



**T.C. İSTANBUL T CARET
 NİVERSİTESİ**

FEN B LİMLERİ ENSTİT S 

**ELEKTROSPINNING Y NTEMİ İLE SİLİKA AEROJEL VE
POLİKAPROLAKTON NANOLİFLERİN  RETİMİ**

Elif Burcu YILMAZ

Danışman

Dr.  ğr.  yesi Muhammet CEYLAN

 kinci Tez Danışmanı

Dr.  ğr.  yesi İsmail TOPCU

Y KSEK LİSANS TEZİ

M CEVHERAT M HENDİSLİĐİ ANABİLİM DALI

İSTANBUL- 2021

KABUL VE ONAY SAYFASI

Elif Burcu YILMAZ tarafından hazırlanan " **Elektrospinning Yöntemi ile Silika Aerojel ve Polikaprolakton Nanoliflerin Üretimi**" adlı tez çalışması 01/09/2021 Tarihinde aşağıdaki jüri üyeleri önünde başarı ile savunularak, İstanbul Ticaret Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü **Mücevherat Mühendisliği Anabilim Dalı**'nda **YÜKSEK LİSANS TEZİ** olarak kabul edilmiştir.

Danışman	Dr. Öğr. Üyesi Muhammet CEYLAN İstanbul Ticaret Üniversitesi	
İkinci Tez Danışmanı	Dr. Öğr. Üyesi İsmail TOPCU Alanya Alaaddin Keykubat Üniversitesi	
Jüri Üyesi	Dr. Öğr. Üyesi Alper ÖZPINAR İstanbul Ticaret Üniversitesi	
Jüri Üyesi	Dr. Öğr. Üyesi Seval GENÇ Marmara Üniversitesi	

Onay Tarihi: 27.09.2021

İstanbul Ticaret Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsünün 27.09.2021 tarih ve 2021/322 numaralı Yönetim Kurulu Kararının 1. maddesi gereğince, ders yüklerini ve tez yükümlülüğünü yerine getirdiği belirlenen "Elif Burcu YILMAZ" adlı öğrencinin mezun olmasına oy birliği ile karar verilmiştir.

Prof. Dr. Necip ŞİMŞEK
Enstitü Müdürü

AKADEMİK VE ETİK KURALLARA UYGUNLUK BEYANI

İstanbul Ticaret Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, tez yazım kurallarına uygun olarak hazırladığım bu tez çalışmada,

- tez içindeki bütün bilgi ve belgeleri akademik kurallar çerçevesinde elde ettiğimi,
- görsel, işitsel ve yazılı tüm bilgi ve sonuçları bilimsel ahlak kurallarına uygun olarak sunduğumu,
- başkalarının eserlerinden yararlanılması durumunda ilgili eserlere bilimsel normlara uygun olarak atıfta bulunduğumu,
- atıfta bulunduğum eserlerin tümünü kaynak olarak gösterdiğimi,
- kullanılan verilerde herhangi bir tahrifat yapmadığımı,
- ve bu tezin herhangi bir bölümünü bu üniversitede veya başka bir üniversitede başka bir tez çalışması olarak sunmadığımı

beyan ederim.

27.09.2021
Elif Burcu YILMAZ

İÇİNDEKİLER

	Sayfa
İÇİNDEKİLER	i
ÖZET.....	iii
ABSTRACT	iv
TEŞEKKÜR.....	v
ŞEKİLLER	vi
ÇİZELGELER	viii
SİMGELER VE KISALTMALAR.....	ix
1. GİRİŞ	1
2. LİTERATÜR ÖZETİ.....	4
3. AEROJELLER.....	7
3.1. Karbon Aerojeller.....	7
3.2. Organik Aerojeller.....	7
3.3. İnorganik Aerojeller	8
3.4. Silika Aerojeller	8
3.4.1. Silika aerojellerin özellikleri	8
3.4.1.1. Yoğunluk	8
3.4.1.2. Optik özellik	9
3.4.1.3. Termal özellik.....	10
3.4.1.4. Hidrofilik	10
3.4.2. Silika aerojelin kullanım alanları	12
3.4.2.1. Isı yalıtımı.....	13
3.4.2.2. Optik uygulamalar	14
3.4.2.3. Akustik ve mekanik uygulamalar	15
3.4.2.4. Elektriksel.....	15
3.5.1. Silika aerojellerin üretim yöntemi	16
4. SOL-JEL YÖNTEMİ	17
4.1. Sol- Jel Basamakları	17
4.2. Sol-jel Yönteminin Avantaj-Dezavantajları	18
5. POLİKAPROLAKTON (PCL)	20
5.1. Fiziksel ve Kimyasal Özellikleri	20
6. ELEKTROSPINNING	23
6.1. Elektrospinning Tarihçesi.....	23
6.2. Elektrospinning İşlemi.....	24
6.3. Elektrospinning Parametreleri	25
6.3.1. Sistem parametreleri	25
6.3.1.1. Polimer ve çözücü türleri	25
6.3.1.2. Polimerlerin Viskozitesi, İletkenliği ve Yüzey Gerilimi	26
6.3.2. İşlem parametreleri.....	26
6.3.2.1. Elektrik potansiyeli, akış hızı, polimer konsantrasyonu ve moleküler ağırlık	26
6.3.2.2. Jet ve kollektör arasındaki mesafe.....	27
6.3.2.3. Bölmedeki sıcaklık, nem ve hava hızı etkileri.	27
7. NANOLİFLER.....	28
7.1. Nanoliflerin Özellikleri	28
7.2. Nanoliflerin Uygulama Alanları.....	28
7.2.1. Biomedikal	29

7.2.2. Sensörler	30
7.2.3. Enerji	31
7.2.4. Elektronik ve optik kullanım alanları	32
7.2.5. Filtrasyon	32
7.2.6. Kozmetik	33
7.2.7. Akıllı kumaşlar ve koruma kıyafetleri	33
8. MALZEME VE METHOD	34
8.1. Malzeme	34
8.2. Method	34
8.2.1. Silika aerojel üretimi	34
8.2.2. Silika aerojel katkılı PCL nanoliflerin üretimi	38
8.2.3. Titanyum Dioksit üretimi	39
8.2.4. TiO ₂ katkılı PCL nanoliflerin üretimi	41
9. ARAŞTIRMA BULGULARI VE TARTIŞMA	43
9.1. Silika Aerojel Katkılı PCL Nanoliflerin Karakterizasyonu	43
9.1.1. Silika arojelin karakterizasyonu	43
9.1.2. Kalınlık testi	44
9.1.3. Çekme testi	45
9.1.4. Taramalı elektron mikroskobu (SEM)	47
9.1.5. Fourier dönüşümü kızılötesi spektroskopisi (FT-IR)	50
9.1.6. Diferansiyel termal analiz/ Termogravimetri (DTA/TG)	52
9.1.7. Brunauer-Emmett-Teller (BET)	54
9.2. TiO ₂ Katkılı PCL Nanoliflerin Karakterizasyonu	56
9.2.1. TiO ₂ karakterizasyonu	56
9.2.2. Kalınlık testi	57
9.2.3. Çekme testi	58
9.2.4. Taramalı elektron mikroskobu (SEM)	59
10. SONUÇ VE ÖNERİLER	62
KAYNAKLAR	64
ÖZGEÇMİŞ	69

ÖZET

Yüksek Lisans Tezi

ELEKTROSPINNING YÖNTEMİ İLE SİLİKA AEROJEL VE POLİKAPROLAKTON NANOLİFLERİN ÜRETİMİ

Elif Burcu YILMAZ

İstanbul Ticaret Üniversitesi
Fen Bilimleri Enstitüsü
Mücevherat Mühendisliği Anabilim Dalı

Danışman: Dr. Öğr. Üyesi Muhammet CEYLAN

İkinci Tez Danışman: Dr. Öğr. Üyesi İsmail TOPCU
2021, 70 sayfa

Nanoteknoloji, maddenin atomik, moleküler ayrıca supramoleküler seviyede kontrolüdür. Bu alanda yapılan çalışmalar son on yılda hızlı ilerlemeler kaydetti. Elektrospinning yöntemiyle nanolif üretimi bu alandaki dikkat çekici noktalardan biridir. Bu çalışmada, 700-800 gr/m²'lik düşük yoğunlukları ve 165 ° yüzey temas açısında süperhidrofobik özelliklere sahip sol-jel yöntemiyle elde edilen silika aerogelleri kullanılmıştır. Polikaprolakton (PCL)-Silika Aerojel Nanolifler, elektrospinning yöntemiyle üretilmiştir. Çözeltilerin hazırlanması sırasında kullanılan AC-CL ve MET-CL çözücü grupları kullanılarak polimerik çözeltiler elde edilmiştir. Bu çözeltilere %0,5, %1, %2 ve %4 oranında silika aerogel eklenerek nanolifler elde edilmiştir. Çalışma kapsamında iki farklı çözücü grupları arasındaki farklar incelenmiştir. Ek olarak, çekme testi, SEM, FTIR, DTA/TG ve BET gibi bir dizi malzeme testi yapılmıştır. Genel olarak, yüksek yüzey alanı özelliğine sahip elde edilen süperhidrofobik nanolifler, güneş cihazları, güneş havuzları, sensörler ve kapasitörler dahil olmak üzere birçok alana uygulanan malzemelerin tasarımında kullanılabilir.

Anahtar Kelimeler: Elektrospinning, nanolif, polikaprolakton, silika aerogel, sol-jel.

ABSTRACT

M.Sc. Thesis

PRODUCTION OF SILICA AEROGEL AND POLYCAPROLACTONE NANOFIBERS BY ELECTROSPINNING METHOD

Elif Burcu YILMAZ

**Istanbul Commerce University
Graduate School of Applied and Natural Sciences
Department of Jewellery Engineering**

Supervisor: Assist. Prof. Dr. Muhammet CEYLAN

**Co-Supervisor: Assist. Prof. Dr. İsmail TOPCU
2021, 70 pages**

Nanotechnology is the control of matter at the atomic, molecular, and supramolecular level. The field of nanotechnology has seen rapid advancements over the last decade. Nanofiber production through the method of electrospinning is one of the attraction points in this area. The Nanofibers, prepared with nano-sized additives, particularly with polymer, have an extensive range of usages. This study utilizes silica aerogels obtained by the sol-gel method due to their low density of 700-800 gr/m² and superhydrophobic property at the surface contact angle of 165°. Polycaprolactone (PCL)-Silica Aerogel Nanofibers were attained by adding 0.5%, 1%, 2% and 4% of previously produced aerogels to the Nanofibers formed by electrospinning. This paper correspondingly examined the differences between AC-CL and MET-CL solvent groups being utilized during the preparation of the solutions. In addition to this examination, series of material tests were conducted, such as tensile test, SEM, FTIR, DTA/TG, and BET. Overall, the resultant superhydrophobic Nanofibers with a property of high surface area can be utilized in the design of materials applied to many areas, including solar devices, solar pools, sensors, and capacitors.

Keywords: Elektrospinning, nanofiber, polycaprolactone, silica aerogel, sol-gel.

TEŞEKKÜR

Bu araştırma için beni yönlendiren, karşılaştığım zorlukları bilgi ve tecrübesi ile aşmamda yardımcı olan değerli Danışman Hocam Dr. Öğr. Üyesi Muhammet CEYLAN'a ve İkinci Tez Danışman Hocam Dr. Öğr. Üyesi İsmail TOPCU'ya teşekkürlerimi sunarım.

Tez savunma sınavıma katılarak yapıcı yorumları ile tez çalışmamın son halini almasını sağlayan değerli jüri üyelerim Dr. Öğr. Üyesi Alper ÖZPINAR ile Dr. Öğr. Üyesi Seval GENÇ'e teşekkürü bir borç bilirim.

Tezimin literatür araştırmasında bana her zaman ve her yerde destek olan Büşra ŞENGEL AYVAZOĞLU'na çok teşekkür ederim.

Tez çalışmamın karakterizasyon çalışmaları aşamasında verdikleri destek için İTÜ-TEMAG Laboratuvarına ve Marmara Üniversitesi Teknoloji Fakültesine teşekkür ederim.

Yüksek lisans eğitimim boyunca ümit verdikleri ve destek oldukları için İstanbul Ticaret Üniversitesi Mühendislik Fakültesi ve Fen Bilimleri Enstitüsü'ndeki akademik ve idari kadrodaki tüm çalışma arkadaşlarıma çok teşekkür ederim.

Çalışmalarım süresince verdikleri destek ve anlayışları için tüm dost ve arkadaşlarıma teşekkür ederim.

Son olarak, tüm eğitim hayatım boyunca hiçbir zaman desteklerini esirgemeyen tüm aile bireylerime sonsuz sevgi ve saygılarımı sunarım.

Elif Burcu YILMAZ
İSTANBUL, 2021

ŞEKİLLER

	Sayfa
Şekil 1.1. Silika Aerojel hakkında dünya çapında yayınlanan yayınların yıllara göre dağılımı	1
Şekil 3.1. Hidrofilik ve hidrofobik silika aerjelleri gösteren şematik diyagram.....	11
Şekil 3.2. Sıvının, katı yüzeyle yaptığı üçlü temas çizgisi.....	12
Şekil 5.1. 2003'ten 2019'a kadar Web of Science (WoS) 'ye göre elektrospinning ile ilgili yayınlanmış bilimsel makale sayısı	20
Şekil 5.2. Polikaprolaktonun yapısı	21
Şekil 6.1. Elektrospinning kurulumu	24
Şekil 7.1. Yara pansuman için nanolifler	30
Şekil 8.1. Hazırlanan karışımın manyetik karıştırıcıda karışması.....	34
Şekil 8.2. Jelleşen karışımın sudaki hali	35
Şekil 8.3. Jelin Metanol içinde bekletilmesi	35
Şekil 8.4. Metanol ölçümü	36
Şekil 8.5. n-hekzan ve Silan karışımının hazırlanması ve ultrasonik banyoda bekletilmesi	37
Şekil 8.6. Partikül silika aerjellerin toz haline getirilmesi	37
Şekil 8.7. Polimerik çözeltinin hazırlanması.....	38
Şekil 8.8. PCL-Silika Aerojel çözeltinin tamamlanması	39
Şekil 8.9. Sol-jel çözeltisinin hazırlanması	40
Şekil 8.10. Çözeltinin jel halini alması.	40
Şekil 8.11. Jelin fırında kurutulması.	41
Şekil 8.12. TiO ₂ partikülleri	41
Şekil 9.1. Silika Aerojelin SEM görüntüleri	43
Şekil 9.2. Silika Aerojelin SEM-EDS sonucu.....	44
Şekil 9.3. Ortalama fiber kalınlıkları (a) PCL – Silika aerojel nanolifler (MET-CL) (b) PCL – silika aerojel nanolifler (AC-CL)	44
Şekil 9.4. Numunelerin çekme makinesindeki görüntüleri.....	45
Şekil 9.5. PCL – silika aerojel nanolifler (MET-CL) çekme testi sonuçları.....	46
Şekil 9.6. PCL – silika aerojel nanolifler (AC-CL) çekme testi sonuçları.....	46
Şekil 9.7. MET-CL çözücü grubunda çözülen PCL – silika aerojel nanoliflerin SEM görüntüleri; a, Saf PCL; b, %0.50 silika aerojel; c, %1 silika aerojel; d, %2 silika aerojel; e, %4 silika aerojel	48
Şekil 9.8. AC-CL çözücü grubunda çözülen PCL – silika aerojel Nanoliflerin SEM görüntüleri; a, Saf PCL; b, %0.50 silika aerojel; c, %1 silika aerojel; d, %2 silika aerojel; e, %4 silika aerojel	49
Şekil 9.9. Farklı konsantrasyonlarda (a) PCL – silika aerojel nanolifleri (MET-CL) (b) PCL – silika aerojel nanolifleri (AC-CL) içeren PCL fiberlerin ortalama lif çapı	50
Şekil 9.10. Farklı konsantrasyonlarda PCL – silika aerojel nanolif FTIR Sonucu (a) Silika aerojel – PCL (MET-CL) nanolifler, (b) silika aerojel – PCL (AC-CL) nanolifler	51
Şekil 9.11. Farklı konsantrasyonlarda PCL – silika aerojel nanolifin Diferansiyel Termal Analizi / Termogravimetrisi (DTA / TG) (a) silika aerojel – PCL (MET-CL) nanolifleri, (b) silika aerojel-PCL (AC-CL) nanolifleri	53

Şekil 9.12. Farklı konsantrasyonlarda PCL – silika aerogel nanolifin BET yüzey alanı (a) %4 silika aerogel – PCL (MET-CL) nanolifler, (b) %4 silika aerogel – PCL (AC-CL) nanolifler.....	55
Şekil 9.13. TiO ₂ partiküllerinin SEM görüntüleri	57
Şekil 9.14. TiO ₂ partiküllerinin SEM-EDS sonuçları	57
Şekil 9.15. TiO ₂ katkılı PCL nanoliflerin ortalama fiber kalınlığı.....	58
Şekil 9.16. TiO ₂ katkılı PCL nanoliflerin çekme testi sonuçları.....	58
Şekil 9.17. Farklı TiO ₂ konsantrasyonlarına sahip TiO ₂ – PCL nanoliflerinin SEM görüntüleri: a, Saf PCL; b, %0.50 TiO ₂ ; c, %1 TiO ₂ ; d, %2 TiO ₂ ; e, %4 TiO ₂	60
Şekil 9.18. Farklı konsantrasyonlardaki TiO ₂ – PCL nanoliflerinin ortalama lif çapı.....	61

ÇİZELGELER

	Sayfa
Çizelge 3.1. Aerojelin genel özellikleri ve uygulama alanlarının tanımlanması	13
Çizelge 6.1. Elektrospinning zaman çizelgesi	23
Çizelge 7.1. Elektrospun polimer nanoliflerin uygulamaları	29
Çizelge 9.1. Farklı konsantrasyonlarda PCL – Silika Aerojel Nanolifin BET Yüzey Alanı (a) Silika Aerojel – PCL (MET-CL) Nanolifler, (b) Silika Aerojel – PCL (AC-CL) Nanolifler	54

SİMGELER VE KISALTMALAR

Al	Alüminyum
Au-Pd	Altın-Paladyum
BET	Brunauer-Emmett-Teller
cm	Santimetre
CO ₂	Karbondioksit
CNT	Karbon Nanotüpler
CHCL ₃	Kloroform
CH ₃ CN	Asetonitril
CH ₃ OH	Methanol
C ₆ H ₁₄	n-hekzan
DMFC	Direkt Metanol Yakıt Pilleri
DTA/TG	Diferansiyel Termal Analiz/ Termogravimetri
EtOH	Etanol
gr	Gram
g.cm ⁻³	Gram/santimetreküp
HCl	Hidroklorik asit
H ₂ O	Su
Kx	Büyütme
MeOH	Metanol
ml	Mililitre
Mpa	Megapaskal
m ₀	Yük taşıyıcılarının hareketliliği
Mn	Moleküler ağırlığı
M41S	Yüzey aktif bir madde
Na ₂ SiO ₃	Sodyum Silikat
NH ₄ OH	Amonyum hidroksit
nm	Nanometre
-OCH ₃	Metoksi grupları
-OH	Hidroksil grubu
PAN	Poliakrilonitril
PCL	Polikaprolakton
Pt	Platinyum
PVA	Polivinil alkol
PVDF	Polivinilidenflorit
SEM	Taramalı Elektron Mikroskobu
SEM-EDS	Taramalı Elektron Mikroskobu- Enerji Dispersiv Spektrum
SiO ₂	Silika
SiH ₄	Silan
SnO ₂	Kalay (IV) oksit
SSNF	SiO ₂ /SnO ₂ Nanolifler
STEP	Spinneret tabanlı ayarlanabilir mühendislik parametreleri
TEOS	Tetraetilortosilikat
TGA	Termogravimetrik Analiz
TiO ₂	Titanyum Dioksit
TMOS	Tetrametilsilan
U	Sürüklenme hızı
XRD	X-Işını Difraktometresi

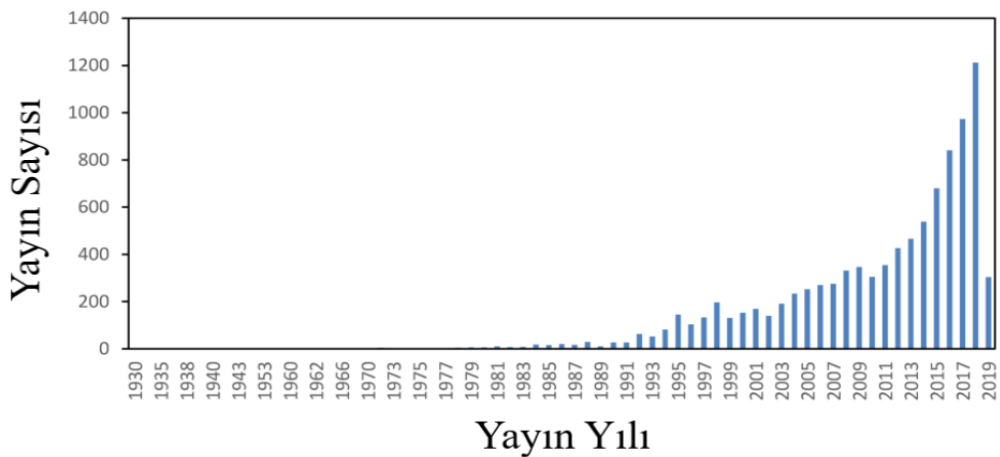
WoS	Web of science
$W \cdot m^{-1} \cdot K^{-1}$	Termal iletkenlik
$^{\circ}C$	Celcius
θ	Değme Açısı
γ_{sv}	Katı-Buhar Değme Açısı
γ_{lv}	Sıvı-Buhar Değme Açısı
γ_{sl}	Katı-Sıvı Değme Açısı
μS	Mikrosiemens

1. GİRİŞ

Gelişen teknoloji sayesinde bilimin her alanına gün geçtikçe yenilikler eklenmektedir. Bu duruma bağlı olarak da toplumun ihtiyaçları artmaktadır. Artan hızlı nüfus, her alanda olduğu gibi malzeme alanında da bilim insanlarını yenilikler yapmaya sürüklemiştir. Bu anlamda özellikle çok amaçlı olarak kullanılabilecek malzemeler ön plana çıkmıştır. Bu malzemeler içinde en önemli yere sahip olanlar ise gözenekli yapıya sahip olan malzemelerdir. Gözenekli malzemeler katalizör olarak, sıvı ve gaz adsorpsiyon prosesinde, su ve hava arıtımı gibi pek çok alanda kullanılmaktadır.

Silika aerogeller günümüzde en çok tercih edilen gözenekli malzemeler arasında yer almaktadır. Sahip olduğu yüksek gözenekli yapısı, yüksek yüzey alanı, düşük kırılma katsayısı ve düşük dielektrik sabiti gibi özellikleri ile aerogel çeşitleri içinde en yaygın olarak kullanılandır. Üretimi, doğada kolay bulunan malzemelerden yapılabildiği için endüstrideki kullanım alanları oldukça yaygındır.

Son yıllarda kullanım alanlarının giderek artması nedeniyle akademik anlamda da ön planda olan silika aerogel, malzeme ve nanoteknoloji alanında çalışan bilim insanları için önemli bir malzeme haline gelmiştir. Şekil 1.1’de yer alan grafik incelendiğinde 2019 yılının başında yapılan bu araştırmaya göre silika aerogel ile ilgili yapılan yayınların son yıllarda giderek ivme kazandığı görülmektedir.



Şekil 1.1: Silika aerogel hakkında dünya çapında yayınlanan yayınların yıllara göre dağılımı (García-González, vd., 2019)

Şekildeki grafik incelendiğinde silika aerogeller ile ilgili yapılan yayınların devam eden artışı, bu konunun hala daha güncel bir araştırma konusu olduğunu net bir şekilde ortaya koymuştur.

Nano boyutlu malzemeler, kusursuz fiziksel ve kimyasal özelliklere sahip yeni malzeme sınıfları olarak tanımlanır. Nano malzemelerin sınıflandırılması, nano aralıktaki (≤ 100 nm) boyutların sayısına dayanmaktadır. Nano malzemelerin özellikleri, diğer malzemelere göre önemli ölçüde farklılık göstermektedir. Dökme malzemelerin boyutu nano ölçekli aralıklara indirildiğinde, bu malzemeler ilginç ve sıra dışı özellikler sergileyebilir. Bu özellikler, artan mekanik mukavemet, kimyasal re-aktivite ve iletkenliği içerir. Örnek olarak altın daha düşük sıcaklıklarda nano boyutta olduğunda sıvı hale gelebilmektedir. Gümüş ise nano boyutta şeffaf halde olurken daha büyük formlarda opak olarak görünmektedir.

Nanotüpler, nanopartiküller, nanofilmler, nanolifler, nanoteller ve nanokompozitler gibi bir dizi nano ölçekli malzemeler; sağlam askeri teçhizat, daha güçlü bilgisayar ve uydular, hızlı araba ve uçaklar, daha iyi pil ve mikroçipler için mükemmel mekanik, termal, elektrik, manyetik, optik, biyolojik özellikler ve davranışları sayesinde gelecek nesil gelişmiş malzemeler olarak kabul edilir.

Yapılan bu çalışmada, nano malzemeler içinde yer alan polimerik nanolifler incelenecektir. Nanolifler, nanometre ölçeğine sahip fiberlere verilen addır. Bu fiberler, neredeyse tüm polimerlerden üretilebilmektedir. Fakat, özellikleri ve uygulama alanları üretilen polimere göre farklılık göstermektedir (Asmatulu ve Khan, 2019). Polimer nanolifler, elektrospinning, spinneret tabanlı ayarlanabilir mühendislik parametreleri (STEP), çizim teknikleri, şablon sentezi, faz ayırma/inversiyon, kendi kendine montaj, çözelti üfleme (hava jeti eğirme), forcepinning (santrifüj eğirme) ve nanoliflerin ara yüzey polimerizasyonu ile sentezlenmektedir. En yaygın yöntemi elektrospinning yöntemidir. Fizibilitesi, maliyet etkinliği, çeşitli polimerlerden sürekli lifler üretme kabiliyeti ve seri üretim nedeniyle tercih edilmektedir. Polimer nanolifler hem doğal hem de sentetik polimerlerden üretilmektedir. Polimer karışımları ayrıca tıbbi uygulamalarda biyolojik olarak parçalanabilirliği, sensörlerde ve nöral doku mühendisliğinde iletkenliği geliştirmek için kullanılmaktadır. Ayrıca doku mühendisliği, yara pansumanı üretimi, ilaç dağıtımı, filtreler, koruyucu giysiler,

sensörler ve kompozit malzemeleri güçlendirmek için kullanılan yapı iskeleleri gibi konular polimer nanoliflerin uygulama alanlarına girmektedir (Zahmatkeshan, vd., 2018).

Yapılan bu tez çalışması üç ana bölümden oluşmaktadır;

1. Silika aerojellerin sol-jel yöntemiyle sentezlenmesi,
2. Silika aerojel katkılı Polikaprolakton (PCL) nanoliflerin electrospinning yöntemiyle elde edilmesi,
3. Üretilen nanoliflerin karakterizasyon çalışmalarının yapılarak kullanım alanlarının belirlenmesi.

Bu tez çalışmasının temel amacı, enerji korunumu ve ısı yalıtımı için hafif ve sıcaklığa karşı dayanıklı bir malzeme geliştirmektir. Silika aerojel yüksek sıcaklığa oldukça dayanıklı olması ve mükemmel bir ısı yalıtımı özelliğine sahip olması ile bu konu için iyi bir aday olabileceği düşünülmektedir. Üretilcek olan bu silika aerojeller, elektrospinning yöntemi ile elde edilen nanolif çözeltilerine farklı oranlarda eklenerek silika aerojel katkılı PCL nanolifler elde edilecektir. Ardından üretilen tüm numunelerin karakterizasyon çalışmaları yapılarak artan silika aerojel miktarına bağlı olarak numunelerin nasıl sonuçlar verdiği araştırılacaktır.

2. LİTERATÜR ÖZETİ

Yapılan literatür araştırmasında silika aerogel katkılı nanolif malzemelerin elde edilmesinde farklı malzemeler ve çeşitli yöntemler kullanılmıştır. Sadece nanolifler elde edilmemiş, nano kompozit malzemeler de üretilmiştir. Burada kullanılan malzemeye göre kullanım alanları, malzemenin fiziksel ve kimyasal özellikleri farklılık göstermektedir. Bu bölümde günümüze kadar yapılan benzer çalışmalar tarih sırasında yazılmış olup, çalışmalarda kullanılan malzemeler ve alınan sonuçlara özetlenmiştir.

Wu vd. (2013), yaptıkları çalışmada elektrospinning yöntemiyle polivinilidenflorit (PVDF) nanolifler, tetraetilortosilikat (TEOS), etanol (EtOH), su ve Hidroklorik asit (HCl) kullanılarak iki aşamalı asit/baz katalizli sol-jel işlemiyle silika aerogeller elde etmişlerdir. Daha sonra silika sol çözeltisi içine PVDF nanolifleri ilave edilerek kompozitler üretilmiştir. Yapılan karakterizasyon işlemleri sonucunda, 12 cm çapında ve $0.027 \text{ W} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$ 'e kadar düşük termal iletkenliğe sahip esnek aerogel kompozitler, elektrospinning ve sol-jel yöntemleriyle başarılı bir şekilde sentezlendiği görülmüştür. Sonuçlar, elektrospinning PVDF nanoliflerle güçlendirilmiş aerogel kompozitin en düşük termal iletkenliğe ve en büyük mekanik dayanıklılığa sahip olduğunu göstermektedir. Ayrıca aerogel kompozitlerin basınç mukavemeti ve esnekliği, elektrospun PVDF nanoliflerinin güçlendirilmesi ile önemli ölçüde iyileştirildiği görülmüştür.

Ślosarczyk vd. (2015) tarafından yapılan çalışmanın temel amacı, daha dayanıklı yapıya sahip silika aerogel-karbon fiber nanokompozitleri üretmektir. Aerogel ve onun kompozitlerinin karbon fiberlerle sentezi, atmosfer basıncında kurutma kullanılarak iki aşamalı sol-jel işlemi ile gerçekleştirilmiştir. Sol-jel için başlangıçta kullanılan malzemeler tetrametilsilan (TMOS), metanol ve sudur. Daha sonra diğer malzemeler eklenerek işlem tamamlanmıştır. Silika aerogel katkılı karbon fiberlerde yine aynı yol ile üretilmiş olup, sadece başlangıçta çözelti içeresine karbon fiber eklenmiştir. Şimdiye kadar yapılan buna benzer çalışmalarda, silika aerogellerin bileşenleri olarak karbon fiberlerin uygulanmasının, kurutma sırasında aerogel büzülmesini sınırlamada olumlu sonuçlar verdiğini kanıtlamıştır. Karbon malzemelerin kimyasal muamelesi,

yüzeylerinde oksijen fonksiyonel gruplarının oluşmasına neden olmuş ve bu gruplar ile silika jel yüzeyindeki hidroksit grupları arasında kimyasal bir reaksiyon ve iyonik bağların oluşmasını sağlamıştır. Bu durumda, silika aerogelin yapısını güçlendirmiştir.

Zhang vd., (2019), yayınlamış oldukları makalede nanolif içeriğinden etkilenen silika aerogel kompozitlerin mekanik ve termal özelliklerini araştırmıştır. Ayrıca, aerogel kompozitlerin ısı yalıtım mekanizması ve mekanik arızaları da incelenmiş ve tartışılmıştır. Silika aerogeller, sol-jel ve süper kritik kurutma yöntemi ile hazırlanmıştır. Üretilen aerogeller daha öncesinde hazırlanan $\text{SiO}_2/\text{SnO}_2$ nanoliflerine eklenmiştir. Bu nanolifler, kütle yüzdelere göre SiO_2 -SSNF %0, SiO_2 - SSNF%1, SiO_2 -SSNF%2, SiO_2 -SSNF %3 olarak adlandırılmıştır. SiO_2 aerogelinin SSNF'nin oranı sırasıyla %0, %3, %5, %8 idi. Üretilen numunelere SEM, FTIR, termal iletkenlik, sıkıştırma testi uygulanmıştır. Yapılan testler sonucunda aerogel miktarı artıkça nanoliflere, aerogelin özelliklerinin hâkim olduğu görülmüştür. Bu durumda aerogel kompozitlerin yoğunluğunda ve Young Modülünde bir artışa neden olmuştur. Ayrıca, SiO_2 - SSNF aerogel kompozitlerinin oda sıcaklığındaki genel termal iletkenliği, aerogel büzülmesinin inhibisyonu ve radyasyon termal iletkenliğinin azalması nedeniyle 0,034 W/(m·K)'den 0,025 W/(m·K)'ye düşmüştür.

Afrashi vd. (2019), yaptıkları çalışmada silika aerogelin önemli kullanım alanlarından biri olan ilaç taşıyıcılığı özelliği üzerine bir araştırma yapmışlardır. Çalışmanın amacı, silika aerogel ile Polivinil alkol (PVA) film nanoliflerin ilaç salınımı üzerindeki etkilerini karşılaştırmaktır. İlk olarak, PVA nanolifler elektrospinning yöntemi ile üretilmiştir. Ardından ilaç yüklü PVA filmler kurutularak yapılmıştır. Son olarak sol-jel yöntemi kullanılarak silika aerogeller hazırlanmıştır. Aerogelleri üretirken TEOS, H_2O , EtOH, HCl ve NH_4OH malzemeleri kullanılmıştır. Üretilen ilaç yüklü silika aerogel, PVA film ve nanolifler ile ilaçsız numunelerin fiziksel ve kimyasal özellikleri incelenmiştir. Sentezlenen aerogelin yüzey alanı, gözenek hacmi, yoğunluğu ve diğer fiziksel özellikleri aerogellerin mezogözenekli ve yüksek gözenekli yapıya sahip olduğunu göstermiştir. Ayrıca ilaç, üretilen ürünlerin yapısına başarıyla yüklendiği ve yeni kimyasal bağların oluşmadığı tespit edilmiştir.

Mahmoodi vd. (2020), arařtırmalarında Silika arojel/Poliakrilonitril/Poliviniliden florür nanolif üreterek renkli atık suların arıtılması konusunu ele almıřlardır. Yapılan alıřmada, silika arojeli kendileri elde etmemiř ve diğeri malzemeler gibi hazır alınmıřtır. Nanolifler elektrospinning yöntemiyle üretilmiřtir ve SEM, FTIR, TGA, XRD ve çekme testi uygulanmıřtır. Sonuçlar incelendiğinde, silika arojel katkılı nanoliflerin gözenekli morfolojisi ve daha yüksek termal dirence sahip olduđu görölmüřtür. Ayrıca katkısız nanoliflere oranla silika arojel katkılı nanoliflerin çekme özelliklerinin arttığı gözlemlenmiřtir. Nanoliflerin adsorpsiyon kapasitesinin silika arojel miktarı ile doğru orantılı olduđu sonucuna varılabilir.

3. AEROJELLER

Aerojel, bir jelin içerisinde bulunan gözeneklerdeki sıvı bileşenin hava ile değiştirilmesiyle oluşan katı maddelere verilen addır. Duman gibi görüntü verdikleri için donmuş duman veya "mavi duman" olarakta adlandırılır. İlk olarak 1931 yılında Kaliforniya, Stockton'daki Pasifik Koleji'nden Amerikan Kimya Mühendisi Samuel Stefan Kistler tarafından üretilmiştir. %99,8'i havadan oluşan aerogeller, yüzeyi sünger andıran delikli gözeneklerden oluşmaktadır ve çok iyi bir yalıtıcıdır. İçerisine hapsettiği bu hava sayesinde bilinen en iyi yalıtım malzemesidir. Yapısında bulundurduğu boşluklar ile ışığı geçirebilecek düzeyde bir şeffaflığa sahiptir (Kesik, 2019).

Aerogellerin üç çeşidi vardır. Bunlar; karbon aerogeller, organik aerogeller ve inorganik aerogellerdir. Karbon aerogeller, organik aerogellerin inert atmosferde pirolizi ile elde edilmektedir. Organik aerogeller, sulu çözelti içindeki resorsinol ile formaldehitin sol-jel polikondenzasyon reaksiyonları ile sentezlenmektedir. İnorganik aerogeller ise metal alkoksitlerin polikondenzasyonundan sentezlenen çapraz bağlı ve şeffaf hidrojellerden üretilmektedir (Güler, 2012).

3.1. Karbon Aerogeller

Karbon aerogeller, organik aerogellerin pirolizinden elde edilen yüksek gözenekli maddelerdir (Güler, 2012). Karbon aerogeller, umut verici katılar ve oldukça gözenekli malzemeler olarak, yüksek yüzey alanı, ultra düşük yoğunluk, büyük gözenek hacmi, iyi mekanik davranışlar, termal ve kimyasal sağlamlık ve iyi iletkenlik özellikleri göstermektedir (Yang vd., 2019).

Karbon aerogeller geleneksel olarak katalitik jelleştirme, süperkritik kurutma ve karbonlaştırma işlemleri ile hazırlanır (Zhang vd.,2020).

3.2. Organik Aerogeller

Organik aerogeller ilk olarak, Rick Pekala tarafından 1989 yılında üretilmiştir. Organik aerogellerin üretimi üç basamakta incelenmektedir. Bunlar; sol-jel polimerizasyonu,

solvent deęiřimi ve süperkritik CO₂ kurutmadır. Baz katalizör olarak sodyum karbonat kullanılmaktadır (Getir, 2019).

3.3. İnorganik Aerojeller

İnorganik arojeller, metal alkoksitlerin polikondenzasyonundan sentezlenen çapraz baęlı ve řeffaf hidrojellerden üretilmektedir. Bunların içerinde en bilinen silika arojellerdir (Güler, 2012).

3.4. Silika Aerojeller

Silika arojeller en yaygın arojel tipidir. Birbirine baęlı nanoparçacık yapı taşları ile, %90'dan fazla hava ve %10'dan az katı silika içeren benzersiz gözenekli üç boyutlu bir aę yapısı oluřtururlar (Shi vd., 2006; Li vd., 2012).

Silika arojellerin düşük yoğunluęu ($\sim 0.003\text{--}0.5\text{ g.cm}^{-3}$), düşük kırılma indisi (~ 1.05), ultra düşük dielektrik sabiti ($k = 1.0\text{--}2.0$) ve düşük ısı iletkenlięi ($0.005\text{--}0.1\text{ W / (mK)}$), gibi özelliklere sahiptir. Ayrıca, yüksek özgül yüzey alanına ($500\text{--}1200\text{ m}^2.\text{g}^{-1}$) ve yüksek gözeneklilik oranına (%80-99,8) sahiptir (Maleki vd., 2014).

Bu olaęandışı özelliklerden dolayı silika arojeller; ısı ve ses yalıtımı, ısı ve enerji depolama, akü elektrotları, katalizör destekleri, gaz ve nem sensörleri, adsorbanlar ve ilaç daęıtım sistemleri vb. kullanım alanları vardır (Wang vd., 2015).

3.4.1. Silika arojellerin özellikleri

3.4.1.1. Yoęunluk

Arojellerin sahip oldukları hacim büzülmesinin yüzdesi, hidrojel ve arojelin hacimleri kullanılarak hesaplanmaktadır. Silindirik arojellerin hacmi, arojelin çap (2r) ve yükseklik deęerleri kullanılarak (h) hesaplama yapılır.

Yığın yoğunluğu (ρ_b) tanımı, aerogelin kütlesinin hacmine oranı olarak yapılır. Aerogellerin kırılma indisi (n) Clausius-Mossotti formülü ile hesaplanmıştır.

$$n = \frac{3}{2} \frac{\rho}{\rho_s} \frac{n_s^2 - 1}{n_s^2 + 2} = 1 + 0.19\rho$$

Sırasıyla n ve n_s kırılma indisleridir, ρ ve ρ_s aerogel ve silis yoğunluğunu ifade etmektedir.

Aerogellerin gözeneklilik ve gözenek hacmi formüllerle belirlenir. Bu formül aşağıda gösterilmektedir.

$$\text{Gözenek seviyesi (cm}^3/\text{g)} = (1/\rho_b - 1/\rho_s)$$

$$\text{Gözeneklilik} = (1 - \rho_b/\rho_s) \times 100$$

ρ_b : Silika aerogelinin kütle yoğunluğu

ρ_s : Silika aerogelinin iskelet yoğunluğu

Hacim çekmesi yüzdesi ise aşağıdaki formül yardımıyla hesaplanır.

$$\%V_s = \left(1 - \frac{V_a}{V_g}\right) \times 100$$

V_a ve V_g sırasıyla aerogel ve alkojelin hacmidir (Rao vd., 2007).

3.4.1.2 Optik özellik

Silika aerogeller, çok yüksek ısı yalıtım özelliğine ve görünür bölgede çok yüksek şeffaflığa sahipken aynı zamanda oldukça düşük ısı iletkenliğine de sahiptir. Bu özellikler, silika aerogelleri çift katlı camlar için güçlü bir aday yapmaktadır. Kurutma sonrası ısıtma, sililleme maddesi, ortam basıncı, kurutma işlemi için değiştirme çözücüler ve özellikle sol-jel parametreleri silika aerogelin optik şeffaflığını etkiler.

Silika aerogelin mikro yapısı, gözenek boyutu ve parçacık boyutu, görünür ışığın dalga boyu ile karşılaştırılabilir. SiO₂ görünür ışığı emmez. Silika aerogel görünür aralıkta yüksek bir radyasyon geçirgenliğine sahiptir. Bununla birlikte, kütle (Rayleigh) saçılması ve yüzey saçılması olan ışığın saçılması nedeniyle şeffaflık azalır. Silika aerogeller, ışığın saçılması nedeniyle puslu bir görünüm kazanır. Rayleigh saçılması, parçacıkların boyutu gelen ışığın dalga boyundan küçük olduğunda ve Rayleigh saçılmasından kaynaklanan ışık yoğunluğunun zayıflaması Rayleigh-Gans Teorisi tarafından tanımlandığında meydana gelir. Bir malzemedeki homojen olmayanlar ve saçılma merkezleri Rayleigh saçılımına neden olur. Silika aerogel içindeki gözenekler ve kümelenmiş parçacıklar bu durumda saçılma merkezleridir ve hem gözeneklerin hem de parçacıkların boyutu görünür ışığın dalga boyundan daha küçüktür. Saçılma merkezlerinin büyüklüğüne karşılık gelen sol-jel parametreleri ile kontrol edilebilir. Yüzey saçılması esas olarak, jelleşmenin meydana geldiği kalıbın pürüzlülüğüne bağlı olarak silika aerogel yüzeyinin pürüzlülüğünden kaynaklanır (Karayılan, 2014).

$$\alpha = 32\pi^4 \frac{d_{ap}}{d^{SiO_2}} \frac{a^3}{\lambda^4} (n^2 - 1|n^2 + 2)2$$

α : Sönüm katsayısı (I₀'nun I'e kadar olan ışık yoğunluğunun zayıflaması)

d_{ap} : Silika aerogelinin görünür veya kütle yoğunluğu

d : Amorf silikaların gerçek yoğunluğu: 2.2 g / cc

a : Parçacık saçılma merkezi

n : Bağlı kırılma indisi n_1 / n_2

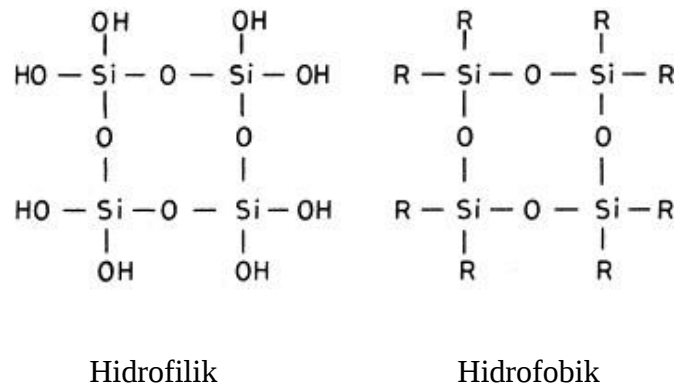
3.4.1.3 Termal özellik

Nanometre seviyesindeki gözenek boyutu ve gözenekli yapısı sayesinde silika aerogeller, ısı iletkenliği hareketsiz havadan daha düşük olan yüksek yalıtım malzemeleridir. Aerogelin mucidi Kistler, bir aerogelin termal iletkenliğinin havadaki ortam basıncında 0.02 W/mK ve boşaltıldığında 0.01 W/mK civarında olduğunu

yaptığı çalışmalarla göstermiştir. Silika aerojellerin katı silisin çok küçük (~%1-10) bir fraksiyonu olması nedeniyle, daha düşük bir katı iletkenliği sergiler ve aynı zamanda daha düşük bir termal enerji iletimi de sağlamaktadır. Ek olarak gazlar, termal enerjiyi aerojelden taşıyabilme özelliğine sahiptir. Silika aerojeller, gözenekli yapıya sahip olduğundan gaz malzemelerin içinden geçmesi kolaydır. Silika aerojeller, termal taşıma özelliği ile kızılötesi radyasyonu hapsedebilir. Bu ulaşımı etkileyen önemli etken, numunenin optik kalınlığı ve aerojelin optik sönme katsayısıdır. Düşük sıcaklıklarda, termal taşınmanın radyasyon bileşeni düşük, ancak daha yüksek sıcaklıklarda, radyant taşıma baskın bir termal iletim modu haline gelir (Dorcheh ve Abbasi, 2008).

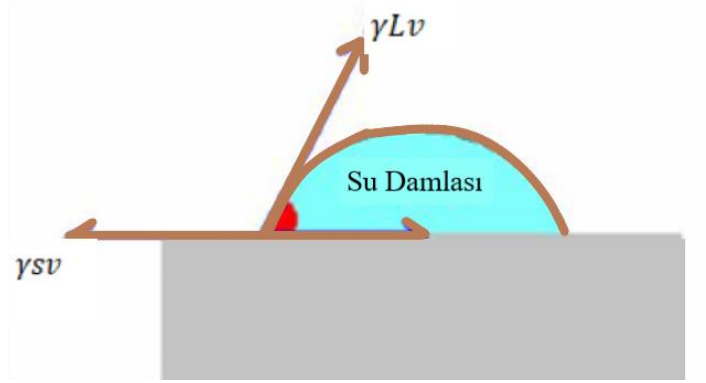
3.4.1.4 Hidrofilik

Silika aerojeller, sentez sırasındaki koşullara bağlı olarak hidrofilik veya hidrofobik yapıya sahip olabilir. Aerojelin hidrofilik özellik göstermesindeki sebep, yapısında bulunan Si-OH polar gruplarıdır. Çünkü bu polar gruplar suyun adsorpsiyonunu teşvik edebilirler. Genel olarak, modifiye edilmemiş hidroliz ve alkil ortosilikatların yoğunlaştırılmasıyla sentezlenen ve yüksek sıcaklıkta SCD ile kurutulan aerojeller hidrofobiktir ve CO₂ ile kurutulanlar hidrofiliktir. Düşük sıcaklıkta süper kritik kurutma, yüzeyde hidrofilik aerojeller ile sonuçlanan hidroksil gruplarına (-OH) neden olur. Yüksek sıcaklıkta süper kritik kurutma, metoksi grupları (-OCH₃) oluşturarak yüzey hidroksil gruplarının çözücü ile reaksiyona girmesini sağlar ve böylece hidrofobik Aerojeller elde edilir (Dorcheh ve Abbasi, 2008). Şekil 3.1 de hidrofilik ve hidrofobik silika aerojellerin bağ yapıları gösterilmektedir.



Şekil 3.1: Hidrofilik ve hidrofobik silika aerojelleri gösteren şematik diyagramı (Wagh ve Ingale, 2002)

Silika aerojellerin sahip oldukları hidrofobik veya hidrofilik karakterleri, temas açısı analizi kullanılarak belirlenebilir. Temas açısının belirlenmesi, düz ve yatay bir zemin üzerinde duran katının üzerine bir sıvı damlatılması ile gerçekleştirilir. Sıvı numune bir katı yüzey ile temas ettiğinde, katı-sıvı-buhar arayüzey değme açısı (θ) veya temas açısı olarak adlandırılmaktadır. Bu değme açısı, katı-buhar (γ_{sv}), sıvı-buhar (γ_{lv}) ve katı-sıvı (γ_{sl}) arayüzey gerilimleri arasındaki lateral kuvvetlerin dengesidir ve Young denklemi yardımıyla hesap yapılabilir (Şekil 3.2). Küçük hacim değerlerinde, sıvının makroskopik şekli yerçekimi kuvvetinden bağımsızdır ve düz yüzeyde küresel bir şekil verir. Pratik olarak, ilerleyen ve gerileyen açı değerleri üçlü çizgiye dayanır. Temas açısının çeşitli olması, yüzeyin pürüzlülüğüne ve kimyasal heterojenliğine bağlıdır.



Şekil 3.2. Sıvının, katı yüzeyle yaptığı üçlü temas çizgisi

Bu verilere göre, Young Eşitliği yazılmak istense;

$$\gamma_{sv} = \gamma_{sl} + \gamma_{lv} \cos \theta$$

formülü ortaya çıkar (Kesik, 2019).

3.4.2 Silika aerojelin kullanım alanları

Silika aerojeller, 80 yıldan uzun bir süre önce keşfedilmiştir. Yıllar geçtikçe de yeni birçok potansiyel uygulama alanına sahip olmuştur (Schmidt ve Schwertfeger, 1998). Teknolojinin bazı geliştiricileri tarafından, aerojellerin popüler olacağı ve bir gün yaygın olarak kullanılacağı beklentisi vardır. Bunun sebebi, malzemenin olağanüstü

özelliklere ve birçok potansiyel uygulamaya sahip olmasından kaynaklanmaktadır. Silika aerogeller, hem ticari hem de teknik olmak üzere iki önemli uygulama alanına sahiptir. Birkaç istisna dışında, tüm uygulamalar aerogel malzemenin bazı teknik özelliklerinden temel aldığı için bu iki uygulama alanını birbirinden ayırmak güçtür. Çizelge 3.1, aerogellerin belirli özelliklerinden kaynaklanan hem genel hem de spesifik bazı uygulamaları göstermektedir (Hrubesh, 1998).

Çizelge 3.1: Aerogelin genel özellikleri ve uygulama alanlarının tanımlanması

GENEL ÖZELLİKLER	ÖZELLİKLER	UYGULAMA ALANLARI
Termal İletkenlik Özelliği	- En İyi Yalıtım Katı - Şeffaf - Yüksek Sıcaklık - Hafif	Mimari ve cihaz yalıtımı, Portatif soğutucular, Taşıma araçları, Kriyojenik, Çatı pencereleri, Uzay araçları ve problemleri, Döküm kalıpları
Optik Özellik	- Çoklu Kompozisyonlar - Düşük Kırılma İndisi Katı - Şeffaf	Hafif optikler, Cherenkov dedektörleri, Işık kılavuzları, Özel efekt optikleri
Akustik Özellik	En düşük ses hızı	Transdüserler, Hoparlörler için empedans eşleştiricileri
Mekanik Özellik	- Hafif - Elastik	Aşırı hız parçacık tuzağı, Enerji emici
Elektriksel Özellik	- En düşük dielektrik sabiti - Yüksek dielektrik dayanımı - Yüksek yüzey alanı	IC'ler için dielektrikler, Vakum elektrotları için ara parçalar, Vakum ekran ara parçaları, Kapasitörler

3.4.2.1. Isı yalıtımı

Silika aerogellerin ısı yalıtım uygulamaları muhtemelen tüm uygulamaların en dikkate değer olanlarındandır. Bu aerogeller, $5 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ termal iletkenliğe ve 0.12 g / cm^3 yoğunluğa sahiptir. Bunu diğer malzemelerle karşılaştırdığımızda, aerogeller havanınkinden %50 oranında daha düşük ısı iletkenlik değerlerine sahiptir. Silika aerogellerin yüksek ısı yalıtım özellikliğine sahip olmasındaki öncelikli neden, gözenek boyutları ve yüksek hacimde gözeneklilik (>%95) yapısı göstermesidir. Bu

iki özellik, silika aerogelin düşük bir katı termal iletkenliğe sahip olmasını sağlar. Bu, silika aerogel içindeki minimum miktardaki katıdan, dökme malzemelerin termal iletkenliğini azaltır. Silika aerojellerin yoğunluğu ne kadar artarsa, aerojellerin içinde bulunan silika miktarı da doğru orantılı bir şekilde artar ve bu durumda, termal iletkenlikte bir artış ile sonuçlanır. Açık gözeneklilik, katı ısı iletkenliği en aza indirmekle kalmaz; aynı zamanda silika aerogeldeki gözeneklerin dolambaçlı yolu, gaz halindeki ısı iletkenliğinin azalmasına katkıda bulunur. Bu azalma, uyarılmış gaz moleküllerinin silika aerogelin açık gözenekli yapısı sayesinde kolayca içine girmesine ve aerogelin yüzeyi ile çarpışarak enerjilerini yüzeye aktarmasına neden olur ve bu durumda, Knudsen etkisi olarak adlandırılan bir etkiden kaynaklanmaktadır. Bu etki, gazların hareketini azaltır ve gaz halindeki aerojellerin termal iletkenliğini sınırlı tutar. Aerogel vakum altına alındığı zaman, gaz halindeki ısı iletkenlik %33 oranında daha da azaltılabilir (Boday,2009).

3.4.2.2. Optik uygulamalar

Silika aerojellerin, pencere yalıtımı ve diğer kaplama uygulamaları gibi alanlarda da performansı araştırılmıştır. Ayrıca, kızılötesi radyasyonun geçişine izin vermemesi aerogele daha iyi bir yalıtkanlık özelliği kazandırır. Bununla birlikte, silika aerojellerin görünür ışığı dağıtma eğilimi vardır. Tipik olarak silika aerojellere bakıldığında, iletimde sarı ve yansımada ise mavi renkte görünmektedir. Bu durumun sebebi, Rayleigh saçılması teorisine dayanmaktadır. Bu saçılma, ışığın dalga boylarından çok daha küçük parçacıklardan gelen ışığın elastik saçılması olarak tanımlanır. Bu saçılma için verilebilecek en iyi ve en bilinen örnek, gökyüzünün mavi olmasıdır. Silika aerojellerde görülen bu saçılma bulanıklaştırmayasebep olduğu için pencere gibi uygulama alanlarında kullanımı kısıtlanmaktadır. Aerojellerin diğer bir optik uygulama alanı Cherenkov sayaçlarıdır (yüksek enerji fiziği deneyleri). Bu uygulamada, yüksek hızlı bir parçacık, radyasyon ortamından (aerogeller) geçerek radyasyonun karışması için kararlı bir kontrast sağlar. Bu kontrast, yayılan radyasyonu yavaşlatarak analiz edilmesini ve parçacıkların hızının belirlenmesini sağlar. Bu alanda aerojellerin kullanımı, düşük kırılma indisine bağlı olarak değişmektedir. Diğer bir uygulama alanı ise, aerojellerin optik fiberler üzerindeki filmlerde kullanılmasıdır (Boday,2009).

3.4.2.3 Akustik ve mekanik uygulamalar

Bu gününe kadar keşfedilen aerojeller, olağanüstü mekanik ve akustik davranışlara sahiptir. Bu olağanüstü davranışlara sahip olduğu için çok kullanıldığı iki uygulama vardır: Ses absorpsiyonlu yankısız odalarda ve ultrasonik cihazlarda daha verimli akustik empedans uyumu sağlamak için kullanılır. Aerojeller ayrıca şok emici bir malzeme olarak da önerilmiştir (Hrubesh, 1998).

Silika aerojeller sahip olduğu eşsiz özellikler ile harika termal yalıtıcılar olarak davranırken, uyarılmış gaz moleküllerinin sahip olduğu enerjiyi azaltarak aynı zamanda harika bir akustik yalıtıcı olarak da davranır. Akustik dalga yayılırken, yayıldığı alanda gaz halinde bulunan molekülleri uyarır ve böylece gürültüyü yayar. Knudsen etkisiyle bu gazlar arojele aktarılır ve sonucunda ses ortadan kaldırılmış olur. Silika aerojeller pek çok yerde kullanılmaktadır. Örneğin zeminlerde, motor bölmelerinde ve yankısız bölmelerde kullanımları vardır. Akustik ve mekanik uygulamalar, silika aerojellerin uygulama alanları içinde en ilginçlerinden biri olabilir (Boday,2009).

3.4.2.4 Elektriksel

Organik aerojeller ve metal oksitler, iyi bir dielektrik özelliğe sahiptir. Yığın aerojeller, daha çok mikrodalga elektronikler ve yüksek voltaj izolatörleri gibi yerlerde kullanılır. Ultra hızlı bütünleşmiş devreler için ise ince aerjel filmler uygun dielektriklerdir. Karbon aerojeller, elektriksel olarak iletken özelliğe sahiptir ve piller ve kapasitörler için elektrot olarak kullanılabilir. Metal oksit aerojelleri ise süper iletken, piezoelektrik ve termoelektrik davranış göstermektedir (Hrubesh, 1998).

Silika aerojeller ideal bir düşük k dielektrik malzeme olarak önerilmiştir. Bunun sebebi, çok düşük katı içeriğine (<%3) ve kalan hacmi hava ile doldurma özelliğine sahip olmalarıdır. Genel olarak, silika aerojeller için düşük k değerleri 1,1-1,8 aralığındadır ve Moore yasasını korumak için 2,0 civarında bir düşük k değerinin gerekli olduğu 45 nm teknolojisi için mevcut ihtiyaçların çok altındadır. Silika aerojellerin, bu benzersiz özelliğe sahip olmaları ile potansiyel olarak bilgisayarların mevcut hızını iki katına çıkarabileceği bildirilmiştir (Boday,2009).

3.5.1. Silika arojellerin üretim yöntemi

Literatürde nanopartikül üretmek için yaygın olarak iki temel strateji kullanılmaktadır. Bunlar; yukarıdan aşağıya strateji ve aşağıdan yukarıya stratejidir. Yukarıdan aşağıya stratejisinde, kaynak malzemesi bir taşlama işlemi kullanılarak mekanik olarak ezilir. Bu işlem sırasında, sağlam olan malzeme daha temel yapı taşlarına ayrılır. Diğer yöntemde, aşağıdan yukarıya stratejidir. Bu yöntemde basit atomik seviye bileşenleri birleştirilerek karmaşık sistemler oluşturulur. Bu yapılar kimyasal işlemlerle oluşturulur. Aşağıdan yukarıya yöntemler, aerosol işlemlerini, çökelme reaksiyonlarını ve sol-jel işlemlerini kapsamaktadır. Çoğu arojel, sol-jel işlemi ile üretilen jellerden elde edilir (Błaszczyszka vd., 2013).

4. SOL-JEL YÖNTEMİ

Sol-jel yöntemi, düşük sıcaklıkta (örn. Oda sıcaklığı) mikro ve mezopoz, yüksek yüzey alanı ve yüksek gözenekli katı maddelerin sentezini sağlar. Silika aerogeller, sol-jel yolu izlenerek sentezlenir (Karayılan, 2014). "Sol-jel" terimi ilk önce 1864 yılında Graham ve arkadaşları tarafından üretilmiştir. Özellikle Graham ve arkadaşları Tetraetil Ortosilikat'ın (TEOS) asidik koşullar altında hidrolizi ile SiO_2 'yi "cam benzeri bir malzeme" formunda elde etmişlerdir. İlk çalışmalarından sonra, dünya çapında birçok bilim insanı tarafından bu konuda ilerleme kaydedilmiştir. En önemli ilerleme, 1992 yılında Mobil Yağ Şirketi tarafından geliştirilen yöntem ile, periyodik gözenekli bir yapıya sahip silisli bir materyalin sentezi olmuştur. Şablon olarak, M41S bilinen bir yüzey aktif madde yardımıyla sentezlenir. Bu yüksek dereceli gözenekli malzeme sınıfı (tipik olarak silindirik bir dizide yönlendirilmiş gözeneklerle) esas olarak kataliz alanı uygulamalarında yer bulmuştur. Petrol rafinerisinde katalitik yüzeyler gibi homojen dağılmış gözeneklere ve yüksek yüzey alanlarına sahip mezo-gözenekli malzemelerin endüstriyel ve teknolojik gelişimlerine açılmıştır. Devam eden yıllarda akademi alanında da sol-jel kimyası üzerine temel ve uygulamalı araştırmalar artmıştır. Bu bakış açısıyla, Hench ve çalışma arkadaşı tarafından 1990 yılında yayınlanan çalışma bir dönüm noktasıdır ve sol-jel kimyası ve mekanizmaları üzerine ilk önemli sistematik çalışma olarak kabul edilebilir (Nistico vd., 2017).

4.1. Sol- Jel Basamakları

Bu çalışmada, üretilen silika aerogeller sol-jel yöntemi ile üretilmiştir. Aerogel üretim prosesi geleneksel olarak 3 adıma ayrılır:

- Jel oluşumu (kimyasal reaksiyon, çapraz bağlama, sol-jel dönüşümü),
- Çözücü değişimi (aşağıdaki kurutma tarafından istenirse)
- Kurutma

Bazı durumlarda hidrofobikleştirme veya kaplama gibi son işlemler gerekebilir. Jel oluşumu adımı, aerogelin hangi şekil olacağı (monolit, granüller, toz) ve mikro yapısı ortaya çıkar. Bu sebeplerden dolayı, çözücü değişimi ve kurutması için gerekli

olan temel etki, bu mikro yapının yanı sıra sıkıştırma ve diğer değişikliklerin şeklini korumaktır (Smirnova ve Gurikov, 2018).

Jel Oluşumu: Silika jel, sol-jel işlemi sonucunda oluşur. Sol, bir silika kaynak çözeltisi yardımıyla hazırlanır ve katalizör ilave edilerek jelasyon oluşur. Jeller genellikle kullanılan dispersiyon ortamına göre adlandırılır. Örneğin hidrojel veya aquagel için su, aljel için alkol ve arojel için hava kullanılarak sınıflandırma yapılabilir.

Jelin yaşlanması: İlk adımda hazırlanan jel, ana çözelti içerisinde yaşlandırılır. Bu yaşlanma işlemi sonucunda jel güçlenir ve kurutma aşaması sırasında büzülme en az noktada tutulur.

Jelin kurutulması: Bu aşamada, jel gözenek sıvısından arındırılır. Jel yapısının çökmesini önlemek için, kurutma özel koşullar altında gerçekleşir (Dorcheh, 2008).

4.2. Sol-Jel Yönteminin Avantaj Dezavantajları

Sol-jel işleminin doğal avantajları aşağıdaki gibi özetlenebilir;

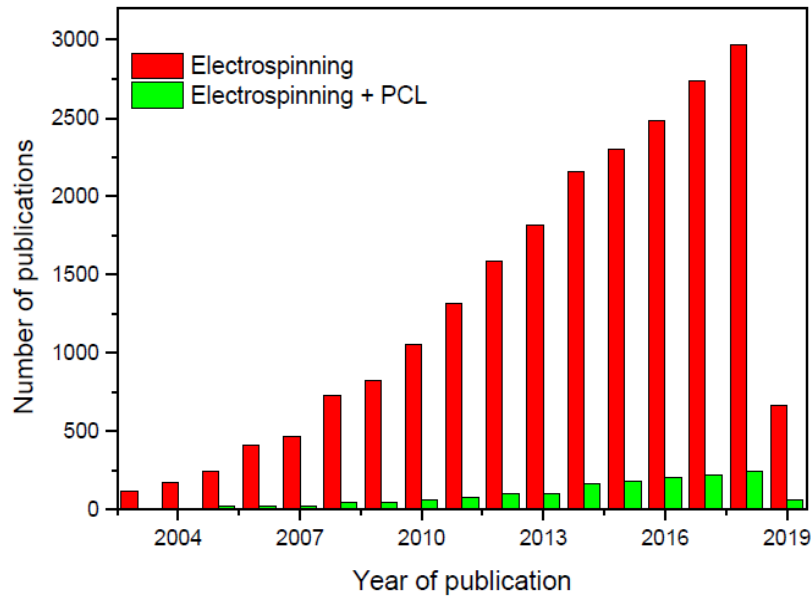
- Daha iyi eşit dağılımlı- hammaddelerden
- Daha iyi doğallık- hammaddeden
- Daha düşük hazırlık sıcaklığına sahip olması,
- Çok bileşenli sistemler için iyi bir karıştırma,
- Parçacık şekli, büyüklüğü ve özelliklerinin kontrolü,
- Oluşan jelin özelliklerinden daha iyi ürünler oluşması,
- Filmler gibi özel ürünler,
- Normal cam oluşum aralığı dışında yeni kristal olmayan katılar oluşması,
- Hibrit organik (İnorganik materyaller oluşturma)
- Sol-jel prekürsörünün ve diğer yapı taşlarının uygun seçimi ile malzeme yapısının ve özelliğinin tasarlanması imkânı.
- Sabit faz kararlılığı ve performans elde etme imkânı (Kumara vd., 2008).

Bu yöntemin avantajlarının yanında dezavantajları da vardır. Bunlar aşağıdaki sıralanabilir;

- Çözelti jelleşirken ya da jellerin kurutulması esnasında büyük bir çapta büzülmenin oluşması,
- Oksit ağında çok fazla miktarda gözenğin bulunması ve bu gözeneklerin kontrol edilemediği zamanlarda bazı problemlere sebep olmaları,
- Eğer yüksek verimle bir aerojel üretilmek istendiğinde yüksek sıcaklıkta kurutma yapılacağı için maliyet artar ve yüksek sıcaklıklarda ani patlamalar veya alev alma görülebilir,
- Ortamda istenmeyen hidroksil ve organik kalıntıların ayrılmasının zor olmasıdır,
- Başlangıç maddelerinin pahalı ve neme duyarlı olmasıdır (Yılmaz, 2013).

5. POLİKAPROLAKTON (PCL)

Polikaprolakton (PCL), Carothers grubu tarafından 1930'lu yılların başında sentezlenen en eski polimerlerden biridir. Mikroorganizmalar tarafından bozunabilen sentetik polimerleri tanımlama çabalarının ardından piyasada mevcut hale gelmiştir (Woodruff ve Hutmacher, 2010). Son yıllarda elektrospinning yönteminin gelişmesi ile PCL ile yapılan çalışmalar da artmaktadır. Şekil 5.1. deki grafik 2003 yılından 2019 yılına kadar yapılan bilimsel makale sayılarını göstermektedir.



Şekil 5.1: 2003'ten 2019'a kadar Web of Science (WoS) 'ye göre elektrospinning ile ilgili yayınlanmış bilimsel makale sayısı (Mochane vd., 2019)

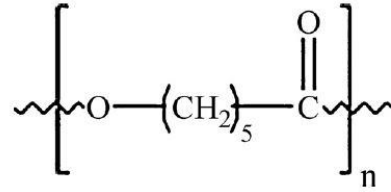
PCL, çeşitli anyonik, katyonik ve koordinasyon katalizörleri kullanılarak ϵ -kaprolaktonun halka açıcı polimerizasyonu veya 2-metilen-1-3-dioksepanın serbest radikal halka açma polimerizasyonu yoluyla hazırlanabilir (Woodruff ve Hutmacher, 2010).

5.1. Fiziksel ve Kimyasal Özellikleri

PCL, 60 °C cam geçiş sıcaklığına sahip yarı kristal bir polimerdir. Erime noktası, PCL'in kristalin doğasına bağlı olarak 59 ila 64 °C arasında değişmektedir. PCL numuneleri ortalama moleküler ağırlığına (M_n) göre derecelendirilir ve 10.000 ila

42.500 arasında deęiřebilir. PCL bozunma kinetięi ok yavařtır, bu da 1 yılı ařan sreler boyunca uzanan uzun sreli kinetikli yavař salınımlı sistemler iin uygundur. PCL kolay kristalleřtirme, dięer amorf polyester yapılarını zebilen birok zc iinde sınırlı znrlęn aıklar. PCL, kloroform, diklorometan, karbon tetraklorr, benzen, toluen, sikloheksanon ve 2-nitropropan iinde oda sıcaklıęında znr. Aseton, 2-btanon, etil asetat, dimetilformamid ve asetonitril iinde dřk bir znrlęe sahiptir ve alkol, petrol eteri ve dietil eterde znmez (Sinha vd., 2004; Bordesada vd., 2010).

PCL, kaprolaktonun halka aıcı polimerizasyonu ile elde edilen biyolojik olarak paralanabilen bir polimerdir (alifatik bir polyester) (řekil 5.2.).



řekil 5.2. Polikaprolaktonun Yapısı (Bordesada vd., 2010).

Polikaprolakton (PCL), klinik uygulamalarda dikiř malzemesi olarak Gıda ve İla İdaresi (FDA) onaylı sentetik bir polimerdir. Birok arařtırma, doku mhendislięi ve ila salınım cihazlarında kullanımı iin biyoyumluluęunu da doęrulanmıřtır (Ceylan vd., 2017).

Ticari bir malzeme olarak da PCL'in tercih edilmesinde pek ok sebep vardır. Bu sebepler řu řekilde sıralanabilir;

- Gıda ve İla İdaresi (FDA) tarafından insanlarda kullanım iin onaylanması,
- Biyolojik olarak paralanabilirlięi,
- ok eřitli dięer polimerlerle uyumluluęu,
- eřitli yapıların ve formların retilmesini saęlayan iyi iřlenebilirlięi,
- Yksek termal stabilitesi,
- Nispeten dřk maliyeti nedeniyle eriyik iřleme kolaylıęı.

Biyolojik bozunabilirlik, biyouyumluluk, bükülebilirlik, iyi çözünürlük, düşük erime noktası ve PCL'nin istisnai harman uyumluluğu biyomedikal alanındaki potansiyel uygulaması konusunda kapsamlı araştırmaları teşvik etmiştir (Azimi vd., 2014).

PCL kullanımı ve hâlihazırda malzeme biliminin klinik alana girişı içi zemin hazırlayan mükemmel araştırmalar, gelecekteki tıbbi uygulamalar için büyük umut vaat etmektedir. Aynı zamanda, bu durum uygulama alanlarında büyük çeşitlilik sağlar. Dikişlerden yara pansumanlarına, yapay kan damarlarına, sinir rejenerasyonuna, ilaç salınım cihazlarına ve kemik mühendisliğı uygulamaları gibi birçok alanda kendine geniş yer bulabileceğı düşünölmektedir. (Woodruff ve Hutmacher, 2010).

6. ELEKTROSPINNING

6.1. Elektrospinning Tarihçesi

Elektrospinning eski ama büyüleyici bir tekniktir. Zaman çizelgesinde, Elektrospinning 1897'de Rayleigh tarafından ilk olarak gözlemlenmiştir. Daha sonra 1914'te Zeleny tarafından elektrospreyleme olarak incelenmiştir ve 1934'te Formhals tarafından patentlenmiştir. “Elektrostatik eğirme” den türetilen “elektrospinning” terimi ancak tamamen varlığını 1934'ten beri kanıtlayabilmiştir (Huang vd., 2003).

Elektrospinning üzerine ilk patent (ABD Patent Numarası: 2116942), tekstil ipliklerinin üretimi için Antonin Formhals (1934) tarafından dosyalanmıştır ve etilen glikolün aseton ve monometil eter kullanılarak elektrospinning selüloz asetat için kullanılmıştır. Formhals eğirme işlemi, geleneksel eğirmede döner tamburunkine benzer gerilmiş bir durumda eğirilmiş iplikleri toplamak için hareketli bir toplayıcıdan meydana gelmiştir. Son 60 yılda elektrospinning polimer eriyikleri ve çözeltileri için 50'den fazla patent alınmıştır. Elektrospinningin icadı hakkında kısa bir zaman çizelgesi çizelge 6.1'de gösterilmiştir.

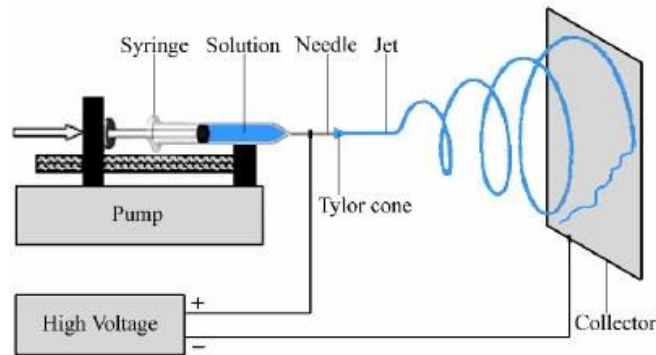
Çizelge 6.1: Elektrospinning Zaman Çizelgesi (Doshi ve Reneker, 1995).

ZAMAN	BULAN KİMSE
1897	İlk Rayleigh tarafından gözlemlenmiştir.
1914	Zeleny tarafından detaylı olarak incelenmiştir.
1934	İlk olarak Antonin Formhals (1934-1944) tarafından patentlenmiştir.
1952	Vonnegut ve Newbauer, elektrik atomizasyonu için basit bir cihaz icat etmiş ve yaklaşık 0,1 mm çapında yüksek derecede elektrikli üniforma damlacıklarının akıntılarını üretmiştir.
1955	Drozin, yüksek sıvı potansiyeli altında bir dizi sıvının aerosollere dağılmasını araştırmış.
1966	Simon, ultra ince ve çok hafif dokuma olmayan kumaşların üretimi için, elektrikli eğirme kullanılarak farklı desenlerle bir cihaz patentini almıştır.
1971	Baumgarten akrilik elyafları elektrospun etmek için bir cihaz yapmıştır.

6.2. Elektrosinning İřlemi

Elektrosinning iřlemi, zel morfolojik zelliklere sahip polimer lifleri retmek iin ok verimli ve sık kullanılan bir yntemdir. Yksek bir elektrik alanının, bir zelti veya bir eriyikteki polimerik bir sıvıdan fiberleri birleřtirmek iin kullanılır (Enculescu vd., 2014).

Bu iřlemde, polimer zeltisi veya eriyik, jeti oluřturmak iin bir elektrik potansiyeli kullanılır. Biri elektrot iplik zeltisine yerleřtirilir, diğeri ise liflerin toplandıđı topraklanmış bir yzeeye tutturulur. Elektrik gerilimi, yzey gerilimi ile tutulan polimerik zeltiden oluřan bir kılcal borunun ucuna uygulanır. Yk itme, polimerin yzey geriliminin tam tersi, liflerin oluřturulması iin stesinden gelmesi gereken teğetsel kuvvetlere neden olur. Elektrik alanının yoğunluđu arttıđı zaman kılcal tpn ucundaki sıvının yarım kre yzeyi, Taylor konisi adı verilen konik bir řekil oluřturmak zere uzar. Elektrik alanını artırarak, yzey gerilimini ařan itici bir elektrostatik kuvvet kritik bir deđer elde edilir. Bu durumun sonucunda ykl bir sıvı jeti Taylor konisinin ucundan ıkar. ıkan polimer zeltisinin pskrts, havada zcnn buharlařtıđı bir kurutma iřlemi uygulanır ve ykl bir polimer fiberin arkasında kalır. Ardından kendisini topraklanmış bir toplama metal ekranına rastgele bir řekilde bırakır. Eđirme iřleminin sonunda, bořaltılan jet birkaç saat iinde tamamen katılařır ve daha sonra topraklanmış yzeyde toplanır. Sonu olarak, elde edilen rn, daha yksek yzey alanı ve daha yksek en-boy oranı nedeniyle eřitli uygulamalar iin kullanılabilen nano gzenekli, dokusuz bir nano fiber filmidir (Ceylan, 2009). řekil 6.1 de elektrosinning iřlemi gsterilmektedir.



řekil 6.1: Elektrosinning Kurulumu (Ziabari vd., 2009)

6.3. Elektrospinning Parametreleri

Elektrospinning işlemi sırasında uygulanan farklı değişkenler tartışma konusu olmaktadır. Bu değişkenler kontrol edilmediğinde, doğrudan elyaf oluşturma kabiliyetini ve elektrospinning işlemi sırasında kaliteli nanolif üretmini etkilemektedir. Bu nedenle, istenen tip nanoliflerimizi üretmek için bu değişkenleri kontrol etmek çok önemlidir (Mit-uppatham vd., 2004).

Elektrospinning yönteminde, nanoliflerin morfolojisini etkileyen sistem parametreleri ve işlem parametreleri dahil olmak üzere iki tür parametre vardır. Bu parametreler aşağıdaki gibi sıralanmıştır.

Sistem Parametreleri;

- Polimer ve çözücü türleri
- Polimerlerin iletkenliği, viskozitesi ve yüzey gerilimi

İşlem Parametreleri;

- Akış hızı, elektrik potansiyeli ve polimer konsantrasyonu
- Kolektör ve jet arasındaki mesafe
- Bölmedeki sıcaklık, hava hızı ve nem etkileri

6.3.1. Sistem parametreleri

6.3.1.1. Polimer ve çözücü türleri

İşlem uygulanan polimerler, değişik çözücüler içinde elektrosinning işlemi olabilirler. Bu işlemde polimerler orta derecede moleküler ağırlığa sahip olursa işlem daha kolay gerçekleşir. Çok yüksek moleküler ağırlığa sahip polimerlerde elektrospinning işlemi oldukça zor gerçekleşir. Ancak polimer düşük bir moleküler ağırlıkta ise elektrospinning boncuklu ve küresel yapıyı sonuç verir. Bu sebeple işlem uygulanacak polimere uygun bir çözücü seçilmelidir.

6.3.1.2. Polimerlerin viskozitesi, iletkenliđi ve yüzey Gerilimi

Viskozite parametresinin elektrospinning elyaf apları üzerinde önemli etkisi vardır. Eđer viskozite ok yüksek bir değere sahipse, elektrospinning işlemini gerçekleştirmek oldukça zor hatta imkânsız olabilir. Çünkü yüksek viskozite, büyük elyaf apı ile sonuçlanmasına sebep olur. Ayrıca viskozite yüksek olduğunda boncuklar ve gözenekli yapı ortaya ıkmaz. Bunlara ek olarak viskozite arttıka, jetin tepesinde oluşan yarı küresel şekil konik şekle dönüşür. Viskozite arttıka elyafın apı da artar.

Çözelti iletken bir yapıda olmalıdır. Eđer oluşan çözelti iletken yapıya sahip değilse, iletken hale dönüştürmek için kalsiyum klorür eklenir. Çözeltinin iletkenliđi yüksek olduğunda elyaf apı düşüktür. Üretilen fiberin nano aralıkta olması isteniyorsa, polimerik çözeltinin iletkenliđinin yüksek olması gerekir. Eđer çözelti düşük iletkenlikte olursa gözenekler ve boncuklar görülür.

Yüzey gerilimi, eđer elektrospinning işlemi sonucunda üretilecek ürünün nano aralıkta olması liflere sahip olması isteniyorsa, optimum değerde olmalıdır.

6.3.2. İşlem parametreleri

6.3.2.1. Elektrik potansiyeli, akış hızı, polimer konsantrasyonu ve moleküler ağırlık

Çözelti kolektöre doğru ilerledike ap azalır, çünkü özücü buharlaşır. Jetten ıkan fiber, elektrostatik kuvvetten dolayı sürekli gerilir. Elektrik potansiyeli arttıka lifin ap uzunluđu azalır. Elektrik potansiyelindeki herhangi bir artış, alan kuvvetinin artmasına neden olacağından; bu durum jet ve kararsızlık bölgesindeki değışikliklerin hızlanmasına sebep olur. Bu durum, nano boyutta liflerin üretilmesiyle sonuçlanacaktır. Yük taşıyıcılarının sürüklenme hızı, aşağıdaki denklem ile yük taşıyıcılarının hareketliliđi ile ilgilidir.

$$u=m_0V$$

u = sürüklenme hızı

m_0 = yük taşıyıcılarının hareketliliği

V = uygulanan alan

Liflerin morfolojisi, çözeltinin akış hızına bağlıdır. Eğer uygulanan akış hızı fazla ise liflerde gözenekli ve boncuklu yapılar gözlenir. Polimer konsantrasyonu optimum bir değerde olmalıdır. Polimer konsantrasyonu çok yüksek olması durumunda boncuklu bir yapı oluşur. Ayrıca fiberlerin çapı da polimer konsantrasyonu arttığı zaman artar. Bu boncuklu yapının şekli de küreselden ince ipliksi bir yapıya doğru dönüşür. Moleküler ağırlık yükseldikçe, viskozite yüksek olduğundan dolayı fiberler boncuklu yapıya sahip olurlar.

6.3.2.2. Jet ve kollektör arasındaki mesafe

Jet ve kollektör arasındaki mesafe arttıkça elyaf çapı azalır. Bu ikisi arasındaki mesafe çok az olduğunda bazı boncuklu yapılar görülebilir.

6.3.2.3. Bölmedeki sıcaklık, nem ve hava hızı etkileri

Elektrospinning işlemi genellikle normal koşullar altındaki oda sıcaklığında gerçekleştirilir. Fakat sıcaklık, oda sıcaklığının biraz üzerinde olursa buharlaşma hızı yüksek olur. Bu durum da elyaf çapının azaltılmasına yardımcı olur. Artan nemden dolayı, elyaf çapını da bir ölçüde azaltacaktır. Yüksek hava akışı, elyaf çapının azaltılmasına yardımcı olur. Konveksiyon nedeniyle buharlaşma oranı artacağından dolayı elyaf çapı azalır (Ceylan, 2009).

7. NANOLİFLER

Nanolifler, naylon veya polyester tipi elyaf oluşturuu polimerler ile ikinci faz inorganik materyalin ince dağılmış nano boyutta partiküllerini içerir. Fiziksel dayanıklılık, yüksek mekanik mukavemet, elektrik iletkenliği ve / veya termal kararlılık gibi diğer rafine edilmiş özelliklere sahip iki fazlı liflerin alınmasını içerir. Nanokompozit liflere ulaşmak için şimdiye kadar birçok zorluk yaşanmıştır. Bu zorluklar;

1. Saf olmayan ve toplanmamış nanoparçacıklar büyük miktarlarda elde edilmez.
2. Tek lif nano partiküllerinin bir lif polimer matrisinde homojen dağılımı gibi zorluklar yaşanmıştır (Kim vd., 2002).

7.1. Nanoliflerin Özellikleri

- Nano yüzey çapı
- Yüksek En Boy oranı
- Geniş yüzey alanı / hacim oranı
- İyi yüzey morfolojisi
- Düşük om direnci
- Termal ve kimyasal olarak kararlı
- Yüksek yönlü mukavemet
- Yüksek gözeneklilik
- Esneklik
- Biyouyumluluk ve biyobozunurluk (Ceylan, 2009)

7.2. Nanoliflerin Uygulama Alanları

Nanokompozit liflerin uygulama alanları özellikle son yıllarda sürekli olarak gelişmiştir. Çoğu uygulamanın filtrasyon sistemleri ve esas olarak greftler ve damarlar olmak üzere tıbbi protez alanındaki ilgili ABD patentleri tarafından gösterilmektedir. Hedeflenen diğer uygulamalar arasında elektromanyetik kalkanlama, doku şablonu, sıvı kristal cihazı ve kompozit delaminasyon direnci sayılabilir. Bu uygulamaların

çoğunun endüstri düzeylerine değil, sadece laboratuvar araştırma ve geliştirme aşamasında olduğu anlaşılmalıdır. Bununla birlikte, gelecek vaat eden potansiyellerinin tüm dünyada akademi, hükümetler ve endüstriden dikkat ve yatırım çektiği düşünülmektedir (Huanga vd., 2003). Çizelge 7.1’de elektrospinning polimer nanoliflerin uygulama alanları listelenmiştir.

Çizelge 7.1: Elektrospinning polimer nanoliflerin uygulamaları

Biomedikal	Cilt için gözenekli membran Kan damarları ve sinir rejenerasyonu için tübüler şekiller Kemik ve kırıkta rejenerasyonu için üç boyutlu iskeleler İlaç taşıyıcı Hemostatik cihazlar Yara pansumanı
Sensörler	Termal sensör Piezoelektrik sensör Biyokimyasal sensör Floresan optik kimyasal sensör
Enerji	Güneş pilleri Yakıt hücreleri Lityum iyon piller Süperkapasitörler
Elektrik-Optik Uygulamalar	Mikro/Nano elektronik parçalar Elektrostatik dağılım Elektromanyetik arayüz kalkını Fotovoltaik cihazlar LCD cihazlar
Filtre	Sıvı filtre Gaz filtre Molekül filtresi
Kozmetik	Cilt temizliği Cilt iyileşmesi Tıp ile cilt terapisi
Akıllı Kumaşlar ve Koruma Kıyafetleri	Havaya minimal empedans, Aerosol parçacıklarının yakalanmasında verimlilik, Anti-kimyasal gazlar

7.2.1. Biomedikal

Biomedikal uygulama alanına biyolojik bir bakış açısıyla yaklaşıldığında, insan doku ve organlarının neredeyse tamamı nanolif formlarda veya yapılarda biriktirildiği gözlemlenmektedir. Örnek olarak dentin, kemik, kırıkta, kollajen ve cilt gösterilir. Bu saydıklarımız, nanometre ölçeğinde yeniden hizalanan iyi organize edilmiş hiyerarşik lifli yapılar ile karakterize edilir. Bu nedenle, elektrospinning polimer

nanolifler üzerine yapılan son arařtırmalar, Őekil 7.1 de g r ld đ   zere biyom hendislik  zerindeki ana uygulamalarından birine odaklanmıřtır (Huanga vd., 2003).



Őekil 7.1: Yara pansuman i in nanolifler (Electrosols, 2020)

Biyom hendislik a ısından, doku m hendisliđi, yara sargısı, afinite membranı ve ila  salınımı  zerine arařtırmalar i in elektrospinning nanolifler  retilmektedir. Hasar g rm ř dokuların tedavisinde, doku m hendisliđi ve yara pansumanında dokunun biyolojik benzerliđi dikkate alınarak farklı matrisler ile elektrospinning nanolif iskeleler  retilmiřtir. Elektrospinning nanoliflerde, diyabetik tedavilerde  ıđır a an bir ilerleme olabilecek ila  salınımı i in kontroll  ila  yerleřtirilebilir. G n m zde her hasta i in uygun ila  ve tedaviyi se mek hedeflenmektedir. Biyoteknolojinin geliřmesiyle birlikte, y ksek ayırma kapasitesi nedeniyle afinite membranı  retmek i in elektrospinning nanofibr z kompozit elde etmek i in n kleotidlerin, amino asitlerin veya diđer maddelerin daha hassas saflařtırılması i in yeni ara lara olan ihtiya  artmıřtır (Akalin,2018).

7.2.2. Sens rler

Sens rler insan yařamında  nemli bir rol oynar.   me suyundan biyosens rlere kadar uygulama alanları olduk a geniřtir. Sens r etkileřimlerine dayanarak,  ođu algılama y nteminin ařađıdaki gibi olduđu sonucuna varılabilir:

- Fiziksel adsorpsiyon
- Işık Emilimi
- Hedeflenen analit molekülleri ile sebding materyalleri arasındaki kimyasal reaksiyon

Dahası sensör fiziksel, kimyasal veya optik olayları elektrik çıkışına dönüştürür. Sonuçlar, tespit edilen moleküllerin dahili veya harici standartlara göre kantitatif ölçümünü üretmek için sensör tarafından dönüştürülür. Nanolifler, hassas ve hızlı algılama için oldukça uygundurlar. Bunun sebebi, yüksek yüzey alanına ve gözenekli membran yapısına sahip oldukları içindir. Geleneksel malzemelere göre nanolifler gelişmiş hassasiyetler göstermişlerdir. Bu malzemeler için uygulamalar aşağıdaki gibidir:

- Kimyasal Sensörleri
- Gaz Sensörler
- Optik Sensörler
- Biosensörler (Ceylan,2014)

7.2.3. Enerji

Fosil yakıtlar, eninde sonunda tükeneyeceği için enerji gittikçe daha fazla ve daha önemli bir küresel endişe haline geldi. Bu nedenlerden dolayı, enerji üretimi, depolama ve dönüşümü dahil olmak üzere diğer enerji süreçlerinin kullanılması ile ilgili çalışmalar son yıllarda oldukça artmıştır. Yakıt hücreleri ve güneş pilleri gibi enerji dönüştürme cihazlarında, süperkapasitörler ve lityum iyon piller ise enerji depolama cihazlarında elektrot malzemeleri olarak nano beslemeli olarak iletken polimer nanokompozitlerin imalatı için birçok çaba sarfedilmiştir.

Güneş pillerinin tanımı, güneş ışığını elektrik enerjisine dönüştüren enerji dönüştürme cihazları olarak görev yapmaktadır. Güneş pillerinin maliyetini düşürme ve enerji dönüşüm verimliliğini artırma çabaları, araştırmanın en önemli motivasyonu haline gelmiştir. Metal oksit nanolifler, güneş pillerinin üretimi için mükemmel adaylardır. Çünkü bu nanolifler sinterlenmiş olan nanopartiküller ile karşılaştırıldığında,

azaltılmış tane sınırları ve yüksek elektron hareketliliği sayesinde daha iyi yük iletimi sağlarlar (Lu vd., 2011).

Elektrokimyasal reaksiyonlarla bir yakıtın kimyasal enerjisini doğrudan elektriğe dönüştüren yakıt pillerinin, son yıllarda elektrikli araçlardaki uygulamalarda kullanımı düşüncesi giderek artmaktadır. Yüksek enerji dönüşüm verimliliği, yakıt taşınabilirliği ve çevre dostu avantajlarıyla, direkt metanol yakıt pilleri (DMFC'ler) enerji uygulamaları alanında bir araştırma odağı haline gelmiştir. Bir elektrokatalizörün DMFC'lerin performansı üzerindeki etkileri kapsamlı bir şekilde incelenmiştir. Son araştırmalar, karbon nanoliflerin ve CNT'lerin, üstün elektrik iletkenlikleri ve geniş yüzey alanı özelliklerine sahip olmaları nedeniyle, Pt nanopartikül yüklemesi için destek olarak iyi birer aday olduğunu ortaya koymuştur (Thomas vd.,2002).

7.2.4. Elektronik ve optik kullanım alanları

İletken nanoliflerin uygulama alanı olarak, küçük elektronik cihazların veya Schottky bağlantıları, aktüatörler ve sensörleri gibi makinelerin yapımında kullanılabilmesi mümkün görünmektedir. Elektrokimyasal reaksiyonların oranının elektrotun yüzey alanıyla orantılı olduğu bilinen bir gerçek olup, iletken nano-elyaf membranlar da ve yüksek performanslı pil geliştirmede gözenekli elektrot olarak kullanım için oldukça uygundur. İletken (elektriksel, iyonik ve fotoelektrik açısından) membranlar ayrıca elektrostatik yayılma, korozyon koruması, elektromanyetik parazit koruması ve fotovoltaiik cihaz vb. uygulamalar için iyi bir potansiyele sahiptir.

7.2.5 Filtrasyon

Birçok mühendislik alanında filtreleme gereklidir. Gelecekteki filtreleme pazarının 2020 yılına kadar 700 milyar ABD dolarına kadar çıkacağı tahmin ediliyordu. Filtre ortamı için kullanılan lifli malzemeler, düşük hava direnci ve yüksek filtrasyon verimliliği gibi avantajlar sağlamaktadır (Huanga vd., 2003). Polimerik nanolifler filtrasyon uygulamalarında kullanılmıştır. Polimerik nanoliflerin örneğin yüksek gözeneklilik, yüksek yüzey alanı ve mükemmel yüzey yapışması gibi üstün özellikleri vardır. Nanolifler, mikron altı aralıktaki parçacıkları ayırmak için filtre ortamı olarak kullanılabilir (Ceylan,2014).

Çevre mühendisliği ve biyoteknoloji açısından hava kirliliği ve su kirliliği her geçen gün daha da sorunlu hale gelmektedir. Bu sorunu çözmek için, yeni nano boyutlu filtreler üretmek farklı bir yöntem olarak değerlendirilmektedir. Bu nedenle, polimer nanofibröz membran filtrelerinin elektrospinning ile üretilmesi üzerine çeşitli çalışmalar yapılmaktadır. Bu nanofibröz filtreler, antibakteriyel nanofibröz filtreler ile endüstriyel sistemlerden gelen zehirli gazların ve tozların havaya veya deaktif bakterilere yayılmasını önlemektedir (Akalin,2018).

7.2.6. Kozmetik

Elektrospinning polimer nanolifleri, kozmetik alanında pek çok yerde denenmiştir. Örneğin çeşitli katkı maddeleri içeren veya içermeyen cilt temizleme, cilt iyileştirme veya diğer terapötik tıbbi özelliklerin tedavisi için kozmetik bir cilt bakım maskesi gibi alanlarda denemeleri yapılmıştır. Bu işlem sonucunda elde edilen kozmetik cilt maskesi, cilde iyileştirici veya bakım tedavisi sağlamak için cildin üç boyutlu yapısına uygun olduğu kadar acısız ve nazıkçe bir şekilde uygulanabilmektedir (Smith vd., 2001).

7.2.7. Akıllı kumaşlar ve koruma kıyafetleri

Nanolifler, diğer kumaşların yanı sıra koruyucu giysilerde de kullanılabilir. Elektrospinning nanolif membranlardan yapılan giysiler, hava ve su buharı geçirgenliği empedansı olmaksızın kimyasal maddeleri nötralize edebilir. Bu durum, yüksek gözeneklilik, yüksek özgül yüzey alanı ve nanoliflerin çok küçük gözenek boyutundan kaynaklanmaktadır. İlk araştırmalar, elektrospun nanoliflerin nem buharı difüzyonunu minimum düzeyde engellediğini göstermiştir. Ayrıca, geleneksel tekstiller ürünleri ile karşılaştırıldığında aerosol parçacıklarını yakalamada büyük ölçüde etkilidir (Ceylan,2014).

8. MALZEME VE METHOD

8.1. Malzeme

Sodyum Silikat (Na_2SiO_3), Hidroklorik Asit (HCl), Metanol (MeOH), n-hekzan (C_6H_{14}) ve Silan (SiH_4) İstanbul Ticaret Üniversitesi Nanoteknoloji laboratuvarı malzemeleri arasındadır. Polikaprolakton (PCL) (M.W.:80,000), 2-Propanol anhydrous 99,5 % ($\text{C}_3\text{H}_8\text{O}$) (M.W.: 60.10 g/mol) ve Titanium (IV) Butoxide ($\geq 97,0$ %) ($\text{C}_{16}\text{H}_{36}\text{O}_4\text{Ti}$) (M.W.: 340,32 g/mol) Sigma Aldrich'den temin edildi. Kloroform for analysis (CHCl_3) (M.W.: 119.38 g/mol) , Asetonitril (CH_3CN) (M.W. : 41.05 g/mol) ve Methanol for analysis (CH_3OH) (M.W. : 32.04 g/mol) Merck firmasından satın alındı.

8.2.Method

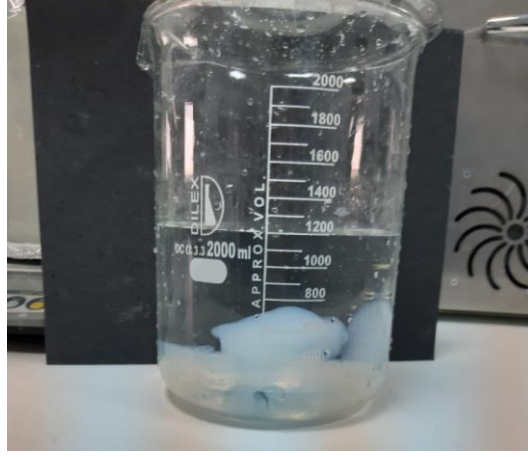
8.2.1. Silika arojel üretimi

Silika arojel üretimine ilk olarak, 20 ml Na_2SiO_3 , 10 ml HCl ve 150 ml suyun bir behere konularak manyetik karıştırıcıda belli bir süre karıştırılır. (Şekil 8.1)



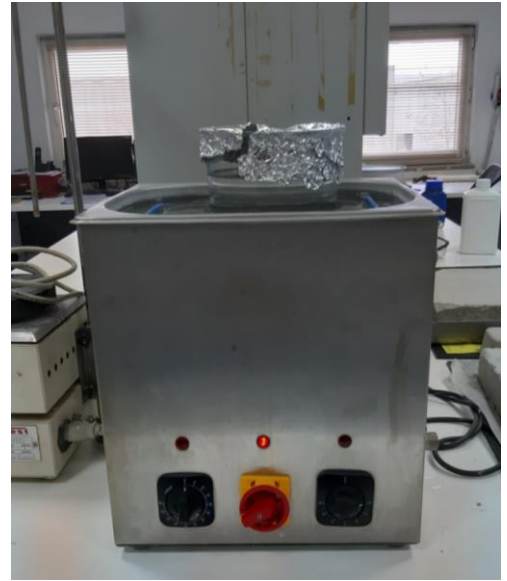
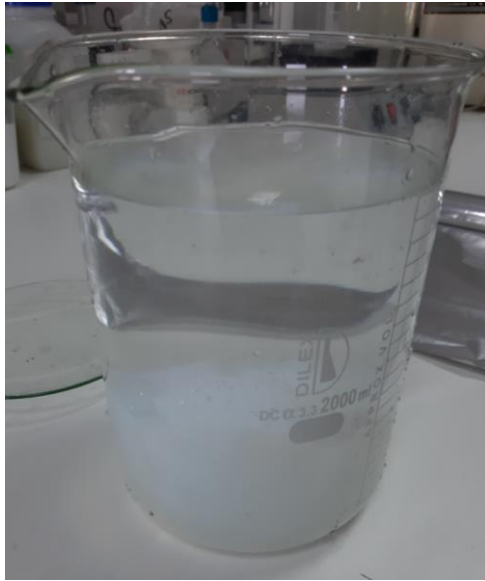
Şekil 8.1: Hazırlanan karışımın manyetik karıştırıcıda karışması

Hazırlanan karışım iyice karıştıktan sonra plastik bir boruya dökülür. Daha sonra, boru 50°C sıcaklığındaki bir fırında yaklaşık olarak 2-3 saat aralığında bekletilir. Ardından jelleşen karışım borudan çıkarılarak bir beher içindeki suya bırakılır. (Şekil 8.2)



Şekil 8.2: Jelleşen karışımın sudaki hali

Belli bir zaman suda bekledikten sonra sudaki jelin iletkenlik ölçümü yapılır. İstenilen ölçüm değerine ulaşıncaya kadar su değişimi yapılır. İletkenlik değeri en son 250-300 μ S arası ölçülür. İletkenlik istenilen seviyelere indikten sonra jel Metanol içine bırakılır. Oluşan jel bir ultrasonik banyoda yaklaşık olarak 8-10 saat arası kalır. (Şekil 8.3)



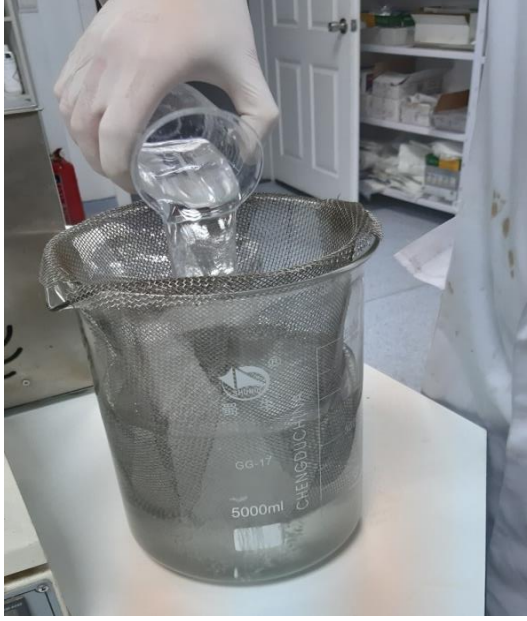
Şekil 8.3: Jelin Metanol içinde bekletilmesi

Belirli bir süre Metanol içinde bekledikten sonra ilk alkol ölçümü yapılır. Burada ölçülen değer jelin içinde ne kadar Metanol olduğunu gösterir. Yapılan ilk ölçüm sonucunda jeldeki Metanol miktarı %94 olarak çıktı. Bu yapılan jel yaklaşık olarak bir gün boyunca Metanol çözeltisi içinde bekler. İlk ölçümden sonra belli zamanlarda alkol ölçümü yapılır. (Şekil 8.4) Eğer ölçüm değerinde büyük bir değişim olmuyor ise jel içindeki Metanol miktarı optimum değere ulaşmış demektir. Optimum değere ulaşan jel Metanol işlemini tamamlayıp n-hekzan aşamasına geçer.



Şekil 8.4: Metanol ölçümü

n-hekzan çözelti aşamasında çözeltiye oluşan jelin mavi rengi alması için Silan kimyasalı eklenir. Jelin üstüne n-hekzan ve Silan eklenerek beklenir. (Şekil 8.5) Burada kesin bir bekleme süresi yoktur. Jel tamamen maviye döndüğü anlaşıldığı zaman n-hekzan süreci tamamlanmış olur.



Şekil 8.5: n-hekzan ve Silan karışımının hazırlanması ve ultrasonik banyoda beklemesi

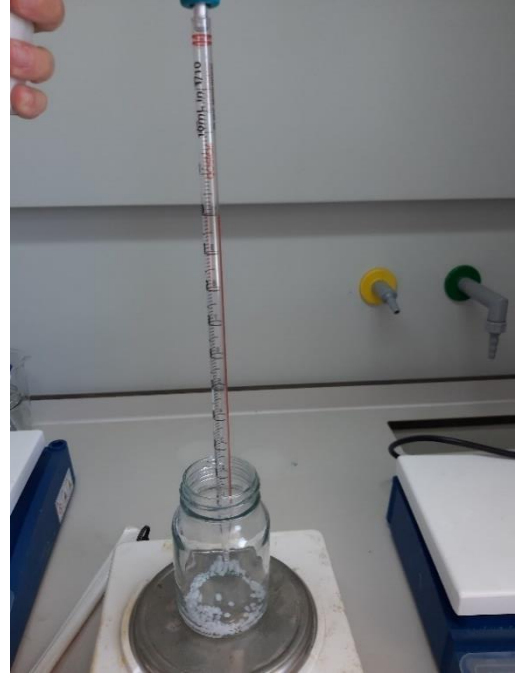
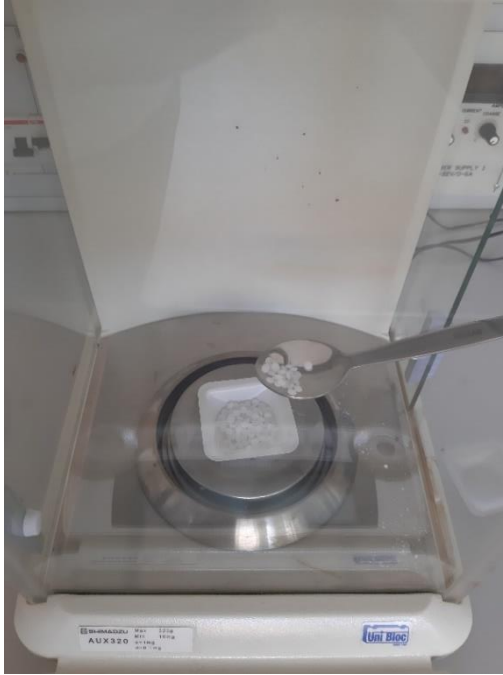
Son aşama olan kurutma aşamasına geçilir. Jeller süzülerek bir fırın kabına alınır. İlk olarak 50°C 1 saate yakın fırında bekletilir. Ardından fırının sıcaklığı her yarım saate bir 10°C artırılarak 120°C çıkarılır. Fırın aşamasının amacı jel içinde bulunan n-hekzan ve Silanın buharlaşıp jelin aerogel yapısına ulaşmasını sağlamaktır. Oluşan silika aerogeller ufak partiküller halindedir. Bunlar bir öğütücü yardımıyla toz haline getirilir. (Şekil 8.6)



Şekil 8.6: Partikül silika aerogellerin toz haline getirilmesi

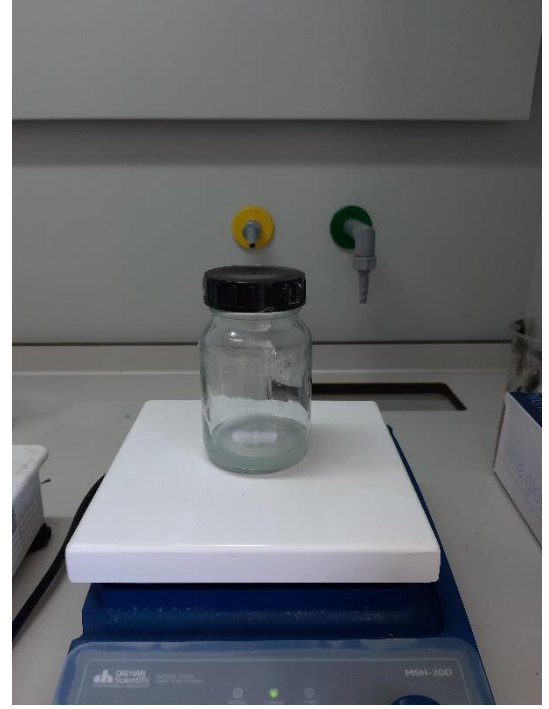
8.2.2. Silika aerojel katkılı PCL nanoliflerin üretimi

Nanoliflerin hazırlanmasında, 75:25 oranında Metanol-Kloroform (MET-CL) ve Asetonitril-Kloroform (AC-CL) çözücü grupları oluşturulur. PCL ise şekil 8.7. deki gibi çözücü gruplarında 85:15 oranında çözündürülerek polimerik çözelti elde edilir.



Şekil 8.7. Polimerik çözeltinin hazırlanması

Ardından hazırlanan polimerik çözelti karışımına %0,50, %1, %2 ve %4 oranlarında silika aerojel katılarak bir çözelti elde edilir. Bu çözelti şekil 8.8'deki gibi manyetik karıştırıcıda 300 rpm hızda 50°C sıcaklıkta homojen bir şekilde karışana kadar bekletilir.

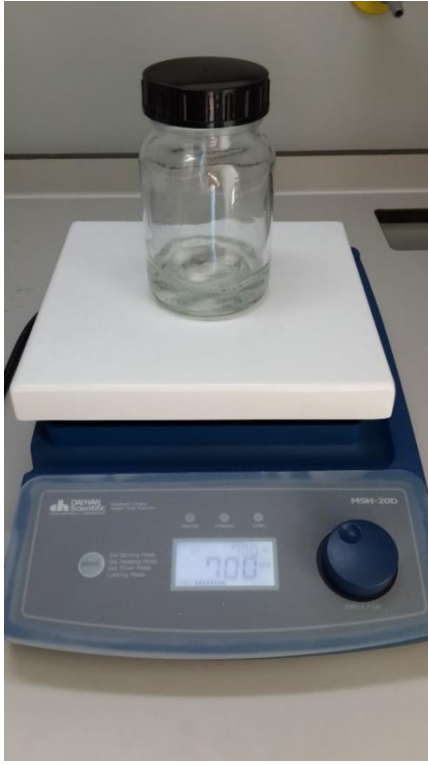


Şekil 8.8. PCL-silika aerojel çözeltinin tamamlanması

Tamamlanan her polimerik çözelti, 10 ml'lik bir plastik şırıngaya aktarılır ve elektrospinning cihazı NE 200 NanoSpinner içine yerleştirilir. Şırıngadan polimer çözeltisinin akışı, programlanabilir bir şırınga pompası ile kontrol edilir. Nanolif ~ 25 KV'de 0,750 ml / saat akış hızıyla atılır. Toplayıcı, nanolif ağının toplanması için atıcı ucdan ~ 30 cm uzağa sabitlenir.

8.2.3. Titanyum Dioksit üretimi

Yapılan tez çalışmasında sol-jel yöntemi kullanılarak titanyum dioksit (TiO_2) partiküllerin üretimi yapılır. TiO_2 partiküllerini hazırlamak için izopropanol ve Titanyum (IV) Butoksit kimyasalları kullanılır. Bu kimyasallar yaklaşık 10 dakika karıştırılır ve ardından bir pipet kullanılarak damla damla %10'luk bir HCl çözeltisi eklenir. (Şekil 8.9)



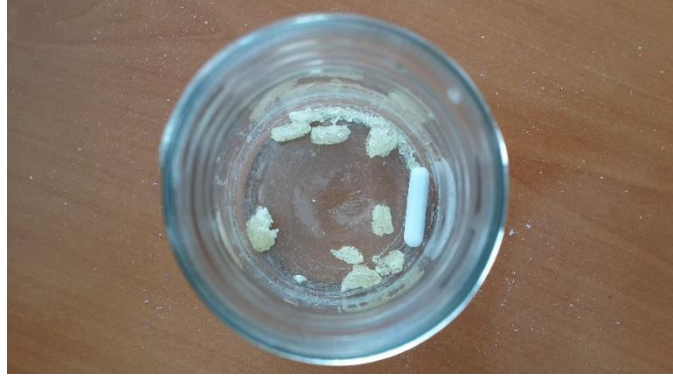
Şekil 8.9. Sol-jel çözeltisinin hazırlanması

Daha sonra Şekil 8.10 da görüldüğü gibi çözelti jel haline gelene kadar manyetik karıştırıcıda karıştırılır.



Şekil 8.10. Çözeltinin jel halini alması

Jel oluştuktan sonra, Őekil 8.11’de görüldüğü gibi 80°C’de 24 saat veya tamamen katılařana kadar fırında kurutulur. Kuruduktan sonra toz haline getirme iřlemi bařlar. Elde edilen amorf TiO₂ partikülleri 550 °C’de 2 saat tavllanır. (Őekil 8.12)



Őekil 8.11. Jelin fırında kurutulması



Őekil 8.12. TiO₂ partikülleri

8.2.4. TiO₂ katkılı PCL nanoliflerin üretimi

Nanoliflerin üretimi, silika arojel katkılı PCL nanoliflerin üretiminde kullanılan AC-CL çözücü grubu kullanılarak elde edilir. PCL, 85:15 oranında klorofom ve asetonitril çözücülerinde çözülür. TiO₂ ile birleřtirilmiř PCL, ağırlıkça %0.50, %1, %2 ve %4 konsantrasyonlarda çeřitli kořullar altında elektrospinning iřlemi gerçekeřtirilir. Hazırlanan polimerik çözeltiler manyetik karıřtırıcıda 300 rpm hızda ve 50 °C’de 24 saat karıřtırılır. Hazırlanan çözeltiler, 10 ml’lik bir plastik řırıngaya dökülür ve elektrospinning cihazına yerleřtirilir. řırıngadan polimer çözeltilisinin akıř hızı,

programlanabilir bir şırınga pompası vasıtasıyla kontrol edilir. Nanolifler ~25KV'de 1 ml/saat akış hızıyla üretilir. Nanolifler, ağı toplamak için toplayıcı uçtan ~25 cm uzağa sabitlenir.

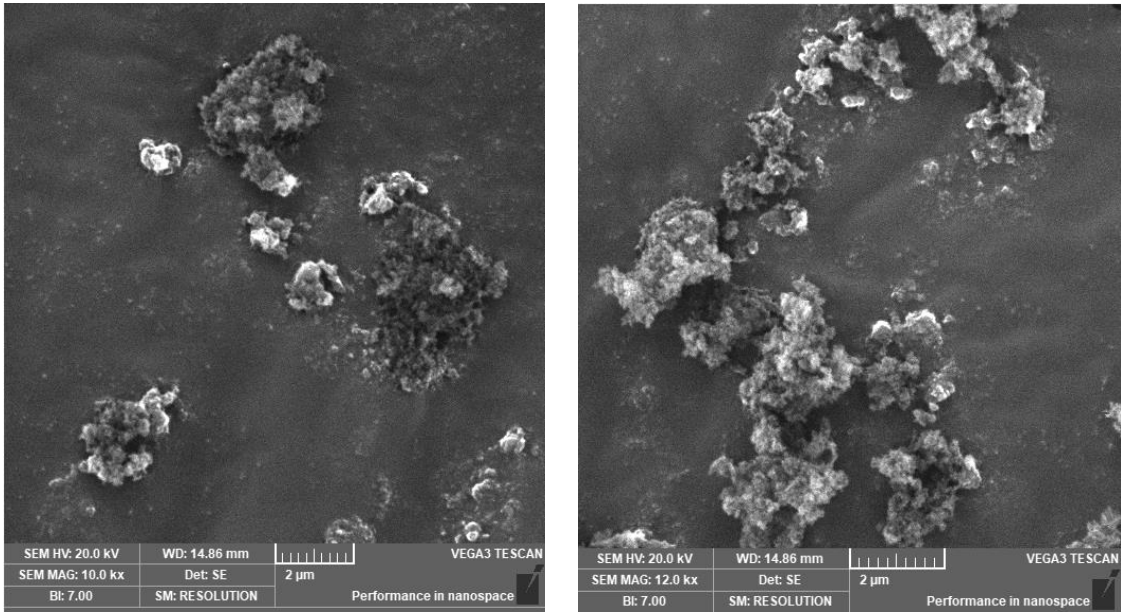
9. ARAŞTIRMA BULGULARI VE TARTIŞMA

Yüksek yüzey alanı ve ısı iletkenliğı nedeniyle, son yıllarda enerji ve ısı ızolasyon alanlarında silika aerojellerin kullanımı giderek artmaktadır. Elektrospinning tekniğı, polimer esaslı nanolifin üretilmesi açısından oldukça etkili bir yöntemdir. Bu nedenle, farklı çözücü grupları kullanılarak hazırlanan Silika Aerogel-PCL Nanoliflerin mekanik-kimyasal özellikleri, yüzey morfolojisi ve ısı iletkenlikleri araştırılmıştır.

9.1. Silika Aerogel Katkılı PCL Nanoliflerin Karakterizasyonu

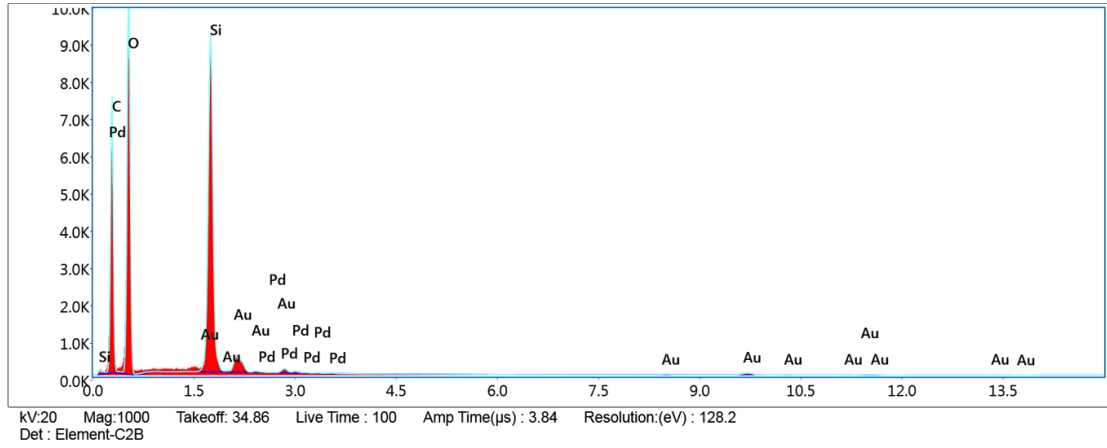
9.1.1. Silika aerogelin karakterizasyonu

Yapılan tez çalışmasında, ilk olarak sol-jel yöntemiyle üretilen silika aerogelin morfolojik yapısı Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) ile incelenmiştir. Şekil 9.1. de silika aerogelin 10.0 ve 12.0 kx büyütme ile elde edilen SEM görüntüleri bulunmaktadır.



Şekil 9.1. Silika aerogelin SEM görüntüleri

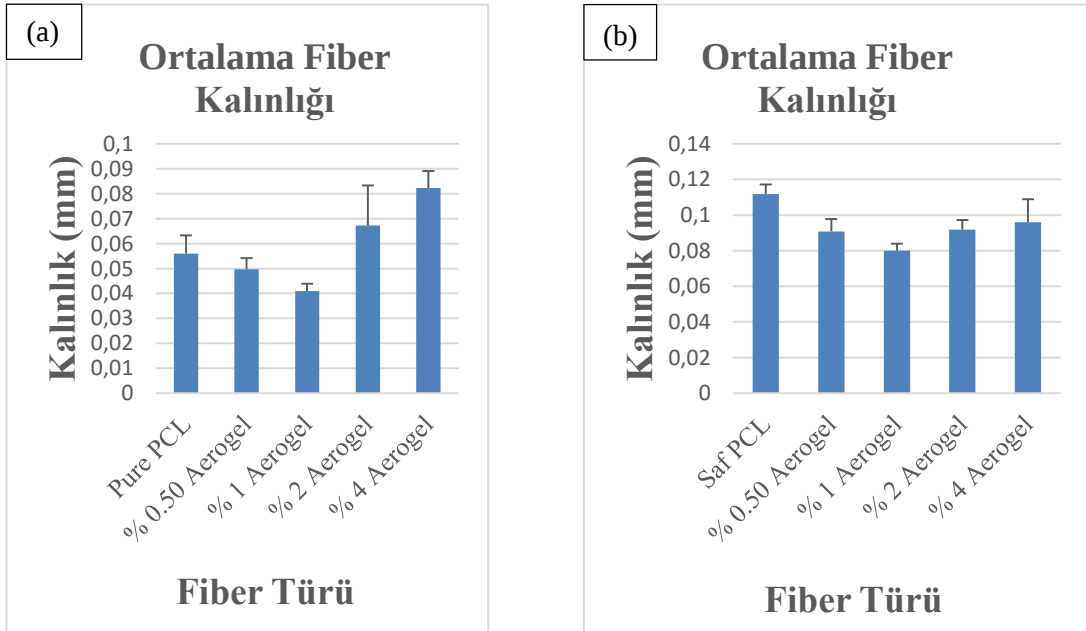
Ardından, SEM-EDS yardımıyla silika aerogelin element analizi yapılır. Yapılan analiz sonucunda, silika aerogelin içerisinde en yüksek silika (Si) elementinin olduğu görülür. Şekil 9.2. de SEM-EDS analizi sonucunda ortaya çıkan grafik yer almaktadır.



Şekil 9.2. Silika Aerojelin SEM-EDS sonucu

9.1.2. Kalınlık testi

Her iki çözücü grubu kullanılarak elde edilen Silika Aerojel -PCL Nanoliflerin kalınlıkları ölçülür. Şekil 9.3. de nanoliflerin ortalama kalınlık değerleri görülmektedir.



Şekil 9.3. Ortalama Fiber Kalınlıkları (a) PCL – Silika Aerojel Nanolifler (MET-CL)
(b) PCL – Silika Aerojel Nanolifler (AC-CL)

Kalınlık ölçüm analizi sonunda, birinci grup olan MET-CL çözücülerini ile çözünen nanoliflerin ikinci gruba göre daha ince olduğu ölçülür.

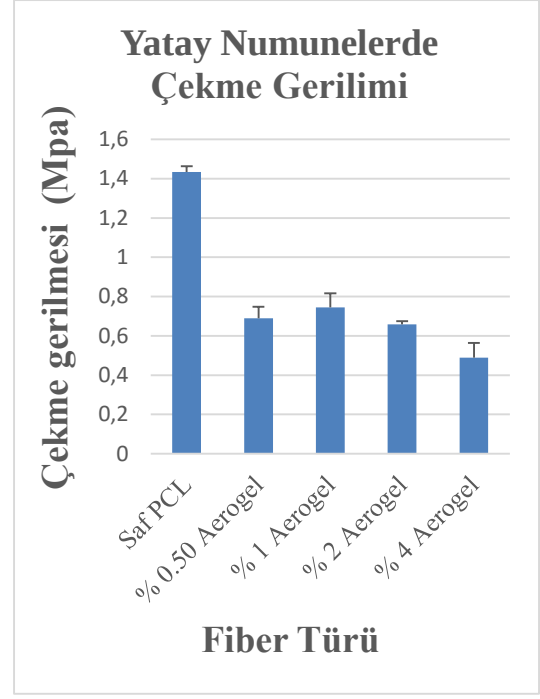
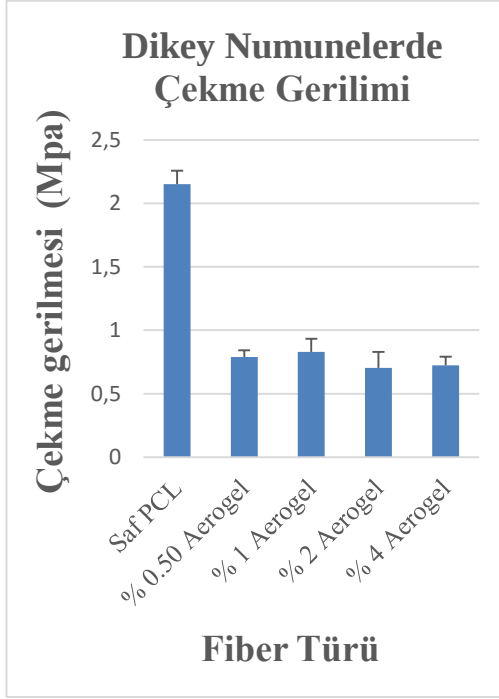
9.1.3. Çekme testi

PCL – Silika Aerojel Nanoliflere, Instron 4411 cihazında 50 Newton yük ile 30mm/dk çekme testi yapılır. Numuneler şekil 9.4’ deki boyutlarda hazırlanmıştır.

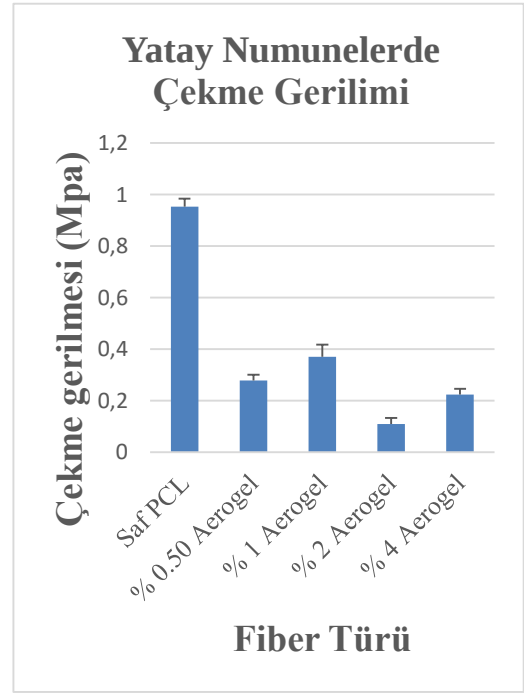
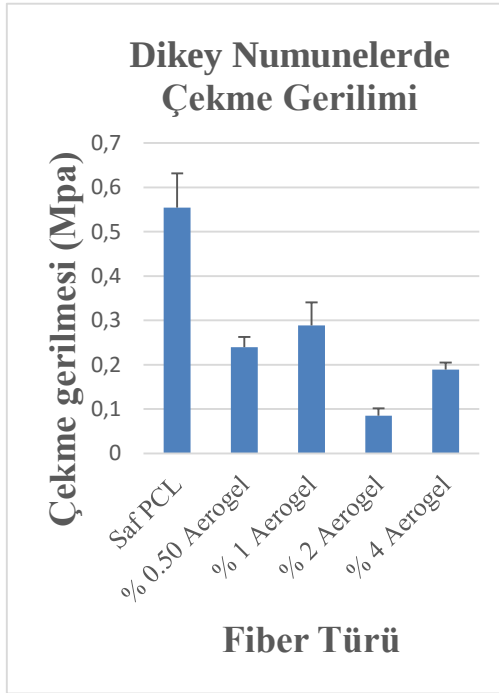


Şekil 9.4. Numunelerin Çekme Makinesindeki Görüntüleri

Şekil 9.5 MET-CL grubu nanoliflerin, şekil 9.6. de ise AC-CL grubu nanoliflerin çekme testi sonuçları yer almaktadır.



Şekil 9.5. PCL – Silika Aerogel Nanolifler (MET-CL) çekme testi sonuçları



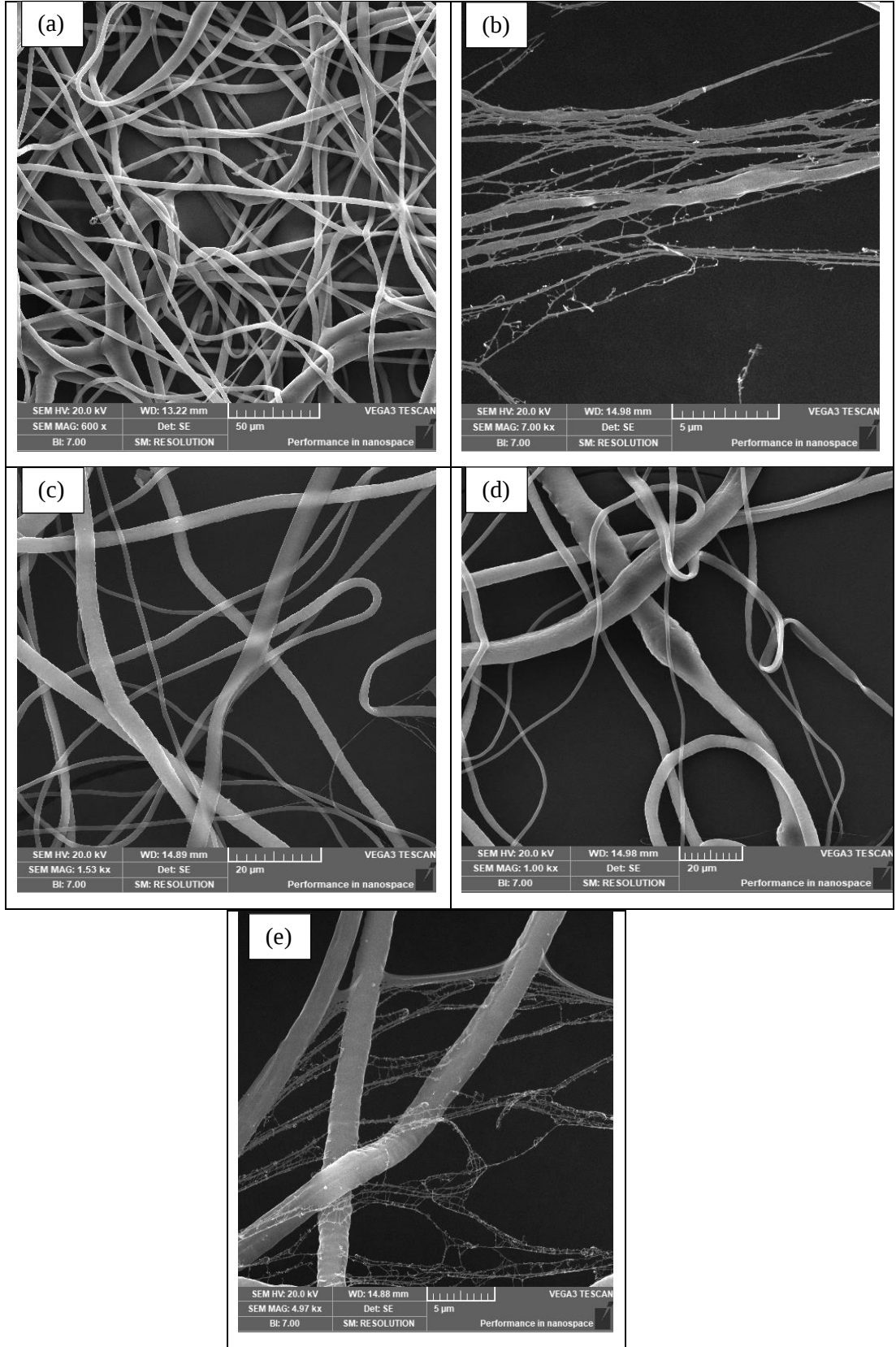
Şekil 9.6. PCL – Silika Aerogel Nanolifler (AC-CL) çekme testi sonuçları

Çekme testinde üretilen nanolifler, hem dikey hem de yatay olmak üzere iki yönde çekilir. (Bhullar vd., 2017) Karışık bir kloroform ve metanol çözeltisi (3:1 hacim oranı) hazırlandı ve PCL nanolif elde edildi. Bu çalışmadan elde edilen nanoliflere uygulanan çekme testi sonucunda, saf PCL'nin çekme gerilimi değeri 3,3 MPa olarak ölçülmüştür. Bu çalışmada, saf PCL'nin dikey çekme değeri 2 ile 2,5 Mpa arasında, yatay çekme gerilimi değeri ise 1,4 ile 1,6 Mpa arasında ölçülmüştür. Kloroform ve asetonitril ile çözelti karışımı hazırlanarak elde edilen PCL Nanoliflerin çekme gerilmesi değeri yatay ve dikey olarak ölçülmüş ve ortalama 0.7-1 MPa arasında bir değer elde edilmiştir (Yılmaz ve Ceylan, 2020).

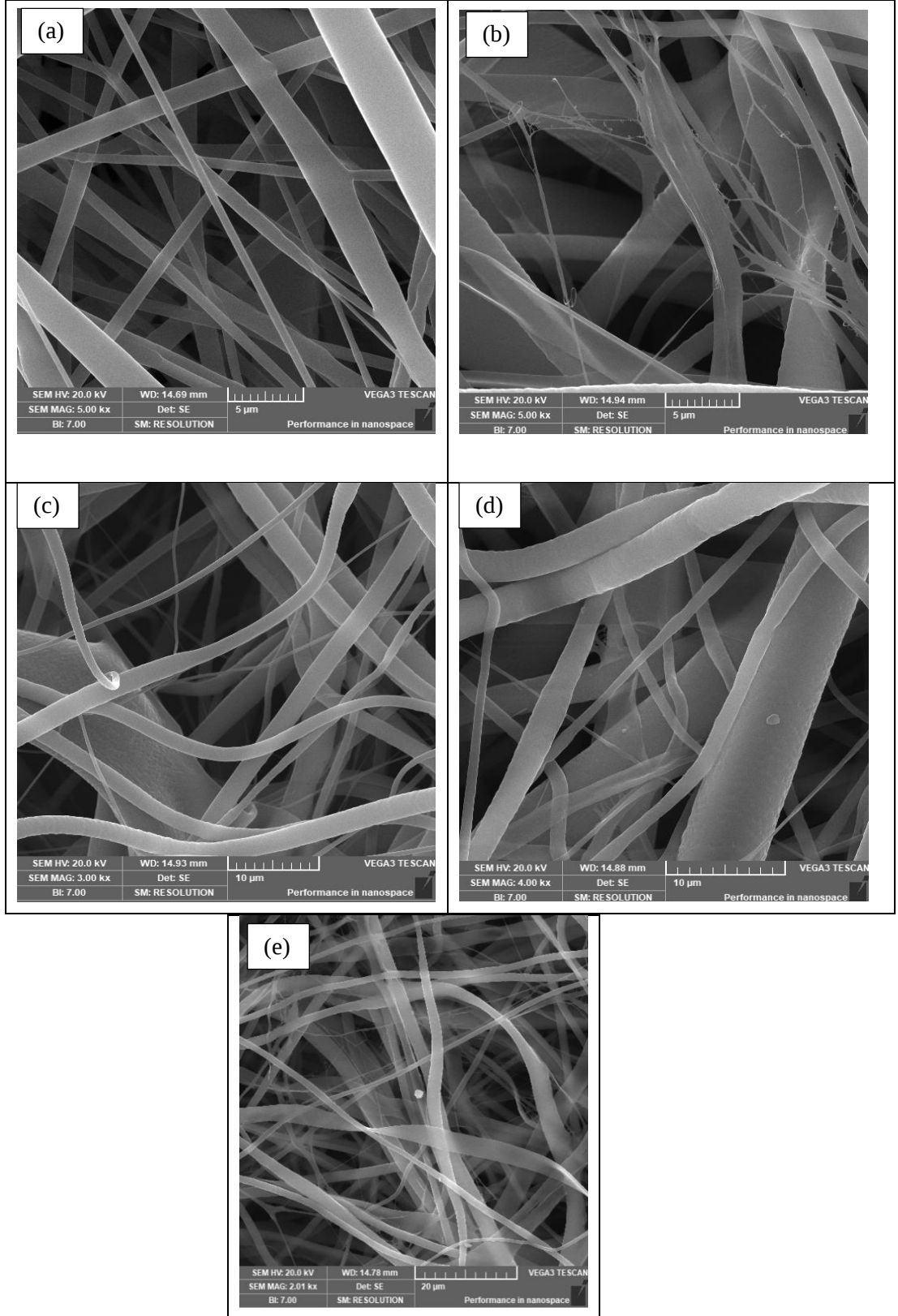
Her iki çözelti grubu ile elde edilen nanoliflerin grafik sonuçları incelendiğinde, yatay numunelerin ölçümlerindeki standart sapma oranı dikey numunelere göre daha yüksektir. Bunun nedeni, nanoliflerin üretim yönünün dikey olmasıdır. Bu nedenle dikey numunelerdeki ölçümler diğerlerinden daha doğrudur.

9.1.4. Taramalı elektron mikroskobu (SEM)

PCL-Silika Aerojellerin morfolojik yapısını analiz etmek için SEM görüntüleri alınır. Analize başlamadan önce nanoliflerin yüzeyi Au-Pd ile kaplanarak fiberlerin yüzeyi iletken hale getirilir. Alınan SEM görüntüleri şekil 9.7 ve şekil 9.8. de yer almaktadır.

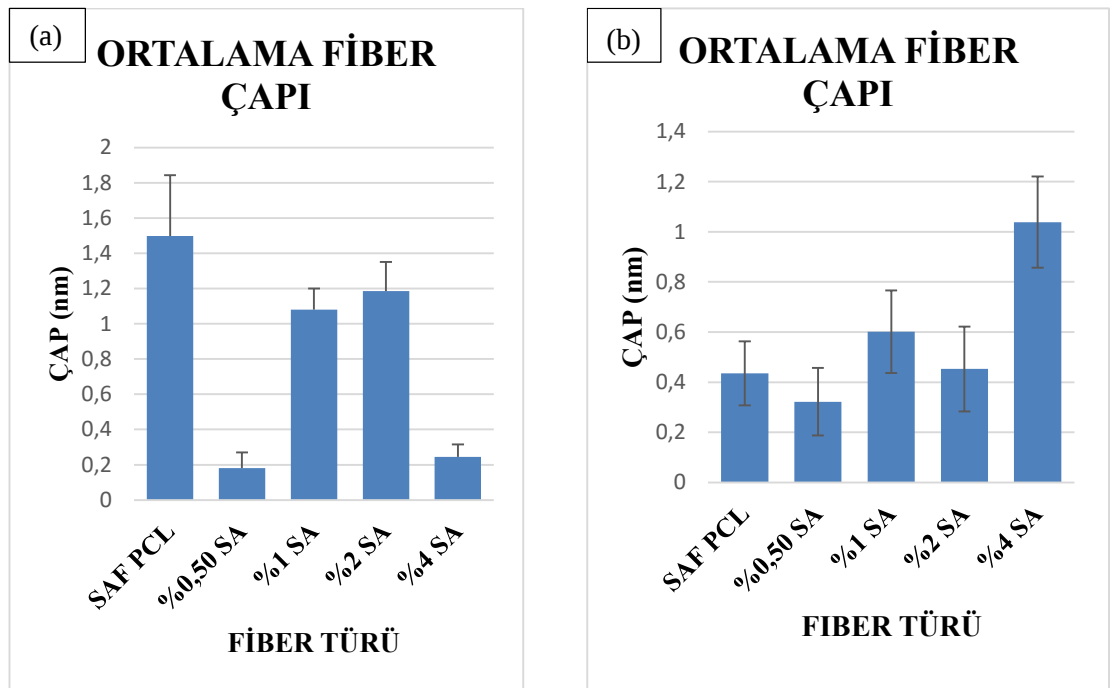


Şekil 9.7. MET-CL çözücü grubunda çözülen PCL – Silika Aerojel Nanoliflerin SEM görüntüleri; a, Saf PCL; b, %0.50 Silika Aerojel; c, %1 Silika Aerojel; d, %2 Silika Aerojel; e, %4 Silika Aerojel



Şekil 9.8. AC-CL çözücü grubunda çözülen PCL – Silika Aerojel Nanoliflerin SEM görüntüleri; a, Saf PCL; b, %0.50 Silika Aerojel; c, %1 Silika Aerojel; d, %2 Silika Aerojel; e, %4 Silika Aerojel

Yapılan ölçümler sonucunda, nanoliflerin çaplarının düzgün bir şekilde artmadığı veya azalmadığı görülür. Bunun nedeni olarak, elektrospinning işlemi sırasında PCL polimerinin hızlı donması ve aglomerasyonundan kaynaklandığı düşünülmektedir. Fiberlerin içinde veya yüzeyinde oluşan bu topaklar, muhtemelen çözeltinin hazırlanması veya nanoliflerin üretimi sırasında elektrostatik kuvvetler nedeniyle meydana gelmektedir. Bu durumda jetin ucunda donan ve aglomere olan polimerik çözelti, elektrik akımı ile aniden kolektöre ulaşır ve nanoliflerde farklı yarıçaplı yapıların oluşmasına neden olur. Üretilen nanoliflerin ortalama çap ölçüleri ImageJ yazılımı ölçülmüş olup, şekil 9.9 de yer alan grafikte sonuçları yer almaktadır.

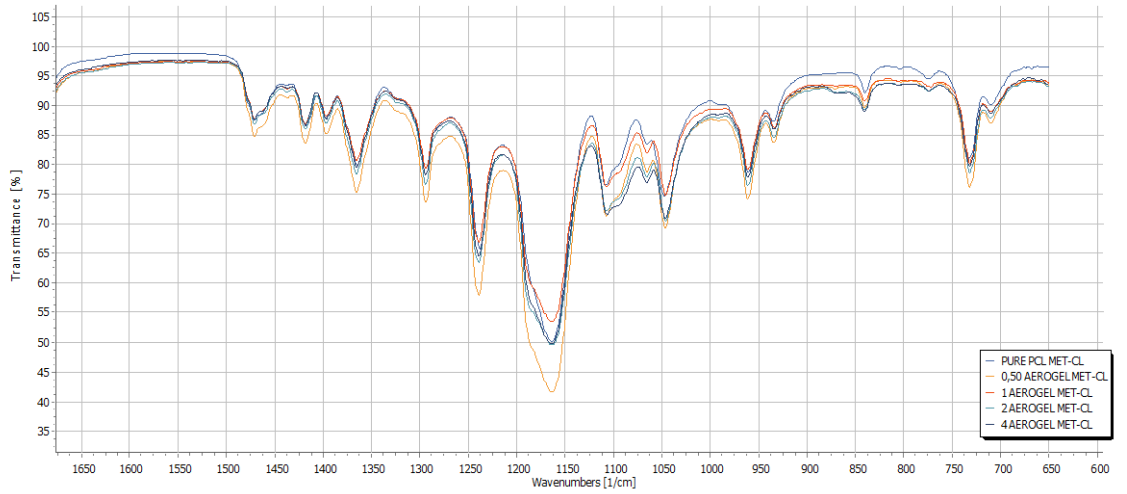


Şekil 9.9. Farklı konsantrasyonlarda (a) PCL – Silika Aerojel Nanolifleri (MET-CL) (b) PCL – Silika Aerojel Nanolifleri (AC-CL) içeren PCL fiberlerin ortalama lif çapı

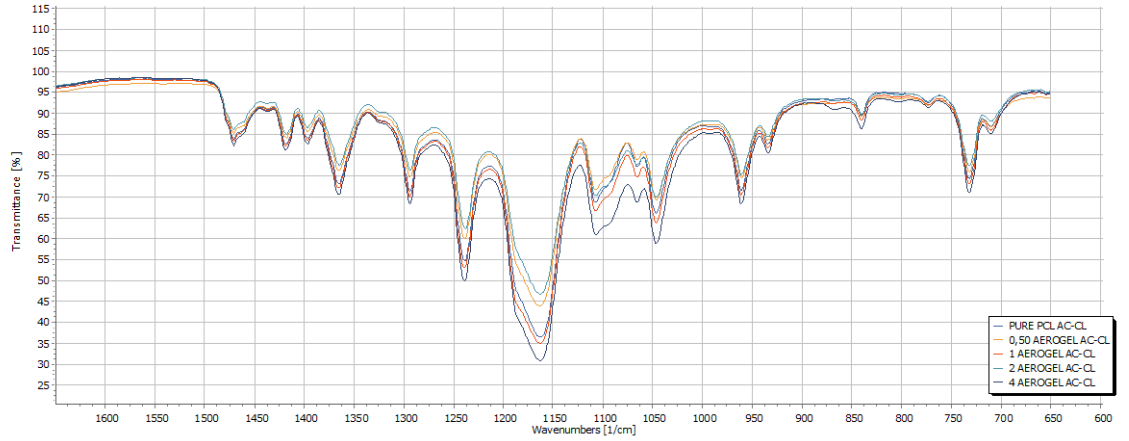
9.1.5. Fourier dönüşümü kızılötesi spektroskopisi (FT-IR)

Fourier Dönüşümü Kızılötesi Spektroskopisi (FTIR), bir tür titreşim spektroskopisi yöntemidir. Kimyasal analitik bir yöntem olan FTIR, matematiksel Fourier dönüşümü yöntemi yardımıyla ışığın kızılötesi yoğunluğuna karşı dalga sayısını ölçer. Bu yöntemin çalışma prensibi, kızılötesi radyasyonun emilmesiyle kimyasal bağların titreşiminin ölçülmesine dayanmaktadır. Bu radyasyon, gerilme, büzülme ve bükülme gibi kimyasal bağların farklı titreşim hareketleri tarafından emilir. Bu titreşimlerin

kimyasal bağlardaki değişim ve absorpsiyon özellikleri, spektral piklerin oluşmasına yardımcı olur. Yüzey PCL – silika aerogel nanoliflerde fonksiyonel grupları, bir Perkin Elmer FTIR kullanılarak 650 – 4000 cm^{-1} dalga sayısı aralığında Fourier transform kızılötesi spektroskopisi (FTIR) ile analiz edilir. Yapılan çalışmalardan elde edilen sonuçlara göre 3550-3200 dalga boyları arasında en güçlü bağı saf silika aerogelin verdiği görülür (Ban, vd., 2019). Kloroform ve asetonitril ile çözülmüş ve % 2 ve % 4 silika aerogel içeren nanoliflerde dalga boyu 3444 dalga boyu olarak ölçülür. Karbon tarafından yapılan üçlü bağ nedeniyle bu iki elyafta enerji tasarrufu çok yüksektir. Şekil 9.10 FTIR sonucunu göstermektedir.



(a)



(b)

Şekil 9.10. Farklı konsantrasyonlarda PCL – Silika Aerogel Nanolif FTIR Sonucu (a) Silika Aerogel – PCL (MET-CL) Nanolifler, (b) Silika Aerogel – PCL (AC-CL) Nanolifler

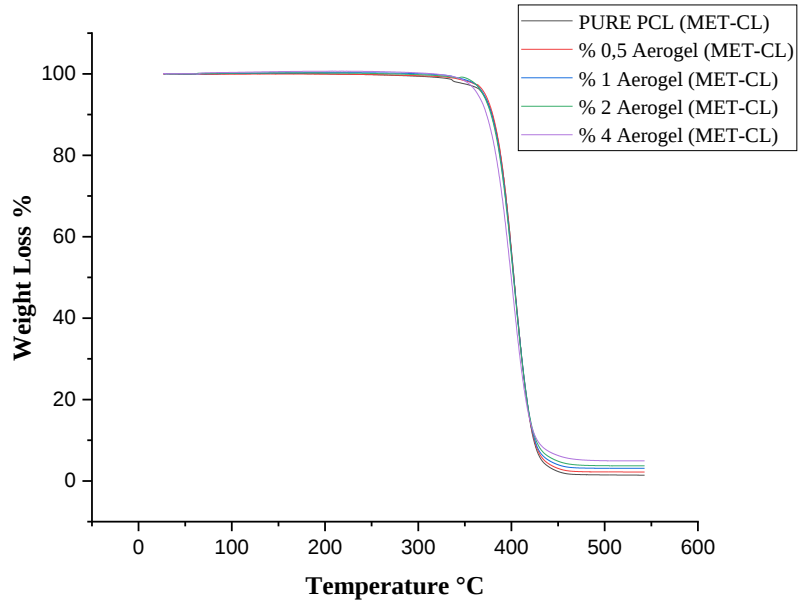
9.1.6. Diferansiyel termal analiz/ Termogravimetri (DTA/TG)

Termogravimetri analizi, bir numunenin kütlesinde artan sıcaklık sonucunda meydana gelen ağırlık değişimlerini nicel olarak veren bir analiz türüdür. Bu analiz yöntemi ile bir maddenin dehidrasyonu veya bozunması sırasında zamana veya sıcaklığa bağlı olarak ağırlık değişimlerini gözlemlenir. Yüksek sıcaklıklarda fiziksel veya kimyasal bağların kırılması sonucu burada ağırlık değişimi meydana gelmektedir. Üretilen nanolifler Perkin Elmer Diferansiyel Termal Analiz/Termogravimetri (DTA/TG) cihazı kullanılarak azot atmosferi altında 10 °C/dk ısıtma hızında ve 300-350 °C sıcaklık aralığında Al potasında gerçekleştirilir. Analiz sonucunda elde edilen veriler kullanılarak aşağıdaki Eşitlik 9.1 de ile ağırlık kaybı hesaplanmış ve aynı zamanda elde edilen diğer verilerle grafikler çizilmiştir.

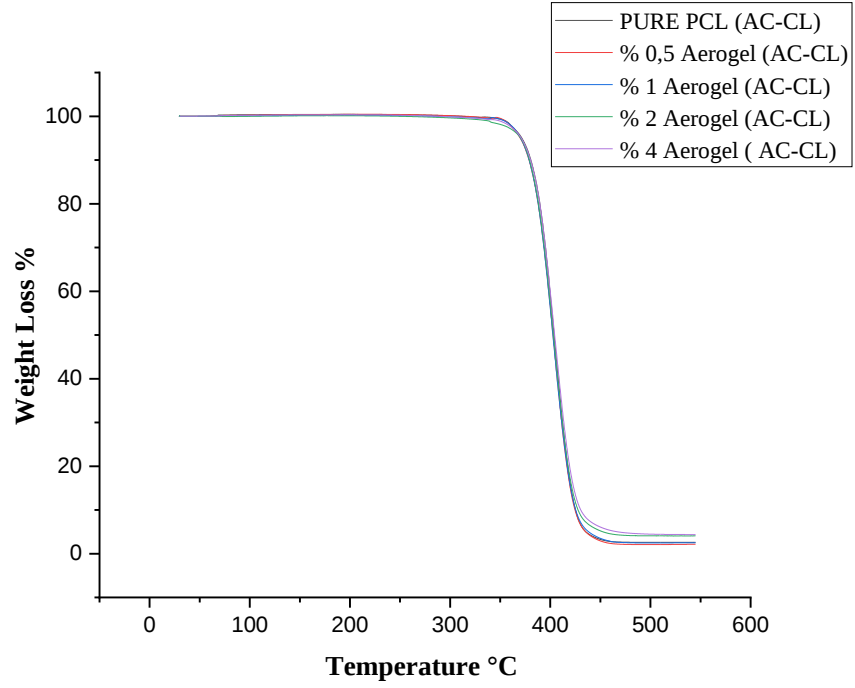
$$\text{Ağırlık Kaybı (\%)} = \left(\frac{m_i - m_f}{m_i} \right) \times 100 \quad (9.1)$$

(Boday, vd, 2012), bir silika aerojel çözeltisine belirli oranlarda polianilin nanolifleri ekleyerek çalışmışlardır. Bu çalışma sonucunda elde edilen TGA sonucuna göre çözeltideki silika aerojel miktarı azaldıkça ağırlık kaybı giderek azalmıştır.

En yüksek aerojel oranına sahip olan %2 ve %4 PCL- silika aerojel nanoliflerde, ağırlık kaybı oranı MET-CL grubunda %96,28 ve %95,05 iken AC-CL grubunda ise %95,92 ve %95,62 olarak ölçülmüştür. Ağırlık kaybı oranları incelendiğinde, MET-CL ile çözünen grupta saf PCL ve %0,5 silika aerojel oranına sahip nanolifler için sonuçlar sırasıyla %98,58 ve %97,81 olarak bulunmuştur. Ancak %2 ve %4 oranına sahip nanoliflerde sonuçlar, %96,28 ve %95,05 olarak bulunmuştur. Oranın daha düşük olmasının nedeni, silika arojellerin yüksek sıcaklık direncinden kaynaklanmaktadır. Aşağıdaki grafikler, Şekil 9.11'de sıcaklığa bağlı olarak her iki nanolif grubunun ağırlık kaybını göstermektedir.



(a)



(b)

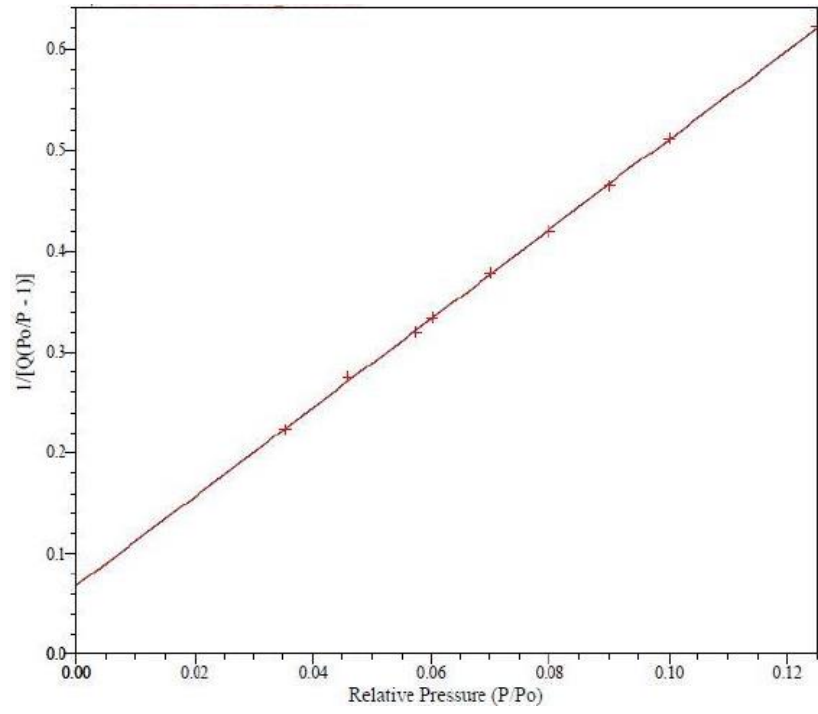
Şekil 9.11. Farklı konsantrasyonlarda PCL – Silika Aerogel Nanolifin Diferansiyel Termal Analizi / Termogravimetrisi (DTA / TG) (a) Silika Aerogel – PCL (MET-CL) Nanolifleri, (b) Silika Aerogel- PCL (AC-CL) Nanolifleri

9.1.7. Brunauer-Emmett-Teller (BET)

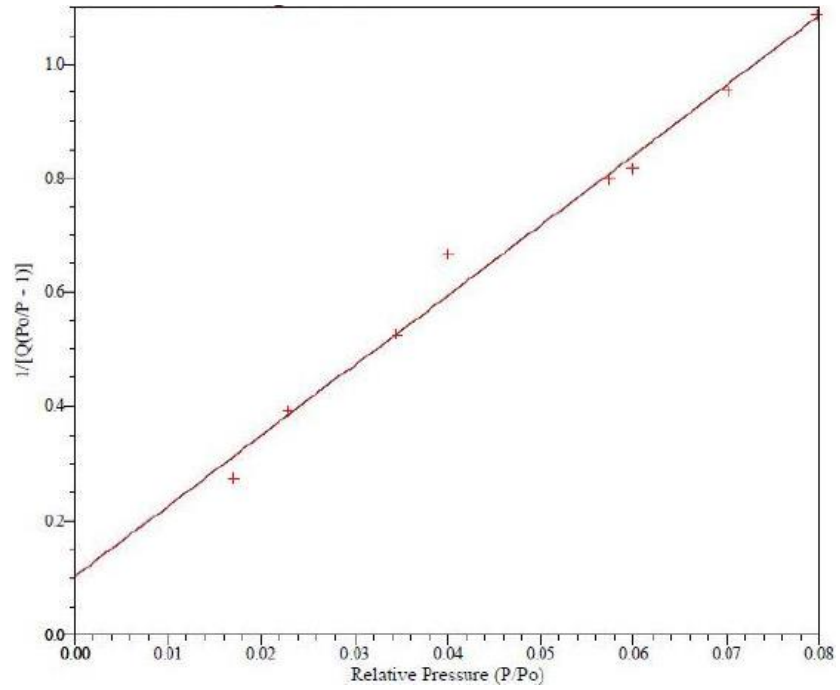
BET analizi, katı bir yüzey üzerinde gaz moleküllerinin fiziksel adsorpsiyonunu açıklamayı amaçlar. Bu, özgül yüzey alanıyla orantılı olduğundan, çözünme hızını tahmin etmek için kullanılır. Özellikle malzemelerin belirli yüzey alanlarını ölçmek için önemli bir analiz yöntemidir. Yüzey analizi için kullanılan en yaygın gaz azot gazıdır.

Çizelge 9.1. Farklı konsantrasyonlarda PCL – Silika Aerojel Nanolifin BET Yüzey Alanı (a) Silika Aerojel – PCL (MET-CL) Nanolifler, (b) Silika Aerojel – PCL (AC-CL) Nanolifler

NANOLİFLER	YÜZEY ALANI (BET) M ² /G
Saf PCL (MET-CL)	1.3278
%0,50 Aerojel-PCL (MET-CL)	0.8549
%1 Aerojel-PCL(MET-CL)	0.8878
%2 Aerojel-PCL (MET-CL)	0.9393
%4 Aerojel-PCL (MET-CL)	0.9705
Saf PCL (AC-CL)	0.6837
%0,50 Aerojel-PCL (AC-CL)	0.7673
%1 Aerojel-PCL (AC-CL)	0.7068
%2 Aerojel-PCL (AC-CL)	0.4494
%4 Aerojel-PCL (AC-CL)	0.3515



(a)



(b)

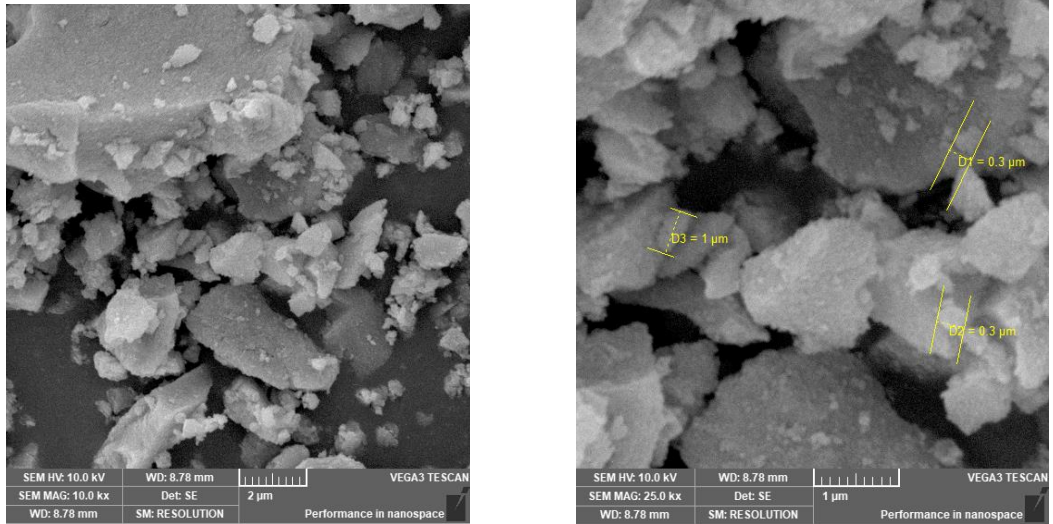
Şekil 9.12. Farklı konsantrasyonlarda PCL – Silika Aerojel Nanolifin BET Yüzey Alanı (a) %4 Silika Aerojel – PCL (MET-CL) Nanolifler, (b) %4 Silika Aerojel – PCL (AC-CL) Nanolifler

Silika aerogellerin önemli bir yapısal özelliği yüzey alanlarıdır. Fonksiyonel taşıyıcılar olan yakıt depolama, kataliz ve ilaç salımı, elektrotlar gibi alanlarda yüksek yüzey alanı tercih edilir (Sehaqui,2011). Literatürde polimer nanolif üreterek yapılan benzer çalışmalar incelendiğinde, Yu ve arkadaşları Poliakrilonitril (PAN) kullanılarak belirli oranlarda silika aerogel ilave edilerek nanolifler elde etmişlerdir. BET analizi sonucunda fiberlerdeki silika aerogel oranı arttıkça yüzey alanının arttığı gözlemlenmiştir (Yu, vd., 2020). Çizelge 9.1 ve Şekil 9.12'de görüldüğü gibi MET-CL grubundaki PCL-silika aerogel nanoliflerdeki aerogel oranı arttıkça yüzey alanı da arttığı görülmüştür. İkinci grup olan AC-CL grubunda ise durum tam tersidir. Bu sonuçlar, MET-CL grubunda aerogellerin nanoliflerde daha iyi çözündüğünü göstermektedir. Metanol ve Asetonitril çözücüler polardır ancak farklı özelliklere sahiptir. Metanol çözücü polar protiktir ve asetonitril çözücü polar aprotiktir. Başka bir deyişle, polar protik çözücüler hidrojen bağları oluşturur ve polar aprotik çözücülerden daha zengin O-H bağları ve N-H bağları içerir. Bu nedenle, polar protik metanol çözücü, PCL polimerlerini ve silika aerogeli çözmek için farklı güçlü bağlar sağlamaktadır.

9.2. TiO₂ Katkılı PCL Nanoliflerin Karakterizasyonu

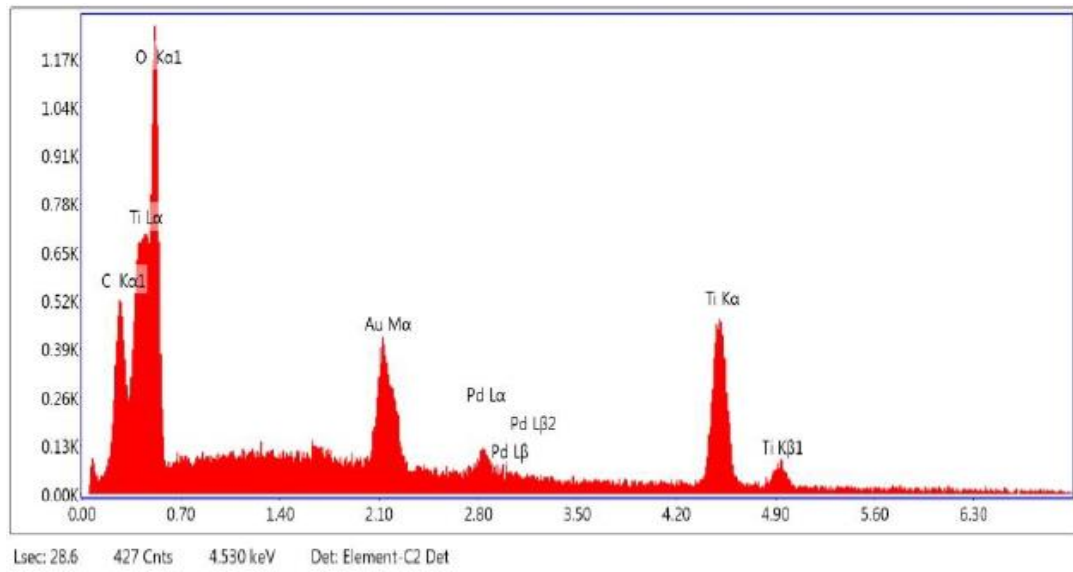
9.2.1. TiO₂ karakterizasyonu

Yapılan tez çalışmasında, ikinci olarak sol-jel yöntemiyle üretilen TiO₂ morfolojik yapısı Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) ile incelenmiştir. Şekil 9.13. de TiO₂ 'nin 10.0 ve 25.0 kx büyütme ile elde edilen SEM görüntüleri bulunmaktadır.



Şekil 9.13. TiO₂ Partiküllerinin SEM Görüntüleri

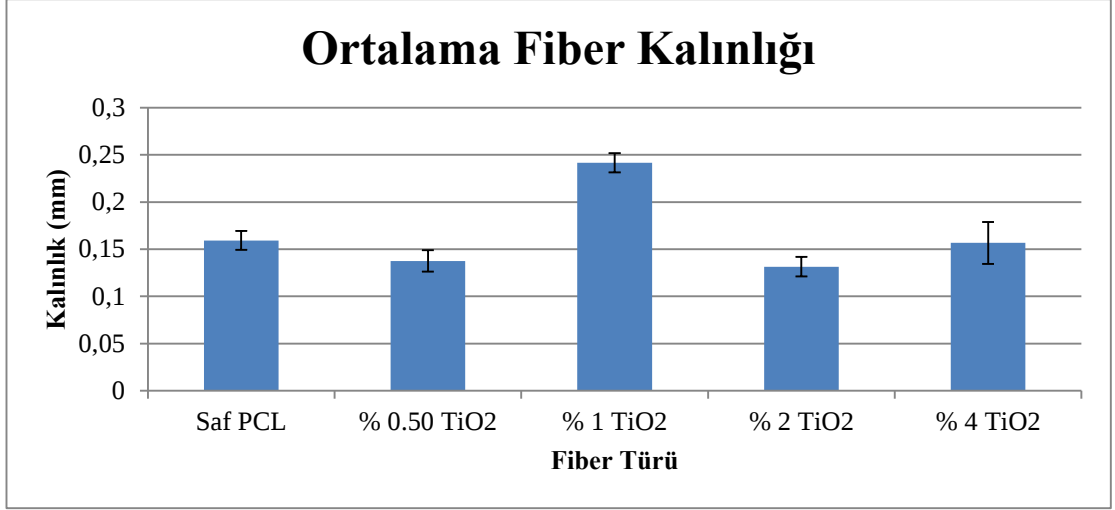
Daha sonra TiO₂ partiküllerinin saflaştırılmasını göstermek için SEM-EDS sonuçları da gösterildi. İlgili sonuçlar şekil 9.14’ de gösterilmiştir.



Şekil 9.14. TiO₂ Partiküllerinin SEM-EDS Sonuçları

9.2.2 Kalınlık testi

Üretilen tüm TiO₂ katkılı PCL nanoliflerin kalınlık ölçümleri yapılmıştır. Şekil 9.15’ de nanoliflerin kalınlık değerlerini göstermektedir.

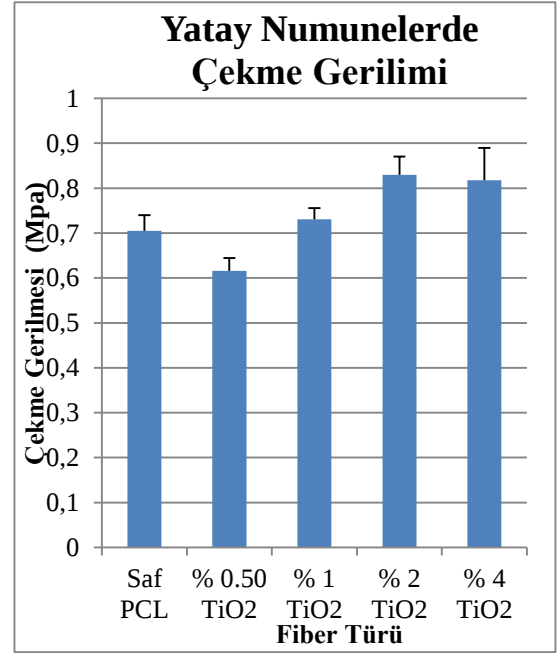
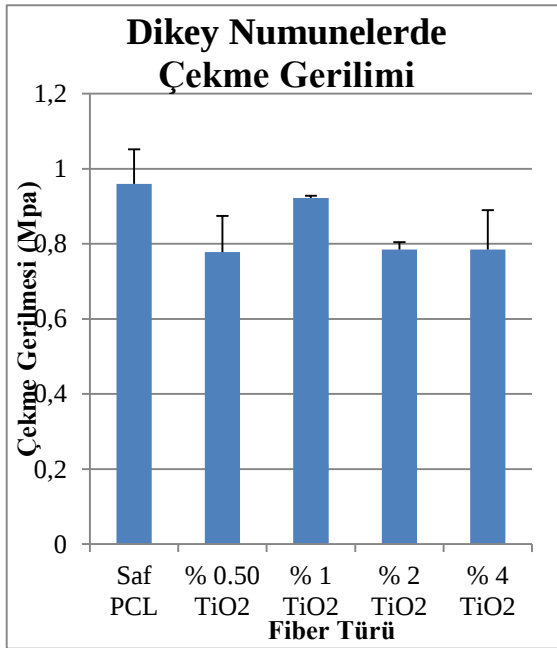


Şekil 9.15. TiO₂ katkılı PCL nanoliflerin Ortalama Fiber Kalınlığı

Yapılan ölçümler sonucunda TiO₂ oranının fiber kalınlığına herhangi bir etkisinin olmadığı gözlemlenmiştir.

9.2.3. Çekme testi

TiO₂- PCL nanoliflerin üzerinde Instron 4411 çekme makinasında 50 Newton yük ile 30mm/dk çekme testi yapılır. Numuneler hem yatay hem de dikey olarak alınmıştır. Şekil 9.16, her iki uygulamanın değerlerini göstermektedir.

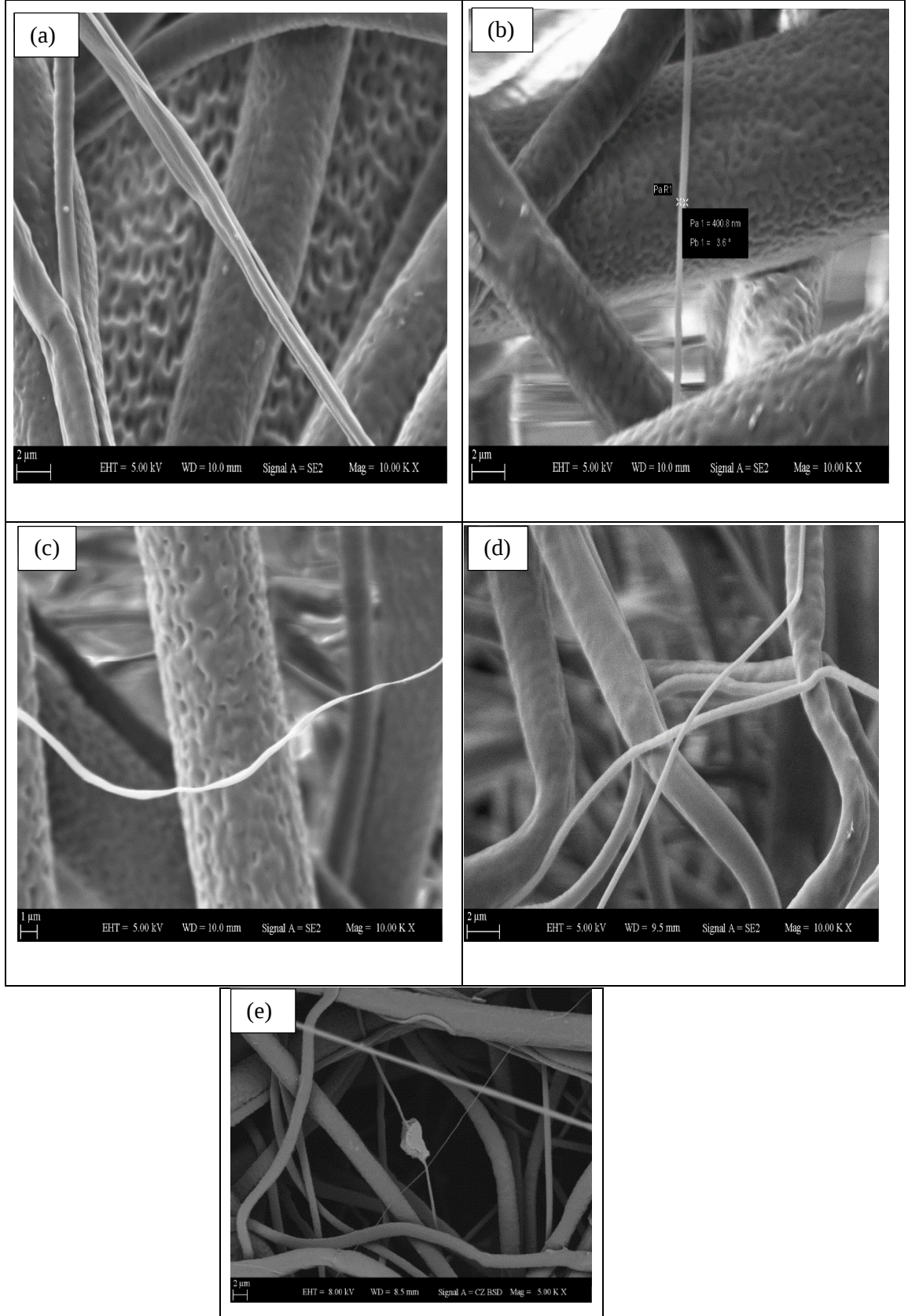


Şekil 9.16. TiO₂ katkılı PCL nanoliflerin çekme testi sonuçları

Yapılan testler sonucunda, dikey numunelerde standart sapma oranının yatay numunelere göre daha az olduđu görölmüştür. Bu durumun sebebi, nanolifler dikey yönde üretildiği için bu yönde çekilen numuneler, yatay yöndeki numunelere göre daha dayanıklı olmasıdır.

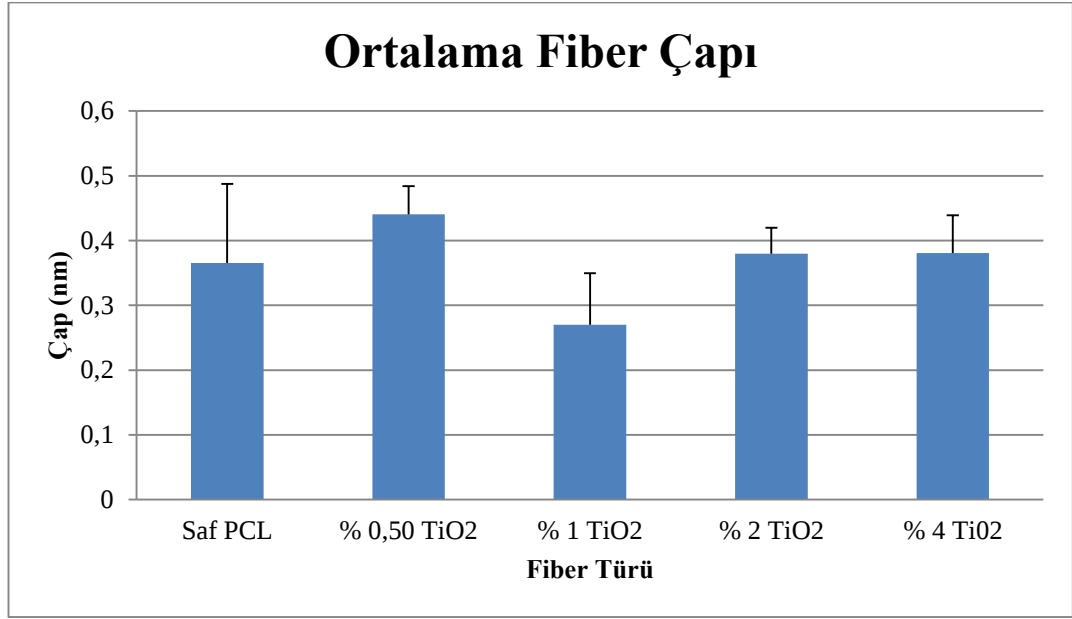
9.2.4. Taramalı elektron mikroskobu (SEM)

TiO₂ – PCL nanoliflerin morfolojileri Taramalı Elektron Mikroskobu kullanılarak gözlemlenir. TiO₂ – PCL nanoliflerin yüzeyleri iletken yüzeyi sağlamak için Au-Pd ile kaplanır. Şekil 9.17'da SEM görüntülerine bakılarak TiO₂- PCL nanoliflerin tahmini lif boyutları gösterilmektedir.



Şekil 9.17. Farklı TiO_2 konsantrasyonlarına sahip TiO_2 – PCL nanoliflerinin SEM görüntüleri: a, Saf PCL; b, %0.50 TiO_2 ; c, %1 TiO_2 ; d, %2 TiO_2 ; e, %4 TiO_2 .

Bu nanoliflerin lif çapları ImageJ yazılımı ile ölçülür. Literatürde gösterildiği gibi, bu nanoliflerin ortalama çapının TiO_2 partiküllerinin eklenmesiyle arttığı görülmektedir (Kiran,2018; Khalifehzadeh,2019). Ancak yapılan bu çalışmada, lif çaplarında %1 TiO_2 içeren nanolif dışındaki diğer çaplardaki değerler birbirine yakındır. Bunun nedeni, polimerik çözeltinin optimum seviyeye ulaşması olabilir. Ortalama fiber çapları şekil 9.18’de gösterilmektedir.



Şekil 9.18. Farklı konsantrasyonlardaki TiO_2 – PCL nanoliflerinin ortalama lif çapı

10. SONUÇ VE ÖNERİLER

Bu çalışmada, farklı oranlarda silika aerogel ile güçlendirilmiş polimer nanoliflerin çekme mukavemeti, enerji korunumu ve yüzey alanları ile titanyum dioksit katkılı PCL nanoliflerin özellikleri araştırılmıştır. Deneylerin sonuçları aşağıdaki gibidir:

- Çalışmada ilk olarak sol-jel yöntemiyle 700-800 m²/gr yüzey alanına sahip, yüzey temas açısı 165 derece olan, 90-95% gözenek yapısı oranı sahip ve ısı iletkenlik katsayısı 0,012-0,016 W/m.K olan süper hidrofobik silika aerojeller elde edildi.
- Polikaprolakton (PCL)-silika aerogel nanoliflerin, iki farklı çözücü grubu kullanılarak elektrospinning yöntemi ile başarılı bir şekilde elde edildi.
- SEM analizinden elde edilen sonuçlara göre numunelerde nanoliflerin çapının aerogel oranı ile doğru orantılı olarak arttığı ve azaldığı tespit edildi.
- FTIR ve DT/TGA analizleri ile enerji tasarrufu ve ağırlık kaybı oranı araştırıldı; buna paralel olarak %2 ve %4 silika aerogel içeren polimerik nanoliflerin en iyi enerji korunumu ve ağırlık kaybını gösterdiği belirlendi.
- BET testleri ile elde edilen bilgilere göre, MET-CL çözücü grubu ile hazırlanan nanoliflerin yüzey alanı, AC-Cl çözücü grubuna kıyasla daha iyi sonuç alındı.
- Çalışmada ikinci adım olarak sol-jel yöntemiyle TiO₂ elde edilmiş olup, elden edilen TiO₂'ler belirli oranlarda PCL polimerik çözeltisine katılarak TiO₂- PCL nanolifler elektrospinning yöntemi elde edildi.
- Üretilen nanoliflere SEM uygulanarak nanoliflerin morfolojik yapıları incelendi. Çekme testi uygulanarak ise TiO₂ yüzdesinin arttığı zaman, çekme mukavemetinin de arttığı gözlemlendi.

Silika aerojeller, inanılmaz derecede etkili termal yalıtkanlar ve süper kapasitörlerdir. TiO₂ ile üretilen nanolifler ise çeşitli endüstriyel uygulamalarda kullanılabilmektedir. Örneğin tekstil sektöründe kendi kendini temizleyen veya ıslanmayan kumaş gibi birçok alanda, biyomedikal alanında antibakteriyel yüzey aktif madde olarak askeri ve

elektronik ürünlerde kullanılmaktadır. Bu çalışma, özellikle çevre uygulamaları, elektrik ve yaşam bilimleri olmak üzere gelecekte yapılacak araştırmalar için endüstride kullanılacak üretim süreci ve potansiyel kullanım alanları hakkında rehberlik sağlamayı amaçlamaktadır.

KAYNAKLAR

- Afrashi, M., Semnani, D., Talebi, Z., Dehghan, P., Maherolnaghsh, M., 2019. Comparing the Drug Loading and Release of Silica Aerogel and PVA Nano fibers. *Journal of Non-Crystalline Solids*, 503–504 (2019), 186–193.
- Agnieszka, S., Wojciech, S., Piotr, Z., Paulina, J., 2015. Synthesis and Sharacterization of Carbon Fiber/Silica Aerogel Nanocomposites. *Journal of Non-Crystalline Solids*, 416(2015),1-3.
- Akalın, G.E., 2018. Electrospinning of Polycaprolactone / Bovine Gelatin / Bovine Hydroxyapatite Biomimetic Composite Nanofibers. Boğaziçi University, Institute for Graduate Studies in Science and Engineering, Msc Thesis, 120, Turkey.
- Asmatulu, R. Khan, S., 2019. Synthesis and Applications of Electrospun Nanofibers. Elsevier,296p, USA.
- Azimi, B., Nourpanah, P., Rabiee, M., Arbab, S., 2014. Poly (ϵ -caprolactone) Fiber: An Overview. *Journal of Engineered Fibers and Fabrics*, 9(3),74-90.
- Ban,G., Song,S.,Lee,H., Kim,H., 2019. Effect of Acidity Levels and Feed Rate on the Porosity of Aerogel Extracted from Rice Husk under Ambient Pressure. *Nanomaterials*, 9(2), 1-11.
- Bhullar,S. Rana, D., Lekesiz, H., Bedeloglu, A., Ko, J., Cho, Y., Aytac,Z., Uyar,T., Jun,M., Ramalingam M., 2017. Design and Fabrication of Auxetic PCL Nanofiber Membranes for Biomedical Applications. *Materials Science and Engineering: C*, 1(81),34-340.
- Błaszczczyńska, T., Ślosarczykb, A., Morawskic, M., 2013. Aerogel by Supercritical Drying Method. *Procedia Engineering*, 57 (2013), 200 – 206.
- Boday, D.J., 2009. Silica Aerogel-Polymer Nanocomposites and New Nanoparticle Syntheses. The University of Arizona, Graduate College, Phd Thesis, 327, USA.
- Boday, D., Muriithi, B., Stover, R., Loy, D., 2012. Polyaniline Nanofibers–Silica Composite Aerogels. *Journal of Non-Crystalline Solids*, 358(12-13),575-1580.
- Bordesa, C., Fréville, V., Ruffin, E., Marotea, P., Gauthvrita, J.Y., Brianc, S., Lantéria, P., 2010. Determination of Poly(-caprolactone) Solubility Parameters: Application to Solvent Substitution in a Microencapsulation Process. *International Journal of Pharmaceutics*, 383 (2010), 236–243.
- Ceylan, M., 2009. Superhydrophobic Behavior of Electrospun Nanofibers With Variable Additives. Wichita State University. M.Sc. Thesis, 71, Wichita.

- Ceylan, M., 2014. Synthesis and Characterization of Electrospun Nanofibers for Advanced Drug Delivery and Cell Culturing. Graduate School, Wichita State University, Phd Thesis,141, USA.
- Ceylan, M., Yang, S.Y., Asmatulu, R., 2017. Effects of Gentamicin-Loaded PCL Nanofibers on Growth of Gram Positive and Gram Negative Bacteria. *IJAMBR*, 5 (2017), 40-51.
- Dorcheh, A.S., Abbasi, M.H., 2008. Silica Aerogel; Synthesis, Properties and Characterization. *Journal of materials processing technology*, 199 (2008), 10–26.
- Doshi J., Reneker D.H.,1995. Electrospinning Process and Applications of Electrospun Fibers. *Journal of Electrostatics*,35(2–3),151-160.
- Electrosols, 2020. Eriřim tarihi: 15.04.2020. www.electrosols.com.
- Enculescu, M., Evanghelidis, A., Enculescu, I., 2014. Influence of Morphology on the Emissive Properties of Dye-Doped PVP Nanofibers Produced by Electrospinning. *Journal of Physics and Chemistry of Solids* ,75(2014), 1365–1371.
- García-González, C.A., Budtova, T., Duraes, L., Erkey, C., Del Gaudio, P., Gurikov, P., Koebel, M., Liebner, F., Neagu, M., Smirnova, I., 2019. An Opinion Paper on Aerogels for Biomedical and Environmental Applications. *Molecules*, 24(9), 1815.
- Getir, ř., 2019. Monolitik Silika Aerojel Eldesi ve Karakterizasyonu. Gazi Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Yüksek Lisans Tezi,106, Ankara.
- Güler, D., 2012. Silis Kumu, Feldspat ve Tetraetilortosilikattan Sol-Jel Yöntemi ile Silika Aerojel Sentezi ve Karakterizasyonu. Gazi Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Yüksek Lisans Tezi,131, Ankara.
- Huang, Z.M., Zhang, Y.Z., Kotaki, M., Ramakrishna, S. A., 2003. Review on Polymer Nanofibers by Electrospinning and Their Applications in Nanocomposites. *Composites Science and Technology*,63(15), 2223-53.
- Hrubesh, L.W., 1998. Aerogel Applications. *Journal of Non-Crystalline Solids*, 225(1998), 335–342.
- Karayılan, M. 2014., Investigations of Sol-Gel Parameters, Thermal and Optical Properties of Silica Aerogels for Large Scale Production. Koç University, Graduate School of Engineering, M.Sc. Thesis,138, Istanbul.
- Kesik, A., 2019. Hidrofobik Silika Aerojel Eldesinde Kullanılan Kimyasalların Etkisi. Gazi Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Yüksek Lisans Tezi,113, Ankara.

- Khalifehzadeh, F., Shahabi-Ghahfarrokhi, I., 2019. Investigation of the Characteristics of Polycaprolactone-TiO₂ Nanofibers as Nano- Oxygen Scavenger in the Food Active Packaging Exposed to UV-C Radiation. *Journal of Food Research* 29, 65-79.
- Kimi Y. K., Lewis, A.F., Patra, P. K., Warner, S.B., Mhetre, S. K., Shah, M.A., Nami D., 2002. *Nanomaterials for Structural Applications*. University of Massachusetts Dartmouth, Department of Textile Sciences, 740, Dartmouth.
- Kiran, A.S.K., Kumar, T.S.S., Sanghavi, R., Doble, M., Ramakrishna, S., 2018. Antibacterial and Bioactive Surface Modifications of Titanium Implants by PCL/TiO₂ Nanocomposite Coatings. *Nanomaterials*, 8,860.
- Kumara, A., Gaurava, Malika, A. K., Tewaryb, D. K., Singha, B., 2008. A Review on Development of Solid Phase Microextraction Fibers by Sol–Gel Methods and Their Applications. *Analytica chimica acta*, 610 (2008), 1–14.
- Li, J., Cao, J., Huo, L., He, X., 2012. One-Step Synthesis of Hydrophobic Silica Aerogel via In situ Surface Modification. *Materials Letters*, 87(2012), 146–149.
- Lu, X., Zhang, W., Wang, C., Wen, T.C., Wei, Y., 2011. One-Dimensional Conducting Polymer Nanocomposites: Synthesis, Properties and Applications. *Progress in Polymer Science*, 36 (2011) 671–712.
- Mahmoodi, N. M., Mokhtari-Shourijeh, Z., Langari, S., Naeimi, A., Hayatti, B., Jalili, M., Seifpanahi-Shabani, K., 2021. Silica Aerogel/Polyacrylonitrile/Polyvinylidene Fluoride Nanofiber and Its Ability for Treatment of Colored Wastewater. *Journal of Molecular Structure*, 1227, 129418.
- Maleki, H., Durães, L., Portugal, A., 2014. An Overview on Silica Aerogels Synthesis and Different Mechanical Reinforcing Strategies. *Journal of Non-Crystalline Solids*, 385 (2014), 55–74.
- Mit-uppatham, C., Nithitanakul, M., Supaphol, P., 2004. Ultrafine Electrospun Polyamide-6 Fibers: Effect of Solution Conditions on Morphology and Average Fiber Diameter. *Macromolecular Chemistry and Physics*, 205(17), 2327-2338.
- Mochane, M.K., Motsoeneng, T.S., Sadiku, E.R., Mokhena, T.C., Sefadi, J.S., 2019. Morphology and Properties of Electrospun PCL and Its Composites for Medical Applications: A Mini Review. *Applied Science*, 9(11), 1-17.
- Nistico, R., Scalarone, D., Magnacca, G., 2017. Sol-Gel Chemistry, Templating and Spin-Coating Deposition: A Combined Approach to Control in a Simple Way the Porosity of Inorganic Thin Films/Coatings. *Microporous and Mesoporous Materials*, 248 (2017), 18-29.
- Rao, A.P., Rao A.V., Pajonk, G.M., 2007. Hydrophobic and Physical Properties of the Ambient Pressure Dried Silica Aerogels with Sodium Silicate Precursor Using

- Various Surface Modification Agents. *Applied Surface Science*, 253 (2007), 6032–6040.
- Schmidt, M., Schwertfeger F., 1998. Applications for Silica Aerogel Products. *Journal of Non-Crystalline Solids*, 225(1998), 364–368.
- Sehaqui, H., Zhou, Q., Berglund, L., 2011. High-Porosity Aerogels of High Specific Surface Area Prepared from Nanofibrillated Cellulose (NFC). *Composites Science and Technology*, 71(13), 1593–1599.
- Sinha, V.R., Bansal, K., Kaushik, R., Kumria, R., Trehan, A., 2004. Polycaprolactone Microspheres and Nanospheres: An Overview. *Journal of Pharmaceutics*, 278 (2004), 1–23.
- Sji, F., Wang, L., Liu, J., 2006. Synthesis and Characterization of Silica Aerogels by a Novel Fast Ambient Pressure Drying Process. *Materials Letters*, 60 (2006), 3718–3722.
- Smirnova, I., Gurikov, P., 2018. Aerogel Production: Current Status, Research Directions and Future Opportunities. *The Journal of Supercritical Fluids*, 134 (2018), 228–233.
- Smith, D., Reneker, D., Kataphinan, W., Dabney, S., 2001. Electrospun Skin Masks and Uses Thereof, Patent: PCT/US00/27775.
- Thomas, S.C., Ren, X., Gottesfeld, S., Zelenay, P., 2002. Direct Methanol Fuel Cells: Progress in Cell Performance and Cathode Research. *Electrochimica Acta*, 47, (2002), 3741–3748.
- Yang, C., Liu, D., Huang, S., Lei, W., 2020. Pressure-Induced Monolithic Carbon Aerogel From Metal-Organic Framework. *Energy Storage Materials*, 28(2020), 393–400.
- Yu, Y., Ma, Q., Zhang, J., Liu, G., 2020. Electrospun SiO₂ Aerogel/Polyacrylonitrile Compositated Nanofibers with Enhanced Adsorption Performance of Volatile Organic Compounds. *Applied Surface Science*, 512 (2020), 14567.
- Yılmaz, Y., 2013. Farklı Başlangıç Maddeleri Kullanılarak Sol-Jel Yöntemiyle Monolitik Silika Aerojel ve Silika Aerojel Sentezi ve Karakterizasyonu. *Gazi Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Yüksek Lisans Tezi*, 147, Ankara.
- Yılmaz, E.B., Ceylan, M., 2020. Synthesis and Characterization of Polycaprolactone Nanocomposite Fiber with Titanium Dioxide Additives. *Eskişehir Technical University Journal of Science and Technology. B- Theoretical Science*, 8(2), 257–265.
- Zahmatkeshan, M., Adel, M., Bahrami, S., Esmaili, F., Rezayat, S. M., Saeedi, Y., Behnamedin, B. S., Ashtari, K., 2018. *Handbook of Nanofibers*. Springer, 1000p.

- Zhang R, An Z, Zhao Y, Zhang L, Zhou P., 2020. Nanofibers Reinforced Silica Aerogel Composites Having Flexibility and Ultra-Low Thermal Conductivity. *Int J Appl Ceram Technol*, 17, 1531–1539.
- Zhang, Z., Zhao, S., Chen, G., Feng, J., Feng, J., Yang, Z., 2020. Influence of Acid-Base Catalysis on the Textural and Thermal Properties of Carbon Aerogel Monoliths. *Microporous and Mesoporous Materials*, 296 (2020), 1-9.
- Ziabari, M., Mottaghitalab, V., Haghi, A.K. 2009. Application of Direct Tracking Method for Measuring Electrospun Nanofiber Diameter. The University of Guilan. Department of Textile Engineering, 26 (1), Rasht.
- Wagh, P.B., Ingale, S.V., 2002. Comparison of Some Physico-Chemical Properties of Hydrophilic and Hydrophobic Silica Aerogels. *Ceramics International*, 28 (2002), 43–50.
- Wang, J., Zhang, Y., Wei, Y., Zhang, X., 2015. Fast and One-Pot Synthesis of Silica Aerogels via a Quasi-Solvent Exchange- Free Ambient Pressure Drying Process. *Microporous and Mesoporous Materials*, 218 (2015), 192-198.
- Woodruff, M. A., Hutmacher, D.W., 2010. The Return of a Forgotten Polymer—Polycaprolactone in the 21st Century. *Progress in Polymer Science*, 35 (2010), 1217–1256.
- Wu, H., Chen, Y., Chen, Q., Ding, Y. Zhou, X., Gao, H., 2013. Synthesis of Flexible Aerogel Composites Reinforced with Electrospun Nanofibers and Microparticles for Thermal Insulation. *Journal of Nanomaterials*, 2013, 1-8.

ÖZGEÇMİŞ

Adı Soyadı : Elif Burcu YILMAZ

Eğitim Durumu

Lise : Halide Edip Adivar Lisesi, 2012

Lisans : İstanbul Ticaret Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Mücevherat Mühendisliği (İngilizce) Bölümü, 2017

Yüksek Lisans : İstanbul Ticaret Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Mücevherat Mühendisliği Anabilim Dalı, 2021

Yayınları

Topcu, İ., Ceylan, M., Yılmaz, E.B., 2020. Experimental investigation on mechanical properties of Multi Wall Carbon Nanotubes (MWCNT) reinforced aluminium metal matrix composites. Journal of Ceramic Processing Research, 21(5), 596-601.

Yılmaz, E. B., Ceylan, M., 2020. Synthesis and Characterization of Polycaprolactone Nanocomposite Fiber with Titanium Dioxide Additives. Eskişehir Teknik Üniversitesi Bilim ve Teknoloji Dergisi B - Teorik Bilimler, 8(2).

Ceylan, M., Yılmaz, E. B., 2017. Fabrication and Characterization of Silver Flake Nano Composites. Nano TR13, October 22-24, Antalya, 320 pages.

Yılmaz E. B., Ceylan M., 2018. Synthesis and Characterization of PCL Nanocomposite Fiber with TiO₂ Additives. Nano TR14, September 22-25 İzmir, 66 pages.