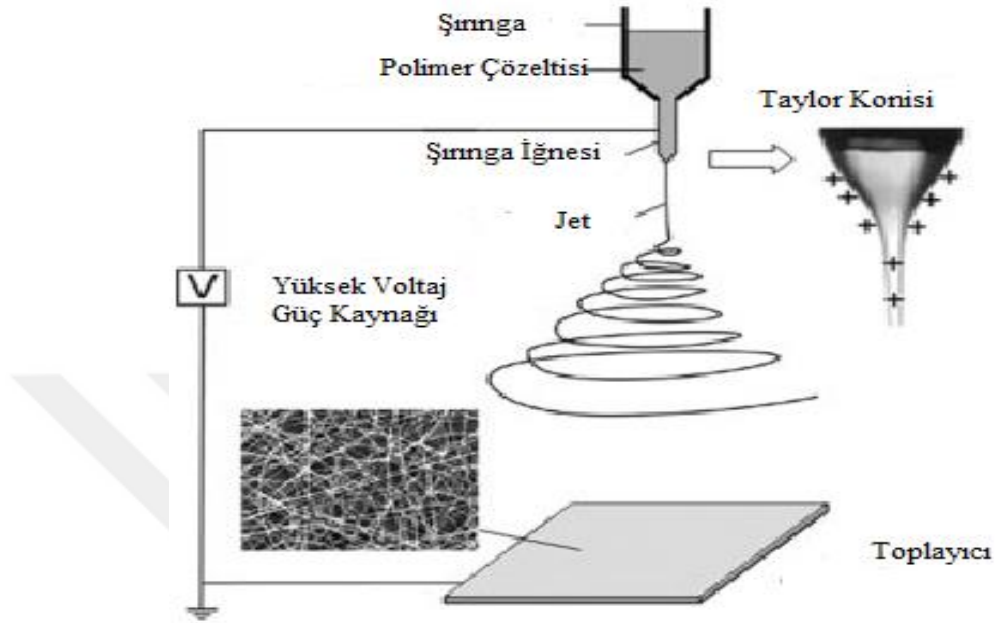
Resim 2.1. Kılcal boru ucundaki damlanın artan voltaj ile Taylor Konisi ve jet oluşumu (Larrondo ve Manley, 1981)

Ulaşılan kritik gerilimden sonra koni ucundan ayrılan polimer jeti, toplayıcıya doğru uzayarak inceler ve çözücü buharlaşır. Çözücünün buharlaşmasıyla lifler katılaşır ve toplayıcı üzerinde birikir. Polimer damlası Taylor konisi halini aldıktan sonra voltajdaki çok küçük bir artışla birlikte koni ucundan bir jet ani bir çıkışla toplayıcıya ulaşır. Jet toplayıcı ile metal iğne ucu arasında ilerlerken farklı yollar izler. Jet, içindeki çözücünün buharlaşmasıyla inceler ve toplayıcıda nano boyutta lifler halinde rastgele birikir (Kozanoğlu, 2006).

Kullanılan polimerin ve çözücünün özellikleri, uygulanan voltaj, çözeltinin akış hızı, ortamın sıcaklık ve nemi oluşan nanoliflerin morfolojik yapısı üzerinde fazlasıyla etkilidir. Bu nedenle optimum koşulların belirlenmesi istenilen özellikte nano lif elde edilmesinde çok önemlidir (Deitzel ve ark., 2001).

Nanolif üretimi çeşitli yöntemlerle yapılmaktadır. Bunlar; çekme metodu (drawing), kendiliğinden tutunma (self-assembly), faz ayırma (phase separation), nano kalıp, eriyik üfleme (melt blown), kimyasal buhar çöktürme, lazer buharlaştırma ve elektrospinleme yöntemleridir (Ramakrishna ve ark., 2005). Elektrospinleme nano boyutta lif üretimi için en yaygın kullanılan yöntemdir. Bu yöntem elektrik alan

kuvvetleri yardımı ile sıvı haldeki polimerden nano boyutta lif oluşumunu sağlar (Reneker ve ark., 2000).



Şekil 2.2. Elektrosinleme yöntemi, Taylor Konisi ve nanolif SEM görüntüsü (Li ve Xia, 2004; Li ve ark., 2006)

Elektrosinleme, polimer, seramik, kompozit gibi çeşitli materyallerden kolaylıkla nanolif üretebilen çok amaçlı bir yöntemdir. Elektrosinleme tekniği elektrospray yönteminin bir başka şekli olarak da görülmektedir. Her iki teknik de yüksek voltajla sıvı jetin biçimlendirilmesi esasına dayanır. Elektrospray, genellikle düşük viskoziteye sahip çözeltinin elektrik yüklenmiş jetinden mikro veya nano tanecikler ya da damlacıklar oluşturur. Elektrosinleme yöntemi ise yüksek viskoziteli çözeltinin elektrik yüklenmiş jetinden çözücünün buharlaşmasıyla katı bir lif oluşturur (Li and Xia, 2004).

Elektrosinleme yönteminde ilk patent Amerika'da 1902 yılında alınmasına rağmen yaklaşık yüz yıl kadar bu yöntem önem görmemiştir. Akademik çevrelerin ilgisini 90' lı yılların sonlarında tekrar çeken bu yöntem için yeniden doğmuş eski bir yöntem denilebilir. Ayrıca özel elektrosinleme yöntemleriyle içi boşluklu tüp şeklinde liflerden karmaşık mimarideki liflere kadar çok çeşitli lifler üretilebilmektedir. Bu yöntem hem üniversitelerde hemde sanayide uygulanabilen bir

yöntemdir. Uygulamalar optoelektronik, ilaç, sensör ve filtrasyon teknolojileri, katalizörler gibi oldukça kapsamlıdır (Teo ve ark., 2006).

Elektrospınleme düzeneğinin modifiye edilmesiyle çok farklı ve karmaşık iplikli yapılar kolayca elde edilebilir. Çoklu şırınga sistemleri, farklı toplayıcı tipleri kullanılarak, iğne ucu değişiklikleri yapılarak yöntemin modifikasyonu yapılmaktadır. Bu sayede nanoliflerde geniş yüzey alanı, kontrollü gözenekli yapı ve mekaniksel özellikler gibi istenen parametreler sağlanabilmektedir ve farklı modifikasyonda lifler üretilmektedir (Li ve ark., 2006; Wang ve ark., 2019).

2.2. Elektrospınleme Yöntemine Etki Eden Parametreler

Elektrospınleme yöntemiyle farklı polimer çözeltileri kullanılarak farklı yapılarda nanolifler elde edilirken bu liflerden beklenen özellikler; birbirine uygun ve kontrol edilebilir lif çaplarına sahip olmaları, lif yüzeyinde boncuksuz ya da kontrol edilebilen boncuklu yapı ve sürekli nanolif oluşumudur. Elde edilen lif özelliklerine birçok parametre etki ettiği için ideal lif oluşturmak oldukça zordur (Huang ve ark., 2003).

Elektrospınleme yöntemiyle elde edilen liflerin çaplarına ve yüzey özelliklerine etki eden parametreler; çözelti özellikleri, işlem parametreleri ve ortam koşulları olarak incelenebilir. Elektrospınleme ve elektrosprey yönteminde elde edilen ürünün fiziksel yapısı, çözelti parametreleri ve uygulanan voltaj ile doğrudan ilgili iken ortam koşulları ile dolaylı ilgilidir (Chong ve ark., 2007).

Çözelti özellikleri; çözeltinin viskozitesi, iletkenliği, molekül ağırlığı, yüzey gerilimi ve çözücünün cinsidir. İşlem parametreleri şırınga ve toplayıcı arası mesafe, toplayıcı tipi, şırınganın iç hacmi, uygulanan voltaj, şırınga pompasının pompalama hızıdır. Ortam koşulları; sıcaklık basınç nem ve atmosfer cinsidir. Bu değişkenlerin tamamını optimize etmek mümkün değildir. Ancak voltaj, mesafe, besleme hızı ve viskozite optimizasyonu ile büyük ölçüde istenilen sonuca ulaşılır. Elektrospınlanmış nanoliflerin lif çapını ve morfolojisini bütünüyle kontrol etmek için elektrospınleme esnasında Çizelge 2.1'deki parametrelerin tamamını ayarlamak gerekmektedir (Ramakrishna ve ark., 2005).

Çizelge 2.1. Elektrospınleme yöntemine etki eden parametreler

Çözelti Özellikleri	İşlem Parametreleri	Çevre Koşulları
Viskozite	Uygulanan Voltaj	Sıcaklık
İletkenlik	Pompalama Hızı	Nem
Molekül Ağırlığı	Çözelti Sıcaklığı	Basınç
Yüzey Gerilimi	İğne ve Toplayıcı Mesafesi	Atmosfer Cinsi
Çözücü Cinsi	İğne Ucu İç Çapı	-----

2.2.1. Çözelti özellikleri

Çözelti Viskozitesi: Viskozitenin yüksek olması, üretim sırasında iğnenin tıkanmasına ya da iğne ucunda donma olmasına neden olurken, düşük olması iğne ucundaki damlanın yer çekimi etkisinde kalarak yere düşmesine ya da lif şeklinde değil de spray şeklinde toplayıcıda birikmesine neden olur. Düşük viskoziteli çözelti lif yüzeyinde boncuk oluşumunu artırırken yüksek viskoziteli çözelti lif çapının kalın olmasına neden olur (Hsu ve Shivkumar, 2004).

Çözelti İletkenliği: Çözelti iletkenliği arttıkça Taylor Konisinin gerilimi artar jet daha fazla gerilir ve uzar. Bunun sonucu olarak boncuksuz ve daha küçük çapta lifler üretilir. Toplayıcı yüzeyinde geniş bir alanda lif toplanması sağlanır (Zong ve ark., 2003).

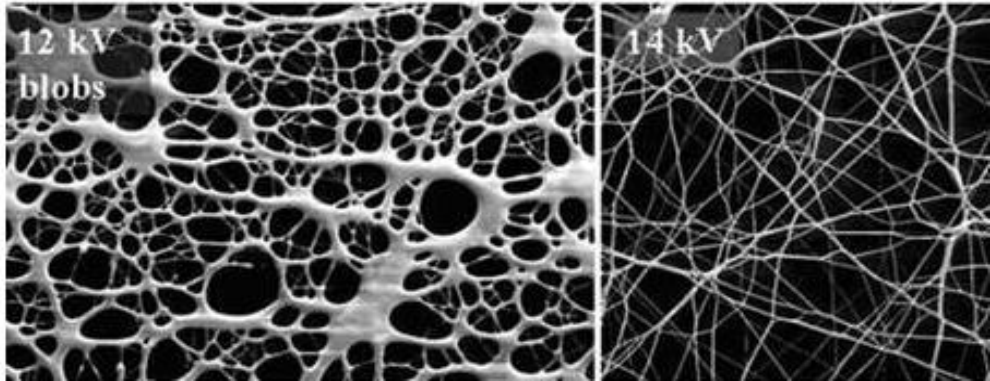
Çözeltinin Molekül Ağırlığı: Çözelti derişimi azaldıkça düzensiz yapılı lifler oluşmaktadır. Deitzel ve arkadaşları yaptıkları çalışmada % 4'lük Polietilen oksit (PEO) çözeltisi liflerinin % 10'luk PEO liflerine göre daha düzensiz yapılı olduklarını ve lif boyunca çaplarının değiştiğini görmüşlerdir. Spinlenecek polimerin molekül ağırlığı arttıkça viskoziteside artmaktadır. Viskozite lif oluşumunda önemli parametrelerden biri olduğu için polimerin molekül ağırlığına dikkat etmek gerekir (Deitzel, 2001).

Çözeltinin Yüzey Gerilimi: Elektrospınleme ile lif üretiminin gerçekleşebilmesi için Taylor Konisine etki eden kuvvetlerden elektrostatik çekim kuvvetinin yüzey gerilim kuvvetini yenmesi gerekir. Çözeltinin yüzey gerilimi yeterince düşük olmalı, yük yoğunluğu yeterince yüksek olmalıdır. Yüzey gerilimi fazla olduğunda lif üzerinde çözücü moleküllerinin bir araya toplanmasıyla boncuk oluşumu da görülebilir. Yüzey geriliminin düşmesi elektrospınleme işlemini kolaylaştıran bir etkendir (Deitzel, 2001).

Çözücü Cinsi: Çözücünün özellikle dielektrik özelliği elektrospınleme işlemi için oldukça önemlidir. Yüksek dielektrik özellikteki bir çözücü nanolif üretiminde istenmeyen boncuk oluşumunu azaltır ve üretilen liflerin çaplarını küçültür (Üstündağ, 2009).

2.2.2. İşlem parametreleri

Uygulanan Voltaj: Elektrospınleme işleminde uygulanan voltaj nanolif üretiminde en önemli parametrelerdendir. Şırınga ucundaki damlaya uygulanan voltaj çözeltiyi toplayıcıya doğru çeken elektrostatik kuvveti oluşturur. Elektrostatik kuvvetler yüzey gerilim kuvvetlerini yendiği anda elektrospınleme başlar. Voltajın artması spinlemeyi etkileyen diğer parametrelerin sabit tutulması şartıyla lif çapını azaltır. Ancak bir noktadan sonra voltajın artması boncuk oluşumunu artırmaya başlar ve daha da artırılırsa ve lif formunda kopmalar oluşur. Elektrospınleme işlemi elektrospreye dönüşür. (Bhardwaj, 2010).

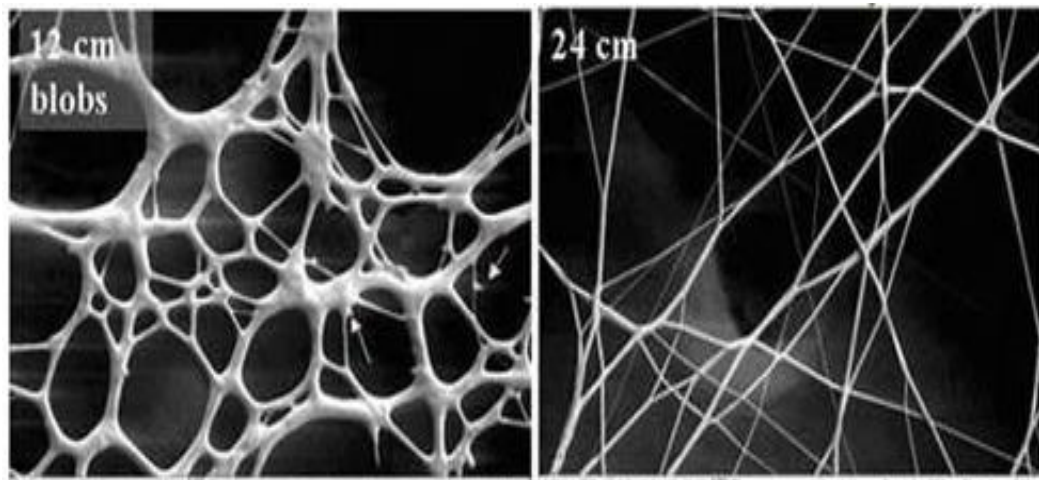


Resim 2.2. Voltajın lif yapısına etkisi (Süpüren ve ark., 2007)

Pompalama hızı: Sürekli nanolif üretebilmek için şırınga ucundaki damlacığın kesiksiz olması gerekir. Taylor, şırınga ucundan uzaklaşan çözelti miktarı ile şırınga ucuna pompalanan çözelti miktarının uyumlu olması gerektiğini belirtmiştir. Pompalama hızı yüksek olursa lif üzerinden çözücünün buharlaşması güçleşir. Uygulanan gerilim yüksek akış hızındaki lifi inceletecek yeterli elektrik kuvveti sağlayamaz. Bunlara bağlı olarak boncuklu ve kalın çaplı nanolif yapı oluşur. Pompalama hızı uygulanan voltaja göre düşük olursa Taylor Konisi enjektör içinde oluşur ve bu durum lif yapısında kesintilere düzensizliklere ve boncuk oluşumuna neden olur (Taylor, 1969).

Çözelti Sıcaklığı: Çözelti sıcaklığı, viskozite üzerinde etkili olduğu için lif çapına da etki etmektedir. Çözelti sıcaklığı arttıkça spinleme esnasında buharlaşma artacak ve viskozite düşecektir. Böylece lif çapı küçülecek, boncuksuz ve tek düze yapılar oluşacaktır (Ramakrishna ve ark., 2005).

İğne ve Toplayıcı Arasındaki Mesafe: Taylor Konisinin oluştuğu iğnenin uç kısmı ile toplayıcı plaka arasındaki uzaklığın azaltılıp artırılmasıyla lif yapıda incelmeler ve kalınlaşmalar oluşur. Uzaklık artırılarak veya voltaj azaltılarak iğne ucundaki damlaya etki eden kuvvetler değişir. Yüklü alanlar periyodik yollarla morfolojiyi etkileyebilir, yüzey şekillerinde değişikliğe sebep olabilir (Dentzel, 2001; Huang, 2003).



Resim 2.3. Şırınga ucu ve toplayıcı arasındaki mesafenin lif yapısına etkisi (Süpüren ve ark., 2007)

İğne Ucu İç Çapı: Elektrospinleme yöntemiyle nanolif üretiminde iğne iç çapı küçülürse, uçta oluşan damla küçülür. Damlanın küçülmesi yüzey gerilimini artırır. Damlaya uygulanan voltaj artırılmadığı sürece jet oluşumu yavaşlar ve jetin havada kalma süresi uzar. Bu da lif çapının küçülmesini sağlar. İğne iç çapının küçülmesi polimer çözeltisinin donmasına ve tıkanıklık yapmasına da neden olabilir (Beypazar, 2013).

2.2.3. Çevre koşulları

Sıcaklık: Ortam sıcaklığının yüksek olması çözücünün buharlaşmasını hızlandırır, viskoziteyi düşürür. Böylece polimer jetin uzaması kolaylaşır ve boncuk oluşumu azalır (Zong ve ark, 2003).

Nem: Çözeltinin buharlaşma gücü nemin artmasıyla azalır lif üzerinde su molekülü birikir. Casper ve arkadaşları yaptıkları çalışmada nem oranının artmasıyla gözenek miktarının arttığını, azaldıkça da düzgün lifler oluştuğunu görmüşlerdir (Casper ve ark., 2004).

Basınç: Atmosfer basıncından düşük basınçlarda damlacığın akma eğilimi artar ve kararsız jet oluşumuna neden olur. Basınç çok düştüğünde ise elektrospinleme gerçekleşmez (Chiu ve ark., 2005).

Atmosfer Cinsi: Atmosfer bileşimindeki gazlar elektrostatik alan içinde farklı davranış gösterirler. Örneğin helyum gazı elektrostatik alanda parçalanır ve spinleme gerçekleşmez. Freon-12 gazı ortamında üretilen liflerin çapı aynı şartlarda hava ortamında üretilen liflerin çapına oranla iki kat büyüktür. Bu nedenle atmosfer cinsinde elektrospinlemeyi etkiler (Ramakrishna ve ark., 2005).

Elektrospinleme ile üretilen nano liflerin çaplarının birbirine yakın ve kontrol edilebilir olması istenilir. Lif yüzeylerinin hatasız oluşması yada kontrol edilebilir hataya sahip olması beklenir. Fridrikh ve arkadaşları (2003) lif çapının kontrol edilebileceğini idda etmişlerdir. Ancak yapılan araştırmalar bu işlemin zor olduğunu gösterir. Elektrospinleme işleminde en önemli konu lifin çapının gerçekten nanometre seviyesinde olmasıdır (Huang ve ark, 2003).

Elektrospınleme Yöntemiyle Elde Edilen Nanoliflerin Avantajları

- Düşük maliyetlidir
- Üretim hızı yüksektir
- Lif çapı ve özellikleri kontrol edilebilir
- Uzunluğa göre çapı yüksektir
- Yüksek yüzey alanı ve yüksek gözenekliliğe sahiptir
- Çok çeşitli polimer seramik ve kompozit malzemeye uygulanabilir
- Üç boyutlu karmaşık yüzeyleri kaplayabilir
- Filtreleme özelliği yüksektir
- Uygulama alanı geniştir
- Çeşitli modifikasyonlara elverişlidir

Elektrospınleme yöntemiyle elde edilen liflerin özelliklerini bir çok parametre etkiler ve bu parametrelerin optimizasyonunun zorluğu yöntemin dez avantajıdır (Çakmakçı 2009).

2.3. Nanolifler ve Kullanım Alanları

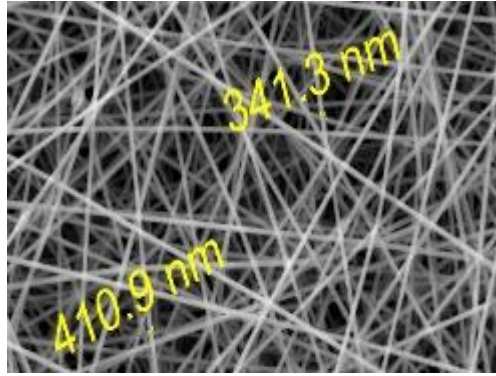
2.3.1. Nanolifler

Nanolifler nano boyutta ipliksi görünüme sahip çapı $1\mu\text{m}$ (1000 nm) ve altındaki yapılardır. Bu ipliksi yapıların boyları çaplarına oranla oldukça uzundur. Yüzey alanları hacimlerine göre yüksektir. Nano ölçekte olmaları daha az yüzey hatasına sahip olmaları anlamına gelir. Lif çapı mikro, mili seviyelere çıktıkça olası hatalar artar ve nanolif yapı mekanik olarak bu seviyelere kıyasla daha güçlü olur. Hafif, gözenekli ve geniş yüzey alanına sahip işlevsellik ve mekanik dayanımı yüksek olan yeni nesil malzemelerdir.

Nanomalzemeler boyutlarına göre;

- 0 boyutlu nanomalzemeler: Nanopartiküller
- 1 boyutlu nanomalzemeler: Nanoteller, nanolifler, nanotüpler
- 2 boyutlu nanomalzemeler: Nanofilmler,

olarak gruplandırılır gruplandırılır (Wu ve ark., 2012).



Resim 2.4. Ortalama 300-400 nm çaplı nanolif görüntüsü

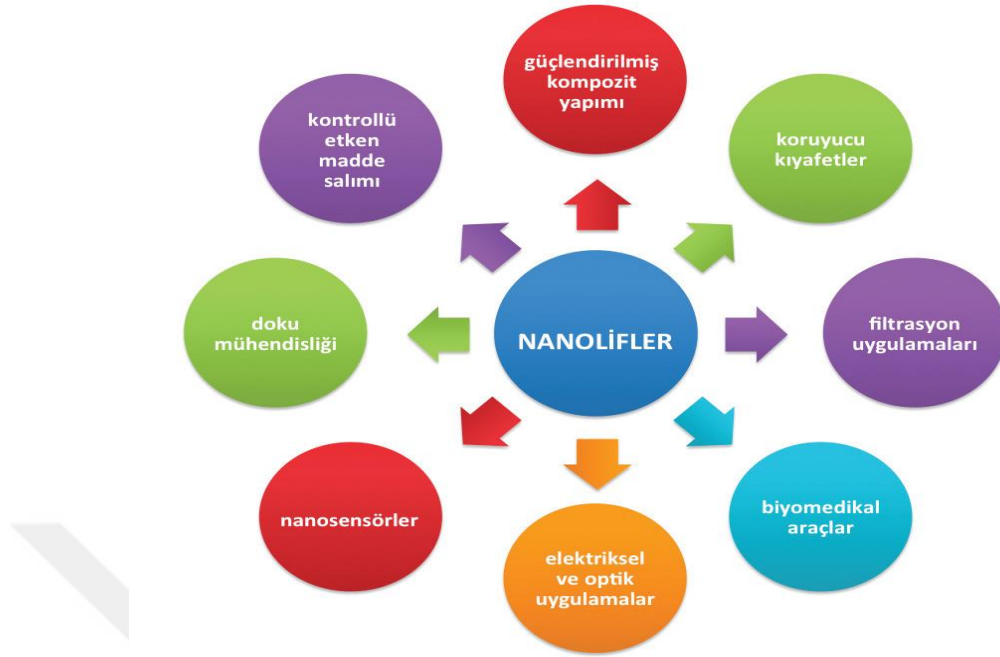
2.3.2. Nanoliflerin kullanım alanları

Nano boyutta liflerin fiziksel, kimyasal ve biyolojik özellikleri gelişmiş ham madde olarak kullanılmasını sağlamıştır. Fonksiyonel özelliklere sahip bu malzemeler farklı sanayi dallarında, yeni teknolojik gelişmelerde önemli bir yer bulmuştur. İstenilen özelliklerle donatılabilen lif malzeme ile katma değeri yüksek ürünler ortaya çıkmıştır (Wei, 2012).

Nanolif üretimi tekstilden doku mühendisliğine birçok alanda uygulanabilir olması sebebiyle aktif bir çalışma alanıdır. Malzemeler nano boyuta indirildiği zaman normalde gözlenmeyen yeni ve üstün özellikler ortaya çıkmaktadır. İstenilen özelliklere sahip nano malzemeler üretilmektedir. Nanoteknoloji ürünleri daha dayanıklı, daha hafif ve daha hassas olarak elde edilmektedir (Wu ve ark., 2012).

Nanolif temelli yapıların hacimlerine oranla geniş yüzey alanına sahip olmaları, gözenekli yapıları ve gözenek boyutlarının çok küçük olması; biyotıp, filtrasyon ve sensör uygulamaları gibi birçok alanda önemli katkılar sağlayacak potansiyel malzemeler olarak nitelendirilmelerini sağlamıştır (Li ve Xia 2004).

Nanolifler güçlendirilmiş kompozit yapımı, askeri ya da sivil amaçlı akıllı testil ürünler, filtrasyon ve sensör teknolojileri, kontrollü ilaç salınımı, yara örtüleri, protezler, doku mühendisliği, tarımsal uygulamalar, elektriksel ve optik uygulamalarla, enerji uygulamaları, havacılık ve otomotiv, kozmetik gibi çeşitli alanlarda kullanılmaktadır.



Şekil 2.3. Nanolif kullanım alanları (Sunar ve Haşçıçek 2017)

- **Kontrollü etken madde salınımı:** Elektrospınleme ile elde edilen nanolifler birçok ilaç salınım çalışmasında kullanılmıştır. Katmanlı salınım sistemleri kullanılarak etken maddenin salınım hızı, süresi ya da geciktirilmesi lif çapıyla ayarlanarak kemoterapi gibi karmaşık tedavilerin geliştirilebileceği öngörülmüştür (Okuda 2010).
- **Biyomedikal uygulamalar:** Üretilen nanolifler yara bezleri, ilaç iletim sistemleri, sentetik kan damarları, yapay organlar ve koruyucu giysiler olarak kullanılmaktadır (Zhang ve ark., 2005).
- **Sensörler:** Tanımlanmak istenen fiziksel kimyasal ya da biyolojik etki sensörler aracılığıyla elektriksel sinyallere dönüştürülür. Biyokimyasal, piezoelektrik, floresan optik, kimyasal ve termal sensörler nanoliflerin uygulama alanlarında yer alır. (Ding ve ark., 2010).
- **Filtrasyon:** Nanolif yapılarda lif çapının ayarlanabilmesi gözenekliliğe önemli ölçüde katkı sağlar. Bu özellik nanolif temelli membranlar ile sıvı, gaz, molekül ve iyon filtrasyonu yapılmasını sağlar (Schaefer, 2007).

- Kompozitler: Yüksek sıcaklık ve yüksek kararlılık gereken yerlerde kullanılan karbon nanolifler gibi kompozit malzemeler geliştirilebilir (Feng ve ark., 2014). Karbon nanoliflerin çelikten yüz kat daha dayanıklı olması ve düşük ağırlığa sahip olması uzay araştırmalarında, havacılıkta ve otomotivde nanoliflere geniş uygulama alanı açmıştır (Kozonoğlu, 2006).
- Enerji ve Çevre: İletkenlik ve seramik özellikleri iyileştirilmiş inorganik nanolifler enerji cihazları için oldukça yarar sağlar. Nanolifli metal oksit elektrotlarıyla üretilen güneş pilleri, güneş enerjisini elektrik enerjisine dönüştürmede yüksek verimlilik sağlar. Nanolifli elektrotlarla yapılan yakıt hücreleri, katalizörlerin homojen bir şekilde dağılmasını ve kimyasal enerjinin elektrik enerjisine dönüşürken elektrokatalitik aktivitenin yani verimliliğin artmasını sağlar (Thavasi ve ark., 2008).
- Doku Mühendisliği: Yüzeyinde biyoaktif bileşen içeren, kimyasal ve fiziksel olarak biyobenzer özellikler kazandırılan nanolifler doku mühendisliğinde kullanılmaktadır. Doğal dokunun bozulması sonucu yeni dokular oluşana kadar doğal dokunun yerine geçebilecek vucutla uyumlu nanolifler geliştirilebilmektedir (Yoo ve ark., 2009).

Ayrıca tarımsal uygulamalarda, gübrenin bitkiye zamanla salınımını sağlayan kumaşlar ya da böceklerden korumak için izalosyan amaçlı kumaşlar nanolifler kullanılarak yapılmıştır (Topalbekiroğlu ve ark., 2017).

Nanolifler dokuların yerine geçebilecek geçici doku sistemleri olarak doku mühendisliğinde kullanılabilir. Kemik, kırık, atardamar kalp ve sinir dokuları için yapay destek yapısı olarak kullanılabilir. Kemik dokusu olarak kullanılacak materyalin vücut hücreleri ile biyolojik uyumu çok önemlidir. Nanoliflerin yüksek yüzey/hacim oranı diğer liflerden daha fazla hücre eklenebilmesini sağlamaktadır. Nanoliflerin bir diğer kullanım alanı da ilaçların ve diğer fonksiyonel maddelerin içerisine katılmasıdır. Böylece nanolifler hem ilaç taşıyıcı hem de ilaç salınım sistemleri olarak görev yapmaktadır (Rasouli ve ark., 2019).

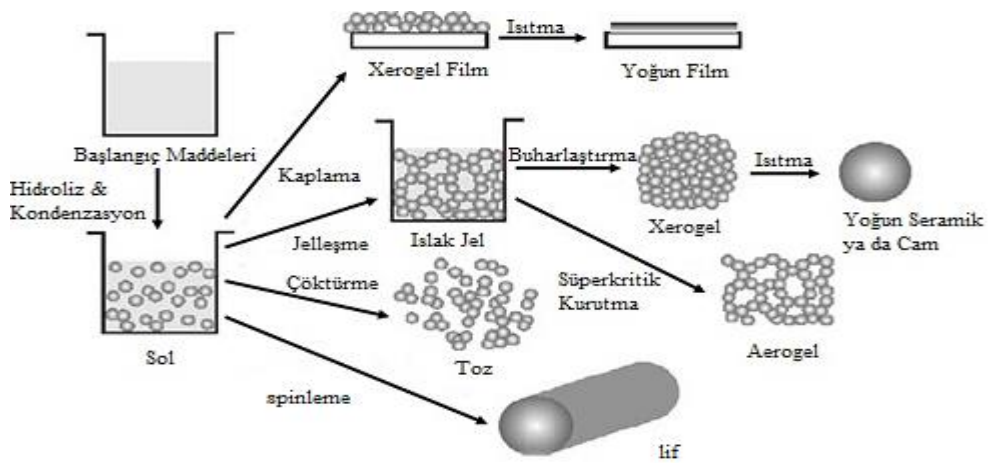
2.4. SOL – JEL YAPISI

Sol-jel, metal alkoksit çözeltileri, hidroksitler ve oksitler gibi inorganik bileşiklerin belirli oranlarda su ve asitle bir çözelti meydana getirmesidir. Bu çözeltinin belirli bir sıcaklıkta karıştırılmasıyla çözelti içerisinde bir dizi kimyasal reaksiyon oluşur. Taneciklerin yüzey yüklerinin elektrokimyasal etkileşimleri ile bir ağ meydana gelir ve bu ağ yapının oluşmasına jelleşme denir. Ağ git gide büyüyerek sistem içinde bütün noktalarda tamamen bir jel yapı oluşur (Aurobind ve ark., 2006).



Şekil 2.4. Sol-Jel yapının görünümü

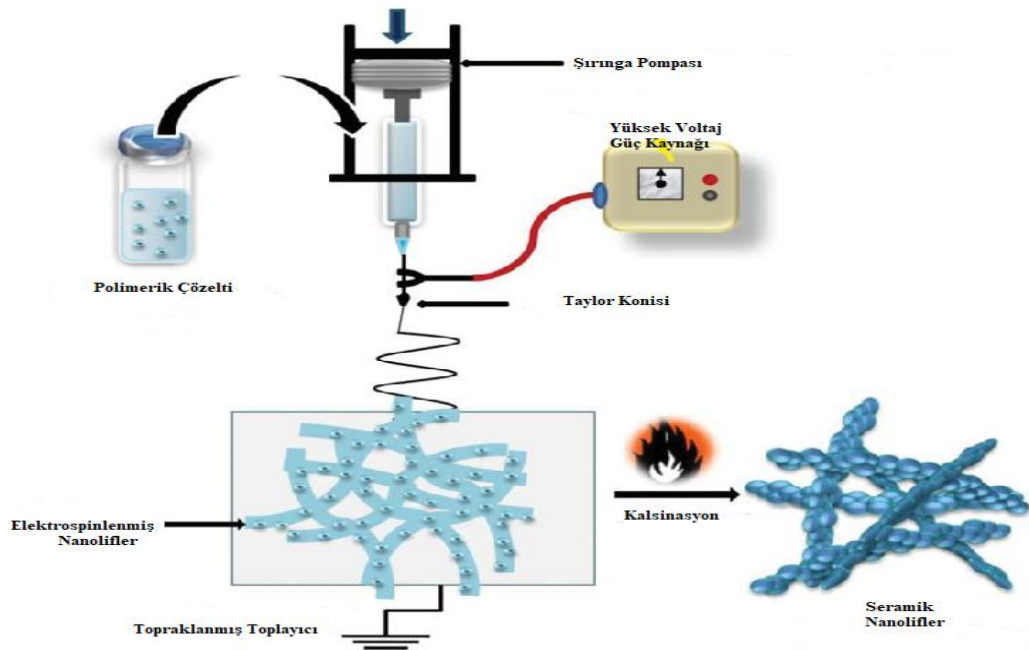
Sol-jel yönteminde ilk basamak sol'un oluşumudur. Sol, sıvının içerisindeki katı parçacıkların stabil süspansiyonudur. Jel, sıvı içerisindeki gözenekli ağ yapıdır. Jelleşmeyle birlikte çözeltinin akışkanlığı kaybolur katı bir görünüme geçer. Polimer çözeltilerle birlikte genellikle metal asetatlar kullanılır. Polimerik jelleşme ile spinleme çözeltisi hazır olur (Pierre, 1998).



Şekil 2.5. Sol yapının spinleme ve diğer kullanımları (Niederberger ve ark., 2009)

2.5. SERAMİKLER

Seramikler metal ve metal olmayan elementlerden oluşan inorganik bileşiklerdir. Oksit nitrit veya karbit esaslıdır. Seramik nanolifler, seramik başlangıç malzemesi ve polimer çözeltisi içeren çözeltinin elektrospınlenmesi ile elde edilen liflerin kalsinasyonu ile üretilir (Ramakrisna 2005).



Şekil 2.6. Elektrospınleme ile seramik nanolif üretim aşamaları (Malwal ve Gopinath, 2015)

Üretilmesi amaçlanan seramik nanolif; için öncüllerin dikkatle seçilip hazırlanması gerekir. Viskozite, iletkenlik, uygulanan voltaj, mesafe gibi parametrelerin optimize edilmesi gerekir. Bazen yardımcı çözücüler yada dengeleyiciler ilave edilir (Ramaseshan ve ark., 2007).

Wu ve arkadaşları başlangıç polimeri olarak polivinil asetat, seramik öncü malzemesi olarak bakır asetat kullanarak elektrospınleme tekniği ile ürettikleri öncül nanoliflerden 500 °C'de dört saat kalsinasyon yaparak CuO seramik nanolifleri elde etmişlerdir. Bakır oksit nanolifler gaz sensörü, yüksek sıcaklığa dayanıklı süper iletken malzeme ve lityum iyon elektrot malzemesi olarak uygulama alanı bulmuştur. (Wu ve ark., 2006).

Nano boyutta seramik liflerin büyük ölçekte ekonomik olarak sentezlenememesi, çaplarının da tam anlamıyla kontrol edilememesi uygulamaları sınırlamıştır. Laboratuvar uygulamalarının yanısıra elektrosinleme nanolif üretiminde endüstriyel olarak da başarı sağlamıştır. Üretilen nanolifler nanoboyut sayesinde fiziksel ve kimyasal iyileştirmelere sahiptir (Ramaseshan ve ark., 2007).

Seramik lifler polimer liflerin sahip olmadıkları bazı özellikleri gösterirler, bu özelliklerinden biri ısıl kararlılıktır. Mukavemet ve elastik modül gibi yapısal özellikler, inert ve hatta oksitleyici ortamlarda bile 1200–1400°C'ye kadar korunabilir. Seramik nanoliflerin çoğu derişik asit, baz ve metaolksit muameleler dışında mükemmel kimyasal inertliğe sahiptirler. Bu özellikleriyle biyomedikal, elektronik, otomotiv, sanayi, savunma ve uzay uygulamalarında önemli bir yer alırlar. Seramiklerin mekanik dayanıklılığının az olması mekanik açıdan istenilmeyen bir özelliktir. Elektrik iletkenliklerinin zayıf olması da ayrıca kullanım alanlarını sınırlar. Bu özellikleri geliştirmek için seramik matriksli kompozit malzemeler geliştirilmiştir. Literatürde yer alan araştırmaların önemli bir bölümü seramik kompozit nanoliflerle ilgilidir. Raporlanan çalışmalarda seramik malzemeye yapılan katkı ile sertlik, mukavemet, kuvvet, termal, elektriksel ve iletkenlik gibi özelliklerin önemli derecede iyileştirildiği görülmektedir. Nano yapılı seramik malzemelerin termoelektrik sistemler, kataliz, yakıt hücreleri, membran ve hidrojen depolama pilleri gibi uygulamalarda kullanılan hemen hemen tüm malzemenin yerini alması beklenmektedir (Bunsell ve Renard, 2005; Porwal ve ark., 2013).

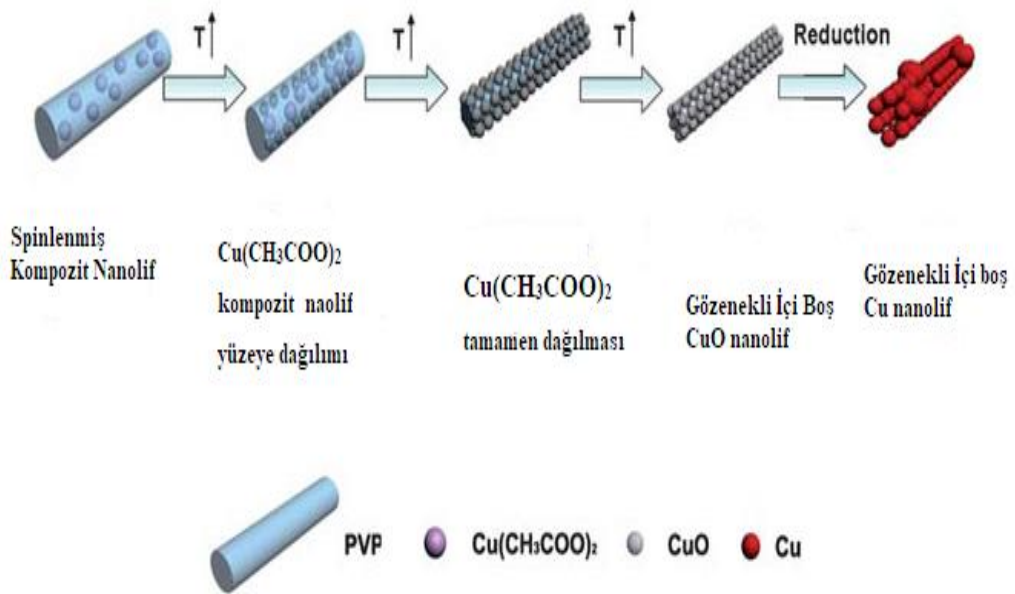
Grafen sahip olduğu üstün mekanik özellikleri nedeniyle seramik kompozitler için güçlü bir destek elemandır. Benzersiz elektriksel ve termal özellikleri geniş uygulama alanlarına sahip çok fonksiyonlu seramik üretiminde çekici bir katkı maddesidir. Son birkaç yılda ilgi grafen polimer kompozitlere kıyasla seramik matriksli kompozitlere odaklandı. Grafen destekli seramikler grafen katkısından dolayı büyük bir potansiyele sahip olmaktadır (Porwal ve ark., 2013).

Seramik nanoliflere olan ilginin artmasının nedenleri arasında bu malzemenin yüksek sıcaklığa dayanıklılığı, kimyasal kararlılığı yüksek olması, özgül elektrik iletkenliği, biyolojik uyumu, zehirli olmaması, yarı ya da seçimli geçirgenliğe sahip olması

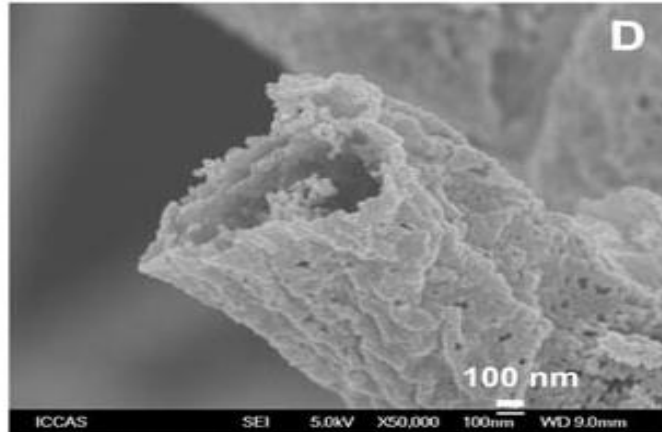
sayılabilir. Seramiklerin ucuz ve ham madde olarak da bol bulunması, aşınmaya ve oksitlenmeye karşı dirençli olması, sürtünme katsayılarının düşük olması avantajları arasında yer alır. Tüm bu avantajlarına karşılık seramiklerin istenmeyen özelliği ise gevrek olmasıdır. İhtiyaca göre polimer veya metal malzeme katkısıyla kompozit malzeme elde edilerek bu istenmeyen özellikler bertaraf edilebilir (Panda, 2007).

Nano yapılı seramikler boyalar ve pigmentler gibi basit günlük uygulamalardan biyo görüntüleme ve sensörler gibi gelişmiş uygulamalara kadar geniş dağılımda kullanım alanına sahiptir. Bu alandaki önemli ilerlemeler yapı ve özellik kontrollü nano malzemelerin üretim yöntemlerinin gelişmesinden sonra meydana gelmiştir. Elektrospınleme ile elde edilen inorganik nanolifler elektriksel, optik ve manyetik özellikleri sebebiyle sensörler, katalizörler, piller filtreler ve seperatörler gibi geniş bir skalada uygulama alanı bulurlar (Wu ve ark., 2012).

Xiang ve arkadaşları polivinil prolidon (PVP) başlangıç polimeri kullanarak elektrospınleme yöntemi ve kalsinasyon işlemi ile gözenekli içi boş CuO nanolifleri hazırlamışlardır. Metal oksit ve metal lifleri hazırlamak için yeni bir öneri sunmuşlardır (Xiang ve ark., 2011).



Şekil 2.7. Gözenekli içi boş CuO nanolif oluşumu (Xiang ve ark., 2011)



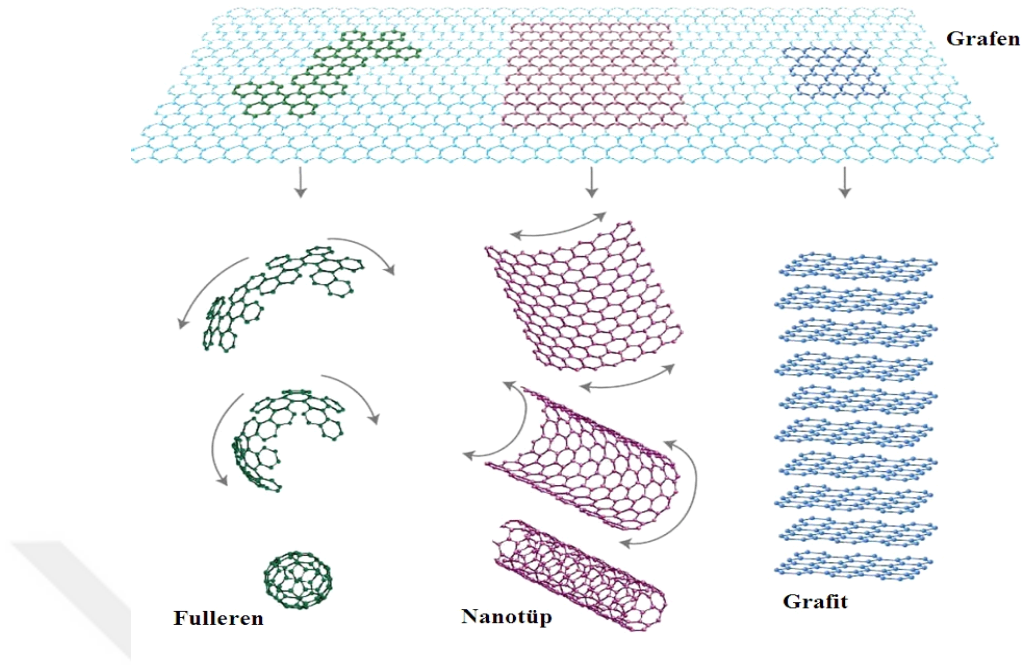
Resim 2.5. İçi boşluklu ve gözenekli CuO nanolif SEM fotoğrafı (Xiang ve ark., 2011)

Bakır oksit nanolifler ile yapılan çalışmaların uygulama alanları incelendiğinde sensör teknolojileri çoğunluktadır. Dung ve arkadaşları elektrospinlenmiş bakır oksit nanolifleri ile etanol, hidrojen ve sıvılaştırılmış petrol gazı tanımlayabilen gaz sensörü yapmışlardır (Dung ve ark., 2016).

2.6. GRAFEN ve GRAFEN OKSİT

Grafen, karbon atomlarının sp^2 hibritleşmesi sonucu oluşan ve tüm grafitik malzemenin yapıtaşı olan bal peteği şeklinde nano boyutta parçacıktır. Grafen, kuvvetli bağ yapısına sahip iki boyutlu ve tek atom kalınlığındaki grafit tabakasıdır. Üstün elektriksel ve termal iletkenliğe, mekanik güce, güçlü optik özelliklere sahip olması, esnek, hafif ve şeffaf olması nedeniyle son yıllarda geniş kapsamlı çalışılan bir materyaldir. Geniş uygulama alanları ile de günümüzde araştırılan en önemli materyallerden birisidir (Sengupta ve ark., 2011).

Grafen 2004 yılında Andre K.Geim ve Konstantin Novoselov adlı iki bilim insanı tarafından selobantla grafitin üzerinden grafen tabaka ayırmalarıyla keşfedildi. 2004'te deneysel olarak sentezlenen grafenin iki boyutlu kristallerden meydana geldiği ispatlanmıştır. 2005'te Novoselov ve ekibi grafeni tek tabaka halinde sentezlemeyi başarmış ve beklenenden çok daha farklı elektronik ve fiziksel özelliklere sahip olduğunu ispatlamıştır. Novoselov ve Geim'e grafenin keşfi Nobel ödülü kazandırmıştır (Akbudak, 2016).



Şekil 2. 8. Karbon allotroplarının moleküler yapısı (Geim ve Novoselov, 2007)

Karbonun sp^2 hibritleşmesi yapan allotropu grafitin tek tabakasına grafen, grafenin boru şeklinde katlanmasıyla oluşan yapılar karbon nanotüp, 60 karbon atomuna sahip grafenin futbol topu şeklindeki yapısına da fulleren denir. Grafit karbon atomlarının üst üste yığılması ve geniş, yassı levhalar oluşturacak biçimde, iki boyutlu düzlemde birbirlerine bağlanması ile oluşan bir yapıdır. Grafit yapısı içerisinde karbon atomlarının meydana getirdikleri tabakalar düzlem içerisinde bağlar kuvvetlidir ancak düzlemler arasındaki bağlar ise zayıftır (Tiyek, 2016).

Grafen, normal şartlar altında $15\ 000\ \text{cm}^2\text{V}^{-1}\text{s}^{-1}$ iletkenliğine sahiptir. Yüzey alanı $2630\ \text{m}^2\text{g}^{-1}$ kalınlığı ise 1-2 nm'dir. Grafen $5300\ \text{Wm}^{-1}\text{K}^{-1}$ termal iletkenliği ile karbon nanotüpler (CNTs) ile altın, gümüş ve bakır gibi metallere daha iyi iletkenliğe sahiptir. Tek tabakalı grafenin optik geçirgenliği % 97,7'dir. Tek tabakalı grafen literatürde geçen en güçlü malzemedir. Elastisite modülü 1TPa olması çekme dayanımınının 130 GPa olması düşük yoğunluk geniş yüzey alanı, yüksek en boy oranı seramikler için istenilen bir destek elemanı yapar. Güçlü ve sağlam grafen temelli seramik kompozit üretmek için grafenin malzeme içindeki dağılımı en önemli gereksinimlerden biridir (Bolotin ve ark.,2008; Markandan, 2016).

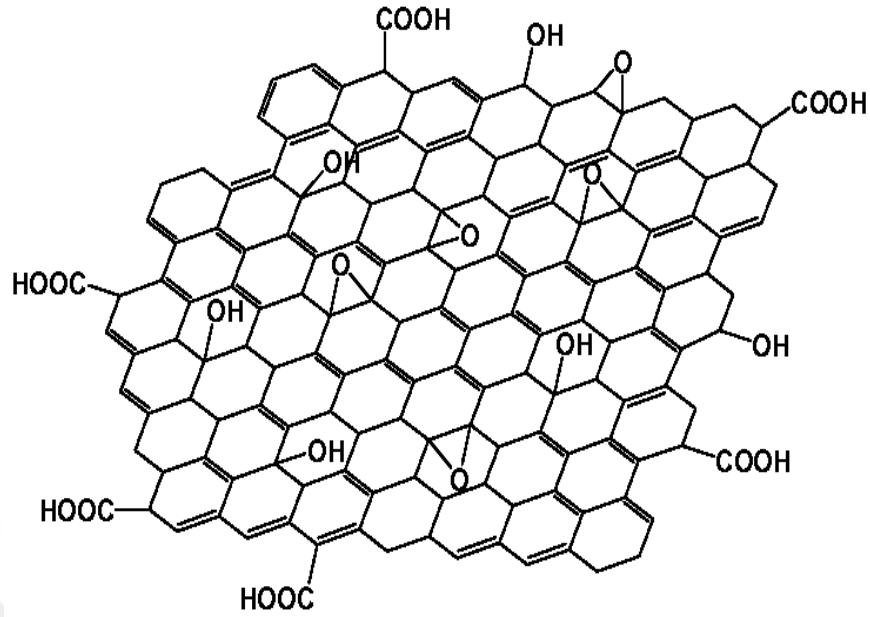
Çizelge 2. 2. Karbon allotroplarının karşılaştırılması (Choi 2012)

ÖZELLİK	FULLEREN	GRAFİT	KARBON NANOTÜP	GRAFEN
Yüzey alanı (m ² /g)	5	10	1315	2630
Termal iletkenlik (W/mK)	0,4	3000	<3000 (çok duvarlı knt)	5300
İletkenlik (cm ² /Vs)	0,56	13000	100000	15 000 SiO ₂ üzerinde 200 000 serbest halde
Elastitile(young) modülü (TPa)	0,01	1,06	0,64	1
Optik Geçirgenlik (%)	-	-	-	97,7

Grafen oksit (GO) çözücü içinde kolaylıkla dağılması, dielektrik özelliği, şeffaflığı, elektronik özelliklerinin ayarlanabilir olması ve üstün mekanik özellikleri sebebiyle kullanım alanları gün geçtikçe genişleyen özel bir malzemedir.. Diğer yandan hidrofilik özellikli grafen oksitte sp² bağlarının bozulması sebebiyle elektriksel iletkenlik açısından yalıtkan hale gelmektedir (Park, 2009; Marcano 2010).

Grafen oksit yapısındaki oksijen atomlarının fazla olması sayesinde polar çözücü içinde grafene oranla daha iyi bir çözünürlüğe sahip olduğundan daha çok tercih edilmektedir (Narasimnan ve ark., 2015). GO elektrospinlemede başlangıç polimeri olarak yaygınca kullanılan PVA içerisinde çok iyi dağılmaktadır. Wang ve arkadaşları ürettikleri PVA/GO kompozit nanoliflerde % 0,02 grafen oksit ilavesinin nanolifin çekme germe gücünü 42 kat artırdığını görmüşlerdir (Wang ve ark., 2012).

Grafen oksit grafitte fonksiyonel gruplar kazandırılarak sentezlenmektedir. Yapısındaki epoksi, karboksil ve hidroksil gurupları sayesinde organik çözücüler ve su içerisinde çözünebilmektedir. GO’te bulunan oksijen atomları karbonlara kovalent bağlarla bağlanmıştır. GO’in indirgeyici reaktiflerle reaksiyona girmesi neticesinde hidrofobik özellikli indirgenmiş grafen oksit (rGO) elde edilir (Park 2009).



Şekil 2. 9. Grafen oksit moleküler yapısı

2.7. GRAFEN ve GRAFEN OKSİT KULLANIM ALANLARI

Grafen; geniş yüzey alanı, mükemmel elektriksel iletkenlik, güçlü mekanik kuvvet benzersiz termal iletkenlik, olağanüstü biyouyumluluk, etkin işlevsellik gibi benzersiz fizikokimyasal ve biyokimyasal özelliklere sahiptir. Grafen, GO ve rGO birçok farklı alanda ilgi çeken, çok yönlü malzemelerdir. Grafen temelli kompozit malzemelerin geliştirilmesiyle performans iyileştirilmesi yapılarak grafen neredeyse tüm endüstri kollarında uygulama alanı bulmuştur (Dimiev 2016). Grafen ve grafen oksitin uygulamalarını aşağıdaki şekilde sıralayabiliriz:

- Yüksek duyarlılık ve kesinliğe sahip grafen destekli kimyasal sensörler ve biyosensörler
- Biyomedikal, biyogörüntüleme, ilaç ve gen salınımı, fototermal terapi (Yang ve ark, 2013)
- Güneş pilleri, süper kapasitörler (Luo, 2012)
- Elektrik depo eden ultra kapasitörler (Vivekchand,2008),
- Şarj ömrü uzun süper pil malzemesi (Paek 2009),
- Şeffaf, esnek dokunmatik ekranlar

- Uzay ve uçak endüstrisi için yüksek dirençli ve düşük ağırlıklı malzemeler
- Elektronik, nanoelektronik (transistörler) ve medikal tekstil
- Hidrojen depolama ve yakıt hücreleri için kataliz
- Fitreleme teknolojileri, adsorpsiyon gücüyle ağır metal ayrıştırma, su arıtma

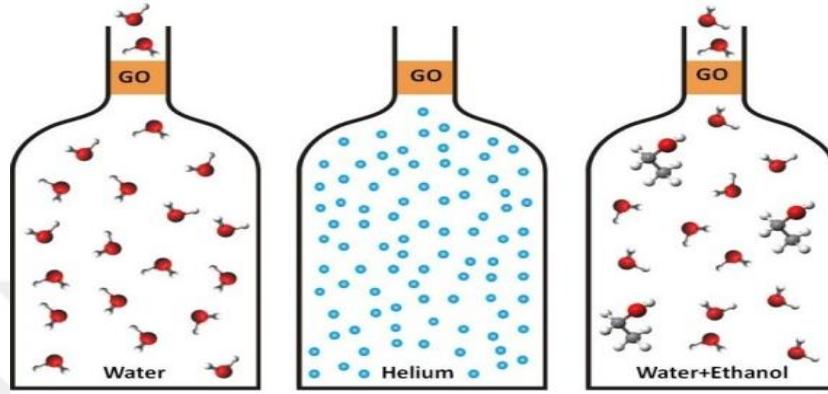
Grafen oksit biyomedikal ve tıp alanında, mükemmel biyouyumluluğu ve antibakteriyel özelliği ile yer bulur. Kontrollü ilaç salınımında (normal hücreyi etkilemeden tümör hücrelerini hedef alabilmesi) ve gen salınımında kullanılmıştır. Benzersiz optik özellikleri ile biyogörüntüleme teknolojilerinde yer edinmiştir (Yang ve ark., 2013).

Grafen kompozitler metal ve metaloksit nanopartiküllerle güçlendirilerek mevcut uygulamalardan daha yüksek kapasitede enerji depolama sağlamaktadır (Yoo, 2008).

Yeni nesil filtreleme teknolojilerinde grafen destekli membranlar önemli başarılar sağlamıştır. Grafenin antibakteriyel aktivitesi, adsorbe etme gücü ve gözenekli yapısı deniz suyundan içme suyu eldesi ve atık su arıtmada önemli gelişmeler sunmaktadır. Manchester Üniversitesi Ulusal Grafen Enstitüsündeki bir grup araştırmacı tek tabaka grafen oksit yapısının şişmesi ve su moleküllerinin arasına nüfuz etmesiyle tuzun filtre edilebileceğini böylelikle deniz suyundan içme suyu elde edilebileceğini belirtmişlerdir. GO katmanlarından yapılan ince zarların, su hariç helyum dahil tüm gaz ve buharlara karşı geçirimsiz olduğu keşfedilmiştir. Grafen oksit kullanılarak geliştirilen yeni membranların, bir elektrik akımı kullanarak su akışının hassas bir şekilde kontrol edilmesini sağladığı gösterilmiştir. Membranlar, gerektiğinde suyun içinden tamamen geçmesini engellemek için bile kullanılabilir (Robinson, 2018).

Grafenin esnekliği ve iletkenliği giyilebilir elektronik tekstil alanında da uygulama alanı bulmuştur. Gelecekte tekstil malzemelerinin bilgi aktarımı, iletişim, insanların ve hassas elektronik cihazların elektromanyetik dalgalardan ve elektrostatik boşalmalardan korunması gibi işlevleri olacaktır. Grafen, grafenoksit ve indirgenmiş grafen oksit polimer çözelti ile kullanılarak elde edilen lifler, iplikler tekstil malzemesinin sağlığını arttırdığı gibi iletkenliği de arttırmaktadır. Malzemelerin mekanik, optik, termal ve iletkenlik özelliklerinin yüksek olması ürünün de

kalitesini yükseltmektedir. Grafen teknolojide önemli bir yeri olan silisyum kıyaslanırsa elektron hızı 100 kat fazla olduğu görülür. Kolayca esneyebilen malzemelerin yüzeyine kolayca kaplanabilen grafen, teknolojik açıdan çok önemli yeniliklere neden olacak malzeme bir malzemedir (Şenel ve ark., 2015).



Şekil 2. 10. Grafen oksit filtrenin seçiciliği (Nair, 2014)

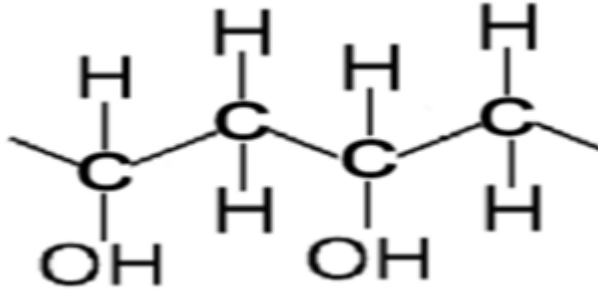
Grafen mükemmel elektron taşıma özelliğiyle güneş pilleri, lityum iyon piller, süper kapasitörler, elektron depolama, kataliz gibi enerji alanlarında umut verici olmuştur. Grafen destekli nanomalzemelerin muhtemel enerji uygulamalarından yararlanmak için dünyada çok yoğun çalışmalar yapılmaktadır. Grafen yapılarının iyi tanımlanması ve bu malzemelerin fonksiyonel cihazlara dönüştürülmesi iki önemli sorundur (Luo ve ark., 2012).

3. MATERYAL VE YÖNTEM

3.1. Materyal

3.1.1. Polivinil alkol (PVA)

PVA, suda çözülebilen, kullanım kolaylığı olan, toksik olmayan biyoyumlu ve nanolif üretiminde iyi bir destek elemanı olan hidrofilik bir polimer olması nedeniyle tercih edilmiştir (Koski ve ark., 2004). Bu çalışmada kullanılan PVA ticari olarak temin edilmiştir. Molekül ağırlığı 85000-124000 g/mol, molekül formülü $(C_2H_4O)_n$ olan PVA'nın yapı formülü Şekil 3.1'deki gibidir.

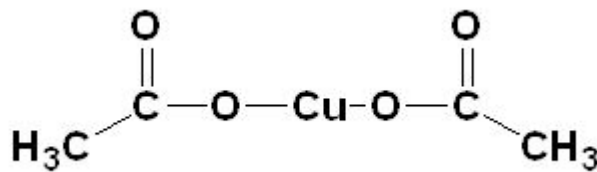


Şekil 3. 1. Polivinil alkol yapı formülü

PVA polimeri ve diğer kimyasallar için çözücü olarak sadece saf su kullanılmıştır.

3.1.2. Bakır asetat ($Cu(CH_3COO)_2 \cdot nH_2O$)

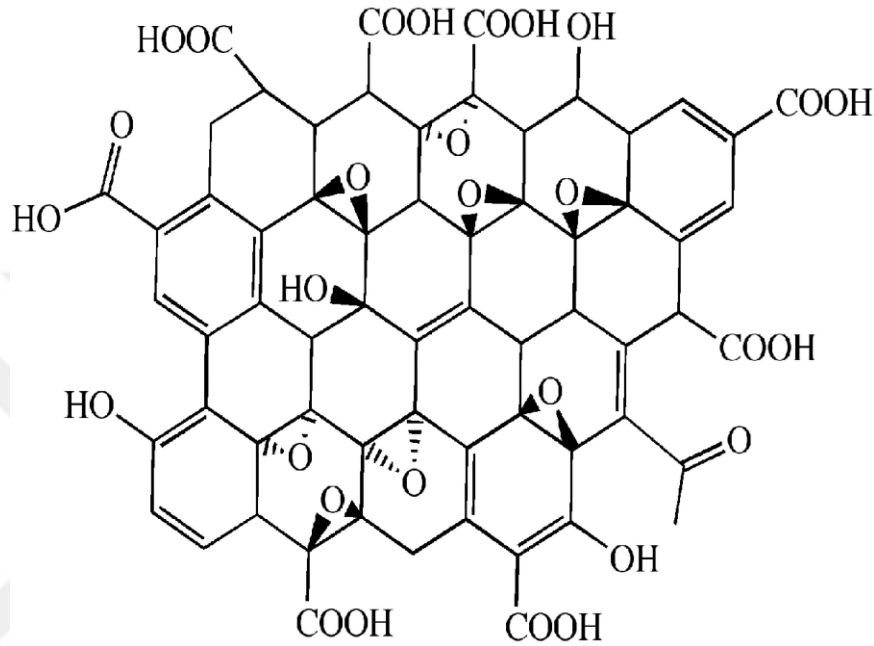
Seramik nanolif üretiminde seramik malzemeye ulaşmak için bakır asetat kullanılmıştır. Molekül ağırlığı 199,65 g/mol, molekül formülü $Cu(CH_3COO)_2 \cdot nH_2O$ olan bakır asetatın yapı formülü Şekil 3.2'deki gibidir.



Şekil 3. 2. Bakır asetat yapı formülü

3.1.3. Grafen oksit (GO)

Ticari olarak temin edilen grafen oksit derişimi 1 mg/mL (w/v) ve suda dispersiyon halindedir.



Şekil 3. 3. Grafen oksit yapı formülü

3.1.4. Elektrosinleme düzeneđi

Nanolif üretiminde kullanılan elektrosinleme düzeneđi elemanları Şekil 3. 4'deki gibi üç parçadan oluşmaktadır. Bunlar; kontrollü bir şekilde spinlenecek çözeltiyi sisteme sağlayan New Era marka NE-300 model şırınga pompası, nanolif üretimi için gereken yüksek voltajı sağlayacak olan 30 kV'luk Gamma High Voltage Research marka ES30P-10W model güç kaynađı ve nanolifi biriktirmek için gereken topraklanmış metal toplayıcı plakadır. Metal toplayıcı plakanın üzeri aliminyum folyo ile sarılmıştır. Üretilen nanolifler bu folyoda biriktirilip işlem sonunda folyo ile birlikte plakadan ayrılmıştır. Etüvde kurutma işlemi tamamlandıktan sonra nanolifler aliminyum folyo üzerinden temiz bir spatül yardımıyla uzaklaştırılmıştır.

Elektrosinleme işleminde kullanıcıyı elektrik çarpmaları ve saçılmardan korumak için düzenek elemanları koruyucu cam bir kabin içerisine yerleştirilmiştir.



Resim 3. 1. Elektrosinleme dzenegi elemanlari a) Őiringa Pompası
b) Guc Kaynagi c)Toplayici Plaka

3.1.5. Hassas terazi

Çözeltinin hazırlanması aşamasında tartım işlemleri için Gibertini marka Europe 200 model hassas terazi kullanılmıştır.

3.1.6. Isıtıcı manyetik karıştırıcı

Çözelti hazırlama aşamasında çözeltinin ısıtılması ve karıştırılmasında Stuart marka SB162 model ısıtıcı manyetik karıştırıcı kullanılmıştır.

3.1.7. Etüv

Elde edilen nanoliflerin kurutulmasında ya da sudan uzaklaştırılmasında Nüve marka FN 500 model etüv kullanılmıştır.

3.1.8. Fırın

Nanoliflerin kalsinasyonu 400°C’de iki saat süresince Nüve marka MF 120 model fırın kullanılarak yapılmıştır.

3.1.9. Taramalı elektron mikroskobu (SEM)

Elde edilen yüzeylerin görüntüleri FEI marka QUANTA 450 FEG model cihaz ile incelenmiştir. SEM cihazına bütünleşmiş olan EDX cihazı ile de kalsinasyon sonrası numunedeki element miktarları tespit edilmiştir.

3.1.10. FT-IR (fourier transform infrared) spektrometresi

Üretilen nanoliflerin fonksiyonel grup analizleri THERMO Scientific marka 4700/5700/6700/8700 model IR spektrometresiyle gerçekleştirilmiştir.

3.1.11. Termogravimetrik ve diferansiyel termal analiz (TGA/DTA)

Sıcaklığa göre kütle değişimini ölçen termogravimetrik analiz (TGA), referans ve örnek arasındaki sıcaklık farkını ölçen diferansiyel termal analiz (DTA), eş zamanlı olarak SCHIMADZU marka DTG-60H model termal analiz cihazı ile yapılmıştır.

3.1.12. Diferansiyel taramalı kalorimetri (DSC)

Üretilen nanolif malzemenin camısı geçiş sıcaklığı (T_g), kristallenme sıcaklığı (T_c), erime sıcaklığı (T_m), termal kararlılığı gibi özelliklerinin analizi için SCHIMADZU marka DSC-60 model diferansiyel tarama kalorimetresi kullanılmıştır.

3.2. Yöntem

Elektrospindle yönteminde ilk aşama spinlemeye uygun viskozitede çözeltinin oluşturulmasıdır. Nanolif yapının destek malzemesi olan standart % 10'luk PVA çözeltisi ardından bakır asetat sulu çözeltisi hazırlanmıştır. İkili ve üçlü çözeltilerde ilave edilen bakır asetat ve grefen oksit çözeltileri ile de viskoz yapı korunmuştur. Nanolif üretimi için farklı içerikte üç çözelti ve aynı içerikte farklı oranda üç çözelti olmak üzere altı çözelti hazırlanmıştır. Bunlar aşağıda sıralandığı gibidir.

1. % 10'luk PVA çözeltisi
2. % 50'lik CuAc/PVA çözeltisi
3. % 1'lik GO/PVA çözeltisi
4. % 0,1'lik GO/CuAc/PVA çözeltisi
5. % 0,5'lik GO/CuAc/PVA çözeltisi
6. % 1'lik GO/CuAc/PVA çözeltisidir.

Her bir çözelti için çalışma koşullarını belirlemek amacıyla mesafe, akım ve pompalama hızı değerleri optimize edilmiştir. Nanolif üretiminde optimize edilen şartlar altında gözlenen Taylor Konisi, ürünlerin toplayıcı üzerinde lif formunda biriktiğinin göstergesidir.

3.2.1. PVA çözeltisinin hazırlanması

Manyetik karıştırıcı ile karışmakta olan 70 °C'deki 90 g saf suya 10 g PVA azar azar ilave edilir. Isı 80°C'ye çıkartılarak tamamen çözünme gerçekleşinceye kadar karışması sağlanır. Oda sıcaklığında beş saat daha karıştırılır. PVA çözelti yüzeyinde kuruma olmaması için beher parafilm ile kaplanır. Hazırlanan kütlece % 10'luk PVA diğer aşamalarda kullanılmak üzere muhafaza edilmiştir.

3.2.2. PVA/Cu(CH₃COO)₂.nH₂O çözeltisinin hazırlanması

Bakır asetat deiyonize suda çözülerek bakır asetat çözeltisi hazırlanmıştır. Karışmakta olan 60 °C de ki % 10'luk PVA çözeltisine ilave edilerek homojen çözelti oluşana kadar karıştırma işlemi devam etmiştir. İki çözelti de karışmadan önce aynı sıcaklığa getirilmiştir.

3.2.3. PVA/GO çözeltisinin hazırlanması

Isıtılmakta ve düzenli bir hızda karışmakta olan PVA üzerine dispersiyon halinde bulunan grafen oksit damla damla ilave edilerek karıştırma işlemine homojen çözelti elde edilene kadar devam edilir. Bu çözeltide ki grafen oksit miktarı % 1 olarak ayarlanmıştır.

3.2.4 PVA/Cu(CH₃COO)₂.nH₂O/GO çözeltilerinin hazırlanması

Bakır asetat çözeltisi % 10'luk PVA çözeltisine ilave edilir ve tam karışma gerçekleşikten sonra dispersiyon halinde olan grafen oksit karışmakta olan PVA/bakırasetat çözeltisine damla damla eklenir. Karıştırma hızının düşük olması dağılmanın homojen olmasında etkilidir. Yüksek hızda karıştırıldığında topaklanma oluşmaktadır. Bu çözeltiler grafen oksitin farklı oranları (% 1, % 0,5, % 0,1) için grafen oksit miktarı değiştirilerek hazırlanmıştır.

3.2.5. Polimer çözeltilerinden elektrospinleme ile nanolif eldesi

Hazırlanan altı adet çözeltilerden mesafe, voltaj, pompalama hızı optimizasyonları sağlanarak altı adet nanolif elde edilmiştir. Bunlardan ilk üçü çalışmanın diğer aşamalarında standart kabul edilmesi için hazırlanmıştır. Çizelge 3.1’de görüldüğü gibi PVA, bakır asetat ve grafen oksit üçlü çözelti spinlendiğinde uygulanan voltaj PVA çözeltisine uygulan voltaja göre % 50 daha düşüktür. Voltajın düşmesi daha düşük maliyette nanolif üretimini sağlar.

Çizelge 3.1. Mesafe-voltaj-pompalama hızı optimizasyonları

ÇÖZELTİ	MESAFE (cm)	VOLTAJ (kV)	POMPALAMA HIZI (ml/sa)
PVA	14	21	1
PVA/CuAc	14	18	0,5
PVA/GO	12,5	13	0,5
PVA/CuAc/GO(%1)	14	10	0,3
PVA//CuAc/GO(%0,5)	14	15	0,2
PVA/CuAc/GO(%0,1)	12	14	0,3

3.2.6. SEM (Taramalı elektron mikroskobu) analizi

Elde edilen tüm nanolif yüzeyler numaralandırılarak SEM cihazında farklı büyütme oranlarında görüntüleri alınmış ve nanolif yapılarının çapları ölçülmüştür. Kalsinasyon işlemi sonrası elde edilen ürünün de SEM fotoğrafı alınmış ve nanoliflerin yapısal özellikleri ve çapları kıyaslanmıştır. SEM cihazına bağlı EDX cihazı ile de element analizi yapılmıştır.

3.2.7. FT-IR (Fourier Transform Infrared) analizi

Nanoliflerin kimyasal bağlarının titreşim frekansları, nanoliflerin sahip olduğu fonksiyonel gruplara, bağ türlerine, bağlı atomlara işaret eder. Üretilen nanoliflerin IR spektrumları alındıktan sonra kalsinasyon sonrasında tekrar IR spektrumları alınarak karşılaştırma yapılmıştır.

3.2.8. Termal analiz (DSC, TGA/DTA)

Elde edilen nanoliflerin termal özelliklerini belirlemek amacıyla diferansiyel taramalı kalorimetre (DSC), termal ve gravimetrik değişimlerini belirlemek içinde termogravimetrik ve diferansiyel termal analiz yapılmıştır.

3.2.9. PVA/Cu(CH₃COO)₂.nH₂O/GO kompozit nanolifin kalsinasyonu

% 1 oranında GO içeren PVA/CuAc/GO nonalifi Nüve marka MF 120 model kül fırınında 400°C de 2 saat boyunca kalsine edilmiştir.



4.ARAŞTIRMA SONUÇLARI VE TARTIŞMA

Elektrospınleme yöntemi ile ürettiğimiz altı adet farklı içerik ve oranlarda nanolif yüzeylerden alınan numuneler taramalı elektron mikroskobu hücresine yerleştirilerek SEM fotoğrafları alınmış ve nanolif çapları hesaplanmıştır. Ürünlerin lif formunda olup olmadıkları, yapıda boncuk oluşumu gibi istenmeyen durumların varlığı, gözeneklilik gibi yapısal özellikleri SEM analiziyle tespit edilmiştir. Liflerin ağ yapısı, lif kalınlıklarının doğrusallığı incelenmiştir.

Nanoliflerde bulunan bağların titreşim frekanslarını ölçmek; nanoliflerin içerdikleri fonksiyonel grupları, bağ türlerini, bağlı atomları ve bağ konumlarını yorumlamak için elde edilen liflerin FT-IR spektrumları çekilmiştir. FTIR sonuçlarına göre yapıya giren ya da çıkan guruplar tespit edilmiştir. Aynı içerikte farklı oranlarda aynı malzemedden hazırlanan kompozitler birbiriyle karşılaştırılmıştır. PVA/CuAc/GO nanokompozit yüzeylerin tümünde grafen oksite ait pikler görülmüştür.

Üretilen nanoliflerden belirli kütlelerde numuneler alınmış, numunenin sıcaklığının kontrollü bir şekilde değiştirilmesiyle numunede meydana gelen fiziksel özelliklerin belirlenmesi için termal analizleri yaptırılmıştır Termal analiz yöntemlerinden TGA/DTA ve DSC analizleri ile ürünlerin termal kararlılığını değerlendirmek, maksimum kütle kayıplarının meydana geldiği sıcaklıkları belirlemek amaçlanmıştır. TGA/DTA analizinde ısıtma 900°C'ye kadar yapılmıştır. Bu sıcaklık sonrasında kalan kül miktarı değerlendirilmiştir. Analiz sonucu elde edilen termogramlar ile kalsinasyon sıcaklığına karar verilmiştir.

Kalsinasyon işlemi sonrası kalan malzemenin SEM görüntüsü alınmış lif formundaki değişimler incelenmiş, kalsinasyon öncesi ve sonrası karşılaştırılmıştır. SEM analiziyle birlikte yapılan EDX analiziyle kalsinasyon sonrası nanolif yapıdaki bakır, oksijen ve karbon oranları belirlenmiştir. Nanolif malzemenin kalsinasyonundan sonra FT-IR spektrumu, kalsinasyon öncesi FT-IR spekturumu ile karşılaştırılarak yapıdan uzaklaşmış guruplar belirlenmiştir. Ulaşılmak istenen bakır oksit seramik malzemeye ait pikler spektrumda oluşup oluşmadığı incelenmiştir. Araştırma sonuçları ayrıca literatürle de karşılaştırılmıştır.

4.1. Nanolif Yüzeylerin SEM Sonuçları

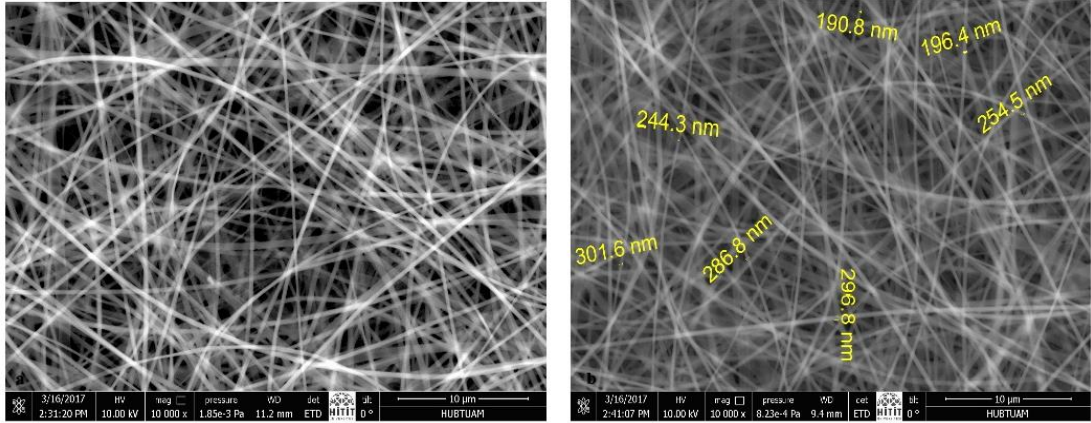
SEM fotoğrafları incelenen nanolif yapıların istenildiği gibi çaplarının nano ölçüde olduğu, boncuk oluşumu gibi istenmeyen durumların olmadığı, çap ölçülerinin genel anlamda birbirine yakın ve tekdüze yapıda olduğu görülmüştür. Grafen oksit, PVA/CuAc çözeltisine ilave edildiğinde viskozite oldukça artmış, şırınga ucunda donmalar olmuştur. Yeni şırınganın takılması için sistem durdurulduğunda ve tekrar açıldığında tekdüze lif yapısından sapmalar olduğu belirlenmiştir. Grafenin farklı oranları ile de hazırlanan kompozitlerde de aynı sorun görülmüştür.

PVA ve PVA/CuAc nanolif yüzeyine ait 10000x büyütmedeki SEM görüntüleri Resim 4.1'de görüldüğü gibidir. Boncuksuz ve düzgün ağ yapısındaki nanolifler ortalama 250 nm çapında oluşmuştur. Bakır asetat ilavesi ile iletkenlik artmış ve ikili kompozit nanolifler PVA nanoliflere göre daha az voltaj uygulanarak oluşturulmuştur.

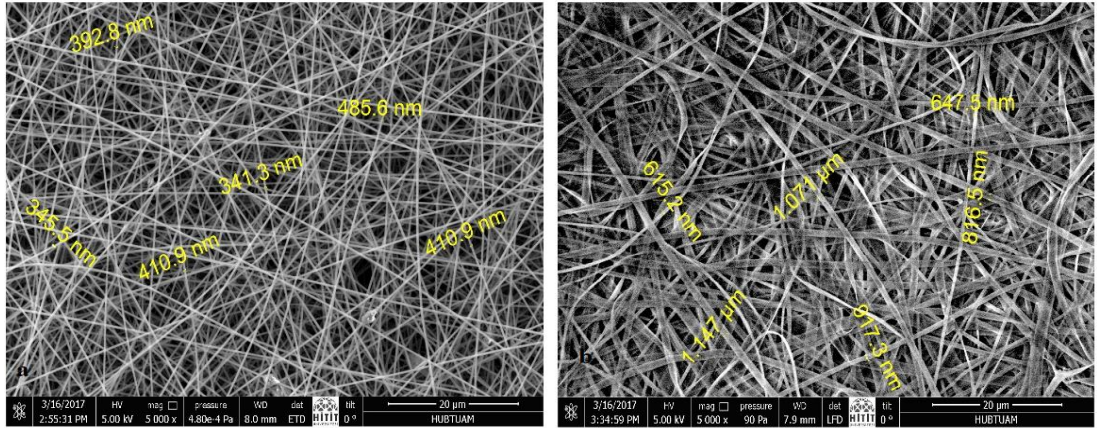
5000x büyütmedeki PVA/GO nanolifi, bakır asetat katkılı PVA/CuAc/GO(% 1) nanolifi SEM görüntüleri ile kıyaslandığında PVA/GO nanolifinin çap boyutlarının birbirine yakın ve tekdüze yapıda olduğu Resim 4.2'de görülmektedir. PVA/CuAc/GO(% 1) nanoliflerinin ağ yapısı daha düzensiz, nanolif çapları arasındaki fark ise daha yüksektir. Üretilen altı adet nanolif malzemedan lif yapısı en düzgün olan, lifler arasındaki çap farkı en az olan PVA/GO lifi olduğu görülmektedir.

PVA/Cu(CH₃COO)₂.nH₂O/GO(% 0,1) ve PVA/Cu(CH₃COO)₂.nH₂O/GO (% 0,5) nanoliflerine ait 10000x büyütmedeki SEM görüntüleri Resim 4.3'de incelendiğinde, oluşan ağ yapısı grafen oksit katkısının nanolif yapısında çapraz bağlanma ve dallanmalara sebep olduğu yarıçapda ise artış gösterdiği söylenebilir.

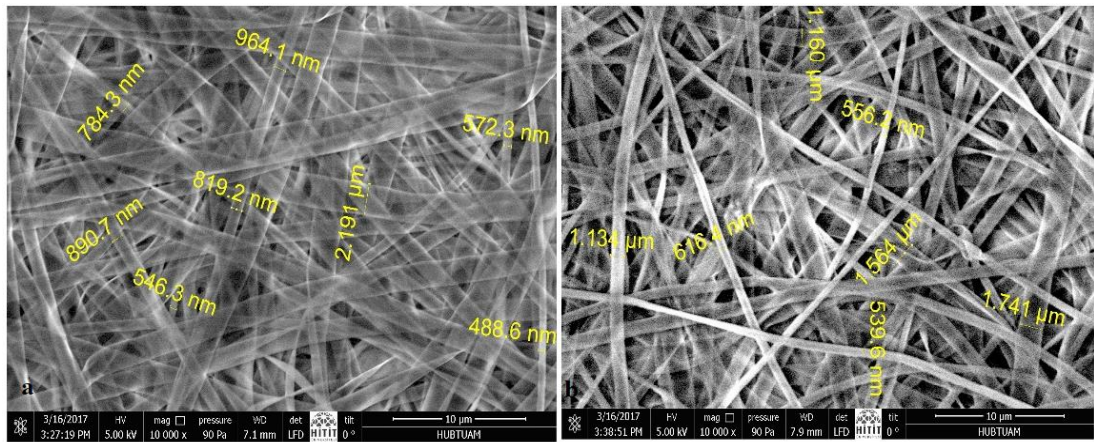
Grafen oksit katkısı ile viskozite aynı zamanda da çözelti iletkenliği artırmıştır. Viskozite arttığında daha ince lif çapına ulaşmak için voltaj artırılması gerekirken iletkenlik arttığı için voltaj düşmüştür. PVA nanolifleri ve ikili kompozit nanolifler üçlü kompozit nanoliflerin SEM görüntüleri karşılaştırıldığında lif çapları arası farkın yüksek olduğu göze çarpmaktadır. Üçlü yapıda homojenliğin tam olarak sağlanamamasından kaynaklanabilir.



Resim 4.1. a) %10'luk PVA nın SEM görüntüsü b) %10'luk PVA/CuAc ikili kompozit nanolifinin SEM görüntüsü



Resim 4.2. a) PVA/GO nanolifinin SEM görüntüsü b) PVA/CuAc/GO % 1 nanolifinin SEM görüntüsü

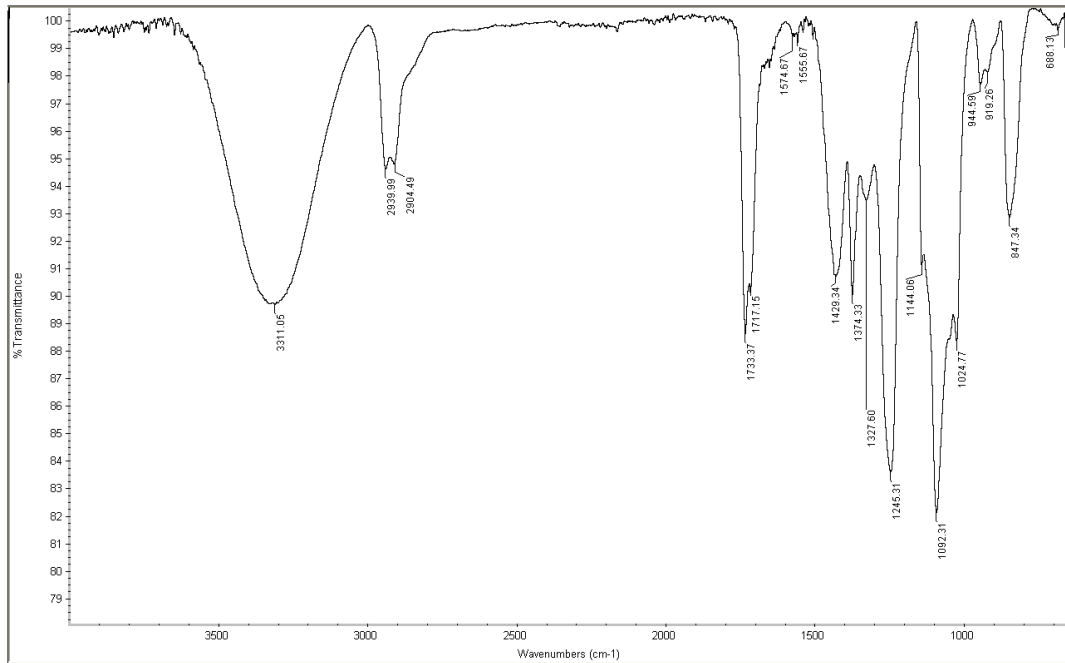


Resim 4.3. a)PVA/CuAc /GO % 0,5 nanolifinin SEM görüntüsü b)PVA/CuAc/GO % 0,1 nanolifinin SEM görüntüsü

4.2. Nanolif Yüzeylerin FT-IR Spektrumları

Elektrospınleme yöntemi ile elde edilen nanoliflerin yapısal analizi FT-IR spektroskopisi ATR (Attenuated Total Reflectance) modunda alınmıştır. Nanoliflerde bulunan bağların titreşim frekanslarını ölçerek, nanoliflerin içerdikleri fonksiyonel grupları, bağ türlerini, bağlı atomları ve bağ konumlarını yorumlamada FT-IR sonuçları dikkate alınacaktır. PVA ana zincirindeki gruplara ait bantlar

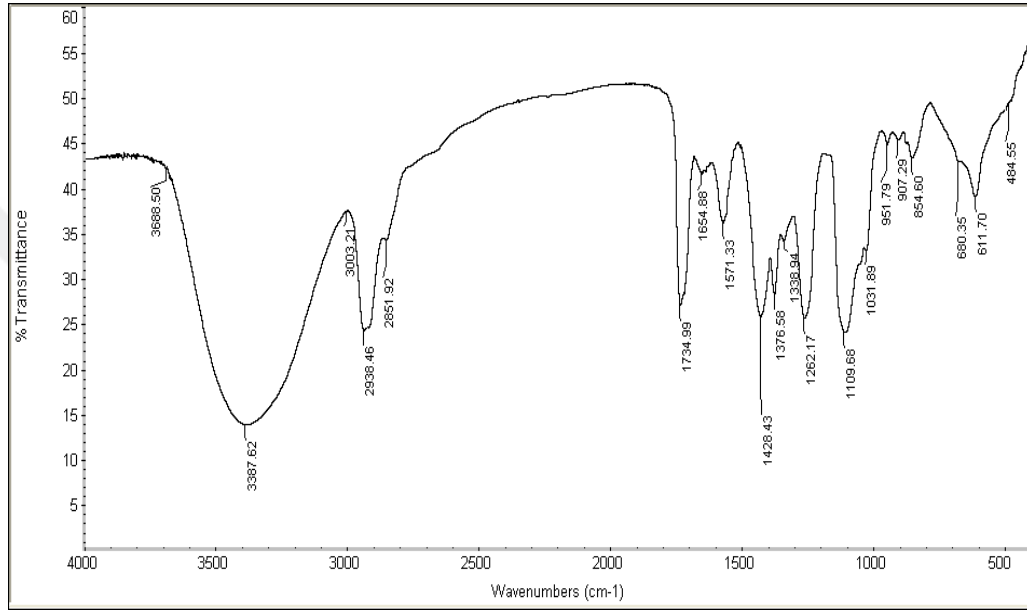
- (-OH) grubu gerilme bandı 3311 cm^{-1} ,
- (C-H) alkil gruplarına ait gerilme bantları 2919 cm^{-1} ,
- polivinil alkol oluşurken açığa çıkan kopolimer polivinil asetatdaki karbonil grubuna ait gerilme bandı 1733 cm^{-1} ,
- (C-H) eğilme bantları 1429 ve 1374 cm^{-1} ,
- (C-O) gerilme bandı 1245 ve 1092 cm^{-1} de görülmektedir (Şekil 4.1).



Şekil 4.1. % 10'luk PVA nanolifinin FT-IR sonucu

Literatürde raporlanan karakteristik CuO piki $450-650\text{ cm}^{-1}$ aralığında iki bant şeklindedir (Prakash ve ark., 2015). PVA/CuAc nanolifleri FT-IR grafiğinde PVA'ya ait pikler ve bakır asetat yapısındaki bağlara ait pikler görülmektedir.

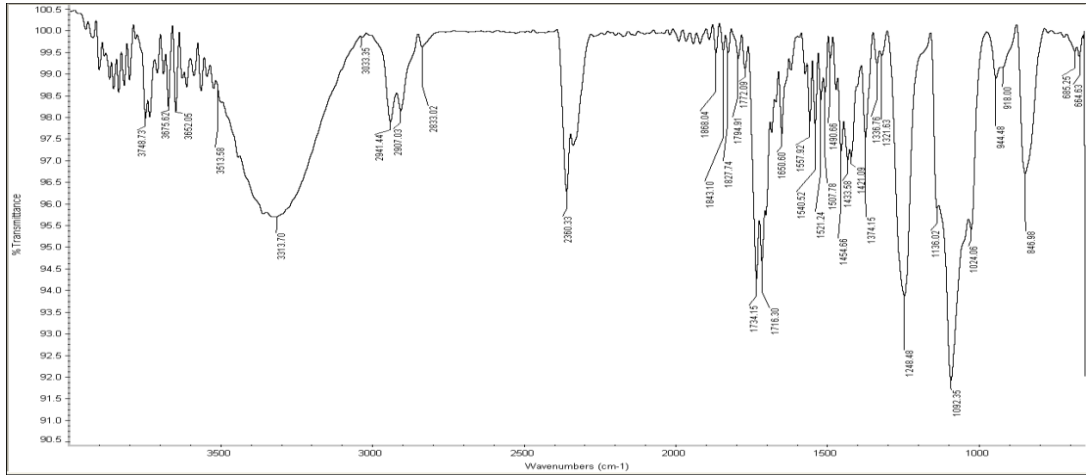
- Cu-O gerilme bandı 680 ve 611 cm^{-1} de iki bant olarak ortaya çıkmıştır. Bu pik çalışmamızda yer alan bakır asetat içeren FT-IR sonuçlarının tamamında bulunmaktadır (Şekil 4.2).
- 1733 cm^{-1} ve 1717 cm^{-1} 'de karboksil gurubuna ait pik görülmektedir.
- Alkil guruplarına ait gerilme pikleri 2936 cm^{-1} ve 2851 cm^{-1} de oluşmuştur.



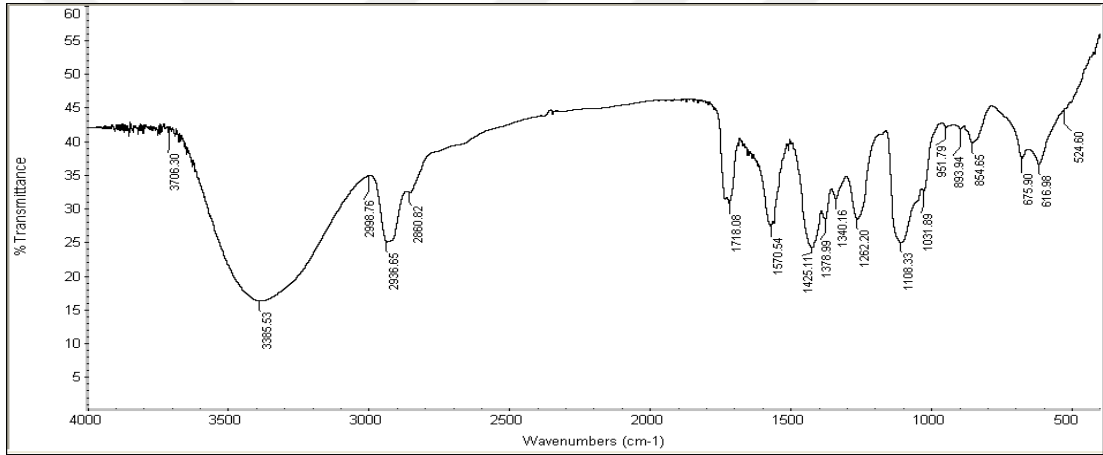
Şekil 4.2. PVA/Cu(CH₃COO)₂.nH₂O nanolifinin FT-IR sonucu

PVA/GO nanolifi FT-IR grafiğinde grafen oksitteki ve PVA ana zincirindeki guruplara ait bantlar birlikte görülmektedir.

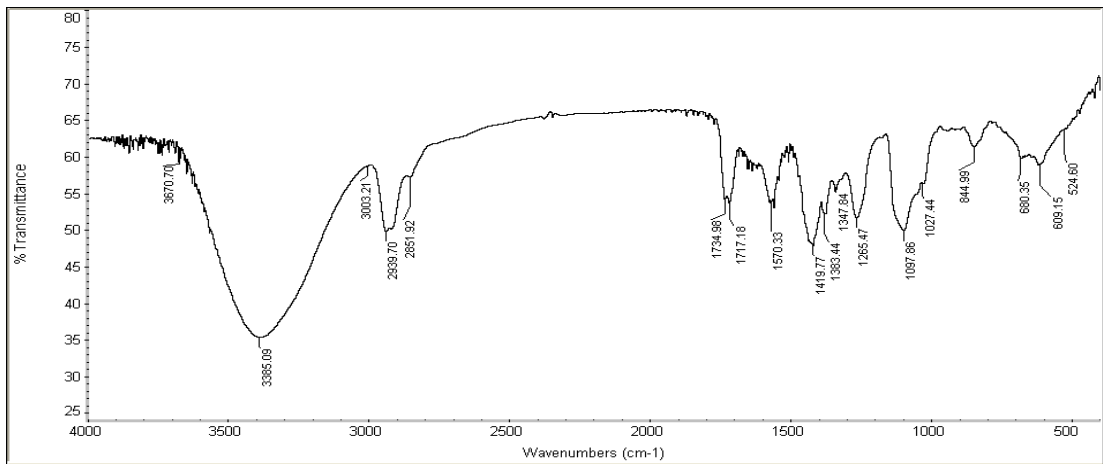
- 1734 cm^{-1} 'de karboksil guruplarına ait gerilme bandı
- 1433 cm^{-1} 'de -CH eğilme bandı vardır
- 2941 cm^{-1} ve 2907 cm^{-1} 'de CH gerilme bantları
- 3513-3533 cm^{-1} bölgesinde yayvan pik şeklinde hidrojen bağı yapmış hidroksil grubuna ait gerilme bandı görülmektedir.
- 1248 cm^{-1} ve 1092 cm^{-1} 'de C-O gerilme pikleri,
- 1650.60 cm^{-1} 'de de grafen oksitteki C=C aromatik grubuna ait gerilme bandı görülmektedir (Şekil 4.3).



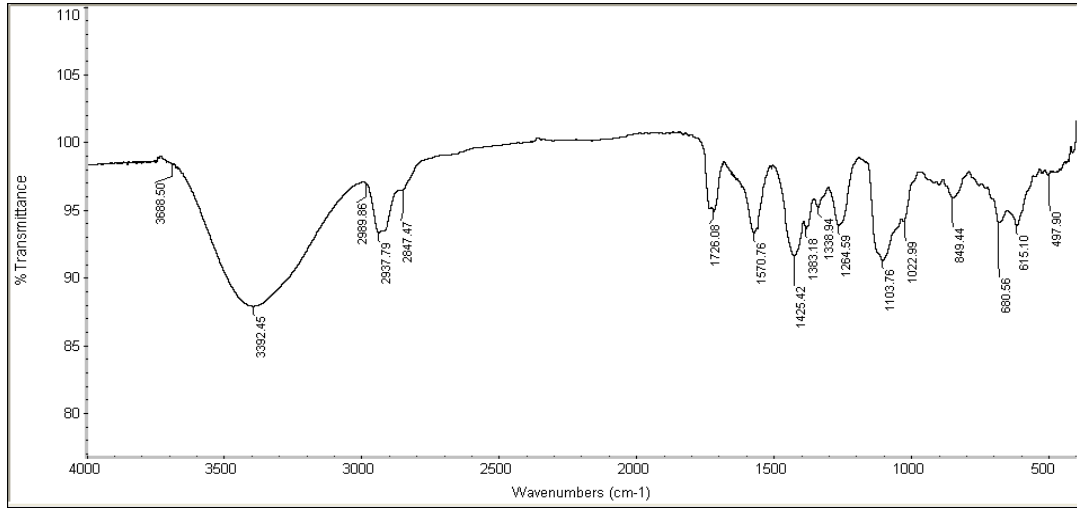
Şekil 4.3. PVA/GO nanolifi FT-IR sonucu



Şekil 4.4. PVA/Cu(CH₃COO)₂.nH₂O/Grafen Oksit (% 1)



Şekil 4.5. PVA/Cu(CH₃COO)₂.nH₂O/Grafen Oksit (% 0,5)



Şekil 4.6. PVA/Cu(CH₃COO)₂.nH₂O/Grafen Oksit (% 0,1)

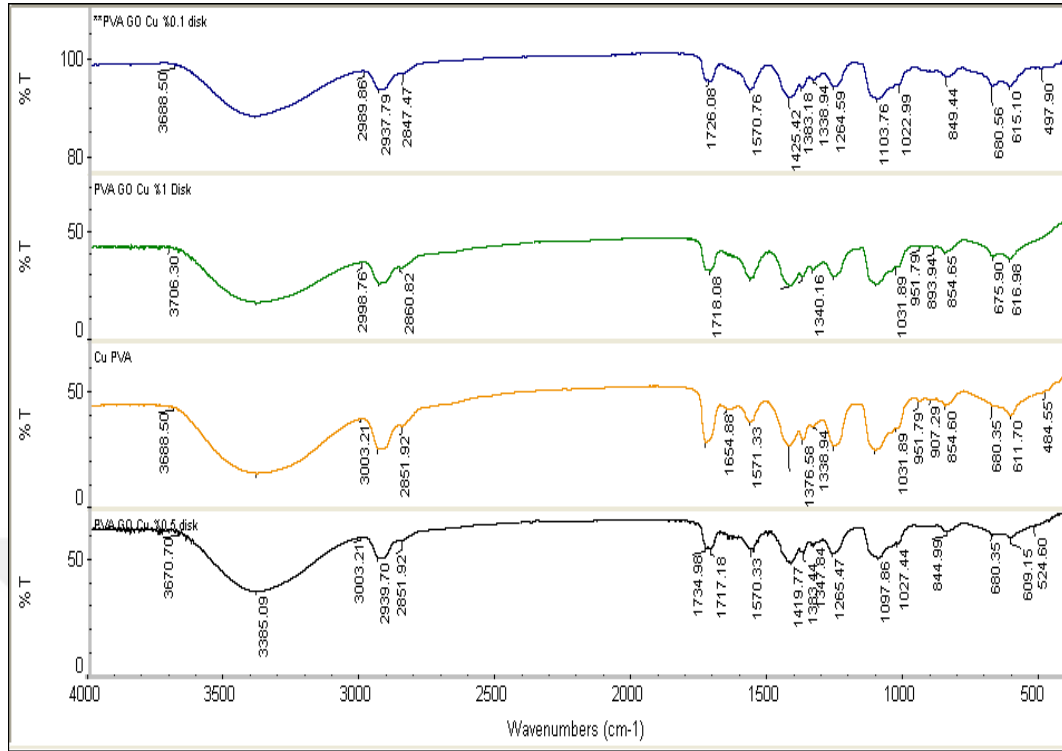
Grafen oksitteki karbonil (C=O) gruplarına ait gerilme bandı 1732 ve 1710 cm⁻¹ de iki pik şeklinde görülmektedir. Bu piklerde yapıya grafen oksitin girdiğini göstermektedir. 1420 ve 1374 cm⁻¹ de -CH düzlem içi eğilme bandı, 2937 cm⁻¹ ve 2909 cm⁻¹ de C-H gerilme bandları, 3613-3000 bölgesinde yayvan pik şeklinde hidrojen bağı yapmış hidroksil (-OH) gurubuna ait gerilme bandı görülmektedir.

Hidroksil (-OH) gurubu gerilme bandı 3311 cm⁻¹'de görülürken alkil gruplarına ait C-H gerilme bantları 2919 cm⁻¹'de görülmektedir. Polivinil alkol oluşurken açığa çıkan kopolimer polivinil asetatındaki karbonil grubuna ait gerilme bandı 1733 cm⁻¹, PVA'nın -CH eğilme bantları 1429 cm⁻¹ ve 1374 cm⁻¹'de oluşmaktadır. PVA'nın C-O gerilme bandı 1245 ve 1092 cm⁻¹ de görülmektedir.

Grafen oksitteki C=C aromatik grubuna ait gerilme bandı 1570 cm⁻¹ de görülmektedir.

C-O gerilme bantları ise 1251 ve 1108 cm⁻¹'de görülmektedir. Yapıdaki bakırı gösteren 675 ve 616 cm⁻¹'deki Cu-O piki bakır içeren ikili ve üçlü tüm kompozit lif FT-IR grafiklerinde görülmektedir.

Şekil 4.7'de PVA/CuAc nanolifinin FT-IR sonucu PVA/CuAc/GO üçlü kompozit nanoliflerin farklı oranlarının FT-IR sonuçlarıyla karşılaştırılmalı olarak incelenmiştir.



Şekil 4.7. PVA/CuAc ile PVA/CuAc/GO kompozit nanoliflerinin IR spektrumları karşılaştırılması (GO oranları sırasıyla % 0,1, % 1 ve % 0,5'dir)

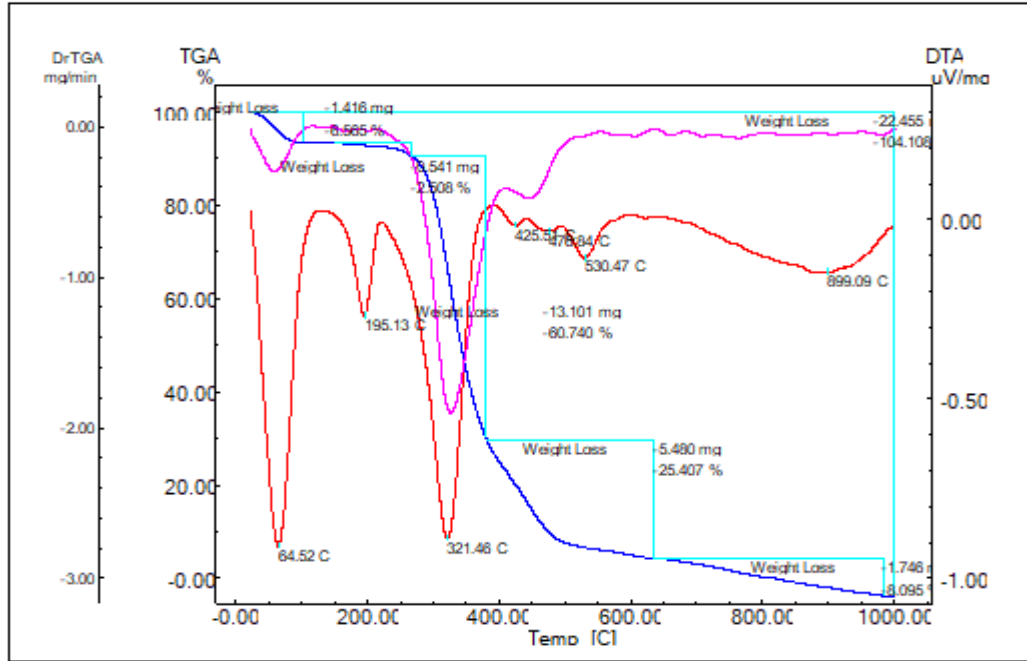
4.3. Nanolif Yüzeylerin Termal Analiz Sonuçları

Termal analiz yöntemleri polimerlerin, alaşımların, kompozitlerin, seramiklerin tuzların termal özelliklerinin incelenmesinde ve kalite kontrol amaçlı olarak kullanılmaktadır. Termal analiz ile numunenin sıcaklığının kontrollü bir şekilde değiştirilmesiyle numunede meydana gelen fiziksel özelliklerin belirlenmesi amaçlanmaktadır.

Çalışmamızda, termogravimetrik ve diferansiyel termal analiz ile nanolif içeriğinde meydana gelen su kaybı, organik madde uzaklaşması gibi kütle kayıpları, parçalanma noktaları faz değişimleri değerlendirilmiştir. Diferansiyel taramalı kalorimetri cihazıyla endotermik ve ekzotermik değişimler tespit edilmiştir.

Üretilen nanoliflerin termal analizleri sonucu belirlenen termal davranışlarına göre kalsinasyon ısıtı tespit edilmiştir. Kalsinasyon işlemi ile elde ettiğimiz kompozit nanoliften seramik nanolif üretimi gerçekleştirilmiştir.

4.3.1. PVA nanolifi TGA/DTA sonucu

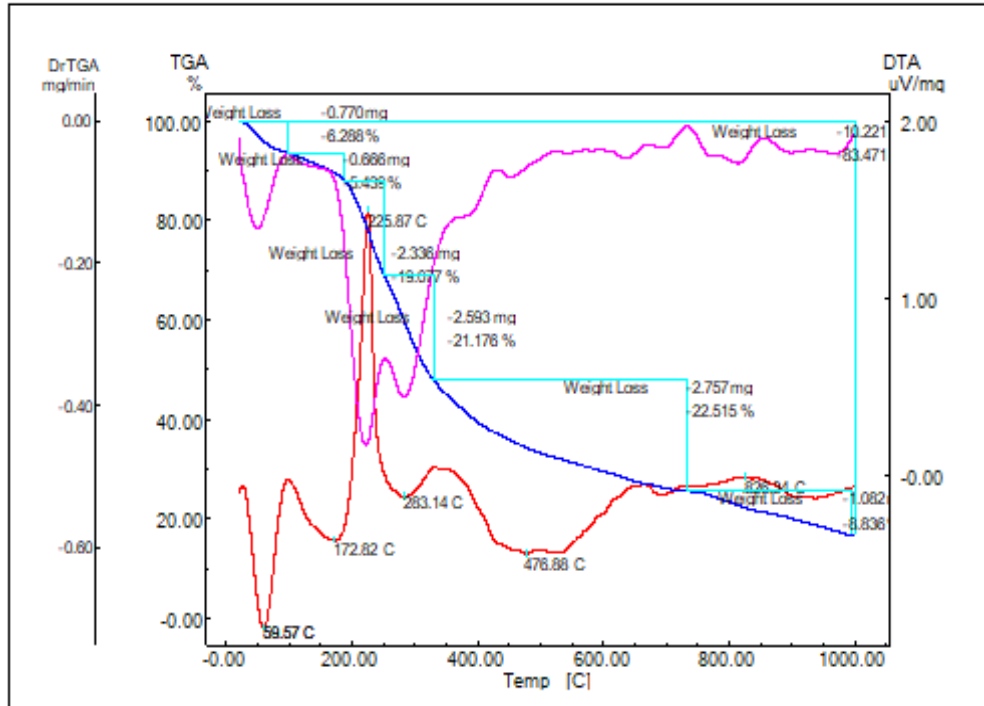


Şekil 4.8. PVA nanolif yapının TGA/DTA eğrisi

PVA nanolif malzemeden alınan 22,45 mg numunenin termogramı Şekil 4.11’de görülmektedir. Termogram incelendiğinde 5 aşamalı bir bozunma eğrisi görülmektedir. İlk kütle kaybı % 6,56 oranında yaklaşık 65°C’de gerçekleşmiştir. Polimer nanolifinde tutunan nemin uzaklaşmasında kaynaklanmaktadır. Eğride ikinci kütle kaybı % 2,5 oranında yaklaşık 195 °C’de görülmektedir. Üçüncü ve en büyük kütle kaybı % 60,74 oranında 300-400 °C aralığında olmaktadır. Buradaki kütle kaybı PVA yapısındaki ara ve yan zincirlerin birbirinden ayrılmasını gösterir. Dördüncü en büyük kütle kaybı % 25,41 oranında 400°C ile 650°C arasında gerçekleşmekte ve 530°C’de yoğunlaşmaktadır. PVA ana zincirinin parçalanması burada gerçekleşmektedir. 300-400°C aralığında malzemenin yaklaşık % 70’i kaybolmaktadır. Literatürde kristal PVA nın erime sıcaklığı 220-240°C arasındadır. Camı geçiş sıcaklığı ise 85°C’de görülmektedir. Su varlığında camı geçiş sıcaklığı belirgin oranda düşer (Finch, 1973).

Literatürle uyumlu bir şekilde PVA nanolifi TGA/DTA eğrisinde üç endotermik pik görülmektedir. Bu sonucu DSC eğrisi de desteklemektedir (Wang ve ark., 2014).

4.3.2. PVA/Cu(CH₃COO)₂.nH₂O nanolifi TGA/DTA sonucu

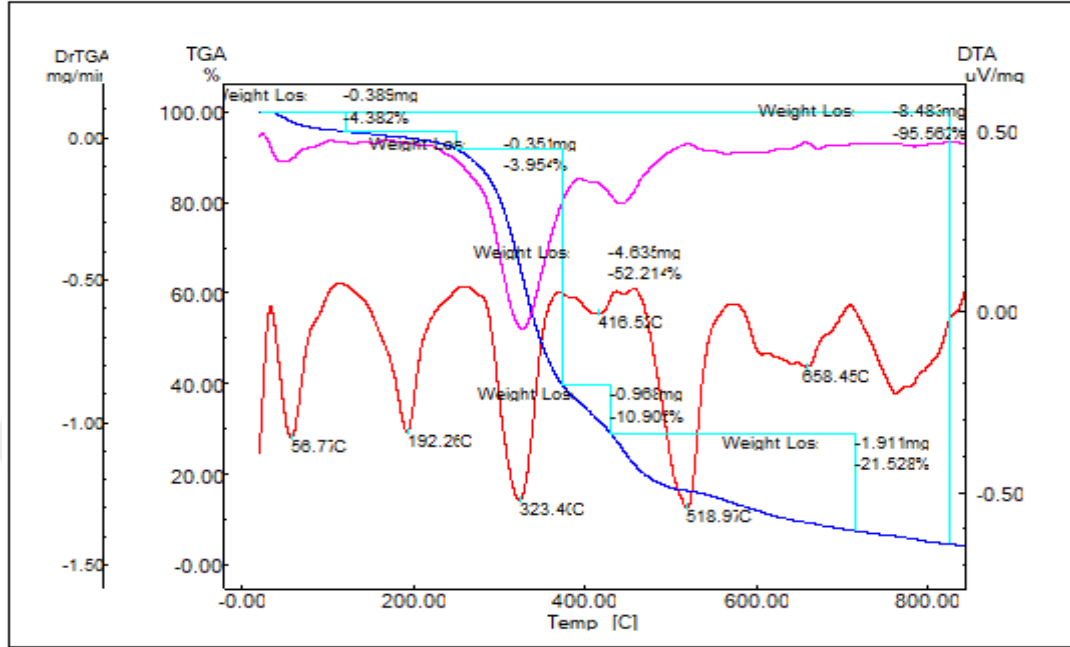


Şekil 4.9. PVA/Cu(CH₃COO)₂.nH₂O nanolifinin TGA/DTA eğrisi

PVA/Cu(CH₃COO)₂.nH₂O nanolifi TGA/DTA grafiğinde 6 aşamalı bir bozunma görülmektedir. % 6,29 oranında ve 60°C'deki ilk kütle kaybı nem kaynaklı bir kayıptır. İkinci kütle kaybı % 5,44 oranında 175°C'de olmaktadır. Üçüncü kütle kaybı % 19,08 oranında 225°C'dedir. Dördüncü kütle kaybı % 21,18 oranında yaklaşık 285°C'dedir. Beşinci kütle kaybı % 22,52 oranında 300-700°C aralığındadır. Altıncı kütle kaybı % 8 oranında 700-1000°C aralığındadır. Burada PVA zincirlerinden kaynaklı bozunmalar ve bakır asetat yapıdan kaynaklanan bozunmalar birlikte görülmektedir. PVA'dan farklı olarak burada bir ekzotermik pik oluşmuştur. Bu pikin sebebi bakır asetatın yapının ayrılması sebebiyledir. Bu ekzotermik pik bakır asetatın bulunduğu tüm nanoliflerin TGA/DTA ve DSC eğrilerinde görülmektedir.

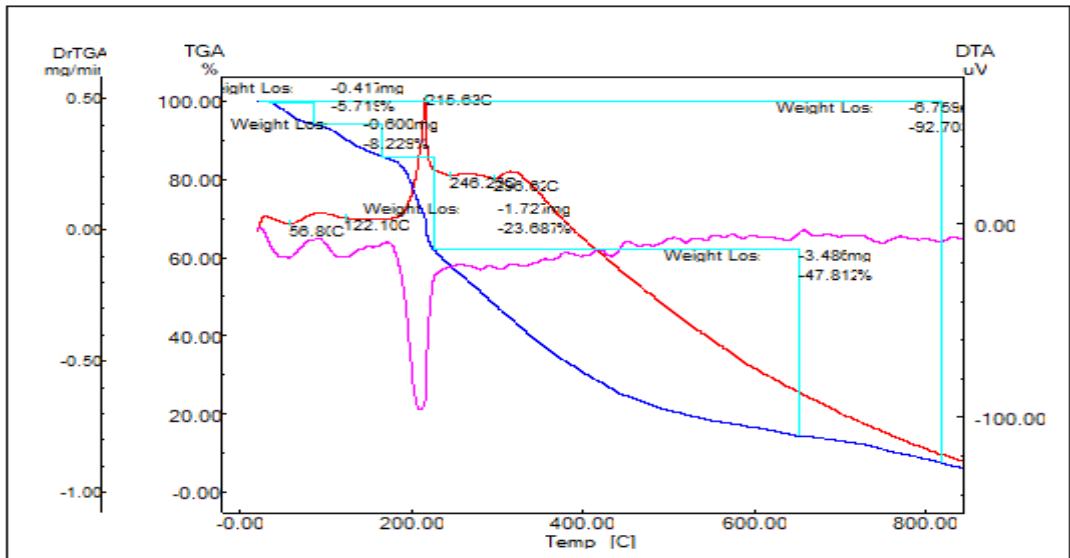
PVA termogramında 1000°C'den sonra kül kalmamasına rağmen PVA/Cu(CH₃COO)₂.nH₂O nanolifi termogramında 1000°C sonrasında yaklaşık % 17 oranında kül kalmıştır. Bu da bakır varlığını göstermektedir.

4.3.3. PVA/GO nanolifi TGA/DTA sonucu



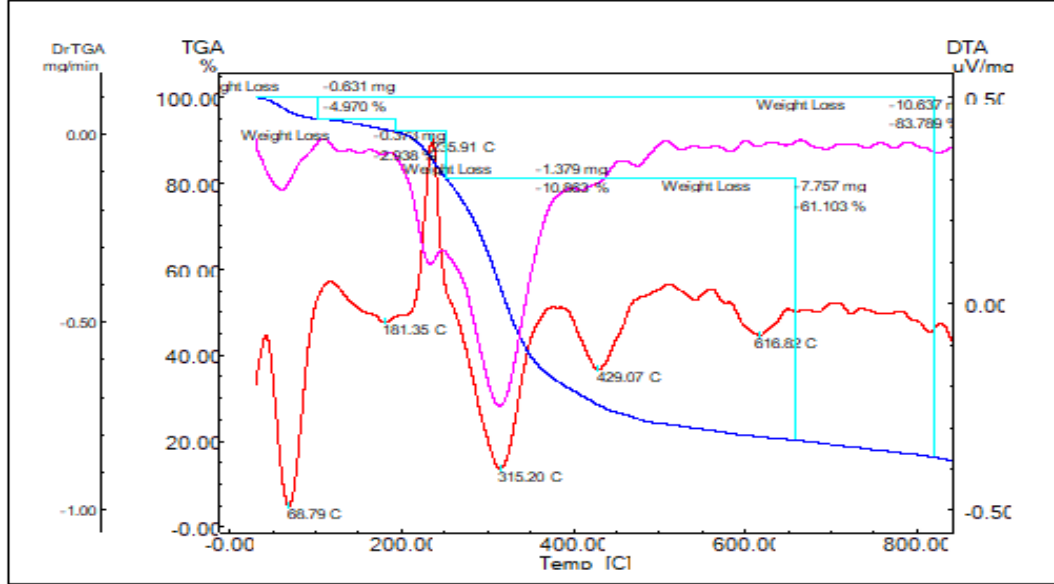
Şekil 4.10. PVA/GO nanolifinin TGA/DTA eğrisi

4.3.4. PVA/Cu(CH₃COO)₂.nH₂O/GO % 1 nanolifi TGA/DTA sonucu



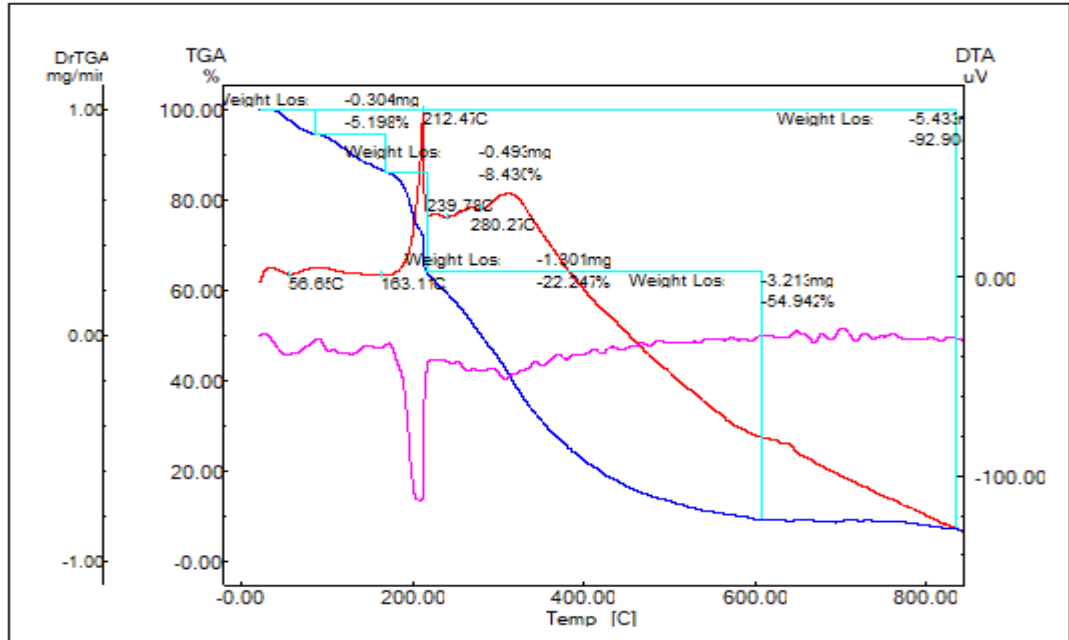
Şekil 4.11. PVA/Cu(CH₃COO)₂.nH₂O/GO % 1 nanolifinin TGA/DTA eğrisi

4.3.5. PVA/Cu(CH₃COO)₂.nH₂O/GO % 0,5 nanolifi TGA/DTA sonucu



Şekil 4.12. PVA/Cu(CH₃COO)₂.nH₂O/GO % 0,5 nanolifinin TGA/DTA eğrisi

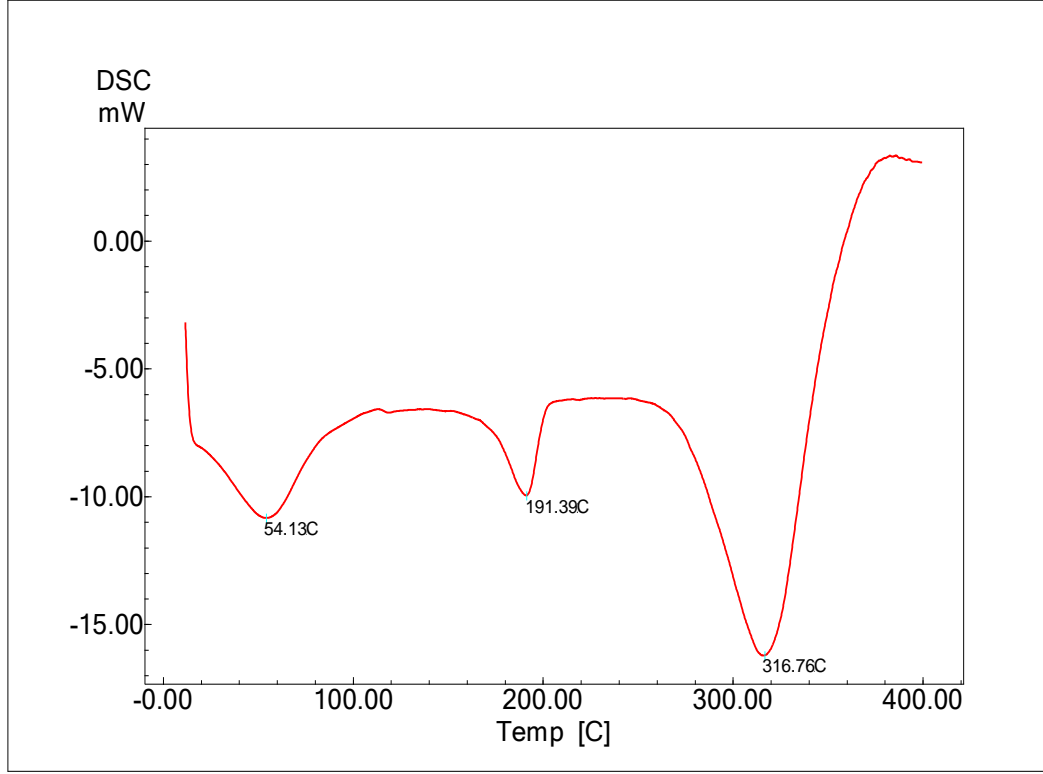
4.3.6. PVA/Cu(CH₃COO)₂.nH₂O/GO % 0,1 nanolifi TGA/DTA sonucu



Şekil 4.13. PVA/Cu(CH₃COO)₂.nH₂O/GO % 0,1 nanolifinin TGA/DTA eğrisi

4.4. DSC SONUÇLARI

4.4.1. PVA nanolifi DSC sonucu

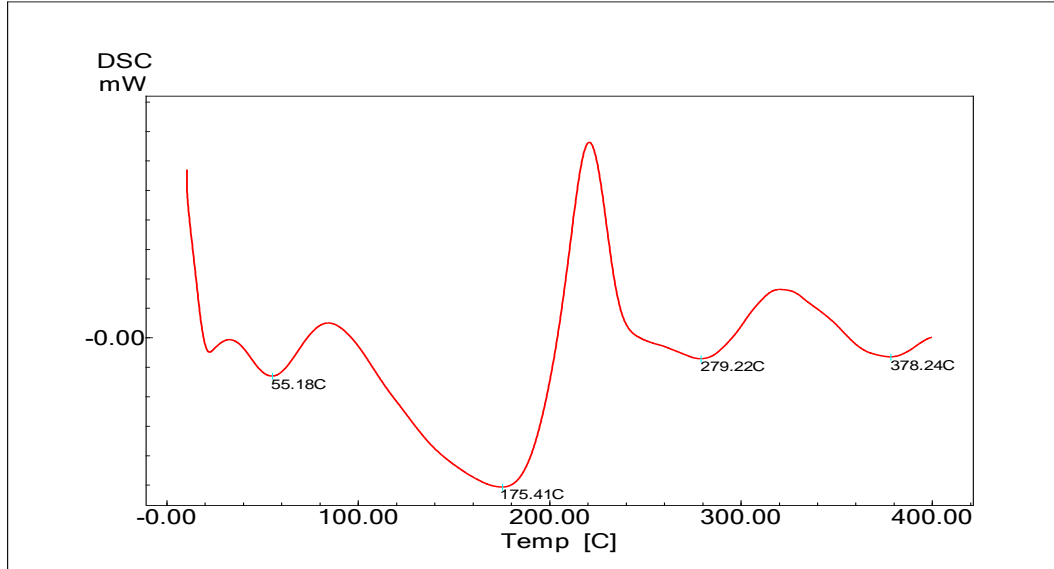


Şekil 4.14. PVA nanolifinin DSC eğrisi

PVA nanolif yüzeyin DSC eğrisi incelendiğinde üç endotermik pik görülmektedir. İlk görülen pik PVA polimer yapının camsı geçiş sıcaklığını (T_g) göstermektedir. İkinci pik spinlenmeden sonra nanolif yapı içerisinde kalan kristallenebilir molekül zincirlerinin DSC taraması sırasındaki sıcaklıktan dolayı kristalize bölgelere dönüşmelere karşılık gelen soğuk kristalizasyon sıcaklıklarını (T_c) göstermektedir. Son endotermik pik DSC taraması sırasındaki nanofiber yapıda oluşan kristalize bölgelerin erimesinden kaynaklı erime sıcaklığını (T_m) göstermektedir.

PVA'nın DSC eğrisinden yola çıkarak kompozit nanolifin destek malzemesi olan PVA polimeri, seramik nanolife ulaşmak için yapıdan uzaklaştırılmalıdır. Bunun için PVA'nın bozduğu sıcaklığın üstünde bir sıcaklık olan 400°C kalsinasyon sıcaklığı olarak seçilmiştir.

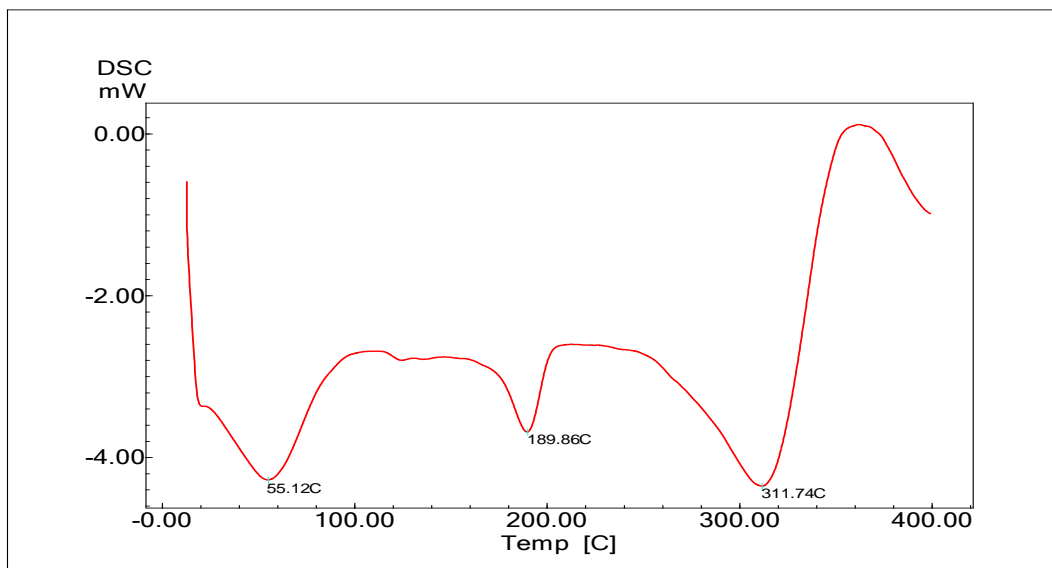
4.4.2. PVA/Cu(CH₃COO)₂.nH₂O nanolifi DSC sonucu



Şekil 4.15. PVA/Cu(CH₃COO)₂.nH₂O nanolifinin DSC eğrisi

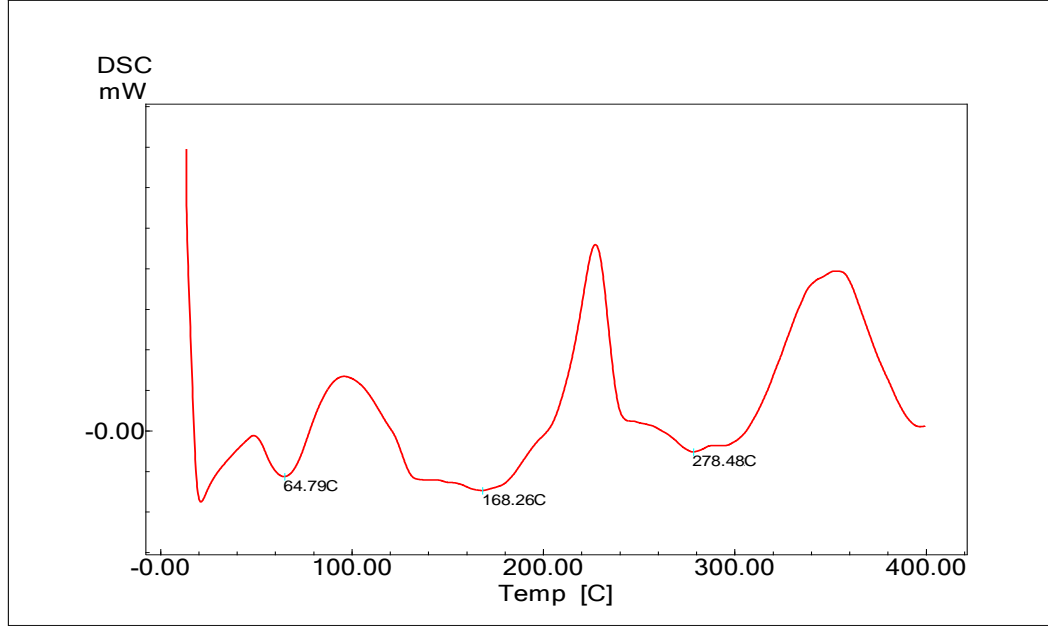
PVA ve bakır asetat içeren nanolif yapının DSC eğrisindeki ekzotermik pik bakır asetat kaynaklıdır.

4.4.3.PVA/GO nanolifi DSC sonucu



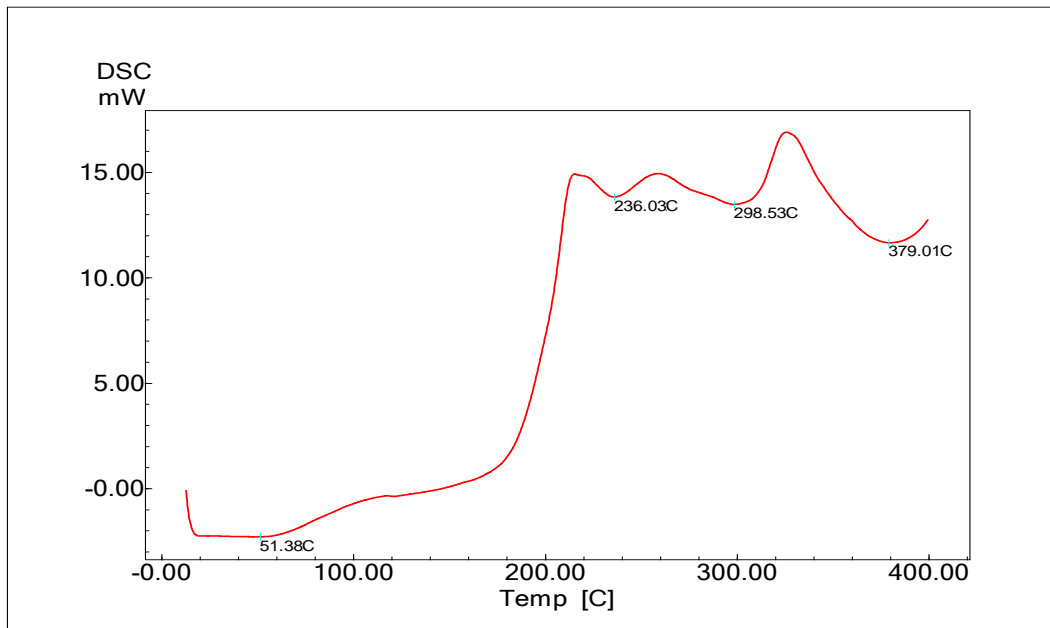
Şekil 4.16. PVA/GO nanolifi DSC eğrisi

4.4.4. PVA/Cu(CH₃COO)₂.nH₂O/GO % 1 nanolifi DSC sonucu



Şekil 4.17. PVA/Cu(CH₃COO)₂.nH₂O/GO % 1 nanolifi DSC eğrisi

4.4.5. PVA/Cu(CH₃COO)₂.nH₂O/GO % 0,5 nanolifi DSC sonucu

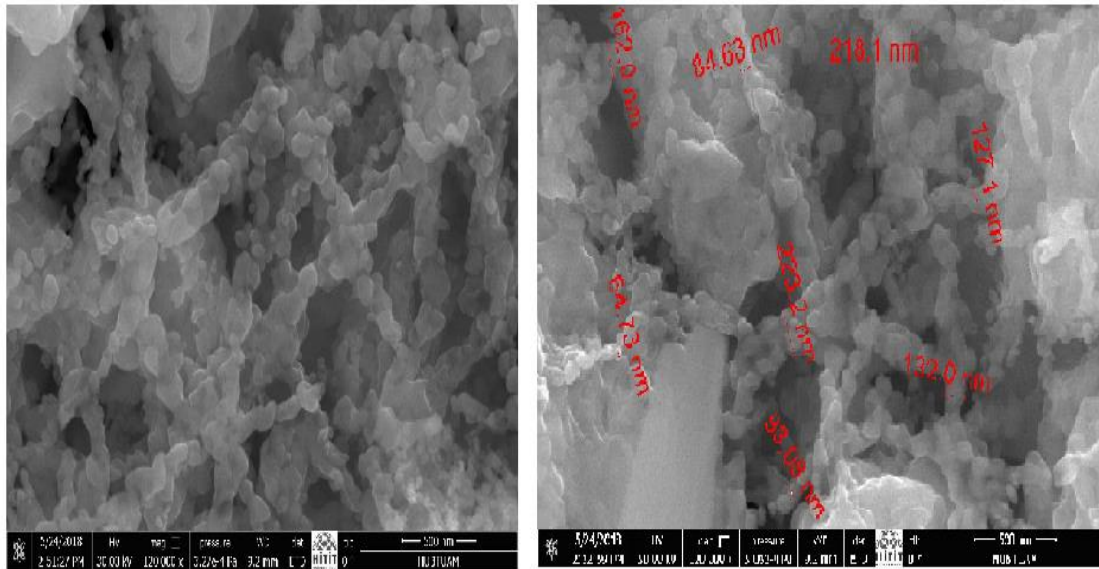


Şekil 4.18. PVA/Cu(CH₃COO)₂.nH₂O/GO % 0,5 nanolifi DSC eğrisi

Üçlü kompozit nanoliflerin DSC eğrileri birlikte değerlendirildiğinde camsı geçiş sıcaklığından sonra gözüken ilk endotermik pik PVA'nın bozunmasından kaynaklı 150-200°C aralığındaki piktir ve içeriğinde PVA olan beş egride de gözükmemektedir. Ardından gelen 200-250°C aralığında gözüken ekzotermik pik bakır asetat kaynaklıdır. Bakır asetatın olmadığı PVA ve PVA/GO eğrilerinde bu pik görülmemektedir.

4.6. Kalsinasyon Sonrası SEM Görüntüsü

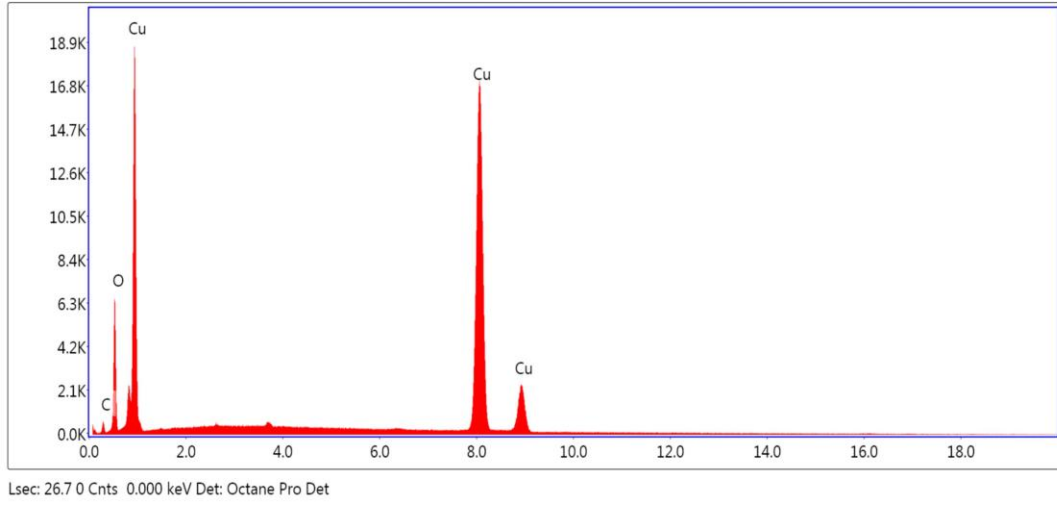
Kalsinasyon işlemi sonrası kroze yüzeyinde kalan ürüne ait SEM görüntüsü incelendiğinde lif yapının çapının küçüldüğü yer yer kopmaların olduğu görülmektedir.



Resim 4.4. Kalsinasyon sonrası SEM görüntüsü

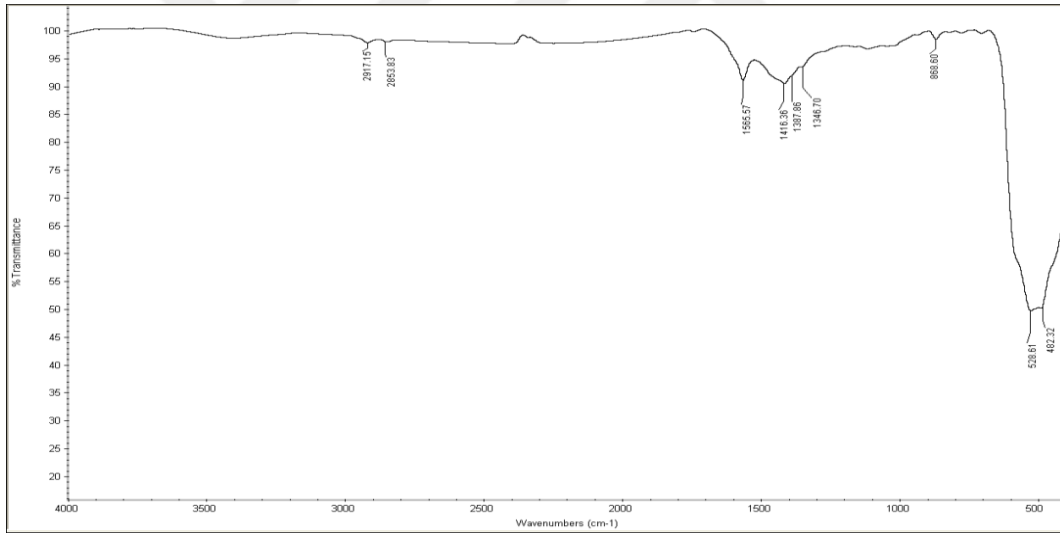
4.7. EDX Analizi Sonucu

SEM cihazıyla birleşik olan EDX cihazı ile elde edilen elemental analiz grafiği Şekil 4.19'da verilmiştir. Nanolif üzerinde bulunan elementleri tanımlayan EDX, numuneye gönderilen yüksek enerjili elektronların iç yörüngeden elektron koparması esasına dayanır. Bakır, Oksijen ve karbon pikleri grafikte görülmektedir. EDX / SEM analizinde karbon oranı yaklaşık % 8; oksijen oranı % 21,53; bakır % 70,68 olarak bulunmuştur.



Şekil 4. 19. Kalsinasyon sonucu EDX analizi grafiği

4.8. Kalsinasyon Sonrası FT-IR



Şekil 4. 20. Kalsinasyon sonrası seramik nanolifin FT-IR grafiği

CuO piki literatürdeki çalışmalarda $450-650\text{ cm}^{-1}$ 'de iki bant şeklinde görülmektedir (Prakash ve ark., 2015).

- 528.61 cm^{-1} ve 482.32 cm^{-1} de görülen iki bant CuO varlığını ispatlamıştır.
- $2917-2853\text{ cm}^{-1}$ C-H alkil gerilme bandı,
- $1416-1387\text{ cm}^{-1}$ C-H eğilme bantları,
- 1565 cm^{-1} de grafene ait C=C aromatik gerilme bandı görülmektedir.

5. SONUÇ VE ÖNERİLER

SEM sonuçlarına göre grafen oksit miktarı ile ortalama lif çapı arasında doğrusal bir ilişkiye rastlanmamıştır. Lif çapını etkileyen birçok etken olması nedeniyle GO katkısı ve lif çapı arasında ikili ilişki kurmak olanaksızdır. Ancak GO miktarı arttıkça lif oluşumu için uygulanan voltaj azalmıştır. Çözelti viskozitesinin artması nedeniyle şırınga ucunda donmalar artmıştır. Donmaları engellemek artan viskoziteyi voltaj ile dengelemek için voltaj artırıldığında ise damla ucundan çözeltinin lif formunda değil de sprej formunda toplayıcıda biriktiği görülmüştür.

Elektrospınleme yöntemiyle üretilen nano liflerin özelliklerini, konsantrasyon şırınga ucu ve toplayıcı arası mesafe, akış hızı gibi parametreler etkilemektedir. Grafen oksit katkılı nanoliflerin düzgün bir şekilde elektrospınleme yöntemiyle elde edilebildiği görülmüştür. Liflerin üzerinde herhangi bir boncuklanma görülmemektedir. Kalsinasyon sonucu PVA'nın uzaklaşması nedeniyle yapıda kopmalar meydana gelmiştir. Isıl işlem görmeden önce nanoliflerin çapları ortalama 800 nm iken ısı işlem sonrası ortalama 200 nm'ye küçülmüştür bu beklenen bir durumdur.

Çalışmada grafen katkılı seramik nanolif üretimi elektrospınleme yöntemiyle başarıyla üretilmiştir. Üretim parametrelerinden voltaj, çözelti konsantrasyonu, toplayıcı iğne ucu arası mesafenin nanolif yapısı üzerine etkisi incelenmiştir. Mesafe, voltaj, pompalama hızı optimizasyonları ile bakırasetat ve çok düşük oranlarda grafen oksit katkısı gerekli olan voltajı % 50 azaltmıştır, dolayısıyla maliyet düşmüştür.

Bu çalışmada başlangıç nanolifi olarak %10 luk PVA nanolifi, PVA/bakırasetat nanolifi, PVA/GO nanolifleri başarı ile elde edilmiştir. Çalışmanın devamında PVA bakır asetat oranı sabit tutularak (% 0,1- % 0,5 - % 1)'lik grafen oksit katkılayarak nanoliflerin yapısal özelliklerine etkisi incelenmiştir. PVA nanolifleri, PVA/CuAs nanolifleri ve GO/PVA nanolifleri çalışmanın diğer aşaması için standart kabul edileceğinden yüzey morfolojileri, çap boyutları ve termal davranışları araştırılmıştır.

GO/CuAs/PVA farklı oranlarda hazırlanmış çözeltilerinden elde edilen kompozit nanoliflerin yüzey karakterizasyonları termal özellikleri standartlarla

karşılaştırıldığında DSC, TGA/DTA termal analizleri ısıl direncin GO katkısıyla iyileştiğini göstermiştir.

Grafen katkılı bakır oksit seramik nanolif üretimi ve karakterizasyonu amaçlanmış ve başarıyla gerçekleştirilmiştir. Bundan sonraki aşamalarda hem seramik malzemenin hemde ara ürün olarak elde edilen üçlü kompozit nanolif yapının uygulama alanları belirlenebilir. Kompozit yapının elektriksel özellikleri ve kopmaya karşı direncinin yüksek olduğu görülmektedir. Bununla ilgili çeşitli testlerden geçirilerek iletkenlik özellikleri ve kopmaya karşı direnci araştırılarak ileri teknolojik malzeme olarak kullanılabilir. Literatürde bakır oksitin gaz sensörlerinde, güneş enerjisi sistemlerinde ve katalizör olarak kullanıldığı raporlanmıştır. Grafen katkısıyla bakır oksitin mekaniksel ve elektriksel iyileşme kazandığı düşünülmektedir.

KAYNAKLAR

- Akbudak, S., 2016. Grafenin keşfi. Nanoteknoloji ve Nanotıp Bilim Dergisi, Hacettepe Üniversitesi, Ankara, Nanobülten, 16, 5-10.
- Aurobind, S.V., Amirthalingam, K.P., Gomathi, H., 2006. Sol-gel based surface modification of electrodes for electro analysis. Advances in Colloid and Interface Science, 121, 1-7.
- Beypazar, Ö., 2013. Nanolif Üretiminde Çap Kontrolü. Yüksek Lisans Tezi, Namık Kemal Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü. Tekirdağ.
- Bhardwaj, N., Kundu, S.C., 2010. Electrospinning: a fascinating fiber fabrication technique. Biotechnology Advances, 28, 325-347.
- Bolotin, K.I., Fudenberg, G., Stormer, H.L., 2008. Ultrahigh electron mobility in suspended graphene. Sol. State Commun, 146(9), 351-355.
- Bunsell, A.R., Renard, J., 2005. Fundamentals Of Fibre Reinforced Composite Materials. CRC Press, London, 398.
- Casper, C.L., Stephens, J.S., Tassi, N.G., Chase, D.B., Rabolt, J.F., 2004. Controlling surface morphology of electrospun polystyrene fibers: effect of humidity and molecular weight in the electrospinning process. Macromolecules, 37, 573-578.
- Chiu, J.B., Luu, Y.K., Fang, D., Hsiao, B.S., Chu, B., Hadjiargyrou, M., 2005. Electrospun nanofibrous scaffolds for biomedical applications. Journal of Biomedical Nanotechnology, 1, 115-132.
- Choi, H.J., Jung, S.M., Seo, J.M., Chang, D.W., Daic, L., Baek, L.B., 2012. Grafene for energy conversion and storage in fuel cells and supercapacitors, Nano Energy, 1, 534-551.
- Chong, E.J., Phan, T.T., Lim, I.J., Zhang, Y.Z., Bay, B.H., Ramakrishna, S., Lim, C.T., 2007. Evaluation of electrospun PCL/ gelatin nanofibrous scaffold for wound healing and layered dermal reconstitution. Acta Materialia, 3, 321-330.
- Çakmakçı, E., 2009. Elektrospinning Yöntemiyle Yeni Polimerik Malzemelerin Sentezi ve Karakterizasyonu. Yüksek Lisans Tezi, Marmara Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul.
- Deitzel, J.M., Kleinmeyer, J., Harris, D., Beck Tan, N.C., 2001. The effect of processing variables on the morphology of electrospun nanofibers and textiles, Polymer, 42(1), 261-272.

- Demir, H., 2016. Fotokatalitik Özellikte Seramik Nanofiber Üretimi ve Karakterizasyonu. Yüksek Lisans Tezi, İstanbul Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Ankara.
- Dimiev, A.M., Eigler, S., 2016. Graphene Oxide Fundamentals and Applications, United Kingdom, Wiley, 464p.
- Ding, B., Wang, M., Wang, X., Yu, J., Sun, G., 2010. Electrospun nanomaterials for ultrasensitive sensors. *Materialstoday*, 13(11), 16-27.
- Dung, N.V., Le, T.T., Trung, N.D., Dung, H.N., Hung, N.M., Duy, N.V., Hoa, N.D., Hieu, N.V., 2016. CuO nanofibers prepared by electrospinning for gas sensing application: effect of copper salt concentration. *Journal of Nanoscience and Nanotechnology*, 16, 7910-7918.
- Feng, L., Xie, N., Zhong, J., 2014. Carbon nanofibers and their composites: A review of synthesizing properties and applications. *Materials*, 7, 3919-3945.
- Finch, C.A., 1973. Poly(vinyl alcohol): Properties and Applications, Wiley, New York, 622p.
- Fridrikh, S.V., Yu, J.H., Brenner, M.P., Rutledge, G.C., 2003. Controlling the fiber diameter during electrospinning, *Physical Review Letters*, 90(14), 144502-144506.
- Geim, A.K., Novoselov, K.S., 2007. The rise of graphene. *Nature Materials*, 6, 183-191.
- Huang, M.Z., 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.
- Hsu, C.M., Shivkumar, S., 2004. Nano-sized beads and porous fiber constructs of poly (ϵ -caprolactone) produced by electrospinning. *Journal of Material Science*, 39(9), 3003-3013.
- Koski, A., Yim, K., Shivkumar, S., 2004. Effect of molecular weight on fibrous PVA produced by elektrospinning. *Material Letters*, 58(4), 493-497.
- Kozanoğlu, G.S., 2006. Elektrospinleme Tekniğiyle Nanofiber Üretim Teknolojisi. Yüksek Lisans Tezi, İstanbul Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul.
- Larrondo, L., Manley, J., 1981. Electrostatic fiber spinning from polymer melts. *Experimental Observations On Fiber Formation and Properties*, *Journal of Polymer Science*, 19(6), 909-920.

- Li, D. and Xia, Y. 2004. Electrospinning of nanofibers: reinventing the wheel?. *Advanced Materials*, 16(14), 1151–1170.
- Li, D., Xia, Y.N., McCann, J.T., 2006. Electrospinning: a simple and versatile technique for producing ceramic nanofibers and nanotubes. *Journal of American Ceramic Society*, 89, 1861-1869.
- Luo, B., Liu, S., Zhi, L., 2012. Chemical Approaches toward graphene based nanomaterials and their applications in energy related areas. *Small*. 8(5), 630-646.
- Malwal, D., Gopinath, P., 2015. Fabrication and applications of ceramic nanofibers in water remediation: a review. *Critical Reviews in Environmental Science and Technology*, 46(5), 500-534.
- Marcano, D.C., Kosynkin, D.V., Berlin, J.M., Sinitskii, A., Sun, Z., Slesarev, A., Alemany, L.B., Lu, W., Tour, J.M., 2010. Improved synthesis of graphene oxide. *American Chemical Society ACS Nano*, 4(8), 4806-4814.
- Markandan, K., Chin, J.K., Tan, M.T.T., 2016. Recent progress in graphene based ceramic composites: a review. *Journal of Materials Research*, 32(1), 84-106.
- Narasimman, R., Vijayan, S., Prabhakaran, K., 2015. Graphene-reinforced carbon composite foams with improved strength and EMI shielding from sucrose and graphene oxide. *Journal of Materials Science*, 50, 8018-8028.
- Nair, R., 2014. Graphene oxide filter, <http://rexresearch.com/nairgraphene/nair.html> (15.03.2019).
- Niederberger, M., Pinna, N., 2009. *Metal Oxide Nanoparticles in Organic Solvents*. Springer-Verlang London, New York, 219p.
- Okuda, T., Tominaga, K., Kidoaki, S., 2010. Time-programmed dual release formulation by multilayered drug-loaded nanofibermeshes. *J Control Release*, 143, 258-264.
- Panda, P.K., 2007. Ceramic nanofibers by electrospinning technique. *Transactions of the Indian Ceramic Society*. 66(2), 65-76.
- Park, S., Ruoff, R., 2009. Chemical methods for the production of graphene. *Nature Nanotechnology*, 4, 217-224.
- Pierre, A.C., 1998. *Introduction to Sol-Gel Processing*. Kluwer Academic Publishers, Boston, MA.
- Porwal, H., Grasso, S., Reece, M.J., 2013. Review of graphene-ceramic matrix composites. *Advanced in Applied Ceramics*, 112(8), 443-454.

- Prakash, V., Diwan, R. K., Niyogi., K. U., 2015. Characterization of synthesized copper oxide nano powders and their use in nanofluids for enhancement of thermal conductivity. *Indian Journal of Pure and Applied Physics*, 53, 753-758.
- Ramakrishna, S., Fujihara, K., Teo, W., Lim, T., Ma, Z., 2005. *An Introduction to Electrospinning and Nanofibers*. World Scientific Publishing, Singapore, 380 p.
- Ramaseshan, R., Sunderrajan, S., Jose, R., 2007. Nanostructured ceramics by electrospinning. *Journal of Applied Physics*, 102, 111101.
- Rasouli, R., Barhoum, A., Bechelany, M., Dufresne, A., 2019. Nanofibers for biyomedical and healthcare applications. *Macromolecular Bioscience*, 19, 1800256.
- Reneker, D.H., Yarin, A.L., Fong, H., Koombhongse, S., 2000. Bending instability of electrically changed liquid jets of polymer solutions in electrospinning. *Journal of Applied Physics*, 87(9), 4531-4547.
- Robinson, B., 2018. Graphene smart membranes can control water. <https://www.manchester.ac.uk/discover/news/graphene-smart-membranes-can-control-water/>.12.07.2018,
- Sengupta, R., Bhattacharya, M., Bandyopadhyay, S., Bhowmick, A. K., 2011. A review on the mechanical and electrical properties of graphite and modified graphite reinforced polymer composites. *Progress in Polymer Science* ,36(5), 638–670.
- Schaefer, K., Thomas, H., Dalton, P., Moeller, M., 2007, Nano-fibers for filter materials, *Springer Series in Materials Science*, 97(2), 125-138.
- Sunar, B. S., Hasçıçek, C., 2017. Elektroeğrilmiş Nanoliflerin İlaç Taşıyıcı Sistem Olarak ve Doku Mühendisliğinde Kullanımı. *Marmara Pharmaceutical Journal*. 21(3),425-435.
- Süpüren, G., Kanat, Z. E., Çay, A., Kırcı, T., Gülümser, T., Tarakçıoğlu, I., 2007. Nanolifler (Bölüm 2). *Tekstil ve Konfeksiyon*, 2, 83-89.
- Şenel, C. M., Gürbüz, M., Koç, E., 2015. Grafen takviyeli aliminyum matrisli yeni nesil kompozitler. *Mühendis ve Makina*, 56(669), 36-47.
- Taylor, G. I., 1969. Electrically driven jets. *Proceedings of the Royal Society of London Series A. Mathematical and Physical Sciences*, 313, 453-475.

- Thavasi, V., Singh, G., Ramakrishna, S., 2008. Electrospun nanofibers in energy and environmental applications. *Energy Environmental Science*, 1, 205-221.
- Teo, W.E., Ramakrishna, S., 2006. A review on electrospinning desing and nanofibre assemblies. *Nanotechnology*, 17(14), 89-106.
- Tiyek, İ., Dönmez, U., Yıldırım, B., Alma, M.H., Ersoy, M.S., Karataş, Ş., Yazıcı, M., 2016. Kimyasal yöntem ile indirgenmiş grafen oksit sentezi ve karakterizasyonu. *SAÜ Fen Bil Der* 20(2), 349-357.
- Topalbekiroğlu, M., İçoğlu, H.İ., Daşdemir, M., Yalçındağ, G., 2017. Polivinilalkol nanolif kaplamasının bitki canlılığını korumaya etkisi. *Kilis 7 Aralık Üniversitesi Fen ve Mühendislik Dergisi*, 1(2), 26-33.
- Üstündağ, G.C., 2009. Elektrosinning Yöntemi İle Biyomedikal Kullanıma Yönelik Nanolif Yüzey Üretimi ve Uygulaması, Yüksek Lisans Tezi, Uludağ Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Bursa, 1-195.
- Vivekchand S, Rout C, Subrahmanyam K, Govindaraj A, Rao C. Graphene-based electrochemical supercapacitors. *J Chem Sci.* 120, 9.
- Wang, B., Chen, Z., Zhang, J., Cao, J., Wang, S., Tian, Q., Gao, M., Xu, Q., 2014. Fabrication of PVA/graphene oxide/TiO₂ composite nanofibers through electrospinning and interface sol-gel reaction: effect of graphene oxide on PVA nanofibers and growth of TiO₂. *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, 457, 318-325.
- Wang, C., Li, Y., Ding, G., Xie, X., Jiang, M., 2012. Preparation and Characterization of Graphene Oxide/Poly(vinyl alcohol) Composite Nanofibers via Electrospinning. *Journal of Applied Polymer Science*, 127, 3026-3032.
- Wang, C., Wang, D., Zeng, L., Qiao, Z., Liu, H., Zhang, J., Ding, J., 2019. Fabrication of electrospun polymer nanofibers with diverse morphologies. *Molecules*, 24(5), 834.
- Wei, Q., 2012. *Functional Nanofibers and Their Applications*. Woodhead Publishing, USA, 448 p.
- Wu, H., Pan, W., Lin, D., Li, H., 2012. Electrospinning of ceramic nanofibers: Fabrication, assembly and applications. *Journal of Applications Ceramics*, 1(1), 2-23.
- Wu, H., Lin, D., Pan, W., 2006. Fabrication, assembly and electrical characterization of CuO nanofibers. *Applied Physics Letters*, 89, 133125.

- Xiang, H., Long, Y., Yu, X., Zhang, X., Zhao, N., Xu, J., 2011. A novel and facile method to prepare porous hollow CuO and Cu nanofibers based on electrospinning. *CrystEngComm*, 13(15), 4856-4860.
- Yang, Y., Asiri, A. M., Tang, Z., Du, D., Lin, Y., 2013. Graphene based materials for biomedical applications. *Materials Today*, 16 (10), 365-373.
- Yoo, E., Kim, J., Hosono, E., Zhou, H., Kudo, T., Honma, I., 2008. Large reversible li storage of graphene nanosheet families for use in rechargeable lithium ion batteries. *Nano Letters*, 8, 2277-2282.
- Yoo, H.S., Kim, T.G., Park, T.G., 2009. Surface-functionalized electrospun nanofibers for tissue engineering and drug delivery. *Advanced Drug Delivery Reviews*, 61, 1033-1042.
- Zhang, Y., Lim, C.T., Ramakrishna, S., Huang, Z.M., 2005, Recent development of polymer nanofibers for biomedical and biotechnological applications. *Journal of Materials Science: Materials in Medicine*, 16, 933-946.
- Zong, X.H., Ran, S.F., Fong, D., Hsiano, B.S., Chu, B., 2003. Control of structure morphology and property in electrospun poly(glycolide-colactide) non-woven membranes via post-draw treatment. *Polymer*, 44(17), 4959-4967.

ÖZ GEÇMİŞ**Kişisel Bilgiler**

SOYADI, Adı : KAYACI ÖZTÜRK
Uyruğu : TC
Doğum yeri ve tarihi : 05.10.1984 / KASTAMONU
Medeni hali : EVLİ
Telefon : 05053461140
E-posta : nkayaci@hotmail.com

Eğitim

Derece	Eğitim Birimi	Mezuniyet tarihi
Lisans	Cumhuriyet Üniv. Fen Edebiyat Fak. Kimya	09.07.2007
Lise	Göl Anadolu Öğretmen Lisesi	2002

İş Deneyimi

Yıl	Yer	Görev
2014	ÇORUM İL SAĞLIK MÜDÜRLÜĞÜ	KİMYAGER

Yabancı Dil

İngilizce