

**PAMUKKALE ÜNİVERSİTESİ FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ**

**HAVA FİLTRASYONU İÇİN NANOLİF ÜRETİMİ**

**YÜKSEK LİSANS TEZİ**

**Ayşegül ÜSTÜN**

**Anabilim Dalı: Tekstil Mühendisliği**

**Programı: Tekstil Mühendisliği**

**Tez Danışmanı: Yrd. Doç.Dr. Yüksel İKİZ**

Ocak 2011

## YÜKSEK LİSANS TEZİ ONAY FORMU

Pamukkale Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü 081221009 nolu öğrencisi Ayşegül ÜSTÜN tarafından hazırlanan “HAVA FİLTASYONU İÇİN NANOLİF ÜRETİMİ” başlıklı tez tarafımızdan okunmuş, kapsamı ve niteliği açısından bir yüksek lisans tezi olarak kabul edilmiştir.

Tez Danışmanı : Yrd. Doç. Dr. Yüksel İKİZ (PAÜ)

(Jüri Başkanı)

Jüri Üyesi : Yrd. Doç. Dr. Sema PALAMUTÇU (PAÜ)

Jüri Üyesi : Prof. Dr. Fikri ŞENOL (UÜ)

Pamukkale Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü.Yönetim Kurulu'nun 02.02.2011 tarih ve 05/11 sayılı kararıyla onaylanmıştır.

  
Fen Bilimleri Enstitüsü Müdürü  
Prof. Dr. Halil KARAHAN

Bu tezin tasarımı, hazırlanması, yürütülmesi, arařtırmalarının yapılması ve bulgularının analizlerinde bilimsel etięe ve akademik kurallara özenle riayet edildiđini; bu alıřmanın dođrudan birincil ürünü olmayan bulguların, verilerin ve materyallerin bilimsel etięe uygun olarak kaynak gösterildiđini ve alıntı yapılan alıřmalara atfedildiđini beyan ederim.

İmza



Öđrenci Adı Soyadı : Ayřegül ÜSTÜN

## ÖNSÖZ

Son yıllarda oldukça hızlı bir gelişme gösteren disiplinlerin arasında olan nanoteknoloji tekstil sektörü açısından da önemli hale gelmiştir. Bu çalışmada, nanoboyutta lifler elde edilerek bu liflerin filtrasyon amaçlı kullanımı üzerinde durulmuştur. Bu amaçla iki farklı elektrolif çekim sistemi tasarlanmıştır. Daha sonra elektrolif çekim sistemini etkileyen parametreler ile bu sayede elde edilen dokusuz yüzeylerin filtrasyon üzerindeki etkisi incelenmiştir. Bu çalışmanın gerçekleşmesinde katkıda bulunan, her zaman beni destekleyip yeni fikir ve bilgilerle ufkumun açılmasını sağlayan tez danışmanım Yrd. Doç. Dr. Yüksel İKİZ hocama çok teşekkür ederim. SEM görüntüleri için Bilkent Üniversitesi-UNAM (Ulusal Nanoteknoloji Merkezi)'a, filtrasyon testleri için Mikropor A.Ş. ve Egenisan'a, marangoz Gürbüz SARAÇ ve mekanik ustası Mehmet GEVREK'e teşekkürü bir borç bilirim. Ayrıca tez süresince ilgi, sevgi ve desteklerini üzerimden hiç eksik etmeyen aileme tüm kalbimle teşekkür ediyorum.

Ocak 2011

Ayşegül ÜSTÜN  
(Tekstil Mühendisi)

## İÇİNDEKİLER

	<u>Sayfa</u>
<b>ÖZET</b> .....	<b>x</b>
<b>SUMMARY</b> .....	<b>xi</b>
<b>1. GİRİŞ</b> .....	<b>1</b>
1.1. Giriş .....	1
<b>2. LİTERATÜR ARAŞTIRMASI</b> .....	<b>4</b>
2.1 Literatür Araştırması .....	4
2.2 Elektrospinning Teorisi .....	6
2.3 Elektrolif Çekim Yöntemi .....	7
2.3.1. Elektrolif çekim sisteminin aşamaları .....	9
2.3.1.1. Damlacık oluşumu .....	10
2.3.1.2. Taylor konisi oluşumu .....	10
2.3.1.3. Elektro çekim jetinin oluşumu .....	11
2.3.1.4. Kararlı bölgede jetin uzaması .....	12
2.3.1.5. Kararsız bölgenin oluşması (Whipping kararsızlığı) .....	13
2.3.1.6. Lif formunda katılaşma .....	14
2.4. Elektrolif Çekim Prosesine Etki Eden Parametreler .....	14
2.4.1. Çözelti parametreleri .....	15
2.4.1.1. Polimer yapısı .....	15
2.4.1.2. Moleküler ağırlık .....	16
2.4.1.3. Viskozite .....	17
2.4.1.4. Konsantrasyon .....	18
2.4.1.5. Yüzey gerilimi .....	19
2.4.1.6. Çözelti iletkenliği .....	20
2.4.1.7. Çözgenin dielektrik etkisi .....	21
2.4.1.8. Ph .....	22
2.4.2. Proses parametreleri .....	22
2.4.2.1. Voltaj .....	22
2.4.2.2. Besleme hızı .....	24
2.4.2.3. Toplayıcı tipi .....	25
2.4.2.4. Toplayıcı – iğne arası mesafe .....	25
2.4.2.5. Pipet/iğne çapı .....	26
2.4.2.6. Çözeltinin Sıcaklığı .....	27
2.4.3. Ortam parametreleri .....	27
2.4.3.1. Nem .....	28
2.4.3.2. Atmosfer tipi .....	28
2.4.3.3. Basınç .....	28
2.4.3.4. Ortam sıcaklığı .....	29
2.5. Filtrasyon .....	29
2.6. Elektrolif Çekim Yöntemiyle Üretilen Nanoliflerin Filtrasyon Uygulamaları .....	36

<b>3. MATERYAL VE YÖNTEM.....</b>	<b>38</b>
3.1. Materyal.....	38
3.2. Yöntem.....	40
3.2.1. Yukarıdan aşağıya elektrolif çekim düzeneği .....	40
3.2.2. Aşağıdan yukarıya elektrolif çekim sistemi.....	43
3.2.3. Filtrasyon verimliliğini ölçmek için test yöntemi .....	45
3.3. Karakterizasyon.....	46
<b>4. DENEYSEL BULGULAR VE TARTIŞMA .....</b>	<b>47</b>
4.1. Polimer Çözeltilerinin Özellikleri.....	47
4.2. Yukarıdan Aşağıya Elektrolif Çekim Düzeneği İle Elde Edilen PVA Liflerinin SEM Görüntülerinin Analizi .....	47
4.3. Aşağıdan Yukarıya Elektrolif Çekim Düzeneği İle Elde Edilen PVA Liflerinin SEM Görüntülerinin Analizi.....	49
4.4. Yukarıdan Aşağıya Elektrolif Çekim Düzeneği İle Elde Edilen PAN Liflerinin SEM Görüntülerinin Analizi.....	50
4.5. Aşağıdan Yukarıya Elektrolif Çekim Düzeneği İle Elde Edilen PAN Liflerinin Görüntülerinin Analizi.....	51
4.6. Filtrasyon Testleri.....	51
4.6.1. Sabit basınç düşmesi altında filtrasyon özellikleri .....	53
4.6.2. Sabit hava geçiş hızında filtrasyon özellikleri .....	56
<b>5. SONUÇLAR VE ÖNERİLER .....</b>	<b>59</b>
<b>KAYNAKLAR .....</b>	<b>61</b>
<b>EKLER .....</b>	<b>64</b>

## TABLO LİSTESİ

### Tablolar

2.1 : EN 779 standartları .....	35
2.2 : EN 1822 standartları.....	36
2.3 : Nano, spunbond ve meltblown liflerinin lif çapı ve birim ağırlıktaki yüzey alanları .....	37
4.1 : Polimer çözeltilerinin viskozite değerleri.....	46
4.2 : Yukarıdan aşağıya elektrolif çekim düzeneği ile elde edilen PVA liflerinin SEM görüntüleri çap ölçümleri.....	48
4.3 : Aşağıdan yukarıya elektrolif çekim düzeneği ile elde edilen PVA liflerinin SEM görüntüleri çap ölçümleri.....	49
4.4 : Yukarıdan aşağıya elektrolif çekim düzeneği ile elde edilen PAN liflerinin değişik konsantrasyon, mesafe ve voltaj değerlerinde elde edilen SEM görüntüleri çap ölçümleri .....	51
4.5 : Aşağıdan yukarıya elektrolif çekim düzeneği ile elde edilen PAN liflerinin SEM görüntüleri çap ölçümleri .....	52
4.6 : PVA nanolifleri ile hazırlanan filtrasyon malzemelerinin yapısı, gramajı filtrasyon malzemelerinden hava geçiş hızı ve basınç düşmesi değerleri .....	54
4.7 : PVA nanolifleri ile hazırlanan filtrasyon malzemelerinin verimlilikleri .....	55
4.8 : Standart filtrasyon malzemesi gramajları, malzemedeki hava geçiş hızı ve basınç düşmesi değerleri .....	56
4.9 : Standart filtrasyon malzemelerinin verimlilikleri .....	57
4.10 : PVA nanolifleri ile hazırlanan filtrasyon malzemelerinin yapısı, gramajı, filtrasyon malzemelerinden hava geçiş hızı ve basınç düşmesi değerleri .....	58
4.11 : PVA nanolifleri ile hazırlanan filtrasyon malzemelerinin verimlilikleri .....	58

## ŞEKİL LİSTESİ

### Şekiller

1.1 : Lif çapının yüzey alanına etkisi.....	2
1.2 : Elektrospinning yöntemine ait yayınların gelişimi.....	2
2.1 : İç ve dış kuvvetler arasındaki dengenin şematik gösterimi.....	7
2.2 : Elektrolif çekim sistemi düzeneği .....	9
2.3 : Taylor konisi.....	11
2.4 : Taylor koni oluşumu ve sonuç olarak izleyen iyon fişkırmaları.....	12
2.5 : a)25 fps'deki Whipping olayının fotoğrafı b) 4000 fps'deki Whipping olayının fotoğrafı .....	13
2.6 : Elektro çekim prosesine etki eden parametrelerin sınıflandırılması.....	15
2.7 : Elektro üretim metoduyla elde edilmiş farklı lif morfolojileri (a) silindirik şekilli (sıralı değil) (b) silindirik şekilli (sıralı) (c) boncuklu yapı (d) buruşuk yapı (e) sünger şeklinde (f) şerit şeklinde .....	16
2.8 : Moleküler ağırlığın elektrospun PLLA lifleri üzerindeki etkileri.....	17
2.9 : Viskozite-boncuklu yapı ilişkisi.....	18
2.10 : Eğrilme uzaklığı 20 cm (a-c) ve 12.5 cm (d-f) olan farklı konsantrasyonlar için (a ve d) 20 wt % (b ve e) 25 wt % (c ve f) 30 wt % SEM görüntüleri .....	19
2.11 : (A) Yüksek viskozitede çözücü moleküllerinin, karmaşık polimer molekülleri üzerine dağılımı; (B) Düşük viskozitede çözücü moleküllerinin, yüzey geriliminin etkisi ile bir araya toplanma eğilimi...20	
2.12 : Farklı konsantrasyon ve eklenen tuz miktarlarıyla oluşan çözeltilerin iletkenliklerinin kıyaslanması.....	21
2.13 : Elektrolif çekim sisteminde voltaj-akım ilişkisi.....	23
2.14 : Artan voltaj ile lif morfolojisindeki boncuklu yapılanmanın değişimi.....	24
2.15 : İki farklı toplayıcı-iğne arası mesafeden elde edilmiş Nylon 6,6 liflerinin görüntüleri (a) 2 cm toplayıcı-iğne arası mesafe (b) 0.5 cm toplayıcı-iğne arası mesafe.....	26
2.16 : İğne iç çapının lif çapına olan etkisi.....	27



<b>2.17</b> : Bağıl nemdeki değişime bağlı olarak değişen lif morfolojilerinin SEM görüntüleri : %7 polimer konsantrasyonunda, bağıl nem oranları (a) 10 % (b) 30 % (c) 50 % ve (d) 70 %.....	28
<b>2.18</b> : Partikül boyutuna göre filtrasyon mekanizmaları .....	30
<b>2.19</b> : Filtrelerin tozları yakalama mekanizmaları .....	31
<b>2.20</b> : Filtrasyon mekanizmasının tanecik çapına göre verim etkisi .....	32
<b>2.21</b> : Nanolifler üzerinde kayan akışın meydana gelişi.....	34
<b>2.22</b> : Spunbond polyester dokusuz yüzey üzerine yerleştirilmiş nanoliflerden oluşan filtre .....	37
<b>3.1</b> : Farklı konsantrasyonlarda elde edilen ;PAN ve PVA çözelti karışımları.....	38
<b>3.2</b> : Inovenso firmasından satın alınan PU, PA ve PVA çözelti karışımları.....	39
<b>3.3</b> : Vibro Viscometer SV-10.....	39
<b>3.4</b> : Matsusada AU-40-0,75 A modeli yüksek voltaj güç kaynağı.....	40
<b>3.5</b> : Tekli elektrolif çekim sistemi.....	41
<b>3.6</b> : Pipetlere çapraz konumda toplayıcı çoklu düzenek .....	42
<b>3.7</b> : Viskozite uygunluğunu saptamak için hazırlanan basit düzenek.....	43
<b>3.8</b> : SEM için hazırlanan PVA ve PAN nanolif örnekleri.....	44
<b>3.9</b> : Filtrasyon örnekleri hazırlamak için tasarlanan nanolif yüzey elde etme Sistemi.....	44
<b>3.10</b> : 15x20 cm boyutlarında filtrelerin test metodu.....	46
<b>3.11</b> : SEM-FEI Quanta 200FEG.....	46
<b>4.1</b> : Farklı konsantrasyonlardaki PVA nanoliflerinin 20 kV ve 10 cm mesafedeki ortalama çapları .....	48
<b>4.2</b> : 20 g/m <sup>2</sup> ağırlıkta PP meltbolwn yüzey SEM görüntüleri.....	53
<b>4.3</b> : PVA nanolifleri ile hazırlanan filtrasyon malzemelerinin yüzey SEM görüntüleri .....	55
<b>4.4</b> : Standart filtrasyon malzemelerinin verimlilikleri.....	57
<b>4.5</b> : PVA nanolifleri ile hazırlanan filtrasyon malzemelerinin verimlilik grafikleri .....	58

## ÖZET

### HAVA FİLTRASYONU İÇİN NANOLİF ÜRETİMİ

ÜSTÜN, Ayşegül

Yüksek Lisans Tezi, Tekstil Mühendisliği ABD

Tez Yöneticisi: Yrd. Doç. Dr. Yüksel İKİZ

Ocak 2011

Elektrolif çekimi iyi bilinen fakat son zamanlarda yaygınlaşan bir yöntemdir. Bu çalışmanın amacı, nanoliflerden oluşturulmuş dokusuz yüzeylerin yüksek yüzey alanı/hacim özelliğinden faydalanılarak aerosol filtrelerinde ve yüz maskeleri gibi filtrasyonun gerekli olduğu uygulamalarda kullanılmasını sağlamaktır. Maske kullanımı ile solunum sistemi yoluyla saçılan enfeksiyon kaynağını oluşturan damlacıkların, bakteri ve virüslerin kullanan kişi tarafından etrafa saçılmasını engellenir. Yapılan deneysel çalışmalarda, elektrolif çekim işleminin farklı yönleri incelenmiş ve bu prosesi etkileyen parametrelerin üzerinde çalışılmıştır. Farklı iki elektrolif çekim düzeneği tasarlanarak farklı polimer ile lif morfolojisi ve sistem incelenmiştir. PAN ve PVA polimerlerinden farklı konsantrasyon ve viskozitelerde çözeltiler hazırlanmıştır. Bu çözeltilerden elektrolif çekim yöntemi ile üretilen nanolifli yüzeylerin SEM mikroskobu ile görüntüleri alınmıştır. İşlem değişkenleri olarak viskozite, voltaj değeri, toplayıcı ile besleme ünitesi arasındaki mesafenin etkileri incelenmiştir. Nanoliflerden farklı ağırlıkta dokusuz yüzeyler oluşturularak bu yüzeylerin filtrasyon verimlilikleri ölçülmüştür. Filtrelemede nanolif kullanılmasındaki amaç ince lif ve ince ağ yapısı ile ince partikül filtrasyonu sağlamaktır. İnce lif yapısı ve düzgün dağılımlı yüzeyler ile U15 standart filtrelerden daha etkin filtreleme gerçekleştirilmiştir.

**Anahtar kelimeler:** Elektro çekim yöntemi, Nanolif, Polimer, Filtrasyon

## SUMMARY

### ELECTROSPINNING FOR AIR FILTRATION

ÜSTÜN, Ayşegül

M. Sc. Thesis in Textile Engineering

Supervisor: Assist. Assoc. Dr. Yüksel İKİZ

January 2011

Electrospinning is well-known method, however it is considered relatively new to production of nanofibers. Using nanofiber nonwovens formed surfaces of high surface area/volume characteristics in filtration applications such face masks and aerosol filters is the purpose of this study. Droplets, bacteria and viruses are prevented from scattering around. In the experimental studies examined different aspects of electrospinning process and the parameters affecting this process. Basic electrospinning process and its fundamental aspects were discussed in this work, also process parameters of electrospinning were studied. Two different electrospinning processes were designed, fiber morphology and system were discussed. In the experimental studies, PAN and PVA solutions in different concentrations and viscosities were prepared. SEM images of electrospinned nanofibers were taken. Effect of some process parameters such as viscosity, voltage, the variations in collector and feeding units were observed. Results showed that, increasing viscosity and decreasing feeding unit to collector distance caused thicker nanofiber diameters. Besides, increasing voltage and decreasing feeding unit to collector distance had impact on fiber uniformity causing higher deviations. Different weight nonwoven surfaces were produced and their filtration efficiencies were measured. The purpose of using nanofibers in filtration applications is to provide fine-particle filtration with fine fibers and fine nanofiber webs. By production of thinner fiber diameters and better surfaces, filtration efficiency of nanofiber nonwovens showed better performance than standart U15 filters.

**Keyword:** Electrospinning, Nanofiber, Polymer, Filtration

# BÖLÜM I

## GİRİŞ

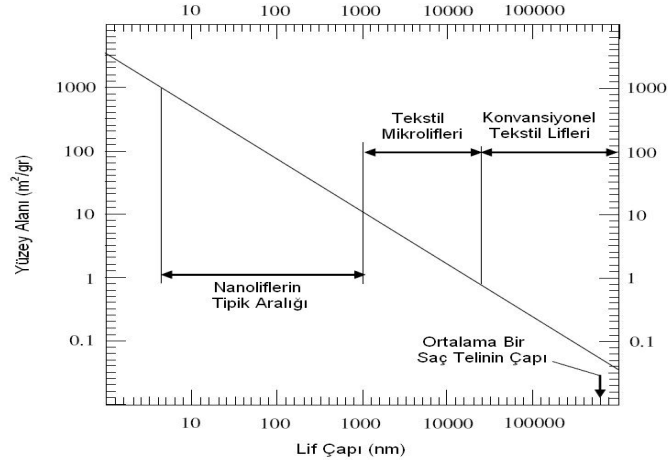
### 1.1. Giriş

Nanoteknoloji ve nanoteknoloji ile yapılan çalışmalar, tekstil sektörü de dahil olmak üzere birçok disiplini içine almaktadır. Günümüzde, nanolif üretimi gibi birçok teknoloji uygulaması bu konuda yapılan araştırmalar arasında yer almaktadır. Bu sayede lifler nano boyutlara indirgenerek elde edilecek üründe istenilen özellikler etkili ve kalıcı olarak değiştirilebilmektedir.

Eriyikten üretim, jelden üretim, yaş ve kuru üretim gibi metotlar geliştirilen lif çekim teknolojileri sayesinde lifte istenilen boyutlar yapılan mekanik ve kimyasal işlemler ile sağlanabilmektedir. Tekstil liflerinin boyutsal özellikleri üretimi olumlu veya olumsuz anlamda etkilemektedir.

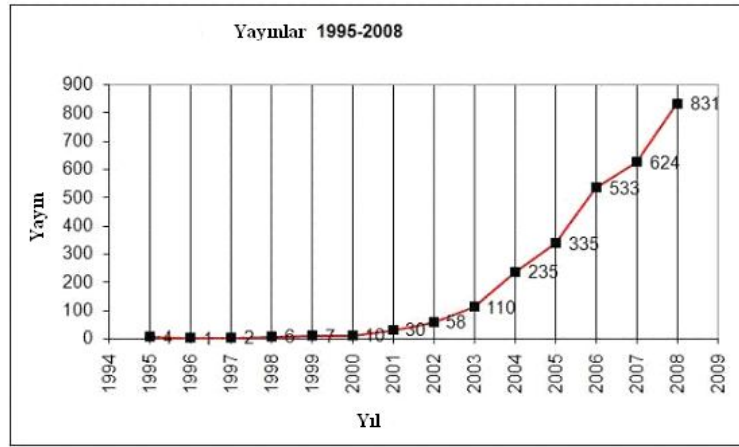
Konvansiyonel yöntemlerle mikron seviyelerine indirilen lif çapları yetersiz kalmıştır. Araştırmacılar, elektrik iletiminden kopma mukavemetine kadar birçok özellikte farklılaşma gözdedikleri nano boyutları elde etmek için çalışmalar yapmışlardır.

Nanolif tanımı, genel anlamda çapı 1 mikronun altında olan lifler için kullanılmaktadır. Nanolifler, yüksek yüzey alanı/hacim veya yüksek yüzey alanı/kütle oranı ile filtreleme kabiliyetinde artış, leke tutmazlık, su geçirmezlik, düşük özgül ağırlık, hava direncinde artış sağlaması gibi nedenlerle kumaş performans özelliklerinde artış sağlamaktadır. Şekil 1.1'de de lif çapı ile yüzey alanı arasındaki ilişki görülmektedir.



Şekil 1.1 : Lif çapının yüzey alanına etkisi (Kozanoğlu, 2006 )

Literatür araştırmalarında görüldüğü üzere, ilk örneklerine 20. yüzyılın başlarında rastlanmış olan, 1934 yılında Formhals tarafından patenti alınan ‘elektrospinning’ yöntemi üzerinde hala çalışılan ve geliştirilmekte olan bir yöntemdir. Elektrospinning yöntemi ile ilgili birçok yayın yapılmış ve özellikle 1990 sonrası hızlı bir yayın artışı gözlenmiştir. Şekil 1.2’de bu artış açıkça görülmektedir.



Şekil 1.2 : Elektrospinning yöntemine ait yayınların gelişimi (Çakmakçı, 2009)

Elektrospinning ile nanolif çekim işlemi, oldukça ince lifler elde edilmesinde kullanılan basit, kurulumu ucuz, kolay, hızlı ve ticari üretime uygun bir işlemdir. Bundan sonra elektrolif çekimi olarak tanımlayacağımız bu yöntemde, elektrostatik kuvvetler kullanılarak polimer çözelti veya eriyiklerinde nanolif üretimi şeklinde gerçekleştirilir. Polimer çözeltisi veya eriyik, uygun bir çözücüde çözüldükten sonra bir ucunda küçük bir delik bulunan pipet veya şırınga içerisine yerleştirilir. Şırınga veya pipete belli bir mesafede bulunan toplayıcı arasına güç kaynağı ile yüksek

voltaj uygulanır. Elektrolif çekim işlemi süresince polimerin uzaması ve çözücünün uçmasıyla lif çapları küçülmektedir. Bunun sonucunda toplayıcıda çapları 1 mikronun altında ağımsı yapıda nanolifli yüzey oluşmaktadır. Elektrolif çekiminde çözeltinin viskozitesi, yüzey gerilimi, iletkenliği; işlem şartlarından voltaj değeri, pipet ucu ile toplayıcı arasındaki mesafe; atmosfer şartları elde edilen nanoliflerin özelliklerini belirleyen en önemli etkenlerdir (Ramakrishna ve diğ. 2005; Subbiah ve diğ. 2005).

Elektrolif çekim işlemi için aşağıdan yukarıya ve yukarıdan aşağıya lif çekimi gerçekleştiren birçok çalışma mevcuttur. Bu çalışmalardan en çok dikkat çekenlerden bir tanesi Elmarco firmasına aittir. Aşağıdan yukarıya lif çekimini gerçekleştirdiği Nanospider™ adını verdiği cihazın patentini almıştır. Bu teknoloji ile iğne ve düze kullanılmadan yüksek voltaj ile elektrolif çekim işlemi meydana gelmektedir. Bu cihaz, endüstriyel çapta üretim yapılmasını mümkün kılmıştır.

Nanoliflerin en yaygın kullanıldığı alanlardan biri filtrasyondur. Filtrasyon genel olarak ayırma işlemidir ve bu işlemin amacı filtrelenen malzemenin saflığını arttırmaktır. Arındırılmamış bir iç mekanda 1 m<sup>3</sup> havada yaklaşık 60 milyon partikül bulunmaktadır. Filtrasyon tekstilleri, endüstriyel, medikal ve jeotekstiller gibi teknik tekstil alt gruplarında değerlendirilebilen oldukça geniş uygulama alanına sahip bir ürün grubudur.

Elektrolif çekim prosesi ile çapı 1 mikrondan küçük olan lifler elde edildikleri için birçok partikülün uzaklaşmasına olanak sağlamaktadır. Lif inceliği, filtre verimliliği için çok önemlidir ve filtre performansını belirleyen en önemli özelliktir. Bunun yanında, hacim ve hava geçirgenliği, dokusuz yüzeyin gözenekliliğine ve gözenek derinliğine bağlı olup yapının partikül tutma kapasitesini etkileyen bir faktördür. Filtrasyonda genel amaç, gözenek genişliğini en küçük boyutta tutarak en yüksek filtrasyon verimliliğini sağlamaktır. Düşük çapa sahip lifler küçük gözenek boyutu, yüksek yüzey/hacim oranı ve yüksek filtrasyon verimliliği sağlamaktadır. Ancak nanoliflerden elde edilen dokusuz yüzeylerin mukavemet ve aşınma dirençleri çok düşük olduğundan meltblown veya spunbond gibi destekleyici yapılar üzerine çekilmekte ve birlikte kullanılmaktadır.

## BÖLÜM II

### LİTERATÜR ARAŞTIRMASI

#### 2.1. Literatür Araştırması

Elektrolif çekim yöntemiyle nanolif eldesi 1700'lü yıllardan beri bilinmektedir. Elektrolif çekim yöntemiyle ilgili ilk patent 1934 yılında Anton Formhals tarafından alınmıştır. Formhals'in patentinde etilen glikol ve selüloz asetattan oluşan çözeltiye 5-10 kV bir gerilim uygulanmıştır.

Bazı araştırmacılar, mikron seviyelerinde düzenli damlacıklar üretmeye çalışmışlardır. Deneysel çalışmalarla, bazı sıvıları yüksek voltaj altında ayırmayı başarmışlardır. Oluşan damlacıkların karakteristiklerini incelemişlerdir.

Taylor (1969), elektriksel olarak yüklenen polimer çözeltileri üzerin çok sayıda araştırma yapmıştır ve bu araştırmalarına dayanarak teorik bir model geliştirmiştir. Bu modele göre, kararlı sıvı damlacığı kritik voltaj değerinin etkisi altında kararsız hale gelmektedir. Taylor, Zeleny'in geliştirmiş olduğu teorinin aksine, polimer damlacığını etkileyen iç ve dış kuvvetler birbirine eşit olduğu anda kararsızlığın başladığını ileri sürmüştür.

Doshi ve Reneker (1995), Reneker ve Chun (1996) ve Fong ve arkadaşları (1999), elektrolif çekim yöntemiyle nanolifler elde etmişler ve nanoliflerin yapısını incelemişlerdir. Bu çalışmalarının sonucunda nanoliflerin morfolojileri genelde oryente olmamış yapıda olduğunu gözlemlemişlerdir.

Deitzel ve arkadaşları (2001), eğirme voltajı ve çözelti konsantrasyonunun elyaf morfolojisindeki etkilerini araştırmışlardır. Bu araştırma ve çalışmalarının sonuçlarında, elektro lif çekiminde eğirme voltajının lifler üzerinde boncuk oluşumunda çok etkili olduğunu ve boncuk hatalarının yoğunluğunun işlem voltajının artmasıyla arttığını gözlemlemişlerdir. Çözelti konsantrasyonunun da

nanolif çapını etkilediğini ve konsantrasyon arttıkça nanolif çaplarının da arttığını saptamışlardır.

Grafe ve Graham (2002), elektrolif çekim sistemini ve bu işlemde oluşan dokusuz yüzeylerin fiziksel karakteristiklerini incelemişlerdir. Meltblown ve spunbond metotlarıyla üretilen yüzeylerle elektrolif çekim yöntemiyle elde edilen nanoliflerin çaplarını karşılaştırmışlardır.

Huang ve arkadaşları (2003), elektrospinning yöntemiyle çapları 3 nm'den 1 mikrona kadar değişebilen kalınlıklarda sürekli nanoliflerin birçok polimerden elde edilebileceğini saptamışlardır.

Ding ve arkadaşları (2004), PVA ve CA çözeltileri ile çoklu sistemde çalışmışlar ve morfolojileri üzerine araştırmalar yaparak nanoliflerin arasında kimyasal bağların oluşmadan fiziksel olarak bağlandıklarını gözlemlemişlerdir.

Subbiah ve arkadaşları (2005), nanolifli yapılar ve elektrospinning yöntemi ile ilgili çeşitli araştırmalar yapmışlardır. Elektrospinning yöntemiyle üretilen nanoliflerin özelliklerini ve karakteristiklerini incelemişlerdir.

Ramakrishna ve arkadaşları (2005), elektrospinnig yönteminde viskozite ve voltajın etkisini araştırmışlardır. Artan voltaj değeri ile lif üzerinde boncuklanma miktarının da arttığını bunun nedeni olarak da jetin artan kararsızlığının bir sonucu olabileceğini gözlemlemişlerdir.

Cengiz ve arkadaşları (2006), elektrolif çekim yönteminde PAN nanolifleri ile çalışmışlar ve farklı parametrelerin lif karakteristikleri üzerine etkilerini incelemişlerdir. Çalışmaların sonuçlarına göre voltaj, elektrotlar arası mesafe ve polimer konsantrasyonunun artmasıyla birlikte lif çapının da arttığını gözlemlemişlerdir.

Lee ve arkadaşları (2007), yaptıkları çalışmalarda PVA ve sodyum aljinatı kullanmışlardır. Aynı çözügen ve farklı konsantrasyonlarla yapılan çalışmalarda



sodyum aljinatın çözen içerisindeki konsantrasyonu ile boncuklanma miktarlarında artış görüldüğü gözlemlenmiştir.

## 2.2. Elektrospinning Teorisi

Elektrolif çekimi süresince polimer çözeltisi veya eriyiğine iç ve dış kuvvetler olarak 5 kuvvet etki etmektedir (Denklem 2.1). Bu kuvvetler sıvı damlacığını kararsız bir jet haline getirirler ve jetin toplayıcıya doğru yüksek hızlarda hareket etmesini sağlarlar (Gümü, 2009). Aşağıdaki eşitlikte kuvvetler gösterilmiştir. Bu eşitlikte ‘ $l$ ’ jet ve toplayıcı arasındaki mesafedir.

$$F_t = F_o + F_c + F_{ve} + F_{cap} + F_g = -m \cdot \left( \frac{d^2 l}{dt^2} \right) \quad (2.1)$$

$F_o$ : Elektrik alan tarafından meydana getirilen elektrostatik kuvvettir. Bu kuvvet, yüklenmiş jet ve kolektör arasındaki elektrostatik kuvvetlerin bir sonucu olarak meydana gelmiştir.

$$F_o = q \times E = \frac{V_o}{l} \quad (2.2)$$

$q$  : Damlacığın üzerindeki yük miktarıdır.

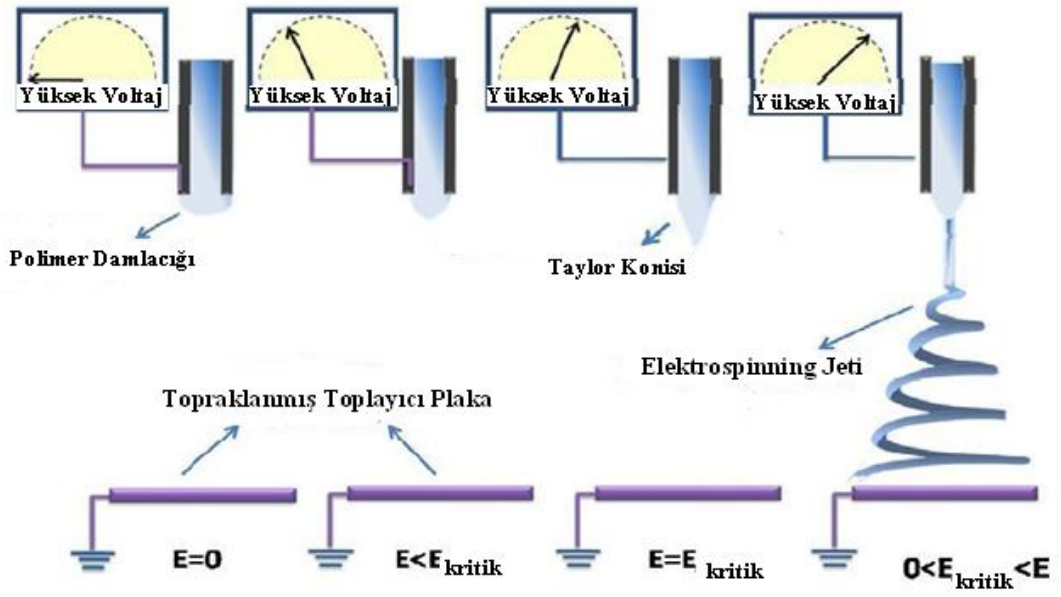
$V_o$  : Uygulanan voltajdır.

$l$  : İğne ve kolektör arasındaki mesafedir.

$F_c$  : Damlacıktaki içsel kuvvetlerden damlacığın üzerine etki eden geri itici kulomb kuvvetidir .

$$F_c = e^2 / l^2 \quad (2.3)$$

Bu eşitlikte, ‘ $l$ ’ iğnenin üzerinde meydana gelen jetin iki yönde de uzamasını sağlamaktadır.



**Şekil 2.1 :** İç ve dış kuvvetler arasındaki dengenin şematik gösterimi (Gümüş, 2009)

$F_{cap}$  (yüzey gerilimi) : Damlacık ve jeti uzamasını engelleyen ve onu kararlı hale getiren kuvvet.

$F_{ve}$  (viskoelastik kuvvet) : Sıvı polimerin akışkanlığını azaltan, polimer zincirleri arasındaki kuvvetlere bağlı olan, polimer jetin uzamasını engelleyen kuvvet.

$F_g$  (yerçekimi kuvveti) : Jetin iğne ucundan kolektöre doğru uzaması süresince, aşağıdan yukarıya veya yukarıdan aşağıya elektrospinning düzeneğinin kuruluma bağlı olarak jetin veya damlacığın üzerindeki toplam yükü pozitif veya negatif olarak etkileyen toplam kuvvettir.

Diğer kuvvetlerle kıyaslandığında, yerçekimi kuvveti ihmal edilebilir derecede küçüktür. Elektrospinning, polimer jetinin viskoelastik kuvvetleri, yüzey gerilimi gibi içsel kuvvetler ile jet üzerinde içsel kuvvetlere zıt yönde etki eden elektrostatik kuvvetler arasındaki kuvvet farklılıklarının oluşmasıyla meydana gelmektedir.

### 2.3. Elektrolif Çekim Yöntemi

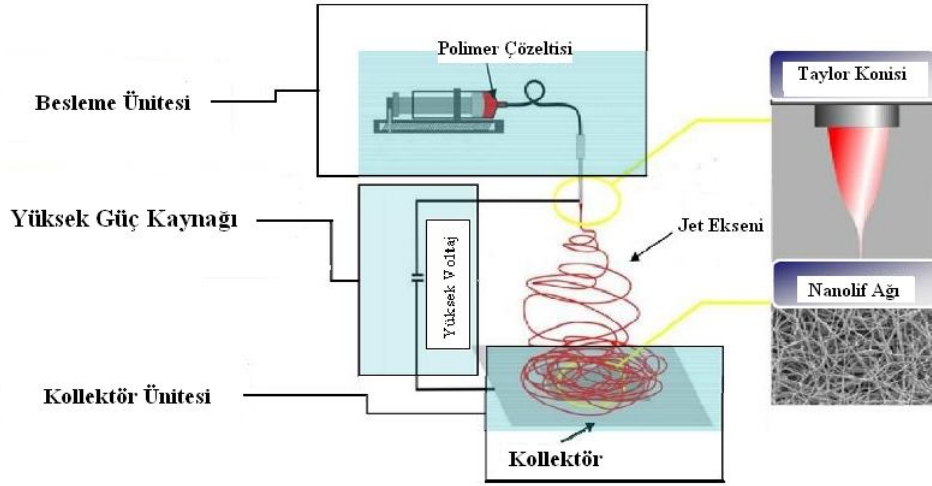
Geleneksel polimer lif üretim çeşitleri olan eriyikten çekim, çözülden çekim ve jel halinden lif üretiminin ortak özellikleri çapları 5-500 mikron arasında değişen lif

üretebilmeleridir. Bu yöntemlerde mekanik bir şekilde eriyik polimeri veya çözültiden lif elde edilmektedir.

Elektrospinning işleminin temel prensibi ise, elektrostatik kuvvetler kullanılarak polimer çözültisinin üzerindeki viskoelastik ve yüzey gerilim kuvvetlerinin yenilerek çözültiden çok ince fibril yapılar oluşturulmasıdır. Oluşan bu yapılar nanoboyutlarda çaplara sahip liflerin oluşturduğu ağimsı yapılardır.

Bir saç telinin binde bir inceliğine sahip olan, genellikle çapları 0,5-5 mikrometre arasında değişen nanolifler çok yüksek yüzey alanlarına sahiptir. Bu özellik de nanolifleri çok avantajlı duruma getirmektedir. Günümüzde çok çeşitli polimerle çalışılarak nanolif üretebilmenin en etkili ve basit diyebileceğimiz yöntem elektrospinning yöntemidir.

Elektrospinning yönteminde, çekimini gerçekleştireceğimiz polimer, uygun bir çözücüde çözülür veya ısıtma işlemine tabi tutularak eritilerek bir ucunda küçük bir delik bulunan bir pipetin veya şırınganın içerisine yerleştirilir. Bu pipet/şırınga ile belirli bir mesafede bulunan liflerin toplanmasında kullanılan metal toplayıcı plaka arasında yeterli derecede gerilim uygulanarak bir elektrik alan oluşturulur. Uygulanan gerilim yavaş yavaş artırılarak elektrostatik kuvvetlerin polimer damlacığındaki yüzey gerilimi ve viskoelastik kuvvetleri yenmesi beklenir. Uygulanan voltaj kritik değere ulaştığı anda jet oluşumu başlayarak metal-toplayıcı plakaya doğru hızla uzayarak ve inceliyor ayrışarak nano boyutlarda lif üretimi gerçekleşmeye başlar. Lif çapının düşmesinde çözücü moleküllerin uçarak buharlaşması etkilidir. Toplama yüzeyinde biriken lifler incelendiğinde jetin takip ettiği yörüngeye bağlı olmaksızın dağınık bir şekilde toplanmış nanolifli yüzeyler oluştuğu gözlemlenmiştir. Şekil 2.2’de elektrolif çekim düzeneği görülmektedir.



**Şekil 2.2** : Elektrolif Çekim Sistemi Düzenegi (Gümüş, 2009)

Şekilde de görüldüğü gibi elektrolif çekim sisteminde temel olarak 4 eleman bulunmaktadır. Bunlar;

- Yüksek voltaj güç kaynağı
- Besleme ünitesi (şırınga, düze, metal iğne vb.)
- Metal toplayıcı (plaka, silindir, tambur vb. )
- Eriyik veya çözelti

### 2.3.1. Elektrolif Çekim Sisteminin Aşamaları

Elektrolif çekim işleminin başlamasından metal toplama plakasında nanolif ağının meydana gelmesine kadar olan süreçte prosesin bazı aşamalardan geçerek gerçekleştiği gözlemlenmiştir. Bu aşamaları 6 temel başlık şeklinde özetleyecek olursak, bunlar;

1. Damlacık oluşumu,
2. Taylor konisi oluşumu,
3. Elektro çekim jetinin oluşumu,
4. Kararlı bölgede jetin uzaması,
5. Kararsız bölgenin oluşması,
6. Lif formunda katılaşma.

olarak sıralanabilir.

### 2.3.1.1. Damlacık Oluşumu

Elektrolif çekimi sırasında şırınga ya da kılcal boru ucunda oluşan damlacığa iki kuvvet etki etmektedir. Etki eden bu kuvvetler biri sıvının yüzey gerilimi ( $\gamma$ ), diğeri ise yerçekimi kuvveti ( $F_g$ )'dir. Damlacığın yarıçapı  $r_0$  ve kılcal borunun iç yarıçapı  $R$  ise ;

$$r_0 = (3R\gamma / 2\rho g)^{1/3} \quad (2.4)$$

denklemini elde edilir. Burada,  $\rho$  , sıvının yoğunluğu ve  $g$ , yerçekimi sabitidir (Andrady 2008).

Polimer çözeltisi, elektrik alan uygulanmaya devam edildiği süre içerisinde voltaj yeteri kadar arttırıldığında, elektrik kuvveti  $F_E$ , yerçekimi kuvveti  $F_g$  ile birlikte yüzey kuvvetlerine karşı etki eder ( $F_\gamma = F_E + F_g$ ) ve kılcal boru ucundaki damlacık yarıçapı  $r_0$  'dan  $r$ 'ye düşer ( $r < r_0$ ).

Uygulan voltaj  $V$ , kılcal boru ile topraklanmış metal yüzey arasındaki mesafe  $L$  ve ortamın elektriksel geçirgenliğinin  $\epsilon$  (dielektrik sabiti) olduğu bir elektrolif çekim düzeneğindeki elektriksel kuvvet de  $F_E$  ile gösterildiğinde aşağıdaki eşitlik bulunmuştur (Andrady 2008).

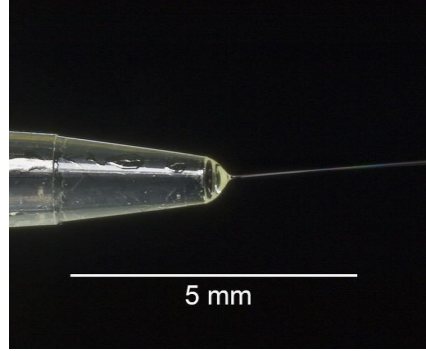
$$F_E = (4\pi\epsilon V^2) / [\ln(4L/R)^2] \quad (2.5)$$

### 2.3.1.2. Taylor Konisi Oluşumu

Elektrostatik kuvvetlerin yüzey gerilimini aştığı ve polimer eriyiğinin elektrik alan tarafından çekilmeye başladığı andan itibaren polimer damlacığı çeşitli evrelerden geçmektedir.

Elektriksel alan kuvveti arttıkça sıvı polimer damlacığı yarım küre şeklinden konik şekline dönüşmektedir. Bu koniye Taylor Konisi denilmektedir. Taylor'un yaptığı teorik çalışmalar, kararsızlık durumunun başlangıcında damlanın önce uzamaya

başladığını ve ardından damlanın ucu tepe açısı  $49,3^\circ$  derece olacak şekilde bir koni oluşturmaya başladığını göstermiştir (Şekil 2.3).



Şekil 2.3 : Taylor Konisi (Wikipedia, 2010)

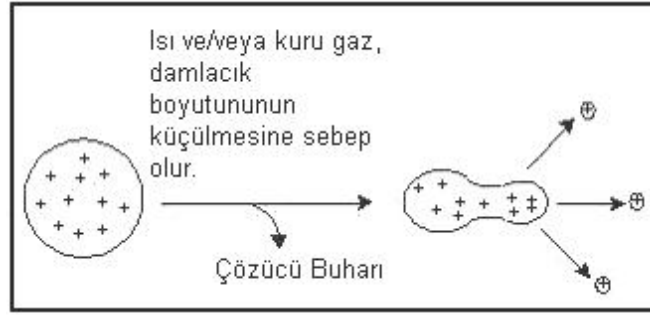
Bu konuyla ilgili yapılan birçok çalışma göstermiştir ki; elektro üretim işleminin başlangıcında polimer çözeltisi yüzey gerilimi sayesinde şırınga ya da kılcal boru ucunda damla şeklinde tutulmaktadır. Uygulanan gerilim belli bir değerinin üzerine çıktığında iğne ucunda Taylor konisi meydana gelmektedir. Elektrolif üretim işlemi devam ettiği sürece, Taylor konisi giderek incelerken jet halini almaktadır. Bir süre incelip kararlı yapıya dönüştükten sonra jet kararsız ayrışma bölgesine gelmektedir. Taylor bazı işlem parametrelerini göz önüne alarak bir denklem meydana getirmiştir.

$$V_c^2 = (2L/h)^2 (\ln(2h/R) - 1.5)(0.117 \pi RT) \quad (2.6)$$

Burada, toplayıcı plakaya olan uzaklığı  $L$ , uzunluğu  $h$ , yarıçapı  $r$  olan kılcal boru ucundaki  $T$  yüzey gerilimindeki damlacığa kritik voltaj  $V_c$  uygulandığında Taylor konisi oluşumu ifade edilmiştir (Andrady 2008).

### 2.3.1.3. Elektro çekim Jetinin Oluşumu

Karşı elektroda fişkırmakta olan damlacığa “jet” adı verilmektedir. Bu hareket esnasında çözücü buharlaşmakta ve eriyik katılarak lif formuna dönüşmektedir (Şekil 2.4).



**Şekil 2.4 :** Taylor koni oluşumu ve sonuç olarak izleyen iyon fişkırması (Celep, 2007)

Polimer jeti oluştuğu anda ise besleme hızı aşağıdaki denklemle gösterilmiştir.

$$\text{Besleme hızı} = (\pi d^2 \rho u) / 4 \quad (2.7)$$

Bu denklemde  $d = 2r$  dir ve jetin çapını ifade eder.  $\rho$ , yoğunluk ve  $u$ , hızı belirtmektedir.

Jetteki yüklerin korunumu ise Denklem 2.8 ile ifade edilmiştir.

$$\pi d Q u + (k \pi d^2 E) / 4 = I \quad (2.8)$$

Buradaki;

E : uygulanan elektrik alan

I : jetten geçen akım

K : çözeltinin iletkenliği

Q : yüzeydeki yük

olarak tanımlanmıştır (Andrady 2008).

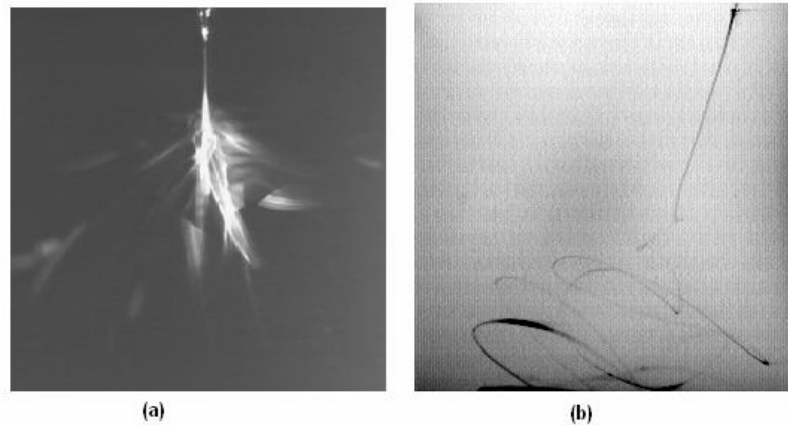
#### 2.3.1.4. Kararlı Bölgede Jetin Uzaması

Elektrolif çekim işlemi, yüzeyde yüklerin akması ve kritik voltaj değeri aşıldığı anda çözeltinin uzaması ile meydana gelmektedir. Taylor konisi meydana geldikten sonra, giderek incelen jet kararlı bir yapıya dönüşür. Kararlı hale gelen jetin giderek incelmesiyle birlikte, çözücünün de buharlaşması jetin birim kütledeki yüzey alanının artmasına sebep olmaktadır. Uygulanan voltajın artmasıyla da elektrostatik uzama artarak liflerin çapı azalmaktadır.

### 2.3.1.5. Kararsız Bölgenin Oluşması (Whipping Kararsızlığı)

Polimer jeti, kararlı hale geldikten sonra tekrar kararsız bir bölgeye girmektedir. Farklı çözelti ve işlem değişkenlerine bağlı olarak değişen üç kararsızlık hali mevcuttur. Jet, bu kararsızlık hallerinden sadece birini göstereceği gibi üç kararsızlık halini de gösterebilir (Kozanoğlu, 2006). Bu kararsızlık halleri ; (i) klasik Rayleigh kararsızlığı, (ii) eksenel simetrik alan akımlanması ve (iii) Whipping kararsızlığıdır. Bu kararsızlık halleri teorik ve matematiksel olarak modellenmiştir. Bu üç kararsızlık halinden elektro çekim işleminde en çok karşılaştığımız Whipping kararsızlığıdır. Whipping kararsızlığının oluşum nedeni, jet yüzeyindeki liflerin karşılıklı olarak birbirini itmesi ile meydana gelen ve yüklerin bir arada olamamalarından dolayı jette merkezden radyal bir şekilde tork 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 incelendiğinde ve viskoelastik kuvvetler yeterince sönümlendiğinde yeni whipping kararsızlıkları oluşur. Bu kararsızlık haline ikinci whipping kararsızlığı denir.

Whipping olayı, çok hızlı gerçekleşen bir olaydır ve ancak çok yüksek hızlı fotoğrafı ile gözlemlemek mümkün olmuştur. Şekil 2.5'te aynı olayın 25 fps'de (frame per second : saniyede çekilen resim sayısı) ve 4000 fps'de çekilmiş iki fotoğrafı görülmektedir. İki fotoğraf incelendiğinde, Whipping olayının gerçekleşme şekli net olarak ayırt edilmektedir.



Şekil 2.5 : a) 25 fps'deki Whipping olayının fotoğrafı b) 4000 fps'deki Whipping olayının Fotoğrafı (Kozanoğlu, 2006)



### **2.3.1.6. Lif Formunda Katılaşma**

Polimer jeli kararsız bölgede ilerlerken jet alanının inanılmaz derecede artmasıyla kütle hızları da çok artmakta ve bu esnada çözelti içerisindeki çözücünün buharlaşması gerçekleşmektedir. Jetin kararsızlık bölgesinden geçtiği süreç aynı zamanda çözücünün buharlaşma hızı ile kontrol edilir (Üstündağ, 2009). Yüksek buharlaşma hızında bir çözücü kullanıldığında whipping kararsızlığı kısa sürecek ve bu sebeple de daha kalın nanolifler elde edilecektir. Kullanılan çözücünün uçuculuğu, lif çapını kontrol etmede önemli rol oynar. Uygun bir çözücünün seçimi, uygun proses parametrelerinde ultra ince nanoliflerin elde edilmesini sağlar.

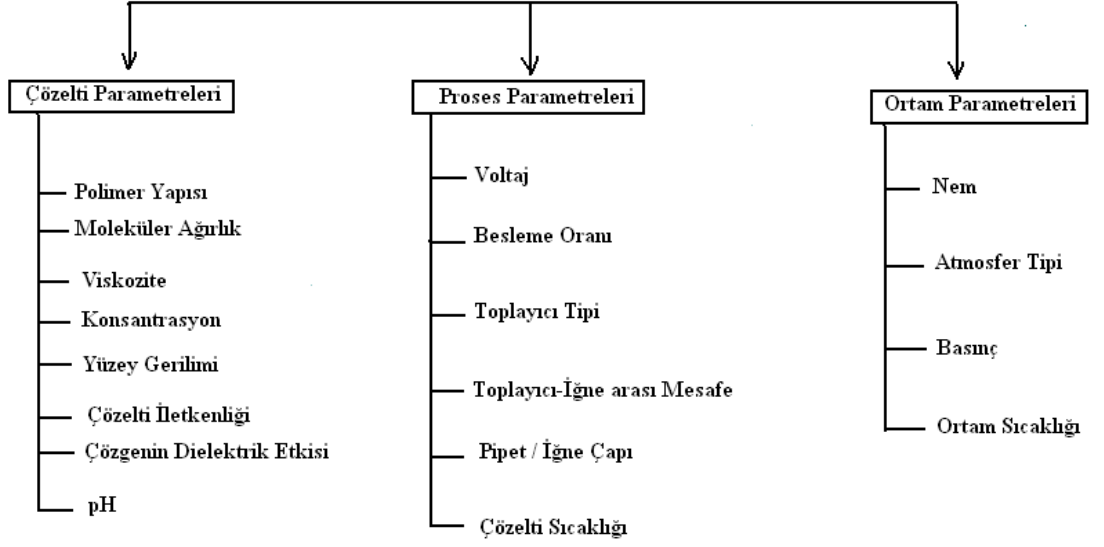
### **2.4. Elektrolif Çekim Prosesine Etki Eden Parametreler**

Günümüze kadar, elektrolif çekim sistemini etkileyen parametreler hakkında çok sayıda araştırma yapılmış, makaleler yayınlanmış ve bu parametreler farklı başlıklar altında sınıflandırılmıştır. Genel olarak, elektrolif çekim prosesini etkileyen parametreler ; polimer çözelti parametreleri, proses parametreleri ve ortam parametreleri olarak sınıflandırılmıştır. İdeal bir elektro çekim işlemi gerçekleştirmek ve ideal nanolifleri üretmek için gereken koşullar;

- Birbirine uygun ve kontrol edilebilir lif çapları,
- Lif yüzeyinde oluşacak hatasız yapı ya da kontrol edilebilir hata,
- Monofilament biçiminde nanolif toplanması

olarak üç genel madde ile özetlenebilmektedir (Kozanoğlu 2006).

## Elektrolif çekim Prosesine Etki Eden Parametreler



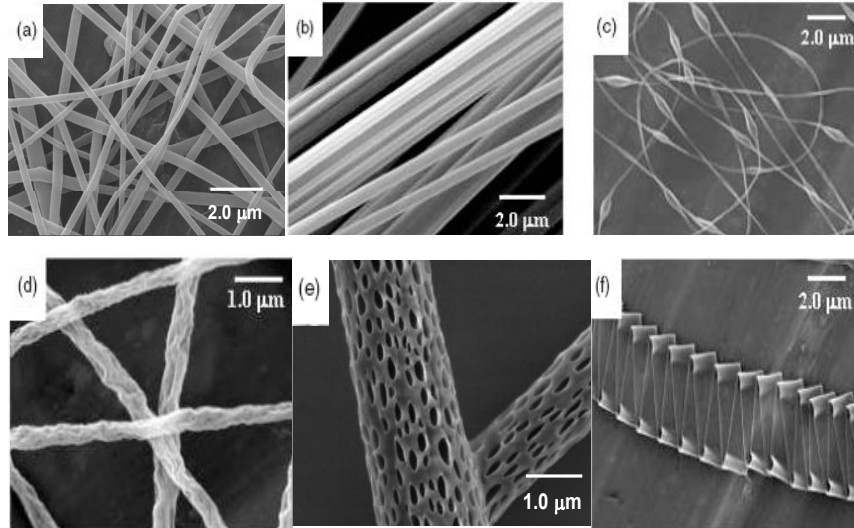
Şekil 2.6 : Elektrolif çekim prosesine etki eden parametrelerin sınıflandırılması

### 2.4.1. Çözelti Parametreleri

Polimer çözelti özelliklerinin elektro çekim işleminde etkileri çok önemlidir. Oluşan nanolif morfolojisini, lif çapını ve elektro üretimin sürdürülebilirliği direkt olarak etkileyebilmektedir. Yüzey gerilimi, nanolifli yüzeylerde en sık karşılaşılan sorunlardan biri olan lif uzunluğu boyunca görülen boncuklanma olayı üzerinde önemli etkilere sahiptir. Çözelti viskozitesi ve elektrik iletkenliği, polimer jetinin uzama oranında rol oynar. Bunlar da dolaylı olarak meydana gelen nanoliflerin çaplarını belirlemektedir (Ramakrishna 2005).

#### 2.4.1.1. Polimer Yapısı

Farklı polimer ve çözeltiler kullanılarak çok farklı nanolif kesitleri elde edilebilmektedir. Farklı tip ve morfolojiye sahip nanoliflere, dallanmış nanolifler, düz şeritler, eğik şeritler, gözenekli nanolifler, helisel nanolifler gibi nanolifli yapıları örnek olarak gösterebiliriz (Şekil 2.7).

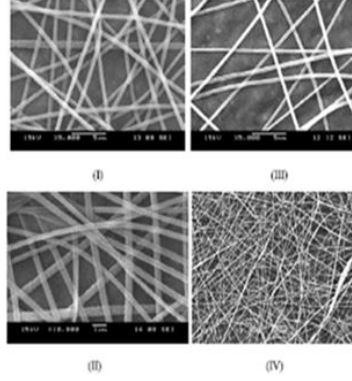
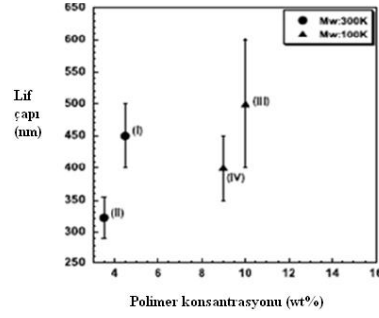


**Şekil 2.7** : Elektro üretim yöntemiyle elde edilmiş farklı lif morfolojileri (a)silindirik şekilli(sıralı değil) (b)silindirik şekilli(sıralı) (c)boncuklu yapı (d)buruşuk yapı (e)sünger şeklinde (f)şerit şeklinde

#### 2.4.1.2. Moleküler Ağırlık

Moleküler ağırlık, çözeltinin viskozitesini doğrudan etkileyen parametrelerden biridir. Genellikle daha yüksek moleküler ağırlığa sahip polimerin daha düşük moleküler ağırlığa sahip polimere kıyasla viskozitesi daha yüksek olur. Elektro üretim işleminin gerçekleşmesi için çözeltinin yeterli viskozite ve moleküler ağırlığa sahip olması gerekmektedir. Yani diyebiliriz ki, molekül ağırlığı arttıkça viskozitede artmaktadır. Polimer çözeltisinin iğne ucundan toplayıcı plakaya hareketi süresince, jetin dağılmasını önleyen molekül zincirlerinin birbirine dolanmasıdır. Polimerin molekül ağırlığı polimer zincir uzunluğunun göstergesidir. Bu yüzden monomer ve küçük polimer zincirleri elektrolif oluşturamamaktadır (Ramakrishna ve diğ. 2005).

100.000 ve 300.000 moleküler ağırlığa sahip PLLA ile yapılan deneysel çalışmalarda, yüksek moleküler ağırlığa sahip 4.5wt% konsantrasyonda elde edilen nanolif çaplarının düşük moleküler ağırlığa sahip 9wt% konsantrasyonda elde edilen nanolif çaplarına eşit olduğu gözlemlenmiştir (Şekil 2.8). Bu çalışma moleküler ağırlığın lif çapı ve çözelti konsantrasyonu üzerinde önemli rol oynadığını göstermiştir (Tan ve diğ., 2005).



**Şekil 2.8 :** Moleküler ağırlığın elektrospun PLLA lifleri üzerindeki etkileri (Tan ve diğ., 2005)

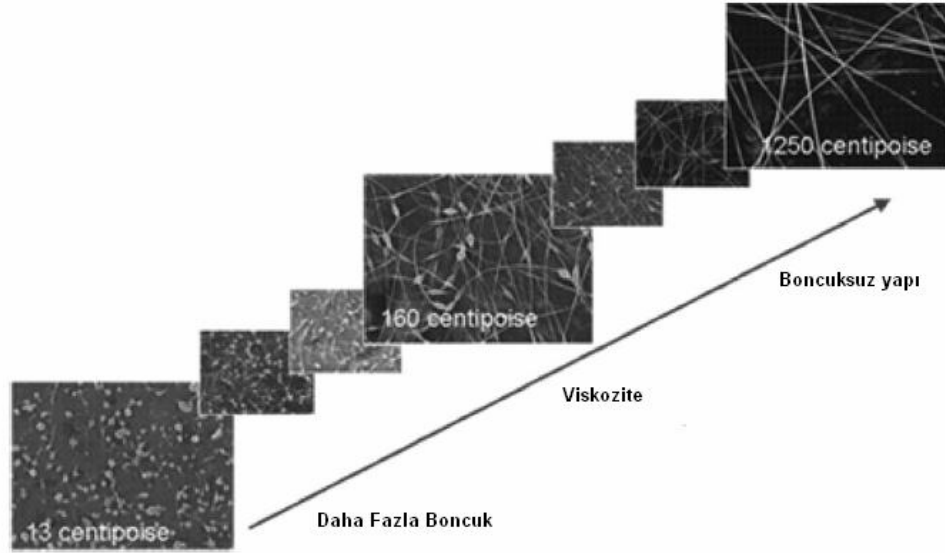
### 2.4.1.3. Viskozite

Viskoziteye etki eden faktörlerden biri polimer konsantrasyonudur. Polimer konsantrasyonunu arttırınca çözeltinin viskozitesi de artmaktadır. Polimer konsantrasyonunun artması, daha büyük polimer zincir bağlarının oluşması anlamına gelir ve böylece jetin sürekliliği sağlanmış olmaktadır (Ramakrishna ve diğ. 2005).

Elektro üretim işleminin gerçekleşebilmesi için çözeltinin viskozitesinin belli değerler arasında olması gerekir. Viskozitenin çok yüksek olması durumunda elektrostatik kuvvetler polimer sıvısından bir jet oluşturamazlar veya mikron boyutlarında çapa sahip lifler meydana gelir (Gümüş, 2009). Bunu, çözeltinin şırıngadan pompalanmasının daha zor olması ve elektro üretim işlemi başlayamadan damla formu oluştuğunda çözgenin kurumması gibi sebeplerle açıklamak mümkündür.

Düşük viskozelerde, liflerde boncuklu yapılar meydana gelmektedir. Viskozite, yavaş yavaş arttırıldığında boncukların şekli yuvarlaktan lif formuna doğru değişmektedir (Şekil 2.9). Düşük viskozitelerde çözgen moleküllerinin fazlalılığı ve düşük zincir düğümlenmeleri lif uzunluğu boyunca meydana gelen boncuklanmada yüzey

geriliminin çok büyük bir etkisi olduğunu göstermektedir. Viskozite arttırıldığında çözeltideki polimer zincirlerinin artmasıyla jet üzerindeki yükler, çözeltiyi polimer zincirleri üzerinde bulunan çözgen molekülleriyle tamamen uzatırlar. (Ramakrishna ve diğ.,2005)



**Şekil 2.9 :** Viskozite-Boncuklu yapı ilişkisi (Kozanoğlu, 2006)

Elektrolif çekimi süresince, polimer çözeltisi ve yükler arasındaki ilişki meydana gelen lif çaplarının boyutlarında önemli bir etkiye sahiptir. Bununla birlikte, işlem devam ettiği sırada ana jet üzerinde ikincil lifler olur. Toplayıcı üzerinde çok farklı lif çapları olduğu, konuyla ilgili yapılan birçok araştırmada gözlenmiştir. Viskozite yeterince yüksek olduğunda ise ikincil lifler oluşmaz ve lif çapları daha yüksek olur. Aynı zamanda artan viskozite, jetin whipping kararsızlığını önleyebilir. Jetin alacağı yol azalır böylece çözelti daha az uzar ve meydana gelen liflerin çapları artar. (Ramakrishna ve diğ., 2005)

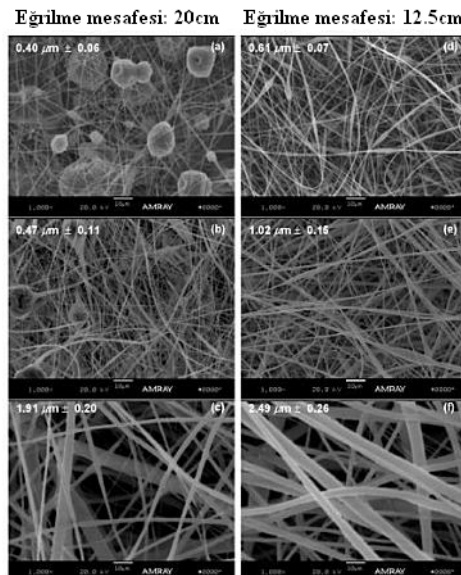
#### **2.4.1.4. Konsantrasyon**

Polimer konsantrasyonu, elektrolif çekim işleminin gerçekleşmesini ve nano boyutlarda lif oluşmasını etkileyen esas parametrelerden biridir. Konsantrasyon, viskozite ve yüzey gerilimi birbirleriyle çok ilişkili olan faktörlerdir. Eğer çözelti çok seyreltik ise polimer lifi yüzey geriliminin etkilerine bağlı olarak toplayıcıya ulaşmadan damlacıklar oluşur. Ancak konsantrasyon çok yüksek olur ise de kılcal

boru içerisindeki çözeltinin besleme oranını kontrol etmek zorlaşacağı için çok yüksek viskoziteye bağlı olarak lif oluşumu gerçekleşemez. Yapılan birçok çalışma da polimer konsantrasyonunun artmasıyla lif çapının da arttığını göstermiştir (Russa, 2010).

Konsantrasyon veya viskozite yeterli oranda arttırıldığında polimer zincirleri arasındaki moleküler etkileşim artmaktadır. Bu kuvvetler, jetin parçalanmasını ve boncuklu yapının meydana gelmesini engeller aynı zamanda jetin uzamasını sağlayarak liflerin incelmesini sağlar (Gümüş, 2009).

Lif çapı ve konsantrasyon arasında lineer bir orantı vardır. Şekil 2.10'da da görüldüğü gibi konsantrasyonun artmasıyla birlikte lif çapı da artmaktadır.

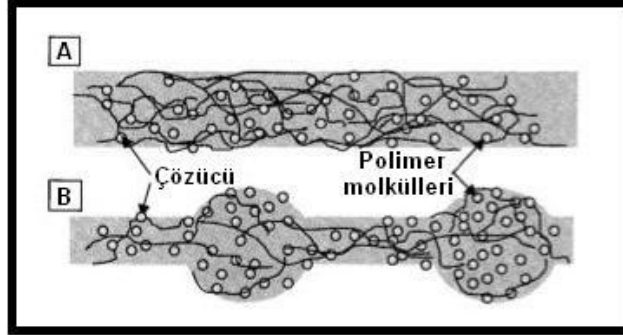


**Şekil 2.10 :** Eğrilme uzaklığı 20 cm (a-c) ve 12.5 cm (d-f) olan farklı konsantrasyonlar için (a ve d) 20wt% (b ve e) 25wt% (c ve f) 30wt% SEM görüntüleri (Tan ve diğ., 2005)

#### 2.4.1.5. Yüzey gerilimi

Elektrolif üretiminin başlayabilmesi, yüklü çözeltinin yüzey gerilimini yenebilmesi gerekir. Yüzey gerilimi, akışkanın yüzey alanı / kütle oranı değerinin azalmasını sağlar. Bu durumda yüksek konsantrasyonda, serbest çözelti moleküllerinin artması yüzey gerilimi nedeniyle çözgen moleküllerinin artmasına ve küresel şekil almasına neden olmaktadır. Çözgen ve polimer molekülleri arasında yüksek etkileşim oluşur ve çözeltinin yükler nedeniyle çekilmesi sırasında da çözelti molekülleri polimer

moleküllerinin üzerinde dağılarak çözgen moleküllerinin toplanması azaltılır (Şekil 2.11) (Ramakrishna ve diğ., 2005).



**Şekil 2.11 :** (A) Yüksek viskozitede çözücü molekülleri, karmaşık polimer molekülleri üzerine dağılmıştır; (B) Düşük viskozitede çözücü molekülleri, yüzey geriliminin etkisi ile araya toplanma eğilimi göstermiştir (Ramakrishna ve diğ., 2005)

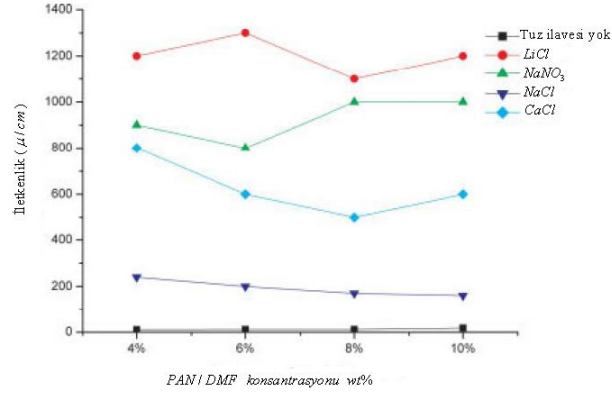
Elektro çekim işlemi süresince viskoelastik kuvvetler, polimer damlacığını düzensiz kuvvetlere karşı korur. Yüzey gerilimi de polimer damlacığının minimum yüzey alanında tutulmasını sağlar aksi taktirde elektrostatik kuvvetler, onları iterek polimer jetinin maksimum yüzey alanına sahip polimer damlacıklarına ayrılmasına neden olur (Gümüş, 2009).

Daha düşük viskozitelerde yüzey gerilimi daha etkili bir faktör olur ve kılcal boru içersindeki sıvı damlacıklara ayrılarak elektrolif üretim işlemi yerine elektrospraying işlemi gerçekleşir (Marthur, S. ve Singh, M.,2008).

#### **2.4.1.6. Çözelti İletkenliği**

Polimer çözeltisinin elektrolif olarak çekilebilmesi için belli bir iletkenlik değerine sahip olması gerekir. Elektrolif çekim işleminde jet oluşması için yüzeyde yüklerin akması ve bu sayede de çözeltinin uzama olayı gerçekleşmelidir. Çözeltinin iletkenliği arttırılır ise jet tarafından daha fazla yük taşınır. Çözeltiye bir miktar tuz veya iyon ilave edildiği taktirde artan yükler ile çözelti daha fazla uzayacaktır. Böylece boncuklu yapılar oluşmaz ve daha düzgün lif elde edilir. Polimer jetinin uzaması aynı zamanda da daha küçük çaplarda lif oluşmasını sağlar. Ancak lif çapındaki düşüşün bir sınırı vardır. Çözelti gerilirken, yüklerin coulomb kuvvetlerine karşı daha yüksek viskoelastik kuvvet oluşacaktır (Ramakrishna ve diğ., 2005).

Qin (2007), çalışmalarında PAN nanoliflerine farklı tuzların etkisini araştırmıştır. Şekilde de görüldüğü gibi 1% oranında tuz katılmasının çözeltinin iletkenliğini üst seviyelere çıkardığı gözlemlenmiştir. Ayrıca çözeltiliye eklenen tuzların viskozite ve kesme kuvvetini çok az arttırdığı saptanmıştır. PAN/DMF çözeltisinin 4% ten daha fazla eklenen tuz çözeltinin viskozite ve kesme kuvveti özelliklerinin sınırlı bir şekilde azalmasını sağladığı ifade edilmiştir (Şekil 2.12). (Qin ve diğ., 2007)



**Şekil 2.12** : Farklı konsantrasyon ve eklenen tuz miktarlarıyla oluşan çözeltilerin iletkenliklerinin kıyaslanması

#### 2.4.1.7. Çözgenin Dielektrik Etkisi

Bir çözgenin dielektrik sabiti, elektrolif çekimi için önemli bir etkidir. Genellikle, daha yüksek dielektrik özelliğe sahip bir çözeltide, elde edilen lif çapının ve boncuklu yapının daha az olduğu saptanmıştır. Dielektrik özelliğini arttırmak ve lif morfolojisini geliştirmek için bir çözeltiliye N,N-dimetilformamid (DMF) gibi çözücüler ilave edilebilir. Yüksek dielektrik sabiti ile elektro çekim jetinin eğilme kararsızlığı da artar. Bu durum, liflerin toplayıcıdaki miktarının artmasını sağlar. Bununla birlikte, jetin izleyeceği yol artarak lif çaplarının azalır. (Ramakrishna 2005)

Bu konuyla ilgili olarak Li ve arkadaşlarının (2008) yaptıkları çalışmada, PVA çözeltilerinin içerisine LiCl katarak iletkenliklerini arttırmışlar. Elde ettikleri sonuçlarda, jet hızının arttığını, kararlı bölgenin kısaldığını ve lif çaplarının incelendiğini saptamışlardır.

Elektrolif çekim ile meydana gelen lif morfolojisinde iyonların büyüklüğünün de etkisi büyüktür. NaCl ilave edilerek hazırlanan çözeltilerden elde edilen elektrolif



çaplarının en küçük,  $\text{KH}_2\text{PO}_4$  ilave edilen çözeltilerden ise en büyük çaplarda lif elde edildiği ancak  $\text{NaH}_2\text{PO}_4$  ilave edildiğinde orta çaplara sahip liflerin oluştuğu görülmüştür. Buna bağlı olarak, hareketli ve daha küçük iyonların jetteki uzama kuvvetini arttırarak lif çaplarını azalmasını sağladığı sonucuna varılmıştır (Ramakrishna ve diğ.,2005).

#### **2.4.1.8. pH**

Bazı araştırmacılar, pH değerinin değişmesiyle iletkenliğin de değiştiğini gözlemlemişlerdir. Yapılan deneysel çalışmalarla, pH değerlerinin artmasıyla liflerin daha düzgün ve ince yapıda oldukları ancak asidik ortamda boncuklu yapıların oluştuğu saptanmıştır.

#### **2.4.2. Proses Parametreleri**

Elektrolif çekim sisteminde çözelti parametreleri kadar önemli olmasa da lif morfolojisinde etkisi olan proses parametreleri olarak sınıflandırabileceğimiz faktörler mevcuttur. Uygulan voltaj, besleme oranı, çözelti sıcaklığı, toplayıcı tipi, toplayıcı-iğne arası mesafe, iğne çapı gibi faktörlerin yeterli ve dengeli seviyede olması durumunda daha düzgün ve ince lifler elde etmek mümkündür.

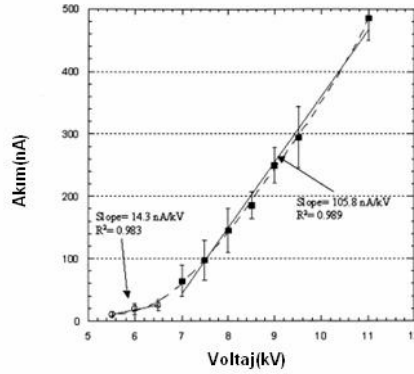
##### **2.4.2.1. Voltaj**

Polimer çözeltilisine uygulanan yüksek voltaj, elektrolif çekim prosesi için çok önemli bir kriterdir. Yüksek voltaj, çözeltildeki gerekli yükleri indükler ve elektrik alanla birlikte elektrostatik kuvvet yüzey gerilimini yendiğinde elektro çekim süreci başlar. 1964 yılında Taylor yaptığı çalışmalarda, genellikle 6kV'un üzerindeki pozitif veya negatif yüksek voltajın iğne ucundaki çözelti damlacığının koni şeklini almasına neden olduğunu saptamıştır. Çözeltinin besleme oranına bağlı olarak kararlı bir Taylor konisi oluşturmak için daha yüksek voltaj değerine gereksinim olabilir. Jetteki coulomb itme kuvvetleri, viskoelastik çözeltinin uzamasını sağlar. Eğer uygulanan voltaj yükseltirse, yük miktarı artarak jet hızlanır ve iğnenin ucundan daha fazla miktarda yük çekilir. Bu durum, daha küçük ve daha az stabil bir Taylor konisi ile sonuçlanabilir. Çözeltinin toplayıcı plakaya çekimi, kaynaktan besleme hızından

daha yüksek olursa, Taylor konisi iğne içine geri çekilebilir (Ramakrishna ve diğ., 2005).

Uygulanan voltaj ve elektrik alanının, jetin hızlanmasına olan etkilerinden dolayı meydana gelen lif morfolojisini de etkilemektedir. Bu konuyla ilgili olarak yapılan birçok çalışma göstermiştir ki artan voltaj jet içinde coulomb kuvvetlerinin daha fazla olmasına ve daha güçlü elektrik alan oluşturmaya bağlı olarak çözeltinin daha fazla uzamasını sağlar. Bu durum, meydana gelen lif çaplarının da azalmasına sebep olmaktadır. Aynı zamanda daha hızlı buharlaşmadan dolayı daha kuru lifler elde edilir (Ramakrishna ve diğ.,2005).

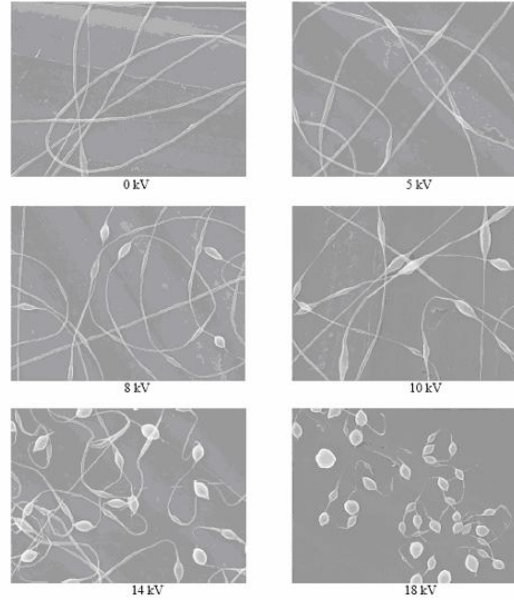
Deitzel ve arkadaşlarının yaptıkları deneysel çalışmalarda, diğer değişkenler sabit tutulduğunda (iletkenlik, dielektrik sabiti, besleme oranı) PEO/su çözeltisi için işlem akımının artan voltaj ile birlikte arttığı gözlemlenmiştir (Şekil 2.13)



Şekil 2.13 : Elektrolif çekim sisteminde voltaj-akım ilişkisi (Deitzel ve diğ., 2001)

Yapılan deneyler 5,5 kV voltaj değerinde başlamış olup, voltaj yavaş yavaş artırılarak lif morfolojisindeki değişimler incelenmiştir. Başlangıçta oluşan lifler, oldukça düzgün ve hatasız iken voltajın 9 kV değerlerine çıkmasıyla birlikte meydana gelen liflerde boncuklu yapılar görülmüştür.

Yüksek voltaj değerlerinde boncuklanma eğilimi daha fazladır. Aynı zamanda artan voltaj değerleri ile birlikte boncuk şekilleri iğ şeklinde küresel şekle doğru değişim gösterir (Şekil 2.14).



**Şekil 2.14** : Artan voltaj ile lif morfolojisindeki boncuklu yapılanmanın değişimi  
(Fong ve diğ., 1999)

Yüksek voltaj, lif morfolojisinin yanı sıra liflerin kristalinitesini de etkilemektedir. Elektrostatik alan, polimer moleküllerinin daha düzenli olmasını sağlayarak daha iyi kristalinite sağlar. Ancak belirli bir değerin üzerindeki voltaj değerleri kristalin yapıyı azaltır. Artan voltaj değeri, jeti hızlandırdığından uçuş süresi kısalmır. Azalan uçuş süresi ile polimer moleküllerinin paralelleşerek düzgün yapı oluşturma süresinin de azalır. Bu yüzden, artan voltaj, polimer moleküllerine yeterli uçuş süresi vererek kristalinitenin artmasını sağlar (Ramakrishna ve diğ., 2005).

#### **2.4.2.2. Besleme Hızı**

Besleme hızı, elektrolif çekilebilmesi için gereken çözelti miktarını belirler. Uygulanan bir voltaj değerinde, stabil bir Taylor konisi oluşturabilmek için uygun bir besleme hızı gerekir. Besleme hızı arttığında ise lif çapında ve boncuklu yapılarda artış gözlenir. Bunun iğne ucundan çekilen çözelti miktarının artması sonucu olduğu açıktır (Ramakrishna ve diğ.,2005).

Çözeltinin besleme hızındaki değişimle lif morfolojisinin de değiştiği sonucuna ulaşılmıştır. Besleme hızı 0.3 ml/saat olduğunda liflerde boncuklanmanın meydana geldiği gözlenmiştir. Besleme hızı kritik değeri aştığında, iğne ucundaki jetin dağılım

oranı elektrik kuvvetleri tarafından çekilen jetin oranı aşacaktır. Bu durum jette kararsızlığa ve boncuklu yapılanmaya neden olur (Haghi ve Akbari, 2007).

Çözelti besleme hızı, iğne ucundan toplayıcıya uçuş süresince çözücünün buharlaşması için yeterli süreyi sağlaması için yeterli seviyede düşük olmalıdır. Aksi takdirde, lifler toplayıcı üzerine düşene kadar kurumaz ve liflerin birbirleri ile temas ettikleri noktalarda yapışmalar meydana gelir. Bu nedenle daha düşük besleme hızı, buharlaşma için daha fazla zaman sağlayacağı için daha istenir bir durumdur.

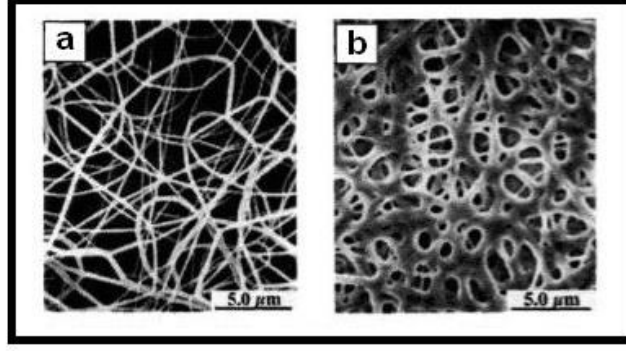
#### **2.4.2.3. Toplayıcı Tipi**

Elektrolif çekim işleminin başlayabilmesi için öncelikle topraklanmış toplayıcı ve şırında/pipet arasında elektriksel bir alan oluşmalıdır. Bu nedenle toplayıcı olarak alüminyum folyo gibi iletken bir materyal kullanılır ve bu materyal de elektriksel olarak topraklanır. Toplayıcı olarak iletken olamayan bir materyalin kullanılması durumunda, jet üzerindeki yükler, toplayıcı üzerinde çok hızlı birikir ve böylece daha az lif toplanmış olur.

Toplayıcı üzerine düşen lifler toplayıcının şeklini almaktadır. Farklı düzeneklerden elde edilen nanoliflerin özellikleri de birbirinden farklıdır. Elektrolif üretim toplayıcıları çok farklı şekillerde modifiye edilmişlerdir. Bunlara örnek olarak, metal ızgaralar, dönen tambur, dönen disk, taşıyıcı bant, üçgen çerçeve, paralel bilezik ve sıvı banyosu gösterilebilir.

#### **2.4.2.4. Toplayıcı-İğne Arası Mesafe**

Toplayıcı ile iğne arası mesafe, elektrolif çekim sürecinde elektrik alan kuvvetlerini ve uçuş süresini etkileyen önemli bir parametredir. Çözücünün buharlaşma süresi de düşünülerek uygun bir mesafe belirlenmelidir. Mesafe kısaldığında, buharlaşma süresi kısılır ve sonuç olarak kurumayan lifler de temas noktalarında birbirlerine yapışır. Toplayıcı üzerindeki liflerde boncuklu yapılar gözlenir. Şekil 2.15'te de iki farklı mesafeden çekilmiş Nylon 6,6 liflerinin SEM görüntüleri verilmiştir (Ramakrishna ve diğ., 2005).



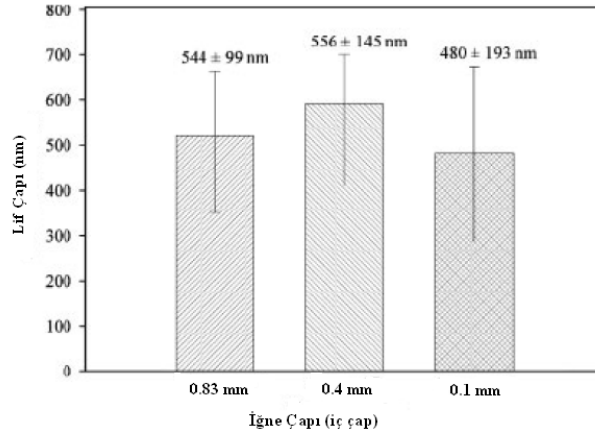
**Şekil 2.15** : İki farklı toplayıcı-iğne arası mesafeden elde edilmiş Nylon 6,6 liflerinin görüntüleri  
(a)2cm toplayıcı-iğne arası mesafe (b)0,5 cm toplayıcı-iğne arası mesafe

Mesafe çok arttırıldığında ise elektrolif çekimi için gerekli olan elektrostatik kuvvetler oluşmaz. Toplayıcı-iğne arası mesafeyle voltaj arasında ters bir orantı olduğu söylenebilir. Mesafeyi azaltmak voltajı arttırmakla aynı etkiyi yapmaktadır.

#### 2.4.2.5. Pipet/İğne Çapı

Pipet/iğne iç çapının elektrolif çekim prosesinde etkisi vardır. Küçük iç çap daha az tıkanma ve boncuklanma oluşumuna neden olmaktadır. Ayrıca pipet/iğne iç çapının küçük olması oluşan lif çaplarının daha ince olmasını sağlar. İğne/pipet ucunda oluşan damlanın çapı küçüldükçe damlacığın yüzey gerilimi artar. Aynı voltaj için, jet oluşumunun başlayabilmesi için daha fazla coulomb kuvveti gerekir. Sonuç olarak, jetin ivmesi düşerek, toplayıcıya ulaşmadan önce havada geçirdiği süre ve uzama miktarı artacağı için daha ince lifler oluşur. Ancak, pipet/iğne çapı çok düşük olursa da damlacığın pipet/iğne ucundan püskürtülmesi sorun olabilir.

Yapılan çalışmalarda, 18 numara (İç çap: 0,83 mm, Dış çap: 1,23 mm), 22 numara (İç çap: 0,4 mm, Dış çap: 0,7 mm) ve 26 numara (İç çap: 0,1 mm, Dış çap: 0,45 mm) iğneler ile diğer koşullar sabit tutularak 10-12 adet lifin SEM görüntülerini alarak çaplarını ölçmüşlerdir (Şekil 2.16).



**Şekil 2.16** : İğne iç çapının lif çapına olan etkisi (Gümüş, 2009).

Yapılan çalışmalar iğne iç çapının lif çapıyla yakından ilişkisi olduğunu göstermektedir. Ancak şekilde elde edilen sonuçlar ile iğne iç çapı ve lif çapı arasındaki korelasyonun açık bir şekilde var olmadığı saptanmıştır.

#### 2.4.2.6. Çözelti Sıcaklığı

Çözelti sıcaklığı, buharlaşma hızının artması ve çözelti viskozitesinin düşmesinde etkilidir. Düşük viskozitelere, coulomb kuvvetleri jet üzerinde daha fazla gerilme yaratarak daha düzgün ve ince liflerin elde edilmesinin sağlar. Çözelti sıcaklığının artması ile polimer moleküllerinin de hareketliliği artar. Bu durumda, coulomb kuvvetlerinin çözelti üzerindeki çekim etkisi de daha fazla olur (Ramakrishna ve diğ., 2005).

Çözelti sıcaklığının etkisini saptamak amacıyla yapılan çalışmalarda, yüksek çözelti sıcaklığında oda sıcaklığında elde edilen nanoliflere kıyasla daha düzgün ve üniform yapıda oluştuğunu tespit edilmiştir.

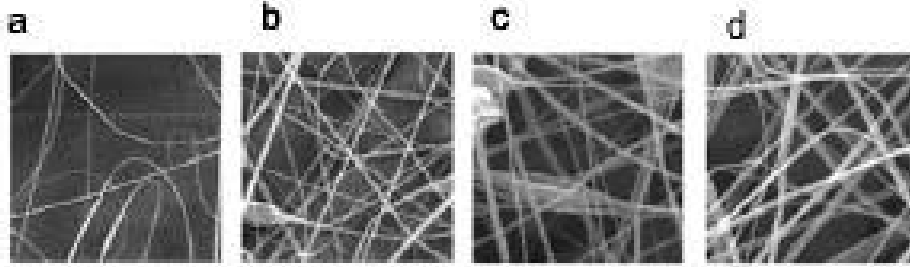
#### 2.4.3. Ortam Parametreleri

Elektrolif çekim işleminin gerçekleştirildiği ortam parametreleri, az sayıda araştırma yapılan ve çok fazla üzerinde durulmayan bir konudur. Polimer çözeltisi ve ortam arasındaki etkileşimin meydana gelen lif morfolojisi üzerinde etkisi olabilir. Örneğin, yüksek nemin liflerin yüzeyinde gözeneklere neden olduğu tespit edilmiştir (Ramakrishna ve diğ., 2005). Nem, ortam sıcaklığı, atmosfer tipi ve basıncı elektrolif çekim prosesini etkileyen faktörlerdir.

### 2.4.3.1. Nem

Elektrolif çekim işlemi süresince ortamdaki nem polimer çözeltisini etkiler. Yüksek nem miktarında su molekülleri lif yüzeyinde yoğunlaşarak, özellikle uçucu çözücülerle hazırlanan çözeltilerde lif morfolojisini etkiler. Artan nem ile lif yüzeyinde dairesel gözenekler oluşur. Aynı zamanda, bağıl nem miktarı çözücünün buharlaşma hızı ile de ilişkilidir. Düşük nemde çözücü çok hızlı buharlaşabilmektedir (Ramakrishna ve diğ., 2005).

Bağıl nem ile ilgili yapılan çalışmalar, nem arttık lif çaplarının da arttığını göstermiştir. Artan nem ile birlikte, jetin uzamasını azaltan elektrik alan kuvveti artar veya elektrostatik kuvvetler polimer jeti üzerinde hareket edemezler. Şekil 2.17'de artan nemin lifleri daha kaba hale getirdiği gözlenmiştir (Gümüş, 2009).



Şekil 2.17 : Bağıl nemdeki değişimlere bağlı olarak değişen lif morfolojilerinin SEM görüntüleri: 7% polimer konsantrasyonunda, bağıl nem oranları (a)10% (b)30% (c)50% ve (d)70%

### 2.4.3.2. Atmosfer Tipi

Elektrolif çekim işleminin gerçekleştiği havanın bileşimi bu prosesi etkileyen bir diğer faktördür. Bazı gazlar yüksek elektriksel alan içerisinde farklı davranışlar sergilemektedir. Örneğin helyum, yüksek elektriksel alanda bozulur ve elektrolif çekim işlemini engellemektedir (Ramakrishna ve diğ.,2005).

### 2.4.3.3. Basınç

Elektrolif çekim işlemine basıncın etkisini ancak kapalı ortamda görebilmek mümkündür. Genellikle, ortamdaki basıncın azalmasının elektrolif çekim işleminde olumsuz etkiye sahip olduğu görülmüştür. Elektrolif çekimi işlemi, atmosfer

basıncından daha düşük bir basınç altında gerçekleştirildiğinde şırıngadaki çözeltinin dışarı akma eğilimi daha fazla olur ve bu durum stabil olmayan bir jet başlangıcına sebep olmaktadır (Ramakrishna ve diğ., 2005).

#### **2.4.3.4. Ortam Sıcaklığı**

Çözeltinin buharlaşma oranı, ortam sıcaklığı düşük olduğunda yavaşlamaktadır. Toplayıcıya ulaşan polimer jeti tamamen katılaşmamaktadır ve böylece oluşan liflerin çapları artmaktadır. Eğer ortam sıcaklığı yüksek olursa, polimer jetinin püskürtülmesi ve jetin uzaması için gerekli süre yüksek katılaşma oranından dolayı sağlanamamaktadır. Bu durumda, lif çapları ve lif çap dağılımları artmaktadır. Sonuç olarak, çözücünün buharlaşması ve daha ince lifler elde edilebilmesi için optimum sıcaklık değerleri sağlanmalıdır (Gümüş, 2009).

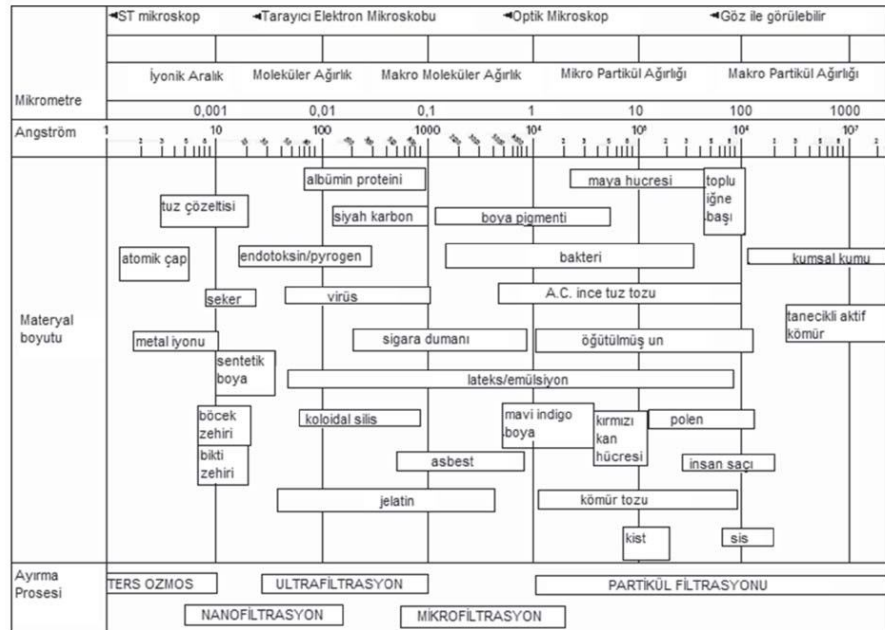
#### **2.5. Filtrasyon**

Filtrasyon terimi, bir maddeyi diğerinden ayırmak için kullanılan bir mekanizma veya yöntem olarak tanımlanabileceği gibi atık maddelerin uzaklaştırılarak maddenin saflaştırılması olarak da tanımlanabilmektedir. Maddenin katı, sıvı ve gaz gibi üç fazı içinde uygulanabilmektedir. Tekstil filtre materyalleri genellikle katı-gaz ve katı-sıvı ayırımında kullanılır. Katı partiküllerin tekstil filtre yapıları ile katılardan ve gazlardan ayrılması, çok sayıda endüstriyel işlem için ürünün saflığını arttıran, enerji tasarrufu sağlayan, proses verimliliğini yükselten, değerli maddelerin geri kazanılmasına olanak tanıyan, kirlilik kontrolünde ve çevresel etkilerde genel anlamda iyileşme sağlayan bir işlemdir. Hava saflaştırıcılar, kişisel koruyucu ekipmanlar (cerrahi maske, önlük ve gaz maskeleri), yağ ve yakıt filtreleri, içlerinde tekstil fabrikalarının da bulunduğu endüstriyel tesislerin atık su arıtma ve kimyasal boyar madde geri dönüşümü tesislerinde kullanılan yapılar tekstil filtre kullanım alanlarına bazı örneklerdir. Özellikle son zamanlarda oldukça yaygınlaşan kuş gribi, domuz gribi gibi bulaşıcı salgın hastalıkların artmasıyla birlikte koruyucu maske kullanımı çok büyük önem taşımaktadır. Maske kullanımının temel amacı, solunum sistemi yoluyla saçılan enfeksiyon kaynağını oluşturan damlacıkların kullanan kişi tarafından etrafa saçılmasını engellemektir. Avrupa ülkelerinde kullanılan maskeler EN 149 ile 3 farklı şekilde sınıflandırılmıştır. Bunlardan FFP1 modelleri 0,3 mikron



büyükliğindeki partikülleri %80 oranında filtre ederken, FFP2 modelleri %94 ve FFP3 modelleri ise %99 oranında filtre edebilmektedir (İkiz ve Üstün, 2010). Yüksek yüzey alanları ve gözenekli yapıları nanoliflerin sıvı ve katı filtrasyonu için daha avantajlı duruma gelmesini sağlamaktadır. 1982 yılında Donaldson şirketi tarafından ticarileştirilen ilk elektrolif ürünü Ultra-Web® olmuştur. Elektrolif çekim yöntemiyle üretilmiş nanoliflerin potansiyel kullanım alanları hava filtreleri, toz toplama üniteleri, otomobil filtreleri, HVAC sistemleri ve sıvı filtrasyonudur.

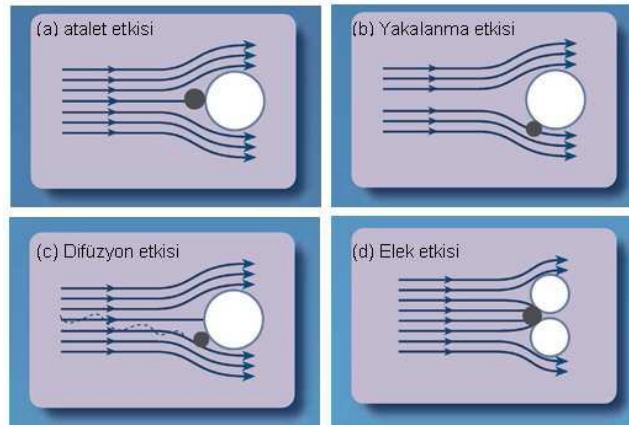
Hassas filtreleme işlemleri yani çok küçük boyuttaki partiküllerin sıvı akışkanlarından ayrıştırılması mikrofiltrasyon, ultrafiltrasyon, nanofiltrasyon ve ters osmoz prosesleriyle gerçekleştirilir. Nanolif kategorisindeki liflerden elde edilen dokusuz yüzey kompozitler yüksek etkinlikleri sebebiyle sıklıkla mikrofiltrasyon ve ultrafiltrasyon amacıyla kullanılır. Mikrofiltrasyon inceliği 0,1 µm (100 nm)'den daha az olan parçacıkların filtrasyonunda kullanılır. Ultrafiltrasyonda ise maruz kalınan parçacık boyutu 0,004 µm-0,1 µm (4-100 nm) arasındadır. Nanofiltrasyon için boyut aralığı yaklaşık olarak 0,0012 µm-0,012 µm (1,2-12 nm)'dir. Şekil 2.18'de farklı çaplara sahip bazı partiküllerin filtrasyon mekanizmaları gösterilmiştir.



Şekil 2.18 : Partikül boyutuna göre filtrasyon mekanizmaları (Hutten, 2007).

Günümüzde, sanayi, hastaneler, okullar, işyerleri gibi ortamlarda sağlanan hava kalitesi gittikçe düşmektedir. Bu yüzden, istenilen hava kalitesini arttırmak için yeni filtrasyon materyalleri geliştirmek bir zorunluluk haline gelmiştir. Nanolifler, diğer materyallerle kompozit olarak bir çok uygulama alanında kullanılabilir. Donalson, DuPont gibi büyük şirketler nanolif filtre materyalleri üretmektedirler. Genellikle, daha ince lifler atalet ve yakalama etkilerinden dolayı daha yüksek filtrasyon verimliliklerine sahiptirler (Gümüş, 2009).

Toz parçacıkları tekstil lifleri etrafında zorluklarla dolu bir yol izlemek durumundadır. Eğer partikülün boyutları tekstil materyali içerisindeki gözenek boyutlarından daha büyük ise, partikül kolayca durdurulur. Gözenek boyutlarından daha küçük olan partiküller farklı yakalama mekanizmaları ile çalışır (Şekil 2.19).



Şekil 2.19 : Filtrelerin tozları yakalama mekanizmaları (www.ulpatek.com)

*Atalet etkisi:* Akım yollarının önüne bir filtre elyafı çıktığı zaman onun etrafında paralelliklerini bozmadan dönerek yollarına devam ederler. Ancak akış içinde sürüklenen tanecikler ataletleri dolayısıyla filtre elyafı etrafında dönemeyerek, elyafa çarpıp onun yüzüne yapışırlar. Bu etki hava hızının artması, tanecik çapının büyümesi ve elyaf çapının küçülmesi ile artar.

*Yakalanma etkisi:* Tanecik çapı çok küçük ise tanecik hava ile beraber elyaf iplikçiği etrafında bir yörünge takip edebilir. Ancak bu yörünge taneciğin elyaf etrafındaki hareketinde, elyafa tanecik yarıçapından daha yakın bir yerden geçiyorsa, tanecik elyaf tarafından yakalanır ve elyafa yapışır. Tanecik çapı artıp, elyaf çapı ve elyaf iplikçikleri arasındaki mesafe azaldıkça bu etki artar. Bir filtre elyafı içinde, tutulmak

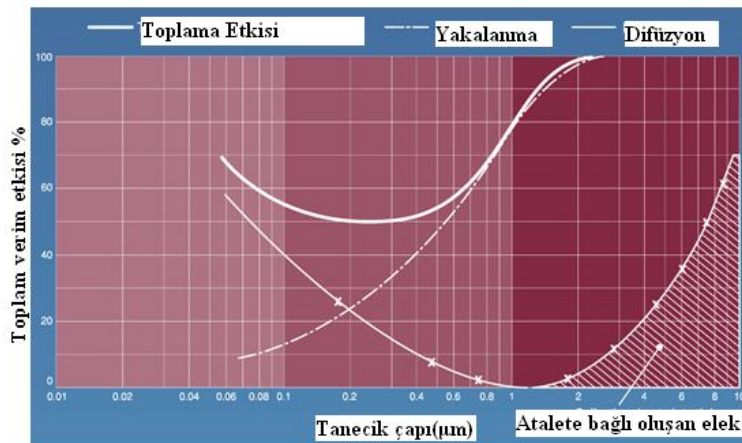
istenen tanecik çapına yakın ne kadar küçük çaplı filtre elyafı varsa bu yakalama etkisi de o derece kuvvetli olur.

*Difüzyon etkisi:* Tanecik çapının 1  $\mu\text{m}$ 'den daha küçük olması halinde, taneciklerle çarpışan gaz molekülleri onların düzensiz hareketlenmelerine neden olabilmektedir. Gaz moleküllerinin Brownian hareketi denilen bu davranışları sonucu filtre elyafı ile çarpışan tanecikler onlara yapışabilmektedir. Bu etki hava hızı, tanecik çapı ve elyaf çapı küçüldükçe artmaktadır.

*Elek etkisi:* En basit mekanizma olarak tanımlanabilen elek tipi filtrasyon etkisinde şekil 3.17'de görüldüğü gibi çapı filtre elemanı olarak iki elyaf iplikçığının arasındaki açıklıktan daha büyük olan taneciklerin tutulması olayıdır.

Bir filtrenin toplam verimi bu dört filtrasyon etkisinin toplamından oluştuğu için, toplam verimin belli koşullar altında, belli bir minimum değeri olacaktır. Büyüyen tanecik boyutu ile yakalanma ve atalet etkileri artarken, difüzyon etkisi ise azalmaktadır. Bu da, bir filtrede yakalanması en zor olan belirli bir tanecik boyutunun varlığına işaret etmektedir (MPPS).

Şekil 2.20'de cam yünü elyafından yapılmış hassas bir filtrede, bütün bu mekanizmaların verim üzerindeki etkisi ile toplam verimin tanecik çapına göre değişimi görülmektedir. Buradan, 0,15-0,3  $\mu\text{m}$  çapındaki taneciklerin tutulması en zor olan tanecikler olduğu görülür (Özkaynak, 2009).



Şekil 2.20 : Filtrasyon mekanizmasının tanecik çapına göre verim etkisi (Özkaynak, 2009)

Bir filtrenin toz toplama yeteneđi  $E$ , tek bir lifin toz toplama yeteneđi de  $\eta$  ise;

$$E = 1 - e^{\left(\frac{-4\alpha\eta t}{\pi D_f}\right)} \quad (2.9)$$

Burada  $\alpha$  katı hacim oranı (lif hacmi/filtre hacmi),  $\eta$  hava viskozitesi,  $t$  filtrenin kalınlıđı ve  $D_f$  ise lif apıdır.

Hava filtrasyonunda tek bir lifin filtreleme etkisinde atalet, yakalanma ve difüzyon mekanizmaları etkili olacaktır. Bu mekanizmaları toplamı tek bir lifin filtreleme veriminin hesaplanmasında kullanılabilir.

$$\eta = \eta_A + \eta_Y + \eta_D \quad (2.10)$$

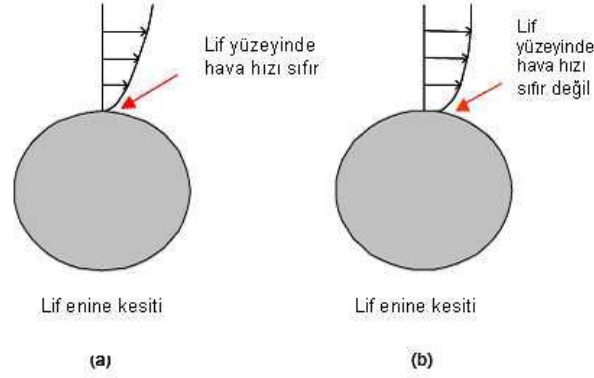
Burada  $\eta_A$  atalet,  $\eta_Y$  yakalama,  $\eta_D$  difüzyon ile tek bir lifin yakalama etkisini vermektedir.

Nanometrik boyutlarda lifler için, lif yüzeyinde meydana gelen hava akımının etkisini de analiz etmek önemlidir. Lifler, boyutlarının yeterince küçülmesinden dolayı, havadaki molekül hareketlerinden ve hava akımından çok daha fazla etkilenmeye başlar. Knudsen sayısı ( $K_n$ ), lif yüzeyindeki akışkanın moleküler hareketini tanımlamak için kullanılır. Knudsen sayısı;

$$K_n = \frac{\lambda}{R_f} \quad (2.11)$$

olarak hesaplanır. Burada  $\lambda$  havanın aldığı ortalama serbest yolu ( $\lambda = 0,066 \times 10^{-6}$  m, standart şartlarda) ve  $R_f$  liflerin ortalama apını simgeler. Kayan akışın başlayacağı kesin bir  $K_n$  sayısı yoktur.  $K_n$  sayısı 0,1'den büyük olduđu durumlarda, özellikle 0,25 civarına geldiğinde kayan akışın oluđu gözlenmiştir. Normal hava koşullarında, ortalama serbest yolu 0,066  $\mu$  m olan hava için, apları 0,5  $\mu$  m'den daha küçük olan lifler kaymalı akıma maruzdur (Graham ve diđ., 2002; Barthe ve Ramakrishna,

2007). Kayan akışta lif yüzeyindeki hava hızı sıfır kabul edilir. Ayrıca, kayan akış sayesinde havaya karşı olan direnç ve basınç düşecektir (Şekil 2.21).



**Şekil 2.21** : Nanolifler üzerinde kayan akışın meydana gelişi (Barthe ve Ramakrishna, 2007).

Ticari sıvı filtrasyon sistemleri için göz önünde bulundurulması gereken faktörler filtre tıkanması, filtre kumasının hizmet ömrü, süzülen malzemenin filtre saflığı ve süzülen tabakanın uzaklaştırılmasını içerir. Ayrıca sıvı filtrasyonda çekme sözü konusu olduğu için çekme testi de önemlidir. Gaz ve toz filtrasyonunda kullanılan kumaşlardaki önemli test özellikleri, diferansiyel basınç, etkinlik, mukavemet ve kimyasal dayanımı içerir. Özellikle eğer kumaş testten kalıyorsa, bu parametrelerin hepsi test edilir.

Kumaşların filtrasyonunu hava teknikleriyle ölçmek daha kolaydır. Aslında belli hacimde suyun ister yerçekimli ister vakumlu ortamda kumaş içersinden geçirilerek kumaşların sıvı geçirgenliği ile filtrasyonunu ölçmek için test yöntemleri vardır. Hava filtrelerinin etkinliği, filtrenin bir hava akısından partikülleri ayırma yeteneğini ölçer. Tutulan toz miktarı, hava akısına maruz kalan filtreden elde edilen partikül miktarını belirleyen bir tür etkinlik ölçümüdür. ASHRAE 52-76 Standart Test Metodu, tutulan toz miktarı ölçümleri için yaygın olarak kullanılır. Bu metotta, temiz bir filtre numunesi, bir rüzgar tüneli içerisine yerleştirilir. Bilinen miktarda ASHRAE sentetik tozu, filtrenin akış basından hava akımına verilir. Toz, partiküller filtreyi düzgün bir dağılımla kaplayana kadar kontrollü bir oranda beslenir. Filtrede yakalanamayan partiküllerin arasından geçip gitmesi için filtre hava akımında beş dakika bırakılır. Eklenen toza bağlı olarak ağırlık artısını saptamak için filtre çıkarılıp tartılır. En sonunda, tutulan toz oranı, test öncesi ve sonrası filtre ağırlık farkının verilen toz miktarına bölümüyle hesaplanır.

Filtre testlerinin yapılması ile ilgili var olan iki ana kaynak; ABD standartları (ASHRAE, IEST; MIL) ve Avrupa standartlarıdır (CEN; EN779 ve EN1822). ASHRAE, kaba filtreler için ağırlık bazlı Ortalama Ağırlık Yakalama verimini kullanırken, hassas filtreler için kirlenme bazlı Ortalama Atmosferik Toz Lekesi Verimini kullanmaktadır. Diğer yandan EN779 : 2000 de hem kaba hem de hassas filtreler, içerisinde DEHS (veya eş değer) taneciği bulunan hava ile beslenerek, filtrenin iki tarafındaki optik tanecik sayaçları aracılığıyla, veriminin ölçülmesi yöntemini kullanmaktadır. Tablo 2.1 EN 779 sınıflandırmasını vermektedir. Filtreler Kaba ve ince olmak üzere iki grupta toplanmaktadır. Kaba filtreler G ve ince filtreler F harfleri ile yazılırlar. G standartlarında basınç düşmesi 250 Pa iken, F standartlarında basınç düşmesi 450 Pa'dır. Bu filtrelerin EUROVENT 4/5 sınıflandırmasındaki karşılıkları da tabloda verilmiştir (Tablo 2.1).

**Tablo 2.1 : EN 779 Standartları**

		Ortalama Yakalama Am (%)	Ortalama verimlilik Em (%)	EUROVENT 4/5 eşiti
Filtre grubu	Filtre sınıfı	Filtre sınıf limitleri		Filtre sınıfı
Kaba (G)	G1	Am<65		EU 1
	G2	65<Am<80		EU 2
	G3	80<Am<90		EU 3
	G4	90<Am		EU 4
İnce (F)	F5	-	40<Em<60	EU 5
	F6	-	60<Em<80	EU 6
	F7	-	80<Em<90	EU 7
	F8	-	90<Em<95	EU 8
	F9	-	95<Em	EU 9

HEPA (High Efficiency Particulate Air) ve ULPA (Ultra Low Penetration Air) filtreler için Avrupa'da CEN standartları, ABD'de IEST ve MIL'in yayınladığı tavsiye şeklindeki standartlar kullanılmaktadır. IEST standartlarına göre HEPA filtrelerin verimi 0.3 µm'de tanımlanmaktadır. Buna karşı, EN 1822 filtre verimi için MPPS'daki (Filtreden en kolay geçen tanecik boyutu) tanımı yapmıştır. Bu iki standartta filtre test şekilleri de değişmektedir. Filtre testleri için, IEST tanecik sayaçlarını ve fotometreleri tavsiye ederken, EN 1822 tanecik sayaçlarını zorunlu kılmaktadır (Özkaynak, 2009). Tablo 2.2, EN 1822 sınıflandırmasını vermektedir.

**Tablo 2.2 : EN 1822 Standartları**

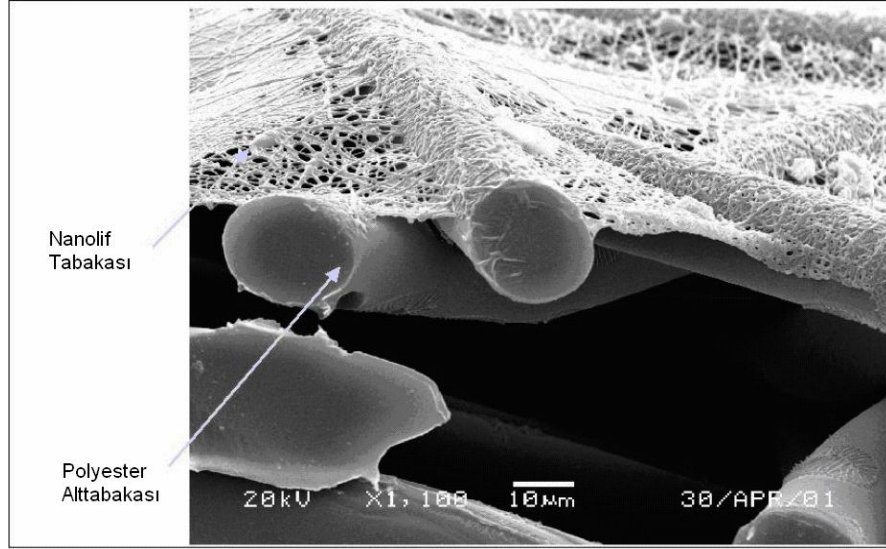
Filtre grubu	Filtre sınıfı	MPPS toplam değerleri			MPPS lokal değerleri		
		Minimum verimlilik (%)	Maksimum geçirgenlik (%)	Minimum D.C.	Minimum verimlilik (%)	Maksimum geçirgenlik (%)	Minimum D.C.
HEPA (H)	H10	85	15	6.7			
	H11	95	5	20			
	H12	99.5	0.5	200			
	H13	99.95	0.05	2.000	99.75	0.25	400
	H14	99.995	0.005	20.000	99.975	0.025	4.000
ULPA (U)	U15	99.9995	0.0005	200.000	99.9975	0.0025	40.000
	U16	99.99995	0.00005	2.000.000	99.99975	0.00025	400.000
	U17	99.999995	0.000005	20.000.000	99.9999	0.00001	1.000.000

## 2.6. Elektrolif Çekim Yöntemiyle Üretilen Nanoliflerin Filtrasyon Uygulamaları

Elektrolif çekim yönteminin filtrasyon yapılarında kullanımıyla ilgili çalışmalara bakıldığında genellikle hammadde, lif özellikleri veya kompozit yapı bileşenlerinin değiştirilmesiyle filtrasyon performansındaki değişimler incelenmiştir. Graham ve arkadaşları (2002), nanoliflerden elde edilen filtre yapılarının hava filtrasyonunda kullanımı ve filtrasyon performansını değerlendirmişlerdir. Birçok laboratuvar testlerinde nanoliften elde edilen yapıların düşük geçirgenlikle birlikte yüksek filtrasyon verimliliği sağladığı görülmüştür. Qin ve Wang (2006), benzer bir çalışma yaparak nanoliflerden elde edilen filtrelerin yüksek adsorbanlık ve mükemmel filtrasyon özelliklerine sahip olduklarını tespit etmişlerdir. Heikila ve arkadaşları (2007), poliamid-66 elektrospun lifleriyle kaplı örme, dokuma ve dokusuz yüzeylerin filtrasyon performanslarını ve nanolif katmanlarının uzama performanslarını test etmişlerdir. Kaplanmış nanoliflerin en düşük nanolif gramajında bile ( $0,02 \text{ g/m}^2$ ) filtrasyon verimliliğinin kaplanmamış örneklere göre çok belirgin bir şekilde arttığı ve en yüksek nanolif kaplama gramajında ( $0,5 \text{ g/m}^2$ ) mikronaltı aerosol partiküllerine karşı filtrasyon verimliliğinin %90'a ulaştığı görülmüştür. Nanolif kaplamaların uzama özelliklerinin elastik materyallerle birlikte kullanıma uygun olmadığı, daha rijit yapıdaki spunbond yüzeyler ve daha kalın nanolif katmanlarıyla birleştirilmeye uygun olduğu da elde edilen sonuçlar arasındadır.

Filtrasyon işleminde nanolif kullanılmasının en önemli nedenleri, ince lif yapısı, mikro gözenekleri ve yüksek yüzey/alan oranları gibi özellikleridir. Filtrasyon

amacıyla kullanılan liflerin çapı 0,25 µm civarındadır. Nanolif ağları, çok düşük inceliğe ve sınırlı mekaniksel özelliklere sahip olduğu için daha mukavim ve stabil yapı oluşturmak için genellikle ‘substrate’ adı verilen lif katmerleri kullanılır. Şekil 2.22’de spunbond yüzey üzerine çekilmiş nanolifler gösterilmiştir.



**Şekil 2.22** : Spunbond polyester dokusuz yüzey üzerine yerleştirilmiş nanoliflerden oluşan filtre (Grafe ve Graham, 2002)

Tablo 2.3’te farklı metotlarla elde edilen liflerin lif çapları ve birim kütleye düşen yüzey alanı değerleri verilmiştir (Grafe ve Graham, 2002).

**Tablo 2.3** : Nano, spunbond ve meltblown liflerinin lif çapı ve birim ağırlıktaki yüzey alanları

Lif Tipi	Lif Çapı (µm)	Birim Ağırlıktaki Yüzey Alanı (m <sup>2</sup> /g)
Nanolif	0.05	80
Spunbond	20	0.2
Melt blown	2.0	2

Filtrasyondaki esas amaç olan küçük gözenek boyutu ve yüksek yoğunluk, nanolifleri yüksek filtrasyon verimliliği için avantajlı duruma getirmiştir.



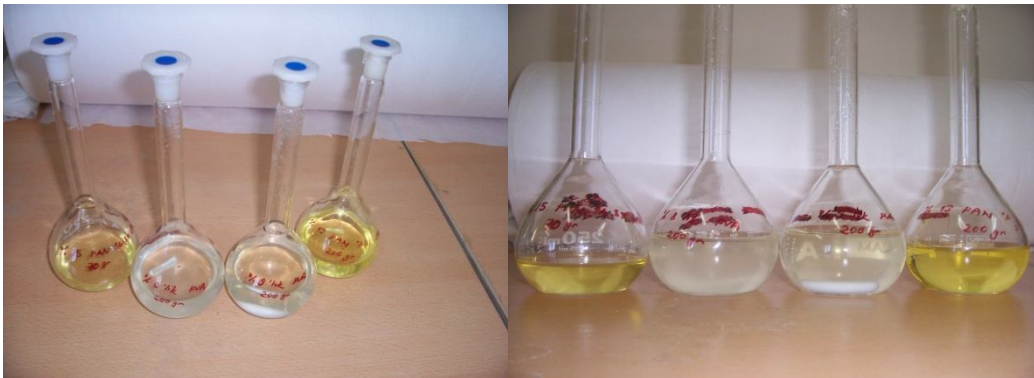
## BÖLÜM III

### MATERYAL VE YÖNTEM

#### 3.1. Materyal

Bu çalışmada elektrolif çekim işlemlerinde PVA ve PAN polimerleri kullanılmıştır. PVA polimerinin suda çözünürlüğü, hidrofil yapısı, biyouyumluluğu, kimyasal dayanımı, doğal yapışkanlığı ve hidroksil gruplarının kolay modifikasyonu gibi avantajları vardır. Molekül ağırlığı 72.000 g/mol polimer “Merck” firmasından satın alındı ve saf su içerisinde % 6-8-10-12-13-14 oranlarında manyetik karıştırıcı ile 80-100 °C’de en az 4 saat sürekli olarak karıştırılarak eritilmiştir.

PAN membran yapımında yaygın kullanılan bir polimer olup elektrolif çekim yönteminde kolay ve oldukça hızlı çekilebilmektedir. PAN kopolimeri ve çözgeni dimetilasetamid “AKSA” firması tarafından temin edildi. Literatürde çoğunlukla çözgen olarak Dimetilformamid kullanılmaktadır. PAN polimeri çözgeni içerisinde %13-15 oranlarında 80-100 °C’de manyetik karıştırıcı ile en az 4 saat sürekli olarak karıştırılarak eritilmiştir. Şekil 3.1’de deneysel çalışmalarda kullanılmak üzere hazırlanan farklı konsantrasyonlara sahip PAN ve PVA çözelti karışımları görülmektedir.



Şekil 3.1 : Farklı konsantrasyonlarda elde edilen PAN ve PVA çözelti karışımları

Farklı çözelti karışımlarını da kullanmak için “İnovenso” firmasından 100 ml’lik Poliüretan(PU)-Dimetilformamid (DMF), Poliamid (PA)-Formik asit ve PVA-su

polimer çözelti karışımları satın alınmıştır. %13 PU, %15 PA ve %10 PVA konsantrasyonuna sahip çözeltiler Şekil 3.2’de görülmektedir.



Şekil 3.2 : INOVENSO firmasından satın alınan PU, PA ve PVA polimer çözeltileri

Kendi hazırlamış olduğumuz polimerlerin viskoziteleri Vibro Viscometer SV-10 (Şekil 3.3) ile ölçülmüştür.



Şekil 3.3 : Vibro Viscometer SV-10

Elektrolif çekimi için polimer çözeltisinden doğrudan nanolifli alan elde etmek için gerekli olan elektrik alan, Matsusada firmasından alınan AU-40-0.75 modeli yüksek voltaj güç kaynağı ile yapılmıştır. Yüksek Voltaj güç kaynağında maksimum voltaj değeri 40 kV ve akım değeri 0.75 A'dir (Şekil 3.4). Voltaj güç kaynağından çıkan pozitif elektrod vasıtası ile polimer çözeltisine uygulanmıştır.



**Şekil 3.4 :** Matsusada AU-40-0.75A modelli yüksek voltaj güç kaynağı

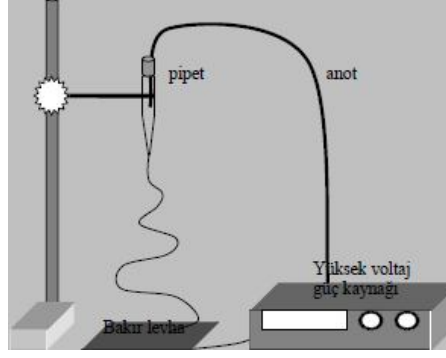
Elektrolif çekim prosesinde kullanılacak polimer çözeltilerinin belirlenen konsantrasyonlarda hazırlanabilmesi için polimer toz malzeme, PRECİSA marka XB220A model hassas terazide tartılarak, uygun miktarlarda çözelti karışımları hazırlanmıştır.

### **3.2. Yöntem**

Elektrolif çekim işlemi için aşağıdan yukarıya ve yukarıdan aşağıya olmak üzere iki farklı lif çekim düzeneği tasarlanmıştır.

#### **3.2.1. Yukarıdan Aşağıya Lif Çekim Düzeneği**

Deneysel çalışmaların ilk aşamasında, yukarıdan aşağıya tekli elektrolif çekim sistemi ile lif çekilmiştir. PVA-Su ve PAN-DMF ile hazırlanan polimer çözeltileri iç çapları 0,50 mm olan pipetler içerisine doldurulmuştur. Pipetlerin içine bakır tel daldırılarak elektrik ile yüklenmesi sağlanmıştır (Şekil 3.5). Pipetler düşey konumda ve yer çekimi ile beslenmektedir. Altta bulunan bakır plaka ile elektrik alanı oluşturulmaktadır. Pipet ucundan fışkıran nanolifler toplayıcı işlevini gören bakır plaka üzerine düşmektedir. Nanoliflerin yüzey yapılarını ve çaplarını SEM analizi yaparak incelemek için, bakır levha üzerine lam konularak nanolif örnekleri lam üzerine düşürülmüştür. Bunun sebebi, SEM örneklerinin lam üzerinden alınmasının daha kolay olmasıdır.



Şekil 3.5 : Tekli Elektrolif çekim sistemi

Deneysel çalışmaların ikinci aşamasında ise istenilen ende dokusuz yüzey elde etmek için çoklu elektrolif çekim düzeneği tasarlanmıştır (Şekil 3.6). Bu tasarımda pipetler arasındaki mesafe 7,5 cm alınarak tahta üzerinde 5 ml polimer alacak şekilde delikler açılmıştır. 4x6 (24) adet delik içine pipetler gömülerek polimer üstten beslenmekte ve düşey olarak yerçekimi ile polimer akışı sağlanmaktadır. Deliklerin çapı pipet çaplarından büyük olduğundan dolayı zaman içerisinde polimer akışı sağlandıkça pipet içerisindeki polimer deliklerden beslenerek yüksekliği sabit kalmaktadır. Pipetlerin içerisine ince bakır teller daldırılıp diğer uçtan elektrik ile yüklenerek aynı anda hepsinin elektrik ile yüklenmesi sağlanmaktadır. Bakır levha, çapraz konumdaki silindir üzerinde sarılmıştır. Bakır levha üzerine de meltblown taşıyıcı yüzey sarılmıştır. Nanolifler hafif oldukları için pipet ucundan çıktıktan sonra elektriksel kuvvetler ile bakır levhaya doğru sürüklenmekte ancak polimer damlacıkları ağır olduğundan elektriksel kuvvetler taşıyamamakta ve zemine düşmektedir. Bu konumda öndeki 3 pipetten aynı anda lif çekimi gerçekleşmekte ve dokusuz yüzey üretimini yavaşlatmaktadır. Pipetler arasındaki mesafe 7,5 cm'den düşük olduğu durumlarda iki pipetten çıkan nanolifler havada çarpışmakta ve yüzeyin homojenliğini bozmaktadır. Ancak mesafe yüksek olduğundan pipetlere tam karşı gelen noktalarda daha fazla nanolif birikmekte, pipetler arasında kalan noktalarda ise yüzey seyrek kalmaktadır. Pipetler enine yönde vargel hareketi yaptırılarak homojen bir yüzey elde edilmeye çalışılmıştır.

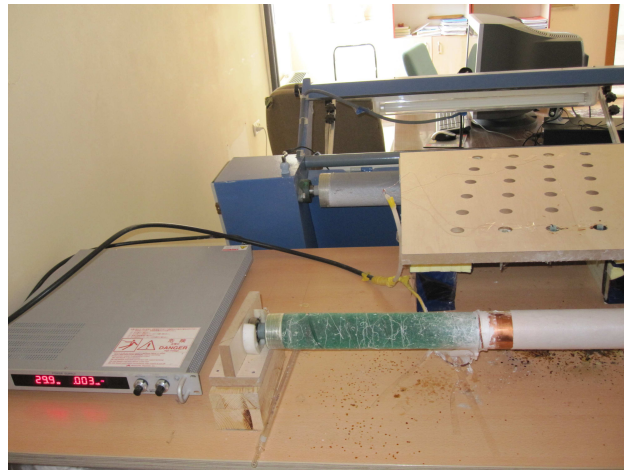
Bu elektrolif çekim düzeneği için PAN ve PVA polimerleriyle farklı konsantrasyonlarda polimer çözeltileri hazırlanmıştır. PVA ile % 6-8-10-12-13-14 konsantrasyonlarında PVA-Su polimer çözeltileri, PAN ile de %13-15 konsantrasyonlara sahip PAN-DMF polimer çözeltileri hazırlanmıştır. PVA-Su

polimer çözeltileri ile 20 kV-30 kV-40 kV voltaj deęerleri ve 10 cm-15 cm pipet ucu ile toplayıcı arasındaki mesafeye baęlı olarak meydana gelen farklı lif çapları incelenmiştir. PAN-DMF polimer çözeltileri ile de 15 kV-20 kV-25 kV-30 kV-35 kV voltaj deęerlerinde ve 10 cm-15 cm-20 cm pipet-toplayıcı mesafelerinde meydana gelen lif çapları incelenmiştir.

Filtrasyon testleri için en uygun şartları belirlemek için çalışmalar yapılmıştır ve 30 cm pipet ile toplayıcı arasındaki mesafe, 30 kV voltaj deęeri ve %12 konsantrasyon ile hazırlanan PVA-Su polimer çözelti karışımları filtrasyon testlerinde kullanılmıştır.

Bu düzenek kullanılarak yukarıda açıklanan üretim şartlarında meltblown taşıyıcı yüzeyler üzerine farklı ağırlıklarda elektrolif çekim yöntemi ile elde edilen nanolifler ile dokusuz yüzeyler oluşturulmuştur. Bu yüzeyler filtrasyon yüzeyi olarak hazırlanmıştır.

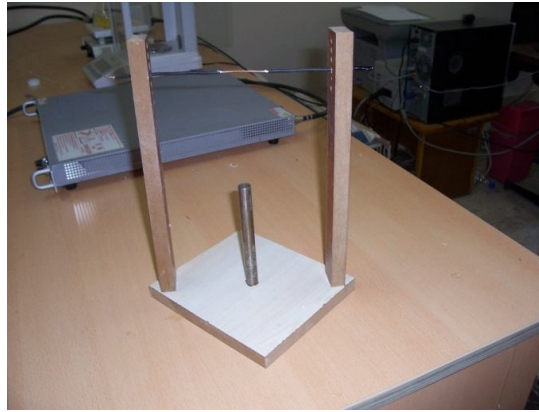
Taşıyıcı yüzeyler farklı karakterlerde sandviç yapısına benzer şekilde Meltblown-Nanolif yüzey-Meltblown (MNM) ve Meltblown-Nanolif yüzey-Meltblown (MNNM) yerleşimi ile hazırlanmıştır.



Şekil 3.6 : Pipetlere çapraz konumda toplayıcı çoklu düzenek

### 3.2.2. Aşağıdan Yukarıya Elektrolif Çekim Sistemi

Elektrolif çekim sistemi ile yukarıdan aşağıya nanolif üretimi gerçekleştirilmiştir. Bu kez farklı bir sistem tasarlanarak aşağıdan yukarıya nanolif üretmek için çalışmalar yapılmıştır. Bu çalışmaların ilk aşamasında aşağıdan yukarıya tekli elektrolif çekim sistemi tasarlanmıştır. Bu sistemin amacı, nanoliflerin üretimi ve hazırlanan çözeltilerin viskozite uygunluğunu saptamaktır (Şekil 3.7).



Şekil 3.7 : Viskozite uygunluğunu saptamak için hazırlanan basit düzenek

Bu düzenekte metal silindir şeklinde bir boru ve bir kısmı bakır kablodan sızdırılmış olan ince bakır tel kullanılmıştır. Metal boru ile bakır kablodan sızdırılarak sağlanan ince bakır tel arasında yüksek gerilim kaynağı ile elektrik alan oluşturulmuştur. 2 cm aralıklarla iki dikey tahtada karşılıklı delikler açılmıştır. Böylece, 9 cm, 11cm, 13 cm ve 15cm gibi farklı mesafelerde farklı çözeltiler için denemeler yapmak mümkün hale gelmiştir. Bu düzeneğin temel amacı, proses parametrelerinden çözelti yoğunluğuna, uygulanan yüksek voltaja, akışkanın viskozitesine ve aradaki mesafeye göre lif özelliklerini incelemek ve konsantrasyon uygunluğunu saptamaktır.

Verimli sonuçlar elde edebildiğimiz çözelti konsantrasyonlarından % 9 ve % 8 konsantrasyonlara sahip PAN ve PVA polimer çözelti karışımları için farklı mesafe, ve voltaj etkisinde SEM görüntüleri alınmak üzere 16 adet numune hazırlanmıştır (Şekil 3.8). Hazırlanan nanolif numunelerinin SEM görüntüleri Bilkent Üniversitesi UNAM'da incelenmiştir.



**Şekil 3.8 :** SEM için hazırlanan PVA ve PAN nanolif örnekleri

Aşağıdan yukarıya elektrolif çekim sisteminin ikinci aşamasında elde edilen nanoliflerden bir tülbent oluşturmak ve filtrasyon malzemesi üretmek amacıyla bir makine sistemi tasarlanmıştır (Şekil 3.9). Bu sistemde, yerçekimine karşı nanolifli yüzeyler elde etmek hedeflenmiştir.



**Şekil 3.9:** Filtrasyon örnekleri hazırlamak için tasarlanan nanolif yüzey elde etme sistemi

Tasarlanan sistemde temel amaç, 30 cm uzunluğunda içinde polimer çözeltisinin bulunduğu mika malzemenin içindeki metal dönen silindir ile uygun mesafede bulunan iletken tel arasında bir elektrik alan oluşturmaktır.

Hızı 7 dev/dak'ya düşürülen motor dönen kayış mekanizması ile üstteki silindirlere birini döndürmektedir. İstenilen konsantrasyonda hazırlanmış olan polimer çözeltisini ilave ettiğimiz mikanın içinde kayış mekanizması sayesinde hareket eden silindir dönerek çözeltiyi sıyırılmaktadır. İçinde solvent bulunan mika-silindir sisteminin altında bir delik açılarak çözeltiye değmesi mümkün olacak

şekilde bir metal buçuk yerleştirilmiştir. Bu sayede, yüksek voltaj güç kaynağının bir ucu bu çubuğa diğer ucu ise iletken bakır tele bağlanarak bir elektrik alan oluşturulmuştur.

Bu tasarlanan sistemde, öncelikle kısa devre sorunu yaşanması nedeni ile çalışma voltajında istenilen yüksekliğe ulaşamamıştır. Ancak bakır telin metal malzemenin yapılan motor iskelet sistemine direkt teması engellenerek ve bakır tel ile motor arasındaki mesafe artırılarak bu sorun çözülmüştür. Böylece istenilen voltaj değerlerine çıkılması mümkün hale gelmiştir.

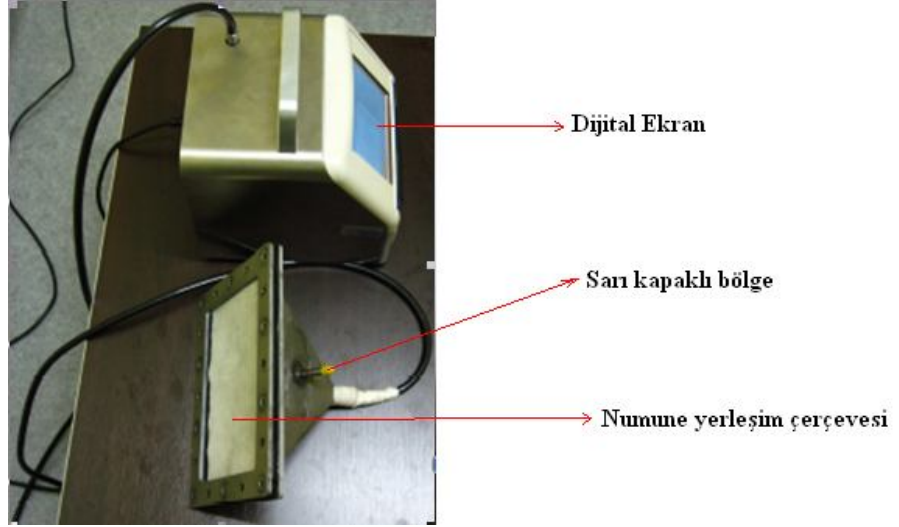
Yukarıda bahsedilen basit düzenek ile belirlenen uygun konsantrasyon, mesafe ve voltaj değerleriyle, bu sistemde nanolif çekimini gerçekleştirebilmek için birçok deneme yapılmıştır. Bu sistemde % 8-9 konsantrasyonlarında, 20 kV-25 kV-30 kV-35 kV voltaj değerlerinde ve 11cm-13 cm besleme ünitesi-toplayıcı mesafelerinde gerçekleştirilen denemelerde nanolifli yüzeyler elde edilememiştir. Bunun sebebini araştırmak amacıyla çözeltiyi sıyırarak metal silindir malzemenin düz, tırtıklı ve çapraz tırtıklı olmak üzere çeşitleri kullanılmıştır. Uygulan voltaj, 40 kV (güç kaynağının maksimum voltaj değeri)'a çıkarılmıştır. PAN-DMF polimer çözeltisiyle bir miktar nanolif çekilebilmiş ancak filtrasyon yüzeyi elde etmek için yeterli düzeye ulaşamamıştır.

### **3.2.3. Filtrasyon Verimliliğini Ölçmek İçin Test Yöntemi**

Filtrasyon malzemelerinin testleri sabit basınç düşmesi ile sabit hava geçiş hızında yapılmıştır. Şekil 3.10 da görülen cihaz, filtre malzemelerinin verimliliğini sabit hava geçiş hızında ölçmemizi sağlamaktadır. Hazırlanan filtre test numuneleri dikdörtgen şeklinde tasarlanan bir çerçeveye yerleştirilmektedir. Bu numune yerleşim çerçevesinin boyutları, yukarıdan aşağıya çoklu elektrolif çekim yöntemiyle hazırladığımız numunelerin boyutlarına göre tasarlanmıştır. Şekilde görülen sarı kapaklı bölgeye bir manometre bağlanarak basınç düşmesi tespit edilmektedir. Bu dikdörtgen şeklindeki bölgeye öncelikle hiç malzeme yerleştirmeden sistem çalıştırılmaktadır. Bu şekilde havada bulunan toz partiküllerinin boyutlarına göre sayıları tespit edilmektedir. Daha sonra bu bölgeye sırasıyla iki meltbown yüzey arasına tek kat (MNM) ve çift kat (MNNM) olarak hazırladığımız dokusuz yüzeyler



yerleştirilip farklı partikül boyutları için filtrasyon verimlilik değerleri ölçülmüştür. Bu örneklerin filtrasyon verimliliklerini standart yöntemlerle karşılaştırabilmek için piyasada hazır olarak bulunan sınıflandırılmış HEPA ve ULPA örnekleri alınmıştır ve bu örneklerle de testler gerçekleştirilmiştir.



Şekil 3.10 : 15x20 cm boyutlarında filtrelerin test metodu

### 3.3. Görsel Karakterizasyon

Lam üzerine hazırlanan nanoliflerin çaplarını ölçmek için SEM-FEI Quanta 200 FEG (Şekil 3.11) ile mikroskobik görüntüleri alınmıştır. Elektroliflerin çapı FEI Image ile ölçülmüştür.



Şekil 3.11 : SEM-FEI Quanta 200 FEG

## BÖLÜM IV

### DENEYSEL BULGULAR VE TARTIŞMA

#### 4.1. Polimer Çözeltilerinin Özellikleri

Tablo 4.1, yukarıdan aşağıya çoklu elektrolif çekim düzeneğinde elde edilen liflerin viskozite değerlerini göstermektedir. Konsantrasyonun artmasıyla viskozitenin de arttığı görülmektedir. En düşük viskozite %8'lik PVA çözeltisinde 0,53 Pascal saniye (Pa.s) iken, en yüksek viskozite değeri yine %14'lük PVA çözeltisinde 4,40 Pascal saniye (Pa.s) olarak ölçülmüştür.

**Tablo 4.1 :** Polimer çözeltilerinin viskozite değerleri

Polimer	Viskozite	
	T(°C)	Pa.s
% 6 PVA	-	-
% 8 PVA	23,4	0,53
% 12 PVA	18,9	2,05
% 13 PVA	21,1	2,35
% 14 PVA	17,8	4,40
% 13 PAN	24	1,56
% 15 PAN	16,1	2,75

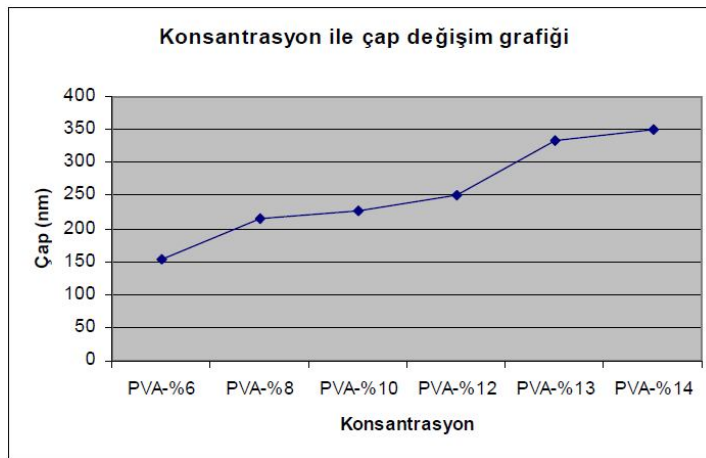
#### 4.2. Yukarıdan Aşağıya Elektrolif Çekim Düzeneği İle Elde Edilen PVA Liflerinin SEM Görüntülerinin Analizi

Tablo 4.2, yukarıdan aşağıya çoklu elektrolif çekim düzeneği ile elde edilen PVA liflerinin, değişik konsantrasyon, voltaj değeri, pipet ucu ile toplayıcı arasındaki mesafeye bağlı olarak SEM mikroskobunda yapılan çap ölçüm sonuçlarını vermektedir.

**Tablo 4.2 :** Yukarıdan aşağıya çoklu elektrolif çekim düzeneği ile elde edilen PVA liflerinin SEM görüntüleri çap ölçümleri

Konsantrasyon(%)	Mesafe (cm)	Voltaj (kV)	Max. Çap (cm)	Min. Çap (cm)	Ort. Çap (cm)
6	10	20	270	85	155
8	10	20	267	140	215
10	10	20	295	161	229
12	10	20	375	175	252
13	10	20	453	210	334
14	10	20	424	240	351
12	10	30	367	221	247
12	10	40	394	191	238
12	15	20	369	195	241
12	15	30	350	187	231
12	15	40	387	201	256

Düzgün lif elde edilebilmesi için çözeltinin belli bir konsantrasyon değerine sahip olması gerekir. Çok düşük veya çok yüksek konsantrasyonlarda nanolif elde etmek mümkün değildir. Konsantrasyon çok düşük olduğunda polimer lif haline gelmeden yüzeye elektro püskürtme ile damlacıklar halinde düşmektedir. Konsantrasyon gereken değerden çok yüksek olduğunda ise daha önceki bölümlerde de bahsedildiği gibi elektriksel kuvvetler yüzey gerilimini yenemediğinden lif çekimi gerçekleşemez. Şekil 4.1, 6 farklı konsantrasyondaki PVA polimerlerinin voltaj değeri 20 kV ve pipet ucu ile toplayıcı arasındaki mesafenin 10 cm olduğu durumdaki ortalama çap değerlerini göstermektedir. Konsantrasyon arttıkça lif çaplarının da arttığı görülmektedir.



**Şekil 4.1 :** Farklı konsantrasyonlardaki PVA nanoliflerinin 20 kV ve 10 cm mesafedeki ortalama çapları

Pipet ucu ile toplayıcı arasındaki mesafe arttıkça liflerin havada kalma süreleri artacağından çözücü daha fazla buharlaşacak, lif çapları azalacak, azalan lif çapları elektriksel kuvvetleri güçlendirecek ve liflerin daha küçük parçalara ayrılmasını sağlayacaktır. Yapılan ölçümlerde %8 konsantrasyon ve 20 kV değerlerinde 10 cm’de 215 nm olan ortalama lif çapı, 15 cm’de 185 nm’ye inmektedir.

### 4.3. Aşağıdan Yukarıya Elektrolif Çekim Yöntemi İle Elde Edilen PVA Liflerinin SEM Görüntülerinin Analizi

Tablo 4.3, aşağıdan yukarıya elektrolif çekimi ile elde edilen PVA liflerinin değişik konsantrasyon, voltaj değeri, pipet ucu ile toplayıcı arasındaki mesafeye bağlı olarak SEM mikroskobunda yapılan çap ölçüm sonuçlarını vermektedir.

**Tablo 4.3 :** Aşağıdan yukarıya elektrolif çekim yöntemi ile elde edilen PVA liflerinin SEM görüntüleri çap ölçümleri

Konsantrasyon(%)	Mesafe(cm)	Voltaj(kV)	Max.Çap(cm)	Min. Çap(cm)	Ort. Çap(cm)
8	13	30	577	263	403
8	11	30	560	424	481
8	13	35	666	242	439
9	13	20	651	212	440
9	11	30	684	447	589
9	13	30	893	671	805

Bu yöntemde en iyi sonuç alınan %8 ve %9 PVA konsantrasyonları ile çalışmalar yapılmıştır. Çoklu elektrolif çekim düzeneğinde elde edilen sonuçlarla kıyaslandığında genel anlamda konsantrasyon arttıkça lif çaplarının arttığını söylemek mümkündür. Ancak alınan SEM görüntüleri istenilen lif incelik değerlerine sahip olunamadığını göstermiştir.

Her iki yöntemde de görülmüştür ki, voltaj değerinin nanolif çapları üzerine etkisi belirsizdir. Bazı durumlarda voltaj arttıkça lif çapı azalırken bazı durumlarda artmaktadır. Bununla birlikte, yüksek voltaj değerlerinde polimer akışının daha düzensiz olmasından dolayı boncuklanma meydana gelmektedir.

#### **4.4. Yukarıdan Aşağıya Elektrolif Çekim Düzenegi İle Elde Edilen PAN Liflerinin SEM Görüntülerinin Analizi**

Tablo 4.4, PAN liflerinin %13-%15 konsantrasyon, 15 kV-20 kV-25 kV-30 kV-35kV voltaj değeri ve 10 cm-15 cm-20 cm pipet ucu ile toplayıcı arasındaki mesafeye bağlı olarak SEM mikroskopunda yapılan çap ölçüm sonuçlarını vermektedir. Elde edilen sonuçlara göre konsantrasyonun maksimum mesafenin (%15), mesafenin minimum (10 cm) ve voltajın maksimum (35 kV) olduğu noktada maksimum lif çapı 658 nm ve ortalama çap değeri olarak elde edilen 500 nm değeri tüm ölçümlerdeki en yüksek değerlerdir. %13 ve %15 konsantrasyon değerleri ile elde edilen liflerin çapları arasındaki fark açık bir şekilde görülmektedir. 20 cm mesafede konsantrasyonun %15 olduğu noktada maksimum lif çapı 530 nm, aynı mesafede konsantrasyonun %13 olduğu noktada is maksimum lif çapı 399 nm olarak saptanmıştır. Genel olarak mesafe arttıkça lif çaplarının azaldığı sonucuna ulaşmak mümkündür.

**Tablo 4.4 :** Aşağıdan yukarıya elektrolif çekim düzeneği ile elde edilen PAN liflerinin değişik konsantrasyon, mesafe ve voltaj değerlerinde elde edilen SEM görüntüleri çap ölçümleri

Konsantrasyon(%)	Mesafe (cm)	Voltaj (kV)	Max.Çap (cm)	Min.Çap (cm)	Ort.Çap (cm)
15	20	35	530	377	461
15	20	30	420	300	391
15	20	25	350	284	348
15	20	20	452	310	344
15	20	15	414	190	324
13	20	15	399	233	266
13	20	20	343	220	280
13	20	25	376	200	282
13	20	30	283	220	312
13	20	35	330	220	312
13	15	35	399	210	317
13	15	30	442	230	289
13	15	25	428	190	246
13	15	20	428	181	285
13	15	15	425	243	283
15	15	15	483	285	421
15	15	20	398	296	341
15	15	25	430	231	328
15	15	30	405	261	282
15	15	35	516	365	462
15	10	35	658	268	500
15	10	30	409	212	350
15	10	25	403	276	375
15	10	20	437	190	323
15	10	15	520	306	375
13	10	15	325	247	275
13	10	20	396	255	300
13	10	25	361	224	275
13	10	30	305	221	300
13	10	35	440	232	285

Ortalama PAN lif çaplarının PVA lif çaplarına göre oldukça yüksek olduğu görülmüştür.

#### 4.5. Aşağıdan Yukarıya Elektrolif Çekim Yöntemi İle Elde Edilen PAN Liflerinin SEM Görüntülerinin Analizi

Tablo 4.5, aşağıdan yukarıya elektrolif çekimi ile elde edilen PAN liflerinin %13-%15 konsantrasyon 20 kV-25 kV-30 kV-35 kV voltaj değeri ve 11 cm-13 cm mesafelerde SEM mikroskobunda yapılan çap ölçüm sonuçlarını vermektedir.

**Tablo 4.5 :** Yukarıdan aşağıya elektrolif çekim düzeneği ile elde edilen PAN liflerinin SEM görüntüleri çap ölçümleri

Konsantrasyon	Mesafe (cm)	Voltaj (kV)	Max. Çap (cm)	Min. Çap (cm)	Ort. Çap (cm)
13	11	20	683	160	301
13	11	30	351	217	268
13	13	20	343	248	309
13	13	30	476	260	306
15	11	20	616	335	485
15	11	30	715	408	517
15	13	25	485	176	333
15	13	35	600	325	459

Aşağıdan yukarıya çekim yöntemiyle ölçüm değerlerine göre bazı parametrelerin ölçüm üzerindeki etkileri gözlenmiştir. Diğer parametreler sabit kalmak şartıyla, konsantrasyonun, mesafenin ve voltajın çap inceliği üzerindeki etkileri incelenmiştir. %15 konsantrasyon, 11 cm mesafe ve 30 kV voltaj değerinde, maksimum lif çapı 715 nm ve ortalama lif çapı 517 nm tüm ölçümlerdeki en yüksek değer olarak bulunmuştur. Bununla birlikte, elde edilen bilgilere göre artan konsantrasyon ile birlikte lif çapları artmaktadır.

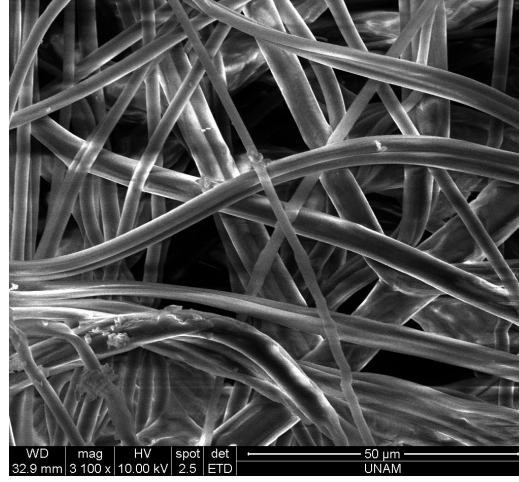
Yukarıdan aşağıya elektrolif çekim düzeneği ile karşılaştırıldığında voltaj, mesafe ve konsantrasyonun aynı şekilde lif inceliğini etkilediği gözlenmiştir.

#### 4.6. Filtrasyon Testleri

Nanoliflerin çok düşük inceliğe ve sınırlı mekaniksel özelliklere sahip olduğu için, daha mukavim ve stabil yapı oluşturmak için genellikle spunbond yada meltblown yüzeylerle birlikte kullanıldığından daha önceki bölümlerde bahsedilmiştir.

Aşağıdan yukarıya lif çekiminin gerçekleştirmek için tasarladığımız sistemde PAN ile bir miktar lif çekimi gerçekleşse de filtrasyon yüzeyi elde etmek için yeterli olmamıştır. Bu yüzden filtrasyon testleri için çoklu elektrolif çekim düzeneği ile elde edilen nanolif dokusuz yüzeyleri kullanılmıştır.

Bu çalışmada 20 g/m<sup>2</sup> ağırlıkta PP (Polipropilen) meltblown yüzeyler kullanılmıştır. Bu liflerin SEM görüntülerinden (Şekil 4.2) lif çaplarının 2 mikron ile 6 mikron arasında değiştiği gözlenmiştir.



Şekil 4.2 : 20 g/m<sup>2</sup> ağırlıkta PP meltblown yüzey SEM görüntüsü

Elektrolif çekim yöntemiyle elde edilen nanolifler PP meltblown yüzeyler üzerine çekilmiş, bu yüzeylerin üzeri yine PP meltblown yüzey ile kapatılarak, nanolifler iki yüzey arasında dış ortam ile teması kesilerek aşınma ve kopmalara karşı korunmuştur. Nanolifler tek kat olarak iki meltblown yüzey arasında sıkıştırıldığında MNM (M: Meltblown, N: Nanolif), iki kat olarak sıkıştırıldığında ise MNNM olarak ifade edilmiştir.

En uygun şartları belirlemek için çalışmalar yapılmıştır. 10 cm pipet ile toplayıcı arasındaki mesafe, 30 kV voltaj değeri ve %12 konsantrasyon ile PVA çözeltileri hazırlanmıştır. SEM ölçümlerinde ortalama lif çapları PVA için 247 nm olarak bulunmuştur.

#### 4.6.1. Sabit Basınç Düşmesi Altında Filtrasyon Özellikleri

Filtrasyon testleri 400 Pa sabit basınç düşmesi altında yapılmıştır. Tablo 4.6, meltblown yüzeylere 0,21, 0,3, 0,6, 1 ve 2 g/m<sup>2</sup> ağırlıklarında PVA nanolifleri çekilerek oluşturulmuş dokusuz yüzeylerden 400 Pa basınç düşmesi altında hava geçiş hızlarını vermektedir. Hava geçiş hızı artan nanolif miktarı ile birlikte azalmaktadır. 2 g/m<sup>2</sup> PVA nanolifi çekilerek oluşturulan filtrasyon yüzeyindeki hava geçiş hızı 0,1 m/s'dir.



**Tablo 4.6 :** PVA nanolifleri ile hazırlanan filtrasyon malzemelerinin yapısı, gramajı, filtrasyon malzemesinden sabit basınç düşmesinde (400 Pa) hava geçiş hızı değerleri

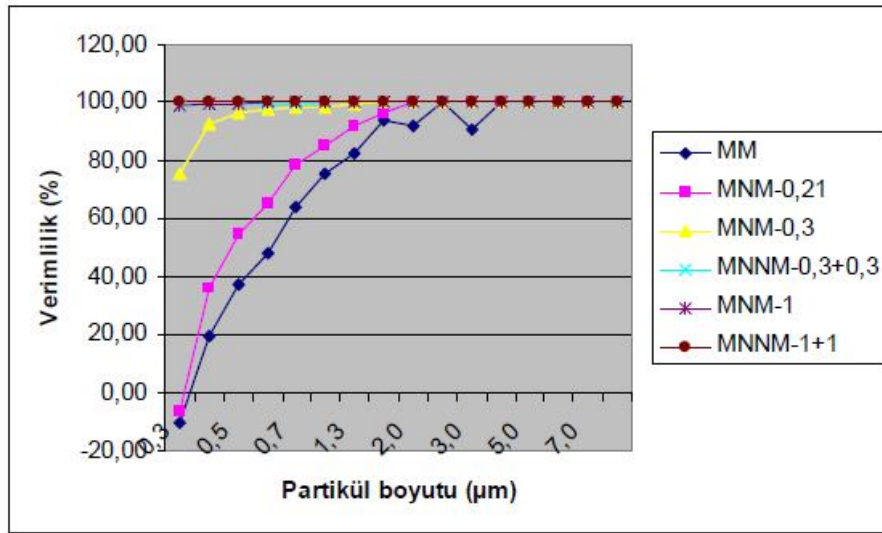
Dokusuz yüzey	Gramaj (g/m <sup>2</sup> )	Hava Geçiş Hızı (m/s)
M(Meltblown PP)	20	1
PVA	MNM-0,21	1
	MNM-0,3	0,3
	MNNM-0,3+0,3	0,25
	MNM-1	0,2
	MNNM-1+1	0,1

Tablo 4.7 ve Şekil 4.3, PVA liflerinin filtrasyon verimliliklerini vermektedir. 0,21 g/m<sup>2</sup> ağırlığında nanolif ile hazırlanan filtrasyon malzemesi, sadece meltblown'dan oluşan filtrasyon malzemesi gibi 0,3 mikron partiküllerin filtrelenmesinde eksi (-) sonuç vermiştir. Şekilden de görüldüğü gibi bu orandaki nanolif filtrelemeye çok küçük bir katkı sağlamaktadır. 1 g/m<sup>2</sup> nanolif ile hazırlanan tek kat filtre malzemesi ile 0,6 g/m<sup>2</sup> nanolif ile hazırlanan iki kat filtre malzemesinin filtre verimlilikleri çok yakındır. 2 g/m<sup>2</sup> iki kat filtre malzemesi ise 0,3 mikrondan büyük partiküllerin tümünü filtrelemektedir.

Bu sonuçlar iki kat hazırlanan filtre malzemelerinin filtrasyon verimliliklerinin aynı ağırlıkta hazırlanan tek kat filtre malzemelerine göre daha yüksek olduğunu göstermektedir. İki kat hazırlanan filtreler, birbirleri üzerinde hatalı bölgeleri kapatarak, daha düzgün dağılımlı nanolif katmanları oluşturmaktadır. Test sırasında hava, direncin daha az olduğu bölgeye akmaktadır. Lif dağılımı homojen olmadığı takdirde, boşluk olan bölgelerden hava geçişi fazla olacaktır.

**Tablo 4.7 :** PVA nanolifleri ile hazırlanan filtrasyon malzemelerinin verimlilikleri

Partikül Boyutu ( $\mu\text{m}$ )	MM	MNM-0,21	MNM-0,3	MNNM-0,3+0,3	MNM-1	MNNM-1+1
0,3	-10,37	-6,61	75,73	98,80	98,87	99,99
0,4	19,72	36,09	92,88	99,76	99,85	100,00
0,5	37,31	54,64	96,23	99,86	99,94	100,00
0,55	48,11	65,57	97,41	99,93	99,98	100,00
0,7	63,70	78,48	98,28	99,94	99,97	100,00
1,0	75,35	85,28	98,68	100,00	100,00	100,00
1,3	82,66	91,91	99,54	100,00	100,00	100,00
1,6	93,91	96,54	100,00	100,00	100,00	100,00
2,0	92,31	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00
2,2	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00
3,0	90,91	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00
4,0	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00
5,0	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00
5,5	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00
7,0	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00
>10	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00



**Şekil 4.3 :** PVA nanolifleri ile hazırlanan filtrasyon malzemelerinin verimlilik grafikleri

Yukarıda bahsedilen testlerde basınç düşmesi sabit alınmıştır. Fakat filtre malzemelerinin verimliliği ve kullanımında esas alınan değer, hava geçiş miktarı ve dolayısıyla hava geçiş hızıdır. Aşağıdaki testler hava geçiş hızı sabit alınarak yapılmıştır.

#### 4.6.2. Sabit Hava Geçiş Hızında Filtrasyon Özellikleri

Filtrasyon testleri sabit hava geçiş hızında yapılmıştır. Bu testlerde, farklı ağırlıkta nanolifli yapılar ile hazırlanan dokusuz yüzeyler ile piyasadan hazır olarak alınan sınıflandırılmış, farklı özelliklere sahip 6 adet HEPA ve ULPA filtre malzemeleriyle testler yapılmıştır.

HEPA ve ULPA malzemelerle yapılan standart testlerde yüzey ile hava birbirine dik olarak gelmemektedir. Katlı veya pileli yapıdan ötürü hava filtre malzemesi üzerinde akarken partiküllerin yakalanma şansı dik konuma göre çok daha fazladır. Ancak nanolif çekilerek hazırlanan filtrasyon malzemelerinin boyutu katlı ve pileli yapı oluşturularak yapılan standart testlere yetmediği için testler dik konumda yapılmıştır. Bu konumda yapılan testlerde elde edilen filtre sınıfı, normal şartlarda yapılan testlere göre 1 veya 2 sınıf üstte yer almaktadır. Sınıflandırmayı böyle yapmak yerine, daha önce sınıflandırılmış farklı filtre örneklerinin filtre verimlilikleri dik konumda ölçülmüştür ve karşılaştırma bu şekilde yapılmıştır.

Tablo 4.8, piyasadan hazır olarak alınan 6 adet standartlar ile sınıflandırılmış filtre malzemesinin metrekare ağırlık değerlerini ve 1,2 m/s hızla hava geçişi sırasında meydana gelen basınç düşmesi değerini vermektedir. Filtrelerin en düşük ağırlığı 64,4 g/m<sup>2</sup>, en yüksek ağırlığı 79,9 g/m<sup>2</sup> olarak bulunmuştur. U15 filtresinde meydana gelen basınç düşmesi beklendiği gibi 180 olarak en yüksektir.

**Tablo 4.8 :** Standart filtrasyon malzemesi gramajları malzemedan sabit hava geçiş hızında (1,2 m/s) basınç düşmesi değerleri

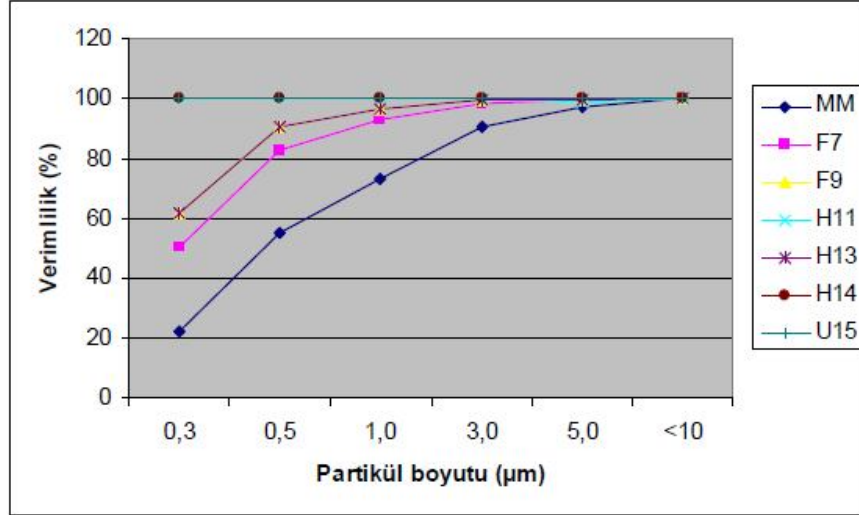
Dokusuz Yüzey	Gramaj (g/m <sup>2</sup> )	Basınç Düşmesi (Pa)
M (Meltblown PP)	20	10
F7	64,4	10
F9	65,5	18
H11	78,9	90
H13	76,6	90
H14	75,6	110
U15	79,9	180

Tablo 4.9 ve Şekil 4.4 standart filtre malzemelerinin verimliliklerini vermektedir. Buradaki testlerde 6 farklı partikül boyutu (0,3, 0,5, 1, 5 ve 10 mikron) için testler yapılmıştır. İki kat meltblown yüzeyin filtre verimliliği 0,3 mikron partikül boyutu

için %22 bulunmuştur. Dik konumda verimlilikleri U15'i iki sınıf ve H14'ü bir sınıf geriletmiştir. F sınıfı filtrelerin beklendiği gibi küçük partiküllere karşı filtreleme yetenekleri çok düşüktür.

**Tablo 4.9 :** Standart filtrasyon malzemelerinin verimlilikleri

Partikül Boyutu (µm)	MM	F7	F9	H11	H13	H14	U15
0,3	22,08507	50,22643	61,66027	99,97094	61,66027	99,98432	99,99146
0,5	55,10827	82,97677	90,3821	99,97175	90,3821	99,97808	99,99648
1	73,38966	92,96301	96,53029	99,95393	96,53029	99,96259	99,99543
3	90,89945	98,66238	99,44251	99,90158	99,44251	99,95059	100
5	97,13439	99,73046	99,73298	99,22958	99,73298	99,92238	100
<10	100	100	100	100	100	100	100



**Şekil 4.4 :** Standart filtrasyon malzemelerinin verimlilikleri

Tablo 4.10, PVA nanolifleri ile hazırlanan filtrelerin özelliklerini göstermektedir. Basınç düşmesi en yüksek 360 Pa değerine çıkmıştır. Tek kat 2 g/m<sup>2</sup> değerindeki basınç düşmesi 36 Pa için, iki kat 2,6 g/m<sup>2</sup> değerinde yalnızca 14 Pa'dır.

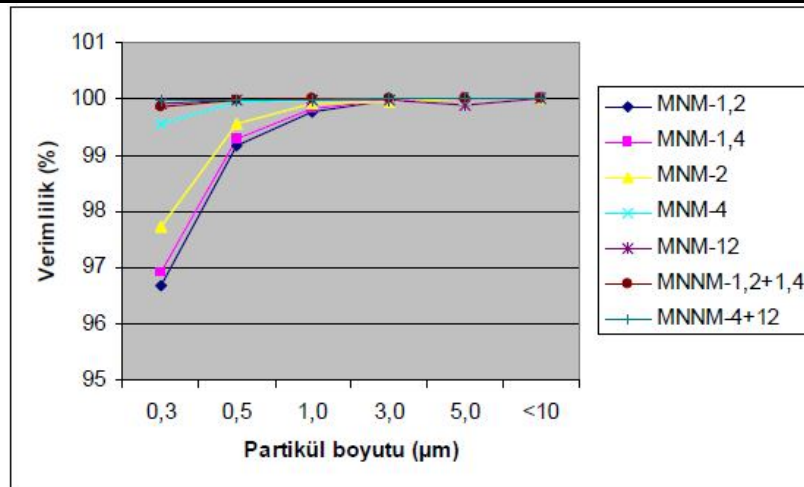
**Tablo 4.10 :**PVA nanolifleri ile hazırlanan filtrasyon malzemelerinin yapısı, gramajı, filtrasyon malzemesinden sabit hava geçiş hızında (1,2 m/s) basınç düşmesi değerleri

Dokusuz Yüzey	Gramaj (g/m <sup>2</sup> )	Basınç düşmesi (Pa)
M(Meltbolwn PP)	20	10
PVA	MNM-1,2	10
	MNM-1,4	12
	MNM-2	36
	MNM-4	90
	MNM-12	270
	MNNM-1,2+1,4	14
	MNNM-4+12	360

Tablo 4.11 ve Şekil 4.5 PVA nanolifleri ile elde edilen filtre malzemelerinin verimliliklerini vermektedir. Görüldüğü gibi en düşük nanolif ağı (1,2 g) dahi filtrasyon verimliliklerini %90'ların üzerine çıkarmıştır ve bütün filtre malzemeleri HEPA sınıfına girmektedir. En yüksek verimliliği sağlayan 16 g/m<sup>2</sup> ağırlığındaki filtre malzemesi H11 standart filtreden daha iyi sonuç vermektedir.

**Tablo 4.11 :**PVA nanolifleri ile hazırlanan filtrasyon malzemelerinin verimlilikleri

Partikül boyutu (µm)	MNM-1,2	MNM-1,4	MNM-2	MNM-4	MNM-12	MNNM-1,2+1,4	MNNM-4+12
0,3	96,67035	96,91301	97,7411	99,56062	99,90737	99,8619	99,9778
0,5	99,16781	99,28273	99,57327	99,94262	99,972	99,98573	99,99133
1	99,76358	99,84367	99,91323	99,9863	99,98013	99,9988	99,99161
3	99,98236	99,98413	99,96395	100	99,97613	100	99,99669
5	100	100	100	100	99,89418	100	100
<10	100	100	100	100	100	100	100



**Şekil 4.5 :** PVA nanolifleri ile hazırlanan filtrasyon malzemelerinin verimlilik grafikleri

## BÖLÜM V

### SONUÇLAR VE ÖNERİLER

Elektrolif çekimini gerçekleştirmek için iki farklı elektrolif çekim düzeneği kurulmuştur. Çözelti konsantrasyonu, uygulanan voltaj, besleme ünitesi farklılığı ve besleme ünitesi-toplayıcı arasındaki mesafe gibi parametreler aynı şartlar altında değiştirilmiş ve elektrolif çekim süreci üzerinde yarattıkları etkiler gözlenmiştir. Bunun yanında, elektrolif çekim sistemi ile hazırlanan nanolifli filtrasyon yüzeyleri ile sınıflandırılmış standart HEPA ve ULPA filtrelerinin filtrasyon verimlilik testleri aynı şartlarda gerçekleştirilmiş ve bulunan değerler karşılaştırılmıştır.

- Konsantrasyonun artmasıyla viskozite ve buna bağlı olarak da nanolif çapları artmıştır, konsantrasyonun azalmasıyla daha ince çaplarda lifler oluşmuş ancak kritik voltajın üzerindeki değerlerde liflerde boncuklu yapılar oluştuğu gözlenmiştir.
- Voltaj değerinin ise nanolif çapları üzerindeki etkisi belirlenememiştir. Ancak lif çap değişkenliğinin artan voltaj ile artmıştır.
- Besleme ünitesi ile toplayıcı arasındaki mesafe arttıkça jetin takip ettiği yol uzadığı için, lif çapları azalmış ve daha kuru bir halde toplanmıştır.
- Elektrolif çekim işlemini etkileyen bu parametrelerin analizi her iki yöntem için de yapılmış ve aynı sonuçlar elde edilmiştir.
- Aşağıdan yukarıya yer çekimine karşı nanolif elde etmek için tasarlanan sistemde filtrasyon yüzeyi elde etmek için yeterli miktarda lif çekimi gerçekleştirilememiştir.
- PVA-Su polimer çözeltisi ve PAN-DMF polimer çözeltisi karşılaştırıldığında genel anlamda SEM ortalama çap ölçüm sonuçlarında PVA-Su çözeltisinden daha düşük çaplarda nanolif elde edildiği görülmüştür.

- Nanolif apları kldke filtrasyon malzemelerinin verimlilikleri artmaktadır. Bu sebeple, filtrasyon testlerinde PVA nanolifleri kullanılmıřtır.
- En az 2 g/m<sup>2</sup> nanolif elde edilerek oluřturulan filtre malzemelerinin verimlilikleri HEPA sınıfı filtreler grubuna ulařmaktadır.
- Dokusuz yzeylerde lif dađılıminin dzgn olmadıđı durumlarda en uygun yol ok katlı nanolif yzeyleri oluřturmaktır. İki kat hazırlanan filtre malzemelerinin filtrasyon verimliliklerinin aynı ađırlıkta hazırlanan tek kat filtre malzemelerine gre daha yksek olduđu grlmřtr. İki kat filtre malzemesiyle hatalı ve ince yapılar kapatılabilmektedir. Bylece, havanın direnci az olan blgeye ynelmesi nlenebilmektedir.
- Eřit ađırlıktaki nanolifli yzeyler ile standart filtre yzeyleri karřılařtırdıklarında nanolifli yzeylerin basın dřmesinin ađırlıklarına gre daha yksek olduđu grlmřtr. Nanolifli yzeyler verimliliklerine gre standart U15 filtre deđerlerinin altındadır.
- 2 g/m<sup>2</sup> PVA nanolifi kullanılarak hazırlanan yzeylerin filtreleme verimlilikleri %99,99 olarak bulunmuřtur. Bu deđer, piyasada hazır olarak bulunan FFP3 maskelerinin filtreleme yeteneklerinin (%99) ok zerindedir ve daha yksek filtreleme verimlilik deđerleri elde edebilmek iin geliřtirmeye aıktır. PVA polimerinden daha ince lifler ekilebilir. Ya da daha fazla miktarda lif ekilerek yeni yzeyler oluřturulabilir ve filtreleme yetenekleri arttırılabilir.

## KAYNAKLAR

- Andrady, A.L.** 2008 :Science and Technology of Polymer Nanofibers. Wiley Pres., New Jersey. 403 s.
- Barthe, R.S., Ramakrishna, S.,** 2007 : Filtration Problems and Solutions From Tiny Materials, s:4-6.
- Catalogue of Filter Engineering,** Knowsley Park Way, Haslingden, Lancashire BB4 4RS s :51.
- Celep, Ş.** 2007 : Nanoteknoloji ve Tekstilde Uygulama Alanları, Yüksek Lisans Tezi, Çukurova Üniversitesi, 162 s.
- Cengiz, F., Krucinska, I., Göktepe, F., Gliscinska, E., Chrzanowski, M.** 2006 : Elektro Lif Çekim (Electrospinning) Yönteminde Proses Parametrelerinin Nano Lif Özellikleri Üzerindeki Etkilerinin İncelenmesi, Tekstil Maraton, 16 (4).
- Çakmakçı, E.,** 2009 : Elektrospinning Yöntemiyle Yeni Polimerik Malzemelerin Sentezi ve Karakterizasyonu, Yüksek Lisans Tezi, Marmara Üniversitesi, 114 s.
- Daşdemir** 2006. Electrospinning of Thermoplastic Polyurethane (TPU) for Producing Nanofibers. M.Sc. Thesis, University of Gaziantep, p.25.
- Deitzel, J. M., Kleinmeyer, J., Haris, D., Beck Tan, N. C.,** 2001: The effect of processing variables on the morphology of electrospun nanofibers and textiles, *Polymer*, 42, 261-272.
- Ding, B., Kimura, E., Sato, T., Fujita, S., Shiratori, S.** 2004 : Fabrication of blend biodegradable nanofibrous nonwoven mats via multi-jet electrospinning, *Polymer* 45, 1895-1902.
- Doshi, J., Reneker, D. H., J.** 1995 : Electrostatics, 35, 151s.
- Drozin, V.G.,** 1955: The electrical dispersion of liquids as aerosols, *Journal of Colloid Science*, 10, 158-164.
- Fong H, Chun I., Reneker D. H.,** 1999 :*Polymer*, 40, 4585 s.
- Formhals, A.,** 1934 : Process and apparatus for preparing artificial threads, US Patent.
- Grafe, T. H., Graham, K.** 2002 : Polymeric Nanofibers and Nanofiber Webs: A New Class of Nonwovens, International Nonwovens Technical Conference, Atlanta, Georgia.
- Graham, K., Ouyang, M., Raether, T., Grafe, T., McDonald, B., Knauf, P.,** 2002 : Polymeric Nanofibers in Air Filtration Applications, Fifteenth Annual Technical Conference & Expo of the American Filtration & Separations Society, Galveston, Texas,



**Gümüş, T.** 2009 : Design and Manufacture of Polymeric Nanofibers Membranes Via Electropinning Method, Santez, İstanbul Teknik Üniversitesi, 122 s.

**Haghi, A.K., Akbari, M.,** 2007 : Electrospun Nanofibers : A Fiber Digest for Beginners, s:122-123.

**Heikkilä, P., Sipilä, A., Peltola, M., Harlin, A., Taipale, A.,** 2007 : Electrospun PA-66 Coating on Textile Surfaces, Textile Research Journal, 77(11), 864–870.

**Huang, Z. M., Zang, Y. Z., Kotaki, M., Ramakrishna, S.,** 2003 :A review on polymer nanofibers by electrospinning and their applications on nanocomposites, Composite Science and Technology, 63, 2223-2253.

**Hutten, I.,** 2007 : Handbook of Nonwoven Filter Media, *Elsevier Science and Technology Books*, 449 s.

**Kozanoğlu, G.S.,** 2006 : Elektrosinning Yöntemiyle Nanolif Üretim Teknolojisi, Yüksek Lisans Tezi, İstanbul Teknik Üniversitesi, 148 s.

**Lee, Y. J., Shin, D. S., Kwon, O. W., Park, W. H., Choi, H. G., Lee, Y. R., Han, S. S., Noh, S. K., Lyoo, W. S.,** 2007 :Preparation of Atactic Poly(vinyl alcohol)/Sodium Alginaten Blend Nanowebs by Electrospinning, Journal of Applied Polymer Science, Vol. 106, 1337–1342.

**Li, N., Qin, X., Yang, E., Wang, S.** 2008 :Effect on Instability Section of PVA Electrospinning Nanofibers by Adding LiCl, Materials Letters 62,1345-1348.

**Marthur, S., Singh, M.,** 2008 : Nanostructured Materials and Nanotechnology, Ceramic Engineering and Science Proceeding, Vol. 28, Issue 6, Electrospinning of Alumina Nanofibers., s:41.

**Özkaynak, T.,** <<http://www.ulpatek.com>>, Erişim tarihi :13.12.2010.

**Qin, X.H., Yang, E.L., Li, N. and Wang, S.Y.,** 2007: Effect of different salts on electrospinning of polyacrylonitrile (PAN) polymer solution, *Journal of Applied Polymer Science*, 103(6), 3865-3870.

**Reneker, D.H., Chun, I.,**1996 :Nanometer diameters fibres of polymer, produced by electrospinning, *Nanotechnology* 7, 216.

**Ramakrishna, S., Fujihara, K., Teo, W. E., Lim, T. C., Ma, Z.** 2005 : Electrospinning and Nanofibers. World Scientific Publishing Co. Pte. Ltd., Singapore, 382 s.

**Russa, M.V.,** 2010 : Advances in Macromolecules, Perspectives and Applications, 275 s, 58-62.

**Subbiah, T., Bhat, G. S., Tock, R. W., Parameswaran, S., Ramkumar, S. S.** 2005 : Electrospinning of nanofibers, *J. Of Applied Polymer Science* 96, 557-569.

**Tan, S.H., Inai, R., Kotaki, M. Ve Ramakrishna, S.,** 2005 : Sysemetic Parameter Study for Ultra-fine Fiber Fabrication via Electrospinning Process, *Polymer*, 46 (16, 6128-6134).

**Taylor, G.I.,** 1969: Electrically driven jets, *Proceedings of the Royal Society of London Series A Mathematical and Physical Sciences*, 313, 453-475.

**Url-1** <<http://www.spinrati.com/Papers/analysis.html>>, Eriřim Tarihi: 20.11.2010.

**Url-2** <<http://www.etpbc.ca/content/view/64/84/>>, Eriřim tarihi : 12.12.2010.

**Url-3**<[http://nano.mtu.edu/images/Electrospinning\\_alt.jpg](http://nano.mtu.edu/images/Electrospinning_alt.jpg)>, Eriřim tarihi : 18.12.2010.

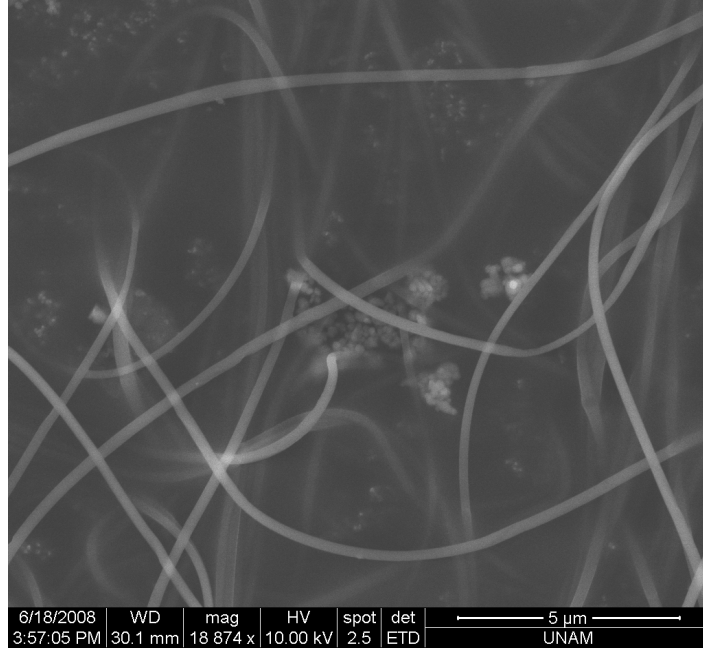
**Url-4** < <http://en.wikipedia.org/wiki/Electrospinning>>, Eriřim tarihi : 20.12.2010

**Üstündağ, G.,** 2009 : Elektrosinning Yöntemi ile Biyomedikal Kullanıma Yönelik Nanolif Yüzey Üretimi ve Uygulaması, Yüksek Lisans Tezi, Uludağ Üniversitesi, 170 s.

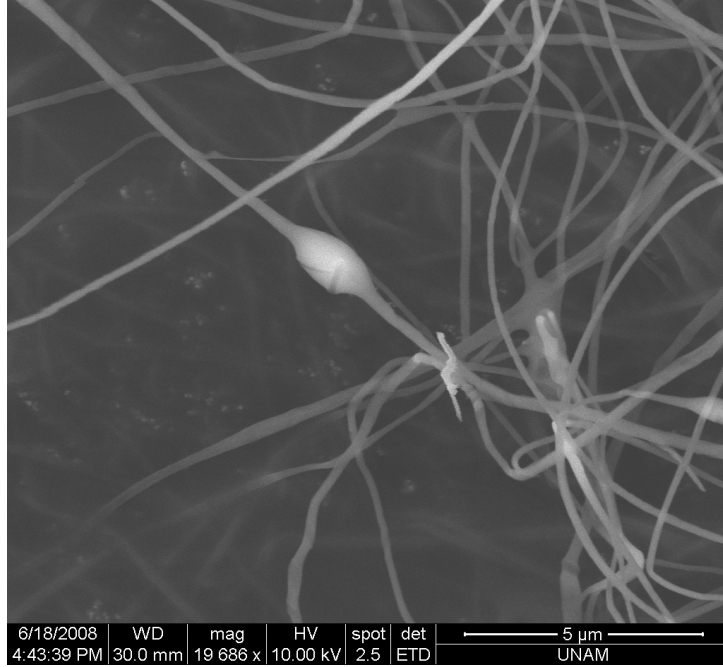
**İkiz, Y., Üstün, A.,** 2010 : Nanoliflerden Maske Yapımı, Poster Sunumu, *UİB II. Arge Proje Pazarı*.

## EKLER

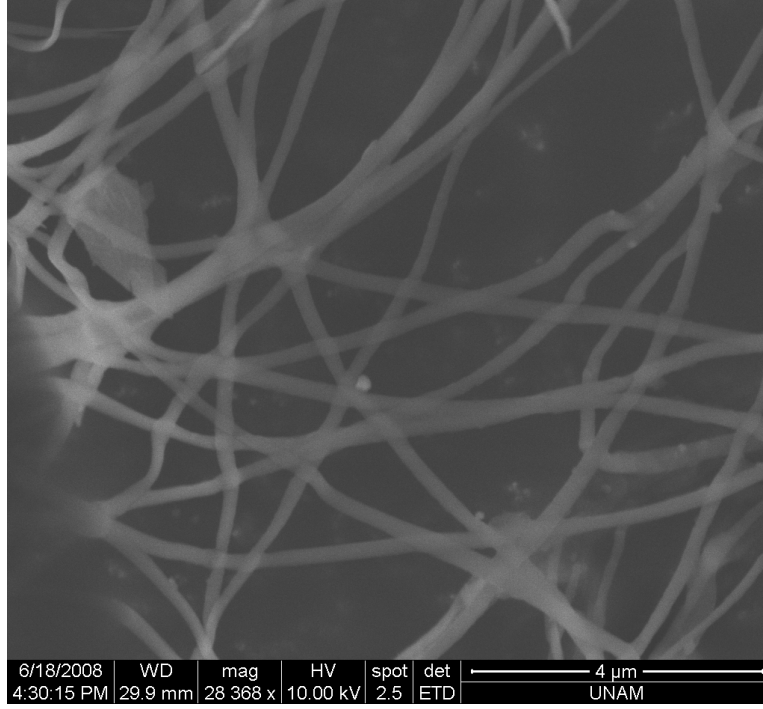
### Ek A1. Yukarıdan Aşağıya Elektrolif Çekim Sistemi ile Elde Edilen PVA Liflerinin SEM Görüntülerinden Örnekler



Şekil A 1. % 8 konsantrasyon, 15 cm mesafe ve 20 kV voltaj değeri

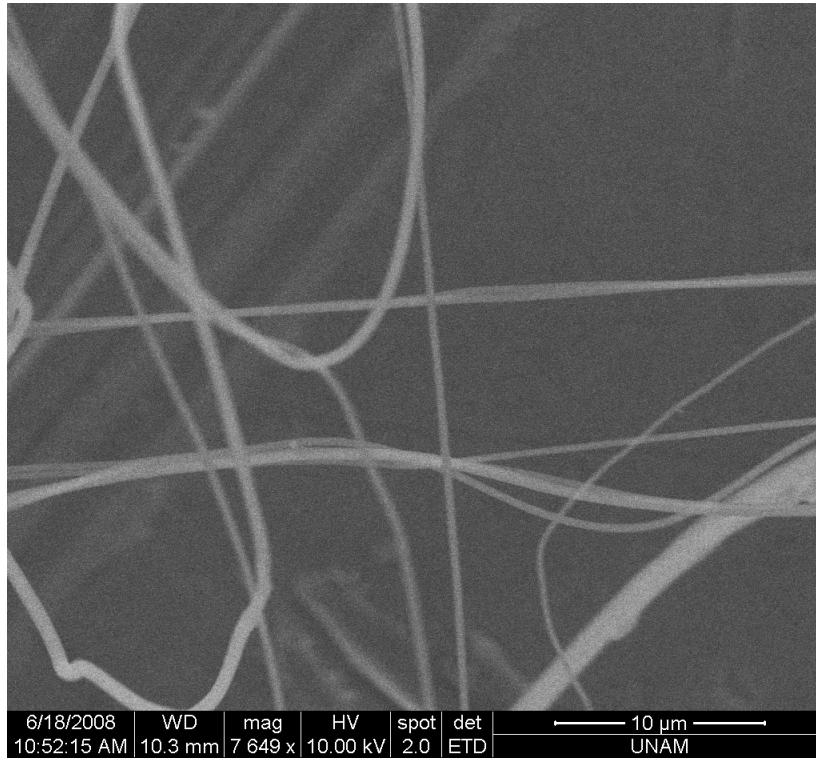


Şekil A 2. %8 konsantrasyon, 10 cm mesafe ve 40 kV voltaj değeri

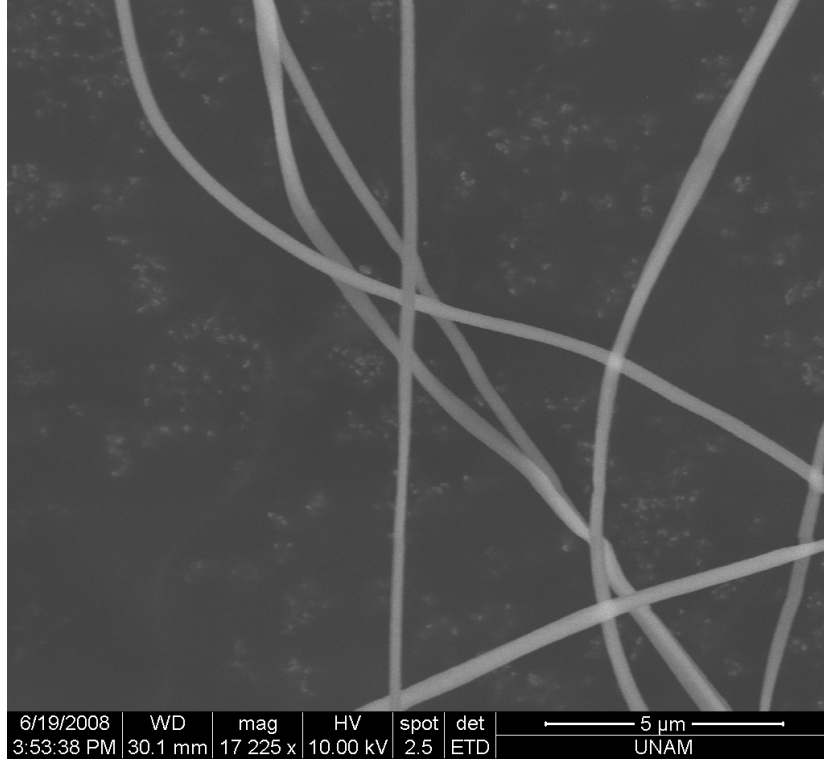


Şekil A 3. % 8 konsantrasyon, 15 cm mesafe ve 20 kV voltaj değeri

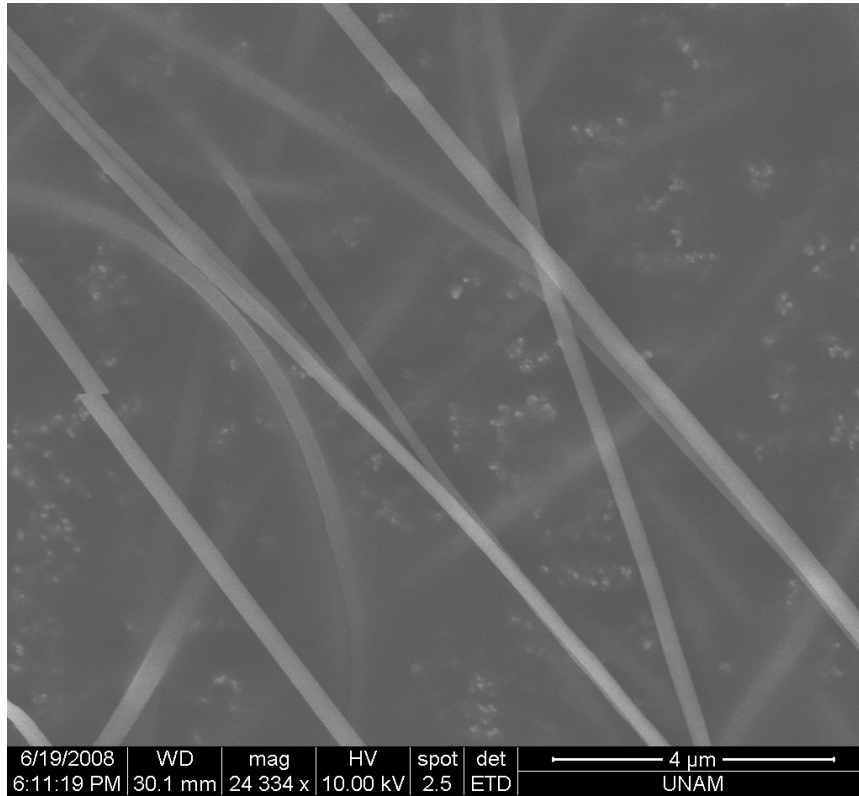
#### Ek A 2. Yukarıdan Aşağıya Elektrolif Çekim Yöntemiyle Elde Edilen PAN Liflerinin SEM Görüntülerinden Örnekler



Şekil A 4. % 15 konsantrasyon, 10 cm mesafe ve 25 kV voltaj değeri

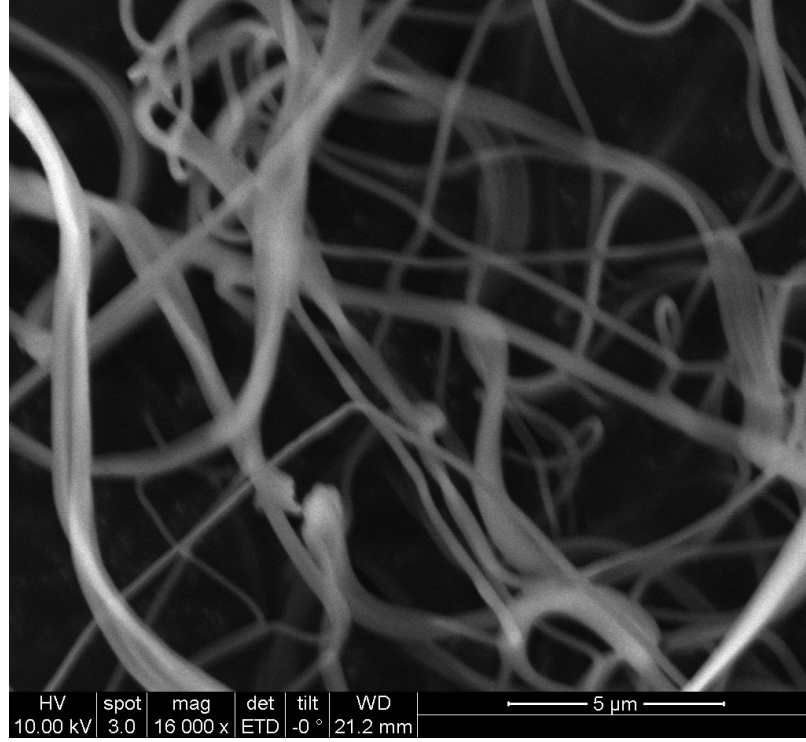


Şekil A 5. % 15 konsantrasyon, 20 cm mesafe ve 30 kV voltaj değeri

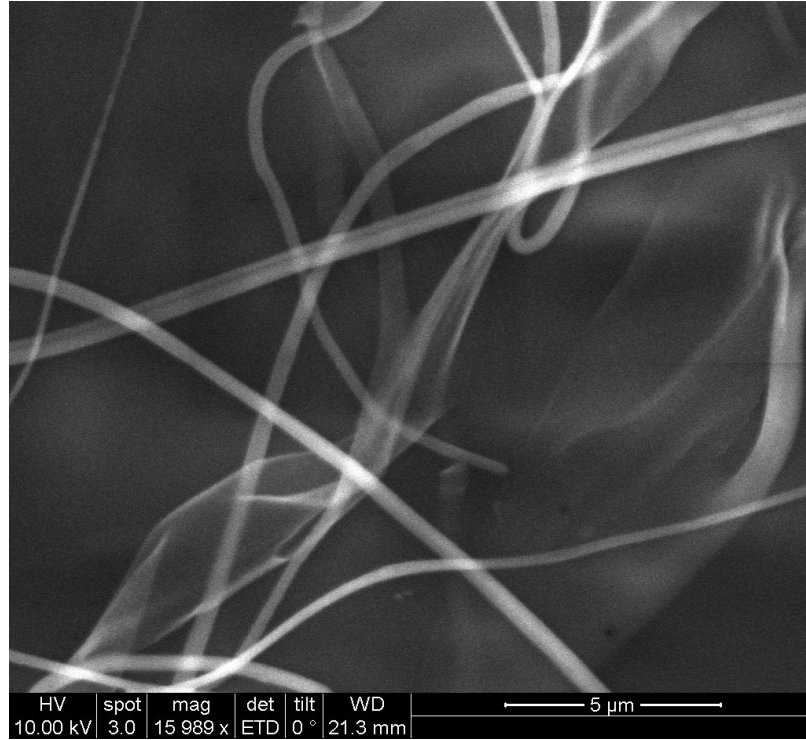


Şekil A 6. % 13 konsantrasyon, 15 cm mesafe ve 30 kV voltaj değeri

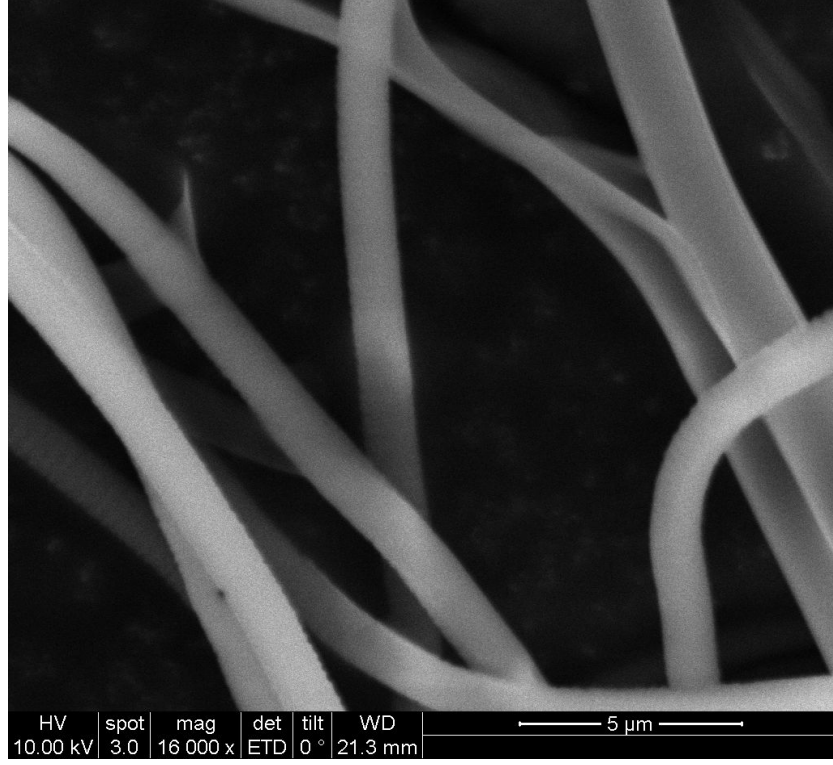
**Ek A 3. Aşağıdan Yukarıya Elektrolif Çekim Yöntemiyle Elde Edilen PVA Liflerinin SEM Görüntülerinden Örnekler**



**Şekil A 7.** % 8 konsantrasyon, 11 cm mesafe ve 30 kV voltaj değeri

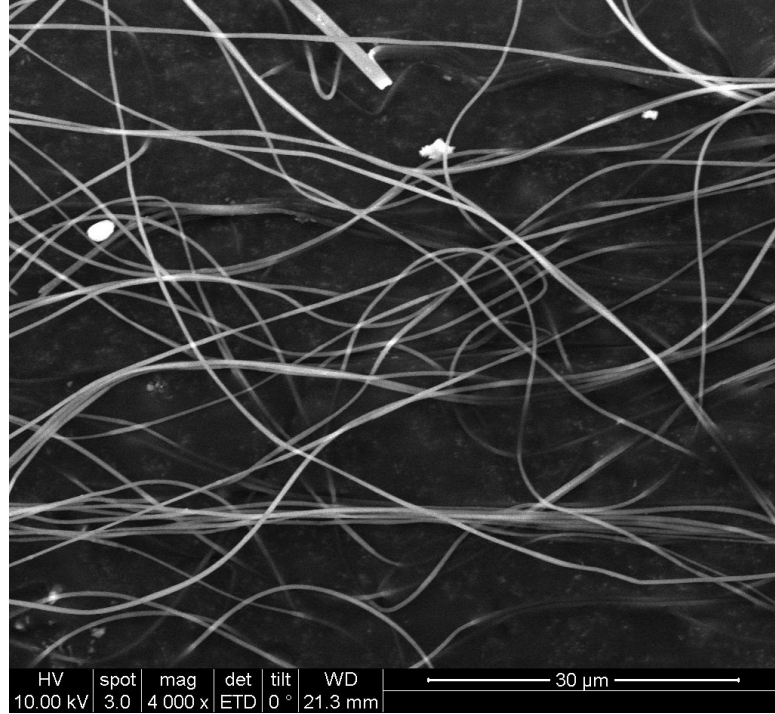


**Şekil A 8.** % 8 konsantrasyon, 11 cm mesafe ve 35 kV voltaj değeri

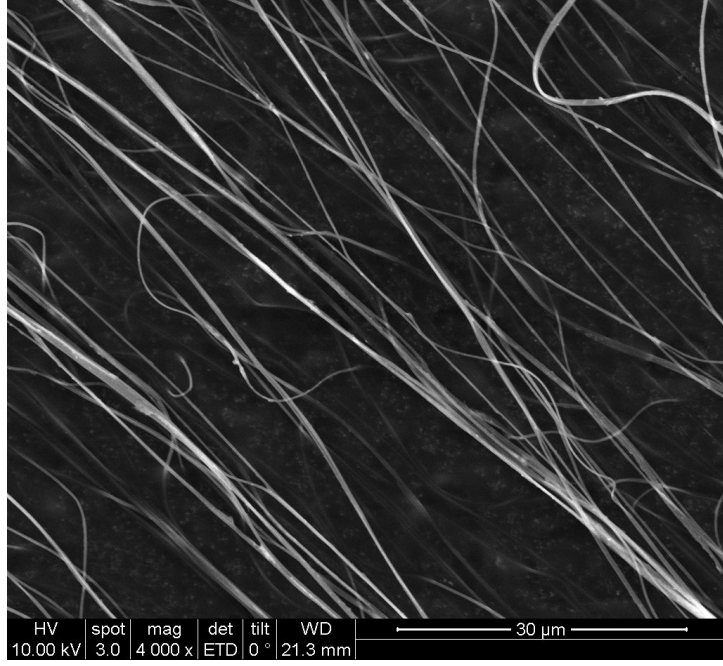


Şekil A 9. % 9 konsantrasyon, 13 cm mesafe ve 30 kV voltaj değeri

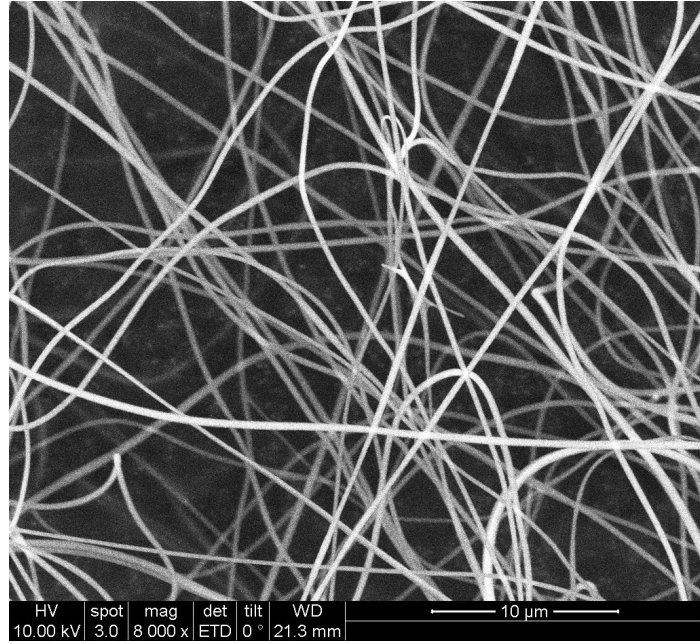
#### Ek A 4. Aşağıdan Yukarıya Elektrolif Çekim Yöntemiyle Elde Edilen PAN Liflerinin SEM Görüntülerinden Örnekler



Şekil A 10. % 13 konsantrasyon, 13 cm mesafe ve 20 kV voltaj değeri



Şekil A 11. % 15 konsantrasyon, 11 cm mesafe ve 20 kV voltaj değeri



Şekil A 12. % 15 konsantarsyon, 13 cm mesafe ve 35 kV voltaj değeri