T.C.
SELÇUK ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

Elektro-Eğirme Metoduyla Üretilen Ag Nanopartikül/Nanotelli PAN+PMMA Kompozit Nanofiberlerin Elektriksel İletkenliklerinin ve Hidrofobik/Hidrofilik Etkileşiminin İncelenmesi

Mustafa Husseın Bahaulddın BAHAULDDIN

YÜKSEK LİSANS TEZİ

Makina Mühendisliği Ana Bilim Dalı

Mart-2019
KONYA
Her Hakkı Saklıdır

ÖZET

YÜKSEK LİSANS TEZİ

ELEKTRO-EĞİRME METODUYLA ÜRETİLEN Ag NANOPARTİKÜL/NANOTELLİ PAN+PMMA KOMPOZİT NANOFİBERLERİN ELEKTRİKSEL İLETKENLİKLERİNİN VE HİDROFOBİK/HİDROFİLİK ETKİLEŞİMİNİN İNCELENMESİ

Mustafa Husseın Bahaulddın BAHAULDDIN

Selçuk Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü
Makina Mühendisliği Anabilim Dalı

Danışman: Doç. Dr. Kevser DİNCER

2019, 100

Jüri
Doç. Dr. Kevser DİNCER
Dr. Öğr. Üyesi Adem YAR
Dr. Öğr. Üyesi. Mevlut TÜRKÖZ

Bu çalışmada, Ag nanopartikül/nanotelle güçlendirilmiş olan PAN+PMMA kompozit nanofiberlerin elektriksel iletkenlikleri ve hidrofobik/hidrofilik özellikleri incelenmiştir. Bu amaçla, PAN+PMMA+ DMF'den oluşan çeşitli karışım oranlarında (% 6, % 8, % 10, % 12) solüsyonlar hazırlanmıştır. Bu solüsyonlardan, farklı üretim parametreleriyle, elektrospin işlemi ile PAN+PMMA kompozit nanofiberler üretilmiştir. SEM görüntüleri ile morfolojik yapı ve çaplar analiz edilerek optimum yapıda olan PAN+PMMA kompozit nanofiber için üretim parametreleri belirlenmiştir. Ağırlıkça çeşitli oranlarda (% 1, % 3, % 5) Ag nanopartikül/nanotel PAN+PMMA+DMF'den oluşan solüsyonlar hazırlanmıştır. Bu solüsyonlardan elektrospin işlemi ile Ag nano partikül/nanotel PAN+PMMA kompozit nanofiberler üretilmiştir. Ag nano partikül/nanotel PAN+PMMA kompozit nanofiberlerin, elektriksel iletkenlikleri, kristal yapısı, termal kararlığı, ısıl iletkenlik katsayısı ve hidrofobik/hidrofilik özellikleri incelenmiştir. Tüm sonuçlar birlikte değerlendiğinde, en yüksek elektriksel iletkenlik değeri 0,00521 S/cm'dir ve bu numune ağırlıkça %5 Ag nano partikül PAN+PMMA kompozit nano fiberdir. Ağırlıkça % 5 Ag nanopartikülli PAN+PMMA kompozit nanofiberin elektriksel iletkenliği, saf PAN+PMMA kompozit nanofibere göre % 202,72 arttığı tespit edilmiştir. Ağırlıkça %5 Ag nano partiküllü PAN+PMMA kompozit nanofiber ve PAN+PMMA kompozit nanofiberin, PEM yakıt hücresindeki performansı (güç yoğunluğunun akım yoğunluğuna göre değişimi) incelenmiştir. PAN+PMMA kompozit nanofibere, Ag nano partikül ilave edildiğinde, PEM yakıt hücresinin performansının arttığı tespit edilmiştir.

Anahtar Kelimeler: Ag nanopartikül, Ag nanotel, Elektriksel iletkenlik, Elektro-eğirme metodu, Hidrofobik/Hidrofilik, Poliakrilonitril (PAN), Polimetil metakrilat (PMMA), PEM yakıt hücresi.

ABSTRACT

MS THESIS

INVESTIGATION OF ELECTRICAL CONDUCTIVITY AND HYDROPHOBIC/HYDROPHILIC INTERACTION OF PAN + PMMA COMPOSITE NANOFIBERS WITH AG NANOPARTICLE/NANOWIRE PRODUCED BY ELECTROSPINNING METHOD

Mustafa Husseın Bahaulddın BAHAULDDIN

THE GRADUATE SCHOOL OF NATURAL AND APPLIED SCIENCE OF SELCUK UNİVERSİTY THE DEGREE OF MASTER OF SCİENCE İN MECHANICAL ENGİNEERİNG

Advisor: Assoc. Prof. Dr. Kevser DINCER

2019, 103 Pages

Jury
Assoc. Prof. Dr. Kevser DINCER
Asst. Prof. Dr.Adem YAR
Asst. Prof. Dr.Mevlut TÜRKÖZ

In this study, the electrical conductivity and hydrophobic / hydrophilic properties of PAN + PMMA composite nanofibers reinforced with Ag nanoparticles / nanowires were investigated. For this purpose, solutions were prepared at various mixing ratios (6%, 8%, 10%, 12%) consisting of PAN + PMMA + dimethylformamide (DMF). From those prepared solutions, PAN + PMMA composite nanofibers were produced by electrospin process. Production parameters of PAN + PMMA composite nanofiber with optimum structure were determined by analyzing SEM images with morphological structure and diameters. Solutions containing PAN + PMMA + DMF with Ag nanoparticle / nanowire were prepared in various ratios (1%, 3%, 5%). From these solutions, PAN + PMMA with nanoparticle/nanowire composite nanofibers were produced by electrospin process. Electrical conductivity, crystal structure, thermal stability, thermal conductivity coefficient and hydrophobic/hydrophilic properties of PAN/PMMA composite nanofibers with Ag nanoparticle/nanowire were investigated. When all results are evaluated together, the highest electrical conductivity value was 0.00521 S/cm and this sample is PAN / PMMA composite nanofiber with 5 wt.% Ag nanoparticle. Compared to pure PAN / PMMA composite nanofiber, an increase of % 202.72 was observed in the electrical conductivity of PAN/PMMA composite nanofibers with 5 wt.% Ag nanoparticle. PAN/PMMA composite nanofibers with 5 wt.% Ag nanoparticle and PAN/PMMA composite nanofibers was investigated on the performance of PEM fuel cell (power density change according to current density).
When the Ag nano particle was added to the PAN + PMMA composite nanofibre, it was found that the performance of the PEM fuel cell increased.

Keywords: Ag nanoparticle, Ag nanowire, Electrical conductivity, Hydrophobic/Hydrophilic Electro-spinning method, Morphology, Polyacrylonitrile (PAN), Polymethyl methacrylate (PMMA), PEM fuel cell.

ÖNSÖZ

Öncelikle, hayatımda bugüne kadar kendime ve çevremdekilere pozitif bir şekilde bakmamı sağlayan, kendimde zorlaştığım günlerde motivasyon enerjisini güçlendiren ve vizyonumu yaratan yüce Allah'a (C.C) teşekkür etmek istiyorum.

Yüksek lisans tezimin deneysel çalışmalarını yönlendirmesi, sonuçlarının değerlendirilmesi, bilgi ve tecrübelerini benden esirgemeyen, bana çalışma şevki ve azmi aşılayan, bana her zaman destekte bulunan, tezimin yazımı aşamasında büyük katkılarından dolayı danışmanım Doç. Dr. Kevser DİNCER'e;

Sevgi ve şevkatleriyle her zaman yanımda olan, benden desteklerini esirgemeyen, çalışmalarımda ve attığım her adımda yanımda olan, her zaman sevgi ve saygı duyduğum, emeklerini ödeyemeyeceğim şüphesiz bugünlere gelmemde en büyük katkı ve emeğe sahip olan sevgili ailem'e;

Bu tezli yüksek lisans çalışmasını (18201065) numaralı tez projesi ile finansal olarak destekleyen Selçuk Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri Koordinatörlüğüne;

Tüm yaşantım boyunca isimlerini sayamayacağım kadar çok, hepsi birbirinden değerli olan hocalarıma, arkadaşlarıma ve yakınlarıma;

Sonsuz şukranlarımla birlikte canı gönülden sevgi ve saygılarımı sunuyorum.

Mustafa Hussein Bahaulddın BAHAULDDIN

KONYA-2019

İÇİNDEKİLER

ÖZET ..... **iv**
ABSTRACT ..... **v**
ÖNSÖZ ..... **vi**
İÇİNDEKİLER ..... **vii**
SİMGELER VE KISALTMALAR ..... **ix**
1. GİRİŞ **1**
2. KAYNAK ARAŞTIRMASI **4**
3. ELEKTRO-EĞİRME İŞLEMİ VE PEM YAKIT HÜCRESİ İLE İLGİLİ TEORİK GENEL BİLGİLER **12**
3.1. Nanofiber Üretiminde Kullanılan Genel Yöntemler 12
3.1.1. Çekim prosesi (Drawing) 12
3.1.2. Şablon sentezi (Template synthesis) 13
3.1.3. Faz ayırma (Phase separation) 14
3.1.4. Kendiliğinden düzenlenme (Self assembly) 15
3.1.5. Eriyik üfleme (Melt blowing) 15
3.1.6. Çözelti üfleme tekniği (Solution blowing) 16
3.1.7. Eğirmeli bağlama yöntemi (Spundbond) 17
3.1.8. Çift bileşenli yöntemi (Bicomponent) 18
3.1.9. Fibrilasyon 18
3.2. Elektro-eğirme İşlemi 19
3.3. Elektro-eğirme Cihazından Üretilen Nanofiberlerin Kullanım Alanları 19
3.3.1. Biyomedikal 20
3.3.2. Enerji malzemeleri 20
3.3.3. Süper hidrofobik yüzeyler 20
3.3.4. Filtrasyon 20
3.4. Elektro-eğirme İşleminde Üretilen Nanofiberlerin Oluşum Aşamaları 20
3.4.1. Damla oluşumu 21
3.4.2. Taylor koni yapısı 21
3.4.3. Sprey başlangıcı 22
3.4.4. Uzama ve esneme bölgesi 22
3.4.5. Kararsız bölge (Whipping) 23
3.5. Elektro-eğirme İşlemini Etkileyen Parametreler 23
3.5.1. Polimer çözelti parametreleri 24
3.5.2. Polimer işlem parametreleri 26
3.5.3. Ortam parametreleri 28
3.6. Proton Değişim Membran Yakıt Hücreleri 29
4. MATERYAL ve METOD **31**
4.1. Kullanılan Cihaz ve Malzemeler 31
4.1.1. Kullanılan kimyasal maddeler 32
4.1.2. Kullanılan cihazlar 35
4.2. Deneysel Çalışmalar 43
4.2.1. PAN+PMMA kompozit nanofiber 43
4.2.2. Ag nanopartikül/nanotel katkılı PAN+PMMA kompozit nanofiberler 45
5. BULGULAR VE TARTIŞMA **46**
5.1. PAN+PMMA Kompozit Nanofiber ve Ag Nanopartikül/Nanotel Katkılı PAN+PMMA Kompozit Nanofiberin SEM/ EDX Analizi 46

5.2. PAN+PMMA Kompozit Nanofiber ve Ag Nanopartikül/Nanotel Katkılı PAN+PMMA Kompozit Nanofiberin Elektriksel İletkenlikleri 67
5.3. PAN+PMMA Kompozit Nanofiber ve Ag Nanopartikül/Nanotel Katkılı PAN+PMMA Kompozit Nanofiberin Isı İletim Katsayılarının Tespiti 68
5.4. PAN+PMMA Kompozit Nanofiber ve Ag Nanopartikül/Nanotel Katkılı PAN+PMMA Kompozit Nanofiberin Statik Yüzey Temas Açıları 70
5.5. PAN+PMMA Kompozit Nanofiber ve Ag Nanopartikül/Nanotel Katkılı PAN+PMMA Kompozit Nanofiberin XRD Analizi 74
5.6. PAN+PMMA Kompozit Nanofiber ve Ag Nanopartikül/Nanotel Katkılı PAN+PMMA Kompozit Nanofiberin Termogravimetrik / Diferansiyel Termal (TGA / DTA) Analizleri 77
5.7. PAN+PMMA Kompozit Nanofiber (Nanopartikül için) ve Ag Nanopartikül Katkılı (% 5) PAN+PMMA Kompozit Nanofiberin PEM Yakıt Hücresi Performansı 83
6. SONUÇLAR VE ÖNERİLER 86
6.1. Sonuçlar 86
5.2. Öneriler 88
KAYNAKLAR 89
EKLER 94
ÖZGEÇMİŞ 100

SİMGELER VE KISALTMALAR

Simgeler

cm	: Santimetre
T	: Sıcaklık (°C veya K)
Θ	: Açı (°)
Λ	: Dalga boyu (1.5418 Å)
Ms	: Mikro Simens
SiO_2	: Silikon Dioksit
Ag	: Gümüş
ZnO	: Çinko oksit
$LiClO_4$	: Lityum perklorat
TiO_2	: Titanyum dioksit
Nm	: Nanometre

Kısaltmalar

ACNF	: Aktif Karbon Nanofiber
AFM	: Atomik kuvvet mikroskobu
AgNW	: Gümüş Nanoteller
Bis-GMA	: Bisfenol A-glisidil metakrilat
CD	: Kapasitif Deiyonizasyon
CDI	: Foksuyonlu Siklodekstrin
CNF	: Karbon Nanofiber
CNT	: Karbon Nanotüp
DMF	: Dimetilformamid
DSC	: Diferansiyel Taramalı Kalorimetre
DSSC	: Sentezlenmiş Boyalı Güneş Pilleri
DTA	: Diferansiyel Termal Analizi
EDX	: Enerji Dağılımlı X-ışını Spektroskopisi
ENTEK	: Dört Noktalı Prob Tekniği
FT-IR	: Fourier dönüşümlü kızılötesi spektroskopisi
MWCNT	: Çok duvarlı karbon nanotüp
NF	: Nanofiber
ORR	: Oksijen İndirgeme Reaksiyonu
PAN	: Poliakrilonitril
PEM	: Polimer Elektrolit Membran
PEMFC	: Proton değişim membranlı yakıt hücresi
PMMA	: Polimetil metakrilat
PS	: Polistren
PU	: Poliüretan
PVA	: Polivinil Asetat
PVP	: Polivinilpirolidonun
SEM	: Taramalı Elektron Mikroskobu
TEGDMA	: Etilen Glikol Dimetakrilat
TGA	: Termogravimetrik Analizi
XRD	: X-Işınları Difraksiyonu

1. GİRİŞ

Tüm ülkelerin ekonomik kalkınmasının en önemli unsurlarından birisi enerjisidir. Sürekli enerji üretme ve artan enerji taleplerini karşılamak için yeni enerji kaynakları aramak, hem gelişmiş hem de gelişmekte olan ülkelerin en önde gelen sorunlarından birisidir. Dünya üzerinde yapılan araştırmalarda, insan nüfüsunun artışı ve sanayinin gelişimi ile birlikte enerji tüketimininde yükseldiği gözlenmiştir. Fosil yakıt kaynakların kullanılması sonucu oluşan sorunlar ve fosil yakıt kaynaklarının yakın gelecekte tükenme tehlikesinin sonucu yeni ve farklı alternatif kaynakların bulunmasının zorunlu hale geldiği görülmektedir. Alternatif enerji kaynakları, rüzgar türbinleri, fotovoltaik paneller, lityum iyon bataryalar gibi temiz enerji kaynaklarından elde edilen enerjinin daha etkin ve verimli olması bu alanda yeni çalışmalar ve teknolojilerin geliştirilmesine neden olmaktadır (Chen ve ark., 2012).

Değişik yapılardan oluşan malzemeler farklı fiziksel, kimyasal ve mekanik özelliklere sahiptirler. İki veya daha fazla nano bileşenden oluşan malzemelere nano kompozit malzemeler denir (Jiang ve ark., 2018). Nano kompozitler malzemeler, daha iyi özelliklere sahip olabilmektedirler. Nano kompozitler, yüksek mukavemete, korozyona karşı dirence, iyi termal iletkenliğe, ekonomik verimliliğe, modüle, imalat kolaylığına, yüksek tasarım esnekliğine sahiptirler. Bu avantajları nedeniyle havacılık endüstrisi, askeri sanayi, otomobil endüstrisi, inşaat malzemeleri ve diğer mühendislik uygulama alanlarında kullanılmaktadırlar (Jiang ve ark., 2018).

Bu tezin amacı;

- Gümüş nanopartikül/nanotel Poliakrilonitril (PAN)+ polimetilmetakrilat (PMMA) kompozit nanofiberlerin, proses parametrelerinin kontrol kolaylığı nedeni ile elektrospin yöntemi ile üretilmesi,

- Üretilecek nanofiberlerin üretim parametrelerinin morfolojik yapılarının üzerindeki etkisinin araştırılması (Taramalı Elektron Mikroskobu SEM ile),

- Bu aşamadan sonra, üretilen en iyi yapıdaki nanofibere, değişik (% 1, 3, 5) oranlarda gümüş nanopartikül/nanotel eklendiğinde, morfolojik yapılarına etkisinin incelenmesi (SEM analizleri ile),

- Elektriksel iletkenlik performanslarının, hidrofobik/hidrofilik etkileşiminin üzerindeki etkisinin araştırılması,

- En yüksek elektriksel iletkenliğe sahip kombinasyondaki yapının PEM yakıt hücresi için performansının (=güç yoğunluğunun akım yoğunluğuna göre değişimi) test edilmesidir.

Bu çalışmada, homojen yapıdaki PAN+PMMA kompozit nanofiberleri tespit etmek için çeşitli üretim parametreleri kullanılarak 16 adet deney yapılmıştır. 16 adet deney sonuçları ve SEM analizi yardımıyla, en uygun yapıdaki numunenin (homojen yapı) PNMA7 kodlu numune olduğu tespit edilmiştir. Sonra, PAN+PMMA kompozit nanofiber olan PNMA7 kodlu numuneye Ag nano partikül eklendiğinde homojen yüzeyin oluşmadığı tespit edilmiştir. Bu aşamadan sonra, tekrar Ag nano partikül/nano tel katkılı PAN+PMMA kompozit nanofiberler için üretim parametreleri değiştirilerek deneyler yapılmış ve Ag nano partikül/nano tel katkılı PAN+PMMA kompozit nanofiberler için homojen yüzeylerin oluştuğu parametreler tespit edilmiştir.

Ag nanopartikül katkılı PAN+PMMA kompozit nanofiberlerin elektriksel iletkenliği incelendiğinde en yüksek elektrikel iletkenlik değeri 0,00521 S/cm ve en düşük ise 0,00365 S/cm'dir. Ag nanotel katkılı PAN+PMMA kompozit nanofiberlerin en yüksek ve en düşük elektriksel iletkenlik değerleri sırayla 0,00298; 0,000839 S/cm'dir. En yüksek elektriksel iletkenlik, ağırlıkça % 5 olan Ag nanopartikül katkılı PAN+PMMA kompozit nanofiberlerde oluşmuştur.

En yüksek ısı iletim katsayısı ise ağırlıkça % 5 Ag nano tel katkılı PAN+PMMA kompozit nanofiberde 5 W/mK olarak tespit edilmiştir. Ag nanopartikül/nanotel katkılı PAN+PMMA kompozit nanofiberlerin, nanofiberin çapları incelendiğinde; Ag nanopartikül katkılı PAN+PMMA kompozit nanofiberlerin en yüksek değeri 387,65 nm (%5 Ag nanopartikülde)'dir. Ag nanotel katkılı PAN+PMMA kompozit nanofiberlerde ise en yüksek 508,0 (%5 Ag nanotelde) nm'dir. EDX miktarları incelendiğinde, Ag nanopartikül katkılı PAN+PMMA kompozit nanofiberlerin en yüksek değeri ağırlıkça % 4,22 gr (%5 Ag nanopartikülde), Ag nanotel katkılı PAN+PMMA kompozit nanofiberlerin en yüksek değeri ise ağırlıkça % 0,55 gr (%5 Ag nanotelde)'dir.

Bu çalışmadaki, statik yüzey temas açısının en yüksek olduğu değer ağırlıkça yüzde % 1 Ag nanopartikül katkılı PAN+PMMA kompozit nanofiberlerde tespit edilmiştir ve bu değer sol ve sağ kenar için sırasıyla 143-142,9^{o}'dir.

Ag nanopartikül/nanotel katkılı PAN+PMMA kompozit nanofiberlerdeki nano Ag'nin varlığı için malzenin kristal boyutu XRD incelenmesi yapılmıştır. PAN+PMMA kompozit nanofiberler ve Ag nanopartikül/nanotel katkılı PAN+PMMA kompozit nanofiberlerin termal kararlığını, kütle kaybı değerlerini belirlemek için TGA analizleri gerçekleşmiştir. PAN+PMMA kompozit nanofibere %1 Ag nano partikül ilave edildiğinde, kütle kaybını düşürdüğü gözlemlenmiştir. En yüksek elektriksel iletkenliğe sahip numune ve bu numunenin nano Ag partikülsüz durumu PEM yakıt hücresinde, güç yoğunluğunun akım yoğunluğuna göre değişimi incelenmiştir. Ag nano partikül, PAN+PMMA kompozit nanofibere ilave edildiğinde, PEM yakıt hücresinin akım yoğunluğu ve güç yoğunluğunun arttığı tespit edilmiştir.

2. KAYNAK ARAŞTIRMASI

Abeykoon ve ark. (2015), süperkapasitörlerin yüksek güç yoğunluğu, uzun çevrim ömrü, geniş çalışma potansiyeli ve geniş sıcaklık çalışma aralığı nedeniyle son yıllarda enerji depolama cihazlarında ilgi gördüğünü belirtmişledir. Süper-kapasitör elektrot malzemesi polimerler olarak karışmayan PAN ve PMMA kompozit karışımından üretilmiştir. Çözücü olarak DMF kullanmışlardır. Nanofiber üretmede ise elektrospin cihazı kullanılmıştır. Abeykoon ve arkadaşları çalışmalarında, PMMA'nın PAN'a ilavesi sonucu PAN nano tabakalarının yüzey alanını arttırdığı ve üretilen malzemelerin elektrokimyasal performanslarının artığını tespit etmişlerdir.

Bahrambeygi ve ark. (2013), PAN nanofiberi, nano kil, çok duvarlı karbon nanotüpler ve poliüretan birleşimiyle ses emme davranışlarını incelemişlerdir. Bahrambeygi ve ark.'ları çalışmalarında, nanopartikülün ses emiliminde belirgin bir iyileşme sağladığını, çok duvarlı karbon nanotüplerde ise daha olumlu sonuçlar sunduğunu vurgulamışlardır.

Chen ve ark. (2005), polimer kompozit nano parçacıkların morfolojik karakterizasyonunu incelemişlerdir. Farklı termodinamik ve kinetik polimerizasyon parametrelerini kontrol ederek, farklı morfolojik yapılara sahip nano boyutlardaki PMMA / PAN ve PMMA / P(AN-MMA) kompozit parçacıkları sentezlemişlerdir. Chen ve arkadaşları çalışmalarında, kompozit parçacıkların, tahmin edilen morfolojisiyle deney sonuçlarını karşılaştırmış ve tahminlerinin tutarlı olduğunu vurgulamışlardır.

Dincer ve ark. (2015) çalışmalarında, proton değişim membranı (PEM) yakıt hücrelerinde aktif karbon nanofiber (ACNF), karbon nanofiber (CNF), poliakrilonitril/ karbon nanotüp (PAN/CNT), polivinil alkol/nanogümüş (PVA/Ag) davranışlarını deneysel olarak araştırılmışlardır. Deney sonuçlarına göre, nanofiberli PEM yakıt pilinin maksimum elektriksel iletkenlik performansının PVA/Ag (UConn koşullarında) olduğu durumda tespit etmişlerdir.

İçme suyundaki yüksek tuz yüzdesi ciddi zararlı etkilere sahiptir. Hastalık, dehidrasyon, beyin hasarı ve ölüm tehlikesi gibi yollar açabilir. Dahası, endüstriyel alanda çeşitli sorunlar yaratabilir. Ekonomik ve çevreye dostu ve tuzlu sudan tuz iyonlarını uzaklaştırılması için teknik olarak kapasitif deiyonizasyon (CDI) tekniği önerilir. Kapasitif deiyonizasyon içeriğindeki elektrodlar, PMMA (dolgu iç malzeme) ve PAN (dış kaplama) polimer solüsyonlarının koaksiyal elektro-eğirme yöntemiyle hazırlanarak ve ardından oksidatif stabilizasyon ve karbonizasyon uygulanarak

hazırlanmıştır (El-Deen ve ark. (2014). El-Deen ve arkadaşlarının yaptığı çalışmalarda, sentezlenen boşluklu karbon nanofiberleri, yüksek özgül yüzey alanı ve küçük gözenek çapları nedeniyle, tuz iyonlarını adsorbe etmek ve desorbe etmek için kullanmışlardır. Dolayısıyla, sentezlenen boşluklu karbon nanofiberler, CDI işlemi için önerilen bir elektrot malzemesi olarak düşünülmüştür.

Irawati ve ark. (2017), bağıl nemi gözlemek için çinko oksit (ZnO) nanoyapı ile kaplanmış PMMA mikrofiberi, rezonatör kullanılmasında önermişlerdir. Sonuç olarak, PMMA nanofiberlerin yüzeyindeki, ZnO nano parçaçık ek kaplaması ile sensörün hassasiyetinin artığını açıklamışlardır.

Boya hassasiyetli güneş pilleri (DSSC), boya moleküller, nanokristal metal oksitlerden yapılmıştır. Bu elektrolitler yüksek enerji dönüşüm verimliliği ve düşük üretim maliyeti gibi cazip özelliklere sahiptir. Katı haldeki hassas boyalı güneş pilleri, hassas boyalı güneş pillerin dayanıklılığını geliştirilmesi amacıyla polimer elektrolit içine polimer matris kullanılarak imal edilirler (Kim ve ark. (2006). Kim ve ark.'ları, boya güneş pillerinin katı-haldeki polimer matrisler ise (PMMA+PAN) elektrolitleri kullanılarak fotovoltaik özellikleri araştırılmıştır. Polimer matris yerine delikli iletken polimerler kullanarak hücrelerin fotovoltaik etkilerini karşılaştırarak, katı-hal polimer elektrolitin boya hassas güneş pillerinde kullanabileceğini bulmuşlar ve daha iyi sonuçlar elde etmişlerdir

Li ve ark. (2012), gözenekli karbon nanofiberleri (0.1-3 μm gözenekli) ve (çap ∼100 nm) sırasıyla 70/30 ve 30/70 ağırlık oranı olan poliakrilonitril / polimetil metakrilat (PAN / PMMA) kompozit malzemelerden elektrospin yöntemi kullanarak üretmişlerdir. Gözenekli karbon nanofiberlerle dolu kompozitlerin mikrodalga absorpsiyonunda karbon nanofiberleri içerenlere göre çok daha iyi bir performans sergilediklerini tespit etmişlerdir.

Flora ve ark. (2012), polimer elektrolitleri, $LiClO_4$ tuzu ile çeşitli konsantrasyonda, PAN ve PMMA çözelti polimerleri döküm tekniği kullanılarak hazırlamışlardır. 302-373K aralığındaki tuz konsantrasyonunun iyonik iletkenlik ve iyonik iletkenliğin sıcaklık bağımlılığına etkisini, AC impedans spektroskopisi analizi kullanılarak incelemişlerdir. Elektrolit sisteminin mikro yapısını incelemek için taramalı elektron mikroskopisini (SEM) kullanarak, numunenlerin yüksek iyonik iletkenliğini araştırmışlardır.

Jonoobi ve ark. (2010), Kenaf (Malvaceae ailesindeki bitki, aynı zamanda Deccan keneviri olarak da adlandırılır) bitkisinin statik yüzey temas açısı üzerinde

yaptığı çalışmalarında (üretilen nanofiberlerin yüzey özelliklerinin asetile edildiğinde), bitkinin hidrofilik yapısına sahip olmadığı aksine yapının hidrofobik özelliklerine sahip olduğunu vurgulamışlardır.

Pshchelko ve ark. (2017), farklı nano-ölçekli malzemelerin su geçirmez tabakalar üzerindeki kararlılığını incelenmişlerdir. Diğer oksidasyon yöntemleriyle elde edilen numunelere kıyasla ıslak oksijenli numulerin atmosferde elde edilen silikon dioksitin, daha iyi özellikte olduğunu açıklamışlardır.

Piperno ve ark. (2006), çalışmalarında PMMA'nın 60°C'de asetonda çözerek farklı konsantrasyonlarda solüsyonlar hazırlanmışlar ve elektrospin işlemi ile nanofiber üretmişlerdir. SEM, AFM ve X-ray gibi analiz yöntemleriyle oluşan nanofiberleri incemişlerdir. SEM analizlerine göre PMMA konsantrasyonu artıkça homojen nanofiberlerin arttığı ve boncuksu yapılarının azaldığını gözlemlemişlerdir. Ayrıca solüsyon konsantrasyonuna pararel olarak elde edilen nanofiberlerin çap kalınlığının da artığını açıklamışlardır.

Rath ve ark. (2016) çalışmalarında, gümüş nanopartiküller içeren kollajen nanofiber matların yara iyileşme alanlarında araştırmalar yapmışlardır. Kimyasal indirgeme yöntemiyle sentezlenen gümüş nanoparçacıklar (AgNP'ler), elektrospin işleminde nanofiber üretilmesi içim kollajen nanofiberlerine ilave edilmiştir. Kompozit nanofiber matların, düz kollajen nanofiberlerle karşılaştırıldığında yara iyileşme oranının hızlandığını ortaya çıkarmıştır. Histoloji analizi, hızlandırılmış bir yeniden epitelizasyon, kolajen üretimi ve AgNP'lerin kompozit kolajen nanofiberleri ile daha iyi yara kasılması olduğunu göstermiştir.

Selda ve ark. (2015), çalışmalarında nanofiber elde etme yöntemlerinden en yaygın yöntem olan elektrospin yöntemiyle PAN polimeri ile nanofiber üretmişlerdir. Üretilen nanofiberler arasına, absorbsiyon amaçlı nanofiber ilave edilerek nanokil katkılı PAN nanofiber elde etmişlerdir. Nanokil katkılı PAN nanofiberleri alternatif bir adsorbant madde olarak kullanılabileceğini tespit etmişlerdir.

Bis-GMA diş reçinesine, estetik, daha az sağlık riski ve daha iyi klinik kullanım gibi avantajlarda, diş hekimliğinde restoratif malzeme olarak yıllardır kullanılmaktadır. Bis-GMA reçinesinin nispeten düşük mekanik özelliklere sahipliği için çok sayıda araştırmalar yapılmıştır. Nanofiberlerin, Bis-GMA reçinesinin mekanik özelliklerini önemli derecede geliştirme potansiyeline sahip olduğuna inanılmaktadır. PAN+PMMA nanofiber kompozitler, yapıştırıcı ve arayüz alanı özeliğinde bulunduğu için takviyeli

diş malzemeleri araştırmaları alanında kullanılmaktadır. Bis-GMA/TEGDMA'ya PAN-PMMA nanofiber eklenmesi takviye etkisini açıkça göstermiştir (Sun ve ark. (2010b).

İletken bir polimer olan Polianilin (PANi)'i, doğal bir protein ve jelatin ile birlikte karıştırarak ve de elektrospin cihazı kullanarak, nanofiberler üretildiğinde, üretilen bu yapının iletkenlik özelliğininin, doku mühendisliğinde potansiyel araştırmalar için uygulama alanlarında kullanılabileceğini belirtmişlerdir (Li ve ark. (2006).

Nam ve ark. (2010), elektro-eğirme işlemiyle metalik nanoparçacık-gömülü tek boyutlu titanyum dioksit (1D-TiO_2), içindeki TiO_2 nanofiberleri, Au ve Ag metalik nano partikül çapı 5 ile 10 nm arasında komozit nanofiberler üretmişlerdir. Kompozit nanofiberlerin 450 °C'lik yüksek sıcaklıkta kalsinasyonundan sonra, nanofiberler, polivinilpirolidonun (PVP) termal ayrışmasıyla 1D-TiO_2'ye dönüşmüştür. Sonuç olarak, elektro-eğirme yoluyla hazırlanan bu metal nanopartikül gömülü 1D-nanoyapıların lityum-iyon pillerde elektrotlar olarak yararlı olabileceğini önermişlerdir.

Lakshman ve ark. (2010), çalışmalarında, antibakteriyel ve yara iyileştirme özelliklerinin geliştirilmesi amacıyla, gümüş (Ag) nanopartiküller üzerine poliüretan (PU) nanofiberler eklemişlerdir. Elektro-eğirme işlemindeki parametreleri, gümüş nanopartiküller içeren ve içermeyen PU için optimize etmişlerdir. Daha sonra gümüş nanopartiküller sulu ve organik yöntemlerle sentezlemişlerdir. PU-Ag nanofiberlerin su emme, antibakteriyel uyumluluklarını incelemişler ve geleneksel PU köpük ile karşılaştırmışlardır. Sonuç olarak, PU-Ag nanofiberlerin, yara iyileştirme alanlarında kullanılabilir olduğunu göstermişlerdir.

Song ve ark. (2011), gümüş nanotel/polivinilpirolidon (AgNW/PVP) nanokabloları, elektro-eğirme cihazıyla üretmişlerdir. Nanokabloların yapısı birkaç karakterizasyon yöntemi ile incelemişlerdir. Daha sonra AgNW / PVP nanokabloların içerisindeki AgNW'ler üzerinde elektriksel ölçümler yapmışlardır. Sonuç olarak nükleer PVP maddelerin, AgNW'lerin yüksek elektriksel iletkenliğe sahip olduğunu göstermişlerdir. Bu nedenle, belirlenen üretim yöntemi, genel olarak nanoelektronik uygulamalar için düşük maliyetli metal/ polimer kompozit malzemelerin üretilmesi için iyi bir potansiyel olduğunu vurgulamışlardır.

Piperno ve ark. (2006), ağırlıkça çeşitli yüzdeli PMMA ile asetonu karıştırarak, nanofiberler üretmişlerdir. Morfolojik yapılarını ve kimyasal bileşimlerini karakterize etmişlerdir.

Ra ve ark. (2005), çok duvarlı karbon nanotüp (MWCNT) kullanarak, PAN nanofiberleri elektro-eğirme cihazıyla üretmişlerdir. MWCNT'lü nanofiber eğirme doğrultusu boyunca elektriksel iletkenliği, eğirme yönüne göre normalden yaklaşık üç kat daha büyük olduğunu, bununla birlikte, CNT içermeyen karbonize PAN nanofiberlerin elektriksel iletkenlikte anizotropiyi göstermediğini belirtmişlerdir.

Shao ve ark. (2018) çalışmalarında elektrospin cihazı ile nanofiberlerin imal edilmesi için paralel elektrot toplayıcının arasına pozitif yüklü bir halka yerleştirerek yapmışlardır. Sonuçlar, kabarcık oluştuğunda, nanofiber çapını azalacağını ve nanofiber dizilişinin iyileşebileceğini göstermiştir.

Sun ve ark. (2010a), çalışmalarında elektro-eğirme cihazıyla çoklu şırınga tekniğini kullanılarak PAN takviyeli süper hidrofobik polistiren (PS) nanofiber matlar üretmişlerdir. PAN nanofiberlerin bileşenlerinin nanofiberli PS matlar eklenmesi sonucu, PS matlarının mekanik özelliklerinin önemli ölçüde geliştiğini, 3/1 (PS / PAN) oranında olduğu zaman, çekme mukavemetinin, saf PS matlarına kıyasla üç kat arttığını ve yüzey temas açısının 150 ° olduğu belirtmişlerdir. Ayrıca, alan emisyon taramalı elektron mikroskobu (FE-SEM), Fourier dönüşümü kızılötesi (FT-IR) ve mekanik özelliklerinin çok-şırıngalı elektro-eğirme tekniğinin büyük ölçekli iyi dağılmış mat nanofiberler üretiminde etkili bir yaklaşım olduğunu göstermişlerdir.

Uyar ve ark. (2009), işlevsel nanofiberleri geliştirmesi amacı ile siklodekstrin ile fonksiyonalize edilen PMMA nanofiberleri (PMMA/CD) elektrospin tekniği ile üretmişlerdir. CD fonksiyonlu nanofiberlerin, tedavi kullanımlarında artması için moleküler filtreler ve/veya nanofiltreler olarak kullanılma potansiyeline sahip olduğunu açıklamışlardır.

Yanilmaz ve Zhang (2015) elektro-eğirme metodu ile üretilen nanofiber membranların büyük gözeneklilik, benzersiz gözenek yapısı ve yüksek elektrolit alımına bağlı olduğu için Li-iyon pillerde kullanımlarını kapsamlı bir şekilde incelemişlerdir. Yanilmaz ve Zhang yaptığı çalışmalarda, farklı karışım oranlarına sahip PMMA/PAN membranların Li-iyon pillerde, farklı elektrokimyasal teknikler kullanarak karakterize etmişlerdir. Ticari mikro gözenekli poliolefin membrana kıyasla, santrifüjle eğrilen PMMA+PAN membranların, daha büyük iyon iletkenliği, yüksek elektrokimyasal oksidasyona ve lityumla daha düşük ara yüzey direncine sahip olduğunu göstermişlerdir.

Yang ve ark. (2019), çalışmalarında, yeni çekirdek kabuk nanoyapıları modifiye ederek elektrospin işlemi ile üretmişlerdir. Üretilen nanofiberler, ince selüloz asetat

(CA) kabuğu ile kaplanmış bir ilaç-protein nanokompozit oluşturmuşlardır. SEM ve TEM sonuçları, nanofiberlerin, 0.66 ila 0.87 nm çapında doğrusal ve silindirik morfolojilere sahip 1.8 ila 11.6 nm arasında bir kabuk kalınlığına sahip farklı çekirdek yapılarına sahip olduğunu göstermiştir.

Yu (2013) yaptığı çalışmada, takviyeli kompozit polimer nanofiberli PAN+PMMA malzemenin bir çok endüstri alanında, farklı uygulamalarda kullanılabileceğini belirtmiştir. PAN +PMMA kompozit malzemenin, morfolojisini, iletkenliğini ve mekanik özelliklerini incelemiştir. Bu yeni malzemenin, araçlarda, binalarda, pencere bölmeleri ve uçak camı vb. için kullanılabilir olduğunu göstermiştir.

Zamani ve ark. (2014), polimer elektrolit membranlı yakıt hücresi (PEMYH) sistemlerinin maliyetini düşürmek amacıylca, oksijen indirgeme reaksiyonunundaki (ORR), yüksek maliyetli platin (Pt) katalizörlerine alternatif olarak, pahalı olmayan malzemelerle değiştirilmesini uygun ve cazip olduğunu belirtmişlerdir. Elektro-eğirme tekniğin ve müteakip ısıl işlemler yoluyla hazırlanan Fe-PANi-PAN nanofiberler, ucuz ve pahalı olmayan malzemeler olarak ORR katalizörleri olarak hazırlamışlardır. Bu, ilk kez bir PANi-PAN karışımı, MN-C nanofiber katalizörlerini elektro-eğirme tekniği yoluyla hazırlamak için kullanılmıştır. Elektro-eğirme, ağırlıkça % 10'luk PANi eklenmesi sonucu, elektrospin cihazıyla hazırlanan en aktif, pahalı olmayan ORR nanofiber katalizörlerini meydana getiren, sırasıyla ORR başlangıç potansiyeli ve yarı-dalga potansiyeline yönelik 100 ve 70 mV'lik iyileştirmeler sağlandığını söylemişlerdir.

Mpukuta (2018)'de yaptığı çalışmada, elektrospin ile üretilen nano partikül (grafen, bakır, silika)'li PAN nanofiberlerin elektriksel iletkenliğini, elektrospin işlemi sırasında uygulanan farklı katkı oranlarındaki nanopartiküllerin ve voltajın bir fonksiyonu olarak araştırmıştır. Farklı içeriklerdeki bakır, grafen ve silika nano partikül (% ağırlıkça 1, 3 ve 5)'ler, PAN ve dimetilformamidden oluşan elektrospin solüsyonlarına ayrı ayrı ilave edilmiştir. Daha sonra, numunelerin elektrik iletkenlik değerleri, özellikle morfolojileri, kristal yapı ve hidrofobik/hidrofilik özellikleri araştırılmıştır. Tüm sonuçlar birbiriyle karşılaştırıldığında, en yüksek elektriksel iletkenlik değerleri ağırlıkça oranı % 1 olan Cu esaslı nanofiberin elektriksel iletkenlik değerleri 15 kV'da üretilen nanofiber için $1{,}38 \times 10^{-2}$ S/cm, 20 kV'da üretilen nanofiber için $2{,}83 \times 10^{-2}$ S/cm olarak bulunmuştur.

Ponomarev ve ark. (2019), çalışmalarında, yeni bir elektrot tasarım konsepti olarak 900-1200 ° C'de, PAN ve nanopartikül olarak ilave edilen zirkonyum ve nikel kullanarak elektrospin yöntemi ile nanofiber üretmişlerdir. Elde edilen kompleks karbon

nanofiber kağıt (CNFP) elektrotları, platin birikimi için kullanılmış ve HT-PEMFC için gaz difüzyon elektrotu olarak incelenmiştir. Üretilen 180 ° C'de olan CNFP'lar, kompozit olmayanlara ve ticari Celtec® P1000 kıyasla CNFP'ler daha yüksek performans sergilediğini belirtmişlerdir.

Chinnappan ve ark. (2018) çalışmalarında, Cu nanopartiküllü/MWCNT'lı PAN nanofiberi elektrospin yöntemiyle üretmişlerdir. Nanopatiküller için farklı ağırlık yüzdeleri (% 0,1; % 0,3; % 0,5) kullanmışlardır. Taramalı elektron mikroskobu ve yüksek çözünürlüklü iletim elektron mikroskopisi, hazırlanan karbon nanofiberlerin morfolojisini analiz etmek için kullanılmıştır. Nanofiberlerin elemental analizleri Enerji Dağıtıcı X-ışını Spektroskopisi, X-ışını Toz Kırınımı ve X-ışını Fotoelektron Spektroskopisi ile belirlenmiştir. Nanofiber kompozitlerin termal ve mekanik özelliklerini incelemek için termogravimetrik analiz ve mekanik dayanım testleri yapılmıştır. Hazırlanan nanofiberlerin elektriksel iletkenliği dört nokta prob cihazı ile incelenmiştir. Ağırlık olarak % 0; % 0,1; % 0,3; % 0,5 MWCNT içeren kompozitler için elektrik iletkenlikler sırasıyla 0,021; 0,459; 1,155; 1,479 S cm^{-1} olarak ölçülmüştür.

Song ve Xu (2016) çalışmalarında, PS nanofiberlerin hidrofobik/hidrofilik özelliğini araştırmışlardır. Tüm nanofibröz matların yüksek oranda hidrofobik ve super süperhidrofilik özellikler gösterdiğini belirtmişlerdir.

Nano parçaçıklarla güçlendirilmiş nanofiberler, elektrokimyasal kapasitör hücreleri için elektrot malzemeleri, polimerdeki nanokompozit malzemenin içinde takviye edici dolgu maddeleri, şarj edilebilir pil, hidrojen depolama, yakıt hücreleri gibi potansiyel uygulamalarda çok ilgi görmektedir. Bu tez çalışmasında da, Ag nanopartikül/nanotel ile güçlendirilmiş olan PAN+PMMA kompozit nanofiberlerin literetürde bulunan çalışmalarla mukayese edildiğinde, aşağıdaki sonuçlara ulaşılmıştır.

- Isıl iletkenlik katsayısı ve hidrofobik/hidrofilik incelenmesi ile ilgili bir çalışma tespit edilmemiştir.
- Bu çalışmada, ağırlıkça % 5 Ag nanopartikül katkılı PAN+PMMA kompozit nanofiberin elektriksel iletkenliği, saf PAN+PMMA kompozit nanofibere göre % 202,72 arttığı tespit edilmiştir. Elektriksel iletkenlik değerlerin incelenmesine yönelik bir çalışma tespit edilememiştir.
- PEM yakıt hücresinde kullanılmasına yönelik bir çalışma ilk kez bu tezde yapılmıştır. Çizelge 2.1 incelendiğinde, Ag nano partikül, PAN+PMMA kompozit nanofibere ilave edildiğinde PEM yakıt hücresinin akım yoğunluğu ve

güç yoğunluğunun arttığı tespit edilmiştir. Bu çalışmada PEM yakıt hücresinin gaz difüzyon tabakasında Toray 120 kullanılmıştır. Literatürdeki Trefilov ve ark. (2017)'larının yapmış oldukları çalışma ile uyumlu olduğu görülmüştür.

Çizelge 2.1. PEM yakıt hücresi için literatür karşılaştırması

Katalizatör	**Pt içeriği**	**Akım yoğunluğu (mA/cm^2)**	**Güç yoğunluğu (mW/cm^2)**	**Referans**
PAN+PMMA kompozit nanofiber (nano partikül için)	**0,6 mg/cm^2 anot tarafı için 0,7 mg/cm^2 katot tarafı için**	368,43	99,6	**Bu çalışma**
Pt/ Ag nanopartikül katkılı (% 5) PAN+PMMA kompozit nanofiber	**0,6 mg/cm^2 anot tarafı için 0,7 mg/cm^2 katot tarafı için**	433,29	126,7	**Bu çalışma**
Pt/MWNT	% 19,6	500	-	Rajalakshmi ve ark. (2005)
Pt/SWNH	% 20–40	200	-	Yoshitake ve ark. (2002)
Pt/CNT	% 19,4	500	-	Yoshitake ve ark. (2002)
MGL370/ Pt(Karbon aerojel)	0,4 mg cm^{-2}	896	536	Singh ve ark. (2017)
Toray 120/ Karbon Kserojel/ Pt	**0,3 mg cm^{-2}**	**300**	**135,63**	**Trefilov ve ark. (2017)**
Karbon kağıt/ GO:PAN:PVDF nanofiber/ Pt	0,2 mg cm^{-2}	869-1091	822	Wei ve ark. (2016)
Karbon kağıt/ CNT/ Pt	0,2-0,4 mg cm^{-2}	1000-1200	1100	Xie ve ark. (2015)

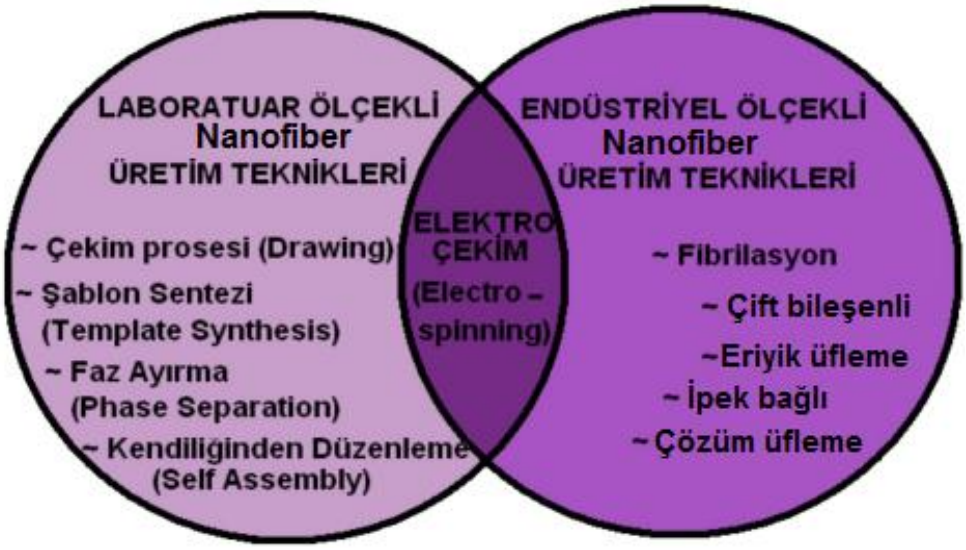
3. ELEKTRO-EĞİRME İŞLEMİ VE PEM YAKIT HÜCRESİ İLE İLGİLİ TEORİK GENEL BİLGİLER

Bu bölümde;

- Nanofiber üretiminde kullanılan cihazlarla ilgili teknik yöntemlerin tanıtımı,
- Nanofiber üretiminde en sıkça kullanılan elektrospin cihaz ile ilgili teorik genel bilgiler,
- Elektrospin cihazı ile üretilen nanofiberlerin kullanım alanları ve aynı zamanda oluşum aşamaları ile ilgili bilgiler sunulmuştur.

3.1. Nanofiber Üretiminde Kullanılan Genel Yöntemler

Üretilen nanofiberler ölçekli olarak endüstriyel ve laboratuvar teknikleri olarak sınıflandırılır. Elektrospin cihazı, nanofiber üretiminde en yeni ve avantajlı teknik yöntemlerden olduğu ve aynı zamanda bu yöntemin hem laboratuvar ölçeğinde, hem de endüstriyel ölçeğinde yer aldığı bilinir (Şekil 3.1) (Gülmez, 2013).



Şekil 3.1. Nanofiber üretim teknikleri(Gülmez, 2013)

3.1.1. Çekim prosesi (Drawing)

Çekim prosesi yöntemi, nanofiber üretim endüstrisindeki kuru çekim yöntemine benzer bir tekniktir. Bu teknikle üretilen nanofiberlerin tek tek ve uzun şekli formunda üretilir. Çekim prosesinde tipik olarak nanofiber üretimi gerçekleşmesi için SiO_2 bir

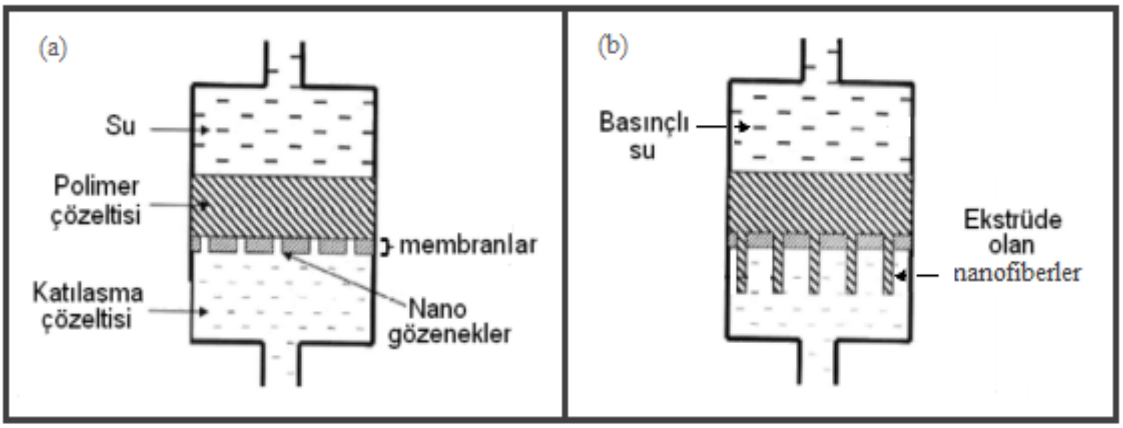
yüzeyin bulunması ve aynı zamanda bir mikropipet ve mikromanipülatör gibi parçalar gerektirir (Şekil 3.2). Bu teknikle üretilen nanofiberlerin tek tek üretilmesinin nedeni, bu yöntemin laboratuar ölçeğindeki yer alması uygun olduğu ve endüstriyel seviyelerde bulunmasının yeterli olmadığı bilinmektedi. Bu tekniğin nanofiber üretimindeki yapılan işlem şekli, mikrometre yarı çapında bulunan mikropipetin mikro manipülatör yardımıyla polimer damlacığına daldırılır. Ardından, mikro-pipetin damlacıktan yaklaşık 10^{-4} m/s hızla çekilmesi ardınan üretilen nanofiberler bir yüzeyde toplanır. Bu tekniğin damlacık üzerinde çekilme işlemi olarak birkaç kez tekrarlanır (Gülmez, 2013).



Şekil 3.2. Çekim prosesi ile nanofiber üretimi (Gülmez, 2013)

3.1.2. Şablon sentezi (Template synthesis)

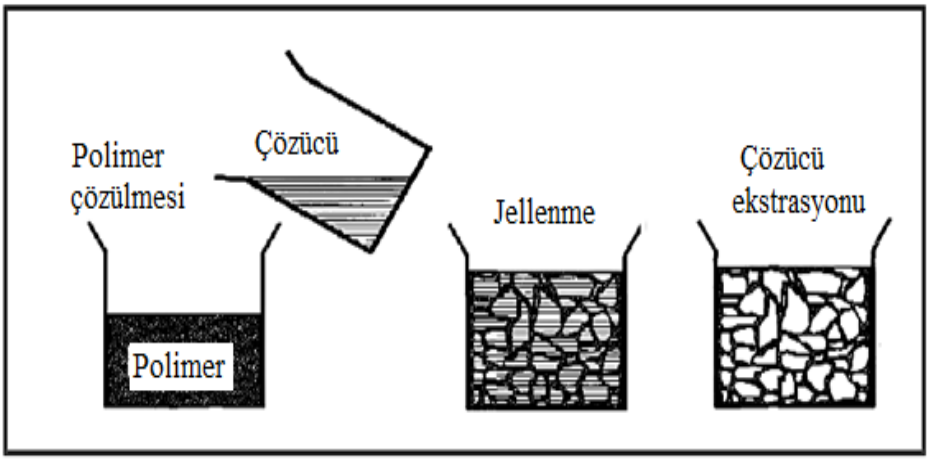
Şablon sentez yöntemi, nano gözenekli bir membranın şablon olarak kullanılan fibril veya tüp şeklindeki prosesin nanofiber üretiminde gerçekleşmektedir. Bu yöntemin tekniği, şablon olarak alınan metal oksit bir membran olarak seçilir. Membranların kalınlığı tipik olarak 5-50 mm mertebesinde düzgün çaplı silindirik gözenekler şeklini içermektedir. Üretilen nanofiberlerin elektrokimyasal veya kimyasal olarak sayıda yöntemler kullanılarak ve oksidatif polimerizasyon ile her gözeneğin sentezlendiği bir beher olarak kabul edilebilir. Bu tekniğin ilk aşaması olarak sıvı polimer üzerine uygulanan su basıncın, membranların gözeneklerinde diğer tarafından ekstrüde şeklinde çekilir (Şekil 3.3). Ekstrüde şeklinde gözeneklerden çekilen polimerlerin katılaşma sıvılarla temas ettiğinde, nanosilindirik çaplı ve gözenek boyutlardan şekillenen yapılar nanofiberler olarak adlandırılır (Şekil 3.3) (Gülmez, 2013).



Şekil 3.3 Şablon sentezi metodu ile nanofiber üretimi
(a) yöntemde kullanılan materyal içeriği (b) yöntemin üretim tekniği (Gülmez, 2013)

3.1.3. Faz ayırma (Phase separation)

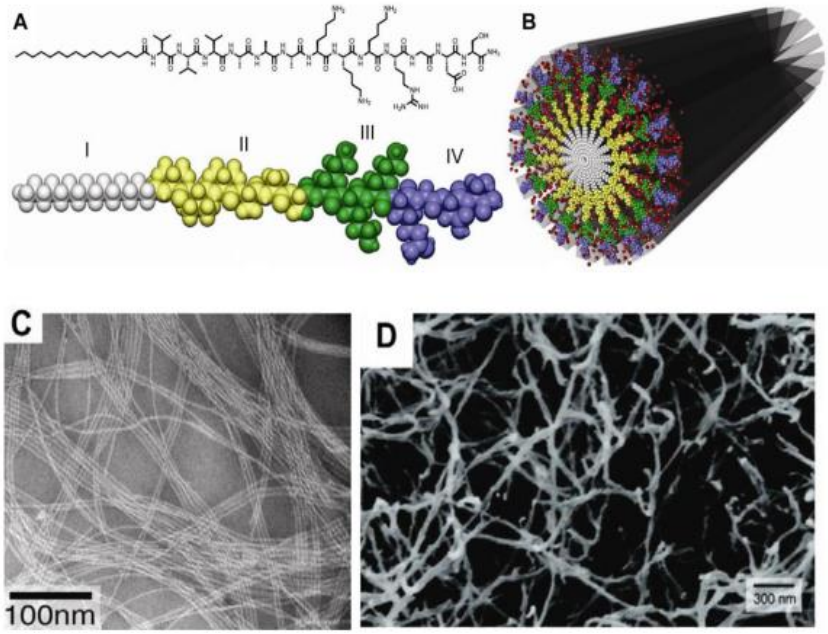
Nano lifler, nano lifli matrisler ve yüksek gözenekli köpükler, faz ayırma tekniği ile imal edilebilir. Genellikle, bir polimer çözücü içinde çözülür. Çözündükten sonra, karışım jelleştirilir. Bu prosedür beş aşamaya ayrılmıştır. Bunlar, polimerin çözünmesi, jelleşmesi, çözücünün çıkarılması, dondurulması ve vakum altında dondurularak kurutulması işlemleridir. Polimer tipi, çözücü tipi, polimer konsantrasyon, faz ayrılma sıcaklığı, ısıl işlem ve solvent değişimi, faz ayırma yönteminin değişkenleridir (Şekil 3.4) (Şahintürk, 2010).



Şekil 3.4. Faz ayırma metodu ile nanofiber üretimi (Gülmez, 2013)

3.1.4. Kendiliğinden düzenlenme (Self assembly)

Kendiliğinden montaj tekniğinde, nano lifler halihazırda var olan tek küçük moleküllerden türetilebilir. Bu bireysel moleküller kendilerini istenen nano ölçekli yapılara göre düzenlerler. Kendi kendine montaj yöntemi, küçük moleküller arasındaki moleküllerarası kuvvetlerin, ortaya çıkan nano liflerin genel şeklini vermesidir (Şekil 3.5) (Şahintürk, 2010).

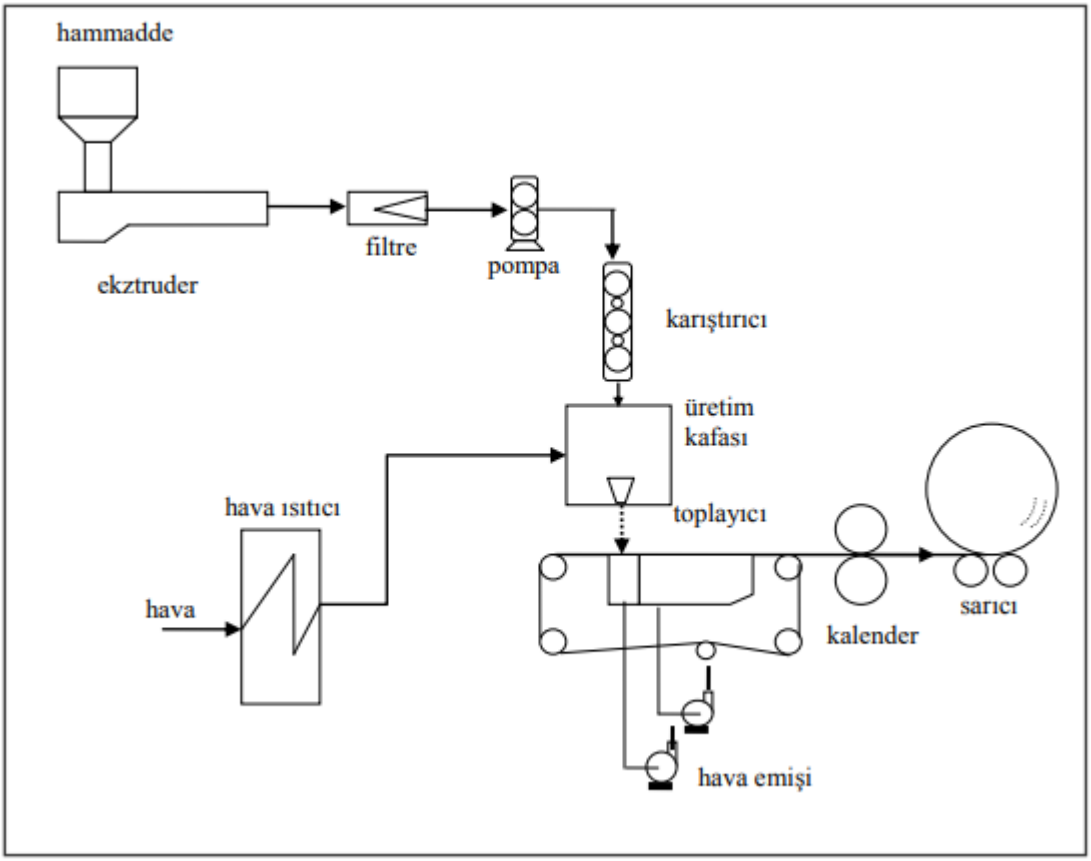


Şekil 3.5. Kendiliğinden düzenlenme yöntemiyle nanofiber üretimi (Gülmez, 2013)

3.1.5. Eriyik üfleme (Melt blowing)

Günümüzde, çok miktarlarda küçük çaplı fiber üretmek için kullanılan en yaygın üretim tekniği eriyik üfleme tekniğidir. Ancak, bu teknikle üretilen fiberlerin çapları genellikle 2 mikron veya daha fazladır. Ayrıca bu metotla üretilen fiberlerin mukavemetleri düşük olmakla birlikte, üretildikleri haliyle, fiber çapları fiber boyunca ve fiber ler arasında büyük değişiklikler gösterir. Bu teknolojide termoplastik fiberler kullanılmakla beraber yaygın olarak PET, PP ve PA 6 kullanılır. Bu sistemde enine uzunlukta yaklaşık olarak 1,5-3 m arasında bir ene sahiptir. Ayrıca düzeden polimer geçirilirken yüksek basınçta sıcak hava üflenerek düzeden çıkan filamentler inceltilir ve hareketli bant üzerine dökülür. Filamentler taşıyıcı bantta uzunlamasına serilirler ve

daha sonra kalender silindirlerinden geçirilerek, sarılırlar. Eriyik üfleme yönteminin işlem akışı Şekil 3.6'da verilmiştir (Şekil 3.6) (Kepekçi, 2011).



Şekil 3.6. Eriyik üfleme yöntemiyle nanofiber üretimi

3.1.6. Çözelti üfleme tekniği (Solution blowing)

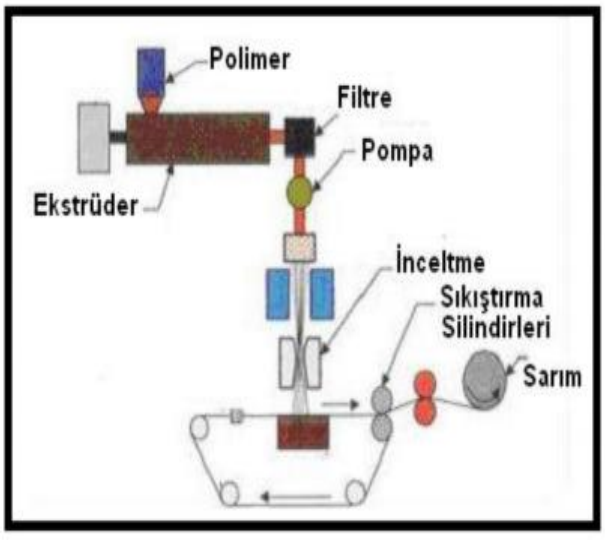
Çözelti üfleme tekniği, elektro-eğirme metodu ve eriyik üfleme teknolojilerinin birleşerek mikro ve nanofiberlerin dokunmamış ağlarını üretim işlemi mekanizması ve işlemin çözelti üfleme eğirme tekniği olarak adlandırlır. Bu teknikle gerçekleşen nanofiber üretim oranı yüksek olduğu vurgulanmıştır (Şekil 3.7) (Medeiros ve ark., 2009; Oliveira ve ark., 2011).



Şekil 3.7. Çözelti üfleme yöntemiyle nanofiber üretimi (Oliveira ve ark., 2011)

3.1.7. Eğirmeli bağlama yöntemi (Spundbond)

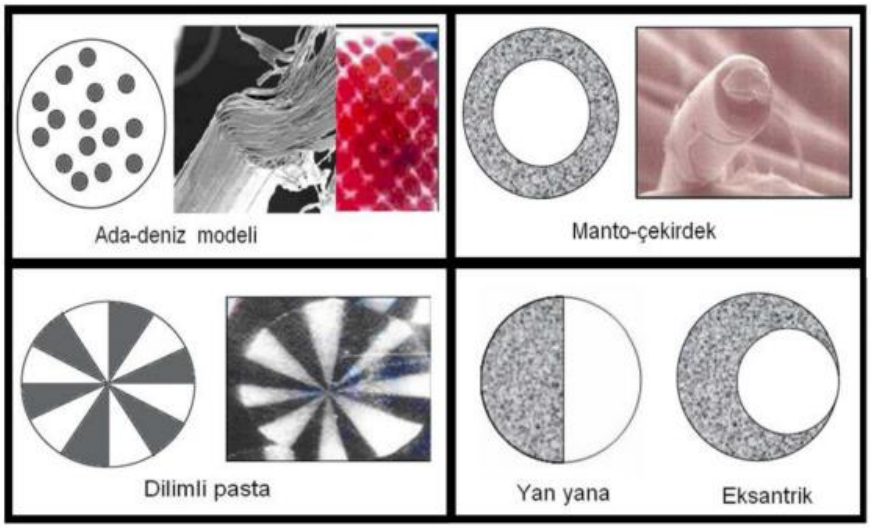
Eğirmeli bağlama yöntemi, meltblowing yöntemi ile teknik olarak çok benzemektedir. Ana farklılıklar, filamentleri inceltmek için kullanılan havanın hacmi ve sıcaklığı ile ilgilidir. Bu farklılıklar, sonuçta oluşan liflerin fiziksel özelliklerini de doğrudan etkilemektedir. Meltblowing metodunda yüksek miktarda hava kullanılmaktadır. Böylece hava akımı ile lifler gerdirilmekte ve inceltilmektedirler. Spunbond yönteminde ise polimer soğuyup katılaştığında germe uygulanmaktadır. Yani üretimleri sırasında liflere bir germe etki etmemektedir. Bu sebeple üretilen lifler daha kalındır. Lif çapları spunbond prosesi ile elde edilen liflerde 20 mikrona kadar çıkabilirken, meltblown prosesi ile elde edilen liflerde bu değer 2 mikronu pek geçmemektedir . Eğirmeli bağlama yönteminin şemetik resmi Şekil 3.8'de sunulmuştur (Beypazar, 2013).



Şekil 3.8. Eğirmeli bağlama metodu ile nanofiber üretimi (Gülmez, 2013)

3.1.8. Çift bileşenli yöntemi (Bicomponent)

Çift bileşenli nanofiber üretim tekniği, iki polimerin aynı düzeden püskürtülmesi ile iki polimer içeren bir filament üretilmesi esasına dayanır. Konvansiyonel yöntemlerde düze içerisinden iki polimerin geçirilmesi ve oluşan nanofiber karışımlarının daha sonra ayrılması mümkündür. Polimerler aynı düzeden püskürtüldükten sonra düze deliğinin hemen altında yapay bir soğutmaya tabi tutulurlar Nanofiber üretimi için çift bileşenli nanofiberleri parçalama ve eritme yoluna gidilmektedir. Çift bileşenli nanofiberlere örnek olarak; ada-deniz, pasta dilimi, manto çekirdek, eksantrik ve yanyana modelli nanofiberler örnek verilebilir (Şekil 3.9) (Gülmez, 2013).



Şekil 3.9. Çift bileşenli yöntemiyle üretilmiş nanofiberlerin kesit görüntüleri (Gülmez, 2013)

3.1.9. Fibrilasyon

Selüloz gibi lineer hücresel yapıya sahip liflerin nano boyutlu daha ince lifçikler halinde fibrilasyonu işlemidir. Çözünme, jelleşme, farklı çözücüler kullanarak üretim, dondurma ve nano gözenekli köpük oluşturacak şekilde kurutmayı içerir. Bu işlem zaman alıcı bir süreçtir. Bu teknikle üretilen lifler orta düzeyde mukavemet özelliklerine sahip olmalarına rağmen, boyut ve oluşumda büyük değişiklikler gösterirler. Lyocell liflerinin üretim koşullarının son derece kritik olmasından dolayı, bu teknikte başarılı olma olasılığı son derece azdır. Fibrilasyona uğrayan selülozik liflerden ince, hidrofil

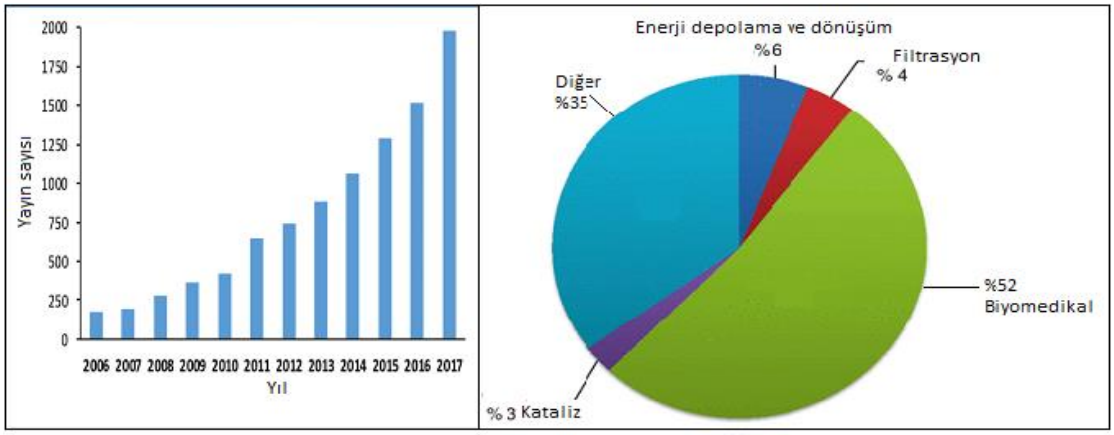
yapıda yüzeyler elde edilir. Bu yüzeyler mikrobiyolojik alanda, filtrelerin üretiminde, kağıt yapımında kullanılırlar (Beypazar, 2013).

3.2. Elektro-eğirme İşlemi

Elektro-eğirme işlemi polimer çözeltilerden veya eriyiklerden ince nano boyutundaki nanofiberler üretmek için elektrostatik kuvvetler kullanılan bir yöntemdir. Elektro-eğirme yöntemiyle üretilen nanofiberler, geleneksel eğirme işlemlerine göre daha düşük çaplara sahip olan nanofiberler üretirler. Elektro-eğirme işleminde daha iyi sonuçlar oluşturmak için onlarca kV aralığında bir DC gerilimine ihtiyaç duyulmaktadır. Polimer solüsyonundaki yüzey geriliminin üstesinden gelmesi kuralına göre çalışmaktadır. Elektro-eğirme işlemi atmosferik koşullar altında oda sıcaklığında gerçekleştirilirler. Elektro-eğirme cihazı üç ana bileşenden oluşur: bunlar, yüksek gerilime sahip güç kaynağı, nozul (polimer sıvısını püskürtmek için), toplaç (belirli bir polimer çözeltisine veya eriyiğini kendisine enjekte etmek için yüksek voltaj kaynağı kullanır) (Bhardwaj ve Kundu, 2010).

3.3. Elektro-eğirme Cihazından Üretilen Nanofiberlerin Kullanım Alanları

Şekil 3.10'da elektro-eğirme cihazından üretilen nanofiberlerin kullanım alanları ve bu konuda yapılmış olan yayınların yıllara göre dağılımları sunulmuştur. Şekil 3.10 incelendiğinde, elektrospin ile ilgili yayınların sayısı her yıl arttığı görülmektedir (Parveen, 2018).



Şekil 3.10. Elektrospin ile üretilen nanofiberlerin yılları göre yayın sayısı ve kullanım alanları (Parveen, 2018) (Laudenslager ve Sigmund, 2012b)

3.3.1. Biyomedikal

Elektro-eğirme yöntemi ile ilgili araştırmaların büyük bir bölümü biyomedikal araştırma alanlarını kapsamaktadır. Bu alanda en fazla çalışma yaraların iyileşmesi, ilaç gibi uygulama alanlarındadır. İlaç iletimi, ilaç moleküllerini artırmak için yüksek yüzey yüzey alanı ve hacime sahip nanofiberlerlerde gerçekleşir (Laudenslager ve Sigmund, 2012a).

3.3.2. Enerji malzemeleri

Nanofiberlerin aktif yüzey alanının yüksek olması, elektriksel iletkenliği artırabilen özelliklerde olduğunu göstermektedir. Araştırmacılar elektro-eğirme metoduyla üretilen nanofiberleri fotovoltaikler piller, hidrojen depolama malzemeleri, termoelektrik ve yakıt pillerinde kullanmaktadır (Laudenslager ve Sigmund, 2012a).

3.3.3. Süper hidrofobik yüzeyler

Hidrofobik yüzeyler, özellikle süper hidrofobik yüzeyler (yüzey temas açısı> 150° olan yüzeylerde) kendiliğinden temizleme özeliğine sahip olan bu malzemeler birçok endüstriyel uygulama alanlarında kullanılmaktadır (Laudenslager ve Sigmund, 2012a).

3.3.4. Filtrasyon

Elektro-eğirme metodoyla üretilen nanofiberlerin yüksek gözenekli yapıya sahip olmaları onların filtrasyon malzemeleri olmasını sağlamaktadır. Hava filtreden geçerken, basınçta bir değişim oluşmasına neden olur. Daha ince, mükemmel nanofiberlerin filitreleme işlemi için enerji gereksinimleri daha azdır (Laudenslager ve Sigmund, 2012a).

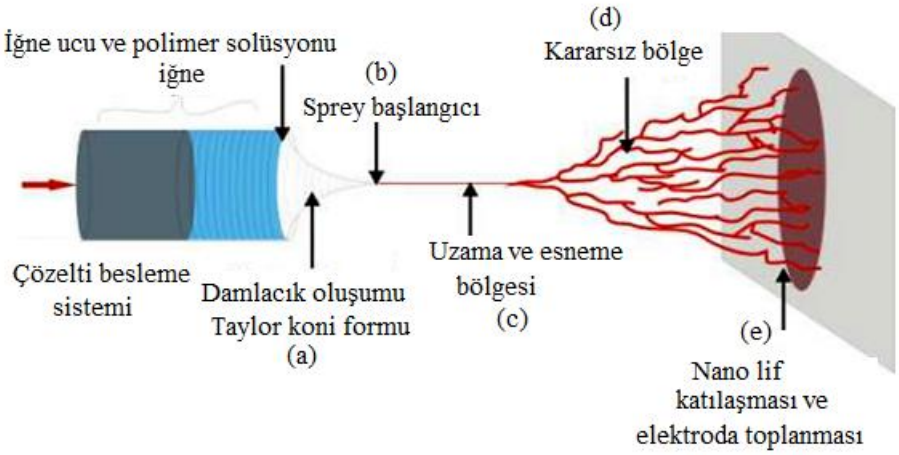
3.4. Elektro-eğirme İşleminde Üretilen Nanofiberlerin Oluşum Aşamaları

Polimer çözeltisi elektro-eğirme işleminde oluşan damlalar elektriksel alanda indüklenmesiyle başlayan nanofiber çekimi toplayıcı plakada nanofiber oluşumu olarak

bilinmektedir. Nanofiber oluşumu saniyeden daha az bir sürede gerçekleşmektedir. Reneker ve Fong elektro-eğirme metoduyla üretilen nanofiber oluşumunu; sprey başlaması, sprey uzama ve sünme kısmı, kararsız bölge gelişimi, nanofiberin katılaşması olarak dörde ayırmış ve bunları açıklamıştır. Damlacık oluşumu, Taylor koni yapısı, sprey başlangıç uzama ve esneme bölgesi, kararsız bölge aşağıda anlatılmıştır (Şekil 3.11) (Yalçinkaya, 2008).

3.4.1. Damla oluşumu

Her elektro lif çekim sisteminde iğne ucundan damlacık oluşumu bulunmamaktadır. Bazı üretim sistemlerinde polimer çözeltisi haznesinden farklı yöntemlerle lif çekimi gerçekleştirilmektedir. Tipik olarak çoğu laboratuar ortamında düşük hızla iğne uçuna pompalanan polimer çözeltisinin indüklenmesi, elektro lif çekim yöntemlerinde ilk adım olarak adlandırılır. Uygulanan elektrik alanın etkisi yokluğunda, iğne ucundaki polimer çözeltisi kendi ağırlığı ve yer çekiminin etkisi altında, damlacık şeklini alarak damlamaktadır (Şekil 3.11) (Yalçinkaya, 2008).



Şekil 3.11. Elektrospin cihazından üretilen nanofiberlerin oluşum aşamaları (Yalçinkaya, 2008)

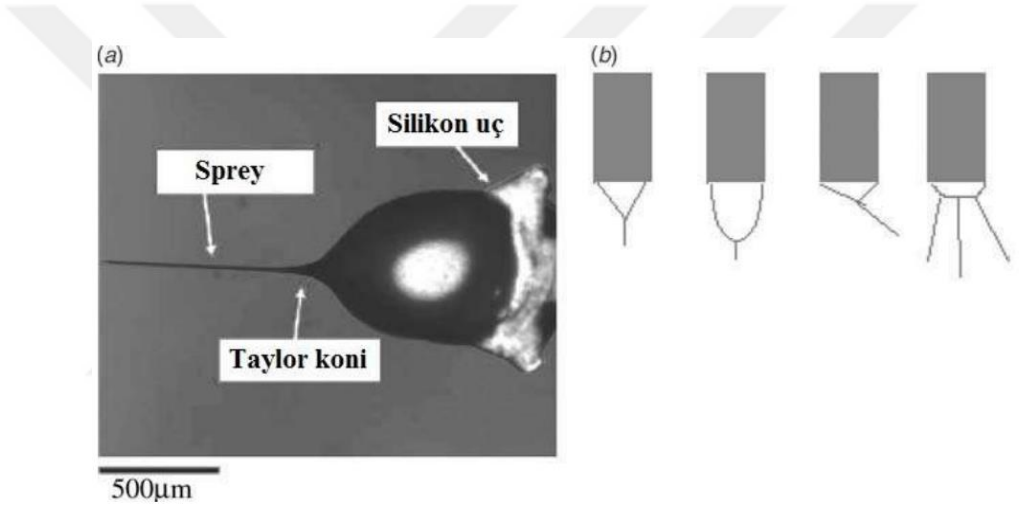
3.4.2. Taylor koni yapısı

Elektrospin işlemi sırasında iğne ucundan çıkan polimer çözeltisi damlacığına etki eden kuvvetler; yerçekimi, yüzey gerilmesi ve elektriksel gerilme kuvvetleridir. Bu kuvvetler birbirini dengeleyerek iğne ucunda Taylor konisi oluşturur ve tüm kuvvetlerin

birbirini dengelemesine bağlı olarak damla veya sıvı jet meydana gelir Şekil (3.12) (Dinç, 2013).

3.4.3. Sprey başlangıcı

Polimer çözeltisinde dolaşmış polimer zinciri gereğinden fazla bulunduğunda, damlacık üzerine Kolomb itme kuvveti bazen yetersizdir. Bununla birlikte, polimer çözeltisine uygulanan voltaj değerinin nanofiberi oluşturmak için tepe yüzeyinde toplanır ve çözeltinin limit voltaj değeri aşıldığında nanofiberler oluşmaya başlar. Taylor koni ucundan çıkan sprey sabit polimer çözeltisi beslemeyle sonsuz devam etmektedir (Şekil 3.11-3.12) (Yalçinkaya, 2008).



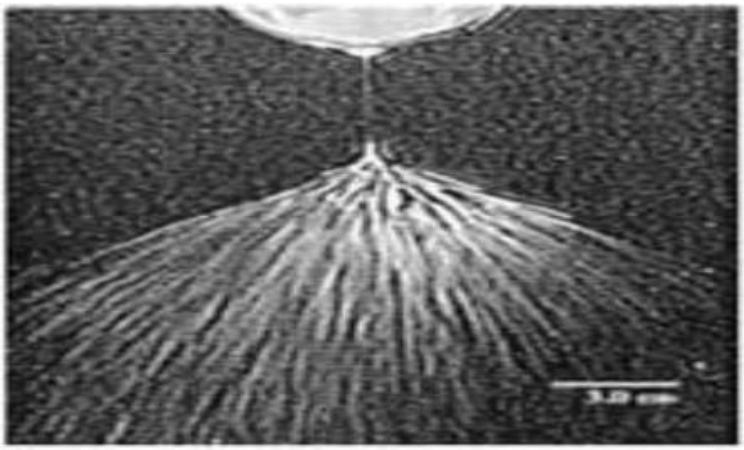
Şekil 3.12. (a) Taylor konisi (b) farklı geometrilerde sprey başlangıcı (Yalçinkaya, 2008)

3.4.4. Uzama ve esneme bölgesi

Uygulanan yüksek voltaj limit değerini aştığında, sprey başlangıcı meydana gelmektedir. Sprey yüzeyindeki elektriksel yük, eksenel yönde spreyin toplayıcıya doğru esnemesini sağlamaktadır (Şekil 3.11c). Taylor konisinden uzaklaşan polimer çözeltisinin hızlanması arttığında ve çözelti içindeki çözücünün buharlaşmasıyla birlikte sprey çapı düşmeye başlar. İncelen spreyde birim yüzey alana düşen voltaj azaldıkça, birim alanda bulunan polimer materyali artmaktadır. Azalan voltajla birlikte buharlaşma ayrıca polimer yüzey alanı da artmaktadır (Yalçinkaya, 2008).

3.4.5. Kararsız bölge (Whipping)

Elektrik üretim sürecinde en belirgin kararsızlık, Whipping'dir. Whipping oluşumunun nedeni, jet yüzeyindeki merkezden yüklerin birbirini ittirmesinden bir radyal torkun oluşmasıdır. Jet toplayıcı plakaya yaklaştığında ise ana jetten ayrılan küçük jetler meydana gelir. Bu küçük jetlerin oluşmasının nedeni ise radyal yüklerin birbirini itmesi sonucu ana jetten ayrılması olarak izah edilmiştir. Jet yeterince inceldiğinde ve viskoelastik kuvvetler yeterince sönümlendiğinde yeni whipping karasızlıkları oluşur. Bu karasızlık haline ikinci Whipping karasızlığı denir (Şekil 3.13) (Beypazar, 2013).



Şekil 3.13. ararsız bölge ve spreyin aldığı biçim (Yalçinkaya, 2008)

3.5. Elektro-eğirme İşlemini Etkileyen Parametreler

Elektroeğirme yöntemi ile nanofiber üretimine etki eden birçok faktör bulunmaktadır. Bu parametrelerin değiştirilmesi ile farklı özelliklere sahip nano yüzeylerin elde edilmesi mümkündür. İdeal bir elektroeğirme işleminde;

- Birbirine uygun ve kontrol edilebilir nanofiber çapları,
- Lif yüzeyinde oluşacak hatasız yapı ya da kontrol edilebilir hata,
- Sürekli nanofiber oluşumu sağlanabilmelidir. Elektro-eğirme metoduyla üretilen nanofiberlerin yapısını ve boyutunu belirleyen parametreler Çizelge 3.1'de verilmiştir (Gülmez, 2013).

Çizelge 3.1. Elektro-eğirme yönteminde nanofiber üretimine etki eden parametreler

Çözelti özellikleri	Elektrosipin parametreleri	Ortam parametreleri
Moleküler ağırlık ve viskozite	Uygulanan voltaj	Sıcaklık
Yüzey gerilim kuvveti	Akış hızı	Nem
İletkenlik	Çözelti sıcaklığı	Basınç
Dielektrik sabiti	İğne-toplaç arası mesafe	Atmosfer tipi
Ph değeri	Toplayıcı tipi	
Uçuculuk	İğne çapı	

3.5.1. Polimer çözelti parametreleri

Polimer çözeltisinin özellikleri, elektrospin işleminde ve sonuç olarak ortaya çıkan nanofiber morfolojisinde en önemli etkiye sahiptir. Yüzey gerilimi, nanofiber uzunluğu boyunca boncuk oluşumunda önemli bir etkiye sahiptir. Çözeltinin viskozitesi ve elektriksel özellikleri, çözeltinin uzama derecesini belirleyecektir. Bu da, sonuç olarak ortaya çıkan nanofiberlerin çapı üzerinde önemli bir etkiye sahip olacaktır (Şahintürk, 2010).

3.5.1.1. Molekül ağırlığı ve viskozite

Çözelti hazırlama aşamasında yoğunlaştırıcı olarak kullanılan polimerlerin moleküler ağırlığı çözelti viskozitesini etkilemektedir. Yüksek moleküler ağırlığa sahip polimerler kullanılarak hazırlanan çözeltilerin viskoziteleri de yüksek olmaktadır. Bu nedenle elektro-eğirme sırasında fiber üretimini sağlayacak şekilde uygun moleküler ağırlıkta polimerler kullanılmalıdır. Ayrıca çözelti viskozitesini arttırmak için polimer konsantrasyonu da değiştirilebilir. Üretim sırasında kullanılan çözeltinin viskozitesinin çok yüksek değerde olması iğne ucunun tıkanmasına çok düşük olması da çözeltinin yerçekimi etkisi ile iğne ucundan damlamasına ve üretimin engellenmesine neden olur. Bunun için çözelti viskozitesi çok iyi ayarlanmalıdır. Ayrıca çözelti viskozitesinin üretim sırasında sıvın jetin parçalanması sonucu oluşan ve istenmeyen bir durum olan boncuksu yapı oluşumu üzerinde etkisi vardır. Düşük viskoziteli çözeltilerden üretilen fiberlerin üzerinde boncuk meydana gelmektedir. Çözelti viskozitesi arttırıldığında boncukların şekli küreden elipse dönüşmekte ve giderek yok olmaktadır. Çözelti viskozitesinin etkilediği diğer bir özellik ise fiber çapıdır. Yüksek viskoziteli çözeltilerden daha kalın fiberler elde edilmektedir (Süslü, 2009).

3.5.1.2. Yüzey gerilimi

Elektroeğirme işleminin başlayabilmesi için yüklü çözeltinin kendi yüzey gerilimini aşması gerekmektedir. Yüzey gerilimi, bir sıvının birim kütledeki yüzey alanını düşürmede etkilidir. Yüzey gerilim kuvveti üretim sırasında boncuk oluşumuna da neden olabilir. Yüksek konsantrasyonda serbest çözücü molekülleri olduğunda, çözücü moleküllerinde birleşmeye karşı çok fazla yatkınlık olur ve yüzey geriliminden dolayı yuvarlak bir şekil alırlar. Yüksek viskozite, çözücü ve polimer molekülleri arasında kuvvetli bir etkileşim olduğu anlamına gelir. Böylece, yüklerin etkisi altında çözelti esnediği zaman çözücü molekülleri dallanmış polimer molekülleri üzerinden yayılmaya yatkınlaşacaklardır ve böylelikle, yüzey geriliminin etkisi altında çözücü moleküllerinin bir araya gelme yatkınlığı azalacaktır. Yüksek viskoziteye sahip çözeltide çözücü molekülleri ile polimer molekülleri arasındaki etkileşim nedeni ile boncuk oluşumu engellenmiş olur (Gülmez, 2013).

3.5.1.3. Çözelti İletkenliği

Elektro-eğirme işlemi sırasında oluşan jetin yüzeyindeki yüklerin birbirini itmesi nedeni ile jet üzerinde uzama meydana gelir. Eğer çözelti iletkenliği arttırılırsa jet üzerinde daha fazla yük taşınabilir. Çözeltinin iletkenliği iyon ilavesi ile artırılabilir. Çözeltiye tuz ilavesi yapılarak jetin üzerinde meydana gelen gerilme ve uzama arttırılmış olur ve aynı zamanda boncuk oluşumu da engellenir. Çözelti içerisinde iyonların bulunması çözeltinin iletkenliğini artırır ve elektroeğirme işlemi ile fiber üretimi için gerekli kritik voltajın düşmesini sağlar ve altlık üzerinde daha geniş bir alanda fiber oluşumuna olanak sağlar (Süslü, 2009).

3.5.1.4. Çözeltinin pH değeri

Çözeltinin pH değeri, elektrik iletkenliğinin bir göstergesidir. Bazı araştırmacılar, pH değerinin değişmesiyle iletkenliğin de değiştiğini gözlemlemişlerdir. pH değerlerinin artmasıyla, yani çözeltinin bazik durumda olmasıyla liflerin daha düzgün ve ince yapıda oldukları ancak asidik ortamda boncuklu yapıların oluĢtuğu belirtmişlerdir. Bu durumun, asidik durumda polimerin proton fazlalığından kaynaklandığı belirtilmiştir (Beypazar, 2013).

3.5.1.5. Çözücünün Dielektrik Etkisi

Çözücünün dielektrik sabiti ortalama nanofiber çapını etkilemektedir. Çözeltinin dielektrik sabiti yüksek olması, damlacıklı yapının oluşumunu engellediği gibi daha düşük çapta nanofiber üretimine neden olur. N-N'Dimetilformamit (DMF) gibi çözücüler ilave edildikleri çözeltinin dielektrik özelliklerini artırır ve nanofiber morfolojisinin daha iyi olmasını sağlar. Jetin kararsızlığı çözücünün dielektrik sabitinin artması ile artmaktadır. Bu artış daha geniş bir bölgede daha küçük çaplarda nanofiber birikimini sağlar (Gülmez, 2013).

3.5.1.6. Uçuculuk

Uçuculuk, toplayıcı plakadaki bulunan katı polimer nanofiberin jetden çözücünün buharlaşma durumu olarak nitelendirilir. Çözücünün yavaşça buharlaşması yassı şerit benzeri nanofiberlerin oluşmasına neden olur. Yüksek derecede uçucu çözücüler kullanılması durumunda, çözeltinin iğne üzerinde kurumasına yada tıkanmasına sebep olur (Şahintürk, 2010).

3.5.2. Polimer işlem parametreleri

Elektrospinning işlemini etkileyen diğer önemli parametre, elektrospin jetine uygulanan çeşitli dış faktörlerdir. Bunlar, uygulanan voltaj, besleme hızı, çözeltinin sıcaklığı, toplayıcı tipi, iğnenin çapı, iğne ucu ile toplayıcı arasındaki mesafedir. Bu parametreler, çözelti parametrelerinden daha az önemli olmalarına rağmen, fiber morfolojisinde belirli bir etkiye sahiptir (Şahintürk, 2010).

3.5.2.1. Uygulanan voltaj

Uygulanan voltaj, nanofiber morfolojisini etkileyen önemli bir işlem parametresidir.

Yüksek voltaj uygulandığında, nozul ucunda bulunan polimer solüsyonun salınım damlasının yüksek olması sonucu, yüzey gerilimi ve dış alan üzerine uygulanan Coulombic elektrostatik kuvvetler ile karşılaşacaktır. Elektrik alanının gücü bir kritik

değeri aştığında, elektrostatik kuvvetler polimer çözeltisinin yüzey gerilimini aşabilir. Böylece sıvı jetin ucundan zorlama gücüyle fırlar (Özkoç, 2010)

3.5.2.2. Mesafe

İğne ucu ile toplayıcı plaka arasındaki mesafe, jetin üzerinde bulunan çözeltinin hem uçma zamanını hemde elektrostatik kuvvetlerin yoğunluğunu, direkt olarak etkileyecektir. Bu mesafede, nanofiber oluşumda etkendir. Çözeltinin uçarak buharlaşması için yeterli zamana ihtiyaçı vardır. Ayrıca çözücünün buharlaşması için geçen süre arttığında, oluşan nanofiberler daha kuru bir şekilde plaka üzerinde birikir. İğne ucu ile toplayıcı arasındaki mesafe kısa olduğunda elektrostatik kuvvetlerin etkisi fazla olur. Mesafe çok kısa olduğunda, fazla çözücü, liflerin bağlantı oluşturmak üzere temas ettikleri yerde birleşmesine neden olabilir (Şahintürk, 2010).

3.5.2.3. Besleme hızı

Besleme hızı jetin hızını ve malzeme transfer hızını etkileyen önemli bir parametredir. Akış hızındaki artış, aktarılan çözelti hacmine etki eden elektrostatik kuvveti azaltacağından, lif çapının artmasına olmasına neden olur. Çözelti besleme hızı, iğne ucundan toplayıcıya uçuş süresince çözücünün buharlaşması için yeterli süreyi sağlaması için yeterli seviyede düÇük olmalıdır. Aksi taktirde, lifler toplayıcı üzerine düşene kadar kurumaz ve liflerin birbirleri ile temas ettikleri noktalarda yapıÇmalar meydana gelir. Bu nedenle daha düşük besleme hızı, buharlaşma için daha fazla zaman sağlayacağı için daha istenir bir durumdur (Beypazar, 2013).

3.5.2.4. Çözelti sıcaklığı

Çözelti sıcaklığının yüksek olması çözeltinin elektroeğirme işlemi sırasında buharlaşma 40 hızını arttırırken viskozitesinin artmasına neden olur. Yüksek sıcaklığa sahip çözeltilerden daha düzgün fiberler elde edilir (Kepekçi, 2011).

3.5.2.5. İğne/pipet çapı

Pipet/iğne iç çapının elektrolif çekim prosesinde belirgin etkisi vardır. İğne çapı küçüldüğünde, iğne ucunda oluşan damla küçülür ve damlanın yüzey gerilimi artar. Artan yüzey gerilimi ise jetin oluşabilmesi için daha yüksek Coulomb kuvveti gerektirir. Uygulanan voltaj aynı kaldığında, Coulomb kuvvetinin şiddeti düşeceğinden oluşan jet yavaşlar ve lif oluşumuna havada geçirdiği süre artar. Bu sayede lif çapı azalmış olur. Ancak, pipet/iğne çapı çok düşük olursa da damlacığın pipet/iğne ucundan püskürtülmesi sorun olabilir. İğne çapı arttığında ise oluşan damla büyüyecek, yüzey gerilimi azalacaktır. Bu sayede Coulomb kuvvetinin etkisi artacak ve jet hızlanacak, havada geçirdiği zaman azalacak ve dolayısı ile lif çapı artacaktır (Beypazar, 2013).

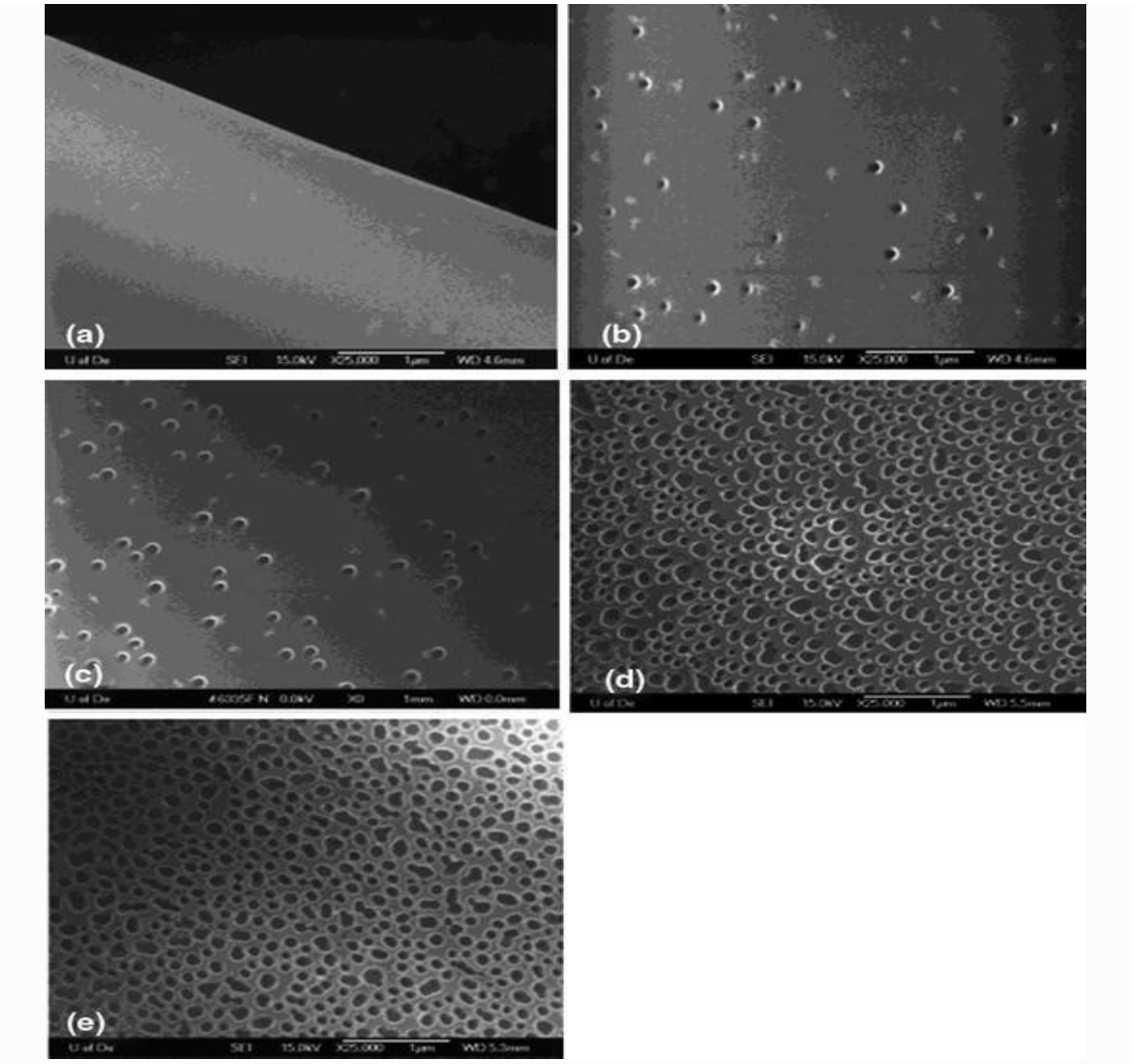
3.5.2.6. Toplayıcı cinsi

Toplayıcı cinsi, elektrik alanın sağlanabilmesi açısından önemlidir. Pek çok sistemde, bu elektrik alanın sağlanabilmesi için metal, alüminyum gibi iletken plakalar kullanılır ve bu materyal elektriksel olarak topraklanır. Böylece besleme ünitesi ve toplayıcı plaka arasında stabil bir potansiyel fark oluşmuş olur. Elektro çekim prosesinde oluşan liflerin toplayıcı üzerinde konumlanma şekli, elde edilen yüzeyin özellikleri üzerinde etkili bir faktördür. Sabit plaka üzerinde toplanan lifler, birbiri üzerinde rastgele konumlanır. Bu rastgele konumlanma, elektro çekim yöntemi ile elde edilen nanolifli yüzeyin kullanım alanlarını sınırlandırmaktadır. Nanoliflerin potansiyel kullanım alanlarını artırmak için nanoliflerin çeşitli örüntülerde hizalanması ve bunun için de farklı toplayıcı tipleri kullanarak kontrollü nanolif konumlanması sağlanmaya çalışılmıştır. Bu amaçla dönen tambur veya disk, taşıyıcı bant gibi hareketli toplayıcılar kullanılabilirken, paralel bilezik veya çerçeveler gibi sabit toplayıcılar da kullanılabilmektedir. Hareketli toplayıcıların dönüş hızları da oluşan liflerin hizalanmasında önemli etkiye sahiptir (Beypazar, 2013).

3.5.3. Ortam parametreleri

Jeti çevreleyen atmosfer koşulları üretilecek olan fiberin yapısı açısından önemli etkiye sahiptir. Bu koşullar nem, atmosfer cinsi ve basınçtır (Süslü, 2009). Capber ve

ark. (2004) 190 000 g/mol PS/THF nanofiberlerin değişen nem oranlarında yüzey morfolojilerinin incelemişlerdir (Şekil 3.14) (Casper ve ark., 2004).

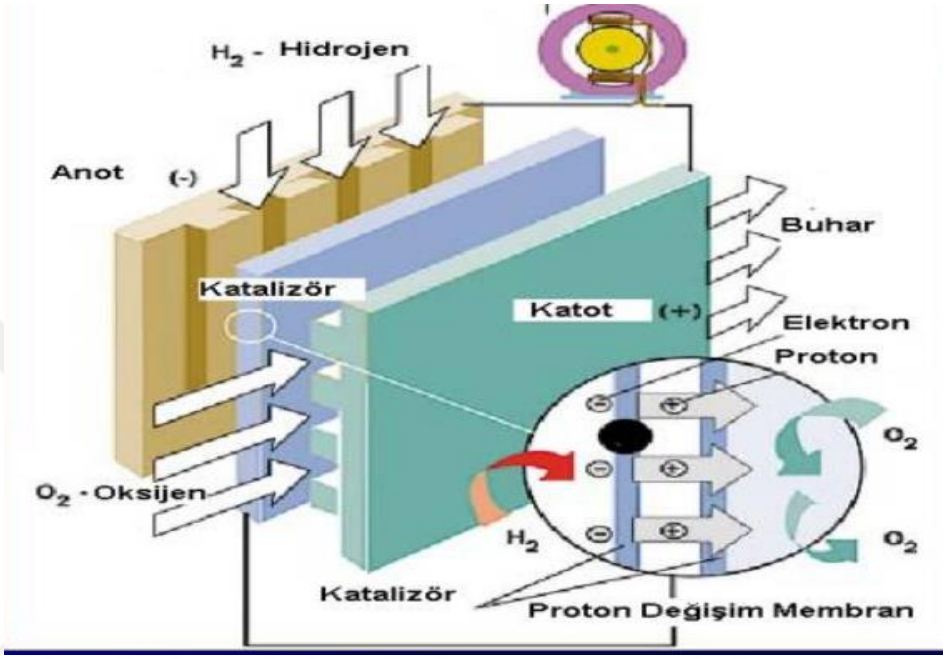


Şekil 3.14. 190 000 g/mol PS/THF nanofiberlerin değişen nem oranlarında yüzey morfolojilerinin FESEM görüntüleri: (a) <% 25, (b) % 31-38, (c) % 40-45, (d) % 50-59, (e) % 60-72 (Casper ve ark., 2004)

3.6. Proton Değişim Membran Yakıt Hücreleri

PEM yakıt hücrelerinin temel bileşeni anot ve katot olmak üzere iki tane elektrot içerir. Bunlar birbirlerinden polimer membran elektrot ile ayrılmışlardır. Her iki elektrot bir kenarından ince platinyum katalizör tabakası ile örtülmüştür. Elektrotlar, katalizör ve membran ile birlikte membran elektrotu oluştururlar. Yakıt olarak kullanılan hidrojen yakıt hücresinin anot kenarından beslenir. Anotta platinyum katalizör varlığında serbest elektronlar ve protonlara ayrışır. Serbest elektronlar dış çevrimde kullanılırlar ve

elektrik akımı formunda davranırlar. Protonlar polimer membran elektroliti geçerek katota doğru hareket ederler, katotta havadan gelen oksijen dış çevrimden gelen elektronlar ve protonlar saf su ve ısı oluşturmak üzere birleşirler (Şekil 3.15). Bireysel yakıt hücreleri yaklaşık 0,6 volt güç üretirler, istenilen elektriksel güç miktarını karşılamak için yakıt hücreleri birleştirilirler.



Şekil 3.15. Proton değişim membran yakıt hücresi şematik gösterimi

PEM yakıt hücreleri hareketli parça içermemektedir ve bu sebeple aşınmazlar, oldukça sessiz çalışmakta ve herhangi atık ortaya çıkarmamaktadır. Verimlilikleri oldukça yüksektir (yaklaşık % 50) ve hassas çalışma koşullarında (90°C'ye ve 600 kPa'a kadar) çalışırlar. PEM yakıt hücreleri düşük güç seviyelerinde maksimum verimliliğe ulaşabilmektedirler ve verimlilik gücün arttırılmasıyla lineer olarak azalmaktadır. Proton değişim membran yakıt hücreleri, özellikle yüksek performanslı polimerlerin bulunmasından sonra; uzay çalışmalarında ve özel askeri sistemlerde uygulanmak amacıyla geliştirilmiştir (Cengiz Koçum, http://yunus.hacettepe.edu.tr/~yilser/DPT.htm).

4. MATERYAL ve METOD

Bu tezin amacı, elektro-eğirme metodu ile üretilen Ag nanopartikül/nanotel katkılı PAN+PMMA kompozit nanofiberlerin elektriksel iletkenlikleri ve hidrofobik/hidrofilik etkileşiminin incelenmesidir.

Bu amaca ulaşmak için, aşağıdaki çalışmalar yapılmıştır.

- Çeşitli parametreler kullanılarak, en uygun yapıda olan (homojen) PAN+PMMA kompozit nanofiber yapısının tespiti,
- Homojen yapıdaki PAN+PMMA kompozit nanofiberlere, farklı oranlarda (ağırlıkça % 1, 3, 5) nanopartikül/nanotel eklenmesi,
- Homojen yapıdaki PAN+PMMA kompozit nanofiberlerin ve Ag nanopartikül/nanotel katkılı PAN+PMMA kompozit nanofiberlerin elektriksel iletkenliklerinin tespiti, SEM, EDX, XRD, statik yüzey temas açısı, TGA/DTA ile karakterizasyonları
- Homojen yapıdaki PAN+PMMA kompozit nanofiberlerin ve Ag nanopartikül/nanotel katkılı PAN+PMMA kompozit nanofiberlerin ısıl iletim katsayılarının tespiti
- En yüksek elektriksel iletkenlik değerinde olan numunenin PEM yakıt hücresindeki performansının incelenmesi.

4.1. Kullanılan Cihaz ve Malzemeler

Bu çalışmada kullanılan malzemeler, laboratuvar aletleri ve kullanılan cihazlar Çizelge 4.1'de sunulmuştur.

Çizelge 4.1. Bu çalışma kapsamında kullanılan malzemeler, cihazlar ve laboratuvar aletleri

Kimyasal malzemeler	Kullanılan cihazlar	Laboratuvar aletleri
PAN (poliakrilonitril)	Elektrospin cihazı	
PMMA (poli metil metakrilat)	SEM analizi cihazı	Maske
DMF (N, N-Dimetilformamid)	Dört nokta prob cihazı	Makaslar
Ag nanoprtikül	Isıl iletim katsayısı ölçüm cihazı	Paslanmaz çelik iğneler
Ag nanotel	Statik yüzey temas açısı ölçüm cihazı	Hassas terazi
	XRD analizi cihazı	Manyetik karıştırıcı
	TGA/DTA analizi cihazı	Manyetik balık
		PEM yakıt hücresinin performansını test edilme cihazı

4.1.1. Kullanılan kimyasal maddeler

PAN+PMMA kompozit nanofiberler ve Ag nanopartikül/nanotel katkılı PAN+PMMA kompozit nanofiberlerin üretilmesi için, bazı kimyasal malzemelerin kullanılması gerekir. Kullanılan kimyasal maddelerin özellikleri aşağıda sunulmuştur.

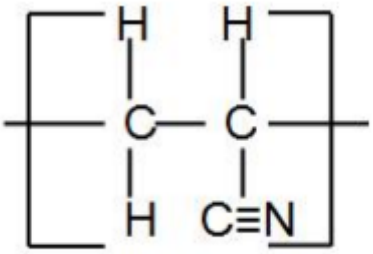
4.1.1.1. Poliakrilonitril

Poliakrilonitril, deneylerde sıkça kullanılan bir polimerdir. PAN'ın genel özellikleri aşağıda sunulmuştur.

- Alkalilere ve ultraviyole ışınlara karşı dayanıklığı,
- Hidrofobik olmasına rağmen, çeşitli asitlerden etkilenmesi,
- Düşük yoğunluklu olması,
- Yüksek elastikliğe sahip olması,
- Erime sıcaklığı 50 ^{o}C /dakikada olduğu zaman eritme sıcaklığı olarak 300 ^{o}C'dir.

Bu çalışmadaki kullanılan Poliakrilonitril polimeri Sigma Aldrich firmasından alınmıştır (Şekil 4.1). Poliakrilonitrilin kimyasal formülü Şekil 4.1'de sunulmuştur. Bu çalışmada kulanılan PAN'nın molekül ağırlığı 150.000 g/mol'dir ve renk olarak sarıyla beyaz arasındadır (www.sigmaaldrich.com).



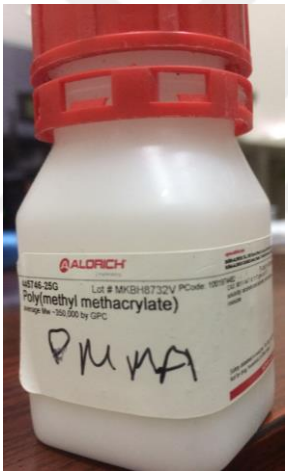


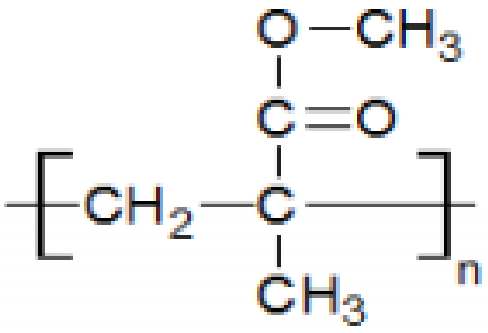
Şekil 4.1. Sigma Aldrich firmasından alınan (PAN) ve kullanılan polimerin kimyasal formülü (https://www.sigmaaldrich.com/catalog/product/aldrich/181315?lang=en&region=TR)

4.1.1.2. Polimetil metakrilat

Polimetil metakrilat, aynı zamanda akrilik veya akrilik camlar Crylux, Pleksiglas, Akrilikit, Lucit ve Perspex gibi adlandıran polimerin ticari isimleriyle PMMA olarak bilinir. Bu çalışmada kullanılan PMMA, güçlü, sağlam ve hafif malzeme olarak bilinir. Ayrıca bu polimerin hem cam maddesinden, hemde polistiren polimerlerden daha yüksek darbe mukavemetlerine sahiptir.

PMMA, camda hafif ve kırılmaya karşı dayanıklı, sıklıkla tabaka halinde kullanılan şeffaf bir termoplastik malzeme olarak bilinir. Aynı malzeme, mürekkep ve kaplamalarda bir döküm reçinesi olarak kullanılabilir. Bu çalışmada kullanılan PMMA Sigma Aldrich firmasından alınmıştır (Şekil 4.2). Kimyasal formülü Şekil 4.2'de sunulmuştur. Kullanılan polimerin ortalama molekül ağırlığı ise 350.000 MW'dır (www.sigmaaldrich.com).

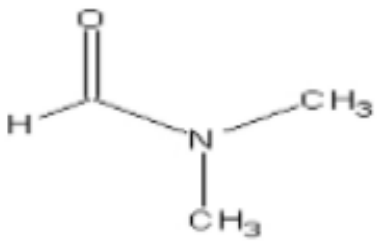


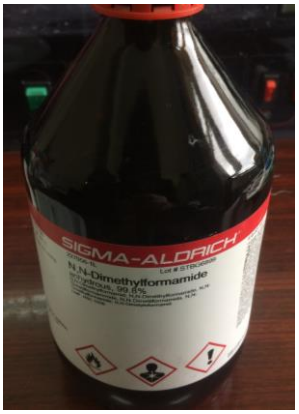


Şekil 4.2. Sigma Aldrich firmasından alınan PMMA malzemesi ve PMMA polimerinin kimyasal formülü (https://www.sigmaaldrich.com)

4.1.1.3. Dimetilformamid

Dimetilformamid, solüsyon hazırlamasında çözücü olarak en yaygın olarak kullanılır. DMF, bu çalışmada PAN+PMMA için çözücü olarak kullanılmıştır. Bu çalışmada kullanılan DMF, Sigma Aldrich'ten alınmıştır. Kimyasal formülü ise Şekil 4.3'de sunulmuştur (www.sigmaaldrich.com).





Şekil 4.3. Sigma Aldrich firmasından alınınan DMF'in kimyasal formülü (https://www.sigmaaldrich.com)

4.1.1.4. Ag nanopartikül

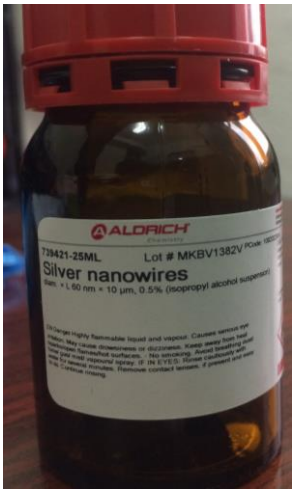
Bu malzemenin, mekanik dayanımı, termal stabilitesi, elektrik iletkenliği, manyetik ve optik özelliklerin yüksek olması nedeniyle farklı alanlarda kullanılmaktadır. Bu malzeme, yaraların temizlenmesinde, kremlerde, ambalajlarda, paketlerde, boyalarda, buzdolaplarında, kanser tedavilerinde, hastalıkların teşhisinde kullanılmaktadır (Şekil 4.4) (www.sigmaaldrich.com).



Şekil 4.4. Sigma Aldrich firmasından alınan Ag nanopartikül (www.sigmaaldrich.com)

4.1.1.5. Ag nanotel

Gümüş nanotel malzemeler, dokunmatik ekranlar, medikal görüntüleme, steril giysiler, iletken, optik ve anti-mikrobiyal uygulama alanlarında kullanılmaktadir (www.sigmaaldrich.com).



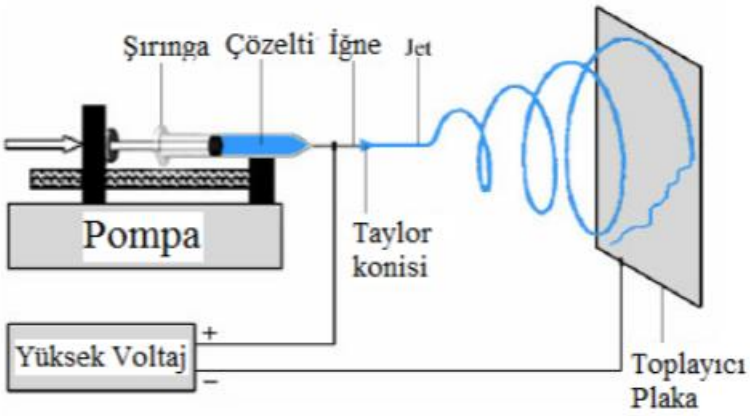
Şekil 4.5. Sigma Aldrich firmasından alınan Ag nanotel (https://www.sigmaaldrich.com)

4.1.2. Kullanılan cihazlar

Bu çalışma kapsamında kullanılan cihazlara ait teknik bilgiler ve hangi amaçlar için kullanıldığına dair bilgiler aşağıda sunulmuştur.

4.1.2.1. Elektrospin cihazı

Elektrospin cihazının şematik gösterimi Şekil 4.6'da ve deneysel çalışmalarda kullanılan elektrospin cihazının resmi Şekil 4.7'de sunulmuştur. Elektrospin cihazının ana kısımları; toplayıcı plaka, yüksek voltajlı kaynak, pompa ve şırınga (şırınganın içinde bulunan çözelti, Şekil 4.6'daki gibi pompa yoluyla itilerek nanofiber üretilmesinde kullanılır)'dan oluşur.



Şekil 4.6. Elektrospin deney düzeneğinin şematik resmi (Güçlü, 2012)

Pipetin ucunda oluşan damlacıklar, yüksek voltajlı gerilim sayesinde nanofiber oluşması için toplaca gönderilir. Şekil 4.6'da gösterilmiş olan "Jet" elektrik yüklüdür.



Şekil 4.7. Deneysel çalışmalarda kullanılan sistem

Bu çalışma kapsamında hibrid nanofiberlerin üretilmesinde kullanılan elektrospin cihazının, diğer yöntemlere göre tercih edilmesinin nedeni aşağıda belirtilmiştir.

- Nanofiberler çeşitli yöntemlerle üretilebilinirler. Bunlar fibrilasyon, meltblowing, spunbond, çekme, faz ayrımı, self assembly, bikomponent, kalıp sentezi ve elektrospin yöntemleridir. Bu yöntemler arasında, proses parametrelerinin kontrol kolaylığı ve pratik olması sebebi ile elektrospin yöntemi daha çok tercih edilir (Özdoğan ve ark., 2006).
- Elektrospin cihazı kullanılarak elektrospin yöntemi ile 100 nm 5 μm yarıçaplı nanofiberler üretilmesi mümkündür (Srinivasan ve Reneker, 1995).
- Elektrospin yöntemi ile üretilen nanofiberler, diğer yöntemlerle hazırlanan nanofiberlere göre ekonomiktir (Long ve ark., 2011).
- Elektrospin yönteminin diğer bir avantajı, üretim parametrelerinin isteğe göre tercih edilmesidir (Kumar ve ark., 2014; Long ve ark., 2011).
- Elektrospin yöntemi ile elde edilen nanofiberlerin aktif yüzey alanların yüksektir Eşsiz optik özelliklerdedirler. Yüksek mekanik dayanımları sayesinde birçok alanlarda kullanılabilmektedir (Srinivasan ve Reneker, 1995).

4.1.2.2. Taramalı elektron mikroskobu

İnsan gözünün çok ince ayrıntıları görebilme olanağı sınırlıdır. Bu nedenle görüntü iletimini sağlayan ışık yollarının merceklerle değiştirilerek, daha küçük ayrıntıların görülebilmesine olanak sağlayan optik cihazlar geliştirilmiştir. Elektro optik prensipler çerçevesinde tasarlanmış taramalı elektron mikroskobu (Scanning Electron Microscope-SEM), bu amaca hizmet eden cihazlardan birisidir. Elektron mikroskobu, yüksek voltaj altında hızlandırılmış elektronların malzeme yüzeyine çarptırılıp yansıma prensibine dayanır. Yansıyan elektronlar ve buna bağlı olarak X-ışınları kullanılarak ve aynı zamanda farklı analizler yapılıp yüzeyin topografisi elde edilir. Numunelerin mikro yapısal özelliklerinin analizi için taramalı elektron mikroskobu (SEM) kullanılır. Ortalama kompozit nanofiber çapları, Selçuk Üniversitesi İleri Teknoloji Araştırma ve Uygulama Merkezi (İLTEK)'de bulunan taramalı elektron mikroskobu (Zeiss LS-10) ile analiz edilmiştir (www.selcuk.edu.tr/ileri_arge/birim/web/sayfa/ayrinti/5874/tr).

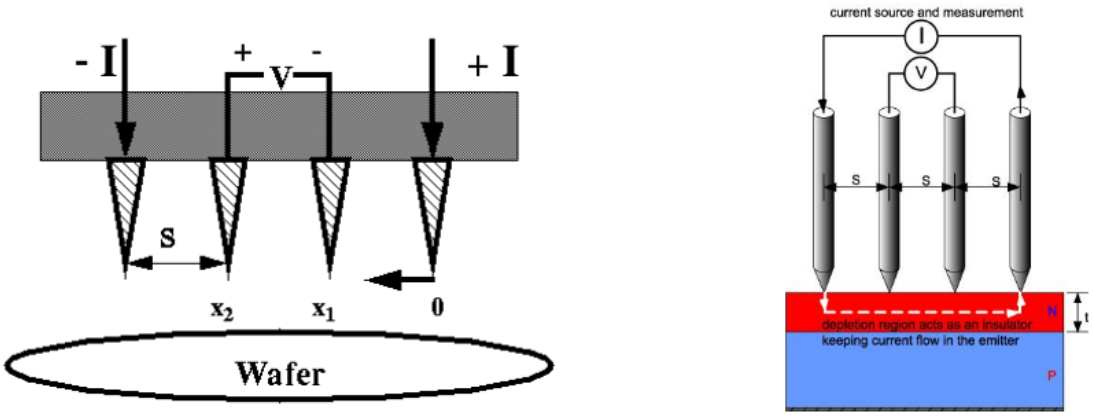


Şekil 4.8. Taramalı elektron mikroskobu Zeiss Evo LS10
(www.selcuk.edu.tr/ileri_arge/birim/web/sayfa/ayrinti/5874/tr)

4.1.2.3. Dört nokta prob cihazı

Dört nokta iletkenlik ölçümü; ince malzemelerin dirençleri dört nokta prob tekniği kullanılarak ölçülmektedir. Aynı doğru üzerinde dizilmiş eşit aralıklı dört metal

nokta probu malzemenin yüzeyine bastırılarak kullanılır (Şekil 4.9). Akım dış iki nokta arasında uygulanırken, voltaj iç iki nokta arasında ölçülür.



Şekil 4.9. Dört nokta iletkenlik ölçümünün şematik gösterimi (docplayer.biz.tr/38783324-Dort-nokta-teknigi-ile-elektriksel-iletkenlik-olcumu-deneyi-foyu.html)

Numunelerin 4-nokta elektriksel iletkenlikleri, Konya Teknik Üniversitesi, Mühendislik ve Doğa Bilimleri Fakültesi, Kimya Mühendisliği Bölümü laboratuvarında bulunan, "ENTEK FPP-460 4-Nokta Elektriksel Ölçüm Cihazı" ile tespit edilmiştir.



Şekil 4.10. Dört nokta prob cihazı (entekelectronic.com/en/products/four-point-probe)

4.1.2.4. Nanofiberin ısıl iletim katsayısı ölçüm cihazı

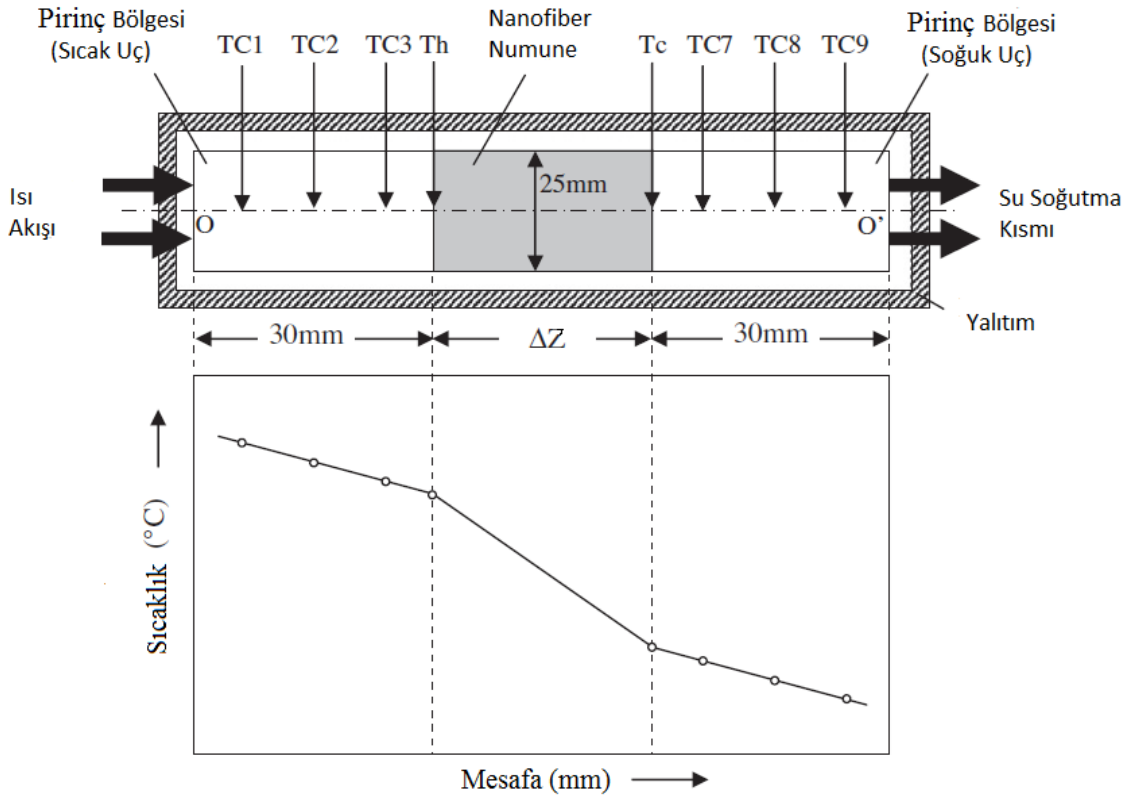
Homojen yapıdaki PAN+PMMA kompozit nanofiberlerin ve ağırlıkça % 1, 3, 5 Ag nanopartikül/nanotel katkılı PAN+PMMA kompozit nanofiberlerin ısıl iletkenlik katsayılarının belirlemek için "P.A. Hilton H-940 ısıl iletkenlik deney seti

kullanılmıştır (Şekil 4.11). Deneysel çalışmanın şematik resmi Şekil 4.12'de gösterilmiştir.



Şekil 4.11. Isıl iletkenlik deney seti (http://www.p-a-hilton.co.uk/products/H112A-Linear-Heat-Conduction)

Sisteme verilen güç değerine bağlı olarak, altı farklı noktadan (1, 2, 3, 7, 8 ve 9) elde edilen sıcaklık değerleri ölçülmüştür. Üretilen nanofiberler, ısıl iletkenliklerinin ölçülmesi için soğuk ve sıcak uç olarak isimlendirilen 2 pirinç kısım arasına yerleştirilmiştir. Numuneler 25 mm çapında kesilmiştir. Sıcaklıklar Pt-100 T_{C1}, T_{C2}, T_{C3}, T_h, T_C, T_{C7}, T_{C8}, T_{C9} ısıl çiftlerle ölçülmüştür. Isıl ölçer konumları Çizelge 4.1'de gösterilmiştir. Sıcaklık değerleri stabil hale gelinceye kadar beklenilerek, T_1, T_2, T_3, T_7, T_8, T_9 sıcaklık değerleri ölçülmüştür. T_h ve T_c değerleri sırası ile T_1-T_3 ve T_7-T_9 değerlerinden ekstrapolasyon yaparak bulunmuştur.



Şekil 4.12. Isıl iletkenlik ölçüm cihazının şematik gösterimi (Zain-ul-Abdein ve ark., 2012)

Çizelge 4.1. Isıl çift konumları

Isıl ölçer	T_{C1}	T_{C2}	T_{C3}	T_{C7}	T_{C8}	T_{C9}
Sıcak uçtan mesafe (mm)	0,005	0,015	0,025	0,035	0,045	0,055

4.1.2.5. Statik yüzey temas açısı ölçüm cihazı

PAN+PMMA kompozit nanofiberler ve Ag nanopartikül/nanotel katkılı PAN+PMMA kompozit nanofiberlerin hidrofobik, hidrofilik özelliklerini incelemek için (Dataphysics instruments GmbH, model OCA15EC, sürüm 1.3) OCA 15EC cihazı kullanılarak ölçümler yapılmıştır (http://www.dataphysics.de) (Şekil 4.13).



Şekil 4.13. Statik yüzey temas açısı ölçüm cihazı ((http://www.dataphysics.de))

4.1.2.6. X-Işınları Difraksiyonu (XRD) cihazı

X-ışınları difraksiyon analiz yöntemiyle D8 ADVANCE marka difraktometre kullanılarak, elektro-eğirme işlemiyle üretilen nanofiberlerdeki mevcut fazların tespiti, difraksiyon paternlerinin incelenmesi ve bileşiminin belirli standart numuneleri ile karşılaştırılması sonucu maddenin kristal yapısı ortaya çıkmıştır. Ölçümler Cu tüpüne 40 kV gerilim ve 40 mA akım uygulanarak CuKα ışınımı (λ= 0,15406 nm) kullanılarak elde edilmiştir. XRD profilleri 2θ için 10° ila 90° ve 5° θ /dk tarama hızında kaydedilmiştir (https://www.selcuk.edu.tr/ileri_arge/birim/web/sayfa/ayrinti/5877/tr).



Şekil 4.14. X-Işınları Difraksiyonu cihazı (XRD), Bruker advanced X-ray solutions (https://www.selcuk.edu.tr/ileri_arge/birim/web/sayfa/ayrinti/5877/tr)

4.1.2.7. TGA/DTA cihazı

Nanofiberlere uygulanacak ısıtma işlemin TGA/DTA analiz çalışmaları nanofiber numunelerin, 25 - 650 °C ara sıcaklılıklarında, nitrojen atmosferin 10 ° C/dak. hızında yapılmıştır (www.selcuk.edu.tr/ileri_arge/birim/web/sayfa/ayrinti/5875). TGA analizleri, farklı kompozisyonlarda hazırlanmış nanofiber malzemelerin termo-oksidatif kararlılığının belirlenmesi, sıcaklık artışı sırasındaki numunenin kütlesindeki, ilk bozunma ve son bozunma sıcaklık değerlerinin incelenmesi ile yapılır (Cazes, 2004).

DTA analizleri, numunenin sıcaklık değerleri, referans materyal malzemenin ΔT farkı, yapılan ısıl işlemin endotermik ve ekzotermik değerlerinin sonuçlarıyla tespit edilir. Belirli bir ısı veya geçiş entalpisindeki değişiklik herhangi bir dönüşüm, erime, buharlaşma, kimyasal reaksiyondaki değişimler şeklinde analiz edilir (Cazes, 2004).



Şekil 4.15. TGA/DTA cihazı (www.selcuk.edu.tr/ileri_arge/birim/web/sayfa/ayrinti/5875)

4.1.2.8. PEM yakıt hücresi performansı ölçüm cihazı

Bu çalışmada, en yüksek elektriksel iletkenliğe sahip Ag nanopartikül/nanotel katkılı PAN+PMMA kompozit nanofiberlerin PEM yakıt hücresi performansı belirlenmiştir. PEM yakıt hücresinin performans parametresi, güç yoğunluğunun akım yoğunluğuna göre değişimidir. Bu çalışmanın PEM yakıt hücresi performansı, TÜBİTAK Marmara Araştırma Merkezi (MAM) Enerji Enstitüsü Yakıt Pili Teknolojileri Laboratuvarı'nda gerçekleştirilmiştir.

Bu çalışmada gaz difüzyon tabakası olarak yüksek elektriksel iletkenliğe ve yüksek korozyon direncine sahip Toray 120 karbon kullanılmıştır. Deneyler 25 cm^2 aktif alanlı yakıt hücresinde, 8 saat süreyle yapılmıştır.

4.2. Deneysel Çalışmalar

Bu bölümde, PAN+PMMA kompozit nanofiberler ve Ag nanopartikül/nanotel katkılı PAN+PMMA kompozit nanofiberlerin deneysel olarak üretim aşamaları sunulmuştur.

4.2.1. PAN+PMMA kompozit nanofiber

PAN+PMMA kompozit nanofiberlerin, üretim parametreleri ve kodları Çizelge 4.2'de sunulmuştur. Çizelge 4.2'de ki üretim parametrelerinin test deneyleri (bu konu ile ilgili olarak yaklaşık bir yıl deneyler yapılmıştır ve yapılmış olan test deneylerinden bazıları Ek-1'de sunulmuştur) yapılarak oluşturulmuştur.

Çizelge 4.2. PAN+PMMA kompozit nanofiberlerin üretim parametreleri

Deney no	Kodlama	Çözelti konsantrasyonu (%)	Voltaj (kV)	Besleme miktarı (mL/h)	Pipet ile toplayıcı arasındaki mesafe (cm)
1	PNMA1	6	10	1	8
2	PNMA2	6	15	1,5	10
3	PNMA3	6	20	2	12
4	PNMA4	6	25	2,5	14
5	PNMA5	8	10	1,5	12
6	PNMA6	8	15	1	14
7	PNMA7	8	20	2,5	8
8	PNMA8	8	25	2	10
9	PNMA9	10	10	2	14
10	PNMA10	10	15	2,5	12
11	PNMA11	10	20	1	10
12	PNMA12	10	25	1,5	8
13	PNMA13	12	10	2,5	10
14	PNMA14	12	15	2	8
15	PNMA15	12	20	1,5	14
16	PNMA16	12	25	1	12

Çizelge 4.2'deki PNMA kodu ile üretimi yapılan PAN +PMMA kompozit nanofiberlerin ilk aşaması, solüsyon hazırlanmasıyla başlamıştır. Solüsyon hazırlanırken (PAN+PMMA+DMF) karışımın toplam 2,8 gram olacak miktarlarda hesaplamalar yapılmıştır. Tartılmış olan PAN, PMMA bulunan kabın içerisine, tartılmış olan DMF'e

eklenmiştir. Karışımın bulunduğu kabın içerisine manyetik balık eklenmiştir. Sonra, karışım (PAN/PMMA/DMF) manyetik karıştırıcı cihazının üzerine alınmış 70 ^{o}C'de ve 500 rpm karıştırma hızında 3 saat süreyle homojen bir karışıma ulaşılıncaya kadar beklenilmiştir. Bu işlemlerden sonra, hazırlanan solüsyonların soğuması (oda sıcaklığına gelmesi) beklenmiştir. Daha sonra enjektörün içerisine alınmış ve güvenlik açısından şeffaf cam kutuyla kaplı olan elekrospin cihazına yerleştirilmiştir. Şırınga, elektrospin cihazının pompa kısmına (toplayıcı plakaya dik olacak durumda) yerleştirilmiştir. Cihazın kapağı içerisinde bulunan faz ve nötr kabloları ayarlanmıştır. Sonra toplac plaka ile iğne uçu arasındaki mesafe ve besleme miktarına ait parametrelerde ayarlanmıştır. Cihazın kapağı kapatılarak ve sisteme gereken gerilim voltaj parametresiyle verilmiştir. Bu işlemlerden sonra nanofiberler üretilmiştir. Şekil (4.16-4.17).



Şekil 4.16. PNMA1 kodlu numunenin tartım aşaması
a.DMF miktarı b.PAN miktarı c.PMMA miktarın hazırlama aşamaları



Şekil 4.17. PNMA1 kodlu numune solüsyonunun hazırlanması ve üretim aşamaları
a.manyetik karıştırıcı b.elektrospin cihazı

4.2.2. Ag nanopartikül/nanotel katkılı PAN+PMMA kompozit nanofiberler

Ag nanopartikül/nanotel katkılı PAN+PMMA kompozit nanofiberlerin üretilmesi için, en iyi yapıdaki PAN+PMMA kompozit nanofiber seçilerek, ağırlıkça Ag % (1, 3, 5) nanopartikül/nanotel eklenerek, Ag nanopartikül/nanotel katkılı PAN+PMMA kompozit nanofiberler üretilmiştir. Bu numuneler için PAN+PMMA/DMF solüsyonu hazırlanmış ve manyetik karıştırıcıda, 2 saat süre karıştırılmış, sonra Ag nanopartikül/nanotel eklenmiş ve manyetik karıştırıcıda 1 saat daha karıştırılarak solüsyon homojen hale getirilmiştir. 15 dakika soğutularak oda sıcaklığına getirilmiştir. Sonra, solüsyon enjektöre alınarak, elektrospin cihazına yatay olarak yerleştirilmiştir. Farklı ağırlık oranlarındaki Ag nanopartikül/nanotel katkılı PAN+PMMA kompozit nanofiberlere ait parametreler kullanılarak elektrospin cihazında nanofiberlerin üretimi gerçekleştirilmiştir.

5. BULGULAR VE TARTIŞMA

Bu çalışmada, elektrospin yöntemi ile üretilen homojen yapıdaki PAN+PMMA kompozit nanofiberler ve Ag nanopartikül/nanotel katkılı PAN/PMMA kompozit nanofiberlerin SEM analizi, elektriksel iletkenlikleri, ısıl iletim katsayıları, statik yüzey temas açıları, XRD ve TGA/DTA analizleri yapılarak bu bölümde sunulmuştur.

5.1. PAN+PMMA Kompozit Nanofiber ve Ag Nanopartikül/Nanotel Katkılı PAN+PMMA Kompozit Nanofiberin SEM/ EDX Analizi

Çizelge 5.1'deki deneysel parametreler kullanılarak PAN+PMMA nanofiberler üretilmiştir. PAN+PMMA kompozit nanofiberler için deneysel parametreler (A, B, C, D) ve sonuçları (homojenlik durumu) Çizelge 5.1'de sunulmuştur. Çizelge 5.1'de, A=konsantrasyon oranlarını, B= gerilimi, C=akış hızını, D= iğne uçu ile toplaç arasındaki mesafeyi belirtmektedir. En uygun yapıdaki PAN+PMMA kompozit nanofiberi belirlemek için 16 adet deney yapılmıştır (Şekil 5.1).

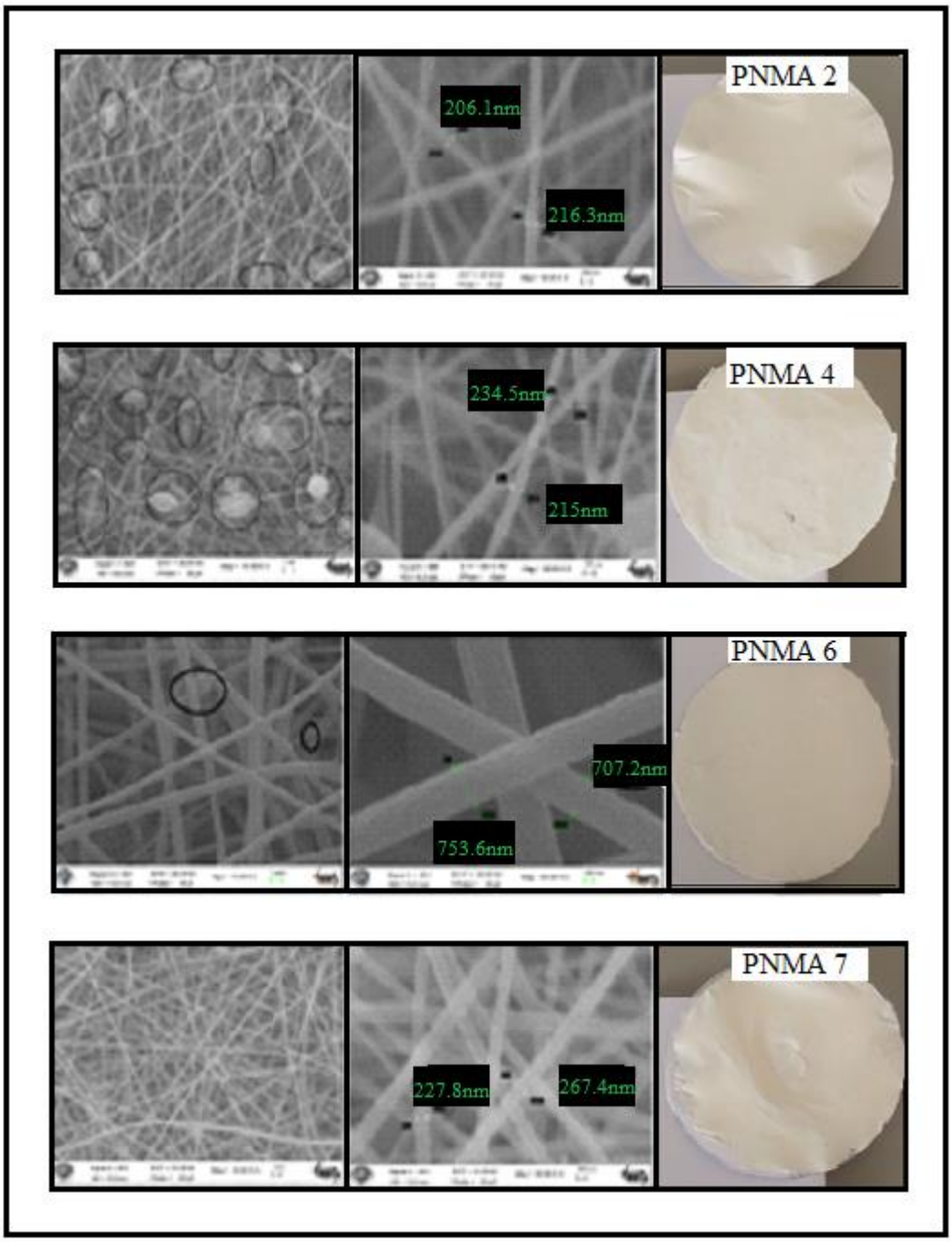
Çizelge 5.1. PAN+PMMA kompozit nanofiberler için deney parametreleri ve deney sonuçları

Deney No	Kodlama	A=Çözelti konsantrasyon oranı (%)	B=Voltaj (kV)	C=Besleme miktarı (mL/h)	D= İğne uçu ile toplaç arasındaki mesafe (cm)	Homojenlik durumu
1	PNMA1	6	10	1	8	Uygun değil
2	PNMA2	6	15	1.5	10	**Uygundur**
3	PNMA3	6	20	2	12	Uygun değil
4	PNMA4	6	25	2,5	14	**Uygundur**
5	PNMA5	8	10	1,5	12	Uygun değil
6	PNMA6	8	15	1	14	**Uygundur**
7	PNMA7	8	20	2,5	8	**Uygundur**
8	PNMA8	8	25	2	10	Uygun değil
9	PNMA9	10	10	2	14	Uygun değil
10	PNMA10	10	15	2,5	12	Uygun değil
11	PNMA11	10	20	1	10	Uygun değil
12	PNMA12	10	25	1.5	8	Uygun değil
13	PNMA13	12	10	2,5	10	Uygun değil
14	PNMA14	12	15	2	8	Uygun değil
15	PNMA15	12	20	1,5	14	Uygun değil
16	PNMA16	12	25	1	12	Uygun değil



Şekil 5.1. PAN+PMMA kompozit nanofiberlerinin görüntüleri

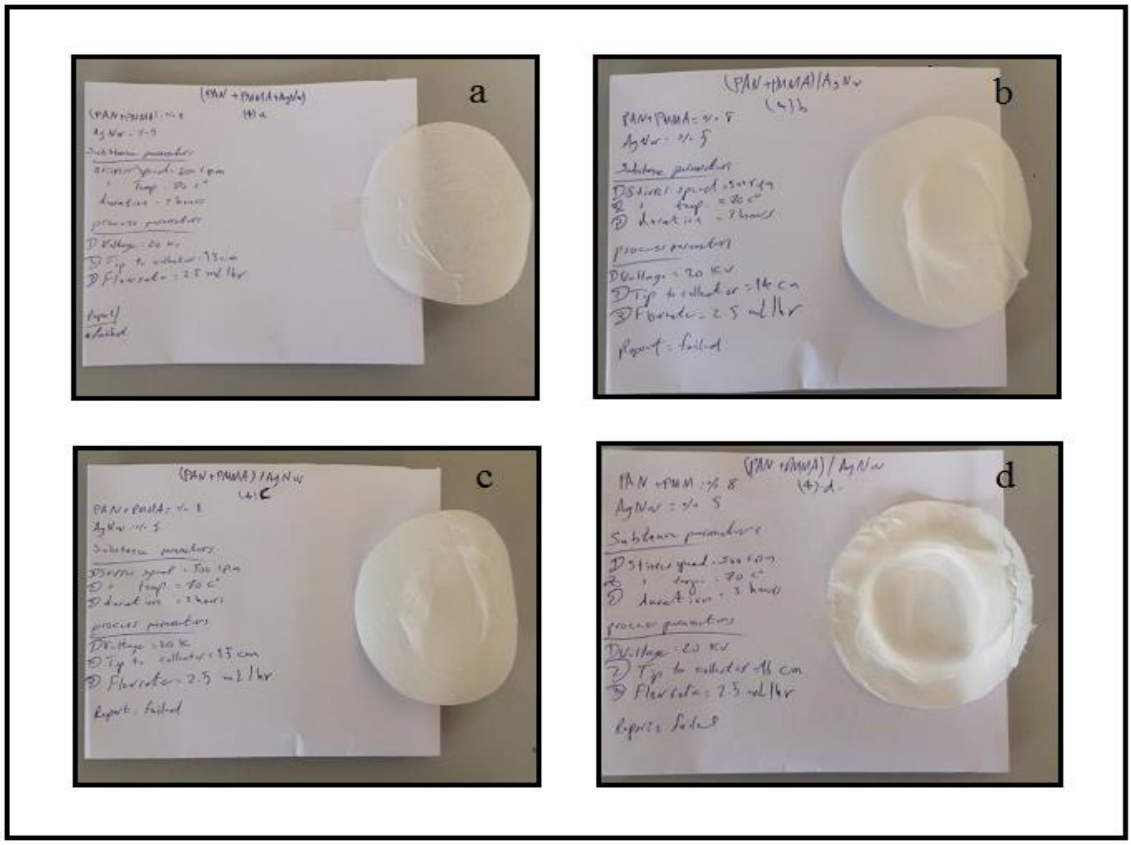
Homojen yüzeydeki nanofiberler (PNMA2, PNMA4, PNMA6, PNMA7 kodlu numuneler) seçilerek SEM görüntüleri ile analiz edilerek en uygun yapıdaki nanofiber tespit edilmiştir (Şekil 5.2). Şekil 5.2 incelendiğinde en iyi yapının PNMA7 kodlu numunede olduğu görülür.



Şekil 5.2. Homojen yüzeydeki nanofiberler ve SEM görüntüleri

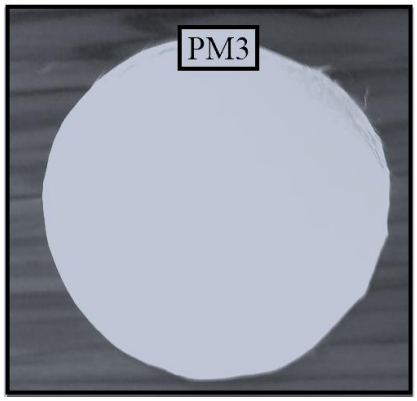
PAN+PMMA nanofiber için en uygun yapı : konsantrasyon oranı ağırlıkça % 8, 20 kV gerilim, toplacın dönme hızı 15 devir/dakika, optimum iğne ucu ile kollektör arasındaki mesafe 8 cm ve akışkanın toplaca gönderilme hızı 2.5 mL/h değerlerinde oluşmuştur. Bu numunenin kodu PNMA7'dır. PNMA7 kodlu numune SEM görüntüsü ile analiz edildiğinde, ortalama nanofiber çapı 247.6 nm'dir (Şekil 5.2).

Bu aşamadan sonra, homojen yapıdaki PNMA7 kodlu numunenin içine Ag nano tel ilave edilerek Ag tel katkılı PAN+PMMA kompozit nanofiber üretmek için farklı çalışmalar yapılmıştır (Şekil 5.3).

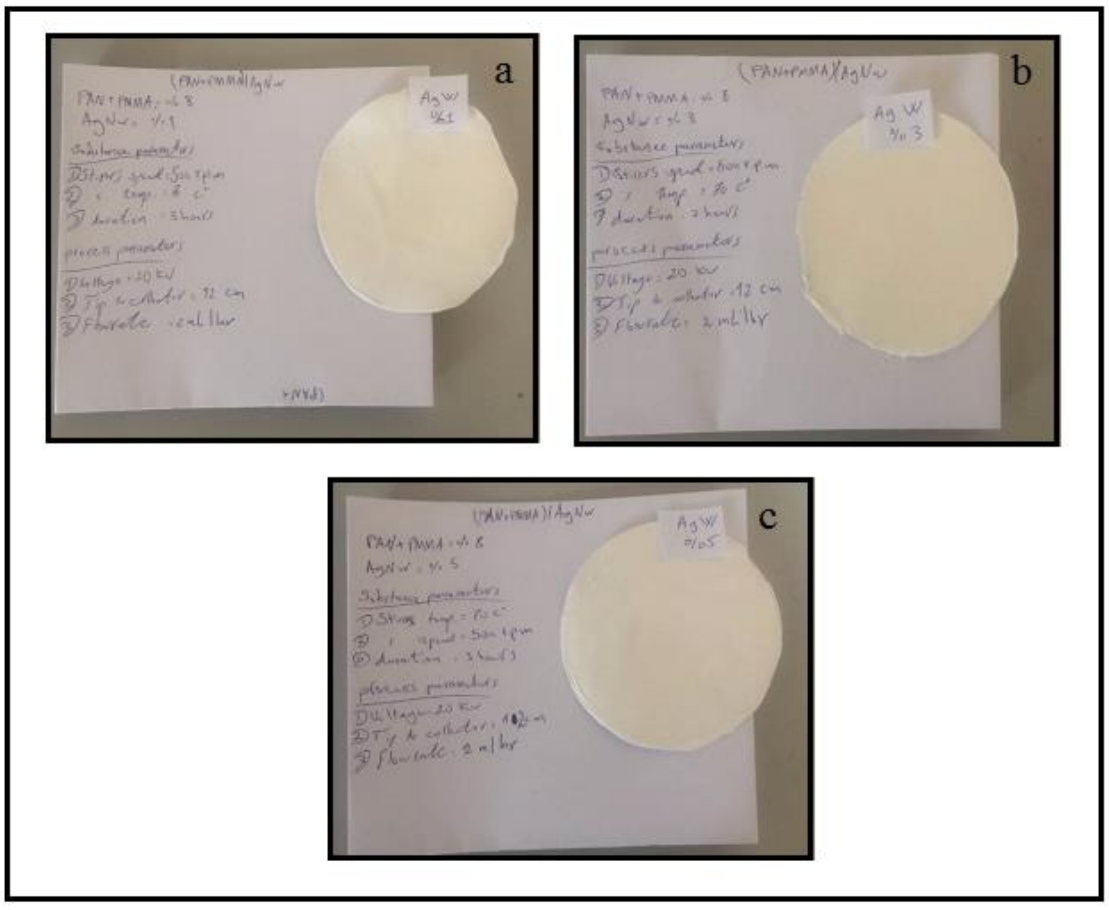


Şekil 5.3. (a,b,c,d) PNMA7 kodlu numunenin içine Ag nano tel ilave edilerek üretilmiş Ag nanotel PAN+PMMA kompozit nanofiberlerin görüntüsü

PNMA7 kodlu numunenin içine Ag nano tel ilave edilerek üretilmiş Ag tel katkılı PAN+PMMA kompozit nanofiberlerin görüntüleri incelendiğinde (Şekil 5.3) homojen yapıda bir yüzeyin oluşmadığını görülür. Bunun nedeni, mesafenin uygun olmadığı, jet üzerindeki oluşan nanofiberlerin çözeltinin içeriğindeki bulunan çözücünün buharlaşma sürecinin az olmasıdır. Besleme hızının yüksek olmasıda diğer sebeblerdendir. İğne ucu ile toplaç arasındaki mesafe 12 cm, besleme hızı 2 mL/h olarak değiştirildiğinde homojen yüzeyin oluştuğu tespit edilmiştir (PM3 kodlu numune, Şekil 5.4). Bu aşamadan sonra PM3 kodlu numuneye % 1, 3, 5 oranlarında Ag nano tel ilave edilerek PAN+PMMA kompozit nanofiberler üretilmiştir (Şekil 5.5).



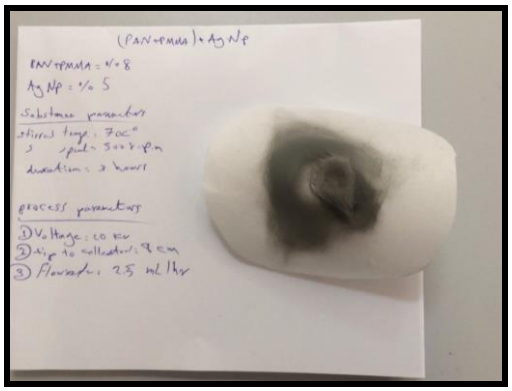
Şekil 5.4. Homojen yapıdaki PAN+PMMA kompozit nanofiber görüntüsü (PM3kodlu numune nanotel için)



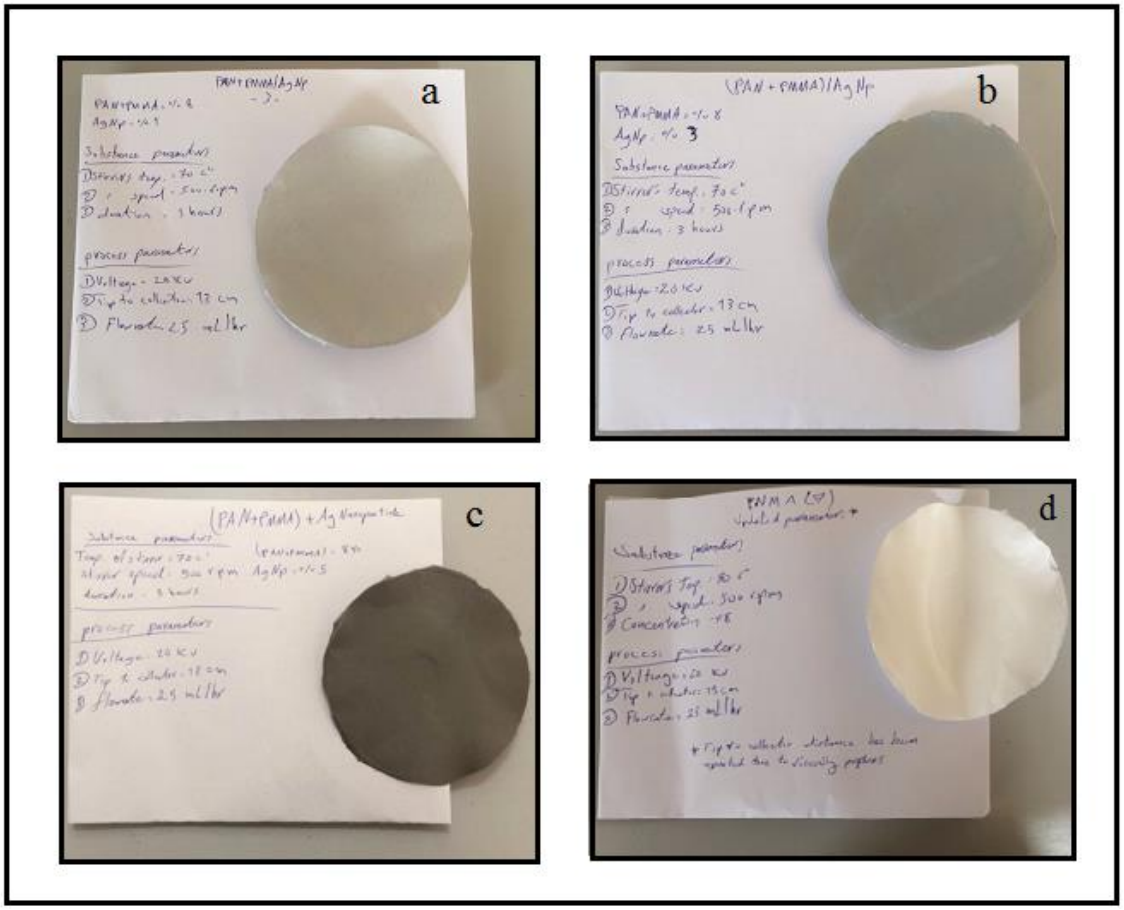
Şekil 5.5. Elektrospin yöntemi ile üretilen Ag nanotel katkılı PAN+PMMA kompozit nanofiberlerin görüntüleri
(a) ağılıkça %1 Ag nanotel katkılı PAN+PMMA,(b) ağılıkça %3 Ag nanotel katkılı PAN+PMMA, (c) ağılıkça %5 Ag nanotel katkılı PAN+PMMA

Aynı şekilde PNMA7 kodlu numuneye Ag nanopartikül eklendiğinde homojen yapıda yüzeyin oluşmadığı tespit edilmiştir (Şekil 5.6). Yapılan çalışmalar sonuçunda, mesafenin 13 cm besleme hızının 2,5 cm olduğunda, Ag nanopartikül katkılı

PAN+PMMA kompozit nanofiberlerin homojen yapıda oluştuğu gözlemlenmiştir (Şekil 5.7).

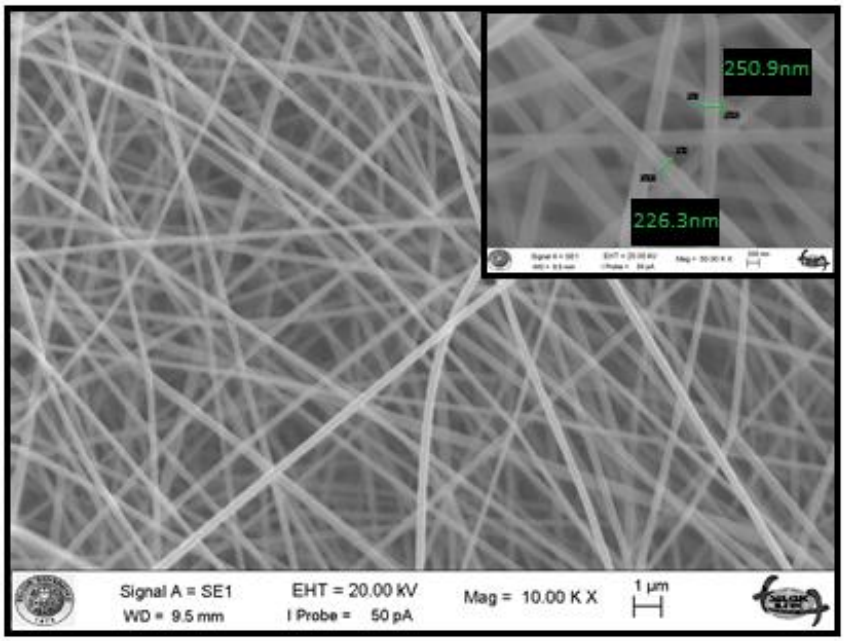


Şekil 5.6. PNMA7 kodlu numunenin Ag nanopartikül eklendiğinde oluşan numunenin görüntüsü

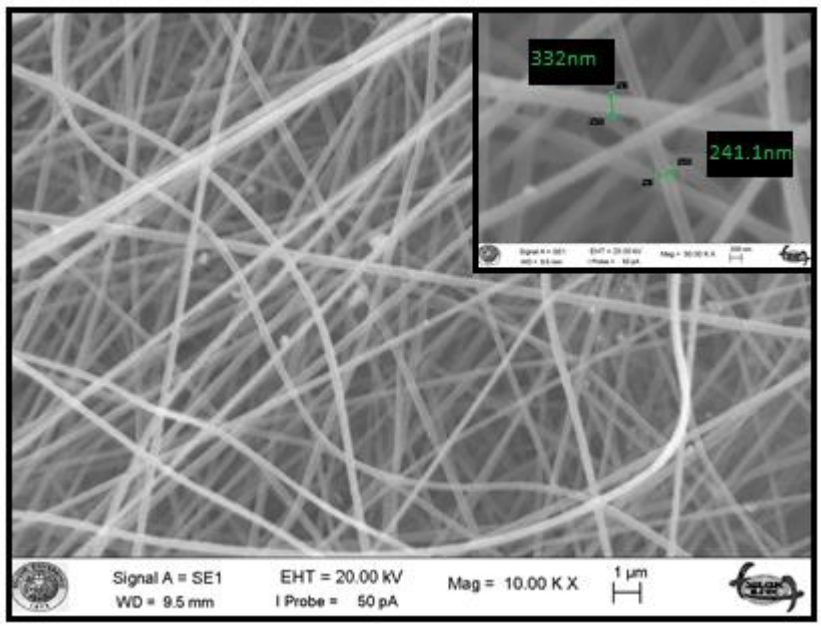


Şekil 5.7. Elektrospin yönetmiyle üretilen Ag nanopartikül katkılı PAN+PMMA kompozit nanofiberler (a) %1 Ag nanopartikül katkılı PAN+PMMA,(b) %3 Ag nanopartikül katkılı PAN+PMMA, (c) %5 Ag nanopartikül katkılı PAN+PMMA (d) Homojen yapıdaki PAN+PMMA kompozit nanofiber (nanopartikül için)

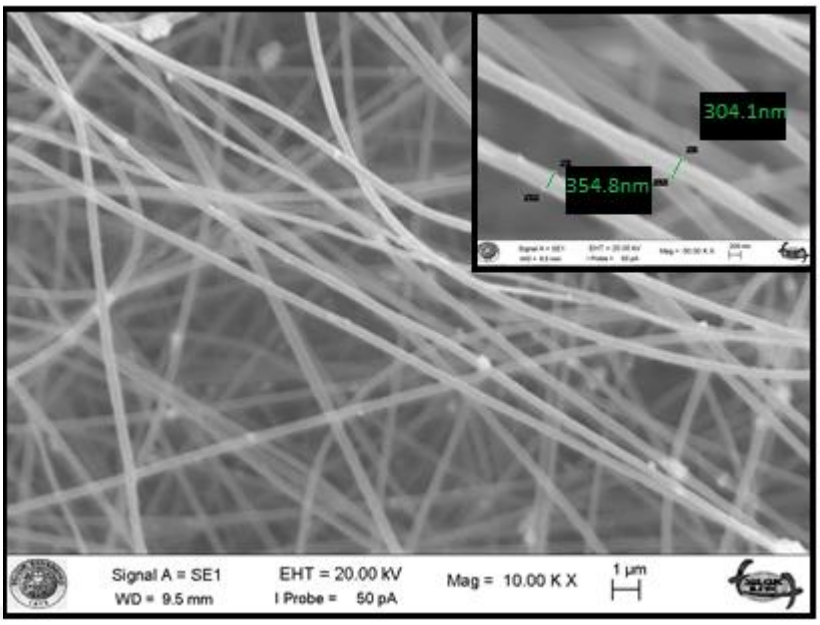
Ag nano partikül/nano tel katkılı PAN+PMMA kompozit nanofiberlerin SEM ve EDX görüntüleri Şekil 5.8-5.23'de sunulmuştur.



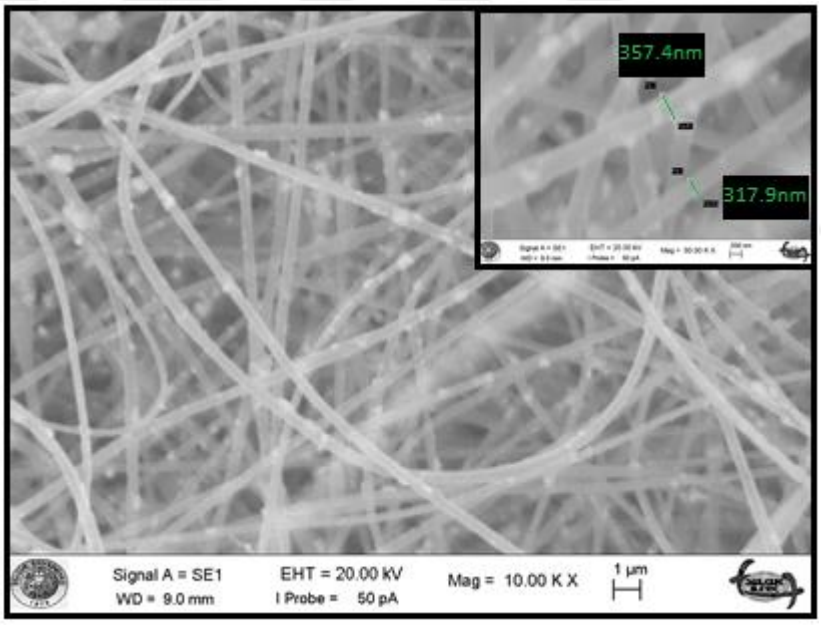
Şekil 5.8. Homojen yapıdaki PAN+PMMA kompozit nanofiberlerin SEM görüntüsü (nano partikül için)



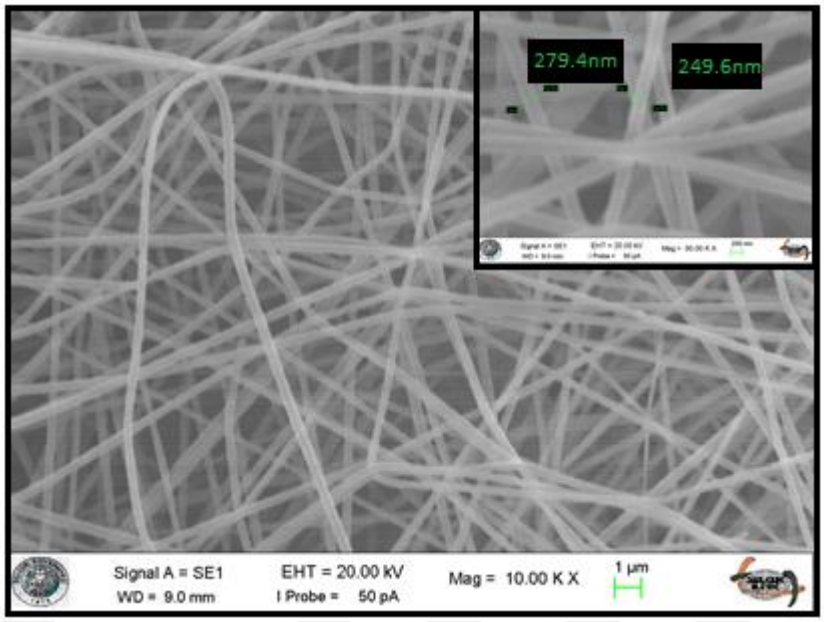
Şekil 5.9. Ağırlıkça % 1 Ag nanopartikül PAN+PMMA kompozit nanofiberlerin SEM görüntüsü



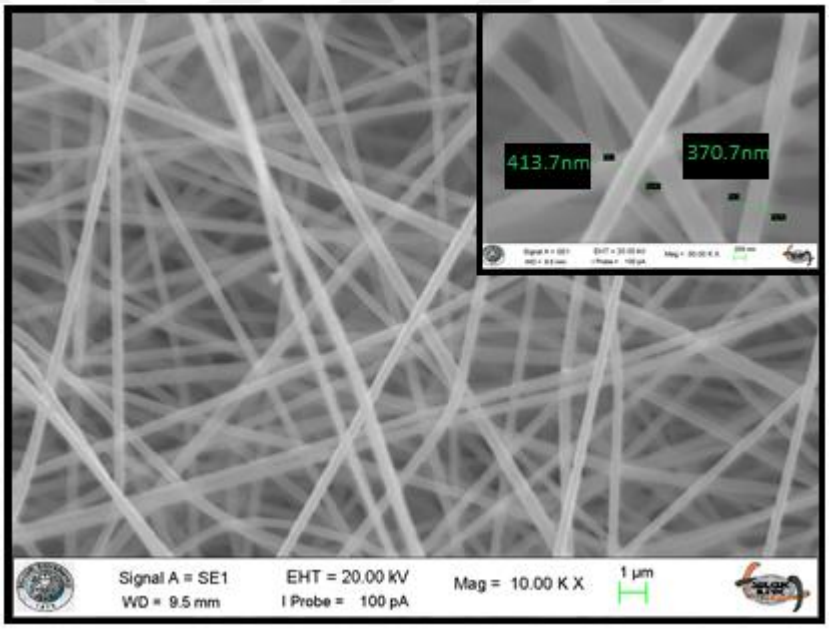
Şekil 5.10. Ağırlıkça % 3 Ag nanopartikül katkılı PAN+PMMA kompozit nanofiberlerin SEM görüntüsü



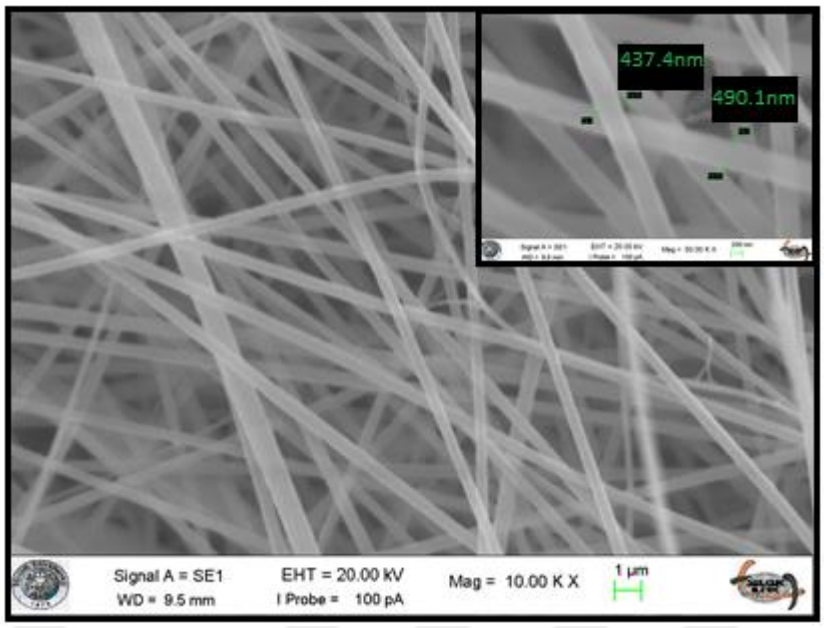
Şekil 5.11. Ağırlıkça % 5 Ag nanopartikül katkılı PAN+PMMA kompozit nanofiberlerin SEM görüntüsü



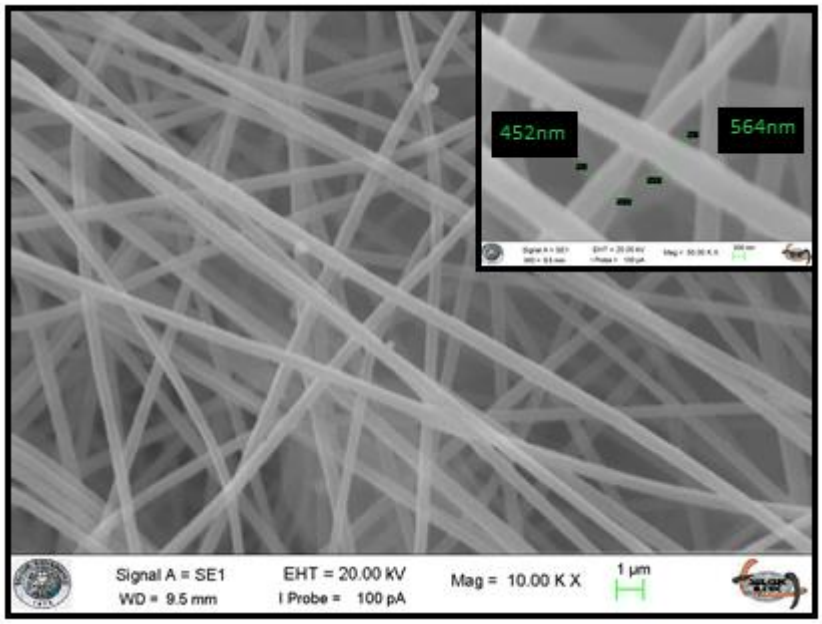
Şekil 5.12. Homojen yapıdaki PAN+PMMA nanofiberlerin SEM görüntüsü (nanotel için)



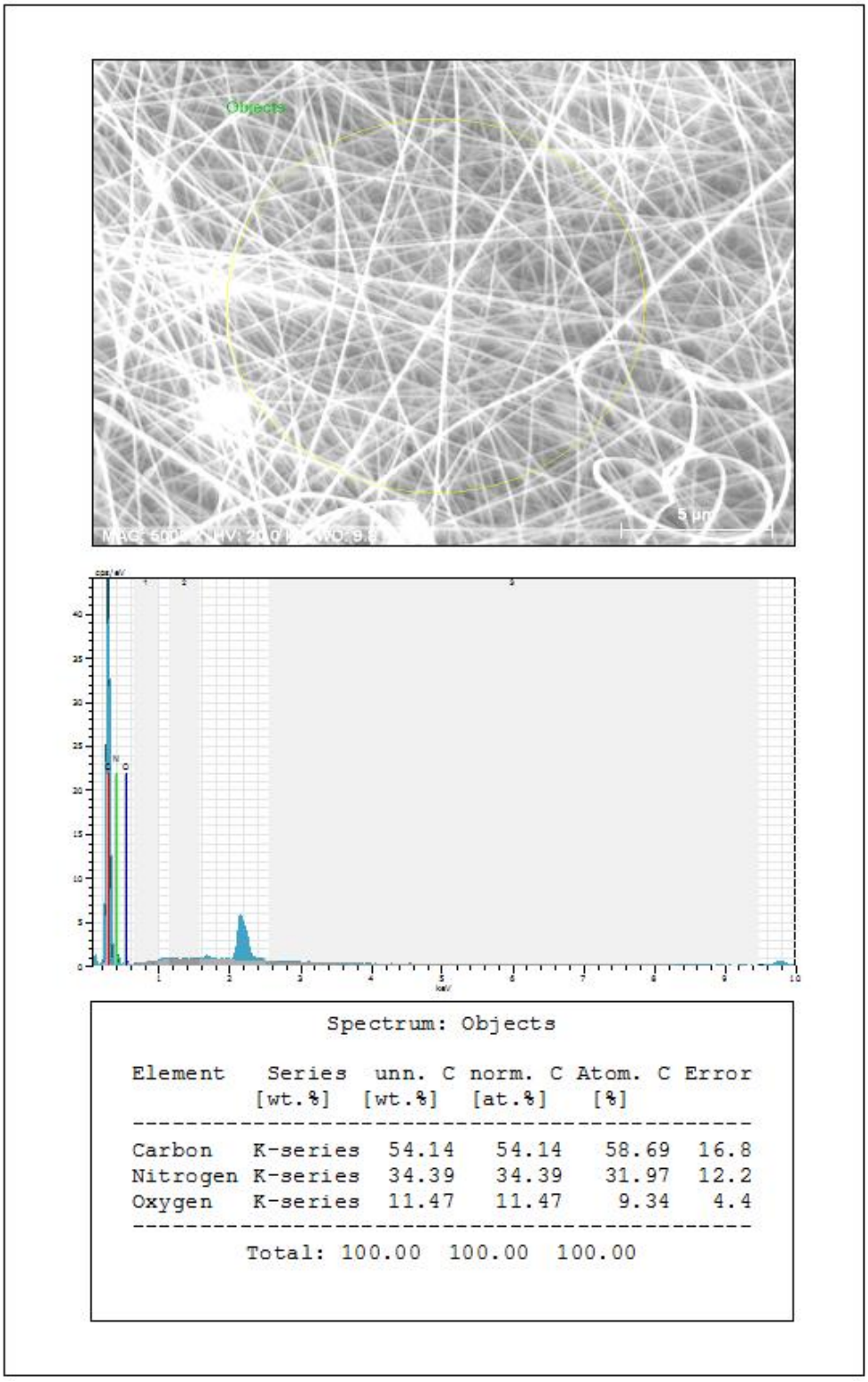
Şekil 5.13. % 1 Ag nano tel katkılı PAN+PMMA nanofiberlerin SEM görüntüsü



Şekil 5.14. % 3 Ag nano tel katkılı PAN+PMMA nanofiberlerin SEM görüntüsü



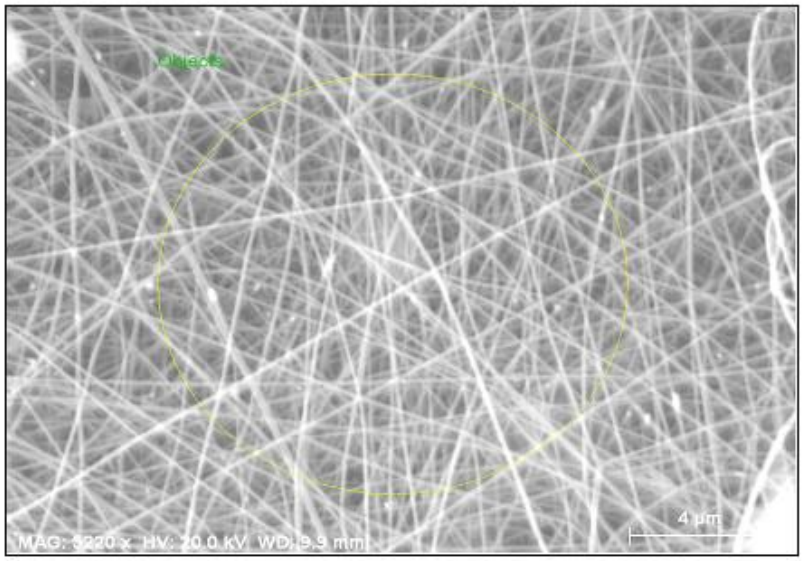
Şekil 5.15. % 5 Ag nano tel katkılı PAN+PMMA nanofiberlerin SEM görüntüsü

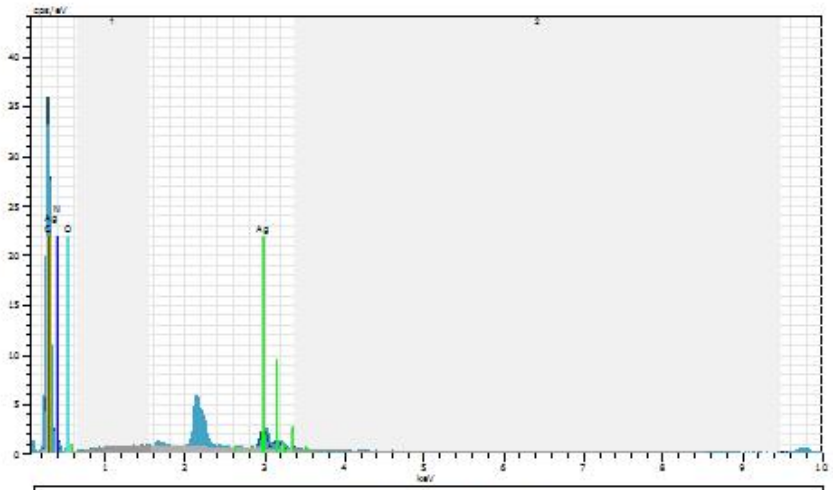


Spectrum: Objects

Element	Series	unn. C [wt.%]	norm. C [wt.%]	Atom. C [at.%]	Error [%]
Carbon	K-series	54.14	54.14	58.69	16.8
Nitrogen	K-series	34.39	34.39	31.97	12.2
Oxygen	K-series	11.47	11.47	9.34	4.4
Total:		100.00	100.00	100.00	

Şekil 5.16. Homojen yapıdaki PAN+PMMA nanofiberlerin SEM ve EDX görüntüsü (nano partikül için)

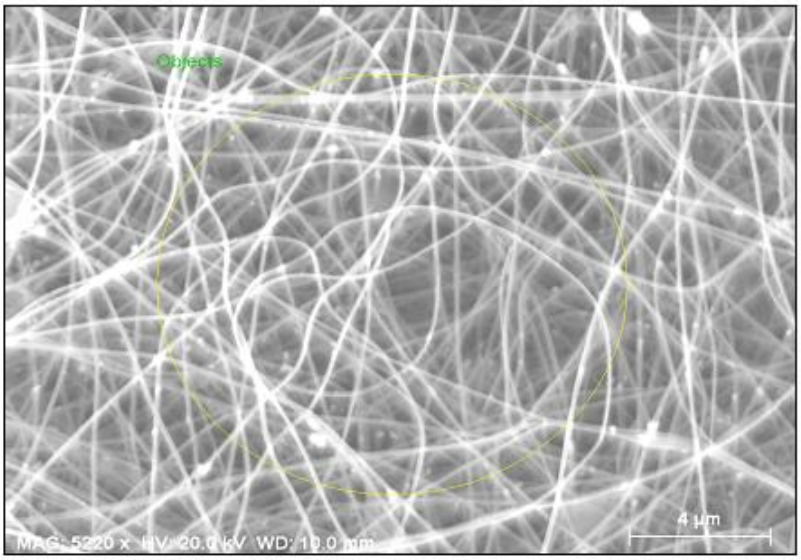


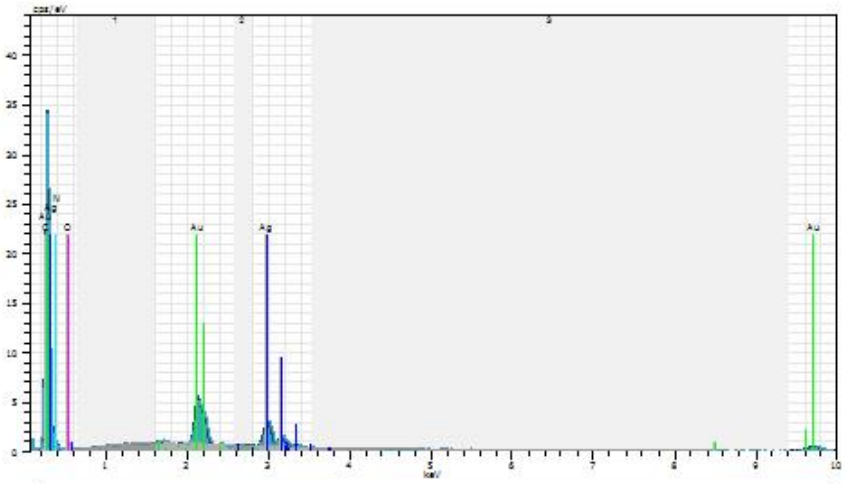


Spectrum: Objects

Element	Series	unn. C [wt.%]	norm. C [wt.%]	Atom. C [at.%]	Error [%]
Carbon	K-series	48.84	48.84	54.73	15.3
Silver	L-series	2.80	2.80	0.35	0.1
Nitrogen	K-series	35.39	35.39	34.01	12.6
Oxygen	K-series	12.97	12.97	10.91	5.1
Total:		100.00	100.00	100.00	

Şekil 5.17. % 1 Ag nano partikül katkılı PAN+PMMA nanofiberlerin SEM ve EDX görüntüsü

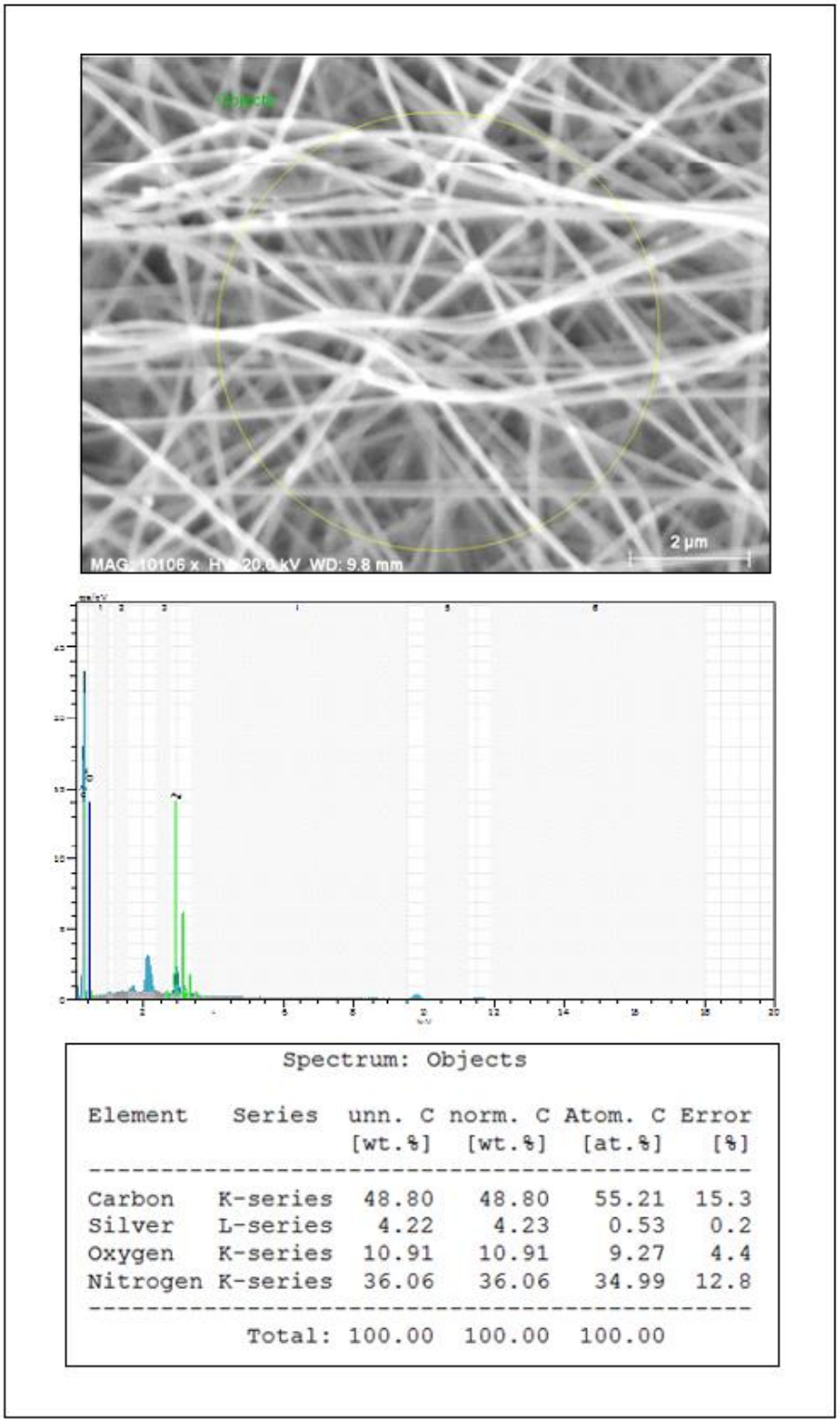




Spectrum: Objects

Element	Series	unn. C [wt.%]	norm. C [wt.%]	Atom. C [at.%]	Error [%]
Carbon	K-series	51.20	51.20	57.46	16.1
Silver	L-series	3.15	3.15	0.39	0.1
Nitrogen	K-series	30.67	30.67	29.52	11.4
Oxygen	K-series	14.98	14.98	12.62	5.9
Total:		100.00	100.00	100.00	

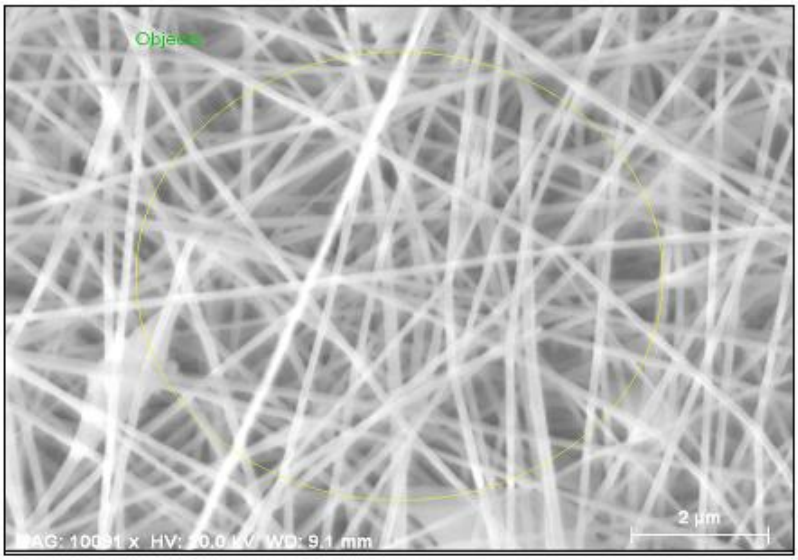
Şekil 5.18. % 3 Ag nano partikül katkılı PAN+PMMA nanofiberlerin SEM ve EDX görüntüsü

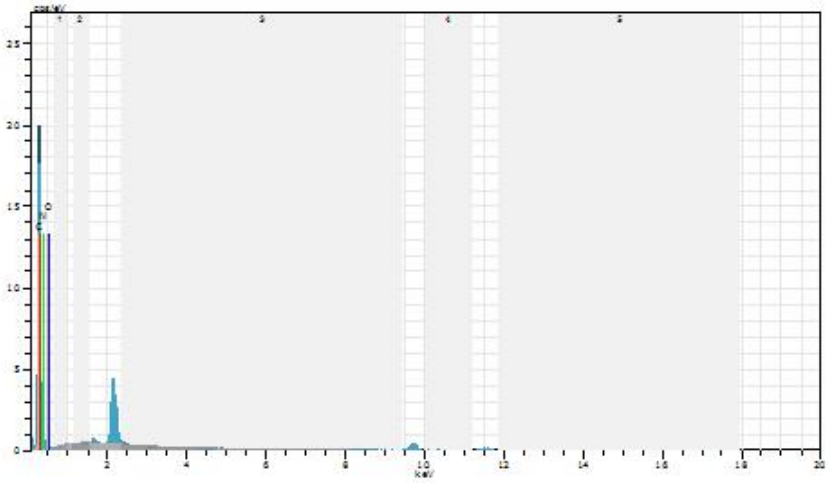


Spectrum: Objects

Element	Series	unn. C [wt.%]	norm. C [wt.%]	Atom. C [at.%]	Error [%]
Carbon	K-series	48.80	48.80	55.21	15.3
Silver	L-series	4.22	4.23	0.53	0.2
Oxygen	K-series	10.91	10.91	9.27	4.4
Nitrogen	K-series	36.06	36.06	34.99	12.8
Total:		100.00	100.00	100.00	

Şekil 5.19. % 5 Ag nano partikül katkılı PAN+PMMA nanofiberlerin SEM ve EDX görüntüsü

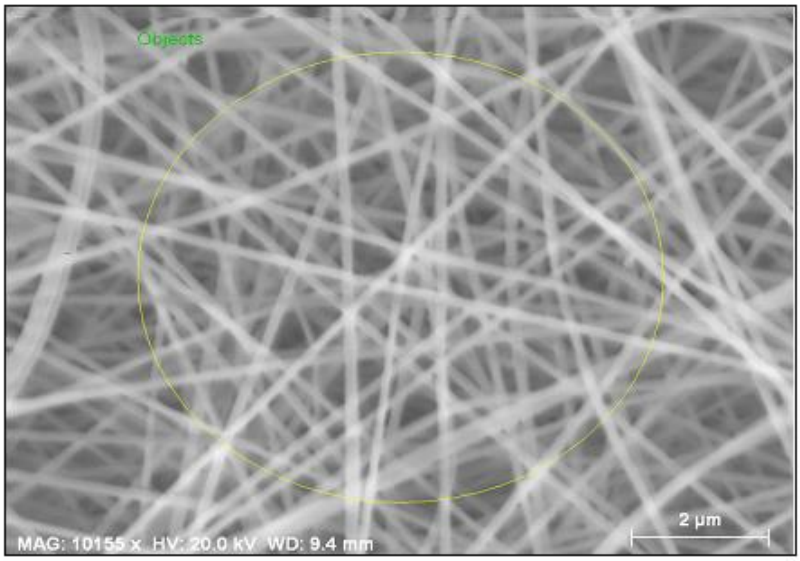


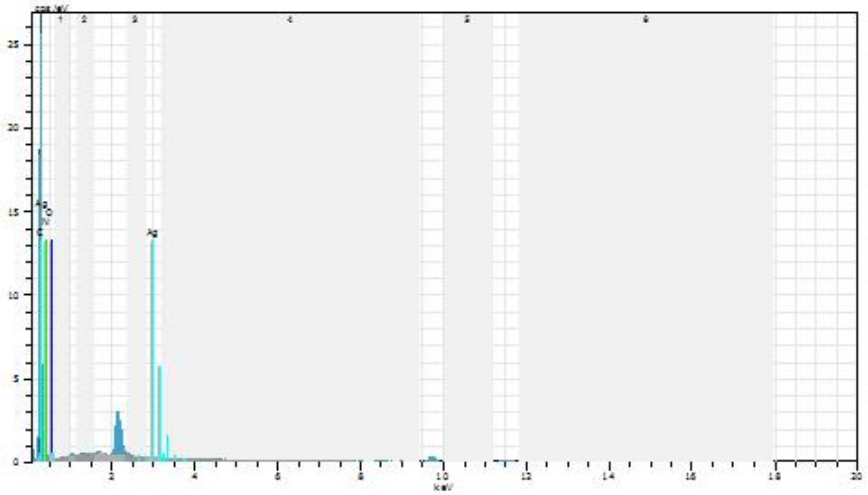


Spectrum: Objects

Element	Series	unn. C [wt.%]	norm. C [wt.%]	Atom. C [at.%]	Error [%]
Carbon	K-series	51.48	51.48	56.10	16.0
Nitrogen	K-series	36.13	36.13	33.76	12.8
Oxygen	K-series	12.39	12.39	10.14	4.9
Total:		100.00	100.00	100.00	

Şekil 5.20. Homojen yapıdaki PAN+PMMA nanofiberlerin SEM ve EDX görüntüsü (nano tel için)

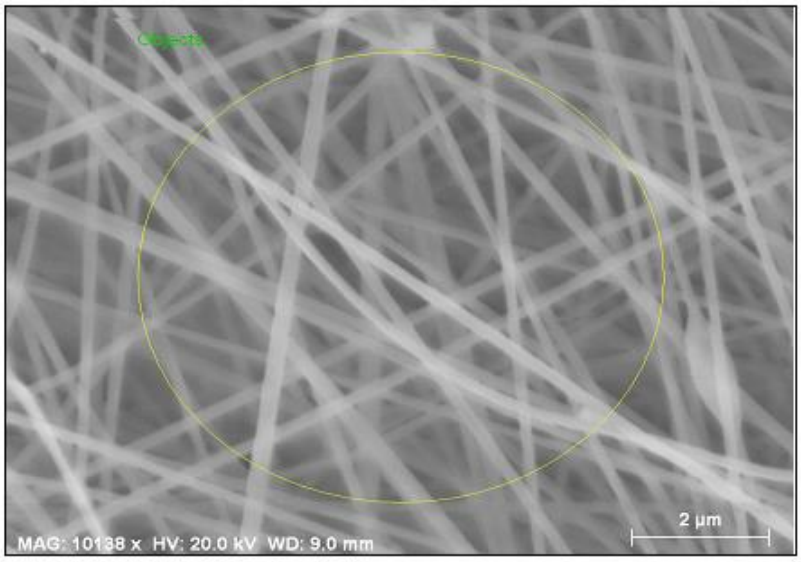


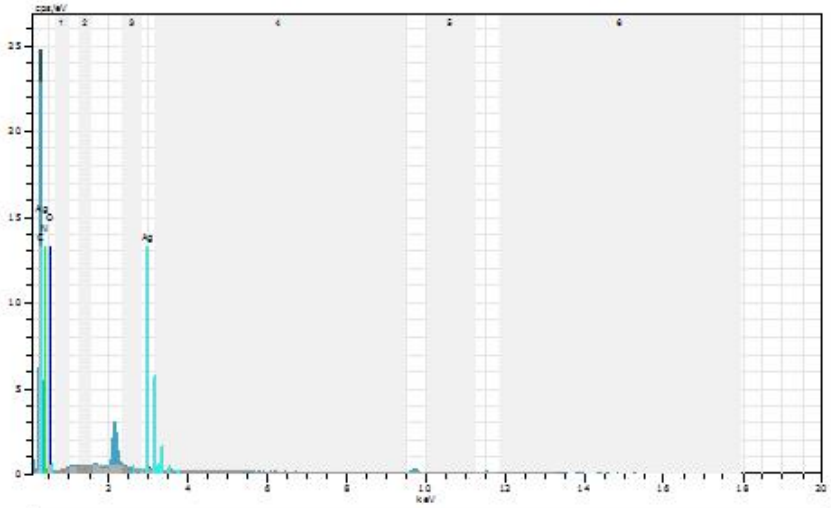


Spectrum: Objects

Element	Series	unn. C [wt.%]	norm. C [wt.%]	Atom. C [at.%]	Error [%]
Carbon	K-series	52.95	52.95	57.56	16.4
Nitrogen	K-series	37.02	37.02	34.51	12.8
Oxygen	K-series	9.67	9.67	7.89	3.8
Silver	L-series	0.36	0.36	0.04	0.0
Total:		100.00	100.00	100.00	

Şekil 5.21. %1 Ag nano tel katkılı PAN+PMMA nanofiberlerin SEM ve EDX görüntüsü

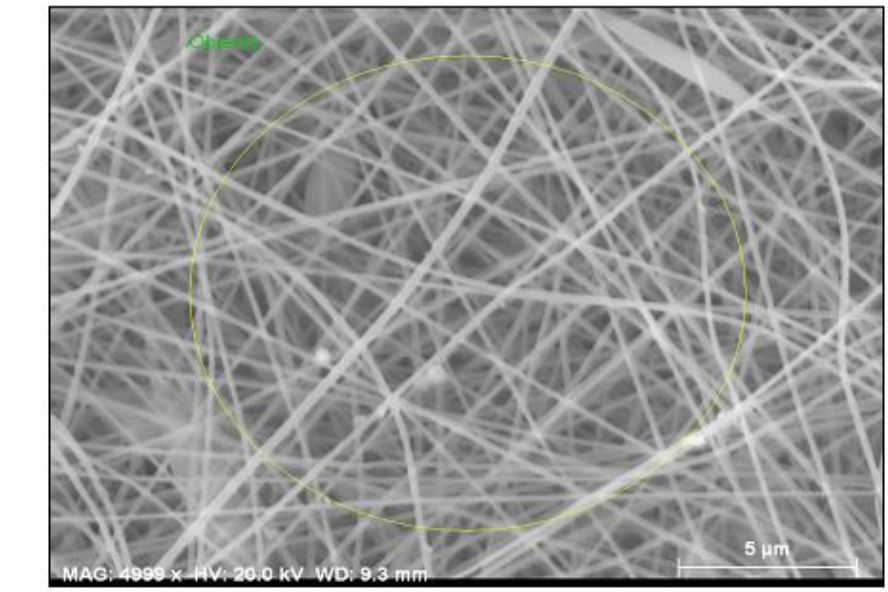


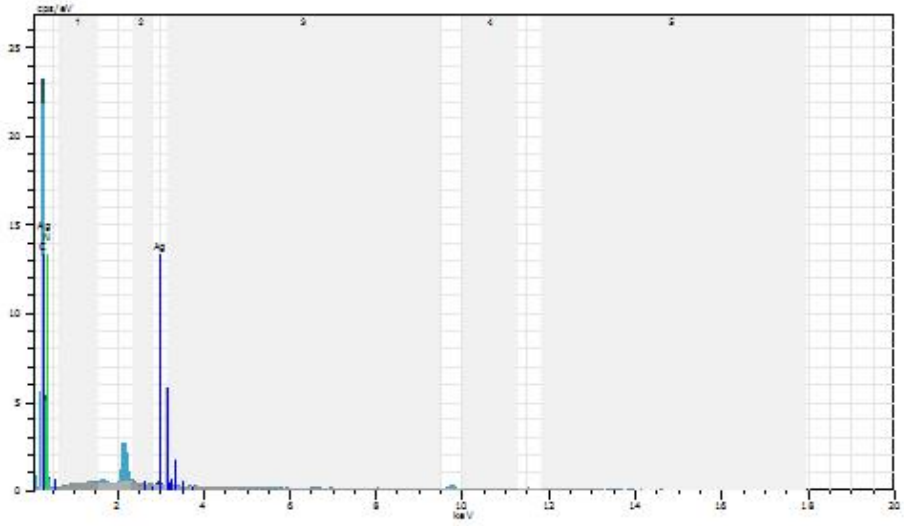


Spectrum: Objects

Element	Series	unn. C [wt.%]	norm. C [wt.%]	Atom. C [at.%]	Error [%]
Carbon	K-series	53.89	53.89	58.54	16.8
Nitrogen	K-series	35.85	35.85	33.40	13.0
Oxygen	K-series	9.83	9.83	8.01	4.1
Silver	L-series	0.42	0.42	0.05	0.0
Total:		100.00	100.00	100.00	

Şekil 5.22. % 3 Ag nano tel katkılı PAN+PMMA nanofiberlerin SEM ve EDX görüntüsü



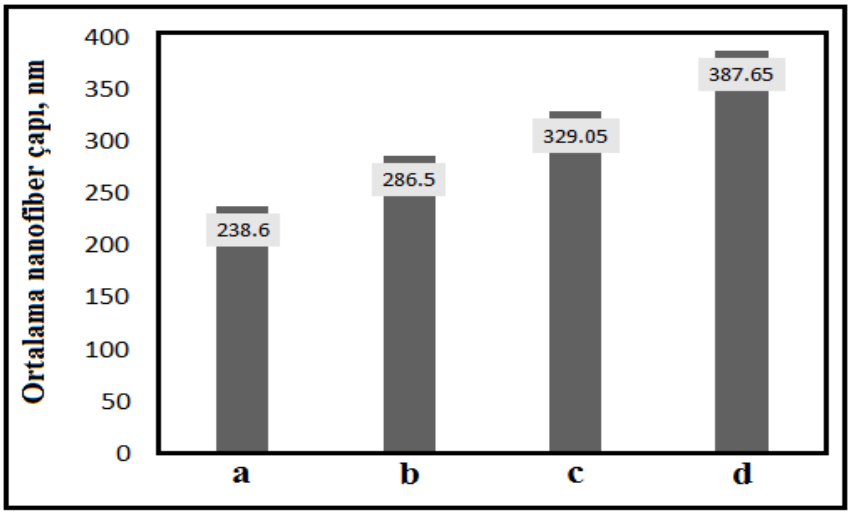


Spectrum: Objects

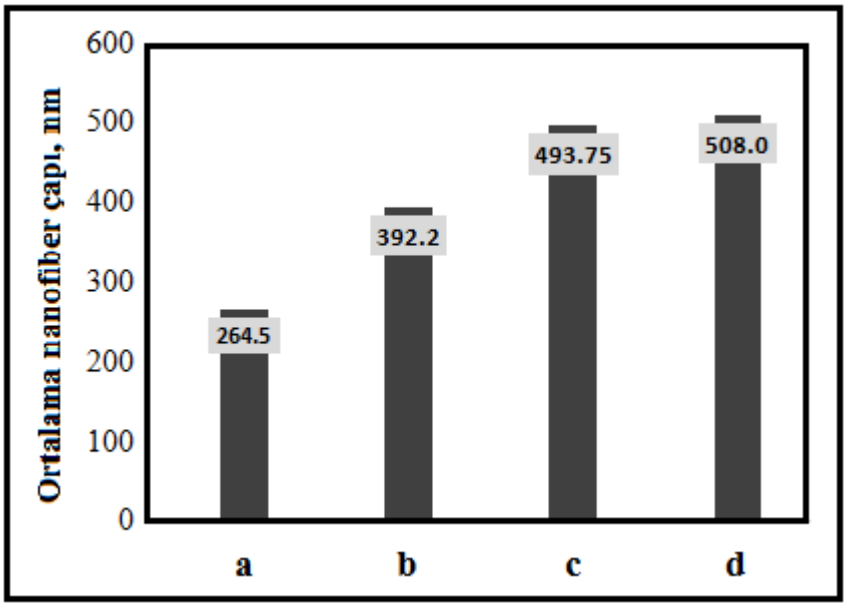
Element	Series	unn. C [wt.%]	norm. C [wt.%]	Atom. C [at.%]	Error [%]
Carbon	K-series	54.89	54.90	58.93	17.4
Nitrogen	K-series	44.55	44.55	41.01	17.0
Silver	L-series	0.55	0.55	0.07	0.1
Total:		100.00	100.00	100.00	

Şekil 5.23. % 5 Ag nano tel katkılı PAN+PMMA nanofiberlerin SEM ve EDX görüntüsü

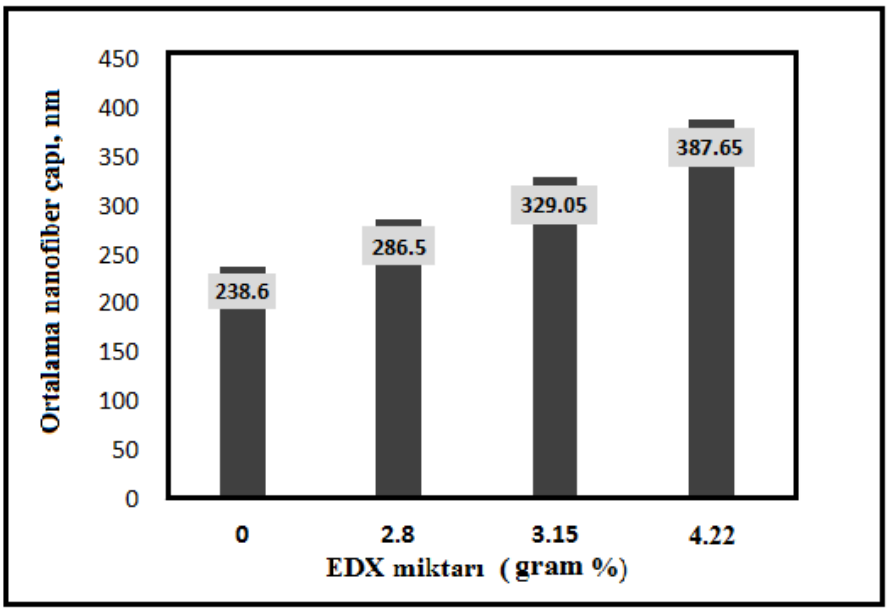
Ag nano partikül/nanotel katkılı PAN+PMMA kompozit nanofiberlerin SEM görüntüsü incelendiğinde, boncuksuz bir yapıya sahip olduğu görülür (Şekil 5.8-5.15). Ağırlıkça Ag nanopartikül katkılı /nano tel miktarı arttığında, numunelerin ortalama nanofiber çaplarının da arttığı tespit edilmiştir (Şekil 5.24-5.27).



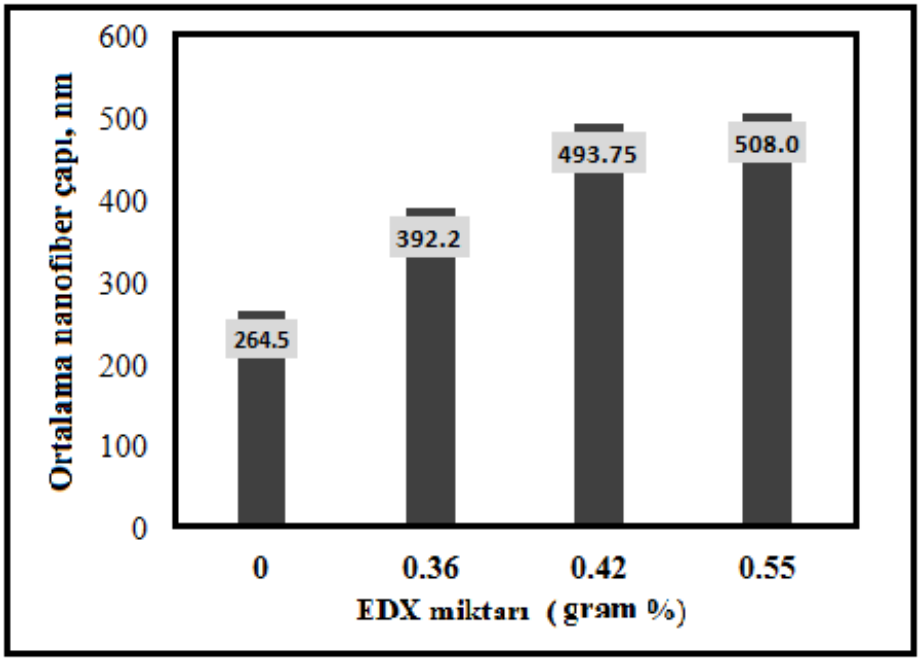
Şekil 5.24. PAN + PMMA kompozit nanofiberlerin ortalama nanofiber çapları (nano partikül için) (a) Saf PAN + PMMA kompozit nanofiber, (b) Ağırlıkça %1 Ag nanopartikül katkılı PAN + PMMA kompozit nanofiber (c) Ağırlıkça % 3 Ag nanopartikül katkılı PAN + PMMA kompozit nanofiber (d) Ağırlıkça % 5 Ag nanopartikül katkılı PAN + PMMA kompozit nanofiber



Şekil 5.25. PAN + PMMA kompozit nanofiberlerin ortalama nanofiber çapları (nanotel için) (a) Saf PAN + PMMA kompozit nanofiber, (b) Ağırlıkça %1 Ag nanotel katkılı PAN + PMMA kompozit nanofiber (c) Ağırlıkça %3 Ag nanotel katkılı PAN + PMMA kompozit nanofiber (d) Ağırlıkça % 5 Ag nanotel katkılı PAN + PMMA kompozit nanofiber



Şekil 5.26. PAN + PMMA kompozit nanofiberlerin ortalama nanofiber çapların EDX miktarına göre değişimi (nanopartikül için) (a) Saf PAN + PMMA kompozit nanofiber, (b) Ağırlıkça %1 Ag nanopartikül katkılı PAN + PMMA kompozit nanofiber (c) Ağırlıkça %3 Ag nanopartikül katkılı PAN + PMMA kompozit nanofiber (d) Ağırlıkça % 5 Ag nanopartikül katkılı PAN + PMMA kompozit nanofiber



Şekil 5.27. PAN + PMMA kompozit nanofiberlerin ortalama nanofiber çapların EDX miktarına göre değiişimi (nanotel için) (a) Saf PAN + PMMA kompozit nanofiber, (b) Ağırlıkça %1 Ag nanotel katkılı PAN + PMMA kompozit nanofiber (c) Ağırlıkça %3 Ag nanotel katkılı PAN + PMMA kompozit nanofiber (d) Ağırlıkça % 5 Ag nanotel katkılı PAN + PMMA kompozit nanofiber

Bu çalışma kapsamında üretilen PAN+PMMA kompozit nanofiber ve Ag nanopartikül/nanotel katkılı PAN+PMMA kompozit nanofiberlerinin literatürdeki

yerini incelemek amacıyla çalışma yapılmış ve Çizelge 5.2'de sunulmuştur. Çizelge 5.2 incelendiğinde, ürettiğimiz PAN+PMMA kompozit nanofiberlerin (PM7 kodlu numune) ortalama çapı 247,6 nm, Ag nanopartikülli PAN+PMMA kompozit nanofiberlerinin çapları (238,6; 286,5; 329,05; 387,65 nm), Ag nanotel katkılı PAN+PMMA nanokompozit nanofiberlerinin çapları (264.5, 392.2, 493.75, 508,00 nm)'dır. (Çizelge 5.2) incelendiğinde, bu çalışmada üretmiş olduğumuz PAN+PMMA kompozit nanofiberler ve Ag nanopartikülli PAN+PMMA kompozit nanofiberlerinin ortalama çaplarının literatürde düşük çaplı skalada, Ag nanotel katkılı PAN+PMMA kompozit nanofiberlerinin ortalama çaplarının ise literatürde yüksek çaplı skalada, yer aldığı görülür. Bu sonucun nedeni, Ag nanotel atomları ve PAN + PMMA moleküler zincirleri arasındaki etkileşimin güçlü bir bağ şeklinde olduğu, bu bağ etkileşimin Ag nanopartikül atomları ile PAN+PMMA moleküler zincirleri arasındakilerden daha yüksek olduğu düşünülmektedir.

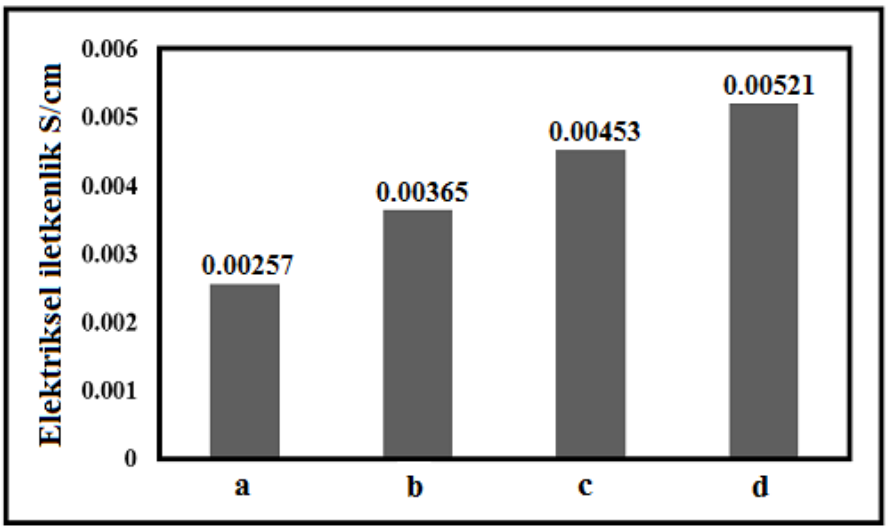
Nanofiber numunelerinin özellikleri sadece elektro-eğirme işlemi sırasında kullanılan çözeltilerin kimyasal yapısına bağlı olmayıp, nanofiber çapına, gözeneklilik boyutuna, homojenlik durumuna, nanofiber yönü gibi yapısal özelliklerine de bağlıdır (Haghi, 2011).

Çizelge 5.2. PAN+PMMA kompozit nanofiber ve Ag nano partikül/nanotel katkılı PAN+PMMA kompozit nanofiberin literatür karşılaştırması

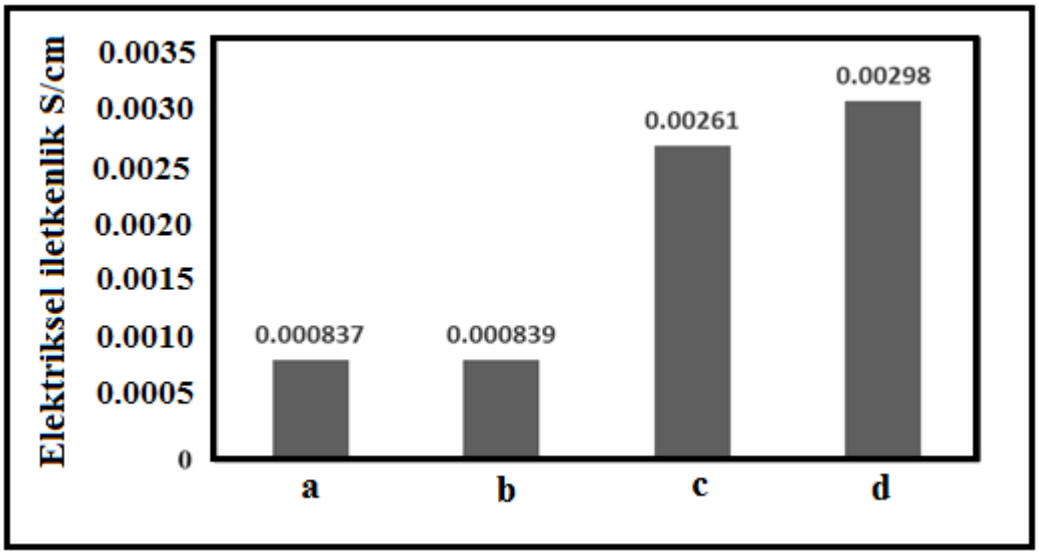
Polimer	Katkı malzemesi	Nanofiber üretim parametreleri	Nanofiber çapı	Referans
PAN+PMMA	**-**	**% 8 (w/w), 20 kV, 2.5 mL/saat, 13 cm mesafe**	**238,6 nm**	**Bu çalışma**
PAN+PMMA	**-**	**% 8 (w/w), 20 kV, 2 mL/saat, 12 cm mesafe**	**264,5 nm**	**Bu çalışma**
PAN+PMMA	**Ag nanopartikül % 1 %3 %5**	**% 8 (w/w), 20 kV, 2.5 mL/saat, 13 cm mesafe % 8 (w/w), 20 kV, 2.5 mL/saat, 13 cm mesafe % 8 (w/w), 20 kV, 2.5 mL/saat, 13 cm mesafe**	**286,5 nm 329,05 nm 387,65 nm**	**Bu çalışma**
PAN+PMMA	**Ag nanotel % 1 %3 %5**	**% 8 (w/w), 20 kV, 2 mL/saat, 12 cm mesafe % 8 (w/w), 20 kV, 2 mL/saat, 12 cm mesafe % 8 (w/w), 20 kV, 2 mL/saat, 12 cm mesafe**	**392,2 nm 493,75 nm 508 nm**	**Bu çalışma**
PAN+PMMA	-	%24 (w/w), 16 kV, 0.4 mL/saat−1, 17 cm mesafe	200-500 nm	Lin ve ark. (2008)
PAN+PMMA	-	%34 (w/w), 15 kV, 0.4 ml/h−1, 15 cm mesafe	300–500 nm	Sun ve ark. (2010b)
PAN+PMMA	-	%22 (w/w), 20 kV, 18 cm mesafe	406-330 nm	El-Deen ve ark. (2014).
PAN+PMMA	-	%22 (w/w), 20kV, 1-0.1ml/h	1.18 μm	Yu (2013)
PAN+PMMA	-	%10 (w/w), 15 kV, 0.8 ml h−1, 15 cm mesafe	511 ± 127 nm	Abeykoon ve ark. (2015)
PAN+PMMA	-	%17 (w/w), 10 cm, 4000 rpm	0,7 μm	Yanilmaz ve Zhang (2015)
PAN+PMMA	-	25 % wt	0,1−3 μm	Li ve ark. (2012)
PAN+PMMA	-	20 kV, 300 rpm	200 to 400 nm	Kim ve ark. (2007)

5.2. PAN+PMMA Kompozit Nanofiber ve Ag Nanopartikül/Nanotel Katkılı PAN+PMMA Kompozit Nanofiberin Elektriksel İletkenlikleri

Bu çalışmada üretilmiş olan en iyi yapıdaki PAN+PMMA kompozit nanofiber ve Ag nanopartikül (% 1, 3, 5)/nanotel (% 1, 3, 5)'li PAN+PMMA kompozit nanofiberlerin elektriksel iletkenlikleri incelenmiş ve Şekil 5.28-5.29 ve Çizelge 5.3'de sunulmuştur. Numunelerin, elektriksel iletkenlik ölçümleri, Selçuk Üniversitesi Mühendislik Fakültesi Kimya Mühendisliği Bölümü laboratuvarında bulunan, "ENTEK FPP-460 4-Nokta Elektriksel Ölçüm Cihazı" ile tespit edilmiştir. Ag'nin elektriksel iletkenliği literatürde, yüksek olan malzeme olarak bilinmektedir. Şekil 5.28-5.29 ve Çizelge 5.3 birlikte incelendiğinde, Ag miktarı en yüksek (ağırlıkça) olan malzemenin elektriksel iletkenliği en yüksek malzeme, Ag miktarı en az (ağırlıkça) olan malzemenin ise elektriksel iletkenliği en düşük olan malzeme olduğu görülür. Bu çalışmada yüksek yüzey alanına, daha yüksek gözenekliliğe ve filamentli bir yapıya sahip metalik Ag nanopartiküller, PAN+PMMA ilave edildiğinde üretilen nanofiberlerin elektriksel iletkenlik özelliklerinde iyileşmeler olduğu görülmüştür. Ag nanopartikül/nanotel katkılı PAN+PMMA kompozit nanofibelerin ortalama nanofiber çapı arttığında elektrikel iletkenlerininde arttığı tespit edilmiştir (Çizelge 5.3). Literatürde (27.12.2018 tarihine kadar), PAN+PMMA kompozit nanofiberler ve Ag nanopartikül/nanotel katkılı PAN+PMMA kompozit nanofiberlerin elektriksel iletkenlikleri ilk kez bu çalışma ile belirlenmiştir.



Şekil 5.28. PAN + PMMA kompozit nanofiber ve Ag nano partikülli PAN + PMMA kompozit nanofiberlerin elektriksel iletkenlikleri
(a) Saf PAN + PMMA kompozit nanofiber (b) %1 ağırlıkça Ag nanopartikül katkılı PAN + PMMA kompozit nanofiber (c) %3 ağırlıkça Ag nanopartikül katkılı PAN + PMMA kompozit nanofiber (d) %5 ağırlıkça Ag nanopartikül katkılı PAN + PMMA kompozit nanofiber



Şekil 5.29. PAN + PMMA kompozit nanofiber ve Ag nano tel katkılı PAN + PMMA kompozit nanofiberlerin elektriksel iletkenlikleri
(a) Saf PAN + PMMA kompozit nanofiber (b) %1 ağırlıkça Ag nanotel katkılı PAN + PMMA kompozit nanofiber (c) %3 ağırlıkça Ag nanotel katkılı PAN + PMMA kompozit nanofiber (d) %5 ağırlıkça Ag nanotel katkılı PAN + PMMA kompozit nanofiber

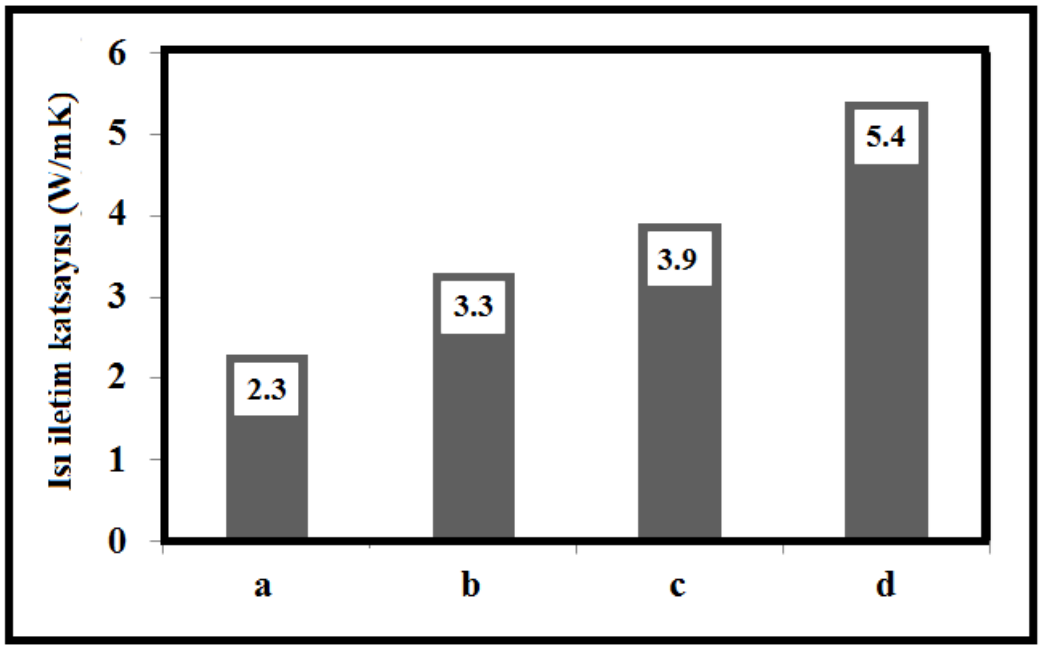
Çizelge 5.3. PAN+PMMA kompozit nanofiber ve Ag nanopartikül/nanotel katkılı PAN+PMMA kompozit nanofiberlerin elektriksel iletkenlikleri

nanofiber türü	Ag nano partikül /nano tel miktarı (ağırlıkça, EDX'e göre, gr)	Ortalama nanofiber çapı (nm)	Elektriksel iletkenlik (S/cm)	Elektriksel iletkenlik artış miktarı (%)
Saf PAN+PMMA kompozit nanofiber (nano partikül için)	0	238,6	0,00257	-
Ağırlıkça % 1 Ag nano partikül PAN+PMMA kompozit nanofiber	2,8	286,5	0,00365	142
Ağırlıkça % 3 Ag nano partikül PAN+PMMA kompozit nanofiber	3,15	329,05	0,00453	176,26
Ağırlıkça % 5 Ag nano partikül PAN+PMMA kompozit nanofiber	4,22	387,65	0,00521	202,72
Saf PAN+PMMA kompozit nanofiber (nano tel için)	0	264,5	0,000837	-
Ağırlıkça % 1 Ag nano tel katkılı PAN+PMMA kompozit nanofiber	0,36	392,2	0,000839	100,2
Ağırlıkça % 3 Ag nano tel katkılı PAN+PMMA kompozit nanofiber	0,42	493,75	0,00261	311,8
Ağırlıkça % 5 Ag nano tel katkılı PAN+PMMA kompozit nanofiber	0,55	508	0,00298	356

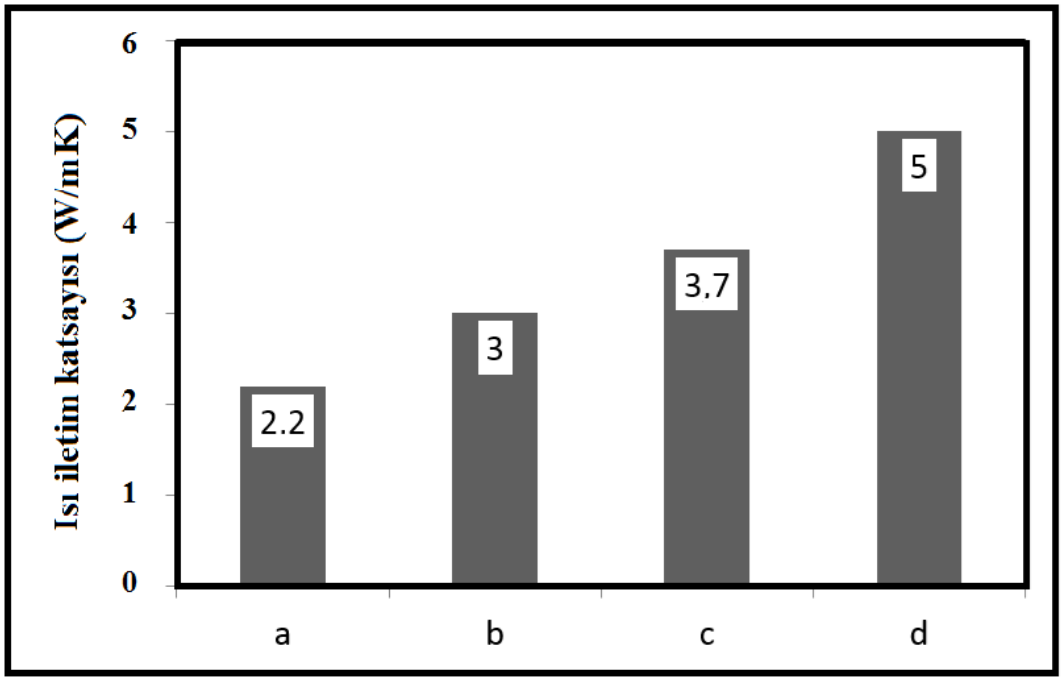
5.3. PAN+PMMA Kompozit Nanofiber ve Ag Nanopartikül/Nanotel Katkılı PAN+PMMA Kompozit Nanofiberin Isı İletim Katsayılarının Tespiti

Bu çalışmada, PAN+PMMA kompozit nanofiber ve Ag nanopartikül/nanotel katkılı PAN+PMMA kompozit nanofiberin ısı iletim katsayıları ASTM: E1225 – 99 standart yöntemi kullanılanarak yapılmış ve Şekil 5.30-5.31'de sunulmuştur.

Şekil (5.30-5.31) deki olan sonuçların Ag nano partikü katkılı PAN+PMMA kompozit nanofiberlerin termal iletkenlik değerlerinin Ag nano tel katkılı PAN+PMMA kompzit nanofiberlerden daha yüksek olduğu gözlemlenmektedir. Bu sonucun nedeni, filamentli bir yapıya sahip olan metalik Ag nanopartikül PAN+PMMA ilave edildiğinde üretilen malzemelerin ısıl iletkenlik özelliklerinin artmasına neden olmuştur, şeklinde düşünülmektedir.



Şekil 5.30. PAN+PMMA kompozit nanofiber ve Ag nanopartikül PAN+PMMA kompozit nanofiberin ısı iletim katsayıları
(a) Saf PAN + PMMA kompozit nanofiber (b) % 1 ağırlıkça Ag nanopartikül katkılı PAN + PMMA kompozit nanofiber (c) % 3 ağırlıkça Ag nanopartikül katkılı PAN + PMMA kompozit nanofiber (d) % 5 ağırlıkça Ag nanopartikül katkılı PAN + PMMA kompozit nanofiber



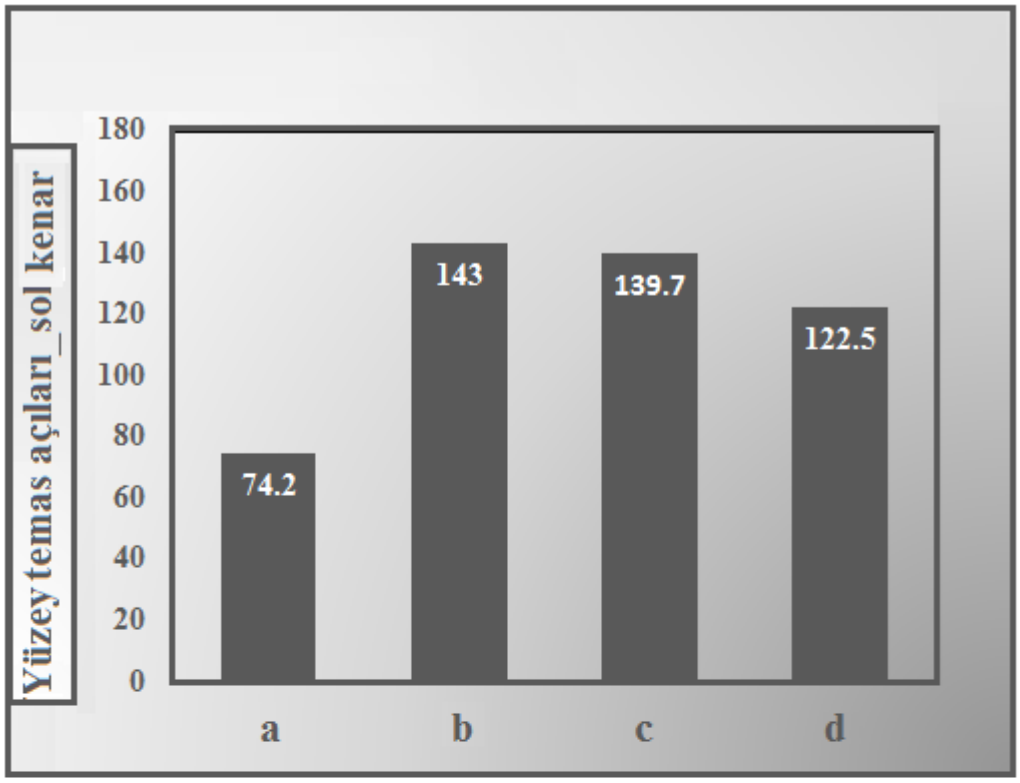
Şekil 5.31. PAN+PMMA kompozit nanofiber ve Ag nanotel katkılı PAN+PMMA kompozit nanofiberin ısı iletim katsayıları
(a) Saf PAN + PMMA kompozit nanofiber (b) %1 ağırlıkça Ag nanotel katkılı PAN + PMMA kompozit nanofiber (c) %3 ağırlıkça Ag nanotel katkılı PAN + PMMA kompozit nanofiber (d) %5 ağırlıkça Ag nanotel katkılı PAN + PMMA kompozit nanofiber

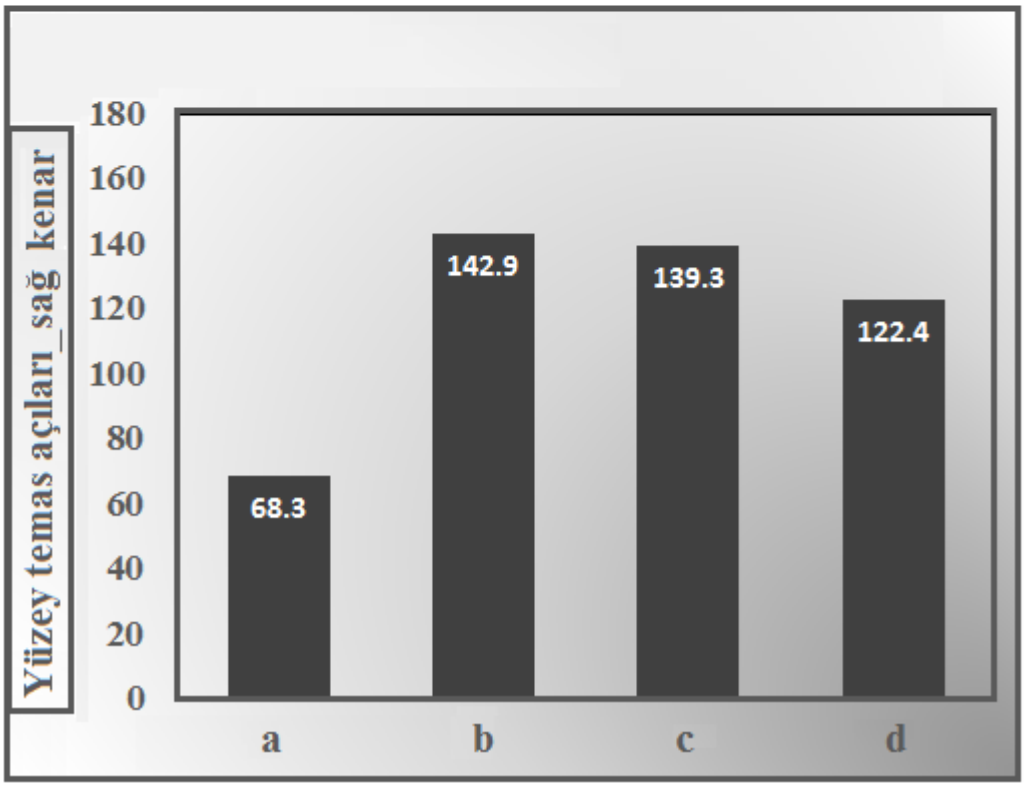
Şekil 5.30 ve 5.31 birlikte değerlendirildiğinde Ag nano partikül ve nano tel miktarı arttığında ısı iletim katsayılarında arttığı tespit edilmiştir. Isıl iletkenlik katsayısı nanaopartikül katkılı numunelerde daha yüksek olduğu tespit edilmiştir. En yüksek ısıl iletkenlik katsayısı %5 Ag nano partikül katkılı PAN+PMMA kompozit nanofiberde (5.4 W/mK) tespit edilmiştir.

5.4. PAN+PMMA Kompozit Nanofiber ve Ag Nanopartikül/Nanotel Katkılı PAN+PMMA Kompozit Nanofiberin Statik Yüzey Temas Açıları

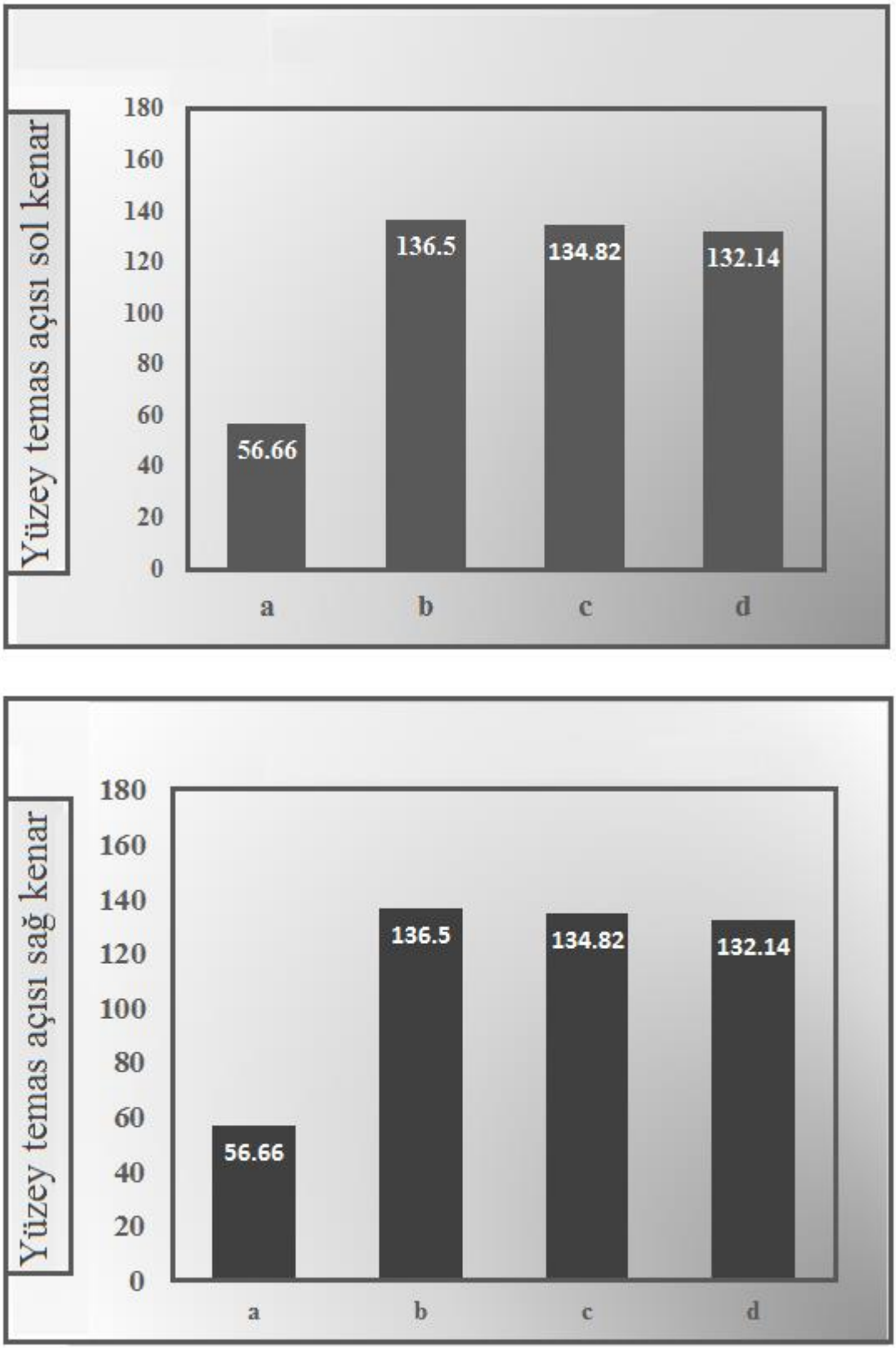
PAN + PMMA kompozit nanofiber ve Ag nanopartikül/ nanotel katkılı PAN+PMMA kompozit nanofiberlerin hidrofobik/hidrofilik etkilişimini incelemek için statik yüzey temas açısı ölçüm cihazı (Dataphysics instruments GmbH, model OCA15EC, sürüm 1.3) kullanılarak yapılmıştır. Üretilen homojen yapıdaki PAN+PMMA kompozit nanofiberlerin ve Ag nanopartikül/nanotel katkılı PAN+PMMA kompozit nanofiberlerin ortalama statik yüzey temas açısı değerleri Şekil 5.31-5.32 da sunulmuştur. Tüm Ag nanopartikül/nanotel katkılı PAN + PMMA kompozit nanofiberlerin statik yüzey temas açıları, homojen yapıdaki PAN + PMMA

kompozit nanofiberin statik yüzey temas açılarından daha yüksek olduğu tespit edilmiştir (Şekil 5.31-5.32). Ağırlıkça %1 olan Ag nano tel/ nanopartikül katkılı PAN+PMMA kompozit nanofiberlerin statik temas açısı, ağırlıkça %3, %5 olan Ag nano tel/nanopartikül katkılı PAN+PMMA kompozit nanofiberlerin statik temas açılarından daha yüksek olduğu görülmüştür. Bu sonucun sebebi, su ile polar olmayan ağırlıkça %1 Ag nano tel/ nanopartikül katkılı PAN+PMMA kompozit nanofiberlerin moleküller arasındaki etkileşimin, ağırlıkça %3, %5 olan Ag nano tel/nanopartikül katkılı PAN+PMMA kompozit nanofiberlerden daha yüksek olduğu şeklinde düşünülmektedir. PAN+PMMA kompozit nanofiber ve Ag nanopartikül/nanotel katkılı PAN+PMMA kompozit nanofiberlerin hidrofobik/hidrofilik özelliğine yönelik çalışma ilk kez bu çalışma ile gerçekleşmiştir (02.01.2018 tarihli literatür araştırmasına göre). Bu çalışma kapsamında üretilen malzemeler PEM yakıt hücresinde kullanılabilinir.





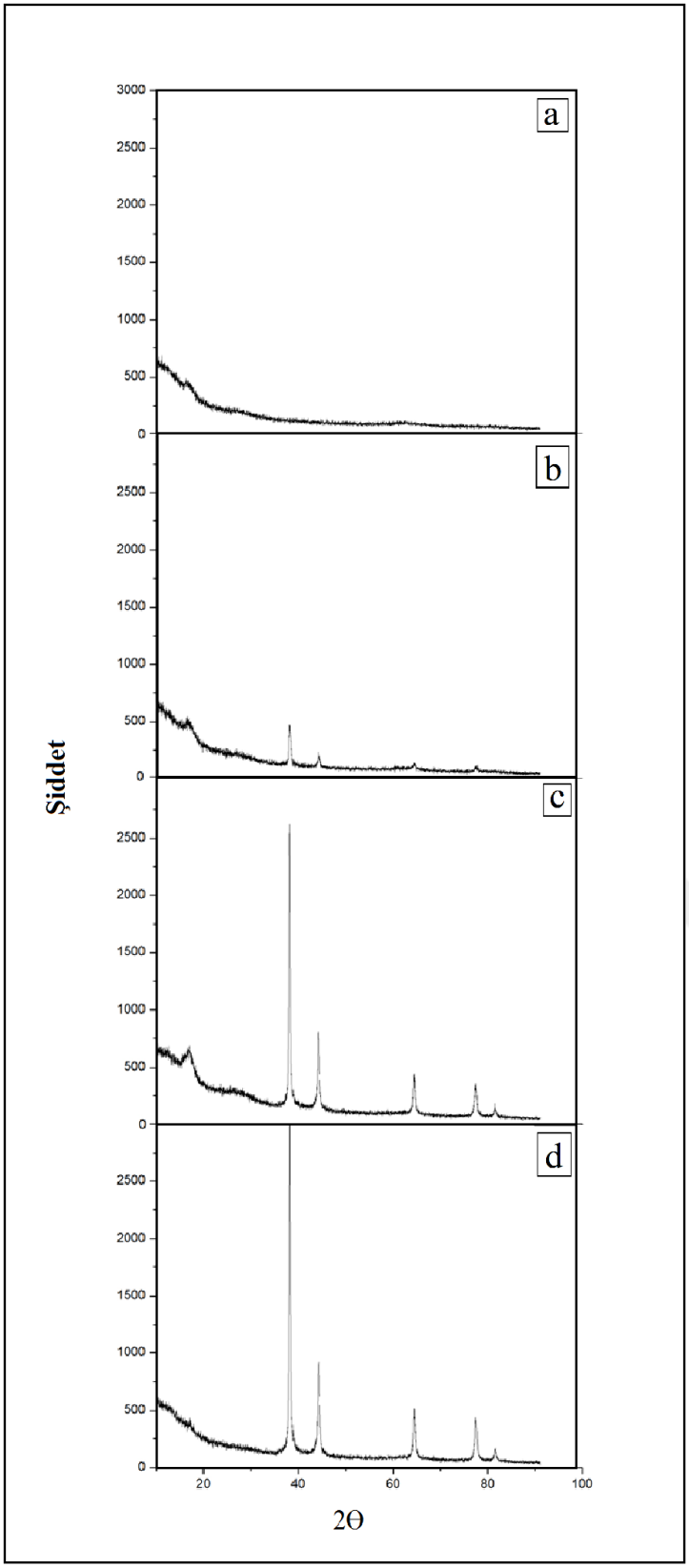
Şekil 5.32. Sol ve sağ kenarlar için ortalama statik yüzey temas açılarının karşılaştırılması (a) Saf PAN + PMMA kompozit nanofiber, (b) 1 % Ag nanopartikül katkılı PAN + PMMA kompozit nanofiberler, (c) 3% Ag nanopartikül katkılı PAN + PMMA kompozit nanofiberler (d) 5% Ag nanopartikül katkılı PAN + PMMA kompozit nanofiberler.



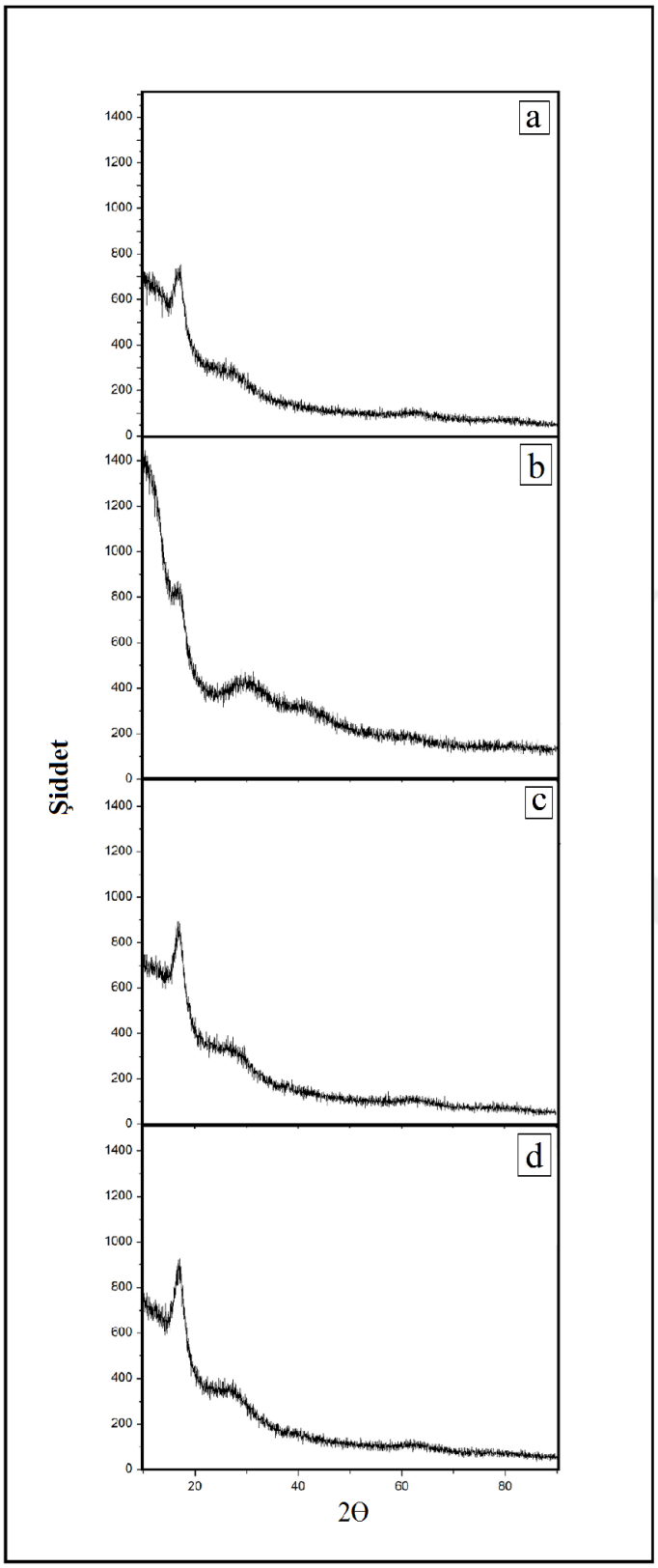
Şekil 5.33. Sol ve sağ kenarlar için ortalama statik yüzey temas açılarının karşılaştırılması (a) Saf PAN + PMMA kompozit nanofiber, (b) 1% Ag nanotel katkılı PAN + PMMA kompozit nanofiberler, (c) 3% Ag nanotel katkılı PAN + PMMA kompozit nanofiberler (d) 5% Ag nanotel katkılı PAN + PMMA kompozit nanofiberler

5.5. PAN+PMMA Kompozit Nanofiber ve Ag Nanopartikül/Nanotel Katkılı PAN+PMMA Kompozit Nanofiberin XRD Analizi

Malzemelerin amorf, kristal veya yarı kristal yapısı XRD analizi ile belirlenir. Polimerler gibi amorf yapıdaki malzemeler, XRD'de düşük şiddetli geniş pikler, metal gibi kristal yapıdaki malzemeler, yüksek şiddetli keskin pikler verir (Birley, 1990; Callister ve Rethwisch, 2000). Bu çalışmada, homojen yapıdaki PAN+PMMA kompozit nanofiber (nanopartikül için) ve Ag nanopartikül/nanotel katkılı PAN+PMMA kompozit nanofiberlerin XRD analizi ile malzemelerin kristal/amorf yapıları incelenmiştir. PAN+PMMA kompozit nanofiber ve Ag nano partikül/nano tel katkılı PAN+PMMA kompozit nanofiberin XRD görüntüleri, Şekil 5.33- Şekil 5.34'de sunulmuştur. Şekil 5.33 incelendiğinde, PAN +PMMA kompozit nanofiberlerin (nanopartikül için) XRD görüntüsü, $2\theta = 17^{\circ}$'de geniş bir zirve oluştuğu görülür. Bu sonuç saf PAN'ın literatürdeki, $2\theta = 17^{\circ}$ ile benzer olduğu ve ortotopik PAN (110) yansımasına karşılık olduğunu düşünülmektedir. Elektrospin çözeltisine Ag nano partiküller (%1 ve %3) eklendiğinde $2\theta = 17^{\circ}$'deki zirvenin nispi olarak şiddetinin yükseldiği ve %5 olarak Ag nano partiküller eklendiğinde zirvenin azaldığını ve kristal yapıya dönüştüğü gözlemlenmiştir. Bu sonuçların gümüş nanopartikül ve PAN+PMMA kompozit nanofiberlerin arasında bir etkileşimin olduğu ve zirvelerin yüksek olmasının bazı noktalarda Ag nanopartikül oranı arttıkça piklerin yoğunluklarınında arttığı gözlemlenmiştir. PAN+PMMA kompozit nanofiberlerin (nanotel için) ve Ag nanotel katkılı PAN+PMMA kompozit nanofiberlerin XRD görüntüsü, Şekil 5.34 incelendiğinde aynı genişteki zirvenin $2\theta = 17^{\circ}$'de oluştuğu görülür. Ayrıca Ag nano tellerin (% 1, 3, 5) yüzdesinde olduğu zaman $2\theta = 17^{\circ}$'deki zirvenin nispi olarak şiddetli olduğu tespit edilmiştir. Bu çalışmada bulunan zirvelerin değişimi, Ag nanopartiküllerin PAN+PMMA kompozit nanofiberlere eklenmesi sonucudur, şeklinde değerlendirilmiştir.



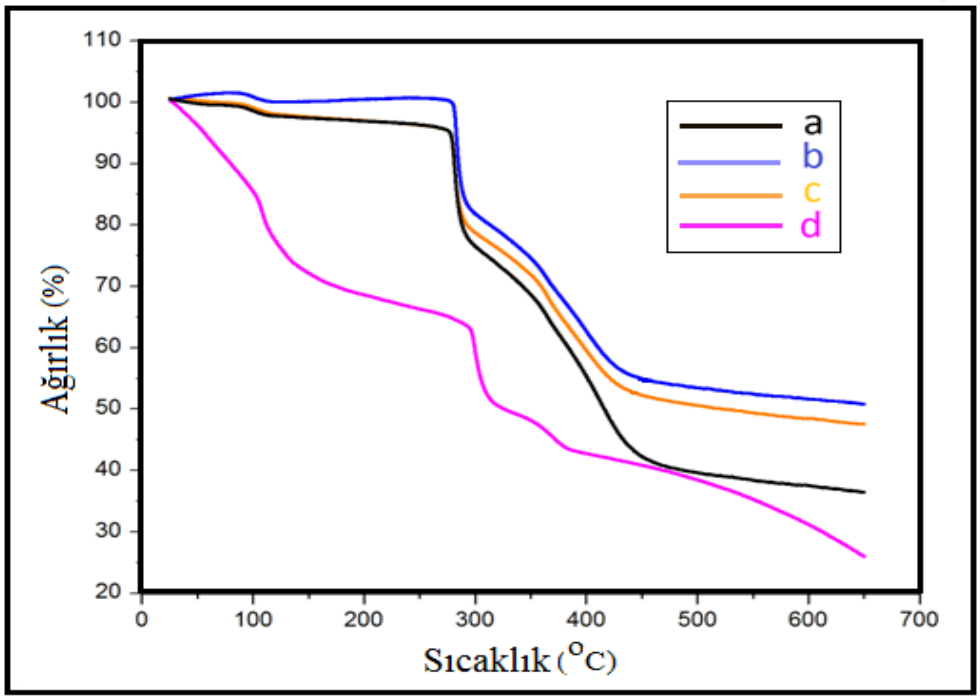
Şekil 5.34. Homojen yapıdaki PAN+PMMA kompozit nanofiber ve Ag nanopartikül katkılı kompozit nanofiberlerin XRD analizi
(a) PAN+PMMA kompozit nanofiber (Ag nanopartikül için)
(b) % 1 Ag nanopartikül katkılı PAN+PMMA kompozit nanofiber, (c) % 3 Ag nanopartikül katkılı PAN+PMMA kompozit nanofiber, (d) % 5 Ag nanopartikül katkılı PAN+PMMA kompozit nanofiber



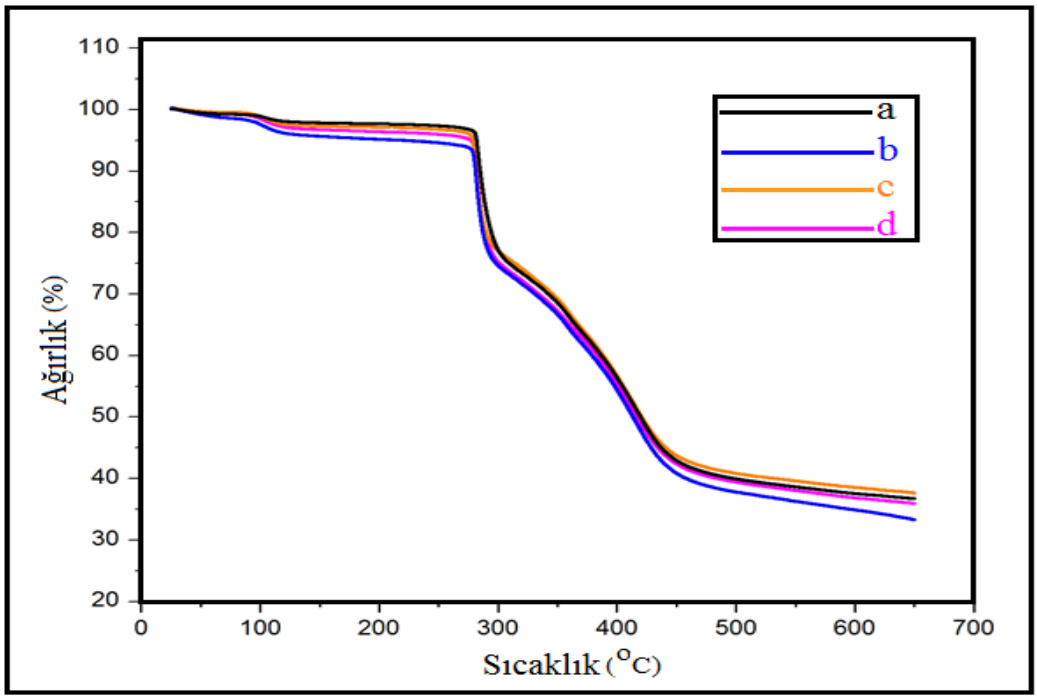
Şekil 5.35. Homojen yapıdaki PAN+PMMA kompozit nanofiber ve Ag nanotel katkılı kompozit nanofiberlerin XRD analizi
(a) PAN+PMMA kompozit nanofiber (Ag nanotel için)
(b) % 1 Ag nanotel katkılı PAN+PMMA kompozit nanofiber, (c) % 3 Ag nanotel katkılı PAN+PMMA kompozit nanofiber, (d) % 5 Ag nanotel katkılı PAN+PMMA kompozit nanofiber

5.6. PAN+PMMA Kompozit Nanofiber ve Ag Nanopartikül/Nanotel Katkılı PAN+PMMA Kompozit Nanofiberin Termogravimetrik / Diferansiyel Termal (TGA / DTA) Analizleri

Homojen yapıdaki PAN+PMMA kompozit nanofiber ve Ag nano partikül/nano tel katkılı PAN+PMMA kompozit nanofiberin TGA analizleri Şekil (5,36-5,37)'de sunulmuştur. Homojen yapıdaki PAN+PMMA kompozit nanofiberin (nano partikül için) ilk bozunma sıcaklığı 281,25 ºC ve son bozunma sıcaklığı 571,3 ºC'dir ve toplam kütle kaybı % 58,796'dır. Homojen yapıdaki (nanotel için) PAN+PMMA kompozit nanofiberin ise ilk bozunma sıcaklığı 283,17 ºC ve son bozunma sıcaklığı 555,46 ºC'dır ve kütle kaybı % 59,081'dır (Çizelge 5.4).



Şekil 5.36. TGA eğrileri (Selçuk Üniversitesi, İLTEK şartlarında, 2018)
(a) Homojen yapıdaki (nanopartikül için) PAN + PMMA kompozit nanofiber (b) ağırlıkça %1 Ag nanopartikül katkılı PAN + PMMA kompozit nanofiber (c) ağırlıkça %3 Ag nanopartikül katkılı PAN + PMMA kompozit nanofiber (d) ağırlıkça %5 Ag nanopartikül katkılı PAN + PMMA kompozit nanofiber



Şekil 5.37. TGA eğrileri (Selçuk Üniversitesi, İLTEK şartlarında, 2018)
(a) Homojen yapıdaki (nanotel için) PAN + PMMA kompozit nanofiber (b) ağırlıkça %1 Ag nanotel katkılı PAN + PMMA kompozit nanofiber (c) ağırlıkça %3 Ag nanotel katkılı PAN + PMMA kompozit nanofiber (d) ağırlıkça %5 Ag nanotel katkılı PAN + PMMA kompozit nanofiber

Çizelge 5.4. PAN+PMMA kompozit nanofiber ve Ag nanopartikül/nanotel katkılı PAN + PMMA kompozit nanofiberlerin termal davranışı (Selçuk Üniversitesi, İLTEK şartlarında, 2018)

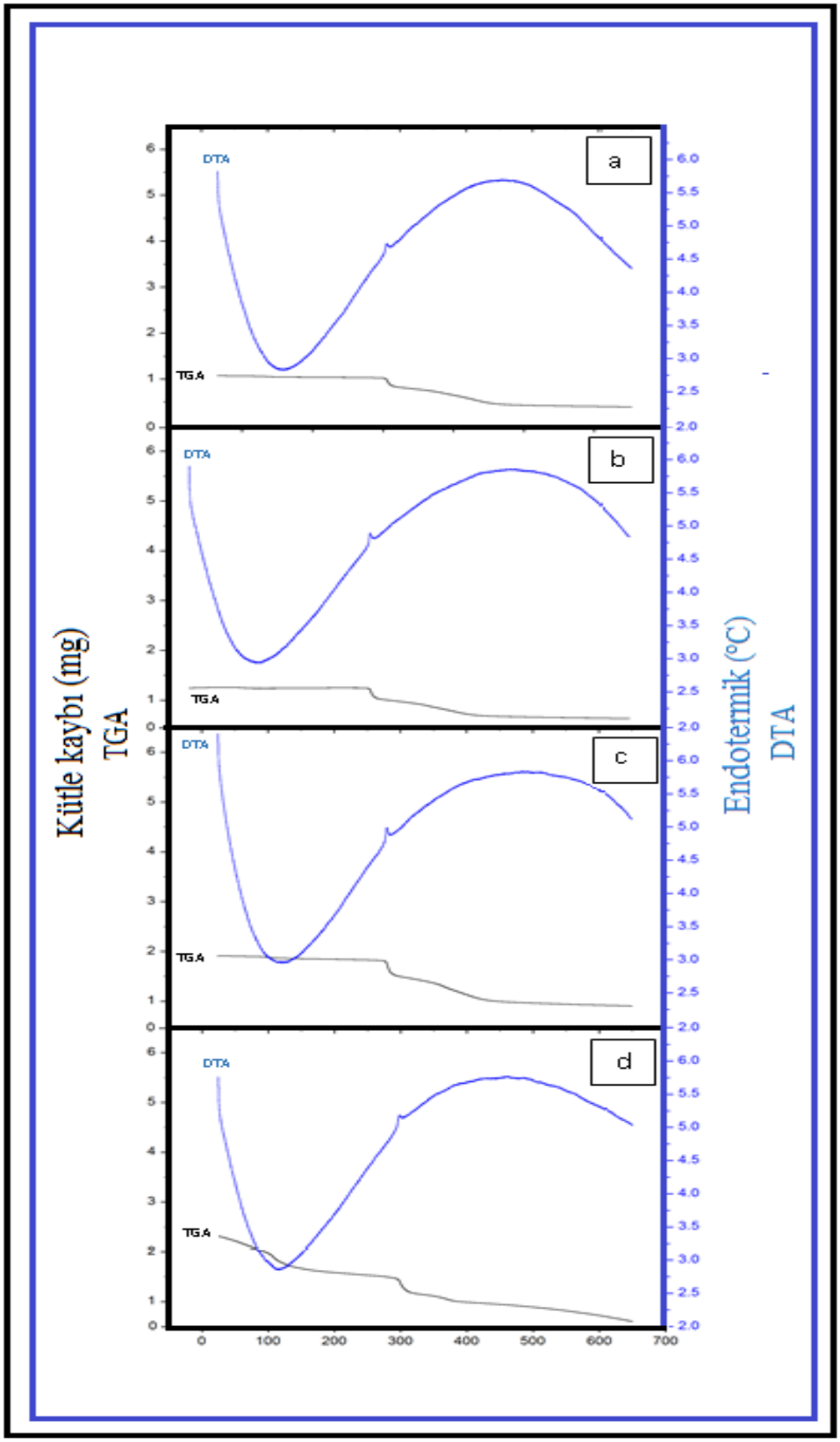
Numune türü	Toplam Kütle kaybı	Kalıntı %	İlk bozunma sıcaklığı (℃)	Son bozunma sıcaklığı (℃)
PAN+PMMA kompozit nanofiber (nanopartikül için)	-58,796	37,9925	281,25	571,3
%1 Ag nanopartikül katkılı PAN+PMMA kompozit nanofiber	-48,087	52,5993	282,92	455,65
%3 Ag nanopartikül katkılı PAN+PMMA kompozit nanofiber	-46,8164	49,7628	280,92	545,20
%5 Ag nanopartikül katkılı PAN+PMMA kompozit nanofiber	-72,5300	26,9747	31,08	641,21
PAN+PMMA kompozit nanofiber (nanotel için)	-59,0817	38,5491	283,17	555.46
%1 Ag nanotel katkılı PAN+PMMA kompozit nanofiber	-58,0624	36,7767	281,42	534,86
%3 Ag nanotel katkılı PAN+PMMA kompozit nanofiber	-58,7906	37,9925	281,08	509,54
%5 Ag nanotel katkılı PAN+PMMA kompozit nanofiber	-57,5183	38,7005	281,50	526,08

Şekil 5.36 incelendiğinde, PAN+PMMA kompozit nanofiberlere ağırlıkça %1 Ag nanopartikül eklenmesi sonucunda diğer numunelere göre termal kararlılığı daha iyi olduğu ve aynı zamanda daha kararlı hale geldiği söylenebilir. Bunun nedenini matris yapısındaki %1 Ag nanopartikül katkılı PAN+PMMA kompozit nanofiberlerin dispers ve sızma eşiğine bağlı olmasınından ve aynı zamanda iletken olarak yol olarak davrandığını ve buda son bozunma sıcaklığının artmasına neden olmuştur şeklinde düşünülmektedir. Şekil 5.37 incelendiğinde, PAN+PMMA kompozit nanofibere %1, 3, 5 Ag nanotel eklenmesi sonucunda, ilk bozunma sıcaklıkları birbirine yakın değerlerde oluştuğu gözlemlenmiştir. Ağırlıkça %3 Ag nanotel katkılı PAN+PMMA kompozit nanofiberlerin sıcaklığı artırıldığında az bir mikdarda termal kararlılığının iyileştiği gözlenmiştir.

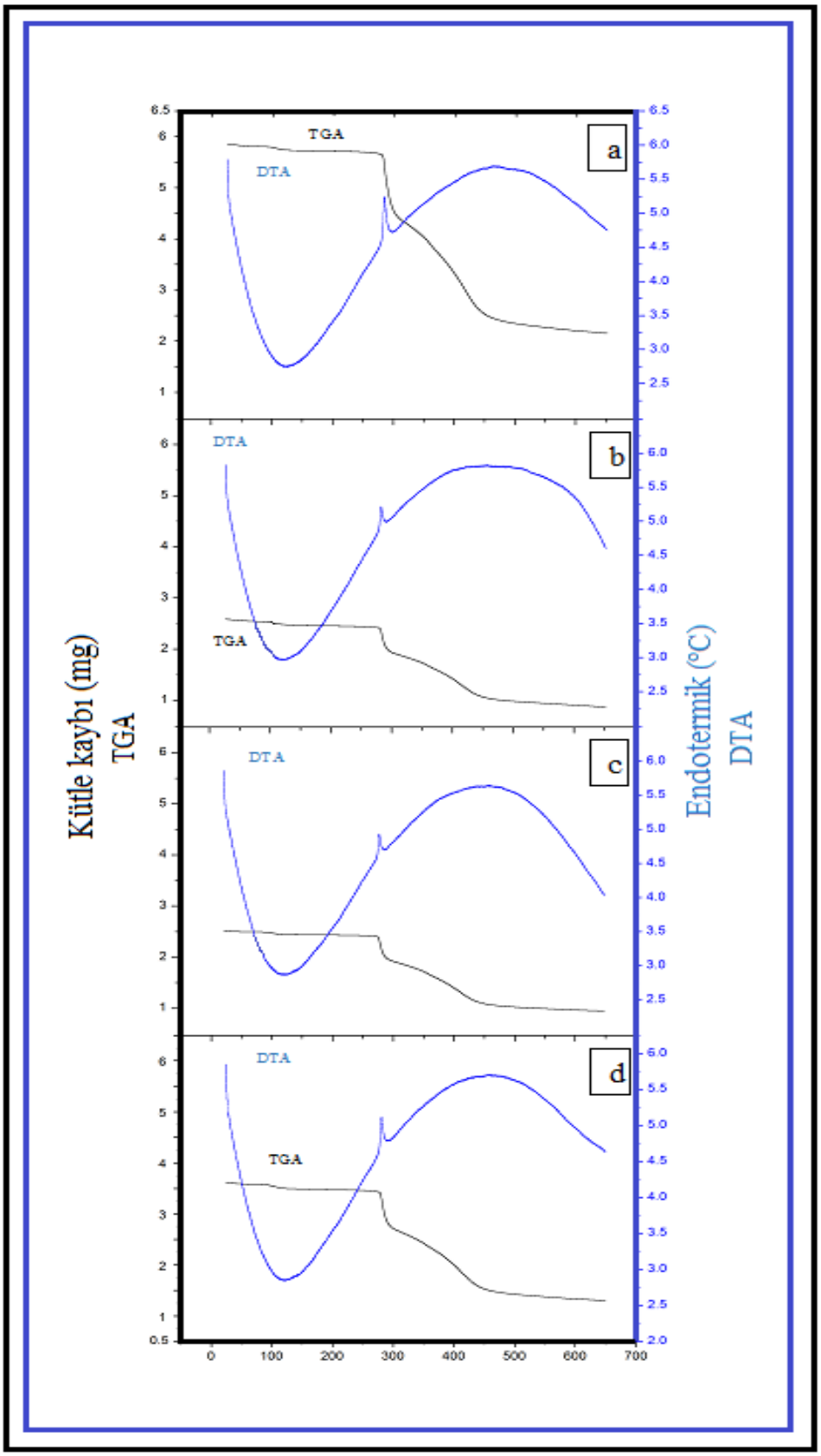
Çizelge 5.4 incelendiğinde; ağırlıkça % 1, 3, 5 Ag nanopartikül katkılı PAN+PMMA kompozit nanofiberlerin ilk bozunma sıcaklıkları sırasıyle 282,92; 280,92; 31,08 ^{o}C'dir ve son bozunma sıcaklıkları ise 455,65; 545,20; 641,21 ^{o}C'dir. Ağırlıkça % 1, 3, 5 Ag nanotel katkılı PAN+PMMA kompozit nanofiberlerin ilk bozunma sıcaklıklıkları sırasıyla 281,42; 281,08; 281,50 ^{o}C'dir ve) son bozunma sıcaklıkları ise sırasıyla 534,86; 509,54; 526,08 ^{o}C'dir. Çizelge 5.4'deki sonuçlar birlikte değerlendirildiğinde en düşük ilk bozunma sıcaklığı ağırlıkça %5 Ag nanopartikül katkılı PAN+PMMA kompozit nanofiberlerde (31,08 ^{o}C), en yüksek ilk bozunma sıcaklığı ise homojen yapıdaki (nano tel için) PAN+PMMA kompozit nanofiberlerde (283,17 ^{o}C) oluştuğu tespit edilmiştir. Çizelge 5.4'deki kütle kayıplarına ait bulgular birlikte değerlendirildiğinde, en düşük kütle kaybı, ağırlıkça %3 Ag nanopartikül katkılı PAN+PMMA kompozit nanofiberde (% 46,81) ve en yüksek kütle kaybının ise ağırlıkça %5 Ag nanopartikül katkılı PAN+PMMA kompozit nanofiberde (% 72,53) olduğu görülmüştür. Son bozunma sıcaklığı en düşük %1 Ag nanopartikül katkılı PAN+PMMA kompozit nanofiberde (455,65 ^{o}C) ve en yüksek son bozunma sıcaklığı ise %5 Ag nanopartikül katkılı PAN+PMMA kompozit nanofiberlerde (641,21 ^{o}C)'de oluştuğu görülmüştür. Bu çalışmada elde edilen sonuçların tümü, üretilen kompozit nanofiberlerin türüne bağlı olduğu düşünülmektedir.

Şekil 5.38'de homojen yapıdaki (nanopartikül için) PAN + PMMA kompozit nanofiber ve Ag nanopartikül katkılı PAN + PMMA kompozit nanofiberlerin DTA ve TGA eğrileri ve Şekil 5.39'de homojen yapıdaki (nanotel için) PAN + PMMA kompozit nanofiber ve Ag nanotel katkılı PAN + PMMA kompozit nanofiberlerin DTA ve TGA eğrileri sunulmuştur. DTA ve TGA eğrilerinin endotermik ve ekzotermiğin ΔT

değişimlerini gösteren analizler incelendiğinde (Şekil 5.38-5.39) homojen yapıdaki PAN+PMMA kompozit nanofiberler ve Ag nano partikül/nanotel katkılı PAN+PMMA kompozit nanofiberin 0-700 ^{o}C'deki değerindeki ısıl işlemlerin sonucu numunelerin iki faz şeklinde değişimleri bulunmaktadır. Birinci fazın erime sonucu olduğu ikinci fazın ise numunelerin tekrar kristal yapısını gösteren faz olduğu şeklinde düşünülmektedir. Şekil 5.38-39'daki, DTA eğrilerinde bulunan piklerin kütle kaybı pikleri olduğu şeklinde değerlendirmekteyiz.



Şekil 5.38. TGA/DTA analizleri (Selçuk Üniversitesi, İLTEK şartlarında, 2018)
(a) Homojen yapıdaki (nanopartikül için) PAN + PMMA kompozit nanofiberler
(b) ağırlıkça %1 Ag nanopartikül katkılı PAN + PMMA kompozit nanofiberler (c) ağırlıkça %3 Ag nanopartikül katkılı PAN + PMMA kompozit nanofiberler (d) ağırlıkça %5 Ag nanopartikül katkılı PAN+ PMMA kompozit nanofiberler



Şekil 5.39. TGA/DTA analizleri (Selçuk Üniversitesi, İLTEK şartlarında, 2018)
(a) Homojen yapıdaki (nanotel için) PAN + PMMA kompozit nanofiberler (b) ağırlıkça %1 Ag nanotel katkılı PAN + PMMA kompozit nanofiberler (c) ağırlıkça %3 Ag nanotel katkılı PAN + PMMA kompozit nanofiberler (d) ağırlıkça %5 Ag nanotel katkılı PAN + PMMA kompozit nanofiberler

Bu çalışma kapsamında gerçekleştirilen, PAN+PMMA kompozit nanofiberler ve Ag nanopartikül/nanotel katkılı PAN+PMMA kompozit nanofiberlerin TGA/DTA analizlerinin literatür karşılaştırması, Çizelge 5.5'te sunulmuştur. PAN+PMMA kompozit nanofiberlerin literatür ile uyumlu olduğu, Ag nanopartikül/nanotel katkılı PAN+PMMA kompozit nanofiberler için ise literatürde herhangi bir çalışma yapılmadığı (12.04.2019 tarihine kadar) tespit edilmiştir.

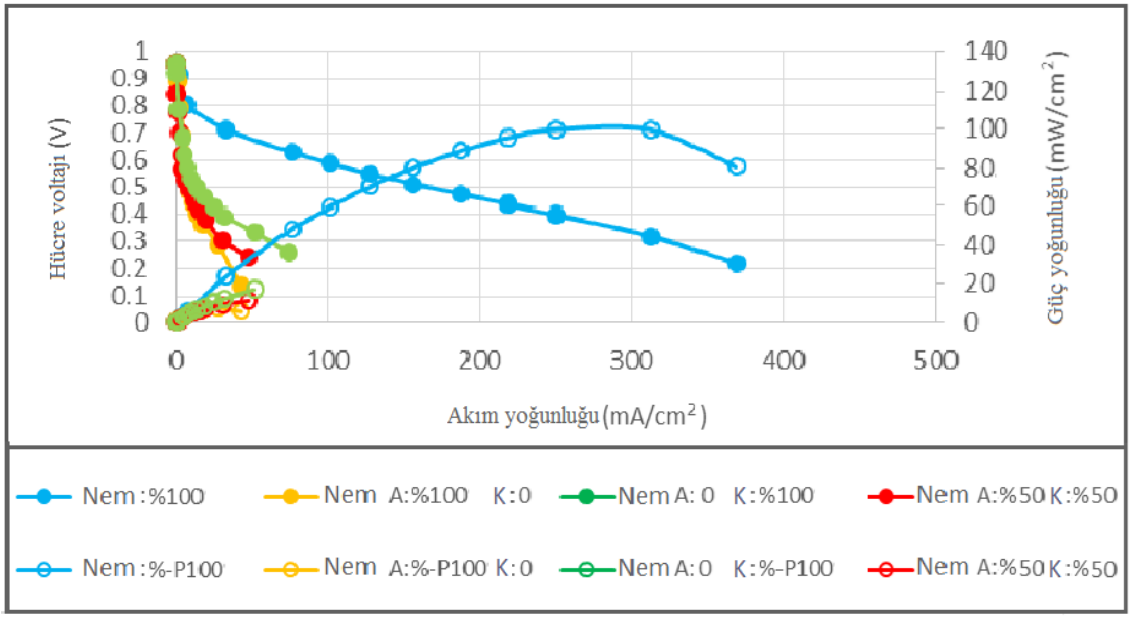
Çizelge 5.5. Ag nanopartikül/nanotel katkılı PAN+PMMA kompozit nanofiberler ve katkısız PAN+PMMA kompozit nanofiberlerin TGA/DTA analizlerinin literatür karşılaştırması

Numunenin Adı (Karışım oranı)	Toplam kütle kaybı	İlk bozunma sıcaklığı (℃)	Son bozunma sıcaklığı (℃)	Referans
PAN+PMMA kompozit nanofiber (nanopartikül) için	-58,796	281,25	571,3	Bu çalışma
%1 Ag nanopartikül katkılı PAN+PMMA kompozit nanofiber	-48,087	282,92	455,65	Bu çalışma
%3 Ag nanopartikül katkılı PAN+PMMA kompozit nanofiber	-46,8164	280,92	545,20	Bu çalışma
%5 Ag nanopartikül katkılı PAN+PMMA kompozit nanofiber	-72,5300	31,08	641,21	Bu çalışma
PAN+PMMA kompozit nanofiber (nanotel) için	-59,0817	283,17	555,46	Bu çalışma
%1 Ag nanotel katkılı PAN+PMMA kompozit nanofiber	-58,0624	281,42	534,86	Bu çalışma
%3 Ag nanotel katkılı PAN+PMMA kompozit nanofiber	-58,7906	281,08	509,54	Bu çalışma
%5 Ag nanotel katkılı PAN+PMMA kompozit nanofiber	-57,5183	281,50	526,08	Bu çalışma
PAN+PMMA (50/50)	-	310	490	Hong ve ark. (2008)
PAN/PMMA(75:25) + 2% LiClO4	10	230	-	Flora ve ark. (2012)
PAN/PMMA(75:25) +%5 $LiClO_4$	13	224	-	Flora ve ark. (2012)
PAN/PMMA(75:25)+ %8 $LiClO_4$	18	219	-	Flora ve ark. (2012)
PAN/PMMA(75:25)+ %11 $LiClO_4$	11	240	-	Flora ve ark. (2012)

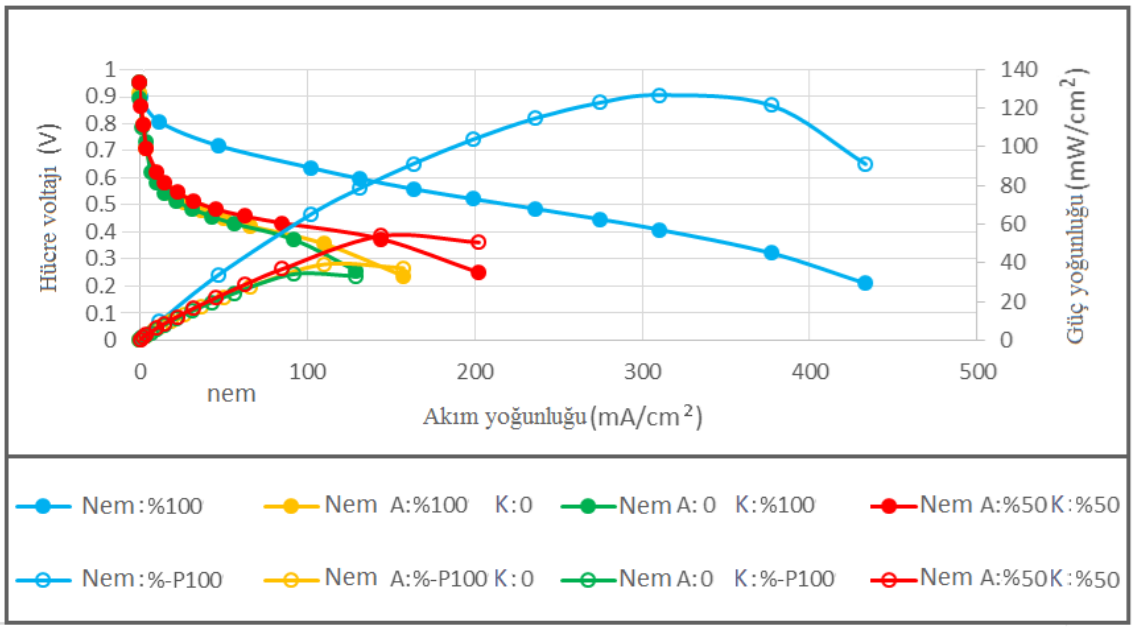
5.7. PAN+PMMA Kompozit Nanofiber (Nanopartikül için) ve Ag Nanopartikül Katkılı (% 5) PAN+PMMA Kompozit Nanofiberin PEM Yakıt Hücresi Performansı

Homojen yapıdaki PAN+PMMA kompozit nanofiber ve Ag nanopartikül/nanotel katkılı PAN+PMMA kompozit nanofiberi kapsayan tüm numuneler içinde elektriksel iletkenlik en yüksek, ağırlıkça % 5 Ag nanopartikül katkılı PAN+PMMA kompozit nanofiberde oluştuğu (0,00521 S/cm) tespit edilmiştir. Bu numune ile bu numunenin saf halde olanı (Ag nanopartikülsüz olan) PEM yakıt

hücresinin gaz difüzyon tabakasında (anod tarafında) kullanılarak, homojen yapıdaki PAN+PMMA kompozit nanofiber (ilk numune) ve Ag nanopartikül katkılı (% 5) PAN+PMMA kompozit nanofiberin (ikinci numune) performansı incelenmiştir. Testler TÜBİTAK MAM'da gerçekleştirilmiştir. PEM yakıt hücresinin performansı, güç yoğunluğunun akım yoğunluğuna göre değişimidir. Yakıt hücresinin anot tarafında 0,6 mg/cm^2 Pt yüklü elektrot, katot tarafında ise 0,7 mg/cm^2 Pt yüklü elektrot kullanılmıştır. Membran olarak elektrot bileşkesi Nafion 212 membranı seçilmiştir. Deneyler sırasında hidrojen 0,21 lt/dk, oksijen ise 0,18 lt/dk hızda verilmiştir. Deneyler 60 ^oC sıcaklığında gerçekleştirilmiş. Nem koşulları sırasıyla; anot ve katot %100, anot %100 ve katot %0, anot %0 ve katot %100, anot %50 ve katot %50, olarak uygulanmış ve sonuçlar Şekil 5.40-5.41'de sunulmuştur. Bu çalışmada elde edilen tüm sonuçların farklı bulunmasının nedeni, elde edilen değerlerin nem koşullardan olduğu aynı zamanda homojen yapıdaki PAN+PMMA kompozit Ag nano partikül eklenmesiyle güç yoğunluğunun akım yoğunluğuna göre artmasına neden olmuştur.



Şekil 5.40. PAN+PMMA kompozit nanofiberin (nanopartikül için) PEM yakıt hücresi performansı (ilk numune)



Şekil 5.41. Ag nanopartikül katkılı (% 5) PAN+PMMA kompozit nanofiberin PEM yakıt hücresi performansı (ikinci numune)

Tüm sonuçlar birlikte değerlendirildiğinde, en yüksek güç yoğunluk değerleri ilk numeni için sırasıyla (99,6; 7,9; 11,5; 19,5) mW/cm^2 ve ikinci numune için sırasıyla (126.7, 39.3, 34.2, 53,9) mW/cm^2 olarak bulunmuştur. En yüksek güç yoğunluk değeri 126.7 mW/cm^2'dir. En yüksek akım yoğunluk değerlerleri ilk numune için sırasıyla 368,43; 43,027; 48,416; 74,927 mA/cm^2 ve ikinci numune için sırasıyla 433,29; 157,51; 129,27; 202,55 mA/cm^2'dir. En yüksek akım yoğunluğu değerleri ikinci numunede (433,29 mA/cm^2)'dir. En yüksek güç yoğunluğu ve en yüksek akım yoğunluğu değeri, ağırlıkça % 5 Ag nano partikül içeren numunede ve % 100 nemli, anod ve katodun 60 ^{o}C'de ki testlerinde oluşmuştur. Çünkü Ag lietratürde elektriksel iletkenliği yüksek bir malzeme olarak bilinmektedir. PAN+PMMA kompozit nanofiber ve Ag nanopartikül PAN+PMMA kompozit nanofiber PEM yakıt hücresinde kullanılmasına yönelik bir çalışma literatürde tespit edilememiştir (08.01.2019 tarihi itibari ile).

6. SONUÇLAR VE ÖNERİLER

Bu tez kapsamında yapılan çalışmaların sonuç ve önerileri aşağıda sunulmuştur.

6.1. Sonuçlar

Bu çalışmada, homojen yapıdaki PAN+PMMA kompozit nanofiberleri tespit etmek için çeşitli üretim parametreleri kullanılarak 16 adet deney yapılmıştır. 16 adet deney sonuçları ve SEM analizi yardımıyla, en uygun yapıdaki numunenin PNMA7 kodlu numunede olduğu tespit edilmiştir.

PAN+PMMA kompozit nanofiber olan PNMA7 kodlu numuneye Ag nano partikül eklendiğinde homojen yüzeyin oluşmadığı tespit edilmiştir. Bu aşamadan sonra, tekrar Ag nano partikül/nano tel katkılı PAN+PMMA kompozit nanofiberler için üretim parametreleri değiştirilerek deneyler yapılmış ve Ag nano partikül/nano tel katkılı PAN+PMMA kompozit nanofiberler için homojen yüzeylerin oluştuğu parametreler belirlenmiştir.

Bu çalışmada, Ag nanopartikül katkılı PAN+PMMA kompozit nanofiberlerin elektrikel iletkenliği incelendiğinde en yüksek miktar 0,00521 S/cm ve en düşük ise 0,00365 S/cm'dir. Ag nanotel katkılı PAN+PMMA kompozit nanofiberlerin en yüksek ve en düşük elektrikel iletkenliğin sırayla 0,00298; 0,000839 S/cm'dir. En yüksek elektriksel iletkenlik, ağırlıkça % 5 olan Ag nanopartikül katkılı PAN+PMMA kompozit nanofiberlerde oluşmuştur. Ag nanopartikül katkılı PAN+PMMA kompozit nanofiberlerin elektriksel iletkenliği incelendiğinde en düşük değeri 0,00365 S/cm'dir ve Ag nanotel katkılı PAN+PMMA kompozit nanofiberlerin en düşük elektriksel iletkenlik değeri ise 0,000839 S/cm'dir. Bu iki malzemele nano Ag katkısız olan PAN+PMMA kompozit nanofiberlerlerdir. İki malzemeninde aynı olmasına rağmen elektriksel iletkenliklerinin farklı çıkmasının nedeni, bu çalışma kapsamında elektrospin cihazının, literatürde kullanılmakta olan elektrospin cihazlarından farklı bir cihazdır. Bu cihazla aynı malzemeler (PAN+PMMA) kullanılarak sadece üretim parametreleri değiştirildiğinde, çok farklı numunelerin oluştuğu tespit edilmiştir (Bkz. Ek-1). Numulerin incelikleri farklı olabilmektedir. Buda gözenek çapını ve hacmini etkilediği için elektriksel iletkenliğini farklı olabilmektedir şeklinde düşünmekteyiz.

Ag nanopartikül/nanotel katkılı PAN+PMMA kompozit nanofiberlerin, nanofiber çaplarının değerleri incelendiğinde; Ag nanopartikül katkılı PAN+PMMA

kompozit nanofiberlerin en yüksek değeri 387,65 nm (%5 Ag nanopartikülde)'dir. Ag nanotel katkılı PAN+PMMA kompozit nanofiberlerin en yüksek değeri ise 508,0 (%5 Ag nanotelde) nm'dir. Aynı zamanda EDX miktarları incelendiğinde, Ag nanopartikül katkılı PAN+PMMA kompozit nanofiberlerin en yüksek değeri ağırlıkça % 4,22 gr (%5 Ag nanopartikülde), Ag nanotel katkılı PAN+PMMA kompozit nanofiberlerin en yüksek değeriyse ağırlıkça % 0,55 gr (%5 Ag nanotelde)'dır. En düşük ısı iletim katsayısı saf PAN+PMMA kompozit nanofiber (nano tel için)'de tespit edilmiştir ve değeri 2,2 W/mK'dir. En yüksek ısı iletim katsayısı ağırlıkça % 5 Ag nano tel katkılı PAN+PMMA kompozit nanofiberde (5 W/mK) oluşmuştur. Bu sonuçlar dikkate alındığında, PAN+PMMA kompozit nanofibere, Ag nanopartikül eklenmesiyle, elektrikel eletkenlik, ısıl iletim katsayıları, nanofiber çap değerlerinin artmasına neden olduğu düşünülmektedir.

Bu çalışmadaki, statik yüzey temas açısının en yüksek olduğu değer ağırlıkça yüzde % 1 Ag nanopartikül katkılı PAN+PMMA kompozit nanofiberlerde tespit edilmiştir ve bu değer sol ve sağ kenar için sırasıyla 143-142,9^{o}'dır.

Ag nanopartikül/nanotel katkılı PAN+PMMA kompozit nanofiberlerdeki nano Ag'nin varlığı için XRD incelenmesi yapılmıştır ve malzenin kristal boyutu incelendiğinde Ag nanopartikül/nanotellerin oranları arttıkça bazı piklerin daha şiddetli olduğu ve bazılarının kristal yapıya dönüştüğü tespit edildi.

PAN+PMMA kompozit nanofiberler ve Ag nanopartikül/nanotel katkılı PAN+PMMA kompozit nanofiberlerin termal kararlılığını, kütle kaybı değerlerini belirlemek için TGA analizleri (S.Ü. 2018 İLTEK şartlarında) gerçekleşmiştir. Toplam kütle kaybı en fazla % 5 Ag nanopartikül katkılı PAN+PMMA kompozit nanofiberde oluşmuştur ve % 72,53'dir. Bu numunenin İlk bozunma sıcaklığı 31,08 ^{o}C ve son bozunma sıcaklığı 641,21 ^{o}C'dir. PAN+PMMA kompozit nanofibere % 1 Ag nano partikül ilave edildiğinde, kütle kaybını düşürdüğü gözlemlenmiştir. En yüksek elektriksel iletkenliğe sahip numune ve bu numunenin nano Ag partikül katkısız durumu PEM yakıt hücresinde, güç yoğunluğunun akım yoğunluğuna göre değişimi incelenmiştir. Ag nano partikül, PAN+PMMA kompozit nanofibere ilave edildiğinde, PEM yakıt hücresinin akım yoğunluğu ve güç yoğunluğunu arttırdığı tespit edilmiştir. Çünkü literatürde, Ag'nin elektriksel iletkenliği yüksek malzemeler grubunda yer aldığı bilinmektedir. Ag'nin elektriksel iletkenliğinin yüksek olması, Ag nano partikül katkılı PAN+PMMA kompozit nanofiberli olan PEM yakıt hücresi performansında artışa neden olmuştur.

5.2. Öneriler

Bu tezdeki tüm yapılan çalışmaların en temel amacı, elektro-eğirme metodu ile üretilen Ag nanopartikül/nanotel katkılı PAN+PMMA kompozit nanofiberlerin elektriksel iletkenlikleri ve hidrofobik/hidrofilik etkileşiminin incelenmesidir. Bu amaç doğrultusunda en yüksek elektrik iltekenliğe sahip olan numunenin PEM yakıt hücresindeki güç yoğunluğu performansı test edilmiştir. Yapılan bu çalışmanın hedefine ulaşıldığı düşünülmektedir. Bundan sonraki yapılabilecek olan çalışmalar için öneriler aşağıda sunulmuştur.

- Homojen yapıdaki PAN+PMMA kompozit nanofiberlere, farklı nanopartiküllerin eklenmesi sonucunda homojenlik yüzeyinin bozulup bozulmadığının incelenmesi.
- PAN+PMMA kompozit nanofiberlere farklı nanopartikül malzemelerin eklenmesiyle, statik yüzey temas açısı ve elektriksel iletkenlik değerlerinin araştırılması.
- PAN+PMMA kompozit nanofiberlere farklı nanopartikül malzemeler eklenerek, PEM yakıt hücresinde test edilmesi.

KAYNAKLAR

Abeykoon, N. C., Bonso, J. S. ve Ferraris, J. P., 2015, Supercapacitor performance of carbon nanofiber electrodes derived from immiscible PAN/PMMA polymer blends, *Rsc Advances*, 5 (26), 19865-19873.

Bahrambeygi, H., Sabetzadeh, N., Rabbi, A., Nasouri, K., Shoushtari, A. M. ve Babaei, M. R., 2013, Nanofibers (PU and PAN) and nanoparticles (Nanoclay and MWNTs) simultaneous effects on polyurethane foam sound absorption, *Journal of Polymer Research*, 20 (2), 72.

Beypazar, Ö., 2013, Nanolif Üretiminde Çap Kontrolü, *Namik Kemal Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü*, Tekirdağ, Türkiye, 86.

Bhardwaj, N. ve Kundu, S. C., 2010, Electrospinning: a fascinating fiber fabrication technique, *Biotechnology advances*, 28 (3), 325-347.

Birley, A., 1990, Polymer processing. DH Morton-Jones, Chapman and Hall, London, 1989. pp. xi+ 260, price£ 16.00. ISBN 0-412-26700-4, *British Polymer Journal*, 22 (4), 358-358.

Callister, W. D. ve Rethwisch, D. G., 2000, Fundamentals of materials science and engineering, Wiley London, UK:, p.

Casper, C. L., Stephens, J. S., Tassi, N. G., Chase, D. B. ve Rabolt, J. F., 2004, Controlling surface morphology of electrospun polystyrene fibers: effect of humidity and molecular weight in the electrospinning process, *Macromolecules*, 37 (2), 573-578.

Cazes, J., 2004, Analytical instrumentation handbook, CRC Press, p.

Cengiz Koçum, V. E., Erhan Bişkin, Yılser Güldoğan, http://yunus.hacettepe.edu.tr/~yilser/DPT.htm, Proton Değişim Esaslı Yakıt Hücreleri için Yeni Membran Üretimi ve Prototip Yakıt Hücrelerinde Performanslarının Belirlenmesi, Beytepe/Ankara, http://yunus.hacettepe.edu.tr/~yilser/protondegisim.htm [Ziyaret Tarihi: 7 Ocak 2019].

Chen, W., Zhu, M., Song, S., Sun, B., Chen, Y. ve Adler, H. J. P., 2005, Morphological characterization of PMMA/PAN composite particles in nano to submicro size, *Macromolecular Materials and Engineering*, 290 (7), 669-674.

Chen, X., Li, C., Grätzel, M., Kostecki, R. ve Mao, S. S., 2012, Nanomaterials for renewable energy production and storage, *Chemical Society Reviews*, 41 (23), 7909-7937.

Chinnappan, A., Lee, J. K. Y., Jayathilaka, W. ve Ramakrishna, S., 2018, Fabrication of MWCNT/Cu nanofibers via electrospinning method and analysis of their electrical conductivity by four-probe method, *International Journal of Hydrogen Energy*, 43 (2), 721-729.

Dinç, H., 2013, Polivinil Borat Sentezi ; Elektrospin Yöntemiyle Nanofiber Hazırlanması ve Karakterizasyonu, *Selçuk Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*, Konya, 59.

Dincer, K., Waisi, B., Ozdemir, M. O., Pasaogullari, U. ve McCutcheon, J., 2015, Experimental Investigation of Proton Exchange Membrane Fuel Cells Operated with Nanofiber and Nanofiber/Nanoparticle, *World Academy of Science, Engineering and Technology, International Journal of Electrical, Computer, Energetic, Electronic and Communication Engineering*, 9 (12), 1367-1371.

El-Deen, A. G., Barakat, N. A., Khalil, K. A. ve Kim, H. Y., 2014, Hollow carbon nanofibers as an effective electrode for brackish water desalination using the capacitive deionization process, *New Journal of Chemistry*, 38 (1), 198-205.

Flora, X. H., Ulaganathan, M. ve Rajendran, S., 2012, Influence of lithium salt concentration on PAN-PMMA blend polymer electrolytes, *Int. J. Electrochem. Sci*, 7 (8), 7451-7462.

Güçlü, S., İki Farkli Polimerden Simultane Olarak Elektrospinning Yöntemiyle Nanolif ve Membran Üretimi, *İstanbul Teknik Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü,* İstanbul, Türkiye, 99.

Gülmez, M., 2013, Elektroeğirme (Electrospinning) Makinasi Tasarımı ve Kontrolü, *Marmara Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü*, İstanbul, Türkiye, 78.

Haghi, A., 2011, Electrospinning of nanofibers in textiles, Apple Academic Press, p.

Hong, C. K., Yang, K. S., Oh, S. H., Ahn, J. H., Cho, B. H. ve Nah, C., 2008, Effect of blend composition on the morphology development of electrospun fibres based on PAN/PMMA blends, *Polymer International*, 57 (12), 1357-1362.

Irawati, N., Rahman, H., Ahmad, H. ve Harun, S., 2017, A PMMA microfiber loop resonator based humidity sensor with ZnO nanorods coating, *Measurement*, 99, 128-133.

Jiang, S., Chen, Y., Duan, G., Mei, C., Greiner, A. ve Agarwal, S., 2018, Electrospun nanofiber reinforced composites: a review, *Polymer Chemistry*, 9 (20), 2685-2720.

Jonoobi, M., Harun, J., Mathew, A. P., Hussein, M. Z. B. ve Oksman, K., 2010, Preparation of cellulose nanofibers with hydrophobic surface characteristics, *Cellulose*, 17 (2), 299-307.

Kepekçi, D. B., 2011, Elektroeğirme Yöntemiyle Inp Nanoliflerin Üretimi ve Karakterizasyonu, *Afyon Kocatepe Üniversitesi*, Afyon, Türkiye, 98.

Kim, C., Jeong, Y. I., Ngoc, B. T. N., Yang, K. S., Kojima, M., Kim, Y. A., Endo, M. ve Lee, J. W., 2007, Synthesis and characterization of porous carbon nanofibers with hollow cores through the thermal treatment of electrospun copolymeric nanofiber webs, *Small*, 3 (1), 91-95.

Kim, M.-R., Jin, S.-H., Park, S.-H., Lee, H.-J., Kang, E.-H. ve Lee, J.-K., 2006, Photovoltaic properties and preparations of dye-sensitized solar cells using solid-state polymer electrolytes, *Molecular Crystals and Liquid Crystals*, 444 (1), 233-239.

Kumar, P. S., Sundaramurthy, J., Sundarrajan, S., Babu, V. J., Singh, G., Allakhverdiev, S. I. ve Ramakrishna, S., 2014, Hierarchical electrospun nanofibers for energy harvesting, production and environmental remediation, *Energy & environmental science*, 7 (10), 3192-3222.

Lakshman, L. R., Shalumon, K., Nair, S. V., Jayakumar, R. ve Nair, S., 2010, Preparation of silver nanoparticles incorporated electrospun polyurethane nano-fibrous mat for wound dressing, *Journal of Macromolecular Science, Part A: Pure and Applied Chemistry*, 47 (10), 1012-1018.

Laudenslager, M. J. ve Sigmund, W. M., 2012a, Electrospinning, *Encyclopedia of nanotechnology*, 769-775.

Laudenslager, M. J. ve Sigmund, W. M., 2012b, Electrospinning, In: Encyclopedia of Nanotechnology, Eds: Bhushan, B., *Dordrecht*: Springer Netherlands, p. 769-775.

Li, G., Xie, T., Yang, S., Jin, J. ve Jiang, J., 2012, Microwave absorption enhancement of porous carbon fibers compared with carbon nanofibers, *The Journal of Physical Chemistry C*, 116 (16), 9196-9201.

Li, M., Guo, Y., Wei, Y., MacDiarmid, A. G. ve Lelkes, P. I., 2006, Electrospinning polyaniline-contained gelatin nanofibers for tissue engineering applications, *Biomaterials*, 27 (13), 2705-2715.

Lin, S., Cai, Q., Ji, J., Sui, G., Yu, Y., Yang, X., Ma, Q., Wei, Y. ve Deng, X., 2008, Electrospun nanofiber reinforced and toughened composites through in situ nano-interface formation, *Composites science and technology*, 68 (15-16), 3322-3329.

Long, Y.-Z., Li, M.-M., Gu, C., Wan, M., Duvail, J.-L., Liu, Z. ve Fan, Z., 2011, Recent advances in synthesis, physical properties and applications of conducting polymer nanotubes and nanofibers, *Progress in Polymer Science*, 36 (10), 1415-1442.

Medeiros, E. S., Glenn, G. M., Klamczynski, A. P., Orts, W. J. ve Mattoso, L. H., 2009, Solution blow spinning: A new method to produce micro-and nanofibers from polymer solutions, *Journal of applied polymer science*, 113 (4), 2322-2330.

Mpukuta, O. M., 2018, Investigation of electrical conductivity of nanofibers (PAN) containing nanoparticles (graphene, copper, silica) produced by electrospinning method, *Selçuk Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*.

Nam, S. H., Shim, H.-S., Kim, Y.-S., Dar, M. A., Kim, J. G. ve Kim, W. B., 2010, Ag or Au nanoparticle-embedded one-dimensional composite TiO_2 nanofibers prepared via electrospinning for use in lithium-ion batteries, *ACS applied materials & interfaces*, 2 (7), 2046-2052.

Oliveira, J. E., Moraes, E. A., Costa, R. G., Afonso, A. S., Mattoso, L. H., Orts, W. J. ve Medeiros, E. S., 2011, Nano and submicrometric fibers of poly (D, L-lactide) obtained by solution blow spinning: Process and solution variables, *Journal of applied polymer science*, 122 (5), 3396-3405.

Özdoğan, E., Demir, A. ve Seventekin, N., 2006, Nanoteknolojİ Ve Tekstİl Uygulamalari, *Tekstil ve Konfeksiyon*, 16 (3), 159-168.

Özkoç, Ü., 2010, Experimental Investigation of Optimal Spinning Parameters for Nanofibers, *University of Gaziantep, Graduate School of Natural & Applied Sciences* Gaziantep, 132.

Parveen, A., 2018, Effect of Electrospun Nanofibers on Growth Behavior of Fungal Cells, *North Carolina A&T State University*.

Piperno, S., Lozzi, L., Rastelli, R., Passacantando, M. ve Santucci, S., 2006, PMMA nanofibers production by electrospinning, *Applied Surface Science*, 252 (15), 5583-5586.

Ponomarev, I. I., Skupov, K. M., Naumkin, A. V., Basu, V. G., Zhigalina, O. M., Razorenov, D. Y., Ponomarev, I. I. ve Volkova, Y. A., 2019, Probing of complex carbon nanofiber paper as gas-diffusion electrode for high temperature polymer electrolyte membrane fuel cell, *Rsc Advances*, 9 (1), 257-267.

Pshchelko, N. S., Vodkaylo, E. G. ve Pastukhov, A. I., 2017, Technological features of silicon dioxide electret manufacture, *Young Researchers in Electrical and Electronic Engineering (EIConRus), 2017 IEEE Conference of Russian*, 1189-1190.

Ra, E. J., An, K. H., Kim, K. K., Jeong, S. Y. ve Lee, Y. H., 2005, Anisotropic electrical conductivity of MWCNT/PAN nanofiber paper, *Chemical Physics Letters*, 413 (1-3), 188-193.

Rajalakshmi, N., Ryu, H., Shaijumon, M. ve Ramaprabhu, S., 2005, Performance of polymer electrolyte membrane fuel cells with carbon nanotubes as oxygen reduction catalyst support material, *Journal of Power Sources*, 140 (2), 250-257.

Rath, G., Hussain, T., Chauhan, G., Garg, T. ve Goyal, A. K., 2016, Collagen nanofiber containing silver nanoparticles for improved wound-healing applications, *Journal of drug targeting*, 24 (6), 520-529.

Şahintürk, Y. S., 2010, Poliakrilonitril Bazlı Nanoelyafların Elektroeğirme Yöntemi ile Üretimi ve Karakterizasyonu, *Hacettepe Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Kimya Anabilim Dalı*, Ankara, Türkiye, 57.

Selda, Ö., Çiftci, Ş., Fethiye, G., Aksoy, K. ve Aksoy, S. A., 2015, Nanokil Katkılı PAN Nanolif Sentezi ve Karakterizasyonu, *Please visit the current website: http://dergipark. gov. tr/sdufeffd*, 10 (1).

Shao, Z., Song, Y. Ve Xu, L., 2018, Formation Mechanism Of Highly Aligned Nanofibers By A Modified Bubble Electrospinning, *Thermal Science*, 22 (1).

Singh, R., Singh, M., Bhartiya, S., Singh, A., Kohli, D., Ghosh, P. C., Meenakshi, S. ve Gupta, P., 2017, Facile synthesis of highly conducting and mesoporous carbon aerogel as platinum support for PEM fuel cells, *International Journal of Hydrogen Energy*, 42 (16), 11110-11117.

Song, B. ve Xu, Q., 2016, Highly hydrophobic and superoleophilic nanofibrous mats with controllable pore sizes for efficient oil/water separation, *Langmuir*, 32 (39), 9960-9966.

Song, J., Chen, M., Olesen, M. B., Wang, C., Havelund, R., Li, Q., Xie, E., Yang, R., Bøggild, P. ve Wang, C., 2011, Direct electrospinning of Ag/polyvinylpyrrolidone nanocables, *Nanoscale*, 3 (12), 4966-4971.

Srinivasan, G. ve Reneker, D. H., 1995, Structure and morphology of small diameter electrospun aramid fibers, *Polymer international*, 36 (2), 195-201.

Sun, M., Li, X., Ding, B., Yu, J. ve Sun, G., 2010a, Mechanical and wettable behavior of polyacrylonitrile reinforced fibrous polystyrene mats, *Journal of colloid and interface science*, 347 (1), 147-152.

Sun, W., Cai, Q., Li, P., Deng, X., Wei, Y., Xu, M. ve Yang, X., 2010b, Post-draw PAN–PMMA nanofiber reinforced and toughened Bis-GMA dental restorative composite, *dental materials*, 26 (9), 873-880.

Süslü, A., 2009, Elektro-Eğirme Yöntemi ile Nanofiber ve Nanotüp Üretimi, *Dokuz Eylül Üniveristesi*, İzmir, 83.

Trefilov, A. M., Tiliakos, A., Serban, E. C., Ceaus, C., Iordache, S. M., Voinea, S. ve Balan, A., 2017, Carbon xerogel as gas diffusion layer in PEM fuel cells, *International Journal of Hydrogen Energy*, 42 (15), 10448-10454.

Uyar, T., Balan, A., Toppare, L. ve Besenbacher, F., 2009, Electrospinning of cyclodextrin functionalized poly (methyl methacrylate)(PMMA) nanofibers, *Polymer*, 50 (2), 475-480.

Wei, M., Jiang, M., Liu, X., Wang, M. ve Mu, S., 2016, Graphene-doped electrospun nanofiber membrane electrodes and proton exchange membrane fuel cell performance, *Journal of Power Sources*, 327, 384-393.

Xie, Z., Chen, G., Yu, X., Hou, M., Shao, Z., Hong, S. ve Mu, C., 2015, Carbon nanotubes grown in situ on carbon paper as a microporous layer for proton exchange membrane fuel cells, *International Journal of Hydrogen Energy*, 40 (29), 8958-8965.

Yalçinkaya, B., 2008, İğneli ve İğnesiz Elektro Lif Çekim Yöntemleri ile Nano Lif Üretiminde Taylor Koni Yapisi ve Fiskiye Ömrünün Analizi, *Süleyman Demirel Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*, Isparta, Türkiye, 142.

Yang, Y., Li, W., Yu, D.-G., Wang, G., Williams, G. R. ve Zhang, Z., 2019, Tunable drug release from nanofibers coated with blank cellulose acetate layers

fabricated using tri-axial electrospinning, *Carbohydrate Polymers*, 203, 228-237.

Yanilmaz, M. ve Zhang, X., 2015, Polymethylmethacrylate/polyacrylonitrile membranes via centrifugal spinning as separator in Li-ion batteries, *Polymers*, 7 (4), 629-643.

Yoshitake, T., Shimakawa, Y., Kuroshima, S., Kimura, H., Ichihashi, T., Kubo, Y., Kasuya, D., Takahashi, K., Kokai, F. ve Yudasaka, M., 2002, Preparation of fine platinum catalyst supported on single-wall carbon nanohorns for fuel cell application, *Physica B: Condensed Matter*, 323 (1-4), 124-126.

Yu, X., 2013, Optical transparent PMMA composite reinforced by coaxial electrospun PAN hollow nanofibers, *Citeseer*.

Zain-ul-Abdein, M., Azeem, S. ve Shah, S. M., 2012, Computational investigation of factors affecting thermal conductivity in a particulate filled composite using finite element method, *International Journal of Engineering Science*, 56, 86-98.

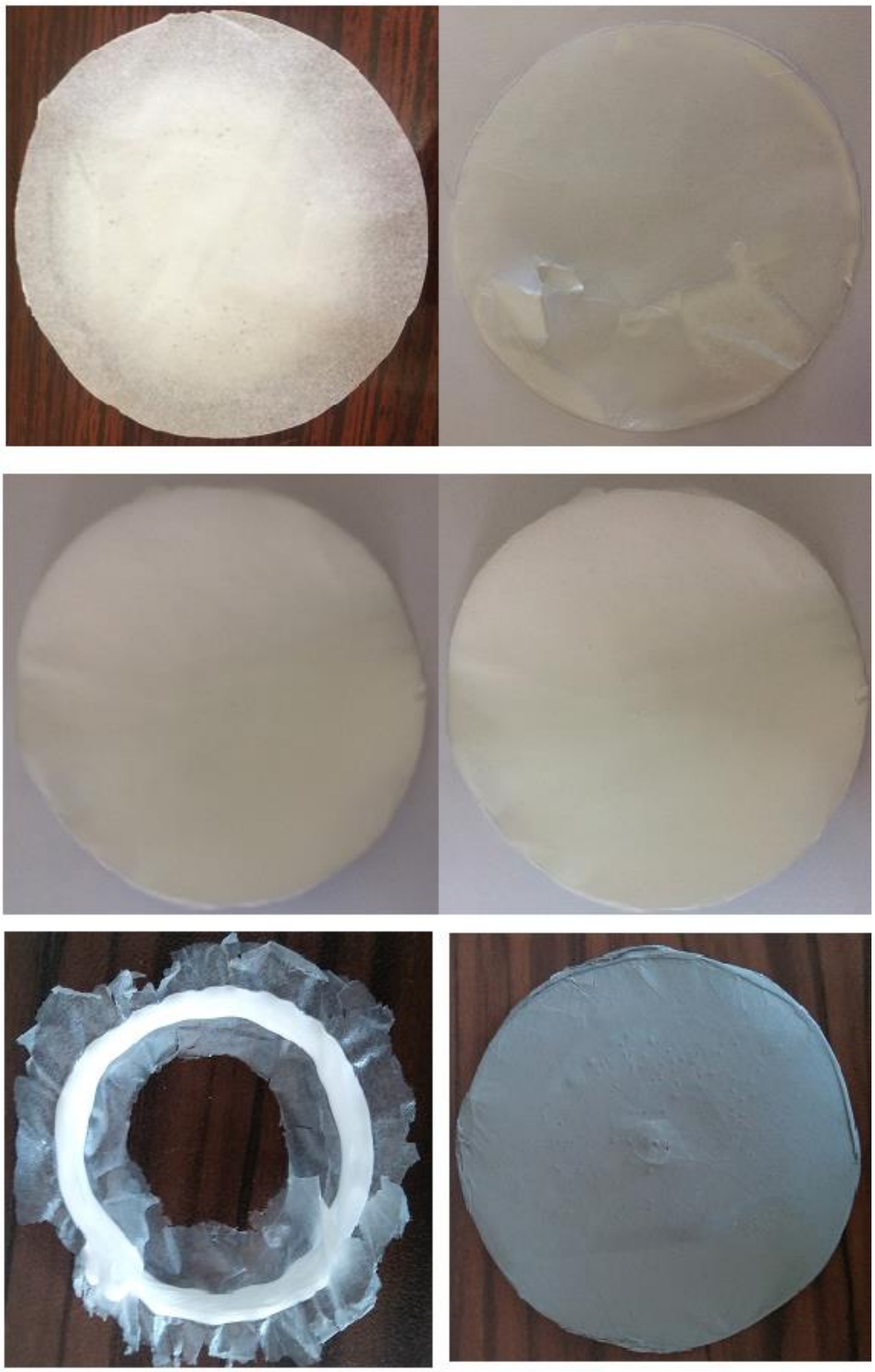
Zamani, P., Higgins, D., Hassan, F., Jiang, G., Wu, J., Abureden, S. ve Chen, Z., 2014, Electrospun iron–polyaniline–polyacrylonitrile derived nanofibers as non–precious oxygen reduction reaction catalysts for PEM fuel cells, *Electrochimica Acta*, 139, 111-116.

EKLER

Ek-1. Çizelge 4.2 (PAN+PMMA kompozit nanofiberlerin üretim parametreleri)'yi oluşturmak için yapılan test deneylerinin görüntüleri

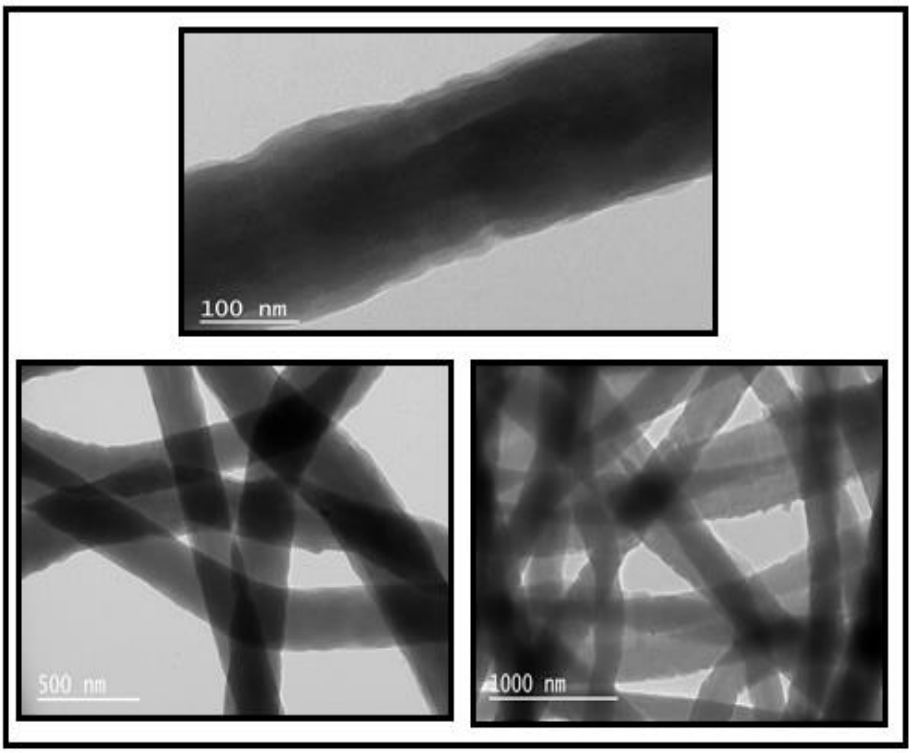




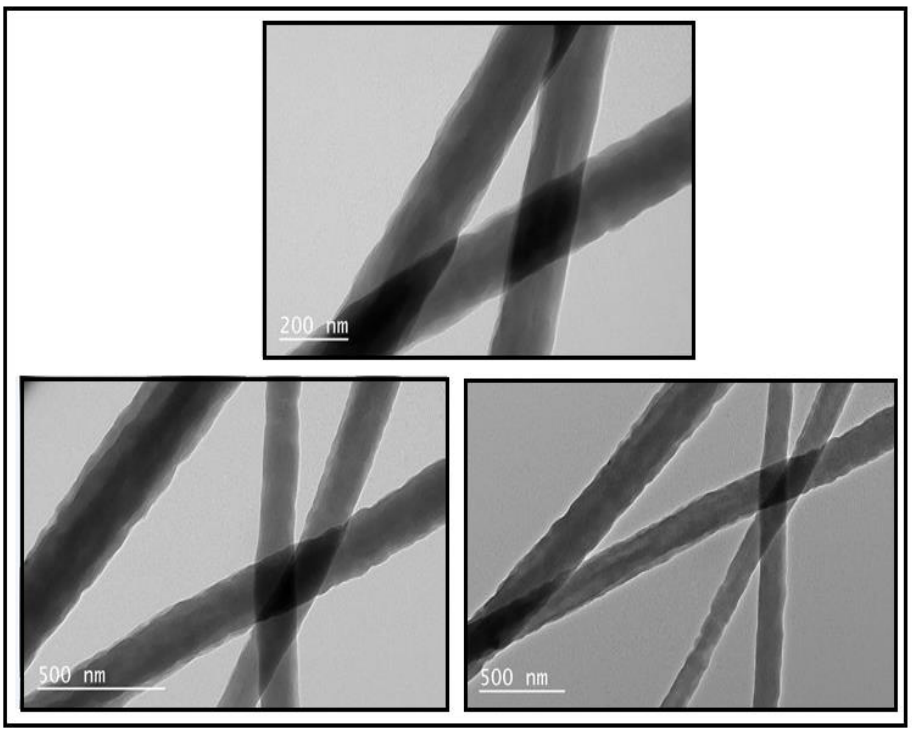


EK-2 TEM GÖRÜNTÜLERİ

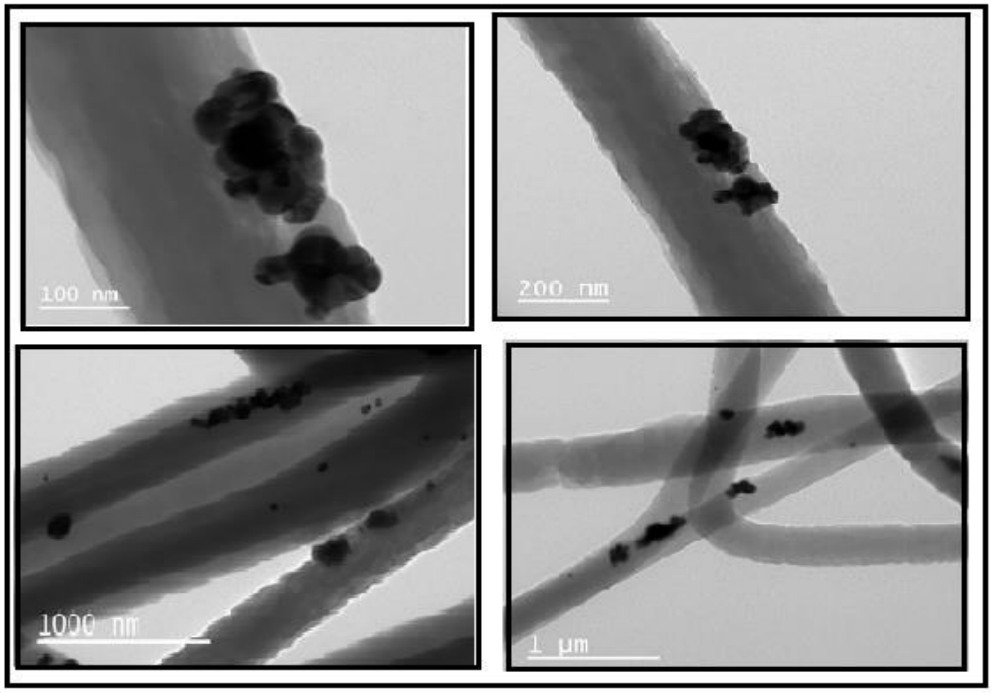
Ek-2.1.Homojen yapıdaki PAN+PMMA kompozit nanofiberlerin TEM görüntüleri (Ag nanopartikül için)



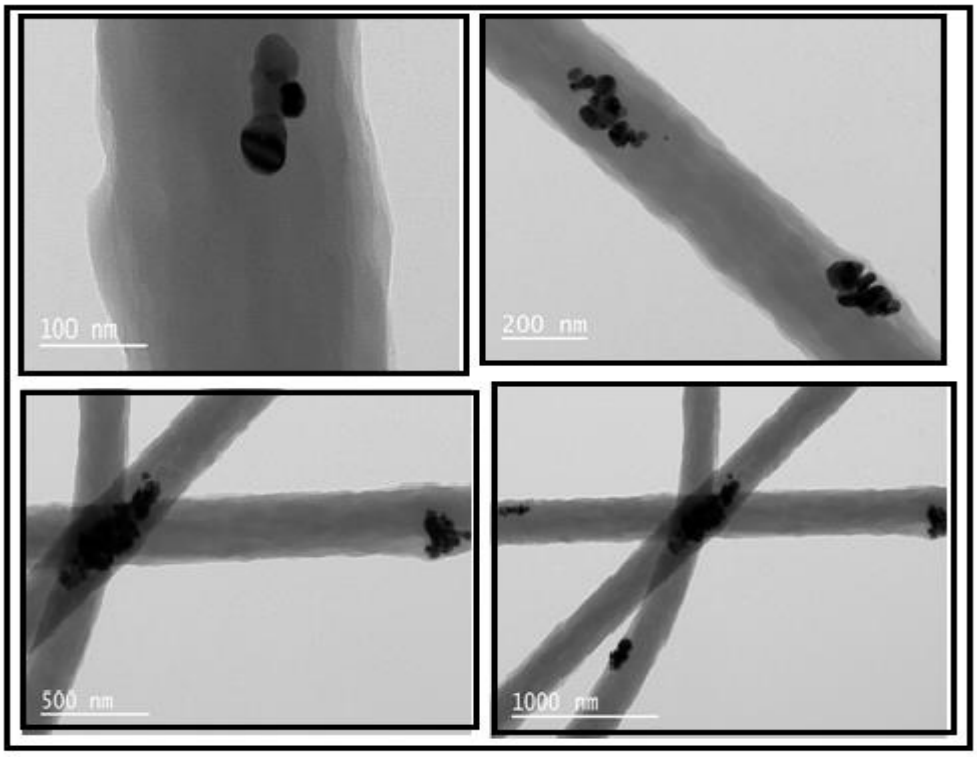
Ek-2.2..Homojen yapıdaki PAN+PMMA kompozit nanofiberlerin TEM görüntüleri (Ag nanotel için)



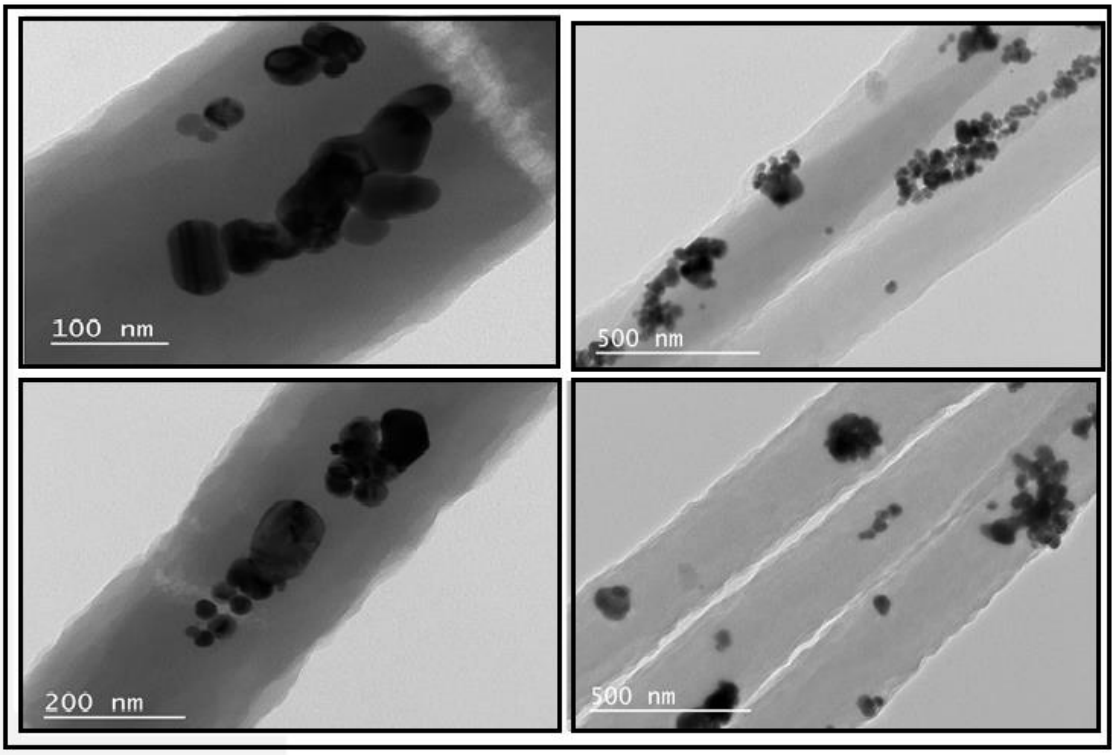
Ek-2.3. % 1 Ag nanopartikül katkılı PAN+PMMA kompozit nanofiberlerin TEM görüntüleri



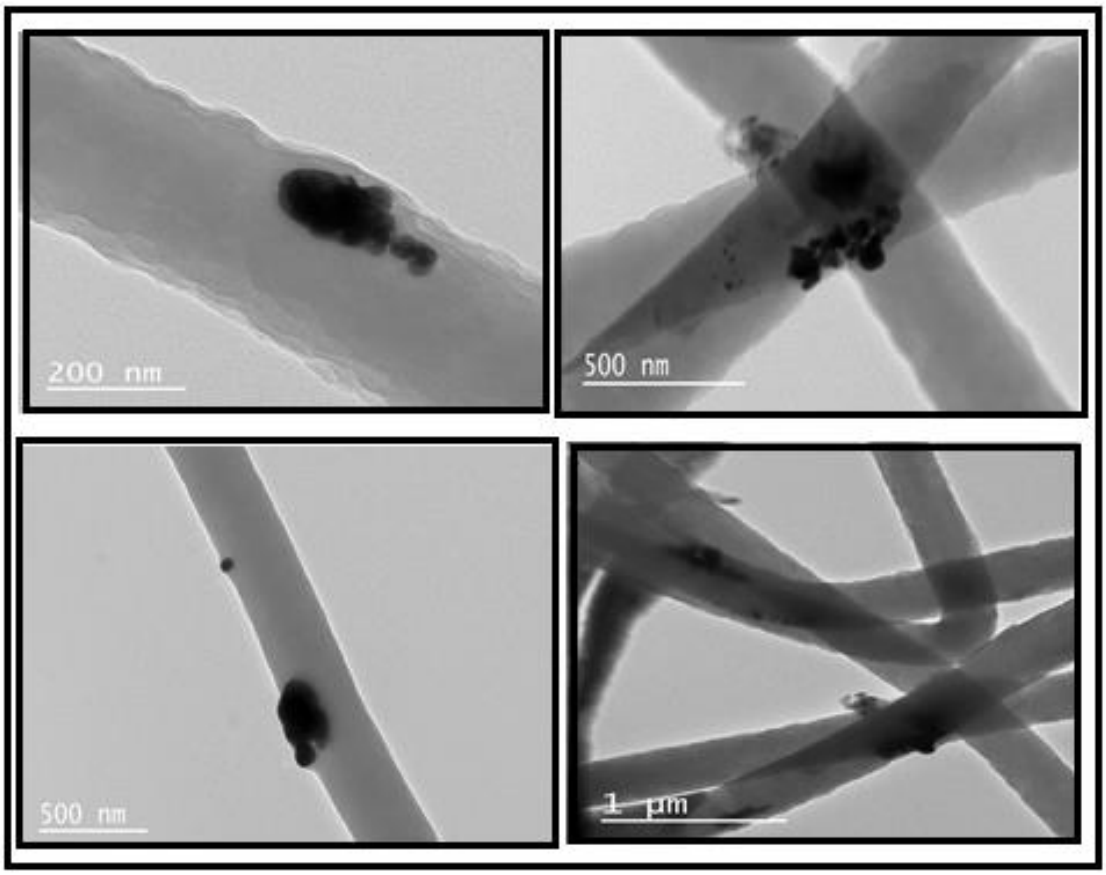
Ek-2.4. % 3 Ag nanopartikül katkılı PAN+PMMA kompozit nanofiberlerin TEM görüntüleri



Ek-2.5. % 5 Ag nanopartikül katkılı PAN+PMMA kompozit nanofiberlerin TEM görüntüleri



Ek-2.6. Ag nanotel katkılı PAN+PMMA kompozit nanofiberlerin TEM görüntüleri



ÖZGEÇMİŞ

KİŞİSEL BİLGİLER

Adı Soyadı	**:**	Mustafa Hussein Bahaulddın BAHAULDDIN
Uyruğu	**:**	Irak
Doğum Yeri ve tarihi	**:**	Irak/ Kerkük, 11/10/1990
Telefon	**:**	05366515559
Faks	**:**	
e-mail	**:**	mustafa_ozturk_2012@yahoo.com

EĞİTİM

Derece		**Adı, İlçe, İl**	**Bitirme Yılı**
Lise	**:**	Kerkük Merkez Lisesi	2009
Üniversite	**:**	Kerkük Teknik Üniversitesi	2013
Yüksek Lisans	**:**	Selçuk Üniversitesi, Makine Mühendisliği bölümü	
Doktora	**:**	**-**	

İŞ DENEYİMLERİ

Yıl :	**Kurum:**	**Görevi:**
2014	Türkmen Sanatçılar Birliği	Ses Mühendisi

UZMANLIK ALANI:

Hidrofobik/hidrofilik teknolojileri

Nano parçaçıklı/ nanofiberlerin elektriksel iletkenlik performansının incelenmesi

Makine Mühendisi ve Ses Mühendisi

YABANCI DİLLER: İngilizce, Arapça.

BELİRTMEK İSTEĞİNİZ DİĞER ÖZELLİKLER: MS word, MS Excel, MS Power Point, Sigmaa Plot, Origin pro8, AutoCad, Visual Basic, Sonar X3, Adobe Premire, Adobe Audition, Adobe Photoshop, SolidWorks, Piyanist ve Gitarist.

YAYINLAR

Investigation of Electrical Conductivity and Hydrophobic/Hydrophilic Interaction of PAN + PMMA Composite Nanofibers With Ag Nanowire Produced By Electrospinning Method, “International Scientific Journal Machines. Technologies. Materials”, Kevser Dincer, Mustafa Bahaulddin.