

T.C
AKDENİZ ÜNİVERSİTESİ



**ELEKTROSPİNNİNG YÖNTEMİYLE B_2O_3 (BOR OKSİT) VE B_4C (BOR
KARBÜR) NANOFİBER SENTEZİ VE KOMPOZİTLERİNİN
HAZIRLANMASI**

Aslı DÖRTLER

**FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ
KİMYA ANABİLİM DALI
YÜKSEK LİSANS TEZİ**

**HAZİRAN 2018
ANTALYA**

T.C
AKDENİZ ÜNİVERSİTESİ



**ELEKTROSPİNNİNG YÖNTEMİYLE B_2O_3 (BOR OKSİT) VE B_4C (BOR
KARBÜR) NANOFİBER SENTEZİ VE KOMPOZİTLERİNİN
HAZIRLANMASI**

Aslı DÖRTLER

**FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ
KİMYA ANABİLİM DALI
YÜKSEK LİSANS TEZİ**

**HAZİRAN 2018
ANTALYA**

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

**ELEKTROSPİNNİNG YÖNTEMİYLE B₂O₃ (BOR OKSİT) VE B₄C (BOR
KARBÜR) NANOFİBER SENTEZİ VE KOMPOZİTLERİNİN
HAZIRLANMASI**

Aslı DÖRTLER

**KİMYA ANABİLİM DALI
YÜKSEK LİSANS TEZİ**

Bu tez .../.../2018 tarihinde aşağıdaki jüri tarafından Oybirliği/Oyçokluğu ile kabul edilmiştir.

Dr. Öğr. Üyesi Nadir KİRAZ (Danışman)

Prof. Dr. Ertuğrul ARPAÇ

Prof. Dr. Sedat YAŞAR

ÖZET

ELEKTROSPİNNİNG YÖNTEMİYLE B₂O₃ (BOR OKSİT) VE B₄C (BOR KARBÜR) NANOFİBER SENTEZİ VE KOMPOZİTLERİNİN HAZIRLANMASI

Aslı DÖRTLER

Yüksek Lisans Tezi, Kimya Anabilim Dalı

Danışman: Dr. Öğr. Üyesi Nadir KİRAZ

Haziran 2018; 77 sayfa

Günümüzde her alanda hayatımızı kolaylaştıran ve gittikçe zenginleşen nanoteknolojik çalışmalar, ülkemizdeki bor kaynaklarının etkili bir şekilde değerlendirilmesi ve üretim teknolojilerinin geliştirilmesi açısından büyük önem arz etmektedir. Bu çalışmada, bor bileşikleri arasında endüstriyel alanda kullanımı giderek artmakta olan bor oksit ve bor karbür bileşikleri fiber formunda sentezlenmiş ve kompozit malzemelerde mekanik dayanımı arttıracak şekilde düşünülerek bor oksit ve bor karbür takviyeli nanofiber-kompozit malzemeler geliştirilmiştir. Fiber üretimi için kullanılan teknikler arasında en etkili teknik olduğu düşünülen elektrospinning tekniği kullanılmıştır. Elektrospinning tekniğiyle elde edilen fiber örnekleri SEM, TGA ve yüksek çözünürlüklü mikroskop analizlerinden yararlanılarak karakterize edilmiştir. Sonrasında kalsinasyon işlemi uygulanan fiber örneklerinden bor oksit ve bor karbür fiberler elde edilmiştir. Kalsinasyon işleminden sonra bor oksit ve bor karbür fiberleri FTIR, SEM ve XRD analizlerinden faydalanılarak karakterize edilmiştir. Karakterizasyonun ardından nanofiberler MPTS ile modifiye edilerek, Bis-GMA, DUDMA, TEGDMA monomerleriyle hazırlanan organik matris ile bir araya getirilmiştir. Matris içerisinde benzoil peroksit kullanılarak termal polimerizasyon gerçekleştirilmiş ve fiber takviyeli kompozitler oluşturulmuştur. Bu kompozitlere 3-nokta eğme testi uygulanarak kompozit malzemenin mekanik dayanımı incelenmiştir. Aynı test ticari bor oksit ve bor karbür tozları kullanılarak hazırlanan kompozit malzemeler üzerinde tekrar edilmiştir. Partikül ve fiber takviyeli kompozitlerin mekanik dayanımları birbirleriyle kıyaslanarak incelenmiştir.

ANAHTAR KELİMELELER: Bor karbür, Bor oksit, Elektrospinning yöntemi, Fiber takviyeli kompozitler, Kompozit malzemeler, Nanofiber

JÜRİ: Dr. Öğr. Üyesi Nadir KİRAZ

Prof. Dr. Ertuğrul ARPAÇ

Prof. Dr. Sedat YAŞAR

ABSTRACT

SYNTHESIS OF B₂O₃(BORON OXIDE) AND B₄C (BORON CARBIDE) NANOFIBERS BY ELECTROSPINNING PROCESS AND PREPARATION OF THEIR COMPOSITES

Ash DÖRTLER

MSc Thesis in Chemistry

Supervisor: Assist. Prof. Dr. Nadir KİRAZ

June 2018; 77 pages

Nowadays, nanotechnological studies that make our life easier and enriched in every field are of great importance in terms of effective evaluation of boron resources in our country and development of production technologies. In this study, boron oxide and boron carbide compounds, which are increasingly used in industrial fields among boron compounds, have been synthesized in fiber form and developed with boron oxide and boron carbide reinforced nanofiber-composite materials in order to increase mechanical strength in composite materials. Among the techniques used for fiber production, electrospinning technique, which is considered to be the most effective technique, has been used. The fiber samples obtained by electrospinning technique were characterized by using SEM, TGA and high resolution microscope analyzes. Then boron oxide and boron carbide fibers were obtained from the calcined fiber samples. After the calcination process, boron oxide and boron carbide fibers are characterized using FTIR, SEM and XRD analyzes. After characterization, the nanofibers were modified with MPTS and combined with the organic matrix prepared with Bis-GMA, DUDMA, TEGDMA monomers. Thermal polymerization was carried out using benzoyl peroxide in matrix and fiber reinforced composites were formed. 3 point bending test was applied to these composites to investigate the mechanical strength of the composite material. The same test was repeated on composite materials prepared using commercial boron oxide and boron carbide powders. The mechanical strengths of the particulate and fiber reinforced composites were compared with each other.

KEYWORDS: Boron carbide, Boron oxide, Electrospinning method, Fiber reinforced composites, Composite materials, Nanofiber

COMMITTEE: Assist. Prof. Dr. Nadir KİRAZ

Prof. Dr. Ertuğrul ARPAÇ

Prof. Dr. Sedat YAŞAR

ÖNSÖZ

Dünya bor rezervlerinin %73'üne sahip olan Türkiye'de bor bileşikleri kullanılarak yapılan çalışmalar oldukça azdır. Bu çalışmada ticari ve bilimsel anlamda öneme sahip olan bor bileşikleri sentezlenerek kompozit malzemelere uygulanmıştır. İleri teknoloji malzemeleri olarak isimlendirilen kompozit malzemeler dünya ekonomisine önemli ölçekte pazar payı kazandıran, ileri teknik performansa ve bilgi içeriğine sahip, kolay entegre edilebilen, işlevselliği ve çeşitliliği olan malzemelerdir. Bu çalışmayla birlikte kompozit malzemelerde borlu bileşikler kullanılarak mekanik dayanımı üzerine olan etkileri literatüre kazandırılmıştır.

Bana bu konuda çalışma fikrini veren ve beni yönlendirerek çalışma imkanları sunan Akdeniz Üniversitesi Kimya Bölümü Öğretim Üyesi danışman hocam sayın Dr. Öğr. Gör. Nadir KİRAZ'a teşekkürlerimi sunarım.

Tez çalışması sırasında yardımlarını esirgemeyen sayın hocalarım Doç. Dr. Önder TOPEL'e, Prof. Dr. Meltem ASİLTÜRK'e, Doç. Dr. Edip BAYRAM'a, Prof. Dr. Ertuğrul ARPAÇ'a, Prof. Dr. Numan HODA'ya ve diğer tüm bölüm hocalarıma teşekkür ederim.

Yüksek lisans süresince desteklerini her zaman hissettiğim arkadaşlarım Şeref OKAY, Eylül ODABAŞ, Zerin ACAR, Ayşe GÜNAY, Çağdaş KIZIL'a ve diğer arkadaşlarıma teşekkür ederim.

Hayatım boyunca beni bilime yönlendiren annem Gülten DÖRTLER ve babam Ahmet DÖRTLER'e ve yüksek lisans hayatım boyunca göstermiş olduğu manevi destekle hep yanımda duran Erdem KESİCİ'ye teşekkür ederim.

İÇİNDEKİLER

ÖZET.....	i
ABSTRACT.....	ii
ÖNSÖZ	iii
AKADEMİK BEYAN	vii
SİMGELER VE KISALTMALAR.....	viii
ŞEKİLLER DİZİNİ.....	ix
ÇİZELGELER DİZİNİ	xi
1. GİRİŞ	1
2. KAYNAK TARAMASI	3
2.1. Kompozit Malzemeler ve Kullanım Alanları	3
2.1.1. Kompozit malzemelerin bileşenleri.....	4
2.1.1.1. Matris.....	4
2.1.1.2. Takviye malzemeleri	6
2.2. Fiberler	10
2.2.1. Fiber türleri	11
2.2.1.1. Polimer fiberler	11
2.2.1.2. Seramik fiberler	12
2.2.1.3. Karbon fiberler.....	12
2.2.2. Fiber elde etme yöntemleri	13
2.2.2.1. Kendiliğinden tutunma yöntemi	13
2.2.2.2. Çekme yöntemi	14
2.2.2.3. Faz ayırma yöntemi.....	14
2.2.2.4. Nanokalıp yöntemi.....	15
2.2.2.5. Eriyik püskürtme yöntemi.....	16
2.3. Elektrospinning Yöntemi	17

2.3.1. Elektrosinning parametreleri	19
2.3.1.1. Çözelti parametreleri.....	19
2.3.1.2. Yöntem parametreleri	21
2.3.1.3. Ortam parametreleri	21
2.4. Bor ve Özellikleri	22
2.4.1. Bor karbür. (B_4C).....	23
2.4.2. Bor oksit (B_2O_3)	24
3. MATERYAL VE METOT	27
3.1. Materyal	27
3.2. Metot	29
3.2.1. Elektrosinning yöntemi ile fiber üretimi	29
3.2.1.1. Elektrosinning yöntemi için çözücü seçimi	29
3.2.1.2. Elektrosinning yöntemi için taşıyıcı polimer seçimi	30
3.2.1.3. Elektrosinning yönteminde yüzey aktif madde kullanımı	31
3.2.1.4. Elektrosinning yöntemi için çözelti hazırlanması.....	32
3.2.1.5. Elektrosinning parametrelerinin incelenmesi	32
3.2.1.6. H_3BO_3 -PVP360 oranlarının belirlenmesi	33
3.2.2. Elektrosinning yöntemi ile elde edilen fiberlerin karakterizasyonu	34
3.2.2.1. Yüksek çözünürlüklü mikroskop ile inceleme.....	35
3.2.2.2. SEM analizi.....	35
3.2.2.3. TGA analizi.....	35
3.2.3. Kalsinasyon.....	35
3.2.3.1. B_2O_3 sentezi için kalsinasyon programının belirlenmesi.....	36
3.2.3.2. B_4C sentezi için kalsinasyon programının belirlenmesi	37
3.2.4. B_2O_3 ve B_4C fiberlerin karakterizasyonu	38
3.2.4.1. XRD analizi	39

3.2.4.2. FTIR analizi	39
3.2.5. Fiber takviyeli kompozitlerin hazırlanması	39
3.2.5.1. Fiber modifikasyonu	39
3.2.5.2. Organik matrisin oluşturulması.....	41
3.2.5.3. Fiber takviyeli kompozitlerin oluşturulması.....	42
3.2.6. Üç-nokta eğme testi	43
4. BULGULAR VE TARTIŞMA	45
4.1. Elektrospinning Yönteminde Yüzey Aktif Madde Kullanımı	45
4.2. Elektrospinning Parametrelerinin İncelenmesi	46
4.3. H ₃ BO ₃ -PVP360 Oranlarının Belirlenmesi	48
4.4. TGA Analizleri.....	49
4.5. B ₂ O ₃ ve B ₄ C Sentezi İçin Kalsinasyon Programının Belirlenmesi	51
4.5.1. B ₂ O ₃ fiber sentezi için kalsinasyon programının belirlenmesi	52
4.5.2. B ₄ C fiber sentezi için kalsinasyon programının belirlenmesi.....	55
4.6. XRD Analizleri.....	59
4.7. FTIR Analizleri	60
4.8. Üç-Nokta Eğme Testleri.....	62
4.8.1. B ₂ O ₃ takviyeli kompozitlerin üç-nokta eğme testi	63
4.8.2. B ₄ C takviyeli kompozitlerin üç-nokta eğme testi.....	64
5. SONUÇLAR	66
6. KAYNAKLAR	69
ÖZGEÇMİŞ	

AKADEMİK BEYAN

Yüksek Lisans Tezi olarak sunduğum “ELEKTROSPİNNİNG YÖNTEMİYLE B_2O_3 (BOR OKSİT) VE B_4C (BOR KARBÜR) NANOFİBER SENTEZİ VE KOMPOZİTLERİNİN HAZIRLANMASI” adlı bu çalışmanın, akademik kurallar ve etik değerlere uygun olarak yazıldığını belirtir, bu tez çalışmasında bana ait olmayan tüm bilgilerin kaynağını gösterdiğimi beyan ederim.

01.06.2018

Aslı Dörtler



SİMGELER VE KISALTMALAR DİZİNİ

Simgeler

A	Amper
cP	Centipoise
kV	Kilovolt
MPa	Mega paskal

Kısaltmalar

Bis-GMA	: Bisfenol A-glisidil metakrilat
BOP	: Benzoil peroksit
CTAB	: Setiltrimetilamonyum bromür
DMF	: N,N-Dimetil formamit
DMSO	: Dimetil sülfoksit
DUDMA	: Diüretan dimetakrilat
FTIR	: Fourier Dönüşümlü Infrared Spektroskopisi
MPTS	: [3-(Methacryloyloxy) propyl] trimethoxysilane
PVA	: Polivinil alkol
PVP	: Polivinil pirolidon
SEM	: Taramalı Elektron Mikroskobu
SDS	: Sodyum dodesil sülfat
TGA	: Termal gravimetrik analiz
TEGDMA	: Trietilen glikol dimetakrilat
THF	: Tetrahidrofuran
Triton-X	: Oktosinol
XRD	: X-Işını Kırını

ŞEKİLLER DİZİNİ

Şekil 2.1. Parçacık tipi takviye malzemeleri a) TiO ₂ partikülleri; b) Fulleren partikülleri	7
Şekil 2.2. İğne tipi takviye malzemeleri a) Nanoçubuklar; b) Nanoteller; c) Nanotüpler; d) Nanofiberler.....	8
Şekil 2.3. Tabakalı kompozitlerin genel görüntüsü	9
Şekil 2.4. Küre tipi takviye malzemeleri a) 3D Fe ₂ O ₃ yapısı; b) 3D ZnO yapısı.....	10
Şekil 2.5. Kendiliğinden tutunma yöntemi ile fiber üretimi	13
Şekil 2.6. Çekme yöntemi ile fiber üretimi	14
Şekil 2.7. Faz ayırma yöntemi ile fiber üretimi	15
Şekil 2.8. Nanokalıp yöntemi ile fiber üretimi	16
Şekil 2.9. Eriyik püskürtme yöntemi ile fiber üretimi	17
Şekil 2.10. Elektrospinning yöntemi ile fiber üretimi	18
Şekil 2.11. Elektrospinning yöntemini etkileyen parametreler.....	19
Şekil 2.12. Bor karbürün rhombohedral yapısı.....	23
Şekil 2.13. a) α -B ₂ O ₃ ; b) β -B ₂ O ₃ ; c) γ -B ₂ O ₃	25
Şekil 3.1. Çözelti hazırlama için kullanılan deneysel akış.....	32
Şekil 3.2. a) Modifiye edilmiş B ₂ O ₃ fiberler; b) Modifiye edilmiş B ₄ C fiberler.....	40
Şekil 3.3. Fiberlerin modifikasyon reaksiyonu	40
Şekil 3.4. Organik matrisin hazırlanışı	41
Şekil 3.5. Test numunesi hazırlamak için kullanılan metal kalıplar	42
Şekil 3.6. Fiber takviyeli kompozitler a) B ₂ O ₃ kompozitler; b) B ₄ C kompozitler	42
Şekil 3.7. Universal test cihazı	43
Şekil 3.8. Üç-nokta eğme testi	44
Şekil 4.1. Farklı yüzey aktif madde oranlarındaki fiber görüntüleri a) %1; b) %3; c) %5; d) %7	45

Şekil 4.2. Farklı yüzey aktif maddelerden üretilen fiberlerin SEM görüntüleri a) CTAB; b) SDS; c) Triton-x	46
Şekil 4.3. Farklı mesafelerden üretilen fiber görüntüleri a) 8 cm; b) 9 cm; c) 10 cm; d) 11 cm; e) 12 cm; f) 13 cm; g) 14 cm; h) 15 cm.....	48
Şekil 4.4. Farklı H_3BO_3 -PVP360 oranlarında hazırlanan örneklerin SEM görüntüleri a) %1-5; b) %1,5-4,5; c) %2-4; d) %2,5-3,5	49
Şekil 4.5. CTAB içeren örneğe ait kütle-sıcaklık termogramı.....	50
Şekil 4.6. SDS içeren örneğe ait kütle-sıcaklık termogramı.....	51
Şekil 4.7. B_2O_3 sentezi için farklı ısı programları uygulanan örneklerin SEM görüntüleri a) 6.I.P.O.; b) 7.I.P.O.; c) 9.I.P.O.; d) 10.I.P.O.; e) 11.I.P.O; f) 12.I.P.O ...	54
Şekil 4.8. B_2O_3 bileşimdeki a) 12.I.P.O. ait fiber görüntüsü.; b) Fiber çap ölçümü için kullanılan bölge.....	55
Şekil 4.9. B_4C sentezi için farklı ısı programları uygulanan örneklerin SEM görüntüleri a) 5.I.P.C.; b) 6.I.P.C.; c) 7.I.P.C.	57
Şekil 4.10. B_4C bileşimdeki a) 7.I.P.C. ait fiber görüntüsü.; b) Fiber çap ölçümü için kullanılan bölge.....	58
Şekil 4.11. B_2O_3 ve B_4C sentezi için belirlenen kalsinasyon metodu.....	58
Şekil 4.12. B_2O_3 fiberlerine ait XRD grafiği	59
Şekil 4.13. B_4C fiberlerine ait XRD grafiği.....	60
Şekil 4.14. B_2O_3 fiberlerine ait FTIR spektrumu.....	61
Şekil 4.15. B_4C fiberlerine ait FTIR spektrumu	62
Şekil 4.16. Fiber ve partikül B_2O_3 takviyeli kompozitlerin üç-nokta eğme testi grafığı.....	63
Şekil 4.17. Fiber ve partikül B_4C takviyeli kompozitlerin üç-nokta eğme testi grafığı	64

ÇİZELGELER DİZİNİ

Çizelge 3.1. Çalışmada kullanılan kimyasallar ve özellikleri	27
Çizelge 3.2. Tez kapsamında kullanılan kimyasallar ve özellikleri	28
Çizelge 3.3. Elektrospinning yöntemi için kullanılan çözücüler ve kimyasal özellikleri	29
Çizelge 3.4. Elektrospinning yönteminde toplatıcı-nozül arasındaki mesafe çalışması ...	33
Çizelge 3.5. H_3BO_3 -PVP360 çözeltilerinin ağırlıkça oran ve miktarları	34
Çizelge 3.6. B_2O_3 sentezi için çalışılan ısı programları	37
Çizelge 3.7. B_4C sentezi için çalışılan ısı programları	38
Çizelge 3.8. Matris bileşenlerinin oranları ve kullanılan miktarlar	41
Çizelge 4.1. B_2O_3 sentezi için seçilen ısı programları ve kalsinasyon koşulları	52
Çizelge 4.2. B_4C sentezi için seçilen ısı programları ve kalsinasyon koşulları	56

1. GİRİŞ

Kompozit malzemeler 1940 yılından bu yana iki malzemenin bir araya getirilmesiyle ortaya çıkan üstün özelliklerinden dolayı oldukça merak edilen bir konu olmuştur. Hemen hemen aynı paralellikte gelişen nanoteknoloji ile birlikte kompozit malzemelerin mekanik özelliklerinin geliştirilmesi ve çıkış maddelerinin doğasının araştırılması üzerine çalışmalar yapılmıştır (Roeseler vd. 2007).

Richard Feynman'ın 1959 yılında Amerikan Fizik Topluluğu'nda yaptığı konuşma, nanoteknoloji ile gelişen malzeme teknolojisine bir örnek niteliğindedir. Feynman malzemelerin iç yapısına atomik düzeyde müdahale edilebileceği fikrini öne sürerek bu alanda yapılan çalışmaların önünü açmıştır (Drexler 2005). Sonraki senelerde nanoteknoloji alanında yapılan çalışmalar hız kazanmış, malzeme üretimi sırasında oluşabilecek kusurların önüne geçebilmek ve malzemeye yeni özellikler kazandırmak hedeflenmiştir (Chen vd. 2014).

Günümüzde çeşitli özellikler barındırabilen kompozit malzemeler istenilen şekil ve boyutlarda üretilmeye başlamıştır. Üretimleri kontrollü olarak gerçekleştirebilmek için pek çok sentez ve üretim teknikleri geliştirilmiştir. Bu sayede tıp, havacılık, otomotiv, enerji, inşaat ve askeri alanlarda kaplama gibi farklı sahalarda uygulanabilir hale gelmiştir. Örneğin, havacılıkta kullanılan malzemelerin %50'sini kompozit malzemeler oluşturmakta, otomotivde düşük ağırlıklı, daha güvenli ve daha az yakıt tasarrufu sağlayan araçlar yapmak için düşünülmekte, sağlıkta tıbbi cihaz ve implantlarda kompozit malzemeler kullanılmaktadır (Gupta vd. 2016).

Bir kompozitin istenilen özellikte olması bileşimindeki matris ve takviye maddesinin fiziksel ve kimyasal özellikleri doğrultusunda belirlenir. Literatürde yapılan çalışmalara bakıldığında kullanılan matris türleri polimer, seramik ve metal matrisler olarak çeşitlilik gösterir. Her bir matris türü doğasına uygun olacak şekilde farklı endüstriyel alanlara hizmet eder. Benzer şekilde, kompozit malzeme hazırlamada kullanılan takviye türleri parçacıklar, küreler, tabakalar ve fiberler (iğneler) olmak üzere sınıflandırılmıştır ve her bir takviye malzemesinin kompozit malzeme üzerindeki etkisi farklıdır.

Son yılların popüler konularından biri fiber takviyesi ile güçlendirilen polimer matrisli kompozitlerdir. Polimer matrisli kompozitler hafif olması, düşük maliyet gerektirmesi ve kolay imalat yapılabilmesi nedeniyle tercih edilmektedir. Aynı zamanda polimer kompozitler esnek olmaları, uzun ömürlü olmaları ve yüksek mukavemet değerleri göstermeleri açısından da oldukça ilgi görmektedir (Mahato vd. 2017).

Polimer kompozitlerinde kullanılan takviye türleri arasında ise çok fonksiyonlu olması sebebiyle fiberler üzerine yoğunlaşmıştır (Tiwari vd. 2012). Fiber yapılar boyutsal olarak avantaj sağlaması ve geniş yüzey alanına sahip olması sebebiyle kompozit malzemeye pek çok fonksiyonel özellik sağlamakta ve bu sayede endüstriyel alanda geniş uygulama sahası elde etmektedir (Sun vd. 2014; Awalellu 2016).

Günümüzde fiber üretimi için pek çok farklı yöntem kullanılmaktadır. Bu yöntemler kendiliğinden tutunma, çekme, faz ayırma, nanokalıp ve eriyik püskürtme yöntemi gibi birbirinden farklı prensiplerle çalışan ve farklı boyut ve görüntülerde fiber

yapıları üretilen yöntemlerdir. Ancak, nano boyutta fiber üretimi için son yıllarda en çok ilgi duyulan yöntem elektrospinning yöntemidir. Elektrospinning yöntemi sayesinde kontrollü fiber üretimi sağlanabilmekte, sadece polimerle değil polimere eklenebilen diğer kimyasallarla da çalışılabilmekte, sürekli ve pürüzsüz fiberler elde edilebilmektedir. Bu özelliği elektrospinning yöntemini çalışma koşulları açısından avantajlı ve sürekli fiber üretimi için etkili kılar.

Elektrospinning yöntemi ile fiber üretimi ilk kez 1934 yılında Anton Formhals tarafından tasarlanmış ve patenti alınmıştır. Bu tasarım aslında sıvıların elektrik alanda hareketlenebilir olmasından ilham alınarak yapılmış ilkel bir elektrospinning cihazıdır. O dönemde endüstriyel alanda yer bulmasa da 1990'lı yılların başında bazı araştırmacıların yaptığı çalışmalar sonrasında bu tekniğe duyulan ilgi artmıştır ve günümüzde yaygın olarak kullanılan bir yöntem haline gelmiştir (Li ve Xia 2004). Bu yöntem çözelti parametreleri, ortam parametreleri ve yöntem parametreleri gibi pek çok farklı parametreyle çalışmaya imkân sağlayabilmekte ve bu yöntem ile farklı çalışma koşullarına bağlı olarak istenilen morfolojide fiberler üretilmektedir.

Bütün bu gelişmelerle birlikte şimdiye kadar endüstride pek çok farklı alanda kullanılan ve geleceğin alternatif enerji kaynağı olarak görülen bor elementi son yılların popüler çalışma konuları arasında yerini almıştır. Dünyadaki bor madenlerinin çoğunu kendi sınırları içinde barındıran ülkemiz dünyadaki en önemli bor yataklarına sahiptir. Bilim adamlarının borla ilgili çalışmalarını arttırması beraberinde bor bileşiklerinin üretim teknolojilerinin gelişmesi ve üretim kapasitelerinin artmasını sağlamıştır. Dünya bor ticaretinde Türkiye'nin sahip olduğu yeri koruması ve arttırması için bor kullanılarak üretilen yeni malzemeler ve uygulanabilir yeni teknolojilerin geliştirilmesine ihtiyaç vardır.

Bor bileşiklerinin lif yapıcı özellikleri, hafif olmaları bunun beraberinde diğer elementlere olan kimyevi ilgisi (doğada serbest halde bulunmaması, bileşikler halinde bulunması) ve bu sayede kolayca bağ yapabilmeleri gibi özellikleri sebebiyle tez çalışmasında bor oksit ve bor karbür olmak üzere 2 farklı bor bileşiğiyle çalışmaya karar verilmiştir.

Literatür çalışmaları incelendiğinde B_2O_3 (bor oksit) ve B_4C (bor karbür) bileşiklerinin genellikle toz formunda sentezlendiği görülmektedir. Tez çalışmasında elektrospinning yöntemi kullanılarak B_2O_3 ve B_4C bileşikleri fiber formunda sentezlenmiştir. Sentezlenen fiberler polimer matrise katkılanarak nanofiber takviyeli polimer kompozit malzemeler üretilmiştir. Sentezlenen bileşiklerin fiziksel ve kimyasal özellikleriyle nanofiber yapısının getirdiği özelliklerin bir arada olması oldukça hafif, inorganik nanofiber yapılar elde etme imkanı sağlamış ve kompozit malzemelerdeki mekanik dayanıma olan etkileri literatüre kazandırılmıştır.

2. KAYNAK TARAMASI

2.1. Kompozit Malzemeler ve Kullanım Alanları

Kompozit malzemeler, matris ve takviye maddesi olmak üzere birbiri içerisinde çözünmeyen iki temel yapının bir araya getirilmesiyle elde edilen ve bu sayede yüksek mekanik özellikler gösteren malzemelerdir. Kompozitlerin özellikleri bireysel malzemenin özelliklerinden daha üstündür. Kompozit malzemelerde kullanılan matris, takviye malzemesini bir arada tutar ve malzemeye uygulanan yükü takviye malzemesine dağıtarak malzemenin daha dayanıklı hale gelmesini sağlar. Takviye malzemesi ise matris arasındaki boşlukları doldurarak yapıya tokluk kazandırır.

1980'lerin başında taramalı tünel mikroskopisi ve taramalı prob mikroskopisinin ortaya çıkışı ile bilim adamları tarafından yüzey yapısı atomik düzeyde incelenebilir hale gelmiş ve geleneksel bakış açısından sıyrılarak imalat üzerine yeni bakış açıları geliştirilmiştir. Örneğin Toyota çalışanları 1990'larda geliştirdikleri nanokompozit fikri ile otomobilin bazı iç ve dış gövde kısımlarında istenen parlaklık, hafiflik ve yanma direnci gibi özelliklerin sağlanabileceğini düşünmüşler ve bu fikri hayata geçirmek için çalışmalar yapmışlardır. Toyota markası tarafından atılan bu adım diğer sektörlerin de kompozit malzemelere yönelmesinde etkili olmuştur (Hussain vd. 2006; Fedullo vd. 2007; Graupner vd. 2009).

Günümüzde kompozit malzemeler genellikle yüksek mukavemet özellikleri ile bilinirler. Ancak kompozit malzemelere elektrik, optik hatta biyolojik özellikler de kazandırılabilir. Kompozitler bu yönüyle sağlık, tıp, gıda, kaplama gibi pek çok farklı sahada uygulama alanı bulabilmektedir. Örneğin tıbbi cihazlarda, tıbbi sentetik malzemelerde, kalp kapakçıklarında, göz içi lenslerde, diş implantlarında, kalp pillerinde, biyosensörlerde, dejenere olmuş doku ve organları tedavi etmekte büyük faydalar sağlamaktadır (Gupta vd. 2016). Ayrıca otomotiv sektöründe, havacılıkta, spor malzemelerinin üretiminde, enerji, çevre, ulaşım, inşaat, elektronik ve bilgisayar malzemelerinin üretiminde yaygın olarak yararlanılmaktadır (Hussain vd. 2006; Fedullo vd. 2007; Samandari 2014). Örneğin havacılıkta kullanılan malzemelerin neredeyse yarısı kompozit malzemelerden oluşmaktadır. Savaş uçaklarında, sivil taşımacılık yapan uçaklarda, uçakların kanat, gövde, motor, hava frenleri, motor kaputları, omurga kirişleri gibi kısımlarında, uydularda, fırlatma araçlarında, füzelerde yaygın olarak kullanılmaktadır. Benzer şekilde otomotiv sanayinde otomobilin iç ve dış kısımlarında, direksiyon, koltuk, tavan, kapak, paspaslar, tekerlekler, gösterge panelleri, motor kapağı kısımlarında kompozit malzemeler yer almaktadır (Gupta vd. 2016). Elektrik alanında ısı emicilerde, konektörlerde, elektrik kontaklarında, termik arayüz malzemelerde, baskılı devre kartlarında da kompozit malzemelerin tercih edildiği görülmektedir (Drewry ve Georgiou 2007; Kam vd. 2010).

Hafif, dayanıklı ve kolay şekillendirilebilir özellikleri sebebiyle yeni nesil spor ekipmanları da kompozit malzemelerden üretilmeye başlamıştır. Örneğin tenis ve badminton raketlerinde, yelkenli teknelerde, buz hokeyi sopalarında, yay ve oklarda kompozit malzemelere rastlanmaktadır (Wang 2012). Bunların dışında günlük hayatta kapılarda, pencerelerde, kasalarda, mobilyalarda, inşaat amaçlı olarak binalarda, çatı

menzillerinde, köprü parça ve sistemlerinde karşımıza çıktığı ve hayatımızı kolaylaştırdığı görülmektedir (Gururaja vd. 2012).

Literatür çalışmalarında kompozit malzemelerin mekanik özelliklerini olumsuz etkileyen en temel faktörlerden biri matris- takviye malzemesinin tam yapışmamasıdır. Tam yapışmama, matris ve takviye malzemesi karıştırıldığında her zaman tam örtüşme sağlanamaması sebebiyle meydana gelmektedir. Böyle bir durum söz konusu olduğunda kompozit malzemenin ara yüzeyinde çatlaklar meydana gelmektedir. Bu da kompozitin bazı bölgelerinin daha dayanıklı, bazı bölgelerinin ise daha dayanıksız olmasına sebep olmaktadır (Fu vd. 2008). Ara yüz, matris ile takviye malzemesi arasında bulunan üç boyutlu bir alana verilen isimdir. Bir kompozitte ara yüz genişlemesi ya da ara yüzde meydana gelen mikro çatlak oluşumu baş göstermişse matris fazı hem de takviye fazı zarar görmeye başlamış demektir. (Mahato vd. 2016) Bu sorunlara henüz kesin bir çözüm bulunmuş değildir ancak arayüzdeki çatlakların giderilmesi için literatürde son yıllarda arayüz iyileştirilmesi üzerine yapılan çalışmaların arttığı görülmektedir. Çünkü ne kadar iyi yapışma sağlanırsa malzemenin interlaminar (tabakalar arası) kesme kuvveti, delaminasyon (kompoziti oluşturan tabakaların birbirinden ayrılması) direnci ve korozyon direnci o denli iyi hale gelir (Hussain vd. 2006). Bu da kompozit malzemelerin arayüzünde meydana gelen hasarları en aza indirir ve daha güçlü, dayanıklı, uzun ömürlü kompozitlerin üretilmesine olanak sağlar.

2.1.1. Kompozit malzemelerin bileşenleri

2.1.1.1 Matris

Matris, kompozit malzeme içerisindeki temel fazlardan biridir. Kompozit malzemedeki temel fazlardan bir diğeri olan takviye malzemesini bir arada tutar, çevresel ve fiziksel hasarlara karşı korur. Bağlanmayı sağlayarak malzemeye sertlik ve şekil verir. Kompozit üzerine uygulanan yükü takviye malzemesine eşit olarak dağıtır. Bu sayede kompoziti daha dayanıklı hale getirir (Nurazzi vd. 2017).

Matrislerin üç temel türü vardır. Bunlar seramik matris, metal matris ve polimer matristir (Camargo vd. 2009).

- **Seramik matris:** Seramik matris; bir metal ya da yarı metalin metal olmayan bir elementle bileşik oluşturmasıyla meydana gelir. Bu bileşiklere örnek olarak Al_2O_3 , SiC, ZrO_2 , Si_3N_4 ve borosilikat camları gibi yaygın olarak kullanılan seramik matrisler gösterilebilir. İyonik ya da kovalent bağlarla birbirlerine bağlanan seramik matrislerin ısı kararlılığı yüksektir, oldukça sert, güçlü ve dayanıklıdır. Genel olarak oksidasyon ve korozyona karşı direnç gösterirler. Gevrek bir yapıda oldukları için kırılırlar ve işlem görmesi zordur. Bu sebeple seramik matrislerde takviye malzemesi genellikle kırılma direnci azaltmak için kullanılır. Demir yolları ve otomotiv sanayinde özellikle fren sistemlerinde kullanıma uygundur (Srivastava 2012; Krenkel vd. 2017).
- **Metal matris:** Metal matris genellikle magnezyum, titanyum, alüminyum gibi hafif metallerden oluşur. Ancak yüksek sıcaklık gerektiren uygulamalarda kobalt ve kobalt-nikel alaşımlı matrislerin kullanımı yaygındır. Kullanılan takviye malzemesi metal matrise dışarıdan eklenebildiği gibi kimyasal yollarla matris

içerisinde de sentezlenebilir. Bu özelliği sayesinde metal matrisler yorulma direnci, kırılma tokluğu ve sünme direnci değerlerini arttırabilirler. Diğer özellikleri ise genel olarak iyi derecede elektriksel ve termal iletkenliğe sahip olmalarıdır. Ayrıca radyasyon hasarına ve korozyona karşı da direnç gösterirler. Bu sebeple metal matrisler havacılık ve otomotiv sanayinde kullanılma potansiyeline sahiptirler (İbrahim vd. 1991; Amitesh ve Kale 2015; Önal ve Gavgalı 2015; Sapuan 2017).

- **Polimer matris:** Polimer matrisler monomerlerin ve kürleştirici bileşiklerin karışımından oluşur. Bu karışıma reçine ismi verilmiştir. Reçinedeki uzun alkil zincirli monomerler kürleştirici bileşikler ile kimyasal olarak etkileşerek birbirine çapraz bağlanmış zincirler meydana getirirler ve bu sayede üç boyutlu bir polimer ağı oluştururlar. Kullanılan reçine, ısı uygulamasıyla tekrar yumuşatılabilen geri dönüşümlü (termoplastik) ve geri dönüşümsüz (termoset) olmak üzere ikiye ayrılır. Termoplastik reçineler literatürde polimetil metakrilat-plexiglass olarak bilinirken termoset reçineler epoksi reçineler olarak bilinmektedir (Hussain vd. 2006; Masuelli 2013). Termoplastik reçinelerin polimer ağı daha çok doğrusal ve az dallanmış zincirlerden oluşmaktadır. Çapraz bağlı olmaması, termoplastiklerin yapısına süneklik kazandırır. Böylece ısıtma ile eritilebilir ve soğutma ile katılaştırılabilirler (Mağdala 2009). Termoset reçinelerde ise polimer ağı çapraz bağlı zincirlerden oluşur. Çapraz bağlı olması, termosetlerin yapısına dayanıklılık ve uzun ömürlülük kazandırır. Kürlendikten sonra oldukça sert katılar oluşturan termoset matrisler, daha çok fiber takviyeli kompozitlerde kullanılmak için tercih edilirler. Genellikle viskoz, renksiz ya da sarı renkli sıvı görünüme sahiptirler (Nurazzi vd. 2017).

Polimer matrislerin mekanik özellikleri (sertlik veya young modülü gibi) mikro ya da nano boyutlu takviye malzemesi eklenerek geliştirilebilmektedir. Bu bağlamda katı anorganik takviye maddeleri organik takviye malzemelerine kıyasla daha yüksek bir sertlik sağlamaktadırlar. Ancak esas çözüm matrise iyi bağlanmış takviye maddeleri ile sağlanır. Çünkü kompozitin herhangi bir mukavemete karşı göstermiş olduğu dayanım takviye maddesi ve matris arasındaki güç transferine bağlıdır (Fu vd. 2008).

Polimer matrislerin yaygın özellikleri hafif ve uygulanabilir olmalarıdır. Ayrıca yüksek mukavemet, yüksek performans, uzun ömürlülük, mevcut yapıların rehabilitasyonu ve ömrünün uzatılması, sismik yükseltmeler¹ gibi özelliklere sahip olduğu için inşaat, spor malzemeleri, savunma sistemleri, uzay sistemleri, havacılık, okyanus ortamları, denizcilik ve otomotiv sektörü gibi çok geniş alanlarda kullanılmaktadır (Masuelli 2013).

¹Bir malzemenin deprem anında göstermiş olduğu dayanıma sismik dayanım denir. Özellikle inşaat sektöründe, deprem anını daha az hasarla atlattak için sismik hareketlere uyum sağlayan "sismik yükseltilmiş" malzemeler geliştirilmektedir.

Polimer matrisli kompozitlerde reçine viskozitesinin yüksek olması reçine akışını sınırlar ve dengesiz dağılım olasılığı meydana gelir (Hussain vd. 2006). Böyle bir durumu önlemek için polimer matris ve takviye malzemesi arasındaki zayıf etkileşimi arttırmak gerekir. Bu sebeple takviye malzemesine kimyasal yüzey modifikasyonu uygulanır. Bu işlemde takviye malzemesinin yüzeyinde bulunan hidroksil (-OH) grupları uzun alkil zincirli bir silan bileşiği ile reaksiyona sokularak takviye malzemesinin matrisle olan etkileşimi artırılır. Böylece takviye malzemesinin polimer matris içerisinde homojen bir şekilde dağılması sağlanarak kompozitin işlevselliği artırılır ve mekanik değerler iyileştirilir (Matinlinna vd. 2003).

Literatürde epoksi ve poliester gibi termoset reçinelerle yapılan çalışmalar incelendiğinde takviye malzemesi olarak genellikle silisyum temelli cam fiberler ya da karbon fiber kullanıldığı görülmüştür (Masuelli 2013). Tez çalışmasında ise takviye malzemesi olarak kullanmak için bor oksit (B_2O_3) ve bor karbür (B_4C) bileşimine sahip fiberler sentezlenmiştir. Sentezlenen fiberler termoset özellik gösteren metakrilat reçine ile bir araya getirilerek polimer matrisli kompozitler oluşturulmuştur. Tez çalışmasında kullanılan polimer matris, Bis-GMA, DUDMA, TEGDMA monomerlerinin karışımından oluşmaktadır. Karışımındaki monomerler, çapraz bağlanma özelliği taşıyan ve yapısında uzun alkil zinciri barındıran yüksek molekül ağırlıklı metakrilat türevleridir. Benzoil peroksit ise matris karışımının kürleşmesinde görev alır matris içerisinde termal radikal başlatıcı olarak kullanılır.

2.1.1.2. Takviye malzemeleri

Seramik, metalik, organik ve anorganik özellik taşıyan takviye malzemeleri matris fazı destekleyerek kompozit malzemeleri oluşturmaktadır. Uzun yıllardır endüstride büyük yer eden bu işlem arzu edilen özelliklere sahip kompozit malzemeler üretmenin en etkili yollarından biridir. Üretilen kompozitte, istenilen performansın elde edilebilmesi ve kullanılacağı alana göre istenilen özellikleri (iletkenlik, termal kararlılık, kimyasal kararlılık, süneklik, sertlik vb.) barındırabilmesi için kimyasal özelliklerinin yanı sıra boyutsal özelliklerine göre de değerlendirilirler (Mittal vd. 2017).

Son 20 yılda nanokompozitlerin mikrokompozitlerde yaşanan sınırlamaları aşabildiği görülmüştür (Rueda vd. 2016). Öyle ki mikro büyüklükten nano büyüklüğe geçiş fiziksel özellikler üzerinde pek çok değişime sebep olur. Nano ölçekli malzemeler belli bir hacme ve geniş yüzey alanına sahiptir. Kimyasal ve fiziksel etkileşimler yüzeyler tarafından yönetildiğinden nano büyüklüğünde yüzey özellikleri önemli ölçüde farklılık göstermektedir. Bir kompozisyonda daha büyük boyutlu bir takviye malzemesi kullanıldığında birim hacme düşen takviye malzemesinin miktarı azalır. Çünkü yüzey alanı takviye malzemesinin çapıyla ters orantılıdır. Bu sebeple çap ne kadar küçük olursa birim hacim başına düşen yüzey alanı da o kadar büyük olur (Hussain vd. 2006).

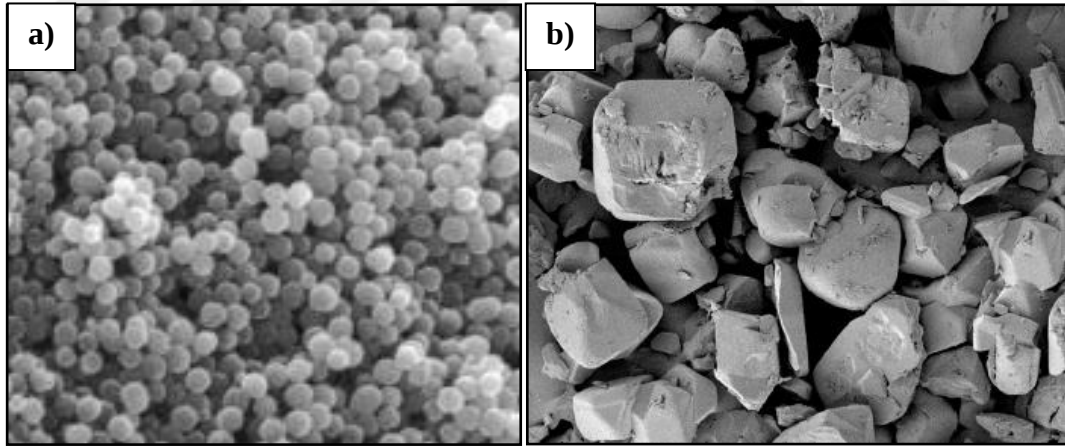
1995 yılında çeşitli nanoyapı türlerinde boyutsallık üzerinden sınıflandırılmaya gidilmiş ve malzemelerde kullanılan nanoyapılar boyutsal özelliklerine göre 0D, 1D, 2D ve 3D olarak sınıflandırılmıştır. 0D sınıfı nanoyapılar nanoparçacıklar; 1D sınıfı yapılar nanofiberler, nanotüpler, nanoçubuklar, nanoteller; 2D sınıfı yapılar nanofilmler, nandiskler, nanolevhalar; 3D sınıfı yapılar nanotoplar, nanohalkalar, nanokoniler olmak üzere boyutlara, şekillere ve morfolojilere bağlı olarak birbirinden farklı özellikler göstermekte ve geniş bir uygulama alanı bulmaktadır. Bu sınıflandırmayla beraber

yapısal olarak benzer özellik gösteren takviye malzemeleri parçacık, iğne, tabaka ve küre tipi takviye malzemeleri olarak 4 ana başlık altında düzenlenmiştir (Tiwari vd. 2012).

- **Parçacıklar**

Parçacık tipi takviye malzemeleri, kompozit içerisine katkılanan kristal ya da amorf fazlardaki tozları ifade etmektedir. Farklı fazlarda bulunabilen bu tozlar, literatürde 0D nanomalzemeler olarak isimlendirilmektedir ve çoğunlukla seramik ya da metalik özellik gösterirler. Bu özelliklerle beraber kullanılan parçacığın boyutu, dağılımı, miktarı, hacmi, yüzey alanı parçacık takviyeli kompozitlerin mekanik performansına ve kompozit malzemeyi hazırlama sürecine etki eden kilit parametrelerdir. Kompozit hazırlamada bu parametrelere bağlı olarak avantaj ve dezavantajlar oluşmaktadır. Parçacıkların avantajları boyutsal özelliklerine bağlı olarak daha hızlı ve kolay sinterleme sağlamaları ve daha az kalıplama kusuru oluşturmalarıdır. Bu sebeple endüstride kolaylıkla hazırlanabilen sert malzemeler elde etmek için sıklıkla tercih edilmektedirler. Ancak sahip olduğu dezavantajlar parçacık takviyeli kompozitlerin kullanım alanlarını kısıtlamaktadır. Özellikle matris içerisinde parçacık dağılımının kontrol edilememesi ve düzensiz ya da aglomere olmuş halde dağılabilmeleri homojen yapılar elde etmeyi zorlaştırmaktadır. Bu durum kompozit malzemenin mekanik performansını olumsuz yönde etkiler (Rueda vd. 2016).

Çeşitli metal oksitlerin tozları ve fullerenler parçacık tipi takviye malzemelerine örnek olarak gösterilebilir. Şekil 2.1.'de sırasıyla TiO_2 ve fullerenlere ait parçacık tipi takviye malzemeleri görülmektedir.

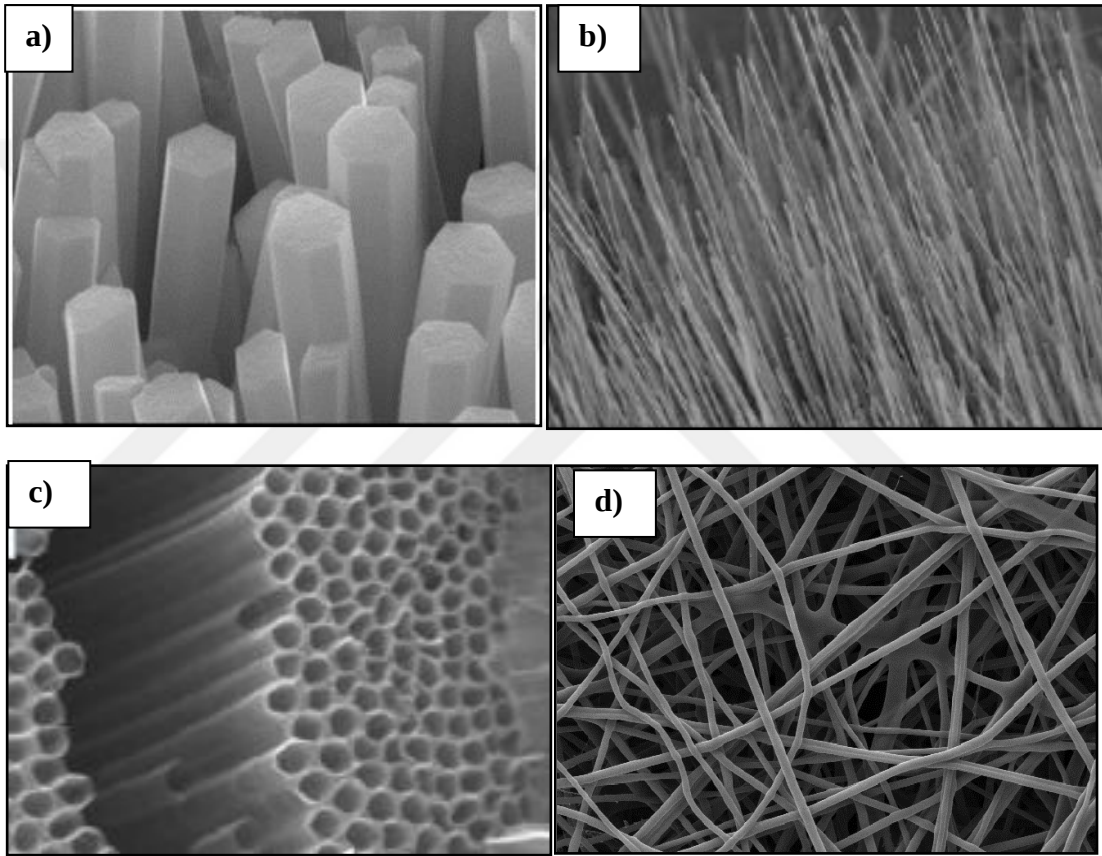


Şekil 2.1. Parçacık tipi takviye malzemeleri **a)** TiO_2 partikülleri (Xiang vd. 2017); **b)** Fulleren partikülleri (Zhao vd. 2016)

- **İğneler**

Parçacık tipi takviye malzemelerinin düşük mekanik dayanım ve çatlak oluşumu gibi getirdiği içsel sınırlamalar, bilim adamlarını 1960'lı yıllardan bu yana yeni tip takviye malzemeleri üzerine çalışmaya itmiştir. Fiber ve fiber benzeri yapıların sahip olduğu tek tip, düzenli ve muntazam boyutsal özellikler ile bu sınırlamalar ortadan kaldırılmaya çalışılmıştır (Morley 1976). Yapılan çalışmalar doğrultusunda keşfedilen

yeni tip takviye malzemeleri arasından fiber, çubuk, tüp, tel gibi görünüş itibarıyla benzer özellikte bulunan silindirik yapılar iğne tipi takviye malzemeleri olarak tanımlanmıştır. İğne tipi takviye malzemelerinin literatürde rastlanan ismi ise 1D nanomalzemelerdir (Tiwari vd. 2012). 1D nanomalzemeler sahip oldukları geniş spesifik yüzey alanları ile kompozitin maruz kaldığı stres değişimine karşı oldukça güçlü tolerans gösterirler. Bu özellikleriyle havacılık, denizcilik ve savunma sanayi gibi zorlu mühendislik alanlarında tercih edilmektedirler. Mekanik özelliklerinin yanında elektriksel iletkenlik ve iyon transferi gibi fonksiyonel özellikleri sayesinde enerji depolama sistemlerinde ve elektrot malzemelerinde de kullanılmaktadırlar (Jin vd. 2018). Farklı morfolojiye sahip iğne tipi takviye malzemeleri Şekil 2.2.'de gösterilmektedir.

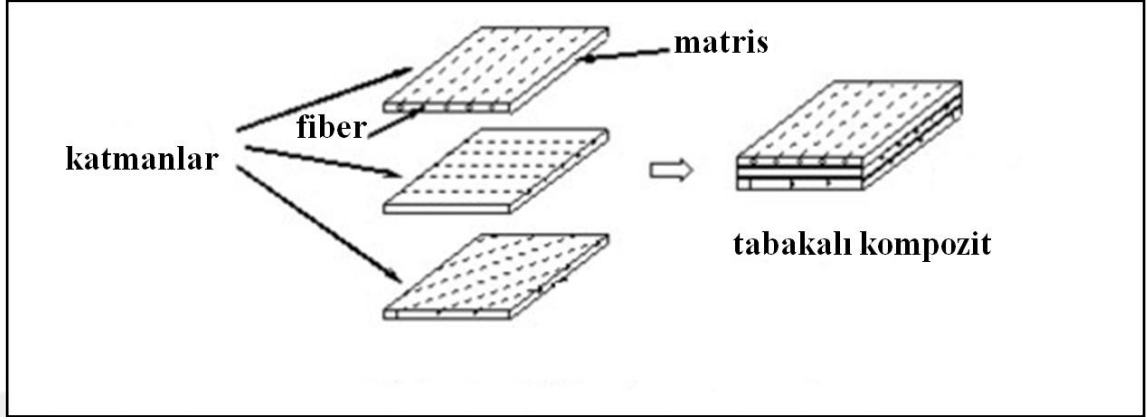


Şekil 2.2. İğne tipi takviye malzemeleri **a)** Nanoçubuklar (Wang vd. 2009); **b)** Nanoteller (Aguilera vd. 2013); **c)** Nanotüpler (Shokuhfar vd. 2013); **d)** Nanofiberler (Oktay vd. 2011)

- **Tabakalar**

Tabakalar olarak isimlendirilen takviye malzemeleri, büyüklükleri 5-100 nm, arasında değişen uzun ya da kısa fiber benzeri yapıların düzenli ya da düzensiz yönlenmeleriyle meydana gelen nanobloklardan oluşmaktadır. Literatürde 2D nanomalzemeler sınıfında yer alan tabakalar, kontrollü olarak elde edilebilen homojenliği ve mekanik dayanımı yüksek çok katmanlı yapılardır. İçerisindeki katmanlar genel olarak nanoyapraklar, nanobariyerler, nanolevhalar ve nanofilmler gibi farklı blok yapılardan oluşmaktadır (Tiwari vd. 2012). Nanometre büyüklüğüne sahip

olması tabakalara birçok avantaj kazandırmaktadır. Bu sayede elektron taşıma kabiliyeti 2D nano malzemelere yüksek elektronik özellikler kazandırır. Benzer şekilde optik ve termal iletkenlik özellikleriyle de endüstriyel alanda çokça talep gören malzemelerdir (Tan vd. 2017). Şekil 2.3.'te tabakalı kompozitlerin oluşumu gösterilmektedir.

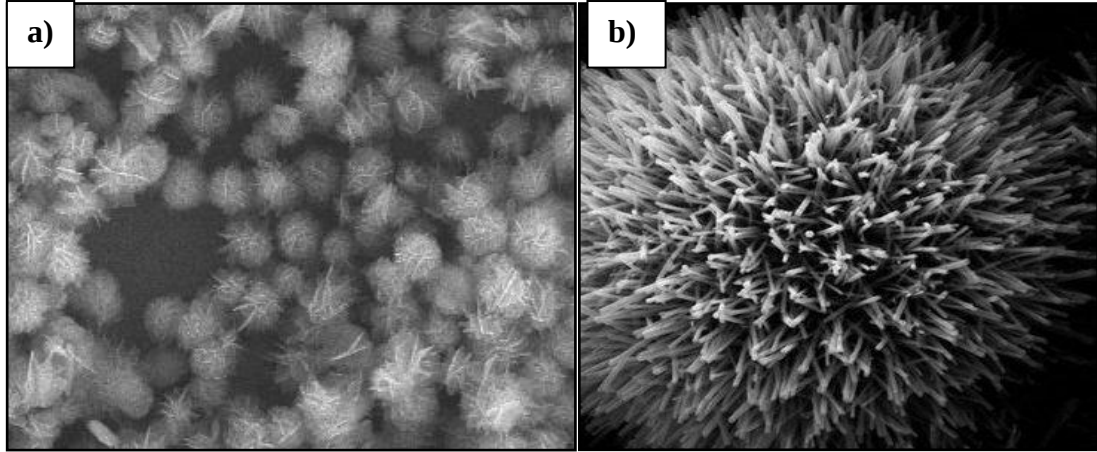


Şekil 2.3. Tabakalı kompozitlerin genel görüntüsü (Koide vd. 2012)

- **Küreler**

Mezo gözenekli kürelerin düzenli ya da düzensiz şekilde bir araya gelerek kafes oluşturduğu yapılar 3D nanomalzemeler olarak tanımlanmaktadır (Brechignac vd. 2008). Nanotop, nanokoni, nanohalka olarak isimlendirilmiş küre benzeri yapılar, içerdiği gözenekler arasında kısa mesafeler barındırdığından genellikle elektrik iletkenliği çok yüksektir. Bu nedenle enerji depolama cihazlarında yakıt pillerinde, şarj edilebilir piller ve süperkapasitörlerde tercih edilmektedir (Hu vd. 2006).

3D nanomalzemelerin kullanım alanı 2D nanomalzemelerle benzerlik göstermekte olup daha geniş yüzey alanına sahiptirler. Bu nedenle de enerji depolama kapasiteleri 2D nanomalzemelerden daha fazladır. 3D nanomalzemeler sadece 10 yıldır çalışılan bir konu olmasına rağmen gelecek vaat etmektedir ve araştırmacılar tarafından özellikle süperkapasitör sistemlerinde malzemelerin temel sınırlamalarından kaynaklanan problemleri çözebileceği düşünülmektedir (Tiwari vd. 2012). Küreler olarak isimlendirilen 3D takviye malzemeleri Şekil 2.4.'te gösterilmektedir.



Şekil 2.4. Küre tipi takviye malzemeleri **a)** 3D Fe_2O_3 yapısı (Zhong vd. 2006); **b)** 3D ZnO yapısı (Jeevanandam vd. 2018)

2.2. Fiberler

Fiberler, çok eski çağlardan beri bilinen ve kullanımı milattan önceki uygarlıklara dayanan uzun, ipliksi ve sağlam yapılardır. İnsanlar ağaçlardan, sazlardan ya da koyun yünlerinden elde ettikleri bitkisel ve hayvansal fiberleri ev yapımında, sal yapımında, giysi yapımında ya da çeşitli eşya yapımında kullanmışlardır. Böylece doğal fiberler ile günlük hayatta kullandıkları malzemeleri daha dayanıklı hale getirmeye çalışmışlardır. Teknolojinin gelişimiyle beraber 1900'lü yılların ikinci yarısında polimerlere olan ilgi artmış ve doğal fiberler yerini sentetik fiberlere bırakmıştır. Bu tarih itibari ile fiberler sentetik olarak üretilmeye başlanmış ve günümüze kadar çeşitli üretim yöntemleri oluşturularak ticarileştirilmiştir (Okuyay 2016).

Eski çağlarda olduğu gibi günümüzde de fiber kullanımındaki temel amaç daha sağlam malzeme üretmektir. Bu sebeple kompozit malzemedeki güçsüzlükleri onarmak ve daha güçlü bir malzeme üretmek için kullanılan fiberlerin özellikleri üzerine çeşitli çalışmalar yapılmıştır. Fiberlerin en temel özelliği geniş yüzey alanına sahip olmaları ve bu sayede kompozit malzemenin performansını iyileştirmeleridir. Ancak son yıllarda yapılan çalışmalar fiber çeşidi, fiber uzunluğu, fiber yapısı, fiber hacmi, fiber morfolojisi, fiber yüklemesi ve fiber oryantasyonu gibi özelliklerin de kompozit malzeme üzerinde etkili olduğunu göstermiştir (Mittal vd. 2017).

Örnek olarak Zang ve arkadaşları (2017) yaptıkları çalışmada cam fiberler kullanarak, uzun ve kısa fiberlerin poli bütilen teraftalat kompozitleri üzerindeki performansını değerlendirmişlerdir. Zang ve arkadaşları bu çalışmada kullanılan uzun liflerin, kısa liflere kıyasla daha güçlü mekanik dayanım gösterdiğini söylemektedir. Benzer şekilde Liu ve arkadaşları (2014) ise yaptıkları çalışmada matrise yapılan fiber takviyesinin miktarsal etkileri üzerinde durmuştur. Takviye malzemesi matrise yüklenirken bir eşik değeri olduğunu ve bu eşik değeri aşıldığı takdirde kompozit malzemenin performansında azalmalar baş gösterdiğini ifade etmişlerdir. Bu durumun kompozit malzemelerin temel problemi olan çatlak oluşumuna sebebiyet verdiğini ve kompozit malzemelerde aşırı fiber yüklemesinden kaçınılması gerektiğini söylemişlerdir. Diğer bir çalışmada Qi ve arkadaşları (2015) kompozitlerdeki fiber oryantasyonları üzerine çalışmışlardır. 30° , 45° , 60° ve 90° 'lik açılarla yönlendirdikleri

karbon fiberleri seramik matris ile birleştirerek hazırladıkları kompozit malzemelere çekme testi uygulamışlardır. Test sonucunda 45° ve 90°'lik oryantasyona sahip fiberlerden elde edilen kompozitlerin diğerlerine kıyasla daha yüksek mekanik özellik gösterdiğini ifade etmişlerdir. Bir başka çalışmada ise Kim ve arkadaşları (2016) PCL (polikaprolakton) fiberlerinin fiber çapına bağlı olarak gösterdiği mekanik dayanımlar üzerine çalışmışlardır. Çalışmalarında nano boyuttan mikron boyutuna kadar (0,1-3,4µm) farklı genişliğe sahip fiberlere çekme testi uygulamışlardır. Çalışmanın sonucunda en küçük çapta olan numunenin daha yüksek çekme dayanımı ve daha yüksek Young modülü değerine sahip olduğu görülmüştür.

Literatür çalışmalarında genellikle fiber özelliklerinin geliştirilmesinin, kompozit malzemenin de mekanik özelliklerini geliştiren bir faktör olduğu ifade edilmektedir. Fiber özelliklerinin geliştirilmesi ve mekanik dayanımın artırılmasının yanı sıra çeşitli kimyasal özelliklere sahip olan ve yeni uygulama sahalarına entegre edilebilen kompozitlerin üretilebilmesi için farklı ham maddeler kullanılarak çeşitli kimyasal yapılara sahip fiberler üretilmektedir.

2.2.1. Fiber Türleri

Endüstriyel alanda farklı ham maddeler ve çeşitli üretim teknikleri kullanılarak üretilen fiberlerin yaygın görülen türleri polimer fiberler, seramik fiberler ve karbon fiberler olmak üzere kendi içlerinde kategorize edilmiştir.

2.2.1.1. Polimer fiberler

İçeriğindeki aromatik poliamit yapısından dolayı ticari olarak "Aramid" şeklinde isimlendirilen fiberler, polimer fiberler arasında en bilinenidir. Kendi içerisinde meta-aramid ve para- aramid olarak ayrılan aramid fiberlerin meta-aramid formu "Nomex", para-aramid formu ise "Kevlar" olarak isimlendirilmiştir. Meta-aramid fiberler genel olarak ısı dayanımları ile öne çıkarlar. Bu sebeple alev ve ısıya dayanıklı giysi ve eşyaların yapımında kullanılırlar. Para-aramid fiberler ise yüksek dayanıklılık gerektiren balistik uygulamalarında tercih edilmektedir. Bu tip uygulamalar için ticari olarak çeşitli performans ve yapılarda bulunabilen kevlar-29, kevlar-49, kevlar-149 ve kevlar-981 gibi farklı tiplerde para-aramid fiberleri üretilmektedir (Çelikkanat 2002).

Aramidler dışında literatürde sıkça karşılaşılan polimer fiberler PE, PLA, PVC, PVP, PVA tabanlı olup farklı üretim teknikleri kullanılarak üretilebilmektedirler. Yüzey alanları diğer fiber çeşitlerine kıyasla daha geniş olan polimer fiberler yüzey işlevleri ve mekanik özellikleriyle öne çıkmaktadırlar. Oldukça esnek olmaları ve farklı özelliklerdeki polimerlerden üretilebilmeleri, polimer fiberlerin en önemli avantajı olarak görülmektedir (Beachley ve Wen 2009). Örneğin PET (Polietilen teraftalat), PANI (polianilin) ve PP (polipropilen) gibi iletken polimerler kullanılarak üretilen fiberler elektrik iletme özelliğine sahiptir ve dünya çapında büyük ilgi görmektedir (Kim vd. 2004). Polimer fiberler barındırdığı bu özellikler sayesinde doku mühendisliklerinde, filtreleme cihazlarında, sensörlerde, elektronik uygulamalarda ve malzeme geliştirilme gibi alanlarda kullanılmaktadırlar (Beachley ve Wen 2009).

2.2.1.2. Seramik fiberler

Seramik fiberler metal oksit, metal karbür ve metal nitrür bileşiklerinden ya da bu bileşiklerin bir arada kullanılmasıyla hazırlanan karışımdan üretilirler. Bu bağlamda bor ve silisyum gibi yarı metal kaynaklı fiberler de seramik fiber olarak kabul edilmektedir (Çelikkanat 2002). Başlangıç malzemesi olarak anorganik bileşik ve polimer karışımı çözeltilerden yola çıkılır ve piroliz işleminden geçerler. Piroliz işleminde organik gruplar yapıdan ayrılırlar ve anorganik kısım kalır. Bu şekilde çeşitli amorf oksitler halinde ya da kristal yapılarda elde edilebilmektedirler. Erime noktaları yüksektir ancak kırılgenlikleri nedeniyle yapısal hassasiyetleri çok fazladır (Sambell 1970; Li vd. 2009).

Seramik fiberler çok yönlü kullanıma sahiptir ve üretim maliyetleri düşüktür. Kimyasal ve termal kararlılıklarından dolayı endüstriyel uygulamalarda özellikle denizcilik alanında yaygın olarak kullanılmaktadırlar. Ayrıca yarı iletkenlik, elektrik depolama, manyetik özellikler, kristal ünitelerin yeniden oluşturulması, biyo-uyumluluk gibi özellikleri sayesinde pek çok farklı uygulama alanında yer edinmektedirler (Esfahani vd. 2017).

Endüstriyel uygulamalarda sıklıkla kullanılan cam fiberler de seramik fiber sınıfında yer almaktadır (Ulcay 1993). Cam fiberler alüminyum oksit, kalsiyum oksit ve silisyum dioksit gibi çeşitli metal oksitlerin karışımından meydana gelmektedirler. Bu karışımlar arasında C-Cam, E-Cam, HS-Cam ve S-Cam gibi ticari olarak kodlanan kompozisyonlar farklı özelliklerde cam fiberler üretmek için kullanılmaktadır. İçlerinden fiber üretiminde en çok görüleni E-Cam kompozisyonudur. E-Cam, diğerlerine kıyasla daha yüksek mekanik performansa sahiptir ve cam fiber takviyeli plastik endüstrisinde (GRP) yaygın şekilde kullanılmaktadır (Çelikkanat 2002).

2.2.1.3. Karbon fiberler

Karbon fiberler 1958'den bu yana varlığı bilinen, günümüzde ticari değeri yüksek olan bir takviye çeşididir. İçeriğinde en az %92 oranında karbon barındırır. Kristal, amorf ya da kısmen kristal yapılarda sentezlenebilen karbon fiberler, karbonun umut vaat edici bir formu olarak tanımlanırlar (Newcomb 2016; Mittal vd. 2017). Yüksek mekanik performans, sertlik, hafiflik ve yüksek yorulma direnci gibi özellikler gösteren karbon fiberler havacılık sektöründe, nükleer ve genel mühendislik uygulamalarında, ulaştırma sektöründe özellikle otomobillerin çeşitli kısımlarında kullanılmaktadır. Bunların yanı sıra sıcaklığa ve korozyona karşı dirençli yapıları, uzay araçlarının bazı kısımlarında karbon fiber kullanımını uygun hale getirmektedir. Sahip oldukları özgül mukavemet nedeniyle kompozit malzemelerin üzerinde bir çeşit güçlendirici olarak da kullanılmaktadırlar. Bütün bu olumlu özelliklerinin yanında basma dayanımları inorganik seramik fiberlerle kıyaslandığında daha düşüktür. (Chand 2000).

Karbon fiberler rayon bazlı karbon, mezofaz zift bazlı karbon ya da PAN (poliakrilonitril) temelli olarak üretilmektedir (Çelikkanat 2002). Endüstride ticari olarak üretilen karbon fiberler genellikle PAN kaynaklıdır ve oldukça düşük üretim verimine sahiptirler. Bu da karbon fiberi pahalı kılmaktadır. Bu kapsamda fiber kalitesini iyileştirme ve üretim verimini arttırmak için farklı karbon kaynaklarıyla

yapılan karbon fiber çalışmaları devam etmekte aynı zamanda maliyet gerektirmeyen daha ucuz üretim koşulları araştırılmaktadır (Chand 2000).

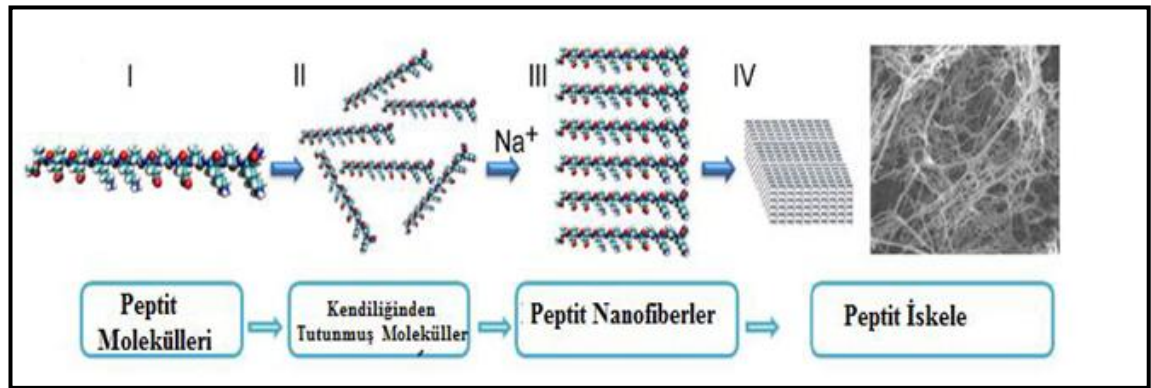
2.2.2. Fiber elde etme yöntemleri

Fiber üretimi 1900'lü yıllarında başlarından beri merak edilen bir konudur. Bu konuyla ilgili kayıtlara geçen ilk patent 1934 yılında Anton Formhals ve Richard Schreiber Gastell tarafından "Selüloz asetattan ipek benzeri iplerin üretimi" çalışmasıyla alınmıştır. O dönemde Formhals ve Gastell'in bu buluşu bir kaç ticari anlaşmayla sınırlı kalsa da sonraki yıllarda fiberlerin kullanımı konusunda artan ilgiye bağlı olarak hakettiği değeri görmüş ve fiber üretimine dair çeşitli yöntemler geliştirilmeye çalışılmıştır (Szentivanyi vd. 2011).

İleri teknoloji uygulamalarında fiberlerin kullanılmasıyla beraber buna uygun pek çok spesifik fiber üretim yöntemi geliştirilmiştir. Bu yöntemler arasında kendiliğinden tutunma yöntemi, çekme yöntemi, faz ayırma yöntemi, nanokalıp yöntemi, eriyik püskürtme yöntemi ve elektrospinning yöntemi fiber üretimi için kullanılan yaygın yöntemlerdir.

2.2.2.1. Kendiliğinden tutunma yöntemi

Literatürde 'Self-assembly' olarak ifade edilen bu yöntem küçük moleküllerin hidrofobik etkileşimler, elektrostatik kuvvet, hidrojen bağı, π - π etkileşimleri, Van Der Waals kuvvetleri gibi çeşitli itici güçlerle bir araya gelerek nanofiber oluşturmaya anlamına gelir. Doku mühendisliği ve biyolojik uygulamalar için uygun olan bu yöntemde kendi kendine montaj söz konusu olduğundan hastalıkların temel mekanizmasının anlaşılmasında, kanser tedavisini hedefleyen çalışmalarda ve membran deformasyonu tedavilerinde oldukça umut vaat edici görülmektedir (Liao vd. 2016). Şekil 2.5.'te kendiliğinden tutunma yöntemi ile fiber üretimi gösterilmektedir.

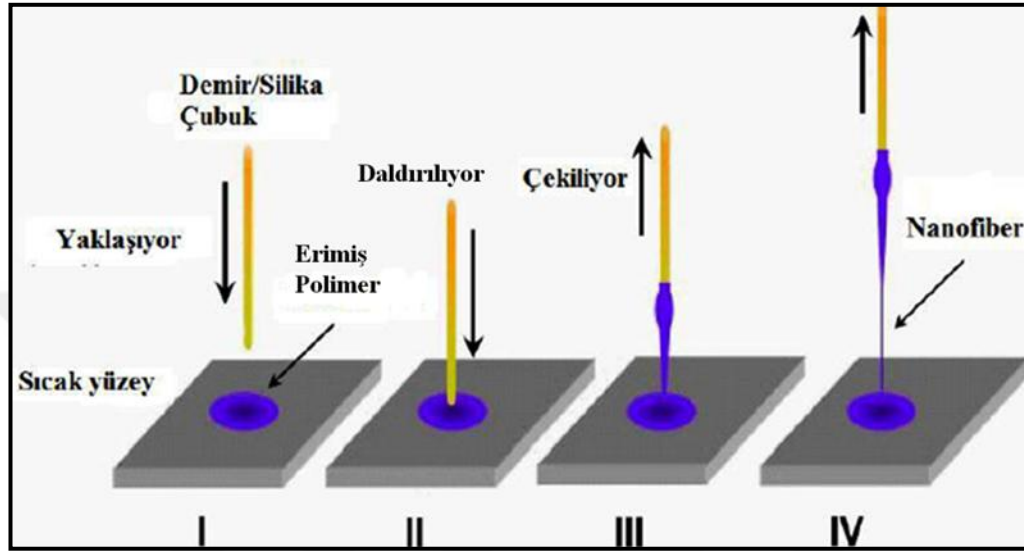


Şekil 2.5. Kendiliğinden tutunma yöntemi ile fiber üretimi (Luo vd. 2011).

Şekil 2.5.'te görülen peptit hidrojellerin lifli ağ yapıları kendiliğinden tutunma yöntemine bir örnektir. Bunun dışında bükülmüş şeritler, sarmal şeritler ve nanotüpler gibi çoklu nanoyapılar bir arada bulunabilir ve zamanla fiber şekline dönüşebilir (Liao vd. 2016).

2.2.2.2. Çekme yöntemi

Çekme yöntemi kolay imalat teknikleri üretmek açısından makul bir yöntemdir. Maliyet gerektirmez ancak üretilen fiberlerin aynı özellikler taşıyabilmesi için sıcaklık ve hava akış kontrolü gerektirmektedir. Yöntemin sonunda uzunlukları 4 mm ile sınırlı ve genellikle mikron büyüklüğünde fiberler elde edilir (Xing vd. 2008). Şekil 2.6.'da çekme yöntemi ile fiber üretimi gösterilmektedir.

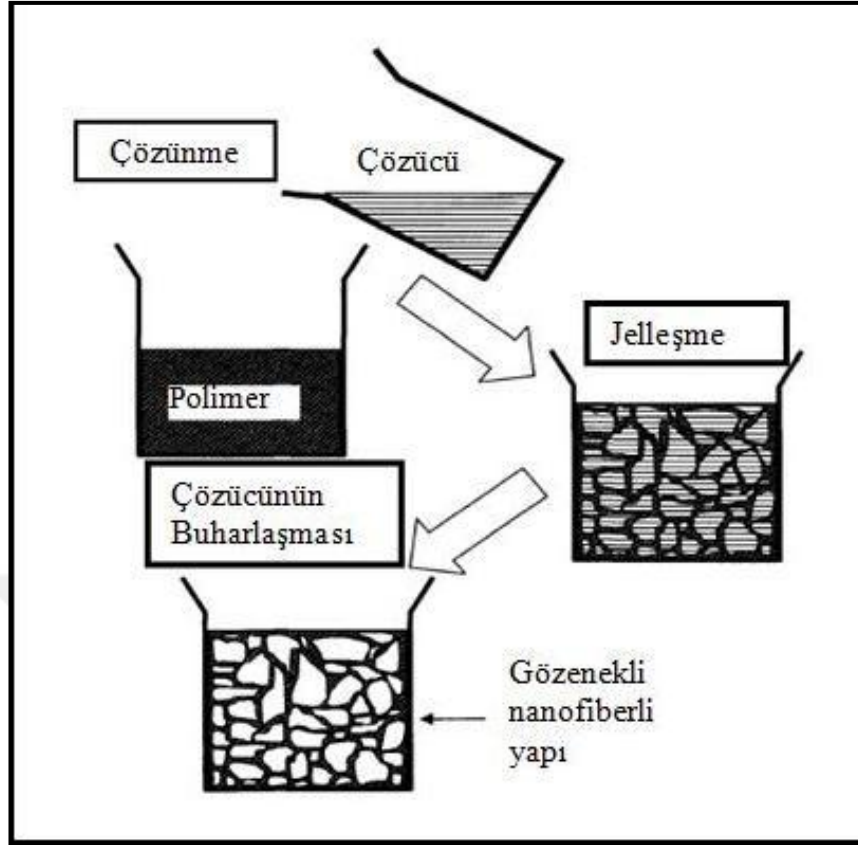


Şekil 2.6. Çekme yöntemi ile fiber üretimi (Xing vd. 2008)

Şekil 2.6.'da gösterildiği üzere çubuk ya da pipet bir manipülatör yardımıyla erimiş polimere daldırılır. Daha sonra çekilir ve yukarı çekilen polimerden elde edilen fiber hava akışı ile kurutulur. Bu işlem tekrarlanarak elde edilen fiberler biriktirilir (Xing vd. 2008).

2.2.2.3. Faz ayırma yöntemi

Faz ayırma yöntemiyle fiber üretimi için kullanılacak olan polimer uygun bir çözücüde çözülür. Bu şekilde elde edilen çözeltiden bir damla alınarak başka bir kaba damlatılır ve düşük sıcaklıkta jelleştirilir. Jelleştirme işlemi tamamlandıktan sonra, suyun içerisinde bir gün süreyle bekletilir ve bu sürede faz ayrımı gerçekleştirilir. Ardından dondurularak kurutma işlemi yapılır ve bir fiber ağı elde edilir (Tan ve Lim 2004). Şekil 2.7.'de faz ayırma yöntemi ile fiber üretimi gösterilmektedir.

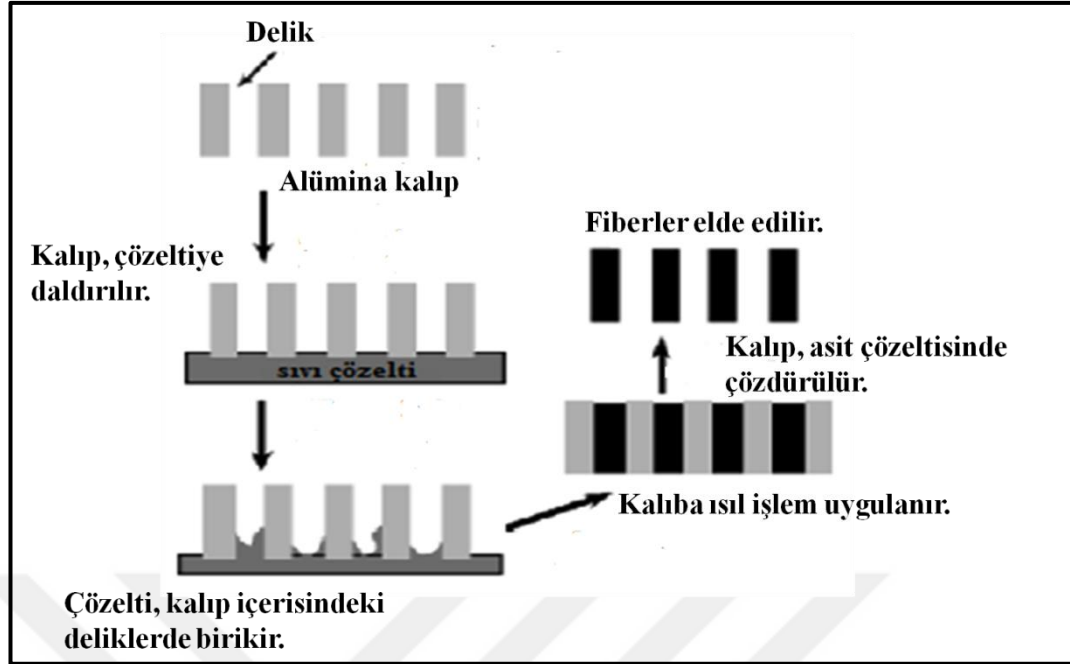


Şekil 2.7. Faz ayırma yöntemi ile fiber üretimi (Köklü 2012)

Bu yöntemle üretilen fiberlerin morfolojisi jelleşme sıcaklığı ve polimer konsantrasyonu gibi parametrelere bağlı olarak değişir. Gözenekli yapılar elde edilmesi için uygun bir yöntemdir ancak suda faz ayrımı gerçekleştirildiği için polimer dışı çözeltilere uygulandığı pek gözlenmez. Bu yöntemin diğer bir dezavantajı ise sürekli fiber üretilmemesidir (Köklü 2012).

2.2.2.4. Nanokalıp yöntemi

Nanokalıp yöntemi yarı iletken, metal ya da seramik fiberler üretmek için uygun görülen bir yöntemdir. Bu yöntemde fiberler, kalıp içerisindeki filtrelerden geçirilerek elde edilirler. Kalıp malzemesi olarak alümina bazlı filtreler kullanılır ve filtrelerin gözenek büyüklüğü mikro ya da nano olmak üzere istenilen boyutta seçilir. Nanokalıp yöntemi için hazırlanan fiber çözeltisi kalıba dökülür. Ardından filtrenin yüzeyi vakum altında kurutulur. Sonrasında ise inert atmosfer altında piroliz işlemi gerçekleştirilir. Piroliz işleminin ardından alümina kalıp, bir asit içerisinde çözülerek ortamdan uzaklaştırılır ve fiber kısımlar elde edilir (Shaislamov vd. 2007). Nanokalıp yöntemiyle fiber üretimi Şekil 2.8.'de gösterilmektedir.

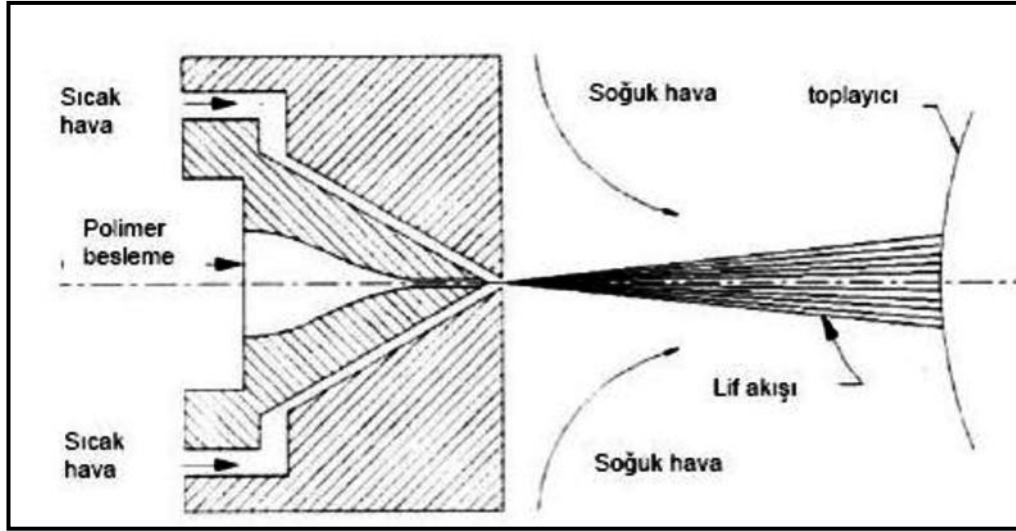


Şekil 2.8. Nanokalıp yöntemi ile fiber üretimi (Köklü 2012)

Nanokalıp yönteminde kullanılan alümina filtreler, elde edilecek olan fiberlerin çap ve uzunluk kontrolünü sağlamada kolaylık sağlar. Ayrıca aynı anda birden fazla çözeltinin tek kalıpta yan yana bulunan filtrelerden geçirilmesi, tek seferde farklı özellikte fiberlerin üretilmesini sağlamaktadır. Bu da, tek seferde birden fazla çeşitte malzemeyle çalışma imkanı vermekte ve zaman yönetimi açısından avantajlı olmaktadır (Shaislamov vd. 2007).

2.2.2.5. Eriyik püskürtme yöntemi

Eriyik püskürtme yöntemi, meltblowing tekniği olarak da bilinen ve çok miktarda fiber üretmek için uygun olduğu düşünülen bir yöntemdir (Süslü 2009). Bu yöntemde katı polimer basınç altında uygun viskoziteye kadar eritilir. Ardından erimiş polimer besleme ünitesine itilerek hızla üflenerek sıcak hava eşliğinde toplayıcıya püskürtülürler. Püskürtülen eriyiğe dışarıdan soğuk hava üflenerek fiberlerin kuruması sağlanır. Böylece kuru fiberler toplama ünitesinde biriktirilir (Dutton vd. 2008). Şekil 2.9.'da eriyik püskürtme yöntemi ile fiber üretimi gösterilmektedir.



Şekil 2.9. Eriyik püskürtme yöntemiyle fiber üretimi (Balcı 2006)

Çözücü gerektirmeyen kolay, hızlı ve ekonomik bir yöntemdir ancak bu yöntemle üretilen fiberlerin çapları kalın ve fiber yapıları düzensizdir ve bu sebeple mukavemet değerleri düşüktür (Dutton vd. 2008).

2.3. Elektrospinning Yöntemi

Elektrospinning yöntemine dair ilk adımlar 1600'lü yıllarda William Gilber isimli bilim insanı tarafından atılmıştır. William Gilber, elektro-manyetizma çalışmaları esnasında bir su damlacığının hareketlenerek koni biçimini aldığını keşfetmiştir (Dasdemir 2006). Sonraları İngiliz Fizikçi Lord Rayleigh, elektrik yüklü damlacıkların elektrik alandaki hareketleri üzerine çalışırken, elektrik alandaki kuvvetin damlacığın yüzey gerilimini aşması halinde jetler halinde yayılabildiğini keşfetmiştir (Rayleigh 1884). Bilim dünyasındaki bu keşifler elektrospinning yönteminin ortaya çıkmasında birer basamak olmuştur.

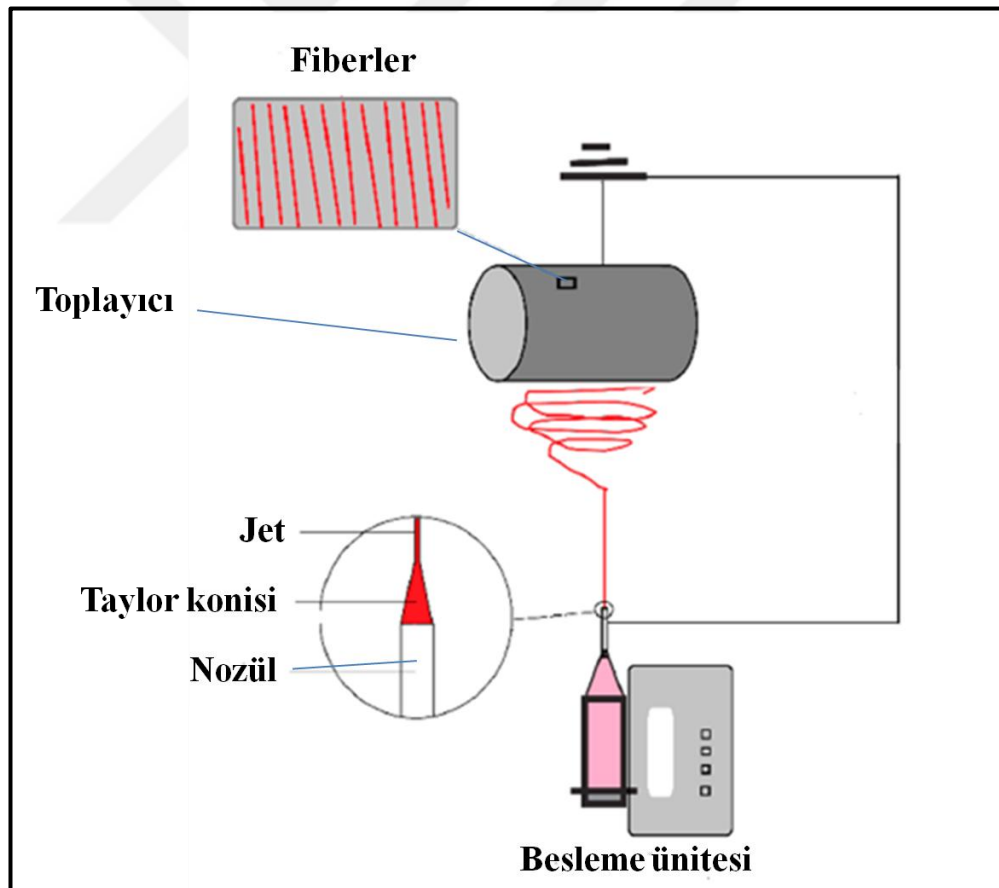
Elektrospinning tekniğini ilk kez tasarlayan ise Anthon Formhals'dır. Formhals 1934 yılında kurduğu bir düzeneğe selüloz asetat ile çalışarak fiber üretmiştir (Formhals 1934). Formhals'ın çalışmalarının devamı olarak 1964 yılında Taylor, elektrospinning yönteminde koni oluşumunu gerekli yüzey gerilimi ve voltaj değerlerine bağlı matematiksel formülasyonlarla ifade etmiş ve bu koniye 'Taylor konisi' adı verilmiştir (Kozanoğlu 2006).

1971 yılında Baumgarten ve ekibi tarafından ilk kez akrilik polimerden mikron altı fiber çekimi gerçekleştirilmiştir. Bu tarih itibari ile tasarlanan elektrospinning düzeneğinin çalışma parametreleri değiştiğinde fiber yapılarında da değişiklikler meydana geldiği keşfedilmiştir (Baumgarten 1971). Benzer şekilde 1978 yılında Simm, elektrospinning işlemi için hazırlanan çözeltinin lif kalınlığına etki ettiğini gözlemlemiş ve elektrospinning yöntemini kullanarak ilk kez polistren fiberleriyle filtre üretmiştir (Mohan 2003). 1982 yılında ise Bornat, elektrospinning yöntemiyle ürettiği fiberleri bir silindirik tüp üzerinde biriktirerek tüp şeklinde fiber ağı elde etmiştir. Bu ağların yapay kan

damarı yada yapay idrar kanalı gibi tıbbi uygulamalarda kullanılabileceğini ifade etmiştir ve bu çalışmasıyla patent almıştır (Bornat 1982).

1934'ten 1993 yılına kadar bu yöntemin ismi elektro eğirme olarak ifade edilmiş olup bu dönem arasında az sayıda yayın ve çalışma bulunmaktadır. 1993 yılında Reneker ve Doshi, suda çözünen polimerler, biyopolimerler ve kristallenebilir polimerler ile çalışarak elektrosinning yöntemiyle fiber elde etmişlerdir. Bu çalışmalarıyla birlikte çeşitli organik polimerlerin elektrosinning yönteminde kullanılabildiği görülmüş ve konuyla ilgili yapılan çalışma ve yayınlar artarak elektrosinning yönteminin popüler bir yöntem haline gelmesini sağlamışlardır (Doshi vd. 1993).

Elektrosinning yöntemi maliyet gerektirmeyen ucuz bir yöntemdir. Diğer yöntemlerden farklı olarak bir boyutlu (1D) nanoyapıların istenilen uzunlukta ve kolayca biriktirilebilmesini sağlar. Fiber üretim hızı oldukça yüksektir ve fiber üretimi sırasında fiber çapının kontrolü mümkündür. Bu yöntemle üretilen fiberler oldukça karmaşık yüzeylere kaplanabilir. Çok çeşitli polimere uygulanabilen bu yöntem ile üretilen fiberler nano boyuttadır ve yüksek yüzey alanına sahiptirler. Bu sayede çeşitli modifikasyonlara imkân sağlarlar (Esfahani vd. 2017).



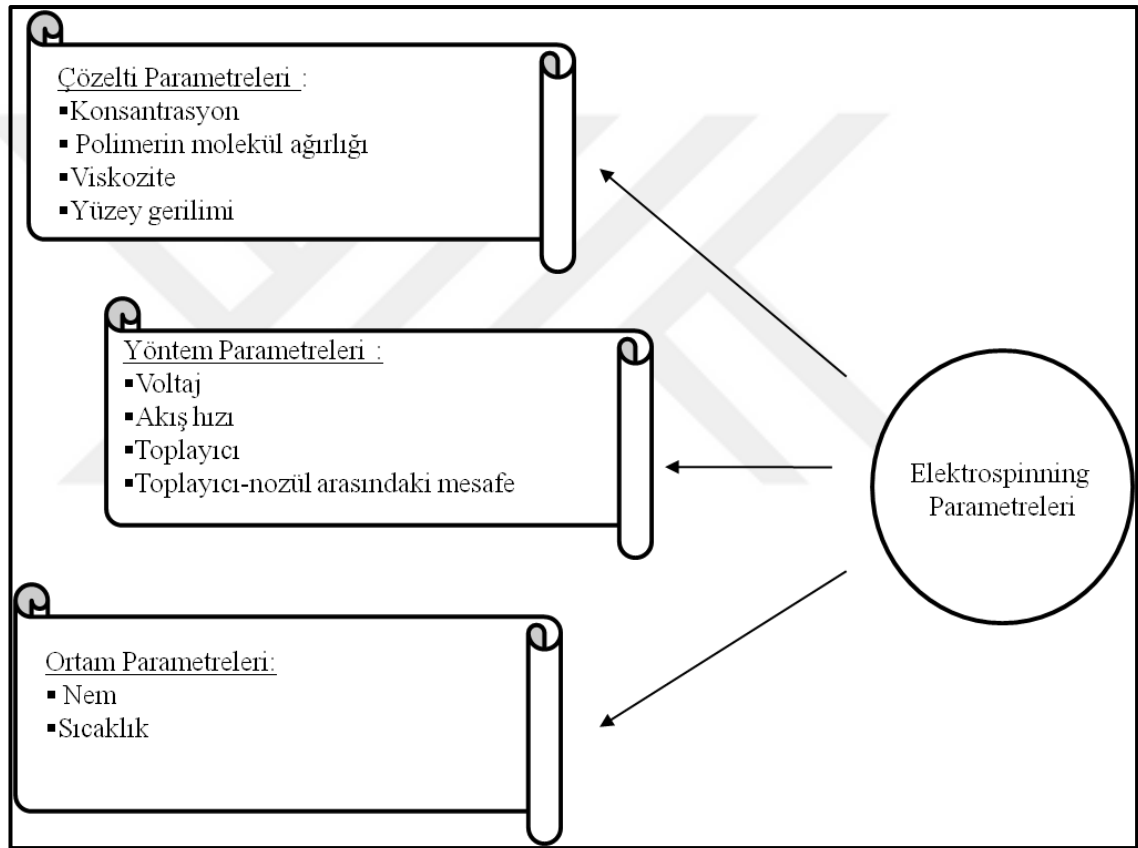
Şekil 2.10. Elektrosinning yöntemi ile fiber üretimi (Esfahani vd. 2017).

Şekil 2.10.'da gösterildiği gibi elektrosinning yönteminde kullanılacak çözelti besleme ünitesine konularak şırınga yardımıyla nozüle doğru pompalanır. Pompalandığı

sırada polimer çözeltisi elektrik alana maruz bırakılır ve çözelti elektrik yüklenir. Nozül ucunda biriken elektrik yüklü çözelti Taylor konisi oluşturur. Uygulanan elektrostatik kuvvet, taylor konisi şeklinde biriken polimer damlacıklarının yüzey gerilimini aştığında damlacık hareketlenir ve koninin ucundan toplayıcıya doğru gergin jetler oluşturur. Döner silindire doğru incelenerek ulaşan çözeltiden çözücünün uzaklaşmasıyla beraber silindir üzerinde kuru fiberler birikmiş olur (Li ve Xia 2004). Bu yöntemle üretilen fiberler parametre değişimine bağlı olarak farklılık gösterir.

2.3.1.Elektrospinning parametreleri

Elektrospinning yöntemini etkileyen parametreler 3 ana başlık altında incelenerek Şekil 2.11.'de şematize edilmiştir.



Şekil 2.11. Elektrospinning yöntemini etkileyen parametreler

2.3.1.1. Çözelti parametreleri

- **Konsantrasyon**

Elektrospinning yöntemi için hazırlanan çözeltinin konsantrasyonu fiber yapılarının değişmesinde önemli rol oynamaktadır. Çözelti hazırlanırken 4 kritik nokta göz önünde bulunmalıdır.

- Konsantrasyon çok düşük olduğunda fiber yapısı oluşmaz. Bunun yerine nano boyutta partiküllerden oluşan ince film yapılar görülür (Deitzel vd. 2001).

- Konsantrasyon biraz yüksek olduğunda boncuklanmış fiber yapıları görülür (Lee vd. 2003; Eda ve Shvimakur 2007).
- Konsantrasyon uygun olduğunda düzgün fiberler elde edilebilir (Lee vd. 2003; Eda ve Shvimakur 2007).
- Konsantrasyon çok yüksekse fiber yapısı görülmez. Bunun yerine "mikroribon" denilen topaklanmış yapılar oluşur (Yang vd. 2004).

- **Moleküler ağırlık**

Elektrospinning yöntemi ile fiber üretmek için çözelti hazırlanırken kullanılan polimerin molekül ağırlığı fiber oluşumunda etki sahibidir. Polimerin molekül ağırlığı arttıkça yapısında bulunan uzun polimer zincirleri çözeltinin viskozitesine etki eder. Çözeltide kullanılan polimerin molekül ağırlığı arttıkça fiber yapısında boncuklanma kalmaz, pürüzsüzleşir. Ancak gereğinden fazla yüksek molekül ağırlıklı bir polimer kullanıldığı zaman artan viskozitenin beraberinde mikro şeritli yapılar oluşur (Koski vd. 2004).

- **Viskozite**

Elektrospinning yöntemi için hazırlanan çözeltilerde viskozite önemli bir özelliktir. Çözeltinin elektrospinning yöntemine uygun viskozitede hazırlanması gerekir. Düşük viskoziteye sahip çözeltilerde fiber oluşumu gözlenmezken yüksek viskoziteye sahip çözeltilerin nozül ucundan püskürdüğü ya da çok sert jetler oluşturduğu görülmüştür (Larrondo ve St Jhon Manley 1981; Sukigara vd. 2003).

- **Yüzey Gerilimi**

Elektrospinning yönteminde pompalama ünitesinden nozüle doğru itilen çözelti nozül ucunda birikerek koni şeklini alır. Koni şeklindeki damlacık, maruz bırakıldığı elektrik alandan etkilenecek hareketlenir. Bu sayede koninin uç kısmı incelmeye başlar ve yukarıya doğru jet oluşturur. Bu çalışma prensibine dayanarak, pompalama ünitesine yerleştirilen çözeltinin iletken olması gerekmektedir. Aksi takdirde çözelti, cihazın sağladığı elektrik alandan etkilenmez ve jet oluşturamaz. Literatür bilgileri incelendiğinde çözeltiyi iletken hale getirmek için içerisine yüzey aktif madde eklendiği görülmüştür. Yüzey aktif madde, çözücünün yüzey gerilimini ani olarak düşürerek jet oluşumunu kolaylaştırır ve elektrolit gibi davranarak çözeltinin iletkenliğini artırır (Ferri vd. 2000; Çeltikli 2013).

Yüzey gerilimi elektrospinning yöntemi için kritik bir faktör olarak görülmektedir. Bu yöntemle fiber üretebilmek için hazırlanan çözeltinin yüzey gerilimini aşım hareketlenebilmesi gerekmektedir. 2004 yılında Wang ve arkadaşları çözeltide kullanılan çözücü çeşidinin yüzey gerilimini etkilediğini düşünerek, PVP barındıran bir sistemde farklı çözücü kullanımının yüzey gerilimi üzerine olan etkisini incelemişlerdir. Çözelti konsantrasyonu sabit tutularak hazırlanan PVP çözeltileri sırasıyla etanol, DMF ve metilen klorürde çözülerek oluşturulmuştur. PVP-etanol çözeltisinin yüzey gerilimi 29,3 cP, PVP-metilen klorür çözeltisinin yüzey gerilimi 38,7 cP ve PVP-DMF çözeltisinin yüzey gerilimi 47,1 cP ölçülmüştür. Etanolla hazırlanan çözeltiye ait fiber yapıları 100-625 nm çapında ve pürüzsüz yapılar olduğu görülürken, metilen klorür ile hazırlanan çözeltiye ait fiberlerde boncuklanmalar görülmüştür. DMF

ile hazırlanan çözeltiye ait fiber görüntülerinde ise küre benzeri yapılar görülmüştür. Bu çalışmanın sonucunda çözeltinin yüzey geriliminin düşürülmesi boncuksu yapılar barındıran fiberlerin pürüzsüzleşmesine katkıda bulunduğu kanıtlanmıştır (Yang vd. 2004).

2.3.1.2. Yöntem parametreleri

- **Voltaj**

Elektrospinning yönteminde uygulanan gerilim (voltaj) fiber yapısına etki eden bir faktördür. Voltaj eşik değerinden biraz yüksek tutulduğunda taylor konisinden çıkan yüklü jetler üzerinde itici bir etki oluşturur ve böylece jetler hareketlenerek toplayıcıya (silindir) doğru yönelir. Eşik değerinden düşük voltaj uygulanır ise jetlerde hareketlenme görülmez (Reneker ve Chun 1996). Bununla birlikte eğer çözeltiye uygulanan voltaj yüksekse büyük çaplı fiberler elde edilir (Zang vd. 2005). Ayrıca eşik değerinin çok üstünde uygulanan voltajlarda fiber yapılarında boncuklanma görülebilmektedir (Buchko vd. 1999; Demir vd. 2002).

- **Akış Hızı**

Elektrospinning parametrelerinden bir diğeri şırınga içerisindeki çözeltinin pompalama ünitesinden nozüle doğru akış hızıdır. Düşük akış hızı kullanıldığında polimer çözeltisinin yüklü hale gelebilmesi için yeterli zaman doğacaktır. Akış hızı yüksek kullanıldığında ise polimer çözeltisi tam yüklü hale gelemediğinden daha kalın çaplı boncuklanma görülen fiber yapıları meydana gelmektedir (Buchko vd. 1999).

- **Toplayıcı**

Toplayıcı, elektrospinning yöntemi toplayıcı oluşan fiberlerin biriktiği tabakayı ifade etmektedir. Genellikle Al folyo, silindir şeklinde dönen toplayıcının etrafına sarılır ve üretilen fiberlerin Al folyo üzerine birikmesi sağlanır. Ancak fiberlerin bir yerden diğerine aktarılması zor bir işlemdir. Bu sebeple toplayıcı üzerine tel örgü, paralel ve ızgaralı çubuklar ya da uygulamaya göre benzer yapılar takılabilir (Xu vd. 2004; Wang vd. 2005).

- **Toplayıcı- Nozül Arasındaki Mesafe**

Elektrospinning yönteminde toplayıcı ve nozül arasındaki mesafenin fiber morfolojisi üzerine doğrudan etkisi vardır. Eğer toplayıcı ve nozül arasındaki mesafe çok kısa tutulursa fiberin toplayıcıya vardiktan sonra kurumak için çok zamanı kalmayacağından kalın ve birbirine yapışmış fiber görüntüleri elde edilebilir. Bu sebeple genellikle uzun mesafeler tercih edilse de, toplayıcı ve nozül arasındaki mesafe çok uzun tutulur ise bu kez fiber yapılarında boncuklanma görülebilir. Bu mesafe kullanılan çözelti için optimum değerde ayarlanmalıdır (Yuan vd. 2004; Ki vd. 2005).

2.3.1.3. Ortam parametreleri

Nem ve sıcaklık gibi ortam parametreleri fiber morfolojisi üzerinde etkileyici rol oynayabilir. Ortam koşullarında eğer sıcaklık bir miktar artmış ise daha ince çapta

fiberler elde edilebilir (Mit-uppatham vd. 2004). Ortamdaki nem değişiminde ise nem düştükçe daha kuru fiberler elde edilirken nemin yükselmesi daha kalın çapta fiberlerin elde edilmesine yol açar (Casper vd. 2004).

Tez çalışması kapsamında B_2O_3 ve B_4C kimyasal bileşimine sahip nanofiber sentezi gerçekleştirilmiştir. Nanofiber sentezi ile bor bileşiklerinin kendi doğasından gelen avantajlardan faydalanılarak fiber morfolojisinin sağladığı imkanlar doğrultusunda bor oksit ve bor karbür takviyeli fiber-kompozitler incelenmiştir.

2.4. Bor ve Özellikleri

Bor elementi periyodik cetvelde 3A grubunda yer alan, kimyasal sembolü "B" olarak gösterilen, atom numarası 5 ve atom kütlesi 10,81olan bir yarı metaldir. Yoğunluğu $2,84 \text{ g/cm}^3$, erime noktası 2200°C , kaynama noktası ise 3660°C 'dir. Yarı iletken özelliğe sahip olan bu element dünyada topraklarda, kayalarda ve yer altı sularında bulunmaktadır (Demir 2006).

Dünyanın en büyük bor minerali yatakları, eski volkanik faaliyet alanlarında ortaya çıkmaktadır. Bu alanlarda en hızlı kristalleşen ve yaygın olarak görülen primer mineral üleksittir (Greenwood ve Earnshaw 1984). Üleksitle birlikte 200 den fazla bilinen bor minerali olması rağmen bunlardan yalnızca 15 tanesi ticari öneme sahiptir. Bu minerallerden bazıları tinkal, kolemanit, kernit, pandemit, probertit, hidroborasit ve borakstır (Kalafatoğlu ve Örs 2016).

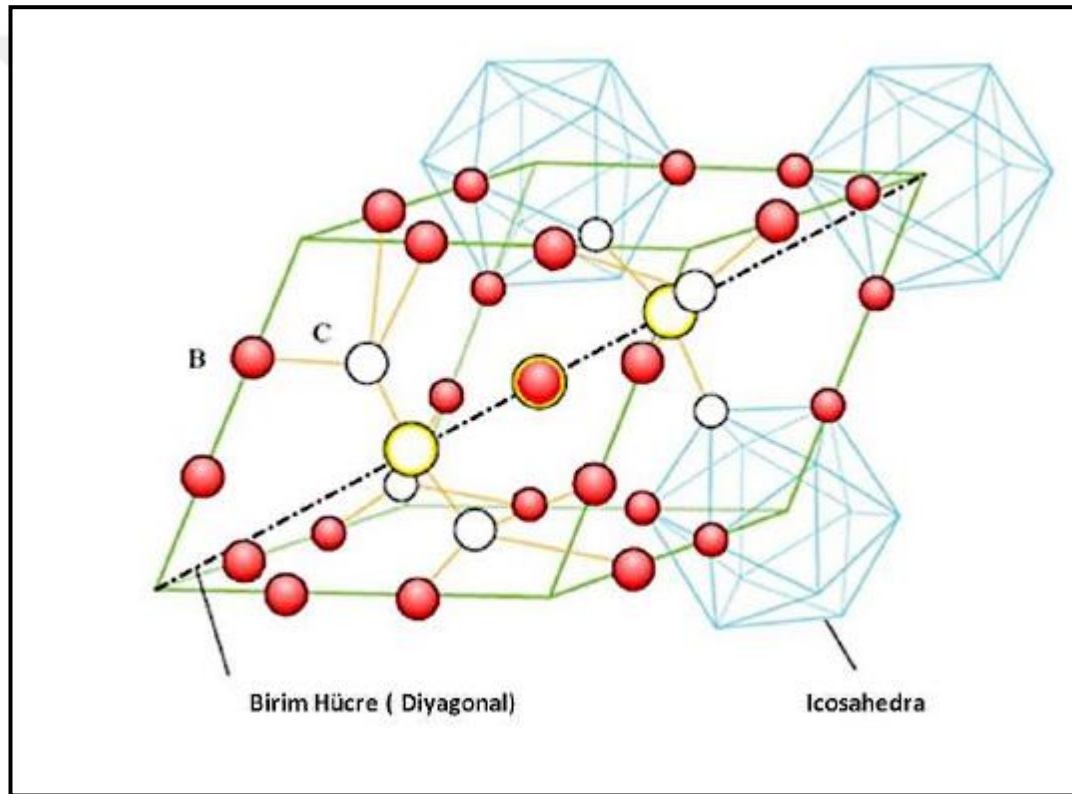
Bor minerallerinin tarih boyu merak konusunu olması, bilim adamlarını bor minerallerini araştırmaya sevk etmiştir. Kayda geçen en eski araştırma 1808 yılında H. Davy, J. L. Gay Lussac ve L. J. Thenard tarafından yapılmıştır. Davy, Gay Lussac ve Thenard bor minerallerini saflaştırma çalışmaları yapmışlar ancak yüksek saflıkta bor elde edememişlerdir. 1892'de H. Moissan'ın yürüttüğü çalışmada ilk kez %95-98 saflıkta bor elde edilebilmiştir. Bu tarih itibarıyla borun özellikleri aydınlatılmış ve bor elementi zamanla endüstriyel alanda yer bularak başlıca borik asit, bor oksitler, boratlar, bor esterler, bor halojenürler, borürler vb. bor içeren kimyasal maddeler üretilmiştir (Greenwood ve Earnshaw 1984).

1900'lü yıllardan bu yana hızla gelişen teknoloji ile üretim tekniklerinde yaşanan gelişmeler bor ve bor bileşiklerinin endüstride nanoteknoloji düzeyinde yapılan çalışmalarda yerini almasını sağlamıştır. Bor elementinin bileşiklerinde fiber yapıcı özelliğe sahip olması, bor bileşiklerinin bir boyutlu (1D) formda üretilmesine imkan sağlamakta ve malzemelere uygulanabilirliğini arttırmaktadır. Günümüzde amorf bor, kristal bor, bor oksit, bor karbür, hegzagonal bor nitrür ve kübik bor nitrür bileşikleriyle ileri teknoloji uygulamaları yapılmaktadır. Endüstride bu tür ileri teknoloji gerektiren uygulamalara yönelik özel üretim teknikleri kullanılmaktadır. Yaygın üretim teknikleri ise tarım, ilaç, cam ve seramik sanayinde kullanılmaktadır. Otomobillerde, roketlerde, nükleer reaktörlerin kontrol çubuklarında bor bileşikleri ve borun doğal olarak oluşan izotoplarından faydalanılır. Öte yandan bor elementinin doğasından gelen yüksek mukavemetli ve hafif oluşu gibi özellikleri sayesinde savunma sanayi, uzay ve havacılık uygulamalarında özellikle tercih edilen bir elementtir (Demirsar 2007).

2.4.1. Bor karbür (B_4C)

Bor karbür bileşiği 1800'lü yılların sonlarına doğru keşfedilen geniş faz aralığına sahip bir bileşiktir. Bu bileşiğe ait B_3C ve B_6C fazları Joly ve Moisan isimli bilim insanları tarafından keşfedilirken, B_4C fazı ilk kez 1934'te Ridgway tarafından keşfedilmiştir (Thevenot 1990; Conde vd. 2000).

Genellikle 4 bor ve 1 C atomunun oluşturduğu stokiyometrik oranla bilinen B_4C fazı rhombohedral yapıya sahiptir ve bor-karbon sistemleri arasındaki en kararlı bileşiktir (He vd. 2007). Bu yapının temel modeli ise $B_{12}C_3$ stokiyometrisine dayanır (Thevenot 1990). B_4C fazının rhombohedral yapısı, Şekil 2.12'de görüldüğü gibi C-B-C zincirinden oluşan bir ana diyagonal boyunca uzanmakta ve $B_{11}C$ ikosahedra kümelerinin doğrudan kovalent bağlarla bu zincire bağlanmasıyla bir kafes yapısı oluşturmaktadır (Conde vd. 2000).



Şekil 2.12. Bor karbürün rhombohedral yapısı (Alkan 2008)

Bor karbür kristalini meydana getiren rhombohedral dizilime göre, 8 köşede 12 atomlu ikosahedra kümeleri, hacim eksenı boyunca devam eden üçlü atom zinciri ile birlikte toplamda 15 atomlu bir hücre yapısı mevcuttur. Hücre yapısı içinde her bir karbon atomu en az 4 bor atomuyla bağ yapmıştır (Akarsu 2009).

Bor karbür genellikle yüksek sertliğe, düşük yoğunluğa ve yüksek erime noktasına sahip, kimyasal olarak inertlik gösteren bir maddedir (He vd. 2007). Sertliğinden dolayı balistik uygulamalarda, zırhlarda ve sert kaplamalarda kullanılır (Herth vd. 2006). Sertlik değeri Mohs ölçeğinde 9,3'tür (Velamakanni vd. 2009). Sahip

olduğu özellikler bor karbürün tek başına yada hibrit malzeme olarak endüstriyel alanda uygulanabilirliğini arttırmaktadır. Bu sebeple endüstriyel ölçeklerde bor karbür üretimi gelecek vaat eden ve üzerinde hala çalışılan bir konudur.

B₄C sentezi için kullanılabilecek pek çok geleneksel yöntem bulunmaktadır. Bu yöntemler genellikle bor oksit ve karbon karışımlarını çok yüksek sıcaklıklarda kalsine etmekten geçer (He vd. 2007). Örneğin karbotermal indirgeme yöntemi kullanılarak yapılan bor karbür üretiminde 1500-2500 °C sıcaklıkta endotermik bir reaksiyon gerçekleşir ve yüksek miktarda karbon monoksit gazı ortaya çıkar (Aktop 2010).

Magnezyotermal indirgeme yönteminde ise 1000-1800 °C sıcaklığa çıkılarak ekzotermik bir reaksiyon gerçekleşir (Aktop 2010). Bu yöntemlerin yanında elementlerinden sentezleme, buhar faz reaksiyonları ve sıvı faz reaksiyonları gibi yöntemler bu güne kadar endüstriyel alanda kullanılan ancak maliyet ve enerji gerektiren yöntemlerdir (Suri vd. 2010).

Son yıllarda bu yöntemlere bir alternatif olarak düşük sıcaklıkta bor karbür elde edilebilen polimer-öncü bileşimlerine ilgi gösterilmiştir. Literatürde bu bileşimlere örnek olarak trifenilboranlar, karboranlar, polivinil pentaboranlar ve borazinlerin kullanıldığından bahsedilmektedir (Suri vd. 2010).

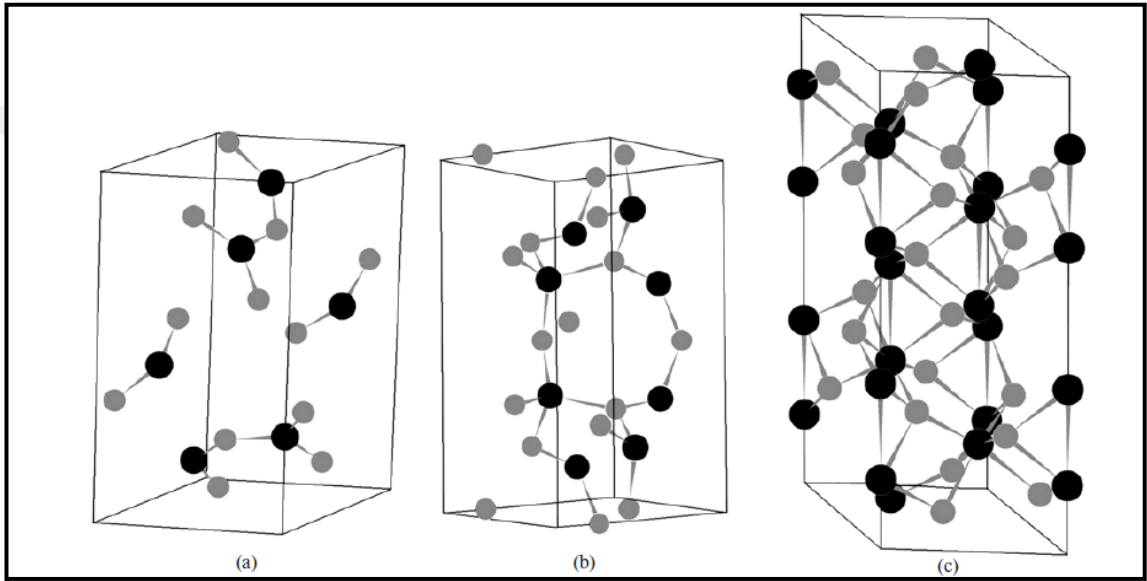
Tez çalışmasında polimer-öncü bileşimi hazırlanarak elektrospinning yöntemi ile bor karbür fiberleri sentezlenmiştir. Bor karbürün fiber morfolojisinde sentezlenmesi, üzerinde çalışılan ve geliştirilmeye açık ve bir yöntemdir.

2.4.2. Bor oksit (B₂O₃)

Bor bileşikleri arasında ticari öneme sahip olan tek oksit bor oksittir (Demirsar 2007). Endüstride daha çok cam üretiminde kullanılan bor oksit bunun yanında seramik üretiminde, optik malzemelerde, sırlarda, düşük ısıl genleşme gerektiren (emaye vb.) malzemelerin imalatında, tarım ilaçlarında, deterjanlarda ve ağartıcılarda kullanılmaktadır. B₂O₃ kullanılarak üretilen camlarda %77 oranında üretim payı cam fiberlere aittir. Bu oranın %54'ü yalıtım için üretilen cam fiberler, %23'ü tekstil için üretilen cam fiberlerden oluşmaktadır (Woods 1994).

Bor oksit, cam oluşturuucu özelliği sayesinde büyük ilgi görmekte ve bu konuda SiO₂'den daha başarılı olduğu söylenmektedir. SiO₂ gibi cam oluşturuucu bileşiklerin yapıları genel olarak tetrahedral birimlerden oluşurken, B₂O₃'i farklı ve ilgi çekici kılan, yapısının BO₃ üniteleri halinde düzlem üçgenlerden oluşmasıdır. Bu durumun camın optik özelliklerini olumlu yönde etkilediği belirtilmektedir (Trachenko vd. 2008). Bununla beraber B₂O₃ yapısında henüz aydınlatılmamış polimorfların olduğu söylenmektedir. Bu polimorflar aynı kompozisyonların farklı kristal fazlar oluşturmasıyla dikkat çekmiştir. Yapısal bütünlükleri tanımlanmış olsa da meydana gelen konformasyonların düşük gerilme enerjili farklı yarı kararlı haller oluşturduğu görülmüştür. B₂O₃ yapısının, yer değiştirebilen eşit enerjili düzensiz yapılar oluşturma davranışına B₂O₃ anomalisi (aykırılığı) denmektedir. B₂O₃ anomalisi sebebiyle meydana gelen polimorfların sayısı ve yapı içerisinde bulunma yüzdesi henüz bilinmemektedir (Ferlat vd. 2012). Öte yandan B₂O₃'ün moleküler yapıları arasından 1937 yılına kadar sadece amorf (camsı) yapısı bilinirken, 1938'de Kracek, Morey ve

Mervin isimli bilim adamları tarafından ilk kez B_2O_3 'ün kristal formu sentezlenmiştir. Düşük basınç altında (ortam basıncında) metaborik asitin dehidrasyonu ile elde edilen kristal faz " $\alpha\text{-}B_2O_3$ " olarak isimlendirilmiştir (Mukhanov vd. 1961; Gurr vd. 1970). Yapısında BO_3 tipi düzlem üçgenler mevcuttur ancak 6 atomlu boroksol halkası oluşturmak için düşük eğilim göstermektedir (Alderman vd. 2015). 1961 Yılında Mackenzi ve Claussen farklı sıcaklık ve basınçlar altında bor oksit sentezi gerçekleştirerek $\beta\text{-}B_2O_3$ yapısını elde etmişlerdir. Yüksek basınçta meydana gelen kristal faz yapısında tetragonal BO_4 birimlerden oluşmaktadır boroksol halkası oluşturmak için yüksek eğilim göstermektedir. (Gurr vd. 1970) $\gamma\text{-}B_2O_3$ fazı ise amorf özellik göstererek düzensizce istiflenmiş BO_3 birimlerin oluşmaktadır. Halka oluşumu söz konusu değildir. (Greenwood ve Earnshaw 1984; Mukhanov vd. 1961). Şekil 2.13.'te B_2O_3 'ün kristal ve amorf yapıları gösterilmektedir.



Şekil 2.13. (a) $\alpha\text{-}B_2O_3$; (b) $\beta\text{-}B_2O_3$; (c) $\gamma\text{-}B_2O_3$ (Mukhanov vd. 1961) (Siyah noktalar bor, gri noktalar oksijen atomlarını göstermektedir.)

Bor oksit kristalleri sentezlenirken sıcaklık kademeli olarak düşürüldüğünde moleküller kendilerini bir ağ oluşumuna yönlendirmeye başlarlar. Düzlemsel BO_3 gruplarından oluşan bu tür ağlar ya iki boyutta ya da üç boyutla uzanır. Trigonal olarak bağlanmış BO_3 gruplarına hem kristal formda hem de cam formunda rastlanmaktadır (Maranas vd. 2001).

B_2O_3 bileşiği literatürde yaygın olarak toz formunda sentezlenmekte ve kompozitler üzerindeki etkisi araştırılmaktadır (Herth vd. 2006). Pedzich ve arkadaşları (2011) farklı oranlardaki B_2O_3 bileşimine sahip $CaO\text{-}B_2O_3\text{-}SiO_2$ camlarından ürettikleri silikon bazlı kompozitlerin mekanik değerlerini incelemişlerdir. Kompozitlere basma testi uyguladıklarında takviye malzemesindeki B_2O_3 miktarının kompozit malzemenin mekanik dayanımını arttırdığını görmüşlerdir. Bununla birlikte kullandıkları cam bileşiminde B_2O_3 oranı arttıkça seramik malzemede daha küçük gözenek çapları oluştuğunu görmüşler ve bunun mekanik dayanımı etkilediğini söylemişlerdir.

Tez çalışmasında ise elektrospinning yöntemi ile bor oksit bileşği fiber formunda sentezlenerek, akrilat yapısına sahip matris ile bir araya getirilmiştir. Elde edilen B_2O_3 fiber takviyeli kompozitlerin mekanik dayanımı incelenmiştir. Aynı koşullarda toz morfolojisine sahip B_2O_3 kullanılarak hazırlanan kompozitler ile mekanik değerleri kıyaslanmıştır.



3. MATERYAL VE METOT

3.1. Materyal

Tez kapsamında çalışmada kullanılan kimyasallar ve özellikleri Çizelge 3.1.'de gösterilmektedir. Kullanılan kimyasal maddeler ticari olarak satın alındıkları molekül ağırlığı ve saflık oranlarına sahiptir.

Çizelge 3.1. Çalışmada kullanılan kimyasallar ve özellikleri

Kullanılan kimyasallar	Marka	% Saflık	Molekül ağırlığı (g/mol)	Kullanım Amacı
<u>Borik asit</u>	Merck	99,5	61,830	Bor kaynağı
<u>Bor oksit</u>	Sigma Aldrich	99,9	69,620	Partikül
<u>Bor karbür</u>	Boroptik	≥94	55,255	Partikül
<u>Etanol</u>	Merck	99,9	46,070	Çözücü
<u>Metanol</u>	Merck	99,9	32,040	Çözücü
<u>Aseton</u>	Merck	≥99,8	58,080	Çözücü
<u>Asetonitril</u>	Merck	≥99,9	41,050	Çözücü
<u>İzopropil alkol</u>	Merck	≥99,8	60,100	Çözücü
<u>DMF</u>	abcr	≥99,8	80,140	Çözücü
<u>DMSO</u>	Sigma Aldrich	≥99,5	78,129	Çözücü
<u>THF</u>	Sigma Aldrich	≥99,5	72,110	Çözücü
<u>N-Hekzan</u>	Merck	≥95	86,180	Çözücü
<u>PVP360</u>	abcr	-	360.000	Taşıyıcı polimer
<u>PVP130</u>	abcr	-	1.300.000	Taşıyıcı polimer
<u>PVA98</u>	abcr	-	89.000-98.000	Taşıyıcı polimer
<u>PVA130</u>	abcr	-	130.000	Taşıyıcı polimer
<u>PVA186</u>	abcr	-	146.000-186.000	Taşıyıcı polimer
<u>MPTS</u>	Sigma Aldrich	98	248,35	Modifikatör

(Devamı Arkada)

Çizelge 3.1.'in devamı

Kullanılan kimyasallar	Marka	% Saflık	Molekül ağırlığı (g/mol)	Kullanım Amacı
<u>SDS</u>	Sigma Aldrich	≥90	288,380	Anyonik yüzey aktif madde
<u>CTAB</u>	Alfa Aesar	98	364,450	Kasyonik yüzey aktif madde
<u>Triton-X</u>	Sigma Aldrich	-	625,00	Noniyonik yüzey aktif madde
<u>Bis-GMA</u>	Esschem	≥85	512,599	Monomer
<u>DUDMA</u>	Esschem	≥92	470,563	Monomer
<u>TEGDMA</u>	Esschem	≥92	286,324	Çapraz bağlayıcı
<u>Benzoil peroksit</u>	Merck	98	242,23	Termal radikalik başlatıcı

Tez kapsamında çalışmada kullanılan cihazlar ve kullanım amaçları Çizelge 3.2.'de gösterilmektedir.

Çizelge 3.2. Tez kapsamında kullanılan cihazlar ve özellikleri

Kullanılan cihazlar	Marka ve modeli	Kullanım amacı	Çalışılan birim
Elektrospinning cihazı	Invenso NE 300	Nanofiber üretimi	Akdeniz Üniversitesi Fen Fakültesi Kimya Bölümü
FT-IR cihazı	Bruker Tensor 27	Karakterizasyon	Akdeniz Üniversitesi Fen Fakültesi Kimya Bölümü
Kül fırını	Protherm HLF50	Kalsinasyon	Akdeniz Üniversitesi Fen Fakültesi Kimya Bölümü
Universal test cihazı	Shimadzu Autograph AGS-X	Mekanik test	Akdeniz Üniversitesi Malzeme Bilimi ve Mühendisliği
Yüksek çözünürlüklü mikroskop	Leica DM750P	Karakterizasyon	Akdeniz Üniversitesi Malzeme Bilimi ve Mühendisliği
Yatay fırın	Lenton tek fazlı 5060 watt	Kalsinasyon	Akdeniz Üniversitesi Fen Fakültesi Kimya Bölümü
TGA cihazı	STA-8000 Perkin Elmer	Termal gravimetrik analiz	Akdeniz Üniversitesi Malzeme Bilimi ve Mühendisliği

Bu çalışmada SEM ve XRD cihazları kullanılarak yapılan karakterizasyon testleri İnönü Üniversitesi Bilimsel ve Teknik Araştırma Merkezi birimine hizmet alımı karşılığında yaptırılmıştır.

3.2. Metot

3.2.1. Elektrosinning yöntemi ile fiber üretimi

Tez çalışması kapsamında elektrosinning yöntemi kullanılarak fiber üretimi gerçekleştirilmiştir. Fiber yapısının elde edilebilmesi için çözücü, taşıyıcı polimer ve yüzey aktif madde miktarları çalışılarak optimum oranlar belirlenmiş ve bu doğrultuda çözelti hazırlama işlemi yapılmıştır. Kullanılan oranlara bağlı olarak hazırlanan çözeltilerden sürekli ve pürüzsüz fiber yapısı elde edilmeye çalışılmıştır.

3.2.1.1. Elektrosinning yöntemi için çözücü seçimi

Elektrosinning cihazı ile fiber üretim işlemi oda koşullarında gerçekleştirilmiştir. Bu nedenle fiber çekimi için hazırlanan çözeltinin oda koşullarında değişmemesine ve kullanılabilir olmasına dikkat edilmiştir. Çözelti hazırlama işleminde kullanılan çözücüler ve özellikleri Çizelge 3.3'te gösterilmektedir.

Çizelge 3.3. Elektrosinning yöntemi için kullanılan çözücüler ve kimyasal özellikleri

Çözücü	Kısaltma	Polarite İndeksi	Dielektrik Sabiti (20/25°C)	Buhar Basıncı (mbar)	Kaynama Noktası (°C)
<u>Saf su</u>	H ₂ O	9,0	80,6	23,0	100
<u>Metanol</u>	CH ₃ OH	6,6	32,6	128	65,0
<u>Etanol</u>	C ₂ H ₅ OH	5,2	24,3	59,0	78,5
<u>Tetrahidrofur</u>	THF	4,2	7,40	200	66,0
<u>Aseton</u>	AC	5,4	20,7	240	56,2
<u>Asetonitril</u>	ACN	6,2	18,3	97,0	81,6
<u>İzopropil alkol</u>	İPA	4,3	37,5	43,0	82,4
<u>Diklorometan</u>	CH ₂ Cl ₂	3,4	9,10	453	40,0
<u>Dimetilformamit</u>	DMF	6,4	36,7	3,50	153
<u>Dimetil sülfoksit</u>	DMSO	7,2	46,7	0,60	189

Çizelge 3.3.'te görülen çözücüler polarite indeksi, dielektrik sabiti, buhar basıncı ve kaynama noktası gibi özellikler göz önünde bulundurularak seçilmiştir. Bor kaynağı

olarak kullanılan H_3BO_3 miktarı ağırlıkça %3,5 oranında sabit tutularak Çizelge 3.3'te görülen çözücüler ile 10 farklı çözelti hazırlanmıştır. Hazırlanan borik asit çözeltileri arasında H_2O , CH_3OH , C_2H_5OH ve DMSO dışındakiler borik asidin oda sıcaklığında çözünmesi için yeterli olmamış ve bir kısım katı H_3BO_3 çözelti içerisinde çözünmeden kalmıştır. Bu nedenle diğer çözücüler elenmiş ve çalışmaya H_2O , CH_3OH , C_2H_5OH ve DMSO çözücülerini kullanılarak devam edilmiştir.

Çalışmanın ikinci kısmında sırasıyla H_2O , CH_3OH , C_2H_5OH ve DMSO kullanılarak 10 g ağırlıkça %3,5'lik H_3BO_3 çözeltileri ve aynı çözücüler kullanılarak 23,3 g ağırlıkça %7,5'lik PVP360 çözeltileri hazırlanmıştır. Aynı çözücü ile hazırlanan H_3BO_3 ve PVP360 çözeltileri bir araya getirilerek, toplam çözelti ağırlığının %1-%5'i olacak şekilde H_3BO_3 -PVP360 çözeltileri oluşturulmuştur. Oluşturulan çözeltiler arasından su kullanılarak hazırlanan H_3BO_3 - PVP360 çözeltisinde ani çapraz bağlanmalar meydana gelerek çözeltinin jelleştiği görülmüştür. Bu sebeple su, uygun çözücüler arasından elenmiştir. DMSO, CH_3OH ve C_2H_5OH kullanılarak hazırlanan diğer 3 çözeltide ise berrak bir görüntü elde edilmiştir ve bu 3 farklı çözelti ile çalışma devam ettirilmiştir.

Çalışmanın son kısmında CH_3OH , C_2H_5OH ve DMSO kullanılarak hazırlanan H_3BO_3 -PVP360 çözeltileri elektrospinning cihazına aktararak çalışma koşulları denenmiştir. DMSO ile hazırlanmış çözeltiden elde edilen fiberlerin uzun süre ıslak kaldığı, kuru fiber oluşmadığı ve fiber formunun bozularak akışkan hale geçtiği gözlenmiştir. DMSO iyi bir çözücü olmasına rağmen kaynama noktasının yüksek ve buhar basıncının düşük olması sebebiyle elektrospinning yöntemi için uygun bulunmamıştır. CH_3OH ve C_2H_5OH kullanılan hazırlanan çözeltilerde ise herhangi bir sorunla karşılaşılmamıştır. Ancak CH_3OH 'ün, C_2H_5OH 'e göre daha uçucu ve daha toksik olması çalışma sırasında solumaya maruz kalınmaması sebebiyle çalışmaya C_2H_5OH devam edilmesine karar verilmiştir.

3.2.1.2. Elektrospinning yöntemi için taşıyıcı polimer seçimi

Literatürdeki çalışmalar incelendiğinde elektrospinning yöntemiyle fiber üretiminde yaygın olarak kullanılan polimerlerin polivinil alkol (PVA), polivinil asetat (PVAc), polimetil metakrilat (PMMA), polilaktik asit (PLA), polipropilen (PP), poliakrilonitril (PAN) ve polivinil prolidon (PVP) olduğu görülmüş ve tez kapsamındaki çalışmalarda PVA ve PVP polimerleriyle denemeler yapılmıştır.

Elektrospinning parametreleri belirlenmeden önce yapılan çalışmalarda fiber oluşturmak için, nozül-toplayıcı arasındaki mesafe 10 cm, voltaj 22 kV ve akım 0,001 A değerlerinde sabit tutularak çalışılmıştır. Ayrıca taşıyıcı polimer oranı ağırlıkça %7,5 oranında sabit tutularak, kullanılan polimerin tür ve ortalama molekül ağırlığının etkisi incelenmiştir.

PVA kullanılarak yapılan denemelerde 89.000-98.000, 130.000 ve 146.000-186.000 olmak üzere üç farklı ortalama molekül ağırlığına sahip polimerler kullanılmıştır. Çözücü olarak C_2H_5OH kullanılarak ağırlıkça %3,5'lik H_3BO_3 çözeltileri ve 3 farklı PVA ile ağırlıkça %7,5'lik PVA çözeltileri hazırlanmıştır. H_3BO_3 çözeltileri ile PVA çözeltileri kullanılarak hazırlanan ağırlıkça %1-%5 oranına sahip H_3BO_3 -PVA

çözeltilerinde oda koşullarında kısa sürede jelleşme meydana geldiği gözlenmiş ve PVA ile çalışmaktan vazgeçilmiştir.

PVP ile yapılan denemelerde 360.000 ve 1.300.000 olmak üzere iki farklı ortalama molekül ağırlığına sahip polimerler ile çalışılmıştır. PVA ile hazırlanan çözeltilere benzer şekilde ağırlıkça %3,5'lik H_3BO_3 çözeltileri ve ağırlıkça %7,5'lik PVP çözeltileri bir araya getirilerek, ağırlıkça %1-%5 oranında sahip 2 adet H_3BO_3 -PVP çözeltisi hazırlanmıştır. Hazırlanan iki çözelti de berrak ve homojen özellik göstermiş ancak PVP130 ile hazırlanan çözeltinin viskozitesinin yüksek olması akışkanlığını etkilemiş ve elektrospinning cihazında fiber üretimi sırasında nozül ucunda tıkanma ve pompalama ünitesinde zorluklar meydana getirmiştir. Ayrıca çözelti hazırlama işlemi sırasında geç çözünüyor olması da bir dezavantaj olarak görülmüş ve PVP360 ile çalışılmasına karar verilmiştir.

Çalışmanın devamında fiber üretimi için uygun polimer miktarı belirlenmeye çalışılmıştır. H_3BO_3 miktarı %3,5'ta sabit tutularak 10 g ağırlığında hazırlanan H_3BO_3 çözeltileri ile ağırlıkça %2,5, %5, %7,5, %10 oranlarında hazırlanan PVP360 çözeltileri bir araya getirilmiş ve toplam çözelti içerisinde ağırlıkça oran %1-%5 olacak şekilde sabit tutularak H_3BO_3 -PVP360 çözeltileri hazırlanmıştır. Ağırlıkça %2,5 ve %5 oranında PVP360 ile hazırlanan H_3BO_3 -PVP360 sistemlerinde, çözeltiler elektrospinning cihazında nozül ucunda jet oluşturamamış ve bu sebeple fiber üretimi sağlayamamıştır. Ağırlıkça %7,5 oranında PVP360 ile hazırlanan H_3BO_3 -PVP360 sisteminde ise, çözelti jet oluşturabilmiş ve fiber çekimi yapılabilmektedir. Ağırlıkça %10 oranında PVP360 ile hazırlanan H_3BO_3 -PVP360 sisteminde ise diğerlerinden daha yüksek viskoziteye sahip olmasından dolayı çözelti nozülden dışarı çıkamamış ve nozülün tıkanmasına sebep olmuştur. Bu görsel değerlendirmeye göre H_3BO_3 -PVP360 öncesinde hazırlanan PVP360- C_2H_5OH çözeltilerinde uygun taşıyıcı polimer miktarı olarak ağırlıkça %7,5 oranı seçilmiştir.

3.2.1.3. Elektrospinning yönteminde yüzey aktif madde seçimi

Elektrospinning yöntemi için hazırlanan H_3BO_3 -PVP360 çözeltisini manyetik alanın etkisiyle hareketlenebilir hale getirmek ve yüzey gerilimini düşürerek fiber oluşumunu sağlayabilmek için hazırlanan çözeltilerde yüzey aktif madde kullanılmıştır. Şekil 3.1'de gösterilen çözelti hazırlama akışı takip edilerek yüzey aktif madde miktarı ve türü üzerine çalışmalar yapılmıştır. İlk olarak ağırlıkça %1-%5 oranında H_3BO_3 -PVP360 çözeltisi hazırlanmış ve toplam çözelti ağırlığının %1, %3, %5 ve %7 oranında Setiltrimetilamonyum bromür (CTAB) eklenerek 4 farklı elektrospinning çözeltisi elde edilmiştir. Hazırlanan çözeltilerden 10 cm mesafe, 22 kV voltaj ve 0,001 A akım koşullarında fiber üretimi gerçekleştirildikten sonra örnekler yüksek çözünürlüklü mikroskop altında görüntülenmiştir. Bu görüntülerden faydalanılarak CTAB için ideal yüzey aktif madde miktarı ağırlıkça %3 olarak belirlenmiştir.

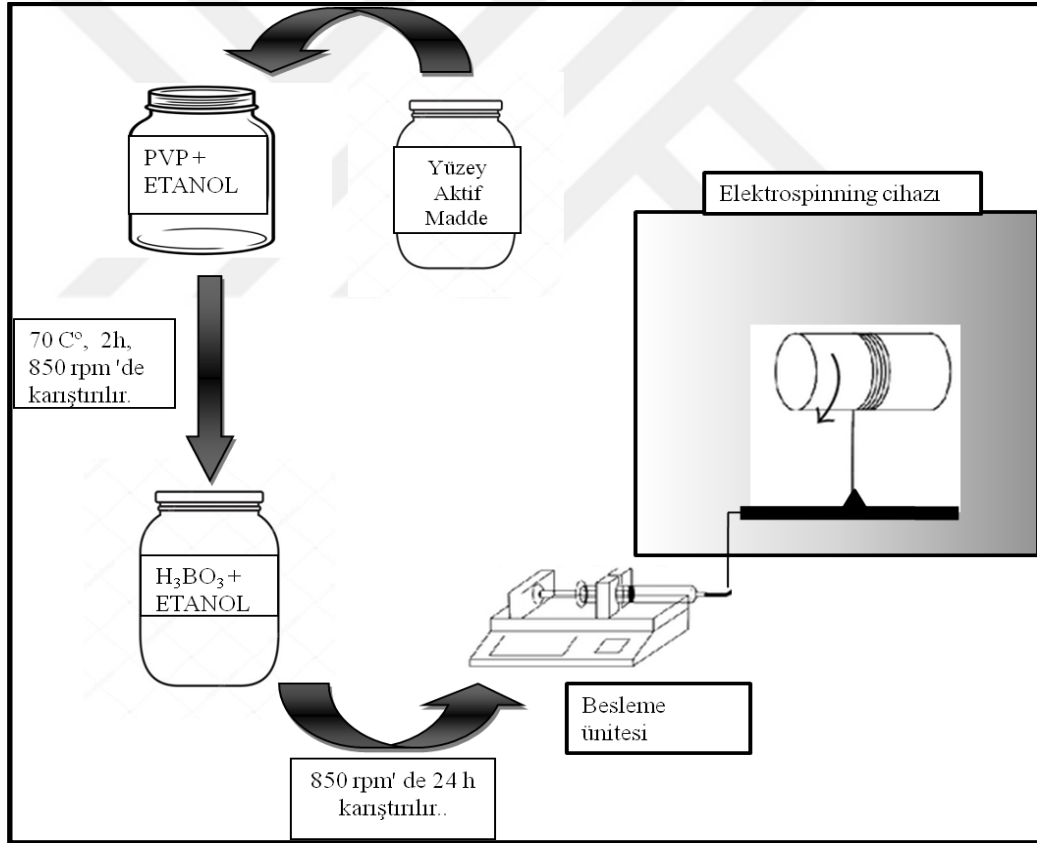
Çalışmanın devamında farklı özellikteki yüzey aktif maddelerin fiber oluşumuna etkisi üzerinde durulmuş ve katyonik, anyonik, noniyonik özelliklere sahip yüzey aktif maddeler ile çalışılmıştır. Katyonik özellik gösteren Setiltrimetilamonyum bromür (CTAB)'a ek olarak, anyonik özellik gösteren Sodyum dodesil sülfat (SDS) ve noniyonik özellik gösteren Oktoksinol (Triton-X) yüzey aktif maddelerin her birinden eşit oranda (%3) kullanılarak ağırlıkça %1-%5 oranında H_3BO_3 -PVP360 içeren

elektrospinning çözeltileri hazırlanmıştır. Bu çözeltilerden 10cm mesafe, 22kV voltaj ve 0,001 A akım koşullarında elde edilen fiber örneklerinin SEM görüntüleri incelendikten sonra çalışmalara **CTAB** ve **SDS** yüzey aktif maddeleriyle devam edilmesine karar verilmiştir.

3.2.1.4. Elektrospinning yöntemi için çözelti hazırlanması

0,7 g PVP360 ve 8,6 g C_2H_5OH kullanılarak ağırlıkça %7,5 oranında PVP360-çözeltisi, toplam çözelti ağırlığının %3'ü kadar yüzey aktif madde ile birleştirilerek 70 °C sıcaklıkta, 2 saat süreyle ve 850 rpm hızla karıştırılır ve polimer çözeltisi elde edilir. Ardından çözelti oda sıcaklığına eşitlenene kadar karıştırılarak soğutulur.

Başka bir kapta 0,35 g H_3BO_3 ve 9,6 g C_2H_5OH , oda sıcaklığında 1 saat 850 rpm hızla karıştırılarak ağırlıkça %3,5 oranında H_3BO_3 çözeltisi hazırlanır. Kapalı bir sistemde hazırlanan H_3BO_3 çözeltisine 850 rpm karıştırma hızı altında damla damla polimer çözeltisi ilave edilir. Bu işlemin ardından hazırlanan çözelti kapalı bir sistemde 24 saat süreyle aynı hızda karıştırılır. Elektrospinning çözeltileri hazırlanırken kullanılan deneysel akış Şekil 3.1.'de gösterilmektedir.



Şekil 3.1. Çözelti hazırlama için kullanılan deneysel akış

3.2.1.5. Elektrospinning parametrelerinin incelenmesi

Elektrospinning parametreleri çözelti parametreleri, yöntem parametreleri ve ortam parametreleri olmak üzere 3 gruba ayrılmaktadır. Elektrospinning çözeltileri hazırlanırken konsantrasyon, kullanılan polimerin molekül ağırlığı, viskozite ve yüzey

gerilimi gibi çözelti parametreleri dikkate alınarak uygun çözücü, polimer ve yüzey aktif maddeler seçilmiş, ardından kullanılan madde miktarları belirlenerek çözelti hazırlama metodu oluşturulmuştur. Buna göre hazırlanan elektrospinning çözeltisi ile toplayıcı-nozül arasındaki mesafe, besleme hızı, akım ve voltaj ayarı gibi yöntem parametreleri çalışılarak ideal yöntem koşulları belirlenmiştir.

Elektrospinning cihazının nozül-toplayıcı arasındaki mesafe ayarlanabilir olup 8-15cm aralığında değişmektedir. İnce ve sürekli fiber yapısı elde etmek için toplayıcı-nozül arasındaki mesafe 8cm'den 15cm'e 1cm artırılarak çalışılmıştır. Tüm mesafeler için voltaj değeri 25kV, besleme hızı 12ml/h ve akım değeri 0,001 A'de sabit tutulmuştur. Yöntem parametreleriyle ilgili yapılan mesafe çalışması ve çalışmadaki değerler Çizelge 3.4.'te gösterilmektedir.

Çizelge 3.4. Elektrospinning yönteminde toplayıcı-nozül arasındaki mesafe çalışması

Örnek kodu	Mesafe (cm)	Akım (A)	Voltaj (kV)	Besleme Hızı (ml/dk)
F-8	8	0,001	25	12
F-9	9	0,001	25	12
F-10	10	0,001	25	12
F-11	11	0,001	25	12
F-12	12	0,001	25	12
F-13	13	0,001	25	12
F-14	14	0,001	25	12
F-15	15	0,001	25	12

Çalışmada yöntem parametrelerindeki değişime bağlı olarak üretilen fiber örnekleri yüksek çözünürlüklü mikroskop altında görüntülenmiştir. Elde edilen fiber görüntüleri doğrultusunda elektrospinning yöntemi için toplayıcı-nozül arasındaki uygun mesafe belirlenmiştir.

3.2.1.6. H_3BO_3 -PVP360 oranlarının belirlenmesi

Bu çalışmada çözelti içerisindeki H_3BO_3 -PVP360 miktarı toplam ağırlıkça %6'da sabit tutularak aynı bileşime sahip ağırlıkça 4 farklı oranda çözelti hazırlanmıştır. Hazırlanan çözeltilerin oranları Çizelge 3.5.'te gösterilmiştir.

Çizelge 3.5. H₃BO₃-PVP360 çözeltilerinin ağırlıkça oran ve miktarları

H ₃ BO ₃ PVP360 çözeltisi	Ağırlıkça Oran (%)		Miktar(g)		Ağırlıkça Oran (%)	Miktar (g)
	<u>H₃BO₃</u>	<u>PVP360</u>	<u>H₃BO₃</u>	<u>PVP360</u>	<u>CTAB</u>	<u>CTAB</u>
%1-%5	1	5	0,35	1,75	3	0,699
%1,5-%4,5	1,5	4,5	0,35	1,05	3	0,420
%2-%4	2	4	0,35	0,7	3	0,279
%2,5-%3,5	2,5	3,5	0,35	0,49	3	0,195

Çizelge 3.5.'te gösterilen 4 farklı çözeltinin hazırlanışına örnek olarak ağırlıkça %1-%5 H₃BO₃-PVP360 çözeltisinin hazırlanması aşağıdaki şekilde yapılmıştır:

0,35 g H₃BO₃, 9,65 g C₂H₅OH içerisinde çözülerek ağırlıkça %3,5 oranında 10 g H₃BO₃ çözeltisi hazırlanır. Ağırlıkça %7,5 oranına sahip PVP360 çözeltisi hazırlamak için 1,75 g katı PVP360 ve 21,55 g C₂H₅OH başka bir kapta çözünmesi sağlanır. Elde edilen 23,3 g PVP360 çözeltisine çözelti ağırlığının %3'ü kadar (0,699 g) CTAB ilave edilir. Bu şekilde hazırlanan PVP360 çözeltisi H₃BO₃ çözeltisi ile bir araya getirilerek ağırlıkça %1-%5 oranına sahip elektrospinning çözeltisi elde edilmiş olur.

Çizelge 3.5.'te görülen diğer oranlar da benzer şekilde hazırlanarak 4 farklı H₃BO₃-PVP360 bileşimine sahip çözelti elde edilmiştir. Çalışmada H₃BO₃-PVP360 oranlarının değişimine bağlı olarak fiber yapısındaki değişimi daha net inceleyebilmek adına tek tip yüzey aktif madde seçilmiş ve farklı oranlarda hazırlanan çözeltilerin tümünde CTAB kullanılmıştır. Hazırlanan çözeltilerden 11cm mesafe, 25kV voltaj ve 0,001 A akım değerleri altında fiber üretimi gerçekleştirilir. Fiber örnekleri SEM görüntüleri ile karakterize edildikten sonra H₃BO₃-PVP360 bileşimi için uygun oran ağırlıkça %2-%4 olarak belirlenmiş ve çalışmalara ağırlıkça %2-%4 oranı kullanılarak devam edilmiştir.

3.2.2. Elektrospinning yöntemi ile elde edilen fiberlerin karakterizasyonu

Elektrospinning yöntemiyle üretilen fiberler öncelikle yüksek çözünürlüklü mikroskop altında incelenmiştir. Yapılan incelemeler, fiber çekimi öncesinde hazırlanan çözeltideki bileşim oranlarının belirlenmesinde ve elektrospinning yöntemindeki ideal koşulların oluşturulmasında yol gösterici olmuştur. Ardından belirlenen oran ve koşullarda üretimi gerçekleştirilen fiber örneklerinin yapısal özellikleri SEM analizi ile karakterize edilmiştir. SEM analizinden elde edilen görüntüler doğrultusunda uygun görülen fiber örneklerine termal gravimetrik analiz (TGA) uygulanmış, TGA verilerine göre ısıl metot oluşturmak ve kalsinasyon işlemi için ön denemeler yapmak adına bilgi sahibi olunmuştur. Tez çalışması, fiberlerin yapısal karakterizasyonu için yapılan testlerin ardından kalsinasyon işlemiyle devam etmiştir.

3.2.2.1. Yüksek çözünürlüklü mikroskop ile inceleme

Çözeltideki yüzey aktif madde miktarının belirlenmesinde yüksek çözünürlüklü mikroskop altında çekilen fiber görüntülerinden faydalanılmıştır. Bununla birlikte elektrospinning yönteminde ideal parametreleri oluşturmak, parametre değişimine bağlı olarak en düzgün fiber yapılarının elde edildiği sistemleri belirleyebilmek, nozül ucu-silindiri arasındaki mesafenin sistemli olarak arttırılmasıyla mesafenin fiber oluşumu üzerindeki etkisini inceleyebilmek için yüksek çözünürlüklü mikroskoptan yararlanılmıştır. Mikroskoptan elde edilen görüntüler net ve yorumlanabilir olduğundan ön deneme gerektiren bazı çalışmalarda hızlı sonuç elde etmek adına SEM analizine alternatif olarak kullanılmıştır.

Yüksek çözünürlüklü mikroskop incelemeleri Akdeniz Üniversitesi Malzeme Bilimi ve Mühendisliği Bölümü'nde bulunan Leica marka DM750P model mikroskop ile yapılmıştır. Görüntüler 40.00 KX büyütmede çekilmiştir.

3.2.2.2. SEM analizi

Tez çalışması kapsamında farklı kimyasal özelliğe sahip yüzey aktif maddelerin fiber oluşumuna etkisinin incelenmesinde, farklı H_3BO_3 -PVP360 oranlarına sahip fiberlerin yapısal özelliklerinin incelenmesinde, kalsinasyon işlemi öncesi ve sonrasında fiber yapılarının karakterize edilmesinde SEM analizlerinden faydalanılmıştır.

SEM analizleri İnönü Üniversitesi Bilimsel ve Teknik Araştırma Merkezi (IBTAM) laboratuvarında bulunan LEO EVO 40 model cihazla yapılmıştır.

3.2.2.3. TGA analizi

CTAB (%3) ve SDS (%3) yüzey aktif maddeleriyle ağırlıkça %2-%4 oranında H_3BO_3 -PVP360 çözeltileri hazırlanarak fiber örnekleri üretilmiş ve örneklerle termogravimetrik analiz (TGA) uygulanmıştır. TGA analizi ile fiber örneklerinin sıcaklığa bağlı kütle kaybı değerlerine ulaşılmış ve bu örneklerle yapılacak olan kalsinasyon çalışmasında ısı programlarının hazırlanması için ön bilgi edinilmiştir.

TGA analizleri Akdeniz Üniversitesi Malzeme Bilimi ve Mühendisliği'nde bulunan STA-8000 Perkin Elmer model test cihazıyla yapılmıştır. Analizler, 30-650 °C sıcaklık aralığında, 5 °C/dk sıcaklık artış hızıyla ve 20 ml/dk gaz akışı sağlanarak azot atmosferi altında gerçekleştirilmiştir.

3.2.3. Kalsinasyon

B_2O_3 ve B_4C bileşimlerinin öncü maddelerini içeren çözeltilerden elektrospinning yöntemiyle belirlenen koşullarda fiber üretimi gerçekleştirilmiştir. Ardından fiber örnekleri ön kurutma işleminden geçirilerek ortamdaki çözücünün uzaklaştırılması sağlanmıştır. Nispeten kuru hale gelen fiber örnekleri oluşturulan ısı metotları doğrultusunda kalsinasyon işlemine tabi tutularak B_2O_3 ve B_4C fiberleri üretilmiştir.

Tez çalışmasında B_2O_3 ve B_4C oluşumunu sağlayan temel adım kalsinasyon işlemidir. Kalsinasyon koşulları belirlenirken ortam atmosferi, sıcaklık artış hızı ve son sıcaklık değeri üzerinde durularak ön denemeler yapılmıştır.

- Atmosfer etkisi: Kalsinasyon işlemi sırasında kullanılan atmosfer, elde edilen son ürün üzerinde etkili olmaktadır. Yapılan ön çalışmalarda, farklı atmosfer altında eşit koşullarda kalsine edilen fiber örneklerinin renk ve şekillerinde farklılıklar meydana geldiği tespit edilmiştir. Kalsinasyon işlemi hava atmosferinde yapıldığında, oksijenli yanmayla birlikte bileşimdeki karbon, CO_2 olarak ortamdan uzaklaşır ve B_2O_3 bileşiği meydana gelir. Kalsinasyon ürünü beyaz renkte ve ince-kırılgan fiber görünümünde elde edilir. Aynı koşullarda azot atmosferinde kalsine edilen fiber örneklerinde ise polimerden gelen C atomlarının bir kısmı B ile bağ oluşturarak B_4C bileşiğini meydana getirir. Azot atmosferinde elde edilen kalsinasyon ürünü de siyah renkte ve kalın-sağlam fiber yapısında görünmektedir.
- Sıcaklık artış hızı etkisi: Kalsinasyon işlemi sırasında örneklere uygulanan sıcaklık artış hızı fiber yapısı üzerinde etkili olmaktadır. Bazı yüksek sıcaklık artış hızlarında fiber örneğinde erime ve yapışma meydana gelmiş ve fiber yapısı zarar görmüştür. Bu durumu ortadan kaldırmak için farklı sıcaklık artış hızlarında ısı programları oluşturulmuştur.
- Son sıcaklık etkisi: Kalsinasyon işleminde uygulanan son sıcaklık elde edilen ürünün toz formda ya da fiber olmasını belirler. Son ürünün fiber formda kalmasını sağlamak için farklı son sıcaklık değerleri kullanılarak ısı programları oluşturulmuştur.

3.2.3.1. B_2O_3 sentezi için kalsinasyon programının belirlenmesi

B_2O_3 sentezi için oluşturulan ısı metotlarında son sıcaklık, sıcaklık artış hızı ve kalsinasyon süresinin son ürün üzerindeki etkileri çalışılmıştır. Çalışma Akdeniz Üniversitesi Fen Fakültesi Kimya Bölümü'nde bulunan Protherm HLF50 marka kül fırını kullanılarak hava atmosferinde gerçekleştirilmiştir. Çalışma sonunda kalsine edilen fiber örnekleri görsel olarak değerlendirilmiştir.

Çizelge 3.6.'da B_2O_3 sentezi için çalışılan ısı programları gösterilmektedir. Oluşturulan ısı programlarında son sıcaklık değeri 650-400 °C aralığında 50 °C düşerek çalışılmıştır. Fiber formunu hasara uğratmadan B_2O_3 sentezi yapılabilecek son sıcaklık değeri belirlenmiştir.

Kalsinasyon sonucunda erime ve yapışma oluşmadan fiber formunun korunması için sıcaklık artış hızı 5 °C/dk, 3 °C/dk ve 1 °C/dk olmak üzere 3 farklı hızda çalışılarak, B_2O_3 sentezi için uygun sıcaklık artış hızı belirlenmiştir.

Isıl program süresi 5h, 10h, 14h, 20h ve 25h uzunlukta çalışılarak B_2O_3 sentezi için ideal program süresi belirlenmiştir.

Çizelge 3.6. B₂O₃ sentezi için çalışılan ısı programları

Program İsmi	Son Sıcaklık Değeri (°C)	Sıcaklık Artış Hızı (°C/dk)	Program Süresi (h)	Görsel Değerlendirme	
				Renk	Şekil
1.I.P.O.	650	5	5	Siyah	Erimiş ve yapışmış
2.I.P.O.	650	3	5	Siyah	Erimiş ve yapışmış
3.I.P.O.	650	1	5	Siyah	Erime yok
4.I.P.O.	650	1	10	Siyah	Toz
5.I.P.O.	650	1	14	Siyah-beyaz bölgeler	Toz
6.I.P.O.	650	1	20	Beyaz	Toz
7.I.P.O.	600	1	20	Beyaz	Toz
8.I.P.O.	550	1	20	Siyah-beyaz bölgeler	Kırılgan-fiber
9.I.P.O.	550	1	25	Beyaz	Kırılgan-fiber
10.I.P.O.	500	1	25	Beyaz	Kırılgan-fiber
11.I.P.O.	450	1	25	Beyaz	Fiber
12.I.P.O.	400	1	25	Beyaz	Fiber

I.P.O.:Isıl program-oksit

Çizelge 3.6. 'da görülen ısı programları için uygulanan çalışma yöntemi şu şekildedir: Kalsinasyon başladığı an itibari ile program süresi başlar. Sıcaklık değeri oda sıcaklığından son sıcaklık değerine ulaşana dek belirlenen sıcaklık artış hızı uygulanır. Son sıcaklık değerine ulaşıldıktan sonra program süresinin kalanı bu sıcaklık değerinde tamamlanır.

Çizelge 3.6.'da belirtilen 12 farklı ısı programı ile B₂O₃ sentezi için kalsinasyon çalışması gerçekleştirilmiştir. Kalsinasyon çalışmasında 6, 7, 9, 10, 11 ve 12. ısı programı uygulanan fiber örnekleri seçilerek SEM analizi ile karakterize edilmiştir.

3.2.3.2. B₄C sentezi için kalsinasyon programının belirlenmesi

B₄C sentezi için ısı programı oluşturmadan önce teorik hesap yapılarak 1 C atomu ve 4 B atomu bağlandığında yanması gereken C miktarı ve gerçekleşmesi beklenen kütle kaybı hesaplanmıştır. Ağırlıkça %2-%4 H₃BO₃-PVP360 oranına göre

yapılan hesaplamada, ilk olarak ağırlıkça %7,5 oranında 9,3 g PVP360 çözeltisi içerisinde 0,45 g C olduğu bulunmuş, daha sonra benzer şekilde H_3BO_3 çözeltisi içerisindeki B miktarı 0,06 g olarak hesaplanmıştır. Çözelti içerisindeki toplam katı H_3BO_3 ve PVP360 miktarı 1,05 g'dır. Hesaplanan C ve B miktarı toplamı, H_3BO_3 ve PVP360 toplamından çıkarılarak %52 kütle kaybı değeri bulunur. Hesaplanan kütle kaybı değerinin TGA grafiğinde karşılık geldiği sıcaklık değeri 350-400°C arasındadır. Bu sebeple kalsinasyon işleminde son sıcaklık değeri 400-350 °C aralığında çalışılarak B_4C sentezi için ısı programları oluşturulmuştur.

Kalsinasyon çalışmalarında sıcaklık artış hızı 5 °C/dk, 3 °C/dk ve 1 °C/dk olmak üzere 3 farklı hızda çalışılmış ve uygun sıcaklık artış hızı belirlenmiştir. Çalışmada kullanılan ısı program süreleri 2h, 5h, 8h uzunlukta tutularak B_4C sentezi için ideal program süresi belirlenmiştir. B_4C sentezi için çalışılan ısı programları Çizelge 3.7.'de gösterilmektedir.

Çizelge 3.7. B_4C sentezi için çalışılan ısı programları

Program İsmi	Son Sıcaklık Değeri (°C)	Sıcaklık Artış Hızı (°C/dk)	Program Süresi (h)	Görsel Değerlendirme	
				Renk	Şekil
1.I.P.C.	400	5	2	Siyah-kahverengi	Erimiş ve yapışmış
2.I.P.C.	400	3	2	Siyah-kahverengi	Erimiş ve yapışmış
3.I.P.C.	400	1	2	Siyah-kahverengi	Erimiş Yok
4.I.P.C.	400	1	5	Siyah-kahverengi	Fiber
5.I.P.C.	400	1	8	Siyah renk	Fiber
6.I.P.C.	375	1	8	Siyah renk	Fiber
7.I.P.C.	350	1	8	Siyah renk	Fiber

I.P.C.: Isıl program-karbür

Çizelge 3.7. 'de görülen ısı programları için uygulanan çalışma yöntemi şu şekildedir: Kalsinasyon başladığı an itibarı ile program süresi başlar. Sıcaklık değeri oda sıcaklığından son sıcaklık değerine ulaşana dek belirlenen sıcaklık artış hızı uygulanır. Son sıcaklık değerine ulaşıldıktan sonra program süresinin kalanı bu sıcaklık değerinde tamamlanır.

Çizelge 3.7. 'de görülen 7 farklı ısı programı arasından seçilen 5, 6 ve 7. ısı programına ait fiber örnekleri SEM analizinden yararlanılarak karakterize edilmiştir.

3.2.4. B_2O_3 ve B_4C fiberlerin karakterizasyonu

Kalsinasyon işlemiyle üretilen B_2O_3 ve B_4C fiberlerin karakterizasyonu için ilk olarak FT-IR analizinden faydalanılmıştır. FT-IR analiziyle yapılan karakterizasyonla B_2O_3 ve B_4C bileşiklerine ait bağ oluşumları incelenmiştir. Ardından B_2O_3 ve B_4C fiber örneklerine XRD analizleri uygulanarak kristal faz oluşumları değerlendirilmiştir.

3.2.4.1. XRD analizi

Kalsinasyon işlemiyle üretilen fiberlerde B_2O_3 ve B_4C bileşiklerinin kristal faz bölgelerinin belirlenmesi için XRD analizi kullanılmıştır. XRD analizleri İnönü Üniversitesi Bilimsel ve Teknik Araştırma Merkezi'nde bulunan Rigaku Geiger flex Dmax/B model x-Ray difraktometresi ile hizmet alımı karşılığında yapılmıştır. Elde edilen kırınım desenlerindeki mevcut pikler ile standart pikler karşılaştırılarak yorumlanmıştır.

3.2.4.2. FT-IR analizi

Kalsinasyon işlemiyle üretilen fiberlerde B_2O_3 ve B_4C bileşiklerine ait bağ oluşumları FT-IR spektrometresinden yararlanılarak incelenmiştir. Tez çalışmasının ileriki aşamalarında B_2O_3 ve B_4C fiberlerine yüzey modifikasyonu uygulanmış ve silan molekülünün bileşiklerle oluşturduğu bağları belirlemek için tekrar FT-IR analizleri yapılmıştır.

FT-IR analizleri, Brucker marka Tensor 27 model FT-IR cihazında ATR aparatı kullanılarak yapılmıştır. B_2O_3 ve B_4C bileşiklerine ait örneklerin spektrumları 500-4000 dalga sayısı (cm^{-1}) aralığında çekilmiştir. Fiber formundaki B_2O_3 ve B_4C bileşikleriyle bileşiklerin modifikasyon sonrası kimyasal yapıları FT-IR spektrumları ile karşılaştırılarak yorumlanmıştır.

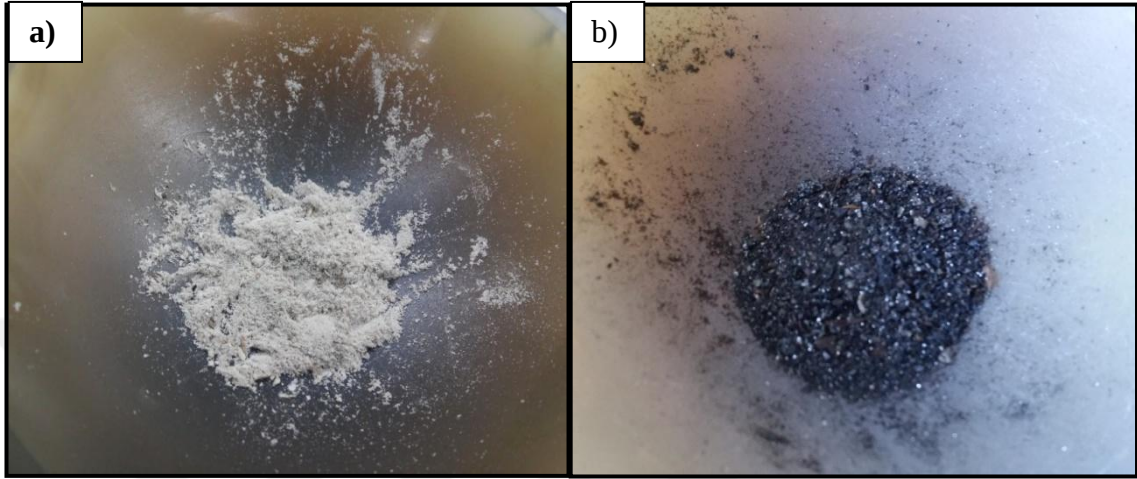
3.2.5. Fiber takviyeli kompozitlerin hazırlanması

Kompozit malzemenin hazırlanması ile ilgili yapılan çalışmalarda öncelikle B_2O_3 ve B_4C bileşimine sahip fiberler [3-(Methacryloyloxy) propyl] trimethoxysilane (MPTS) bileşiği ile modifiye edilmiştir. Modifikasyon işlemi ile takviye malzemesi ve organik matris arasındaki etkileşimin sağlanması amaçlanmıştır. Çalışmanın devamında organik matrisin hazırlanması için Bis-GMA/ DUDMA/ TEGDMA monomerleri içeren bileşim kullanılmıştır. Polimerizasyon reaksiyonunu gerçekleştirmesi için radikalik başlatıcı olarak ısı ile aktive olan benzoil peroksit (BOP) kullanılmıştır. Hazırlanan organik matris ve modifiye edilen fiberler bir araya getirilerek metal kalıplara transfer edilmiştir. Metal kalıplar basınç altında ısıtılarak polimerizasyon reaksiyonu üzerinden kompozit yapı hazırlanmıştır. Sonrasında hazırlanan kompozitlere üç-nokta eğme testi yapılarak mekanik dayanımları incelenmiştir.

3.2.5.1. Fiber modifikasyonu

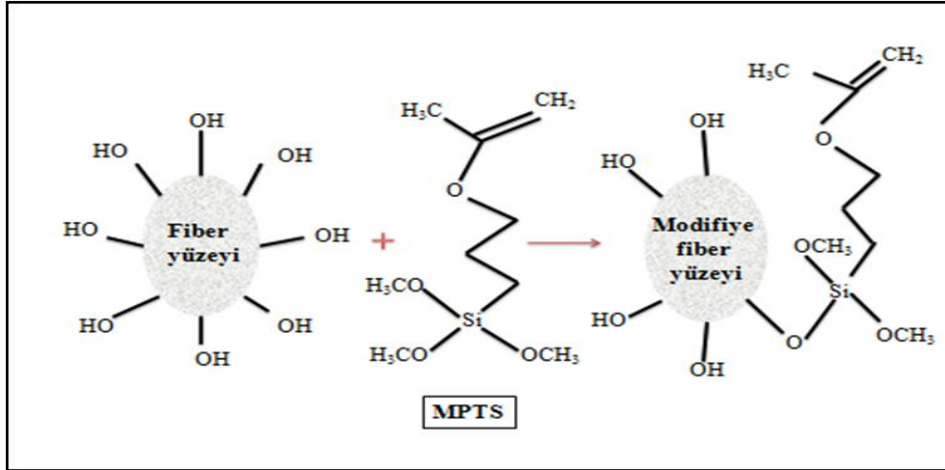
Kompozit malzeme oluşturulurken, B_2O_3 ve B_4C fiberlerin matrise kimyasal olarak bağlanmasını sağlamak ve fiberleri matris içerisinde homojen bir şekilde dağıtabilmek için modifikasyon işlemi gerçekleştirilmiştir. Bu işlemde fiberlerin yüzeyi, MPTS bileşiği kullanılarak modifiye edilmiştir.

Modifikasyon için, fiber B_2O_3 ve fiber B_4C agat havanda öğütülerek toz hale getirilir. Hazırlanan toz tartılır, ardından bir kap içerisine alınarak N-hekzan ile karıştırılır. Tartılan tozun ağırlıkça %5'i kadar MPTS tartılır ve N-hekzan-toz karışımına eklenir. Karışım $80\text{ }^{\circ}\text{C}$ uygulayarak 24 h süresince karıştırılır. 24h ardından ortamdaki N-hekzanın tamamen kaybolması için etüvde $60\text{ }^{\circ}\text{C}$ 'de 1 gün bekletilir. Bu yöntem kullanılarak modifiye edilen B_2O_3 ve B_4C fiberler Şekil 3.2.'de gösterilmektedir.



Şekil 3.2. a) Modifiye edilmiş B_2O_3 fiberler; b) Modifiye edilmiş B_4C fiberler

MPTS bileşiğinin yapısında bulunan alkoksit grupları ile fiberlerin yüzeylerinde bulunan $-OH$ grupları kondenzasyon reaksiyonları aracılığıyla bağlanırken akrilat grupları aracılığıyla polimerleşme reaksiyonuna katılarak organik matrise bağlanmaktadır. Yüzey modifikasyonu sırasında MPTS ve fiberler arasındaki bağlanma Şekil 3.3.'te şematize edilerek gösterilmiştir.



Şekil 3.3. Fiberlerin modifikasyon reaksiyonu

Fiber modifikasyonunun ardından ticari olarak elde edilen B_2O_3 ve B_4C partikülleri, fiber modifikasyonunda kullanılan şartlar altında modifiye edilmiştir. Tez çalışması kapsamında hazırlanan fiber ve partikül takviyeli kompozit yapılar mekanik olarak karşılaştırılmıştır.

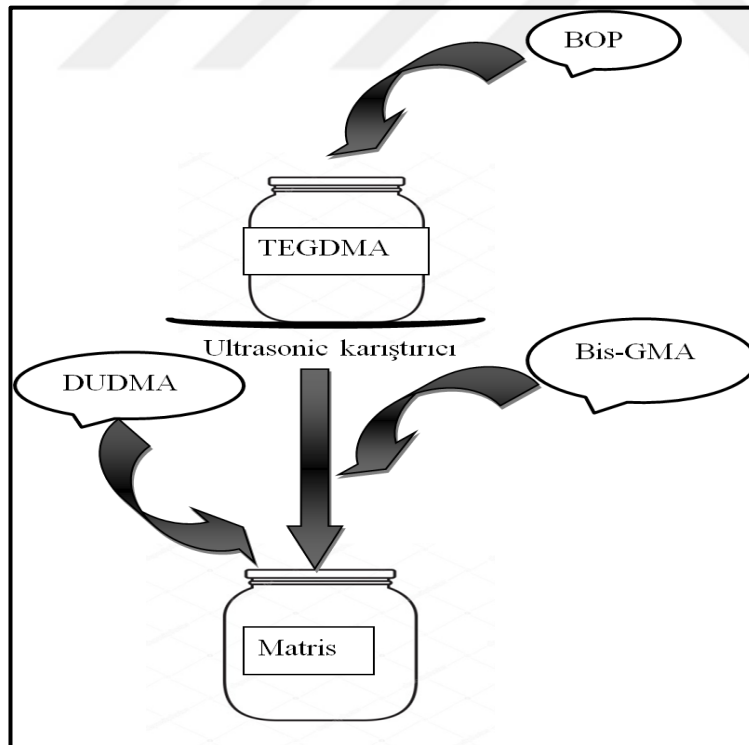
3.2.5.2. Organik matrisin oluşturulması

Organik matris hazırlanırken Bis-GMA/ DUDMA/ TEGDMA bileşiminden oluşan üçlü monomer sistemi kullanılmıştır. Monomerlerin ağırlıkça oranları %10 Bis-GMA, %10 DUDMA, %78 TEGDMA olacak şekilde belirlenmiştir. Ayrıca matris bileşiminde polimerizasyon reaksiyonunu başlatmak üzere bileşimin ağırlıkça %2 oranında benzoil peroksit (BOP) kullanılmıştır. Tez çalışması kapsamında hazırlanan fiber bileşimlerin ve katkılama oranlarının etkisini incelemek için bu organik matris sabit tutulmuştur. Matris içerisindeki bileşenlerin ağırlıkça oranları ve 5 g matris hazırlamak için kullanılan madde miktarları Çizelge 3.8'de gösterilmektedir.

Çizelge 3.8. Matris bileşenlerinin oranları ve kullanılan miktarlar

	Bis-GMA	DUDMA	TEGDMA	BOP
Oran (%wt)	10	10	78	2
Miktar (g)	0,5	0,5	3,9	0,1

5 g matris hazırlamak için 0,1 g BOP bir kap içerisinde tartılır ve üzerine 3,9 g TEGDMA eklenerek elde edilen karışım benzoil peroksitin çözünmesini sağlamak için birkaç dakika ultrasonik karıştırıcıda bekletilir. Çözünme gerçekleştikten sonra 0,5 g Bis-GMA ve 0,5 g DUDMA karışıma eklenerek homojen bir görüntü elde edilinceye kadar karıştırılmaya devam edilir. Organik matrisin hazırlanışı Şekil 3.4.'te şematize edilerek gösterilmiştir.



Şekil 3.4. Organik matrisin hazırlanışı

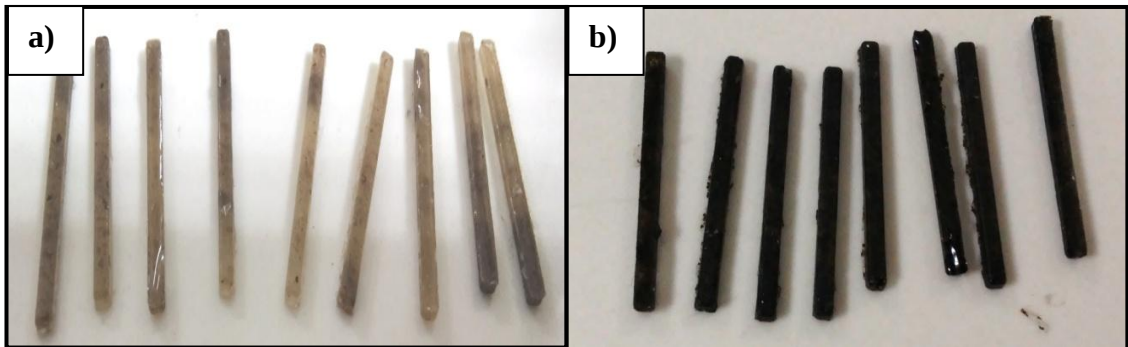
3.2.5.3. Fiber takviyeli kompozitlerin oluşturulması

B_2O_3 ve B_4C fiberleri modifiye edildikten sonra çeşitli takviye oranlarında matris ile bir araya getirilerek kompozit malzeme üretilecek karışımı meydana getirilir. Bu karışım metal kalıplara transfer edilerek kompozitin istenilen şekli alması sağlanır. Metal kalıplardaki karışım $120\text{ }^{\circ}\text{C}$ sıcaklık altında 100 bar basınç ile 15 dakika boyunca polimerleştirilir. Sonrasında kalıplar soğutulur ve oluşan kompozitler kalıptan çıkarılır. Kompozit üretiminde kullanılan metal kalıplar Şekil 3.5.'te gösterilmektedir.



Şekil 3.5. Test numunesi hazırlamak için kullanılan metal kalıplar

Şekil 3.5.'te gösterilen metal kalıplar üç-nokta eğme testi için kompozit numune üretiminde kullanılmaktadır. ISO 4049 standardında tanımlandığı gibi (25 ± 2) mm x $(2,0 \pm 0,1)$ mm x $(2,0 \pm 0,1)$ mm boyutlarında dikdörtgenler prizması şeklinde 9 adet boşluğa sahiptir. Hazırlanan kompozit karışımı, bu boşluklara alındıktan sonra 2 parçadan oluşan metal kalıp birleştirilerek kapatılır. Bu şekilde aynı ölçülerde şekillenen kompozit numuneler oluşturulur. Şekil 3.5.'te gösterilen kalıplar kullanılarak hazırlanan fiber takviyeli kompozitler Şekil 3.6.'da gösterilmektedir.



Şekil 3.6. Fiber takviyeli kompozitler a) B_2O_3 kompozitler; b) B_4C kompozitler

Şekil 3.6.'da görülen kompozit numunelere benzer şekilde, 5 farklı fiber takviye oranında B_2O_3 ve B_4C kompozitler hazırlanmıştır. Her iki kompozit için de matris içerisinde kullanılan fiber takviye oranları ağırlıkça %1, %3, %5, %7 ve %10 olarak belirlenmiştir. Bu oranlarda hazırlanan kompozitler, yüzeyleri zımparalanıp temizlendikten sonra üç-nokta eğme testi yapılmıştır.

Fiber takviyeli kompozitlerin oluşturulduğu şekilde ticari olarak elde edilen B_2O_3 ve B_4C tozları kullanılarak eşit koşullarda ve fiber oranlarında kullanılan aynı oranlarla partikül takviyeli kompozitler hazırlanmıştır. 5 farklı oranda partikül takviye edilerek hazırlanan kompozitlere de fiber kompozit örnekleriyle aynı koşullarda üç-nokta eğme testi uygulanmıştır.

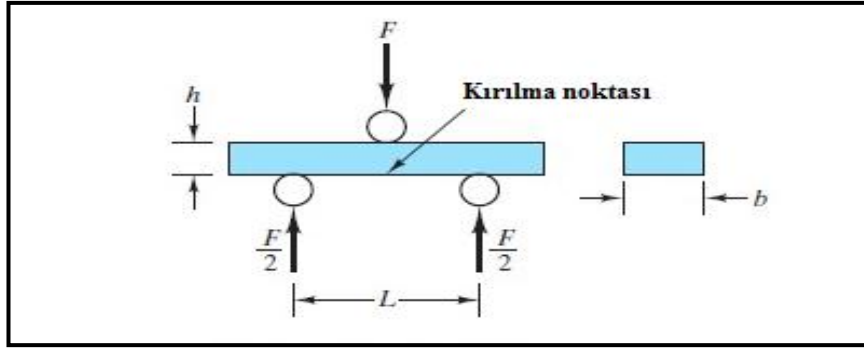
3.2.6. Üç-nokta eğme testi

Üç-nokta eğme testi için 5 farklı oranda fiber B_2O_3 ve B_4C takviyeli kompozitlere ait test örnekleri 7 paralel numune bulunacak şekilde hazırlanmıştır. Üç-nokta eğme testi için Akdeniz Üniversitesi Malzeme Bilimi ve Mühendisliği'nde bulunan Shimadzu marka AGS-X model (çalışma aralığı <10 kN) Universal test cihazı ile yapılmıştır. Şekil 3.7.'de Üç-nokta eğme testi için kullanılan Universal test cihazı gösterilmektedir.



Şekil 3.7. Universal test cihazı

Kompozit numuneler, Şekil 3.7. görülen Universal test cihazında bulunan metal destekler üzerine serbest olarak yerleştirilir. Ardından silindirik şeklindeki metal parça, $(0,75 \pm 0,25)$ mm/dk hız ile numunenin ortasına yön değiştirmeksizin kuvvet uygular. Bir süre sonra uygulanan kuvvetin etkisiyle numune kırılır ve kırılma anındaki max. stress değeri cihaz tarafından hesaplanır. Üç-nokta eğme testi Şekil 3.8.'de şematize edilerek gösterilmiştir.



Şekil 3.8. Üç-nokta eğme testi

Üç-nokta eğme testi sonucunda örneklerin max. stress değeri Örnek 3.1.'de gösterilen formül kullanılarak MPa biriminde hesaplanmaktadır.

$$\sigma = (3Fl) / (2bh^2) \quad (3.1)$$

Burada, F: maksimum kuvveti (N), l: destekler arası mesafeyi (mm), b: numunenin genişliğini (mm) ve h: numunenin yüksekliğini ifade etmektedir.

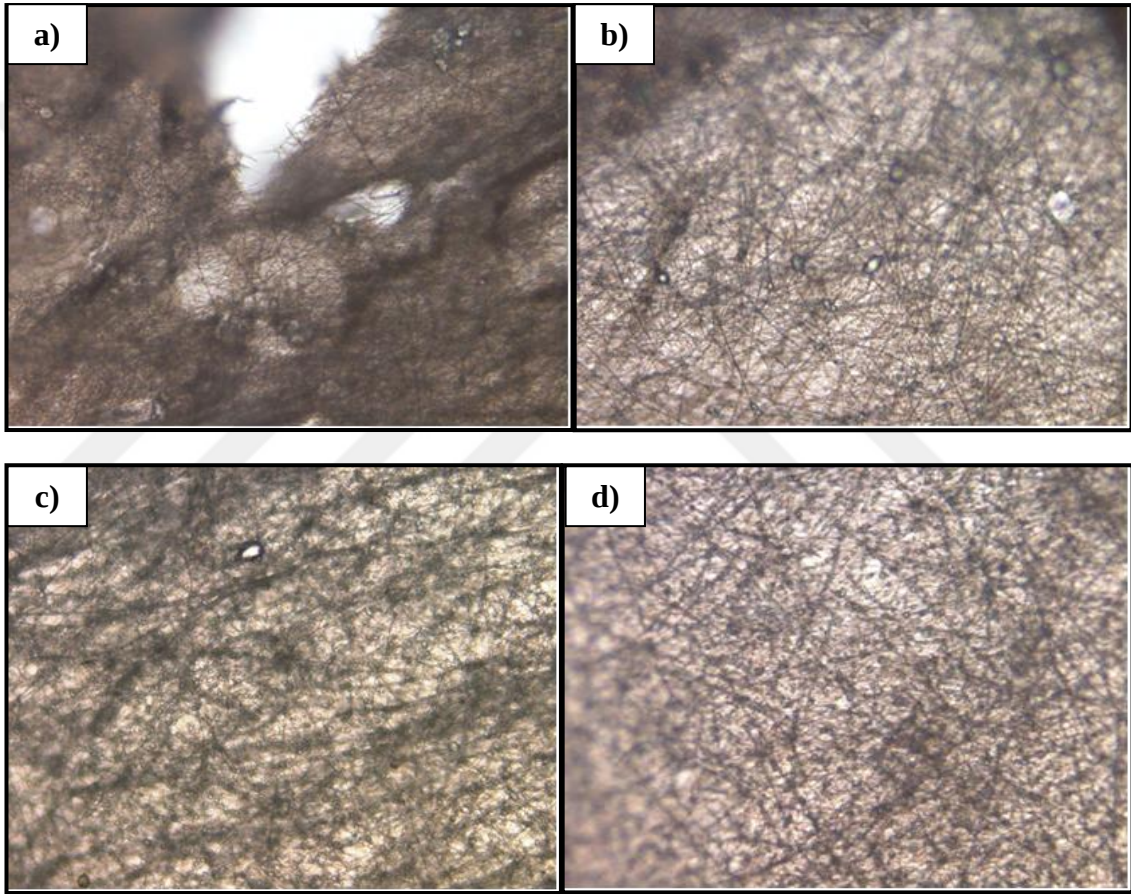
Her bir takviye oranı için hazırlanan 7 paralel numune bu şekilde test edilerek, max. stress değerlerinin ortalamaları ve standart sapmaları hesaplanır. Böylece her bir takviye oranı için kompozitlerin eğilme direnci değerleri belirlenir.

Ticari olarak satın alınan ve partikül formunda bulunan B_2O_3 ve B_4C bileşikleriyle aynı koşullarda kompozitler hazırlanmış ve Üç-nokta eğme testleri yapılmıştır. Fiber ve partikül formun mekanik dayanıma olan etkileri karşılaştırılarak değerlendirilmiştir.

4. BULGULAR VE TARTIŞMA

4.1. Elektrosinning Yönteminde Yüzey Aktif Madde Kullanımı

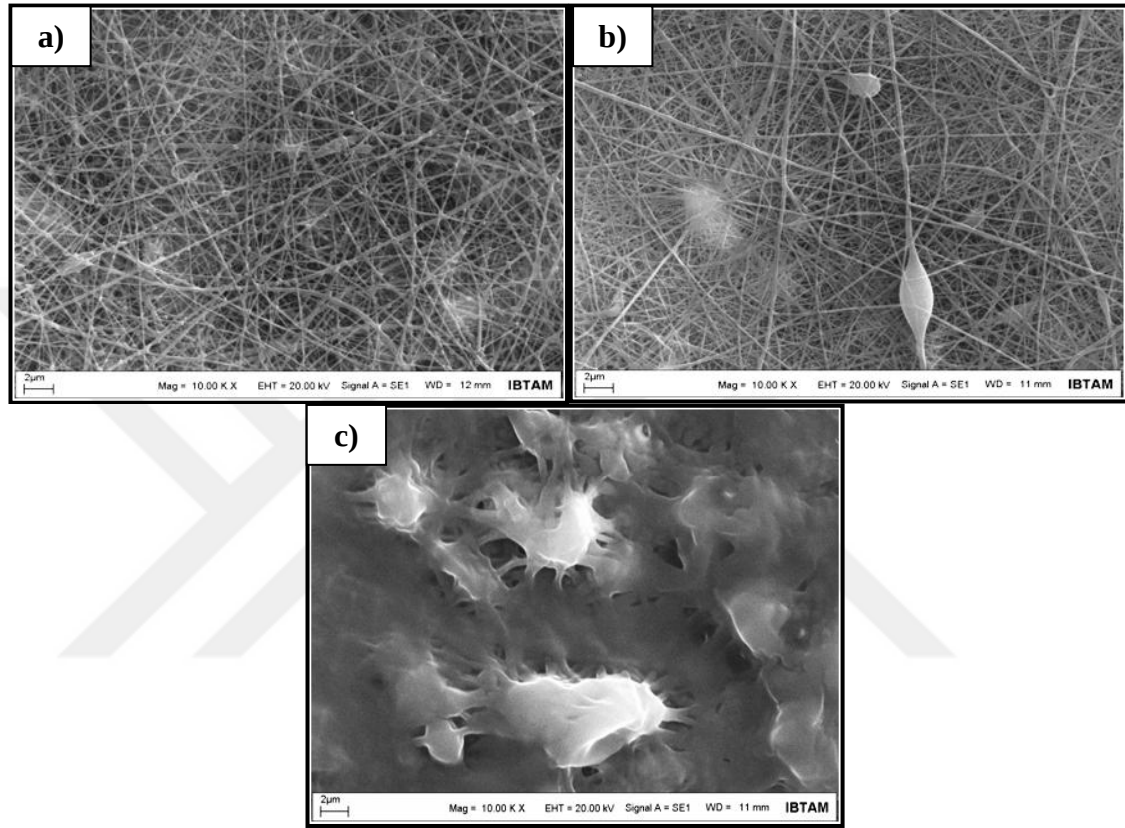
Fiber üretimi için kullanılan elektrosinning çözeltisindeki yüzey aktif madde miktarı 4 farklı oranda hazırlanarak 10cm mesafe, 22kV voltaj ve 0,001 A akım değerlerinde fiber üretimi gerçekleştirilmiştir. Ağırlıkça %1, %3, %5 ve %7 oranında CTAB kullanılarak hazırlanan çözeltilerden elde edilen fiber örnekleri yüksek çözünürlüklü mikroskop altında 40.00x büyütmede incelenmiştir. Elde edilen görüntüler Şekil 4.1.'de ağırlık oranındaki artış sırasına paralel olarak a, b, c ve d olarak gösterilmektedir. Görüntüler arasında en pürüzsüz fiber yapısına sahip olduğu düşünülen oran, uygun yüzey aktif madde oranı olarak kabul edilmiştir.



Şekil 4.1. Farklı yüzey aktif madde oranlarındaki fiber görüntüleri **a)** %1; **b)** %3; **c)** %5; **d)** %7

Şekil 4.1.'de görüldüğü üzere yüzey aktif madde miktarı arttıkça fiber yapısında boncuklanma miktarı artmıştır. Ağırlıkça %1 oranında yüzey aktif madde içeren çözeltiden ince fakat sürekli olmayan fiber yapıları elde edilmiş, ağırlıkça %3 oranında yüzey aktif madde içeren çözeltiden ise ağırlıkça %5 ve %7 oranlarına kıyasla daha ince, sürekli ve daha az boncuk barındıran fiber yapıları elde edilmiştir. Bu sebeple çözeltideki uygun yüzey aktif madde oranı ağırlıkça %3 olarak seçilmiştir.

Çalışmanın devamında yüzey aktif madde miktarı belirlenen oranda (%3) sabit tutularak sırasıyla katyonik, anyonik ve noniyonik özelliğe sahip olan CTAB, SDS ve Triton-x yüzey aktif maddeleri ile elektrospinning çözeltileri hazırlanmıştır. Hazırlanan çözeltilerden 10cm mesafe, 22kV voltaj ve 0,001 A akım uygulanarak üretilen fiber örnekleri SEM analizi ile 10.00KX büyütmede görüntülenmiştir. Şekil 4.2.'de farklı kimyasal özelliğe sahip yüzey aktif maddelerden üretilen fiberlerin SEM görüntüleri gösterilmektedir.



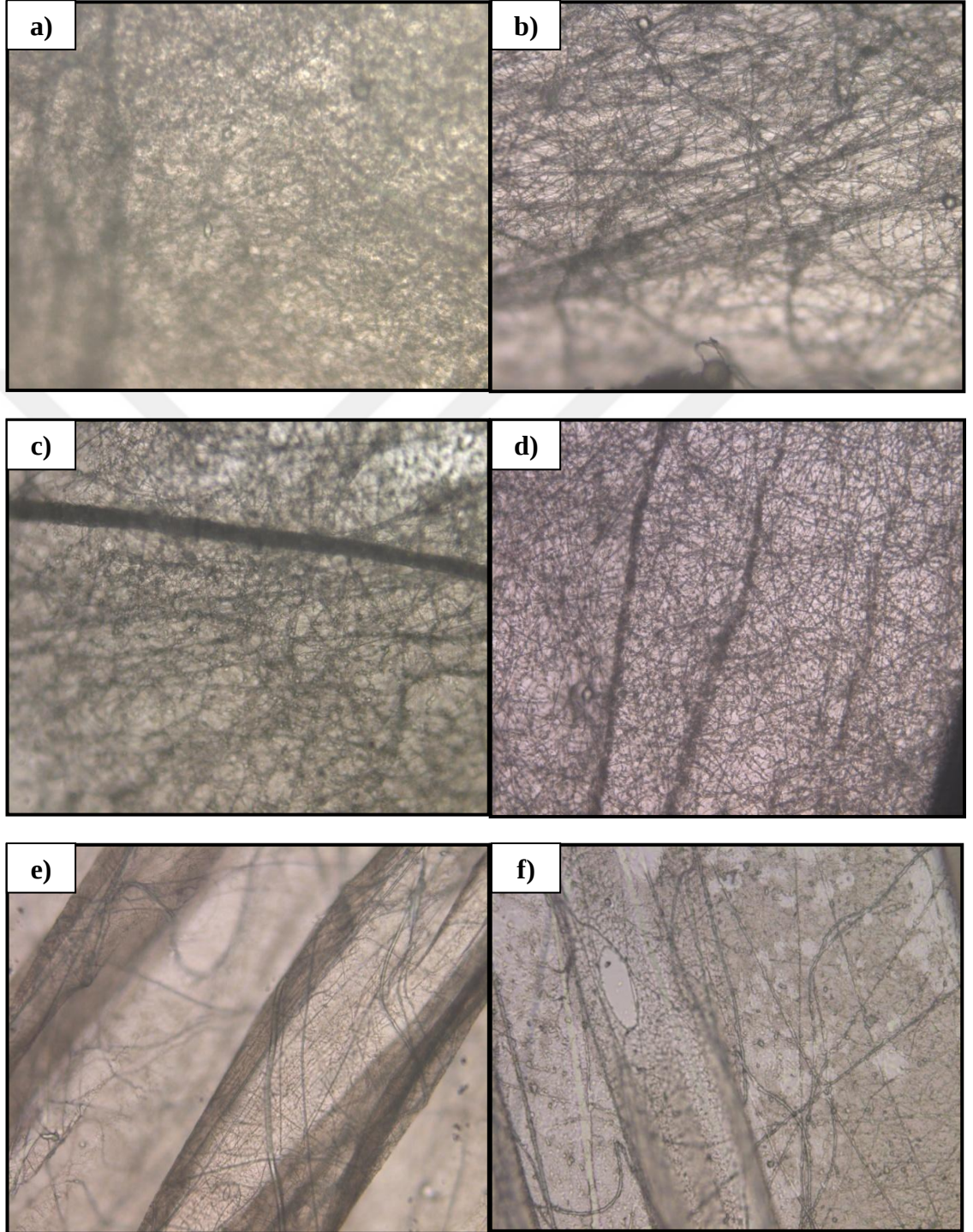
Şekil 4.2. Farklı yüzey aktif maddelerden üretilen fiberlerin SEM görüntüleri **a)** CTAB; **b)** SDS; **c)** Triton-x

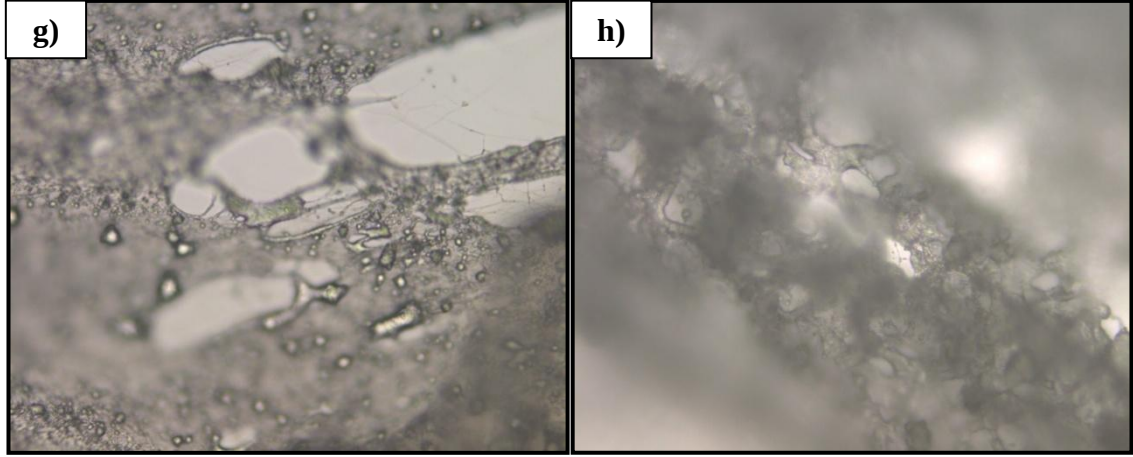
Şekil 4.2.'deki görüntülerde CTAB ve SDS kullanılan çözeltilerden nanofiber yapılar elde edildiği ancak Triton-x ile hazırlanmış çözeltiden fiber yapısı elde edilemediği görülmektedir. Fiber oluşumu yerine birbiri içine kaynayan yapışık yapıların ince film oluşturmaya yöneldiği görülmüştür. Triton-x'in noniyonik özelliğe sahip olması nedeniyle yüzey gerilimini düşürmede yeterli olmadığı ve bu sebeple ince jetler oluşturamadığı düşünüldüğü için çalışmanın devamında CTAB ve SDS kullanılmasına karar verilmiştir.

4.2. Elektrospinning Parametrelerinin İncelenmesi

Elektrospinning parametreleri ile ilgili çalışmalar, CTAB varlığında hazırlanan elektrospinning çözeltisinin kullanılarak yapılmıştır. Çalışmada toplayıcı-nozül arasındaki mesafenin fiber oluşumuna etkisi incelenmiştir. Toplayıcı-nozül arasındaki mesafe 8cm'den başlanarak 1'er cm aralıklarla 15cm'e kadar artırılmış ve çalışmalarda voltaj değeri 25kV, akım değeri 0,001 A ve besleme hızı 12ml/h olarak sabit tutulmuştur. Bu

parametrelere bağı olarak üretilen fiber örnekleri yüksek çözünürlüklü mikroskop ile 40.00KX büyütmede görüntülenmiştir. Farklı mesafelerden elde edilen fiber örnekleri Şekil 4.3.'te gösterilmektedir.



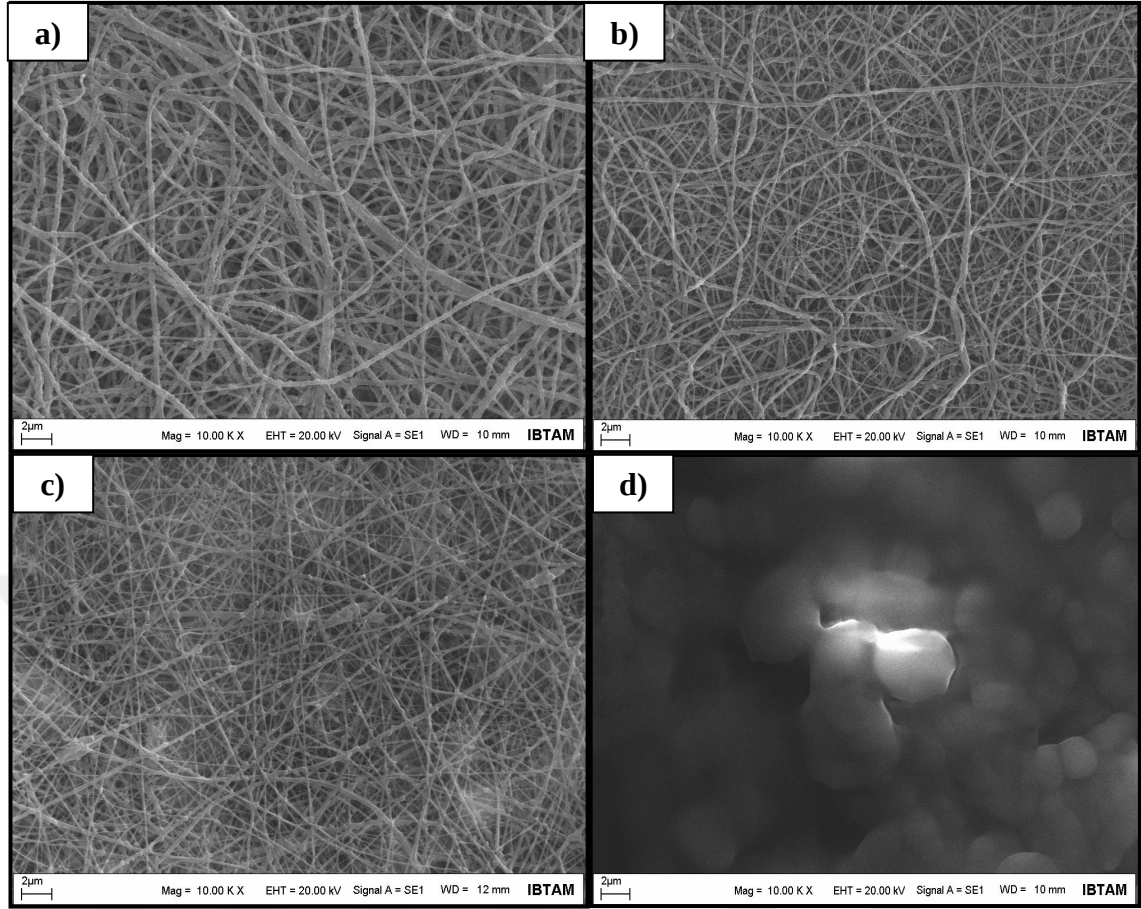


Şekil 4.3. Farklı mesafelerde üretilen fiber görüntüleri **a)** 8 cm; **b)** 9 cm; **c)** 10 cm; **d)** 11 cm; **e)** 12 cm; **f)** 13 cm; **g)** 14 cm; **h)** 15 cm

Şekil 4.3.'te verilen görüntüler incelendiğinde başlangıçta 8 cm mesafede fiber oluşumu net değilken, mesafe arttırılarak 11cm'e çıkıldığında daha net fiber görüntüleri elde edilmiştir. 8 -9 cm ve 10 cm mesafelerde fiber yapılarında boncuklanmalar dikkat çekmekte, 11 cm mesafede ise daha pürüzsüz fiber yapıları görülmektedir. Mesafe arttırılmaya devam edildiğinde 12 ve 13 cm'de fiber oluşumuyla birlikte ince film oluşumu da meydana geldiği görülmektedir. 14-15 cm mesafede ise fiber görüntüsü tamamen ortadan kalkmıştır. Yapılan bu değerlendirme doğrultusunda fiber üretimi için nozül-toplayıcı arasındaki etkin mesafe **11 cm** olarak belirlenmiştir.

4.3. H_3BO_3 -PVP360 Oranlarının Belirlenmesi

Polimer-öncü madde oranlarının belirlenmesi ile ilgili yapılan çalışmada H_3BO_3 -PVP360 bileşimindeki oranların fiber oluşumu üzerindeki etkileri araştırılmıştır. Çalışma doğrultusunda ağırlıkça %1-5, %1,5-4,5, %2-4 ve %2,5-3,5 oranlarında H_3BO_3 -PVP360 bileşimiyle hazırlanan çözeltilerde yüzey aktif madde olarak CTAB (%3) kullanılmıştır. 4 farklı oranda hazırlanan çözeltilerden 11cm mesafede, 25kV voltaj değeriyle ve 0,001 A akım altında fiber üretimi gerçekleştirilmiştir. Çalışmada elde edilen fiber örneklerinin morfolojileri SEM analizi ile incelenmiştir. Farklı H_3BO_3 -PVP360 oranlarına sahip çözeltilerden hazırlanan fiber örneklerin 10.00 KX büyütmede elde edilen SEM görüntüleri Şekil 4.4.'te gösterilmektedir.



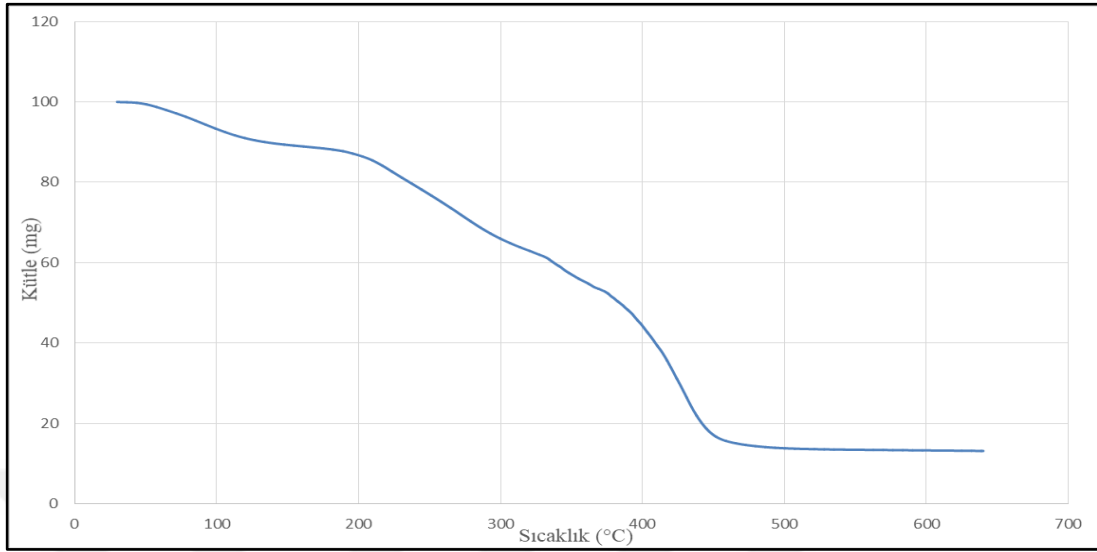
Şekil 4.4. Farklı H_3BO_3 -PVP360 oranlarında hazırlanan örneklerin SEM görüntüleri **a)** %1-5; **b)** %1,5-4,5; **c)** %2-4; **d)** %2,5-3,5

Şekil 4.4.'teki görüntüler incelendiğinde çözelti bileşiminde kullanılan PVP360 miktarının azalması ile ağırlıkça %1-5 oranından %2-4 oranına doğru gidildikçe fiber çaplarının incelendiği görülmektedir. Ağırlıkça %2,5-3,5 oranı kullanılarak hazırlanan örnekte ise fiber oluşumu gerçekleşmemiştir. Hazırlanan örnekler arasında en düşük polimer oranına sahip olan ağırlıkça %2,5-3,5 bileşimi, içeriğinde kullanılan polimer miktarının fiber oluşturmak için yeterli gelmemesi sebebiyle çalışmaya uygun bulunmamıştır. Ağırlıkça %1-5; %1,5-4,5; %2-4 oranları kendi aralarında kıyaslandığında ise çalışmalara en ince fiber görüntüsüne ulaşılan **%2-4** ağırlık oranına sahip H_3BO_3 -PVP360 çözeltisi ile devam edilmesine karar verilmiştir.

4.4. TGA Analizleri

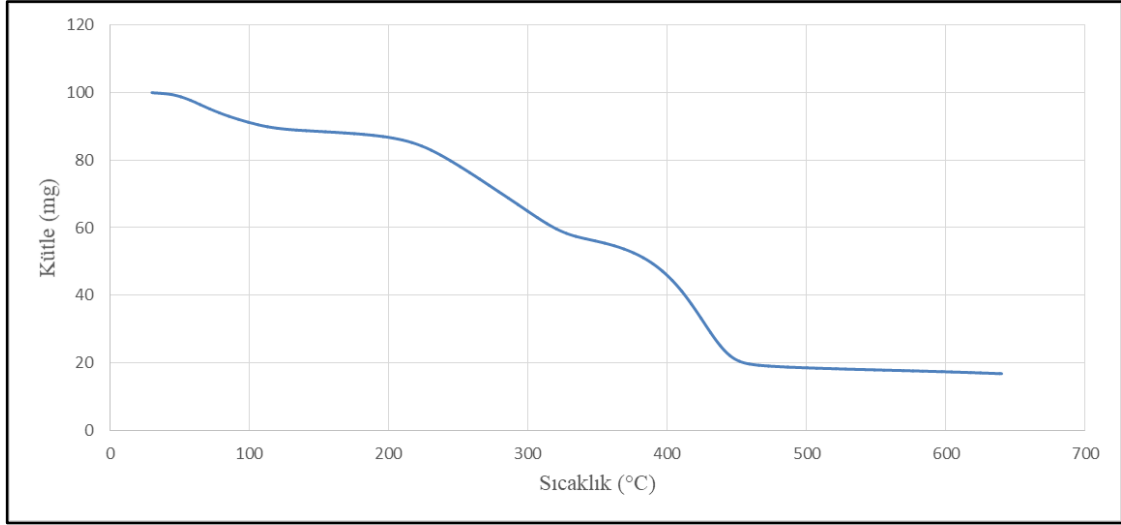
TGA analizleri için ağırlıkça %2-4 H_3BO_3 -PVP360 bileşiminde hazırlanan elektrospinning çözeltilerinde ağırlıkça %3 oranında CTAB ve SDS kullanılmıştır. İki farklı yüzey aktif maddeyle hazırlanan çözeltilerden elektrospinning yöntemiyle 11 cm mesafe, 25 kV ve 0,001 A koşullarında fiber üretimi gerçekleştirilmiştir. Fiber örneklerine 30-650 °C sıcaklık aralığında, 5 °C/dk sıcaklık artışıyla ve 20 ml/dk azot gazı sürüklenerek TGA analizi yapılmıştır. TGA analizi sonucunda elde edilen veriler doğrultusunda kütle-sıcaklık grafikleri oluşturularak sıcaklığa bağlı kütle kaybı değerleri incelenmiştir.

CTAB ve SDS kullanılarak hazırlanan fiberlerin TGA sonucunda hazırlanan termogramları sırasıyla Şekil 4.5.-4.6.' da gösterilmektedir.



Şekil 4.5. CTAB içeren örneğe ait kütle-sıcaklık termogramı

Şekil 4.5.'teki TGA eğrisi incelendiğinde, ilk olarak oda sıcaklığından 100 °C'ye kadar numunenin yaklaşık %7-8'lik kütle kaybettiği görülmekte olup, bu aralıkta numunedeki C_2H_5OH ve nemin uzaklaştığı düşünülmektedir. 150 °C itibarıyla da borik asit-bor oksit dönüşümü başlar ve 200 °C'ye kadar devam etmektedir (Sevim vd. 2006). Grafikte kütle kaybının en yoğun olduğu sıcaklık aralığı 250-450 °C olup, bu aralıkta yaklaşık olarak %65 kütle kaybı yaşandığı görülmektedir. İçeriğinde barındırdığı yüksek molekül ağırlığına sahip CTAB'ın 180 °C itibarıyla yanmaya başladığı ve 340 °C'ye kadar bozunmaya devam ettiği bilinmektedir (Ramimoghdam vd. 2012). PVP360 polimerinin ise termal bozunma sıcaklığı 250 °C'dir (Rao vd. 1999). Oda sıcaklığından 450 °C'ye kadar yaklaşık >%80 kütle kaybının olduğu görülmektedir. İncelenen termogramda kütle değerlerinin 450-650 °C arası neredeyse sabit kalarak çok az bir azalmayla devam ettiği görülmüştür. Ayrıca sıcaklık değeri 350 °C'ye ulaştığında numunenin neredeyse kütesinin %50'sini kaybettiği görülmektedir. Bu bilgiler referans alınarak, B_4C sentezi için teorik olarak hesaplanan %52 kütle kaybı değerinin TGA grafiğinde karşılık geldiği sıcaklık aralığı 350-400 °C'dir. Bu sebeple B_4C sentezinde son sıcaklık değeri 350-400°C aralığında tutularak kalsinasyon programları oluşturulmuştur.



Şekil 4.6. SDS içeren örneğe ait kütle-sıcaklık termogramı

Şekil 4.6.'daki TGA termogramında kütle kaybı değeri; 100 °C'ye kadar yaklaşık %8-9, 200-450 °C sıcaklık aralığında yaklaşık %65 gibi yüksek bir değere ulaşmakta ve 450-650 °C arası neredeyse sabit kalarak %2-3'lük bir azalmayla devam etmektedir. Ayrıca oda sıcaklığından 450 °C'ye kadar yaklaşık %80 kütle kaybının olduğu görülmektedir. CTAB kullanılarak hazırlanan fiberlerin termal bozunma sıcaklıklarından farklı olarak SDS'nin 160 °C itibariyle yanmaya başladığı ve 380°C'ye kadar bozunmaya devam ettiği bilinmektedir (Ramimoghadam vd. 2012). Bu bilgilerden yola çıkılarak B₂O₃ sentezi için kalsinasyon programları **400-650 °C** sıcaklık aralığında çalışılmıştır.

4.5. B₂O₃ ve B₄C Fiber Sentezi İçin Kalsinasyon Programının Belirlenmesi

Şekil 4.5.-4.6.'da gösterilen TGA grafiklerinden faydalanarak kalsinasyon sürecinde ısıtılma metotları oluşturulmuştur. TGA'dan çıkan fiber numuneleri görsel olarak değerlendirildiğinde CTAB katkılı fiber numunesinin koyu siyah renkte, SDS katkılı fiber numunesinin ise daha açık ve kahverengi renkte olduğu görülmüştür. Bunun nedeni araştırıldığında,

- CTAB'ın yanma sıcaklığının SDS'nin yanma sıcaklığından yüksek olması,
- CTAB'ın molekül ağırlığının SDS'nin molekül ağırlığından yüksek olması,
- CTAB'ın içerdiği C sayısının SDS'nin içerdiği C sayısından daha fazla olması,

gibi farklılıklar sebebiyle aynı koşullarda yapılan analiz sonucu farklı renkte numuneler meydana geldiği anlaşılmıştır (Hussin vd. 2013) Yapılan değerlendirme sonucunda CTAB'ın karbonizasyon için daha uygun olduğu kanaatine varılmış ve B₄C sentezi için CTAB içeren çözeltiler, B₂O₃ sentezi için ise SDS içeren çözeltiler kullanılmıştır.

Ağırlıkça %2-%4 oranında H₃BO₃-PVP360 bileşimiyle ağırlıkça %3 oranında CTAB ve SDS kullanılarak hazırlanan elektrospinning çözeltilerinden 11 cm mesafe, 25 kV ve 0,001 A koşullarında fiber üretimi gerçekleştirilmiştir. Elde edilen fiber örnekleriyle çeşitli ısıtılma metotları kullanılarak B₂O₃ ve B₄C sentezi için kalsinasyon

çalışması yapılmış, çalışma sonucunda ulaşılan bilgiler doğrultusunda kalsinasyon metodu belirlenmiştir.

4.5.1. B₂O₃ fiber sentezi için kalsinasyon programının belirlenmesi

B₂O₃ sentezi için yapılan kalsinasyon çalışmalarında, ısıt programları arasında 6, 7, 9, 10, 11 ve 12.I.P.O. kodlu programlar seçilerek örnekler uygulanmıştır. Kalsine edilen fiber örnekleri SEM analizi ile karakterize edilerek B₂O₃ sentezi için uygun kalsinasyon programı belirlenmeye çalışılmıştır. B₂O₃ sentezi için seçilen ısıt programları ve kalsinasyon koşulları özetlenerek Çizelge 4.1.'de gösterilmiştir.

Çizelge 4.1. B₂O₃ sentezi için seçilen ısıt programları ve kalsinasyon koşulları

-Kalsinasyon koşulları -	6.I.P.O.	7.I.P.O.	9.I.P.O.	10.I.P.O.	11.I.P.O.	12.I.P.O.
Hava atmosferinde kalsinasyon	✓	✓	✓	✓	✓	✓
Sıcaklık artış hızı (1°C/dk)	✓	✓	✓	✓	✓	✓
Son sıcaklık (650°C)	✓	-	-	-	-	-
Son sıcaklık (600°C)	-	✓	-	-	-	-
Son sıcaklık (550°C)	-	-	✓	-	-	-
Son sıcaklık (500°C)	-	-	-	✓	-	-
Son sıcaklık (450°C)	-	-	-	-	✓	-
Son sıcaklık (400°C)	-	-	-	-	-	✓
Program süresi 20h	✓	✓	-	-	-	-
Program süresi 25h	-	-	✓	✓	✓	✓
✓ : uygulandı - : uygulanmadı						

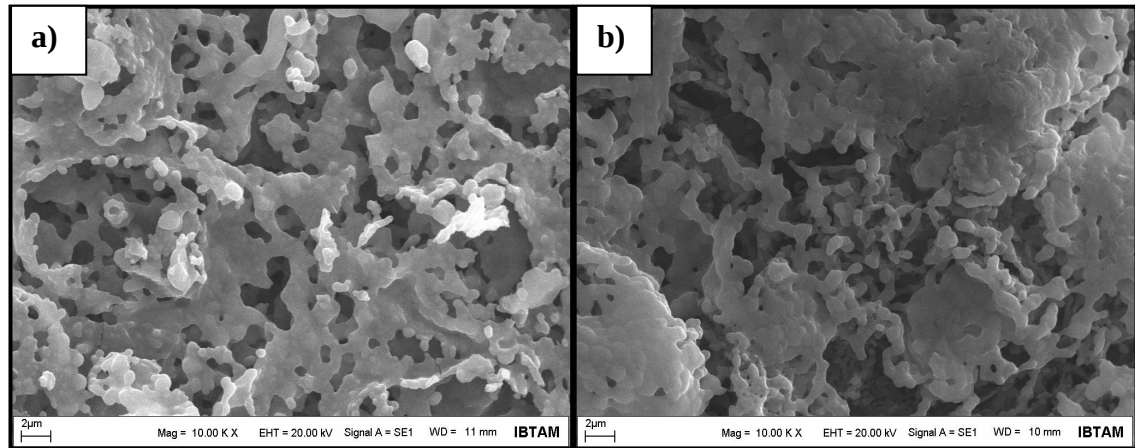
Çizelge 4.1.'de gösterilen koşullar detaylıca incelenirse;

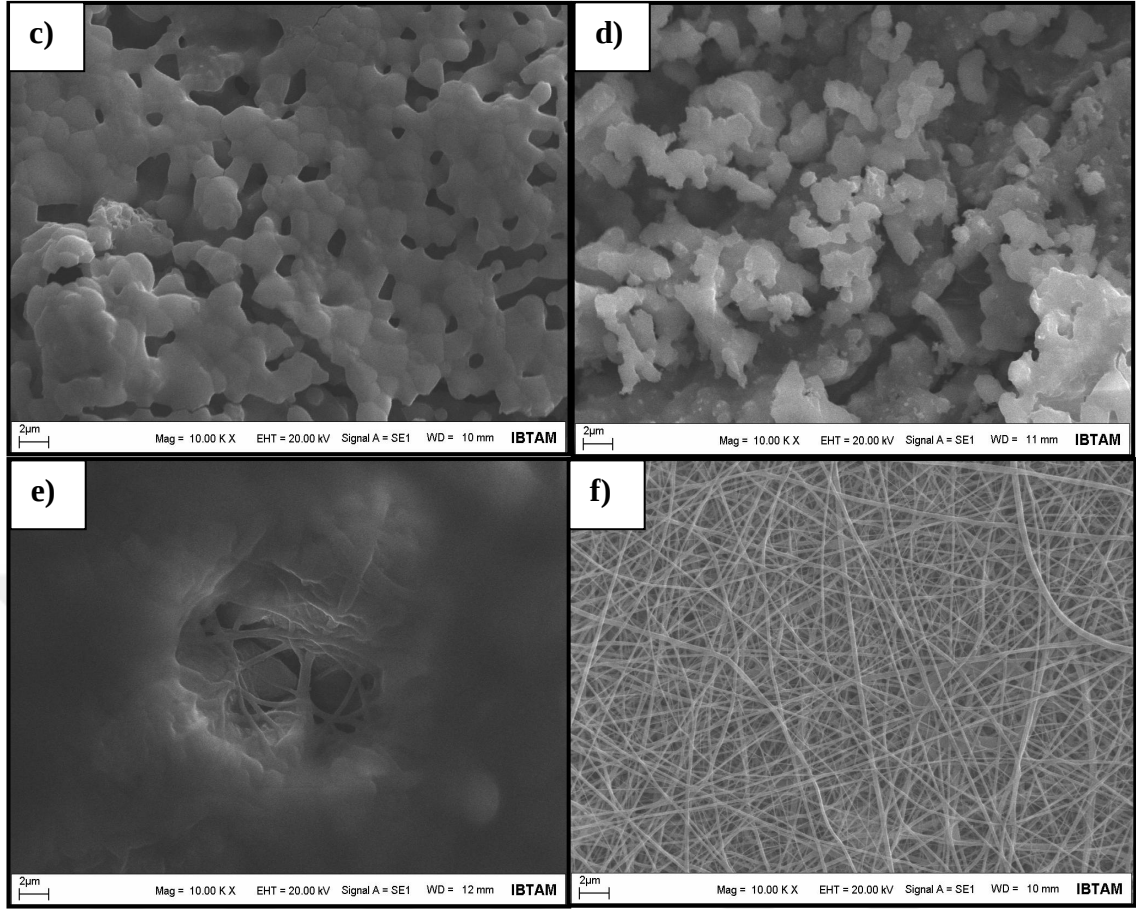
- Kalsinasyon işlemi hava atmosferinde yapıldığında, oksijenli yanmayla birlikte bileşimdeki karbon, CO₂ olarak ortamdan uzaklaşır ve B₂O₃ bileşiği meydana gelir. Bu sebeple 6,7,9,10,11 ve 12.I.P.O isimli programların tümünde hava atmosferinde çalışılmıştır.
- B₂O₃ sentezi için, 5 °C/dk- 3 °C/dk sıcaklık artış hızlarıyla yapılan kalsinasyon işlemlerinde olumlu sonuç alınamamıştır. Bu sıcaklık artış hızlarında çalışıldığında,

fiber yapılarında erime ve kalsinasyon kabına yapışma gözlenmiştir. Bunun dışında bir diğer olumsuz etkisi bileşiğin içerisindeki karbonun, CO₂ gazı olarak numuneden ayrılırken hızlı yakma esnasında şiddetli gaz çıkışından dolayı numunenin gözeneklerine hapsolarak kalmasıdır. Bu durum, yanmayı zorlaştırarak fiber yapısını deformasyona uğratar. Bu sebeple seçilen ısı programlarında 5 °C/dk- 3 °C/dk sıcaklık artış hızları tercih edilmemiştir.

- 1 °C/dk sıcaklık artış hızıyla yapılan kalsinasyon işlemi fiber formun korunması açısından olumlu sonuç vermiştir. Fiber yapısından uzaklaşan organik kısımlar sıcaklık artış hızının çok düşük olması sebebiyle yavaşça yapıdan ayrıldığı için fiber morfolojisine zarar vermez. Erime ve yapışma meydana getirmediği için 6,7,9,10,11 ve 12.I.P.O. kodlu örneklerde 1 °C/dk sıcaklık artış hızı kullanılarak kalsinasyon çalışması yapılmıştır.
- B₂O₃ sentezi için 5h, 10h ve 14h uygulanan kalsinasyon süreleri yanma işleminin tamamlanması için yeterli olmamıştır. 5h, 10h ve 14h kalsinasyon sürelerinde numune üzerinde siyah renkli bölgelerin yanmadan kaldığı görülmüştür. Kalsinasyon süresi 20h'e ulaştığında 650-550 °C sıcaklık aralığında etkili sonuç alınmış ve bu sebeple 6 ve 7.I.P.O. kodlu programlarda kullanılmıştır. Ancak daha düşük sıcaklık uygulamalarında 20h kalsinasyon süresi yeterli olmamıştır. Bu sebeple 9,10,11 ve 12.I.P.O. kodlu programlarda 25h kalsinasyon süresiyle çalışılmıştır.

Çizelge 4.1.' de ifade edilen koşullarda çalışılarak 6, 7, 9, 10, 11 ve 12.I.P.O. kodlu ısı programlarıyla kalsine edilen fiber örnekleri SEM analizi ile karakterize edilmiş ve 10.00KX büyütmede elde edilen SEM görüntüleri Şekil 4.7.'de gösterilmiştir.

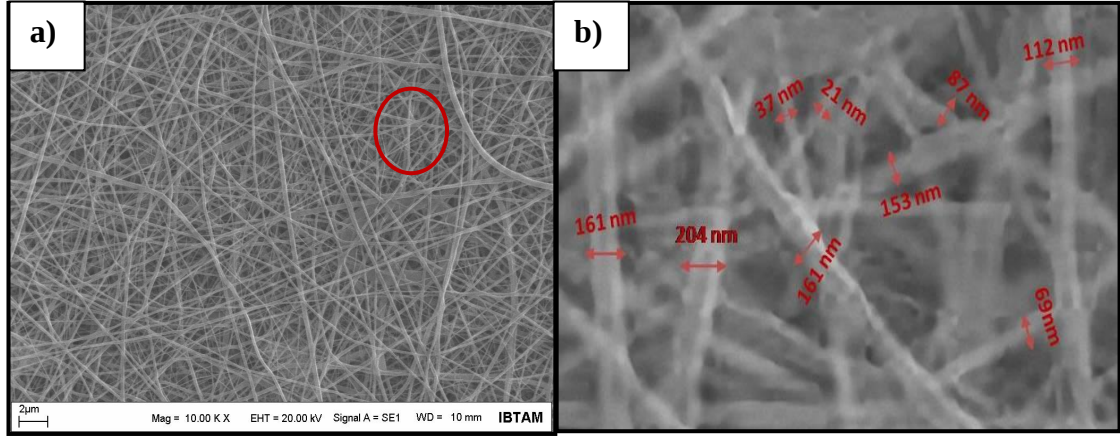




4.7. B₂O₃ sentezi için farklı ısı programları uygulanan örneklerin SEM görüntüleri **a)** 6. I.P.O.; **b)** 7.I.P.O.; **c)** 9.I.P.O.; **d)** 10. I.P.O.; **e)** 11. I.P.O.; **f)** 12.I.P.O.

Şekil 4.7.'deki görüntüler incelendiğinde 650-500°C arasındaki sıcaklıklardaki ısı programlarında (Şekil 4.7. a-d), uygulanan son sıcaklık değerine bağlı olarak fiber yapısında erime ve bozulmaların meydana geldiği görülmektedir. Ancak son sıcaklık değeri 450 °C'ye düşürüldüğünde (Şekil 4.7.e) bozulan fiber yapılarıyla birlikte yer yer fiber formunu koruyan kısımlar olduğu görülmüştür. Kalsinasyon sıcaklığı 400 °C'ye düşürüldüğünde ise (Şekil 4.7.f) 12.I.P.O. kodlu kalsinasyon programıyla kalsine edilen fiber örneğinin, kalsinasyon sonrasında fiber morfolojisini muhafaza ettiği ve hasar görmeden kaldığı görülmektedir. Bu doğrultuda Şekil 4.7.f'de gösterilen

12.I.P.O. kodlu programa ait fiber örneği daha detaylı incelenerek B₂O₃ bileşiğinin fiber çapları belirlenmiştir. B₂O₃ bileşiğinin fiber çapları Şekil 4.8.'de gösterilmektedir.



Şekil 4.8. B_2O_3 bileşimdeki **a)** 12.I.P.O. ait fiber görüntüsü.; **b)** Fiber çap ölçümü için kullanılan bölge

Şekil 4.8.'de 12.I.P.O. kodlu örneğin işaretlenen bölgesindeki fiber çapları ayrıntılı olarak gösterilmektedir. Şekil 4.8.b'de verilen görüntü üzerinden yapılan ölçümler sonucunda sentezlenen B_2O_3 fiber çaplarının 20-200 nm aralığında ve ortalama 115 nm olduğu anlaşılmaktadır. 12.I.P.O. kodlu kalsinasyon programı ile yapılan çalışmada (Şekil 4.8.a), pürüzsüz ve sürekli nanofiber yapılar elde edilmiştir. SEM görüntülerinden edinilen bilgiler doğrultusunda 12.I.P.O. kodlu ısı program B_2O_3 fiber sentezi için ideal kalsinasyon programı olduğuna karar verilmiştir.

4.5.2. B_4C fiber sentezi için kalsinasyon programının belirlenmesi

B_4C sentezi için çalışılan ısı programları arasında 5, 6 ve 7, 12.I.P.C. kodlu programlar seçilerek örnekler uygulanmıştır. Kalsine edilen fiber örnekleri SEM analizi ile incelenerek B_4C sentezi için uygun kalsinasyon programı belirlenmeye çalışılmıştır. B_4C sentezi için seçilen ısı programları ve kalsinasyon koşulları özetlenerek Çizelge 4.2.'de gösterilmiştir.

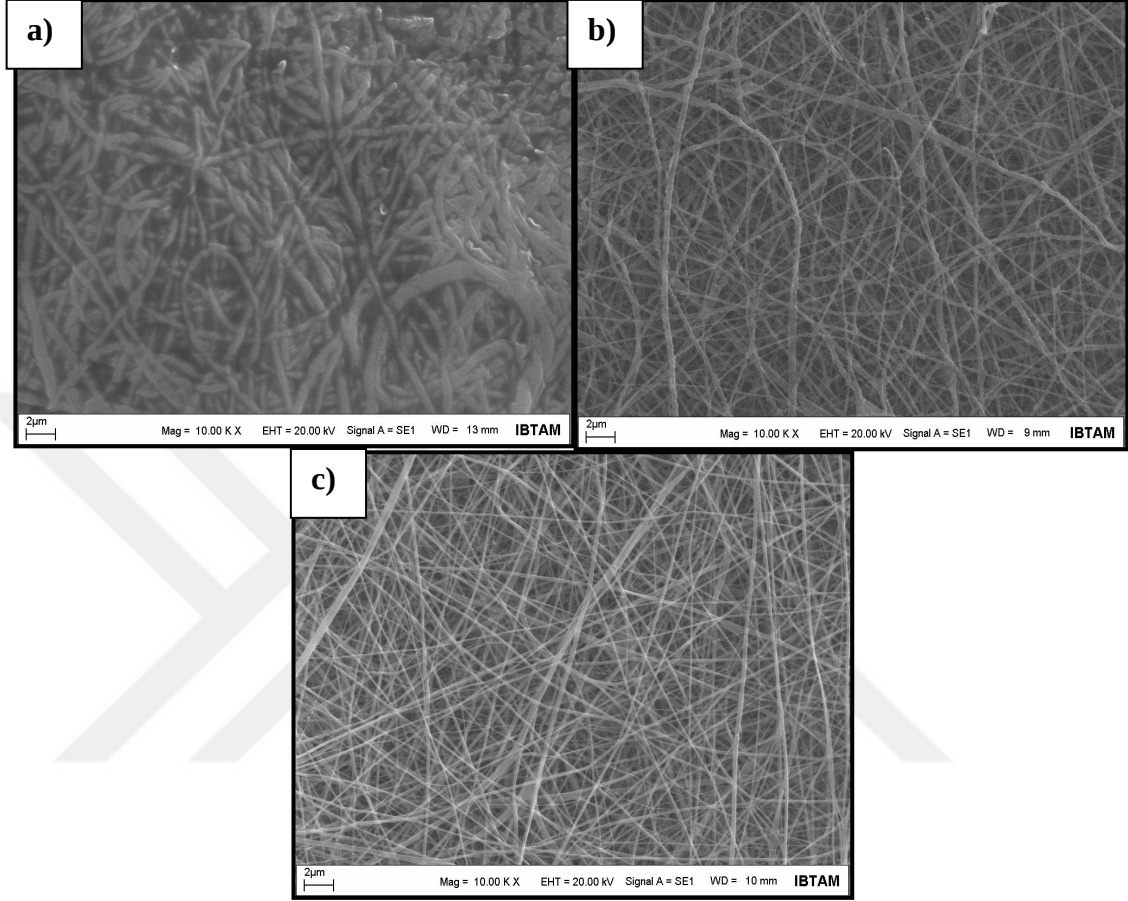
Çizelge 4.2. B₄C sentezi için seçilen ısı programları ve kalsinasyon koşulları

-Kalsinasyon koşulları -	5.I.P.C.	6.I.P.C.	7.I.P.C.
Azot atmosferinde kalsinasyon	✓	✓	✓
Sıcaklık artış hızı (1°C/dk)	✓	✓	✓
Son sıcaklık (400°C)	✓	-	-
Son sıcaklık (375°C)	-	✓	-
Son sıcaklık (350°C)	-	-	✓
Program süresi 8h	✓	✓	✓
✓: uygulandı -: uygulanmadı			

Çizelge 4.2.'de gösterilen kalsinasyon koşulları detaylıca incelenirse;

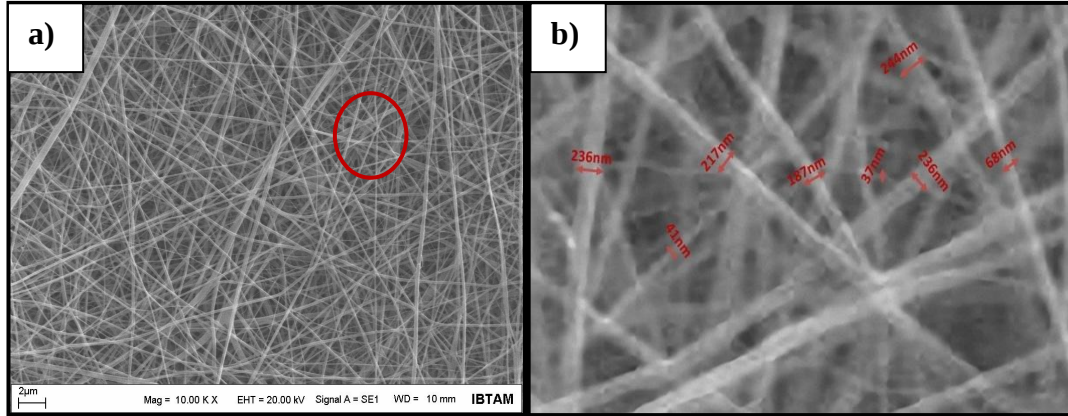
- Kalsinasyon işlemi azot atmosferinde yapıldığında (inert atmosfer) karbonizasyon reaksiyonu ile beraber numunedeki polimerden gelen C'ların bir kısmı B atomuyla bağ yaparak B₄C bileşiğini meydana getirirler. Bu sebeple 5, 6 ve 7.I.P.C. isimli programların tümünde azot atmosferinde çalışılmıştır.
- B₄C sentezinde kullanılan 5 °C/dk ve 3 °C/dk sıcaklık artış hızlarında fiber yapılarının deforme olduğu ve eriyerek kalsinasyon kabına yapıştığı gözlenmiştir. 1 °C/dk sıcaklık artış hızında ise yapıdan ayrılacak olan kısımların düşük hızla uzaklaşması sebebiyle fiber formunda hasar oluşumu gözlemlenmemiş ve 5, 6 ve 7.I.P.C. kodlu örneklerde 1 °C/dk sıcaklık artış hızı kullanılarak kalsinasyon çalışması yapılmıştır.
- B₄C sentezinde 2h ve 5h süreyle yapılan kalsinasyon uygulamalarında karbonizasyon reaksiyonunun tamamlanması için yeterli olmadığı görülmüş ve bu sürelerde yapılan çalışmalarda numune üzerinde karbonize olmayan bölgeler tespit edilmiştir. Kalsinasyon süresi 8h'e ulaştığında 400-350 °C sıcaklık aralığında etkili sonuç alınmış ve bu sebeple 6 ve 7.I.P.O. kodlu programlarda 8h kalsinasyon süresi kullanılmıştır.

Çizelge 4.2.'de ifade edilen kalsinasyon koşulları ile yapılan çalışmada, 5, 6 ve 7.I.P.C. kodlu ısı programlarıyla kalsine edilen fiber örnekleri SEM analizi ile incelenerek 10.00KX büyütmedeki SEM görüntüleri Şekil 4.9.'da sırasıyla gösterilmektedir.



Şekil 4.9. B₄C sentezi için farklı ısı programlar uygulanan örneklerin SEM görüntüleri
a) 5. I.P.C.; b) 6.I.P.C.; c) 7.I.P.C.

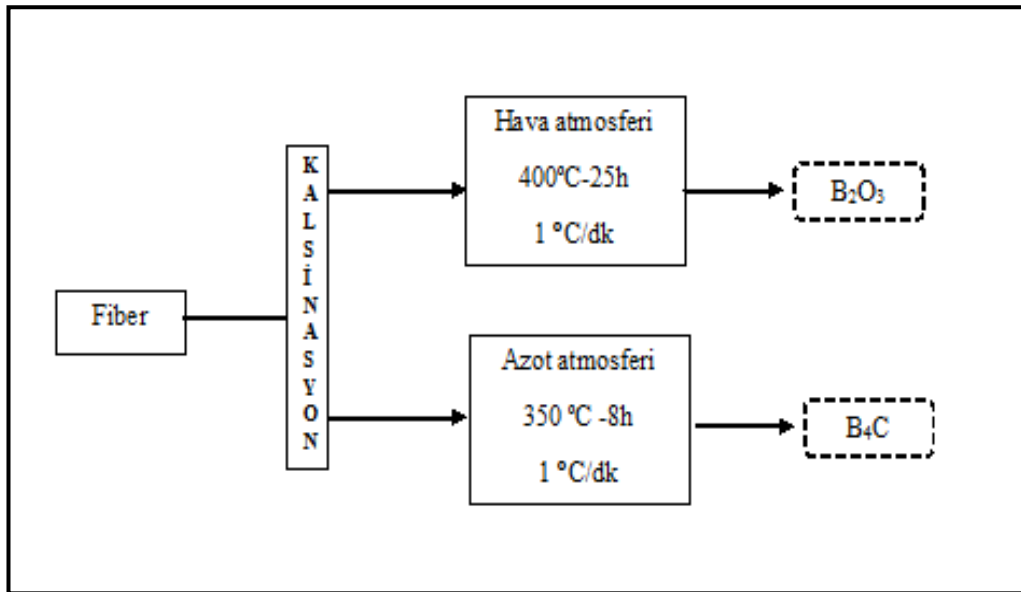
Şekil 4.9.'daki SEM görüntüleri incelendiğinde, son sıcaklık değerinin 400 °C' den 350 °C'ye kadar 25 °C aralıklarla düşürülerek uygulanan ısı programlarında, 5.I.P.C.'den 7.I.P.C.'ye doğru gidildikçe fiber yapılarında giderek iyileşme meydana geldiği görülmüştür. Şekil 4.9.a'da görülen SEM fotoğrafında son sıcaklık **400 °C**'de iken fiber yapıları görülmekle birlikte fiberler formunu kaybetmeye başlayarak yapışmaya gittiği görülmüştür. Son sıcaklık değerinin **375 °C** olduğu 6.I.P.C. kodlu ısı programının uygulandığı örnekteki (Şekil 4.9.b) fiber morfolojisinin 400°C' de elde edilene kıyasla, fiber formunun deforme olmadan daha sağlıklı bir şekilde korunduğu görülmektedir. Kalsinasyon sıcaklık değerinin **350 °C** olduğu 7.I.P.C. kodlu ısı programa ait örneğin SEM görüntüsü (Şekil 4.9.c), diğer iki sıcaklık değerindeki görüntülerle kıyaslandığında ince teller halinde dağılan çok daha pürüzsüz fiber yapılarının elde edildiği görülmektedir. Bu doğrultuda Şekil 4.9.c'de gösterilen 7.I.P.C kodlu programa ait fiber örneği daha detaylı incelenerek, SEM görüntüsü üzerinden B₄C bileşimindeki fiberlerin çapları belirlenmiş ve Şekil 4.10.'da gösterilmiştir.



Şekil 4.10. B₄C bileşimdeki **a)** 7.I.P.C. ait fiber görüntüsü.; **b)** Fiber çap ölçümü için kullanılan bölge

Şekil 4.10.'da 7.I.P.C. kodlu örneğin işaretlenen bölgesindeki fiber çapları ayrıntılı olarak gösterilmektedir. Şekil 4.10.b'de verilen görüntü üzerinden yapılan ölçümler sonucunda B₄C fiber çaplarının 40-250 nm aralığında ve ortalama 160 nm olduğu anlaşılmaktadır. 7.I.P.C. kodlu kalsinasyon programı ile yapılan çalışmada (Şekil 4.10.a), pürüzsüz ve sürekli nanofiber yapılar elde edilmiştir. SEM görüntülerinden edinilen bilgiler doğrultusunda 7.I.P.C. kodlu ısı program B₄C fiber sentezi için ideal kalsinasyon programı olduğuna karar verilmiştir.

Kalsinasyon çalışmalarında yapılan deneysel gözlemler ve elde edilen SEM görüntüleri doğrultusunda B₂O₃ ve B₄C sentezi için belirlenen sırasıyla 12.I.P.O. ve 7.I.P.C. kodlu ısı programları uygun kalsinasyon metodları olarak seçilmiştir. B₂O₃ ve B₄C sentezi için seçilen kalsinasyon metodları şematize edilerek Şekil 4.11.'de gösterilmiştir.

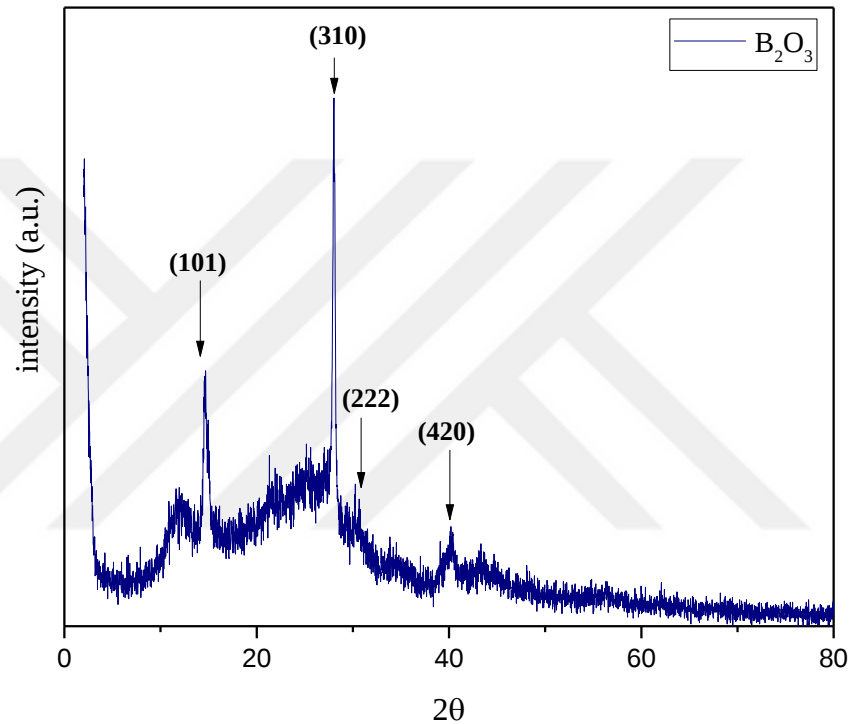


Şekil 4.11. B₂O₃ ve B₄C sentezi için belirlenen kalsinasyon metodu

Şekil 4.11.'de belirtilen kalsinasyon metotları uygulanan B_2O_3 ve B_4C fiberlerin kristal yapıları XRD analizi ile incelenmiştir.

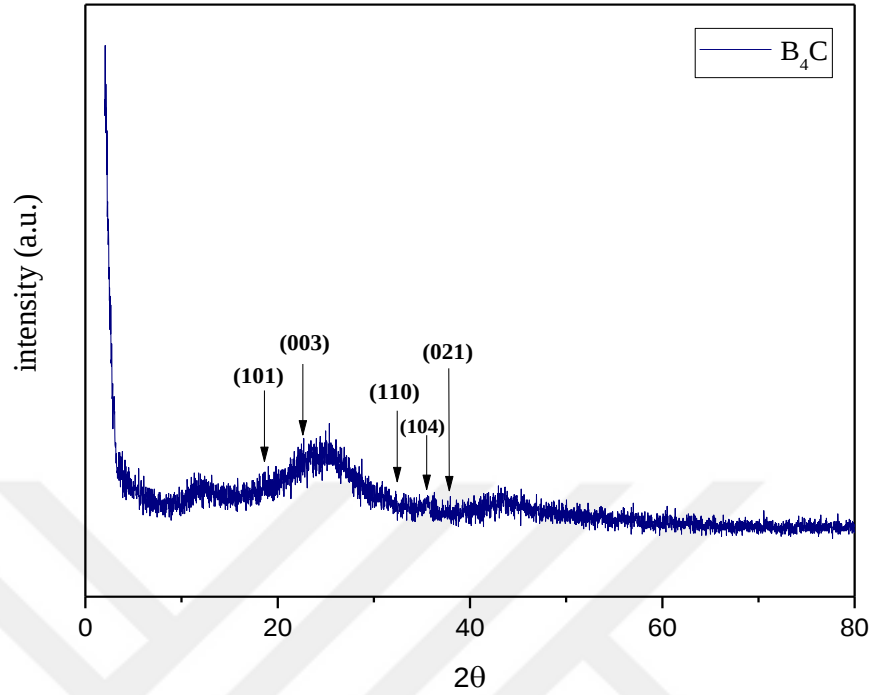
4.6. XRD Analizleri

Kalsinasyon işlemiyle sentezlenen B_2O_3 ve B_4C fiberlerdeki kristalin bölgelerin varlığının belirlenmesi için XRD analizlerinden yararlanılmıştır. Şekil 4.12.'de B_2O_3 fiberlerine ait XRD grafiği, Şekil 4.13.'de ise B_4C fiberlerine ait XRD grafiği görülmektedir.



Şekil 4.12. B_2O_3 fiberlerine ait XRD grafiği

Şekil 4.12.'de sırasıyla (101), (310), (222) ve (420) kristal düzlemleri olarak gösterilen yüksek ve düşük şiddetteki pikler, sırasıyla 2θ değerlerinin $14,610^\circ$, $27,770^\circ$, $30,600^\circ$ ve $39,859^\circ$ 'deki kristal faz açılara karşılık gelmektedirler. Literatür araştırmalarında benzer şiddetler gösteren ve neredeyse aynı açı değerlerinde beliren piklerin B_2O_3 'in kristal bölgelerini gösterdiği görülmüştür. Bu bilgilerden yararlanılarak sentezlenen fiber B_2O_3 'te kristal bölgelerin varlığı tespit edilerek $\alpha\text{-}B_2O_3$ kristal yapısına sahip olduğu düşünülmüştür. (Töre vd. 2004; Güzel 2006)

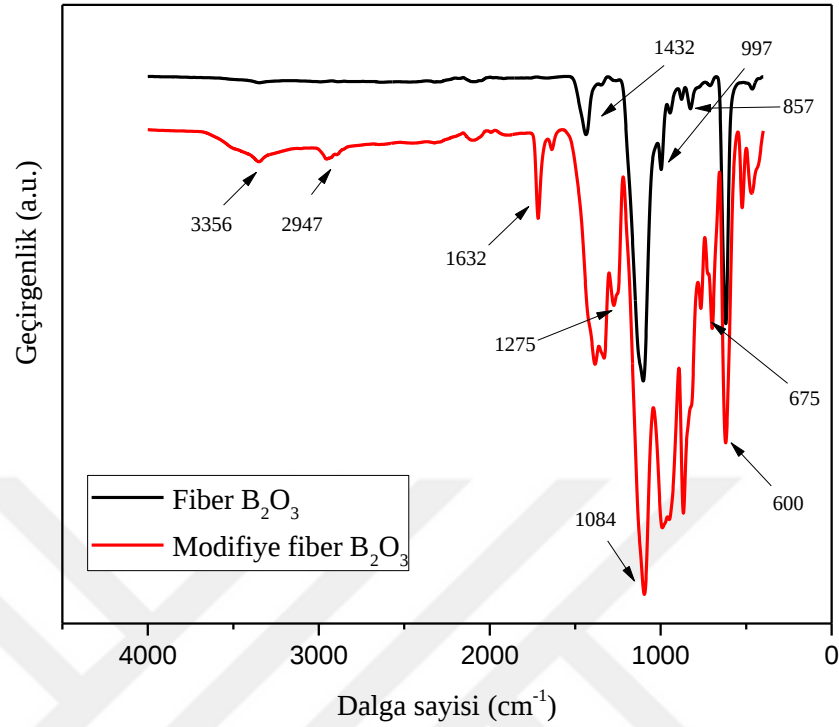


Şekil 4.13. B₄C fiberlerine ait XRD grafiği

Şekil 4.13.'te görülen XRD grafiği için B₄C'ün JCPDS#00-06-0555 kodu incelenerek (101), (003), (110), (104) ve (021) kristal düzlemleri oluşturulmuştur. Bu bölgelerdeki kristal düzlemlere karşılık gelen kristal faz açıları sırasıyla 19,711°, 22,091°, 23,453°, 34,880° ve 37,760°'dir. B₄C fiberlerine ait XRD grafiği, pik şiddetleri çok düşük olduğundan genel olarak amorf özellik göstermiştir. B₄C'ün fiber formunu bozmamak için düşük sıcaklıkta gerçekleştirilen kalsinasyon işlemi B₄C'nin amorf fazda bulunmasına neden olmuştur.

4.7. FT-IR Analizleri

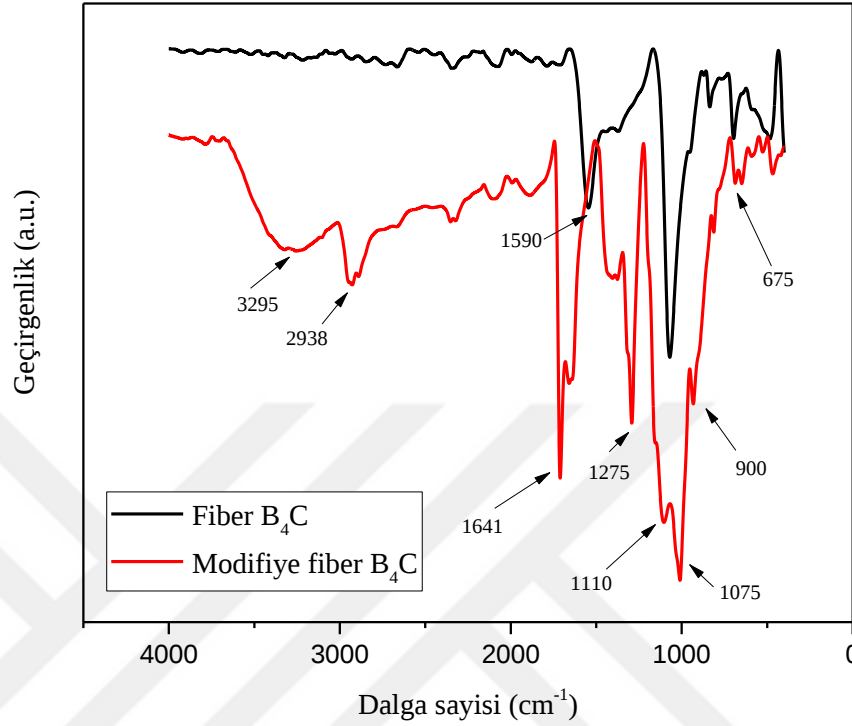
FT-IR spektrometresinden yararlanılarak, kalsinasyon işlemiyle sentezlenen B₂O₃ ve B₄C fiberlerin modifikasyonu incelenmiştir. Modifikasyon öncesi fiber yapılarındaki B-O ve B-C bağ oluşumları dikkate alınırken modifikasyon sonrası Si-O-B bağ oluşumları takip edilmiştir. B₂O₃ ve B₄C bileşimlerine ait FT-IR grafikleri sırasıyla Şekil 4.14. ve Şekil 4.15'te gösterilmektedir.



Şekil 4.14. B₂O₃ fiberlerine ait FT-IR spektrumu

- B₂O₃ bileşiğinin yapısındaki boroksol (BO₃) halkalarının 1200-1450 cm⁻¹ arasında gerilme titreşimi gösterdiği bilinmektedir (Kamitsos vd. 1986). Şekil 4.14.'teki FTIR spektrumunda, sentezlenen fiber B₂O₃'in 1432cm⁻¹'de gelen gerilme piki, B₂O₃ bileşiminde BO₃ halkalarının varlığını göstermektedir.
- BO₄ bağlanmalarına ait B-O gerilme titreşimi 850-1100 cm⁻¹ arasında belirgin üç pik gösterir ve bu bölgede görülen ilk pik şiddetlidir. Devamında yukarı doğru bir yükselme göstererek daha düşük şiddette birbirine yakın iki pik daha verir (Kamitsos vd. 1986). Fiber B₂O₃'te görülen 1084 cm⁻¹'deki şiddetli pik ve devamında görülen 997 ve 857 cm⁻¹'deki diğer iki pik, B₂O₃ bileşiminde BO₄ tipi tetragonal bağlanmanın varlığını göstermektedir.
- B₂O₃ oluşumu sırasında yapıda bir miktar -OH grubu kalır. -OH grupları B₂O₃(OH) şeklinde yapıya bağlanarak ortorombik kafesler meydana getirirler. Yüksek sıcaklıklara çıkıldıkça -OH grupları yapıdan ayrılır ve susuz B₂O₃ üretilir (Töre vd. 2004). Bu tip B₂O₃(OH) bir bağlanmanın 600 cm⁻¹'de pik verdiği görülmüştür. Bu pik yapıda bor oksite bağlı -OH gruplarının olduğunu düşündürmektedir (Parsons vd. 1960).
- B₂O₃ yapısına MPTS'in bağlanmasıyla birlikte modifiye edilmiş fiber B₂O₃'e ait pikler 3356 cm⁻¹'de -OH piki, 2947 cm⁻¹'de alkil gruplarına ait simetrik C-H

gerilmesi, 1632 cm^{-1} 'de C=C bağı olduğu görülmektedir (Bag vd. 2009). 1275 cm^{-1} 'de Si-C bağlanması, 675 cm^{-1} B-O-Si bandı görülmektedir (Schiavon vd. 2008).



Şekil 4.15. B₄C fiberlerine ait FT-IR spektrumu

- B₄C bileşiği genellikle 1600 ve 1080 cm^{-1} 'de kuvvetli iki pik verir. Bu da amorf bor karbürlerde ikosahedraların varlığını gösterir (Bao vd. 2011). Şekil 4.15.'te görülen grafikte 12 atomlu ikosahedra kümelerindeki B-B bağlanmasının 1590 cm^{-1} 'de, C-B bağının da 1075 cm^{-1} 'de geldiği düşünülmektedir.
- Bor karbürün yapısına MPTS'in bağlanmasıyla birlikte 3295 cm^{-1} 'de -OH piki, 2938 cm^{-1} 'de alkil gruplarına ait simetrik C-H gerilmesi, 1641 cm^{-1} 'de C=C bağı olduğu görülmektedir (Bag vd. 2009). 1275 cm^{-1} 'de Si-C bağlanması, 1110 cm^{-1} Si-O bağlanması, 900 cm^{-1} ve 675 cm^{-1} B-O-Si bandı görülmektedir. (Schiavon vd. 2008)

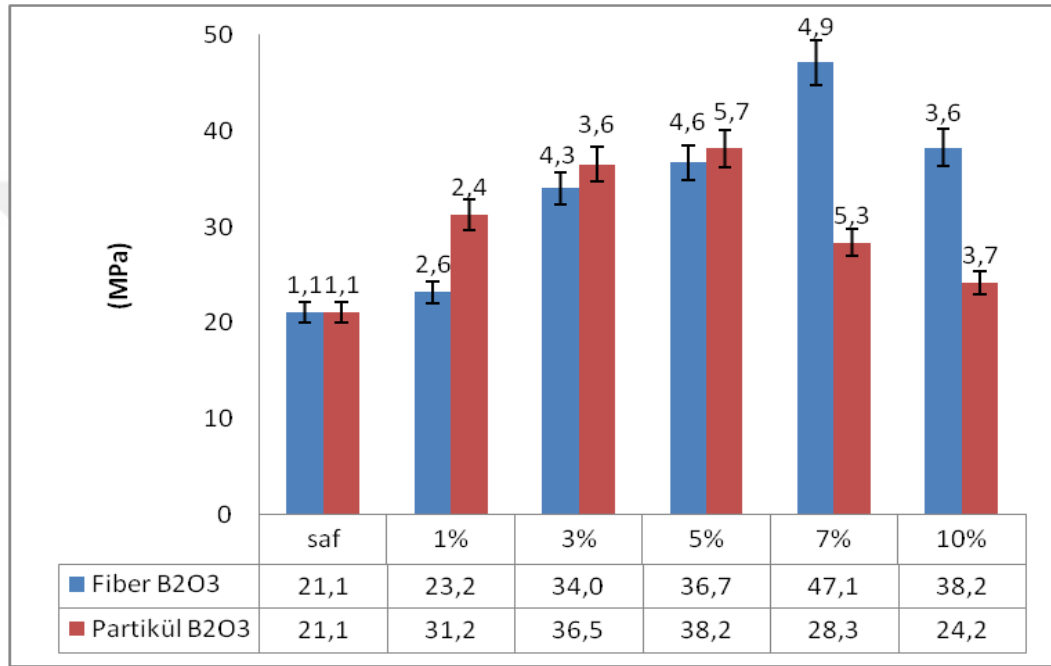
4.8. Üç-Nokta Eğme Testleri

Fiber formunda bulunan B₂O₃ ve B₄C takviyeli kompozitlerin mekanik özelliklerini belirlemek amacıyla üç-nokta eğme testi uygulanmıştır. Bunun için fiber takviye malzemesi matris içerisinde ağırlıkça %1, %3, %5, %7 ve %10 oranlarında kullanılarak beş farklı karışım oluşturulmuş ve her bir karışımdan 7 paralel numune hazırlanarak üç-nokta eğme testi yapılmıştır. Test sonucunda numunelerden elde edilen değerlerin ortalama ve standart sapmaları hesaplanarak, bu veriler doğrultusunda üç-nokta eğme testi grafikleri oluşturulmuştur. Ticari olarak satın alınan partikül formundaki B₂O₃ ve B₄C bileşikleriyle de aynı koşullarda kompozitler hazırlanmış ve

bu kompozitlere de üç-nokta eğme testi yapılmıştır. Bu işlemin amacı partikül formunda üretilen ticari bir bileşik ile fiber formunda sentezlenen aynı bileşiğin mekanik değerlerindeki değişimin incelenmesidir.

4.8.1. B₂O₃ takviyeli kompozitlerin üç-nokta eğme testi

Farklı oranlarda fiber B₂O₃ takviye edilerek hazırlanan kompozitlerin üç-nokta eğme testi grafiği Şekil 4.16.'da gösterilmektedir. Partikül formdaki ticari B₂O₃ kullanılarak hazırlanan kompozitlerin de üç-nokta eğme testi sonuçları aynı grafik üzerinde verilmiştir.



Şekil 4.16. Fiber ve partikül B₂O₃ takviyeli kompozitlerin üç-nokta eğme testi grafiği

Şekil 4.16.'daki üç-nokta eğme testi grafiği incelendiğinde, her iki çalışma için de takviye maddesi konulmadan hazırlanan kompozitlerin eğilme direnci değeri (21,1 MPa) başlangıç değeri olarak kabul edilir. Sonrasında takviye oranlarına bağlı olarak değerlerin değiştiği görülmektedir.

Fiber B₂O₃ takviye edilerek hazırlanan kompozitlerin eğilme dayanımı değerleri, takviye oranı ağırlıkça %7'ye ulaşınca kadar düzenli olarak artış göstermekte ve 47,1 MPa olarak ölçülmüştür. Ancak takviye oranının ağırlıkça %10'a yükseltilmesiyle mekanik dayanımda bir miktar düşme olduğu görülmektedir. Eğilme dayanımındaki bu düşmeye, takviye miktarının artmasıyla beraber belli bir orandan sonra matrisle tam örtüşme gerçekleştiremediği, bu sebeple ara fazda çatlak oluşumuna sebep olduğu düşünülmektedir.

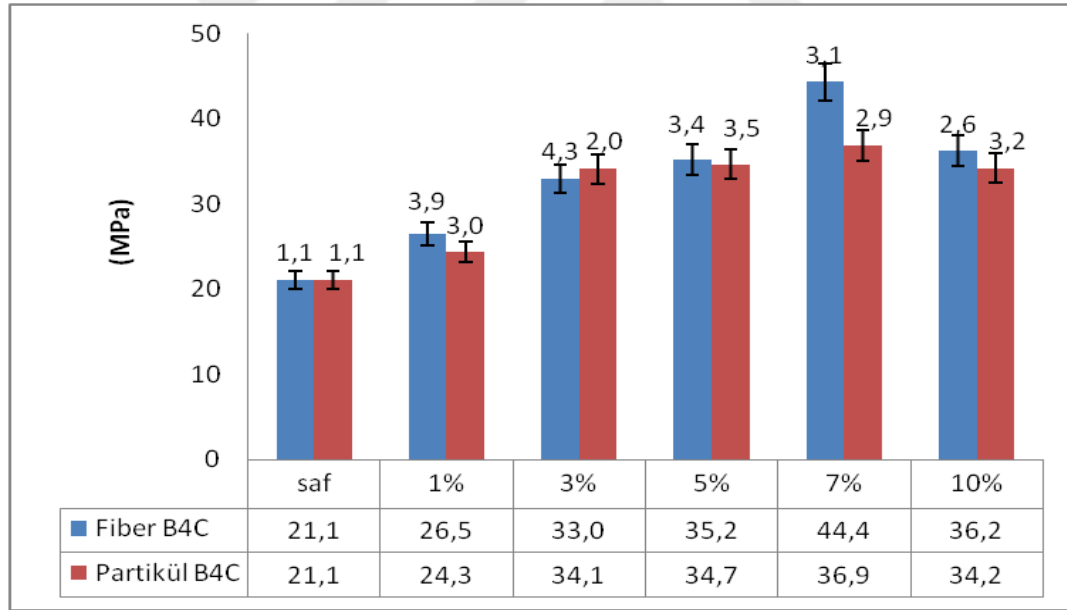
Partikül B₂O₃ takviye edilerek hazırlanan kompozitlerin mekanik değerleri, takviye oranı ağırlıkça %5'e ulaşınca kadar düzenli artış göstermiş ve 38,2 MPa değeri ile maksimum dayanıma sahip olmuştur. Fakat takviye oranı ağırlıkça %5'ten

%10'a kadar arttırıldığında eğilme dayanımı değeri azalarak devam etmiştir. Bu olay fiber B_2O_3 'te meydana gelen durumla benzer şekilde ortamda matrisin taşıyabileceğinden fazla takviye maddesi bulunmasından kaynaklanmaktadır.

Ticari B_2O_3 takviye edilerek hazırlanan kompozitlerin 38,2 MPa maksimum dayanım değerine karşılık, fiber B_2O_3 takviye edilerek hazırlanan kompozitler 47,1 MPa maksimum dayanım göstererek, fiber takviyesinin partikül takviyesine kıyasla mekanik dayanımı arttırdığını göstermiştir. Bunun yanı sıra fiber takviyesiyle ağırlıkça %7 takviye oranına kadar mekanik dayanım düzenli olarak artma gösterirken, partikül takviyesinde bu oran ağırlıkça %5 ile sınırlı kalmıştır. Bu durumun, fiberlerin sahip olduğu geniş yüzey alanları sayesinde matris fazında partiküllerin kapladığı hacimden daha çok hacim kaplayarak daha iyi arayüz etkileşimi meydana getirmesiyle gerçekleştiği düşünülmektedir.

4.8.2. B_4C takviyeli kompozitlerin üç-nokta eğme testi

Fiber B_4C takviye edilerek 5 farklı oranda hazırlanan kompozitlere üç-nokta eğme testi uygulanmış ve test sonucunda elde edilen veriler doğrultusunda Şekil 4.17.'de gösterilmekte olan grafik oluşturulmuştur. Bununla birlikte ticari B_4C kullanılarak, partikül takviyeli hazırlanan kompozitlerin de üç-nokta eğme testi sonuçları aynı grafik üzerinde gösterilmiştir.



Şekil 4.17. Fiber ve ticari B_4C takviyeli kompozitlerin üç-nokta eğme testi grafiği

Şekil 4.17.'de grafikte gösterilen 21,1 MPa değeri, takviye maddesi konulmaksızın hazırlanan kompozitlerin eğilme direnci değeridir ve matrisin saf dayanımı olarak kabul edilir.

Fiber B_4C takviyeli kompozitlerin eğilme direnci değerleri, fiber B_2O_3 'e benzer şekilde sonuç vererek ağırlıkça %7 takviye oranına ulaşmaya kadar düzenli olarak artış göstermiştir. Ağırlıkça %7 oranında fiber B_4C takviye edilerek hazırlanan kompozitler

44,4 MPa değeri ile maksimum dayanıma ulaşmış ve takviye oranının ağırlıkça %10'a yükselmesiyle eğilme direnci değerinde bir miktar düşüş meydana gelmiştir. Bu düşüşün, takviye miktarının arttırılmasıyla matrisin takviye maddesini tam anlamıyla örtmemeyerek yetersiz hale gelmesi sebebiyle meydana geldiği düşünülmektedir.

Partikül B₄C takviyeli kompozitlerin eğilme direnci değerleri, ağırlıkça %7 oranına kadar düzenli bir şekilde artmış ve 36,9 MPa değeri göstermesiyle maksimum dayanıma ulaşmıştır. Ağırlıkça %10 oranında ise 34,2 MPa'a düşerek azalma göstermiştir. Değerlerde görülen azalmanın sebebi fiber B₄C takviyesinde de meydana geldiği gibi, takviye miktarının artmasıyla matrisin takviye fazı bir arada tutmakta zorlanması ve tam örtüşme sağlanamadığından meydana gelen çatlak oluşumundan kaynaklandığı düşünülmektedir.

Fiber B₄C takviyeli kompozitler ile ticari B₄C takviyeli kompozitler maksimum mekanik dayanım değerleri baz alınarak karşılaştırıldığında, fiber B₄C takviyeli kompozitlerin 44,4 MPa dayanımla partikül B₄C takviyesiyle hazırlanan kompozitlerden 8MPa fazla değer göstererek, mekanik dayanımını daha fazla arttırdığı görülmektedir. Fiber yapılar sahip olduğu geniş yüzey alanı sayesinde matriste daha geniş hacim kaplayarak arafazda meydana gelebilecek olan çatlak oluşumlarını gidermektedir. Bu sebeple fiber katkılı kompozit numunelerde daha yüksek mekanik dayanım elde edildiği düşünülmektedir.

5. SONUÇLAR

Tez çalışmasında H_3BO_3 ve PVP'den yola çıkılarak B_2O_3 ve B_4C olmak üzere iki farklı bor bileşiği fiber formunda sentezlenmiştir. Çalışmada H_3BO_3 ; **B** kaynağı, PVP ise **C** kaynağı olarak kullanılmıştır. Bu kapsamda fiber elde edilecek olan çözeltinin hazırlama aşamaları ayrıntılı olarak çalışılmış, çözeltide kullanılacak olan çözücünün özellikleri ön denemelerle belirlenmiştir. Çözeltide kullanılan yüzey aktif maddenin özellikleri ve bununla birlikte çözelti içerisindeki H_3BO_3 , PVP360 ve yüzey aktif maddelerin bileşim oranları yüksek çözünürlüklü mikroskop ve SEM analizleriyle belirlenmiştir.

Elektrospinning yöntemi için çözelti hazırlama işleminde çeşitli çözücüler arasından ideal çözücü olarak C_2H_5OH (**etanol**) seçilmiştir. Farklı polimerlerle çalışılarak hazırlanan elektrospinning çözeltisi için en uygun taşıyıcı polimer olarak **PVP-360.000** seçilmiştir. PVP-360.000 kullanılarak ağırlıkça %2,5, %5, %7,5 ve %10 oranlarında hazırlanan PVP360- C_2H_5OH çözeltilerinde uygun taşıyıcı polimer miktarının ağırlıkça %7,5 olduğu belirlenmiştir.

Yüzey aktif madde miktarı, kullanılan polimer miktarı üzerinden ağırlıkça %1, %3, %5 ve %7 oranlarında çalışılıp yüksek çözünürlüklü mikroskop ile karakterize edildikten sonra, elektrospinning yöntemi için uygun yüzey aktif madde oranının ağırlıkça %3 olduğu belirlenmiştir. **CTAB**, **SDS** ve **Triton-x** olmak üzere 3 farklı yüzey aktif maddeyle hazırlanan fiberlerin SEM analizinden **CTAB** ve **SDS**'nin uygun olduğu belirlenmiştir. Ayrıca gerçekleştirilen TGA analizleri sonucunda **CTAB**'ın B_4C sentezi için, **SDS** yüzey aktif maddesinin ise B_2O_3 sentezi için uygun olduğu belirlenmiştir.

Ağırlıkça %1-%5, %1,5-%4,5, %2-4, %2,5-3,5 oranlarına sahip H_3BO_3 -PVP360 çözeltilerinden elde edilen fiber örnekleri SEM analiziyle karakterize edilerek H_3BO_3 -PVP360 çözeltisi için uygun oran ağırlıkça %2-%4 olarak belirlenmiştir. CTAB (%3) varlığında hazırlanan ağırlıkça %2-%4 oranına sahip H_3BO_3 -PVP360 bileşimindeki çözelti ile elektrospinning parametreleri çalışılarak ve parametre değişiminin fiber morfolojisi üzerine etkisi yüksek çözünürlüklü mikroskop ile incelenmiştir. Çalışma sonucunda elektrospinning yöntemi için uygun parametre koşulları nozül-toplayıcı arasındaki mesafe **11 cm**, voltaj **25 kV**, akım **0,001 A** ve besleme hızı **12 ml/dk** olarak belirlenmiştir.

Tez kapsamında belirlenmiş olan çözelti koşulları ve elektrospinning parametreleri ile fiber örneklerinin TGA analizinden elde edilen bilgiler doğrultusunda kalsinasyon çalışmaları B_2O_3 sentezi için **400-650 °C** sıcaklık aralığında, B_4C sentezi için **350-400°C** sıcaklık aralığında yapılmıştır. Kalsinasyon çalışmasında uygulanan kalsinasyon sıcaklığının fiber morfolojisi üzerine etkileri incelenerek ve fiber yapısını deforme etmeden kalsinasyon işlemi gerçekleştirebilmek için farklı ısı programlarıyla çalışılmıştır. Seçilen ısı programlarıyla kalsine edilen fiber örnekleri SEM analizinden B_2O_3 için kalsinasyon sıcaklığı **400°C**, sıcaklık artış hızı **1°C/dk** ve ısı program süresi **25h**, B_4C için ise kalsinasyon sıcaklığı **350°C**, sıcaklık artış hızı **1°C/dk** ve ısı program süresi **8h** olarak belirlenmiştir.

Belirlenen kalsinasyon koşullarında elde edilen **B₂O₃** bileşimindeki fiber çapı **20-200 nm** aralığında olup ortalama **115 nm**, **B₄C** bileşimi için ise fiber çapı **40-250 nm** aralığında olup ortalama **160 nm** olarak ölçülmüştür. Sentezlenen nanofiber örnekleri XRD analizi ile karakterize edilerek B₂O₃ bileşiğinin α -B₂O₃ kristal formda ve B₄C bileşiğinin ise amorf yapıda oluşum gösterdiği sonucuna ulaşılmıştır. Aynı örnekler MPTS ile modifiye edilerek, modifikasyon öncesi ve sonrası kimyasal bağ oluşumları FT-IR analizi ile karakterize edilmiştir. FT-IR analizi ile B₂O₃ bileşiğinin yapısında trigonal (**BO₃**) ve tetragonal (**BO₄**) ünitelerin varlığı tespit edilmiştir. Ayrıca B₂O₃ yapısına bağlı **-OH** gruplarının varlığı ve modifikasyon sonrasında oluşan **C-H**, **C=C**, **Si-C** ve **Si-O-B** bağlanmalarının varlığı kanıtlanmıştır. B₄C bileşiğinin yapısında ise ikosahedra kümelerinin varlığı **B-B** ve **C-B** bağ oluşumlarıyla tespit edilmiştir. Modifikasyon sonrasında B₄C bileşiğinin yapısına MPTS'in katılmasıyla birlikte **C-H**, **C=C**, **Si-C** ve **Si-O-B** ve **Si-C** bağ oluşumları tespit edilmiştir.

Kompozit malzeme hazırlanırken 3 farklı monomer ile çalışılarak organik matris bileşimi oluşturulmuştur. Kullanılan monomerler literatürde polimer termoset reçinelerde sıklıkla kullanılan uzun alkil zincirli ve yüksek molekül ağırlıklı metakrilat bileşiklerden seçilmiştir. Polimer kompozitlerin matris bileşiminde yaygın olarak kullanılan benzoil peroksit tez çalışmasında da kürleştirici bileşik olarak kullanılmıştır. Benzoil peroksit, sıcaklığın etkisi ile birlikte termal radikalik polimerizasyon başlatarak, radikallerin monomerle çapraz olarak bağlanmasını sağlamaktadır. Ağırlıkça **%(10/10/78/2)** Bis-GMA/DUDMA/TEGDMA/BOP kullanılarak hazırlanan matris içerisine **%1, %3, %5, %7 ve %10** takviye oranlarında B₂O₃ ve B₄C fiber ve partikül takviyesi yapılarak kompozit karışımlar hazırlanmıştır. Hazırlanan karışımlar metal kalıplara transfer edilerek 15 dakika boyunca 120 °C sıcaklık ve 100 bar basınç altında tutulmuş ve böylece aynı koşullarda farklı takviye tipi ve oranlara sahip dikdörtgenler prizması şeklindeki kompozit test numuneleri oluşturulmuştur. Kompozit test numunelerine eşit koşullarda üç-nokta eğme testi uygulanmış ve test sonucunda fiber takviyeli kompozitler ile partikül takviyeli kompozitlerin mekanik dayanımları kıyaslanmıştır. Bu kıyaslamaya göre; ağırlıkça **%7** oranında **fiber B₂O₃** takviyeli kompozitler **47,1 MPa** mekanik dayanım değeri gösterirken, ağırlıkça **%5** oranında **partikül B₂O₃** takviyeli kompozitler **38,2 MPa** ile daha düşük eğilme dayanımı değeri göstermiştir. Benzer şekilde ağırlıkça **%7** oranında **fiber B₄C** takviye edilerek hazırlanan kompozitler **44,4 MPa** eğilme dayanımı değeri gösterirken, ağırlıkça **%7** oranında **partikül B₄C** takviye edilerek hazırlanan kompozitler **36,9 MPa** değeriyle daha düşük eğilme dayanımı değeri göstermiştir.

Fiber takviyeli kompozitlerde takviye malzemesinin 1D yapıda ve nano boyutta olması, üç-nokta eğme testi sonucuna olumlu yönde etki etmiştir. Fiberlerin boyutsal özelliklerinden yararlanılarak matris boyunca boş alanlar yaratmadan uzanıp matrisi doldurabilen ve yükü takviye üzerine eşit dağılabilen kompozit yapılar üretilmiştir. Partikül takviyeli kompozitlerde ise partiküllerin 0D boyutta olması, matris içerisinde rastgele dağılarak boşluklar meydana getirmesine ve yükün takviye malzemesi üzerine eşit dağılmamasına sebep olmuştur. Bu nedenle B₂O₃ ve B₄C fiber takviyeli kompozitlerin partikül takviyeli olanlara kıyasla daha yüksek mekanik dayanım göstermiştir.

Tez çalışmasında, B₂O₃ ve B₄C bileşiklerinin düşük yoğunluğu sebebiyle kompozit malzemeye hafiflik kazandırması, fiber formunun doğasından gelen (1D)

özellikleriyle de hafif ve daha homojen kompozitler üretilmesi amaçlanmıştır. Amaçlanan doğrultuda kompozitler üretilerek, kompozitlerin genel sorunu olan takviye malzemesinin matris içerisinde düzgün dağılmamasından dolayı ara kesitte meydana gelen boşluklar giderilmiş ve kompozit malzemenin mekanik dayanımı arttırılmıştır.

Tez çalışması kapsamında çalışılan konular, son yılların revaçta olan konuları arasında yer almakla birlikte geliştirmeye ve ilerletmeye müsait konulardır. Bu doğrultuda tez çalışması endüstriyel alanda kullanılabilir bir malzeme çeşidi meydana getirmekle beraber literatüre de geniş kapsamlı bilgiler kazandırmaktadır.



6. KAYNAKLAR

- Aguilera, L., Montero, I., Dávila, M. E., Ruiz, A., Galán, L., Nistor, V., and Soria, F. 2013. CuO nanowires for inhibiting secondary electron emission. *Journal of Physics D: Applied Physics*, 46 (16): 165104.
- Akarsu, A. C. 2009. Titanyum diborür katkılı sıcak preslenmiş bor karbür-silisyum karbür kompozitlerinin özelliklerinin incelenmesi. İstanbul Teknik Üniversitesi, İstanbul, 101 s.
- Aktop, S. 2010. Mikron altı bor karbür katkısının ve reaksiyon sinterlemenin bor karbür-titanyum diborür kompozitlerine etkilerinin incelenmesi. Doktora Tezi, İstanbul Teknik Üniversitesi, İstanbul, 77 s.
- Alderman, O. L., Ferlat, G., Baroni, A., Salanne, M., Micoulaut, M., Benmore, C. J., and Weber, J. K. R. 2015. Liquid B₂O₃ up to 1700 K: x-ray diffraction and boroxol ring dissolution. *Journal of Physics: Condensed Matter*, 27(45): 455104.
- Alkan, M. 2008. Kendiliğinden ilerleyen yüksek sıcaklık sentezi yöntemi ile bor karbür tozu üretimi. Yüksek Lisans Tezi, İstanbul Teknik Üniversitesi, İstanbul, 45s.
- Amitesh, P.G. and Kale, V.C. 2015. Aluminium based metal matrix composites for aerospace application: A literature review. *Journal of Mechanical and Civil Engineering*, 12 (6): 31-36.
- Anton, F. 1934. U.S. Patent No. 1,975,504. Washington, DC: U.S. Patent and Trademark Office.
- Awalellu, K.A. 2016. A Review on properties and applications of polymer matrix composites. *International Journal of Research and Scientific Innovation*, 3 (1A): 2321-2705.
- Bag, D. S., and Rao, K. U. 2010. Synthesis of UV-curable difunctional silane monomer based on 3-methacryloxy propyl trimethoxysilane (3-MPTS) and its UV-curing characteristics and thermal stability. *Journal of Applied Polymer Science*, 115 (4): 2352-2358.
- Balcı, H. 2006. Akıllı (fonksiyonel) tekstiller, seçilmiş kumaşlarda antibakteriyel apre ve performans özellikleri. Yüksek lisans tezi, Çukurova Üniversitesi, Adana, 236 s.
- Bao, R., and Chrisey, D. B. 2011. Short range order structure of amorphous B₄C boron carbide thin films. *Journal of Materials Science*, 46 (11): 3952-3959.
- Baumgarten, P. K. 1971. Electrostatic spinning of acrylic microfibers. *Journal of Colloid and Interface Science*, 36 (1): 71-79.
- Beachley, V., and Wen, X. 2009. Effect of electrospinning parameters on the nanofiber diameter and length. *Materials Science and Engineering: C*, 29 (3): 663-668.
- Bornat, A. 1982. U.S. Patent No. 4,323,525. Washington, DC: U.S. Patent and Trademark Office.
- Bréchignac, C., Houdy, P., and Lahmani, M. (Eds.). 2008. Nanomaterials and nanochemistry. Springer Science & Business Media. 747p.

- Buchko, C. J., Chen, L. C., Shen, Y., and Martin, D. C. 1999. Processing and microstructural characterization of porous biocompatible protein polymer thin films. *Polymer*, 40 (26): 7397-7407.
- Camargo, P. H. C., Satyanarayana, K. G., and Wypych, F. 2009. Nanocomposites: synthesis, structure, properties and new application opportunities. *Materials Research*, 12 (1): 1-39.
- Casper, C. L., Stephens, J. S., Tassi, N. G., Chase, D. B., and Rabolt, J. F. 2004. Controlling surface morphology of electrospun polystyrene fibers: effect of humidity and molecular weight in the electrospinning process. *Macromolecules*, 37 (2): 573-578.
- Chand, S. 2000. Review carbon fibers for composites. *Journal of Materials Science*, 35 (6): 1303-1313.
- Chen, R.X., Li, Y. and He, J.H. 2014. Mini-review on bubblfil spinning process for mass-production of nanofibers. *Materia*, 19 (4): 325 – 344.
- Conde, O., Silvestre, A. J., and Oliveira, J. C. 2000. Influence of carbon content on the crystallographic structure of boron carbide films. *Surface and Coatings Technology*, 125 (1-3): 141-146.
- Çelikkanat, A. B. 2002. Teknik Tekstiller. Doktora Tezi, İstanbul Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul, 148s.
- Çeltikli, D. O. 2013. Anyonik ve katyonik yüzey aktif maddelerin toprak ortamında parçalanabilirliklerinin tarla koşullarında belirlenmesi. Yüksek Lisans Tezi, Namık Kemal Üniversitesi, Tekirdağ, 62s.
- Dasdemir, M. 2006. Electrospinning of Thermoplastic Polyurethane (TPU) for Producing Nanofibers (Applied Sciences). MSc. Thesis, Gaziantep University, Gaziantep, 107p.
- Deitzel, J. M., Kleinmeyer, J., Harris, D. E. A., and Tan, N. B. 2001. The effect of processing variables on the morphology of electrospun nanofibers and textiles. *Polymer*, 42 (1): 261-272.
- Demir, C. 2006. Bor minerallerinin enerji kaynağı olarak değerlendirilmesi. Doktora Tezi, Selçuk Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Konya, 54s.
- Demir, M. M., Yilgor, I., Yilgor, E. E. A., and Erman, B. 2002. Electrospinning of polyurethane fibers. *Polymer*, 43 (11): 3303-3309.
- Demirsar, Y. 2007. Investigation of the reaction of boron oxide with aluminium powder and method development for boron determination in the reaction mixture. MSc. Thesis, İzmir Institute of Technology, İzmir, 60 p.
- Drexler, K.E. 2005. Productive Nanosystems: the physics of molecular fabrication. *Physics Education*, 40 (4): 339-346.
- Drewry, M. A., and Georgiou, G. A. 2007. A review of NDT techniques for wind turbines. *Insight-Non-Destructive Testing and Condition Monitoring*, 49 (3): 137-141.
- Doshi, J. and Reneker D. H. Electrospinning Process and Applications of Electrospun Fibers. 1993. in Industry Applications Society Annual Meeting, pp. 1698-1703.

- Dutton, K. C. 2008. Overview and analysis of the meltblown process and parameters. *Journal of Textile and Apparel, Technology and Management*, 6 (1).
- Eda, G., and Shivkumar, S. 2007. Bead-to-fiber transition in electrospun polystyrene. *Journal of Applied Polymer Science*, 106 (1): 475-487.
- Esfahani, H., Jose, R., and Ramakrishna, S. 2017. Electrospun ceramic nanofiber mats today: synthesis, properties, and applications. *Materials*, 10 (11): 1238.
- Fedullo, N., Sorlier, E., Sclavons, M., Bailly, C., Lefebvre, J.M. and Devaux, J. 2007. Polymer-based nanocomposites: Overview, applications and perspectives. *Progress in Organic Coatings*, 58 (2-3): 87-95.
- Ferlat, G., Seitsonen, A. P., Lazzeri, M., and Mauri, F. 2012. Hidden polymorphs drive vitrification in B₂O₃. *Nature materials*, 11 (11): 925.
- Ferri, J. K., and Stebe, K. J. 2000. Which surfactants reduce surface tension faster? A scaling argument for diffusion-controlled adsorption. *Advances In Colloid and Interface Science*, 85(1): 61-97.
- Fu, S. Y., Feng, X. Q., Lauke, B. and Mai, Y. W. 2008. Effects of particle size, particle/matrix interface adhesion and particle loading on mechanical properties of particulate-polymer composites. *Composites Part B: Engineering*, 39(6): 933-961.
- Graupner, N., Herrmann, A.S. and Müssig, J. 2009. Natural and man-made cellulose fibre-reinforced poly (lactic acid) (PLA) composites: An overview about mechanical characteristics and application areas. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 40 (6-7): 810-821.
- Greenwood, N. N., and Earnshaw, A. Chemistry of the Elements. 1984. Pergamon Press. Oxford (UK). 1564 p.
- Gurr, G. E., Montgomery, P. W., Knutson, C. D., and Gorres, B. T. 1970. The crystal structure of trigonal diboron trioxide. *Acta Crystallographica Section B: Structural Crystallography and Crystal Chemistry*, 26 (7): 906-915.
- Gururaja, M. N., and Rao, A. H. 2012. A review on recent applications and future prospectus of hybrid composites. *Int J Soft Comput Eng*, 1 (6): 2231-2307.
- Gupta, G., Kumar, A., Tyagi, R. and Kumar, S. 2016. Application and future of composite materials: A review. *International Journal of Innovative Research in Science, Engineering and Technology*, 5 (5): 2347-6710.
- He, J. L., Shen, Z. Q., Wu, E., Liu, Z. Y., He, L. L., Yu, D. L., and Li, D. C. 2007. Carbon-rich boron carbide in the eutectic product synthesized by resistance heating of B₂CN in graphite. *Journal of Alloys and Compounds*, 437(1-2): 238-246.
- Herth, S., Joost, W. J., Doremus, R. H., and Siegel, R. W. 2006. New approach to the synthesis of nanocrystalline boron carbide. *Journal of Nanoscience and Nanotechnology*, 6 (4): 954-959.
- Hu, C. C., Chang, K. H., Lin, M. C., and Wu, Y. T. 2006. Design and tailoring of the nanotubular arrayed architecture of hydrous RuO₂ for next generation

- supercapacitors. *Nano Letters*, 6 (12): 2690-2695.
- Hussain, F., Hojjayi, M., Okamoto, M. and Gorga, R.E. 2006. Review article: Polymer-matrix nanocomposites, processing, manufacturing, and application: An overview. *Journal of Computational Mathematics*, 40 (17).
- Hussin, L. H., Yaakob, M. H., Osman, N., and Mazlan, N. A. 2013. Effect of surfactants on the thermal decomposition of $\text{Li}_7\text{La}_3\text{Zr}_2\text{O}_{12}$ ceramics powder. *Int. J. Lat. Res. Sci. Technol.*, 6; 49-52.
- Ibrahim, I. A., Mohamed, F. A. and Lavernia, E. J. 1991. Particulate reinforced metal matrix composites—a review. *Journal of Materials Science*, 26(5), 1137-1156.
- Jeevanandam, J., Barhoum, A., Chan, Y. S., Dufresne, A., and Danquah, M. K. 2018. Review on nanoparticles and nanostructured materials: history, sources, toxicity and regulations. *Beilstein journal of nanotechnology*, 9: 1050.
- Jin, T., Han, Q., Wang, Y., and Jiao, L. 2018. 1D Nanomaterials: design, synthesis, and applications in sodium-ion batteries. *Small*, 14 (2): 1703086.
- Kalafatoğlu, İ. E., ve Örs, S. N. 2016. 21. Yüzyılda bor teknolojileri ve uygulamaları. *Balıkesir Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi*, 5 (1); 59-71.
- Kamitsos, E. I., Karakassides, M. A., and Chryssikos, G. D. 1987. Vibrational spectra of magnesium-sodium-borate glasses. 2. Raman and mid-infrared investigation of the network structure. *Journal of Physical Chemistry*, 91 (5): 1073-1079.
- Ki, C. S., Baek, D. H., Gang, K. D., Lee, K. H., Um, I. C., and Park, Y. H. 2005. Characterization of gelatin nanofiber prepared from gelatin-formic acid solution. *Polymer*, 46 (14): 5094-5102.
- Kim, B., Koncar, V., Devaux, E., Dufour, C., and Viallier, P. 2004. Electrical and morphological properties of PP and PET conductive polymer fibers. *Synthetic Metals*, 146 (2); 167-174.
- Kim, H. H., Kim, M. J., Ryu, S. J., Ki, C. S., and Park, Y. H. 2016. Effect of fiber diameter on surface morphology, mechanical property, and cell behavior of electrospun poly (ϵ -caprolactone) mat. *Fibers and Polymers*, 17 (7); 1033-1042.
- Koide, R. M., França, G. V. Z. D., and Luersen, M. A. 2013. An ant colony algorithm applied to lay-up optimization of laminated composite plates. *Latin American Journal of Solids and Structures*, 10 (3): 491-504.
- Koski, A., Yim, K., and Shivkumar, S. 2004. Effect of molecular weight on fibrous PVA produced by electrospinning. *Materials Letters*, 58 (3-4): 493-497.
- Kozanoğlu, G. S. 2015. Elektrospinning yöntemiyle nanolif üretim teknolojisi. Yüksek Lisans Tezi, İstanbul Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul, 148 s.
- Krenkel, W. and Langhof, N. 2017. Ceramic matrix composites for high performance friction applications. In Proceedings of the IV Advanced Ceramics and Applications Conference, pp. 13-28. Atlantis Press, Paris.
- Larrondo, L., and St John Manley, R. 1981. Electrostatic fiber spinning from polymer melts. I. Experimental observations on fiber formation and properties. *Journal of*

Polymer Science Part B: Polymer Physics, 19 (6): 909-920.

Lee, K. H., Kim, H. Y., Bang, H. J., Jung, Y. H., and Lee, S. G. 2003. The change of bead morphology formed on electrospun polystyrene fibers. *Polymer*, 44 (14): 4029-4034.

Li, D., McCann, J. T., Xia, Y., and Marquez, M. 2006. Electrospinning: a simple and versatile technique for producing ceramic nanofibers and nanotubes. *Journal of the American Ceramic Society*, 89 (6): 1861-1869.

Li, D., and Xia, Y. 2004. Electrospinning of nanofibers: reinventing the wheel?. *Advanced materials*, 16 (14): 1151-1170.

Li, H., and Hao, J. 2009. Interaction between salt-free catanionic TTAOH- LA mixtures and nonionic polymers: surface tension and rheological study. *The Journal of Physical Chemistry B*, 113 (8): 2371-2377.

Liao, H. S., Lin, J., Liu, Y., Huang, P., Jin, A., and Chen, X. 2016. Self-assembly mechanisms of nanofibers from peptide amphiphiles in solution and on substrate surfaces. *Nanoscale*, 8 (31): 14814-14820.

Liu, W., Luo, L., Xu, S., and Zhao, H. 2014. Effect of fiber volume fraction on crack propagation rate of ultra-high toughness cementitious composites. *Engineering Fracture Mechanics*, 124: 52-63.

Luo, Z., Wang, S., and Zhang, S. 2011. Fabrication of self-assembling D-form peptide nanofiber scaffold d-EAK16 for rapid hemostasis. *Biomaterials*, 32 (8): 2013-2020.

Mağdala, M. Ö. 2009. Isı kalkanları için kalıplanabilir karbon fenolik kompozit üretimi ve karakterizasyonu. Doktora Tezi, İstanbul Teknik Üniversitesi, İstanbul, 78 s.

Mahato, K.K., Dutta, K. and Ray, B.C. 2017. High-temperature tensile behavior at different crosshead speeds during loading of glass fiber-reinforced polymer composites. *Journal of Applied Polymer Science*, 134 (16): 44715.

Maranas, J. K., Chen, Y., Stillinger, D. K., and Stillinger, F. H. 2001. Polarization interactions and boroxol ring formation in boron oxide: A molecular dynamics study. *The Journal of Chemical Physics*, 115 (14): 6578-6589.

Masuelli, M. A. 2013. Introduction of fibre-reinforced polymers- polymers and composites: concepts, properties and processes. *In Fiber Reinforced Polymers- The Technology Applied for Concrete Repair*. Intech.

Matinlinna, J. P., Özcan, M., Lassila, L. V., and Vallittu, P. K. 2004. The effect of a 3-methacryloxypropyltrimethoxysilane and vinyltriisopropoxysilane blend and tris (3-trimethoxysilylpropyl) isocyanurate on the shear bond strength of composite resin to titanium metal. *Dental Materials*, 20 (9): 804-813.

Mittal, G., Rhee, K. Y., Mišković-Stanković, V., and Hui, D. 2017. Reinforcements in multi-scale polymer composites: Processing, properties, and applications. *Composites Part B: Engineering*.

Mit-uppatham, C., Nithitanakul, M., and PSupaphol,. 2004. Ultrafine electrospun polyamide-6 fibers: effect of solution conditions on morphology and average fiber diameter. *Macromolecular Chemistry and Physics*, 205 (17): 2327-2338.

- Mohan, A. 2003. Formation and characterization of electrospun nonwoven webs. MSc. Thesis, North Carolina State University, Raleigh, 107 p.
- Mohd Nurazzi, N., Khalina, A., Sapuan, S. M., Dayang Laila, A. H. A. M., Rahmah, M., and Hanafee, Z. 2017. A Review: fibres, polymer matrices and composites. *Pertanika Journal of Science & Technology*, 25 (4): 1085-1102.
- Morley, J. G. 1976. New types of reinforced composite materials. *Physics Reports*, 28 (3): 245-302.
- Newcomb, B. A. 2016. Processing, structure, and properties of carbon fibers. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 91: 262-282.
- Oktay, B., Kayaman-Apohan, N., and Erdem-Kuruca, S. 2014. Fabrication of nanofiber mats from electrospinning of functionalized polymers. In *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*, 64 (1).
- Okuy, B. 2016. Elektroegirme yöntemi ile poli(4-vinilpiridin) nanoliflerinin hazırlanması ve karakterizasyonu. Yüksek Lisans Tezi, Hacettepe Üniversitesi, Ankara, 88 s.
- Önal, M., ve Gavgalı, M. 2015. In situ alüminyum metal matrisli kompozitler ve sıcak presleme ile üretim yöntemleri. *Ordu Üniversitesi Bilim ve Teknoloji Dergisi*, 5 (2): 63-73.
- Özdemir Köklü, M. 2012. Bor içerikli nanomalzeme üretim olanaklarının araştırılması. Doktora Tezi, Dokuz Eylül Üniversitesi, İzmir, 179 s.
- Parsons, J. L., and Milberg, M. E. 1960. Vibrational spectra of vitreous $B_2O_3 \cdot xH_2O$. *Journal of the American Ceramic Society*, 43 (6): 326-330.
- Qi, L. H., Ma, Y. Q., Zhou, J. M., Hou, X. H., and Li, H. J. 2015. Effect of fiber orientation on mechanical properties of 2D-Cf/Al composites by liquid-solid extrusion following Vacuum infiltration technique. *Materials Science and Engineering: A*, 625; 343-349.
- Ramimoghdam, D., Hussein, M. Z. B., and Taufiq-Yap, Y. H. 2012. The effect of sodium dodecyl sulfate (SDS) and cetyltrimethylammonium bromide (CTAB) on the properties of ZnO synthesized by hydrothermal method. *International journal of molecular sciences*, 13(10); 13275-13293.
- Rayleigh, L. (1884). XXIV. Acoustical observations.—V. *The London, Edinburgh, and Dublin Philosophical Magazine and Journal of Science*, 17 (105); 188-194.
- Reneker, D. H., and Chun, I. 1996. Nanometre diameter fibres of polymer, produced by electrospinning. *Nanotechnology*, 7 (3): 216.
- Roeseler, W.G., Sarh, B. and Kismarton, M.U. 2007. Composite Structer: The First Years. 16th International Conference On Composite Materials. Kyoto, Japan.
- Rueda, M. M., Auscher, M. C., Fulchiron, R., Périé, T., Martin, G., Sonntag, P., and Cassagnau, P. 2017. Rheology and applications of highly filled polymers: a review of current understanding. *Progress in Polymer Science*, 66; 22-53.
- Samandari, S.S. 2014. Elastic modulus measurement of polymer matrix nano-

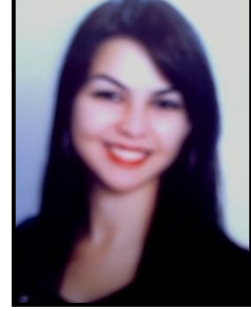
- composites reinforced by platelet nano-clays. *International Journal of Nano Dimension*, 5 (3): 273-278.
- Sambell, R. A. J. 1970. The technology of ceramic-fibre ceramic-matrix composites. *Composites*, 1 (5): 276-285.
- Sapuan, S. M. 2017. Composite materials: Concurrent engineering approach. Butterworth-Heinemann. 338 p.
- Schiavon, M. A., Armelin, N. A., and Yoshida, I. V. P. 2008. Novel poly (borosiloxane) precursors to amorphous SiBCO ceramics. *Materials Chemistry and Physics*, 112 (3): 1047-1054.
- Sevim, F., Demir, F., Bilen, M., and Okur, H. 2006. Kinetic analysis of thermal decomposition of boric acid from thermogravimetric data. *Korean Journal of Chemical Engineering*, 23(5); 736-740.
- Shaislamov, U. A., Hong, S. K., and Yang, B. 2007. Fabrication of PZT tubular structures by a template-wetting process. *Journal of the Korean Ceramic Society*, 44 (5): 141-143.
- Shokuhfar, T., Sinha-Ray, S., Sukotjo, C., and Yarin, A. L. 2013. Intercalation of anti-inflammatory drug molecules within TiO₂ nanotubes. *Rsc Advances*, 3 (38): 17380-17386.
- Srivastava, V.K. 2012. Micro-structural characterization of Si-SiC ceramic derived from C/C-SiC composite. *American Journal of Material Science*, 2 (1): 1-4.
- Sukigara, S., Gandhi, M., Ayutsede, J., Micklus, M., and Ko, F. 2003. Regeneration of Bombyx mori silk by electrospinning—part 1: processing parameters and geometric properties. *Polymer*, 44 (19): 5721-5727.
- Sun, B., Long, Y.Z., Zhang, H.D., Li, M.M., Duvail, J.L., Jiang, X.Y. and Yin, H.L. 2014. Advances in three-dimensional nanofibrous macrostructures via electrospinning. *Progress in Polymer Science*, 39 (5): 862-890.
- Suri, A. K., Subramanian, C., Sonber, J. K., and Murthy, T. C. 2010. Synthesis and consolidation of boron carbide: a review. *International Materials Reviews*, 55 (1): 4-40.
- Süslü, A. 2009. Elektro-eğirme yöntemi ile nanofiber ve nanotüp üretimi. Doktora Tezi, Dokuz Eylül Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, İzmir, 77s.
- Szentivanyi, A. L., Zernetsch, H., Menzel, H., and Glasmacher, B. 2011. A review of developments in electrospinning technology: new opportunities for the design of artificial tissue structures. *The International Journal of Artificial Organs*, 34 (10): 986-997.
- Tan, C., Cao, X., Wu, X. J., He, Q., Yang, J., Zhang, X., and Sindoro, M. 2017. Recent advances in ultrathin two-dimensional nanomaterials. *Chemical reviews*, 117 (9): 6225-6331.
- Tan, E. P. S., and Lim, C. T. 2004. Physical properties of a single polymeric nanofiber. *Applied Physics Letters*, 84 (9): 1603-1605.
- Thevenot, F. 1990. Boron carbide—a comprehensive review. *Journal of the European Ceramic Society*, 6 (4): 205-225.

- Tiwari, J.N., Tiwari, R.N. and Kim, K.S. 2012. Zero-dimensional, one-dimensional, two-dimensional, three-dimensional nanostructured materials for advanced electrochemical energy devices. *Progress in Material Science*, 57 (4): 728-803.
- Töre, İ., ve Ay, N. Amorf Bor Oksit Eldesi ve Karakterizasyonu The Characterization and Production of Amorphous Boron Oxide.
- Trachenko, K., Brazhkin, V. V., Ferlat, G., Dove, M. T., and Artacho, E. 2008. First-principles calculations of structural changes in B₂O₃ glass under pressure. *Physical Review B*, 78 (17); 172102.
- Ulçay, Y. 1993. Seramik Liflerinin Üretimi Özellikleri ve Kullanımı. *Tekstil ve Mühendis*, 7 (42).
- Velamakanni, A., Ganesh, K. J., Zhu, Y., Ferreira, P. J., and Ruoff, R. S. 2009. Catalyst-Free synthesis and characterization of metastable boron carbide nanowires. *Advanced Functional Materials*, 19 (24): 3926-3933.
- Wang, J. L. 2012. Application of composite materials on sports equipments. In *Applied Mechanics and Materials*, Trans Tech Publications, pp. 903-906.
- Wang, X., Um, I. C., Fang, D., Okamoto, A., Hsiao, B. S., and Chu, B. 2005. Formation of water-resistant hyaluronic acid nanofibers by blowing-assisted electrospinning and non-toxic post treatments. *Polymer*, 46 (13): 4853-4867.
- Wang, Y., Yeow, J. T., and Chen, L. Y. 2009. Synthesis of aligned ZnO nanorods with different parameters and their effects on humidity sensing. In *Recent Advances in Sensing Technology* Springer, Berlin, Heidelberg, pp. 257-269.
- Woods, W. G. 1994. An introduction to boron: history, sources, uses, and chemistry. *Environmental health perspectives*, 102(7); 5.
- Xiang, L., and Zhao, X. 2017. Wet-chemical preparation of TiO₂-based composites with different morphologies and photocatalytic properties. *Nanomaterials*, 7 (10): 310.
- Xing, X., Wang, Y., and Li, B. 2008. Nanofiber drawing and nanodevice assembly in poly (trimethylene terephthalate). *Optics Express*, 16 (14): 10815-10822.
- Xu, C. Y., Inai, R., Kotaki, M., and Ramakrishna, S. 2004. Aligned biodegradable nanofibrous structure: a potential scaffold for blood vessel engineering. *Biomaterials*, 25 (5): 877-886.
- Yang, Q., Li, Z., Hong, Y., Zhao, Y., Qiu, S., Wang, C. E., and Wei, Y. 2004. Influence of solvents on the formation of ultrathin uniform poly (vinyl pyrrolidone) nanofibers with electrospinning. *Journal of Polymer Science Part B: Polymer Physics*, 42 (20): 3721-3726.
- Yuan, X., Zhang, Y., Dong, C., and Sheng, J. 2004. Morphology of ultrafine polysulfone fibers prepared by electrospinning. *Polymer International*, 53 (11): 1704-1710.
- Zhang, C., Yuan, X., Wu, L., Han, Y., and Sheng, J. 2005. Study on morphology of electrospun poly (vinyl alcohol) mats. *European Polymer Journal*, 41 (3): 423-432.

- Zhang, D., He, M., Qin, S., and Yu, J. 2017. Effect of fiber length and dispersion on properties of long glass fiber reinforced thermoplastic composites based on poly (butylene terephthalate). *RSC Advances*, 7 (25): 15439-15454.
- Zhao, D., Ning, J., Wu, D., and Zuo, M. 2016. Enhanced thermoelectric performance of Cu₂SnSe₃-based composites incorporated with nano-fullerene. *Materials*, 9 (8): 629.
- Zhong, L. S., Hu, J. S., Liang, H. P., Cao, A. M., Song, W. G., and Wan, L. J. 2006. Self-Assembled 3D flowerlike iron oxide nanostructures and their application in water treatment. *Advanced Materials*, 18 (18): 2426-2431.



ÖZGEÇMİŞ



ASLI DÖRTLER

aslidortler@gmail.com

ÖĞRENİM BİLGİLERİ

Yüksek Lisans 2014-2018	Akdeniz Üniversitesi Fen Fakültesi, Kimya Bölümü, Antalya
Lisans 2009-2014	Akdeniz Üniversitesi Fen Fakültesi, Kimya Bölümü, Antalya

ESERLER

- 1- Dörtler, A., Okay, Ş., Kiraz, N. and Asiltürk, M. 2016. The effect of different hydrophobic agents on staining and color change of dental composites. 46th Iupac World Polymer Congress.
- 2- Okay, Ş., Dörtler, A., Kiraz, N. and Asiltürk, M. 2016. The effect of nanoclusters on the mechanical strength of dental composites. 46th Iupac World Polymer Congress.