

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

**TEOS BAZLI FİBERLERİN ELEKTROEĞİRME YÖNTEMİYLE
ÜRETİMİ VE KARAKTERİZASYONU**

YÜKSEK LİSANS TEZİ

Nida TEZGEL

Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Anabilim Dalı

EYLÜL 2025

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

**TEOS BAZLI FİBERLERİN ELEKTROEĞİRME YÖNTEMİYLE
ÜRETİMİ VE KARAKTERİZASYONU**

YÜKSEK LİSANS TEZİ

Nida TEZGEL

Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Anabilim Dalı

Tez Danışmanı: Doç. Dr.Yıldız YARALI ÖZBEK

EYLÜL 2025

Nida TEZGEL tarafından hazırlanan “TEOS BAZLI FİBERLERİN ELEKTROEĞİRME YÖNTEMİYLE ÜRETİMİ VE KARAKTERİZASYONU” adlı tez çalışması 15.09.2025 tarihinde aşağıdaki jüri tarafından oy birliği/oy çokluğu ile Sakarya Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Anabilim Dalı’nda Yüksek Lisans tezi olarak kabul edilmiştir.

Tez Jürisi

Jüri Başkanı :	Prof. Dr. Uğur Özaraç Sakarya Uygulamalı Bilimler Üniversitesi	
Jüri Üyesi :	Doç. Dr. Yıldız Y. Özbek (Danışman) Sakarya Üniversitesi	
Jüri Üyesi :	Doç. Dr. Nuray Canikoğlu Sakarya Üniversitesi	



ETİK İLKE VE KURALLARA UYGUNLUK BEYANNAMESİ

Sakarya Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Lisansüstü Eğitim-Öğretim Yönetmeliğine ve Yükseköğretim Kurumları Bilimsel Araştırma ve Yayın Etiği Yönergesine uygun olarak hazırlamış olduğum “TEOS BAZLI FİBERLERİN ELEKTROEĞİRME YÖNTEMİYLE ÜRETİMİ VE KARAKTERİZASYONU” başlıklı tezin bana ait, özgün bir çalışma olduğunu; çalışmamın tüm aşamalarında yukarıda belirtilen yönetmelik ve yönergeye uygun davrandığımı, tezin içerdiği yenilik ve sonuçları başka bir yerden almadığımı, tezde kullandığım eserleri usulüne göre kaynak olarak gösterdiğimi, bu tezi başka bir bilim kuruluna akademik amaç ve unvan almak amacıyla vermediğimi ve 20.04.2016 tarihli Resmi Gazete’de yayımlanan Lisansüstü Eğitim ve Öğretim Yönetmeliğinin 9/2 ve 22/2 maddeleri gereğince Sakarya Üniversitesi’nin abonesi olduğu intihal yazılım programı kullanılarak Enstitü tarafından belirlenmiş ölçütlere uygun rapor alındığını, çalışmamla ilgili yaptığım bu beyana aykırı bir durumun ortaya çıkması halinde doğabilecek her türlü hukuki sorumluluğu kabul ettiğimi beyan ederim.

(15/09/2025).

Nida TEZGEL





Aileme...



TEŞEKKÜR

Bu tez çalışmasının yürütülmesi ve tamamlanması sürecinde değerli katkılarıyla her zaman yanımda olan, bilgi ve deneyimiyle bana yol gösteren danışman hocam Doç. Dr. Yıldız Yaralı Özbek'e en içten teşekkürlerimi ve saygılarımı sunarım.

Tezin deneysel çalışmalarını gerçekleştirme fırsatı bulduğum Çek Cumhuriyeti Kimya ve Teknoloji Üniversitesi'ne (University of Chemistry and Technology, Prague) desteklerinden dolayı teşekkür ederim. Deneysel sürecin her aşamasında bana rehberlik eden Kristyna Jílková ve Martin Havlík Mika'ya katkılarından dolayı ayrıca müteşekkirim.

Son olarak bana her daim moral ve motivasyon sağlayan sevgili aileme ve arkadaşlarıma da verdikleri manevi destek için içtenlikle teşekkür ederim.

Nida TEZGEL



İÇİNDEKİLER

Sayfa

ETİK İLKE VE KURALLARA UYGUNLUK BEYANNAMESİ	v
TEŞEKKÜR	ix
İÇİNDEKİLER	xi
KISALTMALAR	xiii
SİMGELER	xv
TABLO LİSTESİ	xvii
ŞEKİL LİSTESİ	xix
ÖZET	xxi
SUMMARY	xxiii
1. GİRİŞ	1
2. TEOS VE NMC	5
3. FİBER ÜRETİM YÖNTEMLERİ	9
3.1. Bikomponent Yöntemi	9
3.2. Eriyik Üfleme Tekniği	10
3.3. Faz Ayrımı	11
3.4. Çekme Tekniği	12
3.5. Kalıp Sentezi	13
3.6. Santrifüjlü Eğirme Tekniği	14
3.7. Elektroeğirme Yöntemi	15
3.7.1. Elektroeğirme yönteminin tarihsel gelişimi	16
3.7.2. Elektroeğirme prensipleri	17
3.7.3. Elektroeğirme teknikleri	20
3.7.4. Elektroeğirme çözelti parametreleri	21
3.7.5. İşlem parametreleri	26
4. FİBERLERİN KULLANIM ALANLARI	31
4.1. Filtrasyon ve Ayırma Sistemleri	31
4.2. Biyomedikal Uygulamalar	34
4.3. Sensörler	36
4.4. Enerji Depolama Sistemleri	38
5. DENEYSEL PROSEDÜR	43
5.1. Kullanılan Malzemeler	43
5.2. Çözelti Hazırlığı	43
5.3. Çözeltinin Viskozitesinin Ayarlanması	45
5.4. Elektroeğirme Prosedürü	46
5.5. Kullanılan Parametreler ve Üretilen Numuneler	47
5.6. Karakterizasyon Yöntemleri	48
6. DENEYSEL SONUÇLAR	49
6.1. Kimyasal Analizler	49
6.2. Morfolojik Analizler	50
6.3. Elementel Analiz Sonuçları	64
6.4. X-Işını Kırınımı (XRD) Analiz Sonuçları	66

6.5. Termal Analizler.....	67
6.6. Elektrokimyasal Analizler	70
7. GENEL SONUÇLAR	73
KAYNAKLAR.....	77
ÖZGEÇMİŞ.....	85



KISALTMALAR

Co-PA	: Kopoliamid
DMAC	: Dimetil asetamid
DMF	: N,N-Dimetilformamid
DTA	: Diferansiyel Termal Analiz
EDS	: Enerji Dağılımlı Spektroskopi
EIS	: Elektrokimyasal Empedans Spektroskopisi
FG	: Balık jelatini
FTIR	: Fourier Dönüşümlü Kızılötesi Spektroskopisi
HA	: Hiyalüronik asit
MC	: Metilen Klorür
NMC	: Nikel-Mangan-Kobalt
PA	: Poliamid
PAA	: Poli(akrilik asit)
PAN	: Poliakrilonitril
PCL	: Polikaprolakton
PDLA	: Poli-D-laktit
PE	: Polietilen
PEO	: Poli(etilen oksit)
PET	: Polietilen tereftalat
PFE	: Perfluoroelastomer
PIC	: Fotonik Entegre Devre
PLA	: Poliaktik asit
PLLA	: Poli(L-laktik asit)
PM	: Partikül Madde
PMMA	: Polimetilmetakrilat
PP	: Polipropilen
PPh	: Polifenilen
PSF	: Polisülfon
PTT	: Poli(trimetilen tereftalat)
PVA	: Polivinil alkol

PVB	: Poli(vinil butiral)
PVDF	: Poliviniliden florür
PVP	: Polivinilprolidon
Rct	: Yük tranfer direnci
SEM	: Taramalı Elektron Mikroskobu
TEOS	: Tetraetil Ortosilikat
XRD	: X-Işını Kırınımı



SİMGELER

μ	: Mikro
d (Denk. 3.3)	: Damlacık Çapı
d (Denk. 3.4)	: İğne çapı
D	: Çap
F	: İki yük arasındaki elektrostatik kuvvet [N]
H	: Kolektör ve iğne ucu arasındaki mesafe [cm]
h	: Şırınga boyutu [cm]
k (Denk. 3.2)	: Coulomb sabiti [Nm^2/C^2]
k (Denk. 3.3)	: Geometriye bağlı sabit
L	: Uzunluk
q_1, q_2	: Elektrik yükleri [C]
r	: Yükler arasındaki mesafe
R	: İğne iç çapı [cm]
r_1, r_2	: Taylor konisi ve jet yarıçapları
V	: Voltaj
V_c	: Kritik eğirme voltajı
$\dot{\gamma}$	: Kayma hızı [1/s]
η	: Viskozite [$\text{Pa}\cdot\text{s}$]
Ω	: Ohm (elektriksel direnç birimi, V/A)
Q	: Yük (damlacık veya jet üzerinde, bağlama göre)
γ	: Yüzey gerilimi [dyne/cm]
ϵ	: Dielektrik geçirgenliği
λ	: Kararsızlığın dalga boyu
π	: Pi sayısı



TABLO LİSTESİ

Sayfa

Tablo 5.1. Deneyde kullanılan malzemeler, kimyasal formülleri, miktarları ve işlevleri	44
Tablo 5.2. Her bir numunede elektroeğirme için kullanılan parametreler.	48





ŞEKİL LİSTESİ

Sayfa

Şekil 1.1. Hidrolize edilmiş türlerin yoğunlaşmasının teorik şemaları.....	3
Şekil 2.1. TEOS'un asit katalizli sol-jel yöntemiyle silika yapısına dönüşüm süreci..	6
Şekil 3.1. Bikomponent fiberlerin kesitleri.....	9
Şekil 3.2. Eriyik üfleme hattının taslağı.	11
Şekil 3.3. Faz ayrımı tekniği.....	12
Şekil 3.4. Çekme tekniği ile nanofiberlerin temel üretim sürecinin illüstrasyonu....	13
Şekil 3.5. Kalıp sentezi ile nanofiberlerin elde edilme süreci.....	14
Şekil 3.6. Yüksek hızlı santrifüjlü eğirmenin şematik diyagramı.....	15
Şekil 3.7. Elektroeğirme prosesinin şeması	16
Şekil 3.8. (a) Elektroeğirme düzeneği, (b) PEO damlacığından jet oluşumu, (c) Voltajla değişen girişim renkleri ve düz segment uzunluğu.	19
Şekil 3.9. Çeşitli elektroeğirme teknikleri	21
Şekil 3.10. Voltajın Taylor konisi ve fiberlerin oluşumu üzerindeki etkisi	27
Şekil 3.11. %20 (a/h) PVA nanofiberlerinin $\times 500$ mikroskop görüntüleri: (a) 0,2 mL/saat, (b) 1,0 mL/saat	29
Şekil 3.12. Farklı iğne-kolektör mesafelerinde üretilen PSF liflerine ait SEM görüntüleri: (a) 10 cm, (b) 15 cm	30
Şekil 4.1. PSF esaslı nanofiber membranın üretimi, partikül tutma mekanizması, SEM görüntüsü ve farklı maskelerle filtrasyon verimliliği ile kalite faktörü karşılaştırması	33
Şekil 4.2. (a) Filtrasyon öncesi nanofiber membranın SEM görüntüsü. (b) Filtrasyon sonrası nanofiber membranın SEM görüntüsü. (c) Baraj suyunun filtrasyon öncesi ve sonrası görünümü.....	34
Şekil 4.3. a) Elektroeğirme yöntemiyle elde edilen kitosan nanoliflerin SEM görüntüsü (büyütme: 5 μ m). b) Farklı voltajlarda üretilen kitosan nanofiber matlarının temas açısı değerleri	35
Şekil 4.4. Bromelain yüklü nanofiberlerin hasarlı dokular üzerindeki etkisi.	36
Şekil 4.5. a) Nemli ortamda ölçümler sonrası elektroeğirilmiş PANi/PVB nanofiberleri ile kaplanmış SAW rezonatörlerinin SEM görüntüleri. b) Elektroeğirilmiş PANi/PVB nanofiberlerinin TEM görüntüsü. c) PANi/PVB nanofiber tabanlı SAW sensörünün nem tepkisi geçişleri: tepki süresi. d) Düşük nemde PANi/PVB nanofiber tabanlı SAW sensörünün frekans tepkisi ...	38
Şekil 4.6. a) PAN-PPh./TiO ₂ nanofiberlerinin STEM mikrografları, b) PAN-PPh./TiO ₂ elektrodunun 3000 döngülük çevrim stabilitesi	39
Şekil 4.7. a) %40 PAA içeren ham elektroeğirilmiş Si/PAA lif matının SEM görüntüsü. b) lif kaynağı ve mat yoğunlaştırma sonrası elde edilen nihai elektroda ait SEM görüntüsü (3000 $\times$). c) Farklı silisyum nanoparçacık yüklemeleri ve PAA içeriğine sahip elektroeğirilmiş tek lifli Si/PAA anotların çevrim performansı.	40
Şekil 5.1. a) Kullanılan Tetraetil Ortosilikat ve etanol. b) Titrasyon cihazı ve asidik katalizör çözeltisi.	44

Şekil 5.2. a) Isıl İşlem Öncesi TEOS Çözeltisinin Viskozite-Kayma Hızı Grafiği, b) 80°C’de 3 Saat Isıl İşleme Tabi Tutulmuş TEOS Çözeltisinin Viskozite-Kayma Hızı Grafiği.	45
Şekil 5.3. EF050 – Elektroegirme/elektropüskürtme Başlangıç Kiti.	47
Şekil 6.1. Farklı sürelerde yaşlandırılmış TEOS bazlı sol-jel çözeltilerinin FTIR spektrumları.	49
Şekil 6.2. Üretilen TEOS bazlı katkısız fiber numuneleri: a) TB1, b)TB2, c)TB3, d)TB4, e)TB5, f)TB6.	51
Şekil 6.3. Üretilen NMC katkılı TEOS bazlı fiber numuneleri: a)TBN1, b)TBN2, c)TBN3, d)TBN4, e)TBN5, f)TBN6.	52
Şekil 6.4. Katkısız TEOS bazlı numunelere ait konfokal mikroskop analizleri: a)TB1, b)TB2, c)TB3, d)TB4, e)TB5, f)TB6.	53
Şekil 6.5. NMC katkılı TEOS bazlı fiberlerin konfokal mikroskop görüntüleri. a)TBN1, b)TBN2, c)TBN3, d)TBN4, e)TBN5, f)TBN6.	55
Şekil 6.6. Katkısız TEOS bazlı liflere ait 1000× büyütmelelerdeki SEM görüntüleri - TB1: (a), TB2 (b), TB3 (c), TB4 (d), TB5 (e), TB6 (f).	57
Şekil 6.7. NMC katkılı TEOS bazlı liflere ait 1000× büyütmelelerdeki SEM görüntüleri - TBN1 (a), TBN2 (b), TBN3 (c), TBN4 (d), TBN5 (e), TBN6 (f).	58
Şekil 6.8. Katkısız TEOS bazlı liflere ait farklı büyütmelelerdeki SEM görüntüleri - TB1: (a) 500×, (b) 1000×; TB6: (c) 500×, (d) 1000×.	60
Şekil 6.9. NMC katkılı TEOS bazlı liflere ait SEM görüntüleri – TBN4: (a) 500×, (b) 1000×; TBN6: (c) 500×, (d) 1000×.	62
Şekil 6.10. Katkısız TEOS bazlı fiberin (TB6) EDS analiz sonuçları.	65
Şekil 6.11. NMC katkılı TEOS bazlı fiberin (TBN6) EDS analiz sonuçları.	65
Şekil 6.12. Katkısız TEOS fiber (TB6) ve NMC katkılı TEOS fiber (TBN2) numunelerine ait XRD sonuçları.	66
Şekil 6.13. Katkısız TEOS bazlı fibere (TB6) ait TG/DTA eğrileri.	68
Şekil 6.14. NMC katkılı TEOS bazlı fibere (TBN6) ait TG/DTA eğrileri.	68
Şekil 6.15. Elektrokimyasal Empedans Spektroskopisi (EIS) ile elde edilen katkısız TEOS(TB6) lifine ait Nyquist Diyagramı.	70
Şekil 6.16. Elektrokimyasal Empedans Spektroskopisi (EIS) ile elde edilen NMC Katkılı TEOS(TBN6) lifine ait Nyquist Diyagramı.	71

TEOS BAZLI FİBERLERİN ELEKTROEĞİRME YÖNTEMİYLE ÜRETİMİ VE KARAKTERİZASYONU

ÖZET

Son yıllarda nanoteknoloji ve malzeme mühendisliği alanlarında yaşanan hızlı gelişmeler, özellikle lifli yapıların üstün mekanik, termal ve kimyasal özellikleri sayesinde bu malzemelere yönelik ilgiyi önemli ölçüde artırmıştır. Özellikle nanofiber yapılar, yüksek özgül yüzey alanı, düşük çap aralığı ve yönlendirilebilir morfolojik yapıları sayesinde birçok ileri teknoloji uygulamasında kritik rol oynamaktadır. Enerji depolama sistemlerinden biyomedikal cihazlara, çevresel filtrasyon çözümlerinden sensör teknolojilerine kadar geniş bir yelpazede kullanılan bu yapılar, aynı zamanda hafiflik, geçirgenlik ve işlevselleştirilebilirlik gibi avantajlar da sunmaktadır.

Bu bağlamda, fiber üretimi için yaygın olarak tercih edilen öncül maddelerden biri olan tetraetil ortosilikat (TEOS), sahip olduğu kimyasal stabilite, yüksek sıcaklık dayanımı, çevresel inertlik ve poroz yapı oluşturabilme kabiliyeti ile dikkat çekmektedir. Bu tez çalışmasında, taşıyıcı polimer katkısı içermeyen TEOS bazlı çözeltilerden elektroegirme yöntemiyle nanofiber üretimi gerçekleştirilmiş; hem katkısız saf TEOS fiberler hem de Nikel-Manganez-Kobalt (NMC) katkılı TEOS fiberler hazırlanarak karşılaştırmalı olarak analiz edilmiştir.

Hazırlanan çözeltiler, 80°C’de ısıtma işlemiyle viskozite açısından elektroegirme için uygun hâle getirilmiş ve ardından farklı voltaj ve akış hızı parametreleri altında fiber üretimi gerçekleştirilmiştir. Bu süreçte polimer katkısı olmaksızın da nanofiber üretiminin başarılı bir şekilde gerçekleştirilebildiği deneysel olarak ortaya konmuştur.

Yapılan Taramalı Elektron Mikroskopu (SEM) analizleri, üretim parametrelerinin fiber morfolojisi üzerinde doğrudan etkili olduğunu göstermiştir. NMC katkısı fiber çaplarını belirli oranda artırsa da, uygun parametrelerde yapısal homojenliğin sağlandığı belirlenmiştir. Elementel analizlerde, saf TEOS fiberlerin temel olarak Si ve O içerdiği, NMC katkılı fiberlerde ise Ni, Mn ve Co elementlerinin başarıyla fiber yapısına entegre edildiği saptanmıştır. X Işını Kırınımı (XRD) sonuçlarına göre saf TEOS fiberler amorf karakter sergilerken, NMC katkısıyla birlikte zayıf kristal faz oluşumlarının başladığı görülmüştür. Termal analizler, her iki fiber grubunun da yüksek sıcaklık stabilitesi sunduğunu ortaya koymuştur.

Elektrokimyasal Empedans Spektroskopisi (EIS) sonuçları, saf TEOS fiberlerin ideal bir dielektrik karaktere sahip olduğunu ve elektriksel iletkenlik göstermediğini doğrulamıştır. Buna karşılık NMC katkılı TEOS fiberler, sınırlı da olsa iletkenlik başlangıcı göstermiş; bu da bu yapıların hibrit elektrot sistemlerinde veya fonksiyonel destek katmanlarında kullanılabileceğini göstermektedir. Bu bağlamda, NMC katkılı TEOS fiberlerin enerji depolama sistemleri için umut vadeden bir yapı sunduğu sonucuna ulaşılmıştır.



THE PRODUCTION AND CHARACTERIZATION OF TEOS-BASED FIBERS BY ELECTROSPINNING METHOD

SUMMARY

In recent years, significant scientific and technological advancements in the fields of nanotechnology and materials engineering have substantially increased interest in the production of fibrous materials, particularly due to their superior thermal and chemical properties. Fibers with high surface area, small diameters, and flexible morphologies are attractive for a wide range of industrial applications. These include energy storage systems, biomedical materials, filtration, sensors, and catalyst supports. In this context, silica-based compounds -especially tetraethyl orthosilicate (TEOS) -have emerged as prominent precursors for fiber production due to their chemical stability, high-temperature resistance, and environmental inertness.

Among silica-based compounds, TEOS is widely utilized in sol-gel applications such as thin films, aerogels, and fiber production, owing to its ability to form thermally stable, chemically inert, and highly porous network structures. However, direct fiber production from TEOS without using a carrier polymer poses certain technical challenges, particularly in terms of solution spinnability and structural integrity. Therefore, optimizing electrospinning parameters and understanding the behavior of TEOS-based systems under various physical and chemical modifications are critically important.

In this study, fibers were successfully produced from TEOS-based solutions without any polymeric carrier via the electrospinning method, and the resulting fibers were comprehensively characterized in terms of morphological, structural, chemical, thermal, and electrochemical properties. Furthermore, to investigate their potential in energy applications, TEOS solutions were doped with nickel–manganese–cobalt (NMC), a ternary metal oxide widely used in lithium-ion battery technologies. The NMC-doped TEOS fibers were comparatively evaluated against pure TEOS fibers.

The sol-gel precursor solutions were prepared using TEOS, ethanol, water, and hydrochloric acid. These solutions were subjected to controlled aging at 80°C to guide viscosity, partial hydrolysis, and condensation reactions. Aging duration significantly affected the fiber-forming capability, particularly in terms of viscosity and gelation behavior. Electrospinning was carried out at voltages ranging from 18 to 28 kV, flow rates between 0.5 and 2.0 mL/h, and a tip-to-collector distance of 10–15 cm. Under these conditions, a total of 12 fiber samples (undoped and NMC-doped TEOS fiber) were successfully fabricated.

FTIR analyses of TEOS-based sol-gel solutions aged at room temperature for different durations revealed that the structural transformation proceeded in a limited manner and at a slow rate. The broad —OH stretching band observed at 3400–3200 cm⁻¹ exhibited only a slight decrease, indicating that hydrolysis and condensation reactions progressed slowly under these conditions. The weak C—H stretching bands in the 2900–2850 cm⁻¹ range gradually diminished over time but did not completely

disappear. The strong Si—O—Si stretching peak at around 1100 cm^{-1} , the Si—OH shoulder band near 950 cm^{-1} , and the characteristic vibrations at 800 cm^{-1} and 450 cm^{-1} remained stable across all samples. Overall, the findings demonstrated that room-temperature aging up to 24 hours caused only partial reduction of —OH groups, without significant strengthening of Si—O—Si bonds, confirming that the sol-gel network formation advanced rather slowly.

Confocal microscopy was used to examine the three-dimensional morphology of the fibers. Structural characteristics such as surface roughness, fiber alignment, and isotropy were investigated through this technique. Homogeneous fiber samples exhibited smoother and more aligned morphologies, whereas heterogeneous samples showed irregular and branched structures.

SEM (Scanning Electron Microscopy) images provided detailed insight into surface morphology and fiber diameter. Fibers produced at voltages between 24-27 kV and flow rates of 1.0-1.5 mL/h displayed bead-free and uniform structures. According to ImageJ-based diameter analysis, the average diameter of pure TEOS fibers was as low as $0.345\text{ }\mu\text{m}$, while it increased to approximately $1.072\text{ }\mu\text{m}$ in NMC-doped samples. This increase was attributed to the elevated viscosity caused by NMC addition, and possibly changes in surface tension. Homogeneous samples displayed narrow diameter distributions, whereas heterogeneous ones showed wider variation.

Elemental analysis showed that pure TEOS fibers predominantly contained silicon and oxygen, while NMC-doped fibers successfully incorporated nickel (Ni), manganese (Mn), and cobalt (Co) into the fiber structure. Structural analysis using X-ray diffraction (XRD) indicated that pure TEOS fibers exhibited amorphous features, whereas the presence of NMC led to the emergence of low-intensity crystalline phases. These crystalline structures are believed to result from the thermal reorganization of NMC components at elevated temperatures, which could positively impact electrochemical performance.

Thermal analyses were performed using both Differential Thermal Analysis (DTA) and Thermogravimetric Analysis (TGA), providing valuable insights into the thermal stability and decomposition behavior of the fibers. TGA results indicated a total weight loss of approximately 19% in pure TEOS fibers, attributed to the evaporation of ethanol and water as well as the removal of residual organic compounds. DTA results corroborated this behavior, confirming that the fibers reached thermal stability beyond $600\text{ }^{\circ}\text{C}$. In NMC-doped fibers, a weight loss of approximately 8% around $200\text{ }^{\circ}\text{C}$ was associated with the removal of volatile components, while an additional 4% loss between $200\text{--}650\text{ }^{\circ}\text{C}$ was attributed to organic decomposition and possible oxidative rearrangements. A distinct exothermic peak accompanied by a minor weight reduction observed at around $750\text{ }^{\circ}\text{C}$ was linked to the crystallization or phase transitions of metal oxide phases. Structural rearrangements were detected in the $900\text{--}1000\text{ }^{\circ}\text{C}$ range, and the total weight loss was determined to be approximately 13%. This behavior offers significant advantages for high-temperature applications and thermally stable material development.

Electrochemical characterization was conducted using Electrochemical Impedance Spectroscopy (EIS) for both pure and NMC-doped TEOS fibers. The results clearly showed that pure TEOS fibers exhibited very high impedance values with no observable electrical conductivity, confirming their suitability for passive roles such as separator layers, insulating interphases, or dielectric support structures rather than as active electrode materials. In contrast, NMC-doped TEOS fibers exhibited a

noticeable decrease in impedance and demonstrated the onset of conductivity. These results suggest that the NMC-doped fiber system introduced partial ionic and/or electronic pathways, thereby making them suitable candidates for use in hybrid electrode architectures or as functional interlayers supporting active materials. Additionally, the mechanical integrity and volume-buffering capacity provided by the NMC-doped fibers indicate their potential to contribute to electrode stability. The impedance profiles obtained from both fiber types show that the materials can be designed for different roles depending on the application requirements.

In conclusion, this thesis demonstrated that TEOS-based fibers can be produced via electrospinning without the use of a carrier polymer. The influence of process parameters on fiber morphology was systematically evaluated, and it was found that NMC doping significantly modified both physical and electrochemical properties of the fibers. Although NMC-doped fibers have not yet reached the performance level of fully active electrode materials, the observed improvements in conductivity and thermal stability highlight their potential for integration into future energy storage systems.

For future studies, the enhancement of functional properties through the incorporation of different metal oxide dopants is recommended. Developing multilayer composite structures and conducting full-cell battery testing of these fibers will also be essential steps forward. This thesis lays a solid foundation for the design and advancement of TEOS-based nanofibers for multifunctional engineering applications.



1. GİRİŞ

Son yıllarda nanoteknoloji ve malzeme mühendisliği alanlarında önemli gelişmeler kaydedilmiştir. Özellikle fiber yapılar, sağladıkları üstün mekanik, termal ve kimyasal özellikler ile dikkat çekmektedir. Nanofiberler, sahip oldukları yüksek yüzey alanları ve küçük çapları sayesinde birçok endüstriyel uygulama için çok önemli hale gelmiştir. Nanofiberlerin bu özellikleri, enerji depolama, biyomedikal mühendislik, çevresel filtrasyon, sensörler ve koruyucu kaplamalar gibi pek çok alanda potansiyel taşımaktadır. Bunun yanı sıra, daha büyük çaplı fiberler de birçok farklı sektörde kullanılmaktadır. Bu nedenle, fiberlerin hem mikro hem de nanometre boyutlarında üretimi, malzeme bilimi ve mühendisliği açısından büyük bir öneme sahiptir [1, 2, 3].

Fiberlerin üretimi, kullanılan malzeme türüne, üretim tekniklerine ve son kullanıcı uygulamalarına bağlı olarak büyük farklılıklar gösterir. Bu bağlamda, silikat tabanlı bileşikler, özellikle TEOS (tetraetoksisilan) gibi bileşikler, fiber üretimi için yaygın olarak kullanılmaktadır. TEOS, inorganik silika bazlı bir bileşik olup, silika sol-jel süreçleri kullanılarak fiberlere dönüştürülebilir. Silika, yüksek mekanik dayanım, kimyasal stabilite ve yüksek sıcaklık direnci gibi özelliklerle dikkat çeker. Bu nedenle, TEOS ve türevleri, fiberlerin üretiminde yaygın olarak kullanılmakta ve bu fiberler, farklı uygulamalarda geniş bir kullanım alanı bulmaktadır [4, 5].

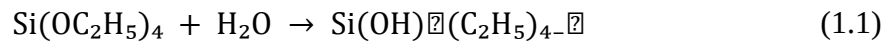
Fiberlerin üretimi için farklı yöntemler bulunmaktadır ve bunlardan en dikkat çekenlerinden biri elektroegirme tekniğidir. Elektroegirme, çözeltiden ince liflerin çekilmesi için yüksek elektriksel alan kullanarak yapılan bir yöntemdir. Bu yöntemle, nanofiberlerden mikro çaplı fiberlere kadar farklı boyutlarda yapılar üretilmektedir. Elektroegirme, fiberlerin çapını, morfolojisini ve diğer fiziksel özelliklerini çözeltinin viskozitesi, voltaj, akış hızı gibi parametrelerle kontrol etme olanağı sağlar. Ayrıca, bu yöntem, üretim sürecinde kullanılan malzemenin türüne ve çözeltinin formülasyonuna bağlı olarak, homojen ve heterojen yapıda fiberler üretebilme esnekliği sunar [6, 7, 8].

Elektroegirilmiş nanofiberler, 1 nm ile 1 μ m arasında çaplara ve metrelerce uzunluğa sahiptir. Bu nedenle nanofiberler, mikro fiberler veya kütle halindeki karışıtlarına

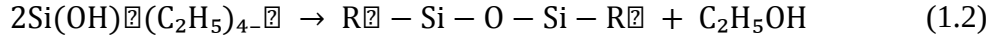
kıyasla çok daha büyük bir uzunluk-çap oranına sahiptir ve bu da onlara daha yüksek mekanik dayanım, esneklik, yüzey alanı-hacim oranı, gözeneklilik, gaz geçirgenliği ve yapısal stabilite kazandırır. Çapları genellikle 100 nm ile 800 nm arasında değişmekle birlikte, 36 nm çapında fiberlerin seri üretimi ve 2 nm çapında fiberlerin küçük ölçekte üretimi mümkündür [9, 10].

TEOS ve benzeri silikat bazlı çözeltiler, sol-jel yöntemiyle hazırlanarak elektroğirme yöntemiyle fiber üretimi için ideal çözümler sunmaktadır. Sol-jel yöntemi, düşük sıcaklıklarda homojen ve kontrollü yapılar elde etmeyi sağlayarak, özellikle silika bazlı liflerin üretiminde önemli bir rol oynamaktadır. Bu yöntemle üretilen silika bazlı fiberler, yüksek sıcaklık dayanımı, kimyasal inertlik ve biyouyumluluk gibi üstün özelliklere sahiptir. Ayrıca, sol-jel ile hazırlanmış silika bazlı fiberler, elektriksel iletkenlik, mekanik güç ve yüksek yüzey alanı gibi avantajları sayesinde enerji depolama ve elektronik uygulamalar başta olmak üzere birçok alanda büyük bir potansiyel sunmaktadır [11, 12].

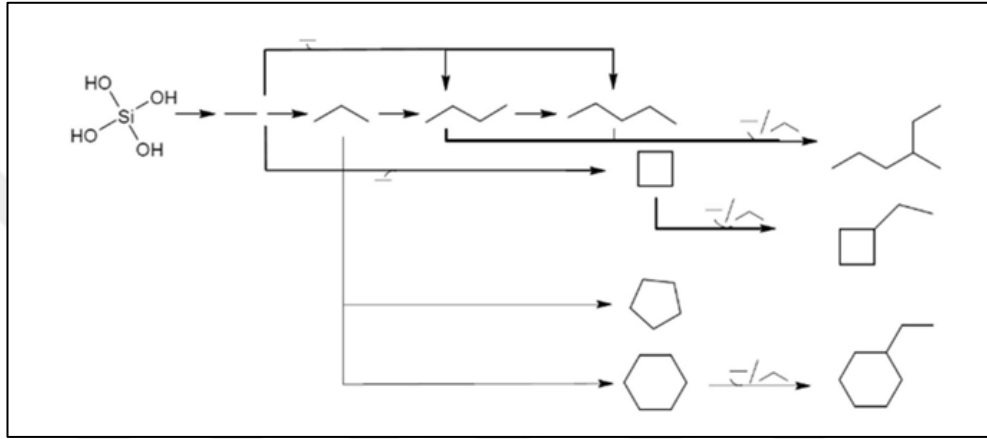
Sol-jel, tipik olarak kendi erime veya füzyon noktalarından önemli ölçüde daha düşük sıcaklıklarda, oldukça homojen cam ve seramik üretmek için uygun bir yaklaşımı temsil eder. Araştırma bulgularına göre, elde edilen ürünlerin yapısı sol-jel dönüşümünün ilk aşamalarına, yani hidroliz ve polimerizasyona bağlıdır. Denklem 1.1'de görüldüğü üzere hidroliz, silika öncüsü, öncelikle tetraetil ortosilikat (TEOS), tipik olarak etanol olan ortak bir çözücünde suyla birleştirildiğinde meydana gelir. Teoride, tam hidroliz silisik asit (H_4SiO_4) verir; ancak pratikte bu ideal durum gerçekleşmez. Bunun yerine, bir dizi ara ürün üretilir ve bu da sürecin kinetik tanımını son derece karmaşık hale getirir:



Denklem 1.2'de verilen polimerizasyon reaksiyonu su üretir ve reaksiyon açıklamasını daha da karmaşık hale getirir; bu nedenle, hidroliz reaksiyonu yalnızca nitel olarak tanımlanabilir. Su üretimi hidroliz reaksiyonunun devam etmesini sağlar ancak reaksiyon mekaniği kullanılan katalizör tarafından belirlenir. Asit katalizi daha sorunlu sonraki hidrolize yol açarak daha doğrusal yapılara neden olur. Baz katalizi sonraki hidrolizi teşvik ederek dallanmış kümelerle yol açar. Su içeriği de reaksiyonun kontrol eden unsurudur. Düşük su asit katalizli içerikli çözeltiler doğrusal polimer zincirleri üretir ve daha yüksek su içerikli çözeltiler daha dallanmış yapılara yol açar.



Araştırmalar, Şekil 1.1'de gösterildiği gibi asit katalizli sol-jel reaksiyonlarında oluşan kümelerin genellikle nispeten kısa olduğunu, 5–7 Si atomu uzunluğunda, hafifçe dallanmış zincirler veya çoğunlukla 5–6 Si atom birimli döngüsel yapılar şeklinde olduğunu göstermiştir. Dallanmış zincirler, doğrusal zincirlerin aksine, solun akışını kısıtlayarak sol-jelin daha erken ve geri döndürülemez bir şekilde jelleşmesinden sorumludur [13, 14].



Şekil 1.1. Hidrolize edilmiş türlerin yoğunlaşmasının teorik şemaları [14].

Bu çalışmada, TEOS bazlı fiberlerin üretimi ve karakterizasyonu üzerine yapılan çalışmalar ele alınacaktır. On iki farklı örnekle, TEOS çözeltilerinden fiberler üretilmiş ve içlerinden bazı liflerin morfolojik yapıları ve kimyasal bileşimleri çeşitli tekniklerle detaylı olarak incelenmiştir. Taramalı elektron mikroskobu (SEM), konfokal mikroskopi, enerji dağılım spektroskopisi (EDS) gibi teknikler kullanılarak, fiberlerin yüzey özellikleri, kalınlıkları ve kimyasal bileşimleri detaylı bir şekilde analiz edilmiştir. Viskozite ölçümleri ve işlem süreleri, elektroegirme yöntemiyle en uygun üretim koşullarının belirlenmesinde önemli bir rol oynamıştır. Ayrıca, TEOS bazlı liflerin termal özellikleri Diferansiyel Termal Analiz (DTA) ile incelenmiştir. DTA, malzemenin ısı davranışlarını ve termal stabilitesini gözlemlemek için kullanılır. TEOS bazlı liflerin ısıl stabilitesinin belirlenmesi, özellikle yüksek sıcaklıkta kullanılacak uygulamalarda önemli bir parametre olarak değerlendirilmektedir.

Fiberlerin özelliklerinin üretim parametreleriyle ilişkisi derinlemesine incelenmiş, farklı voltaj seviyeleri, akış hızları ve çözeltinin viskozitesi gibi faktörlerin fiberlerin morfolojisi üzerindeki etkisi araştırılmıştır. Özellikle, fiberlerin çapı ve yapısı, enerji

depolama sistemleri gibi uygulamalar için kritik bir parametre olup, elektroegirme sürecinde bu parametrelerin optimize edilmesi gereklidir.

Bu çalışmada, TEOS bazlı fiberlerin elektrokimyasal özellikleri de ele alınacaktır. Özellikle, Nikel-Mangan-Cobalt (NMC) bileşeninin TEOS ile karıştırılarak üretilen fiberlerin, batarya teknolojilerinde kullanılabilirliği araştırılmıştır. NMC, lityum iyon bataryalarının pozitif elektrotlarında yaygın olarak kullanılan bir malzeme olup, bu malzemenin TEOS bazlı fiberlerle kombinasyonu, enerji depolama sistemlerinde yeni nesil bileşiklerin tasarımına olanak tanımaktadır. Bu fiberlerin elektrokimyasal empedans spektroskopisi (EIS) yöntemi ile yapılan incelemeleri, enerji depolama sistemlerinde kullanılabilirliklerini ve performanslarını değerlendirmeye yönelik önemli bilgiler sunmaktadır.

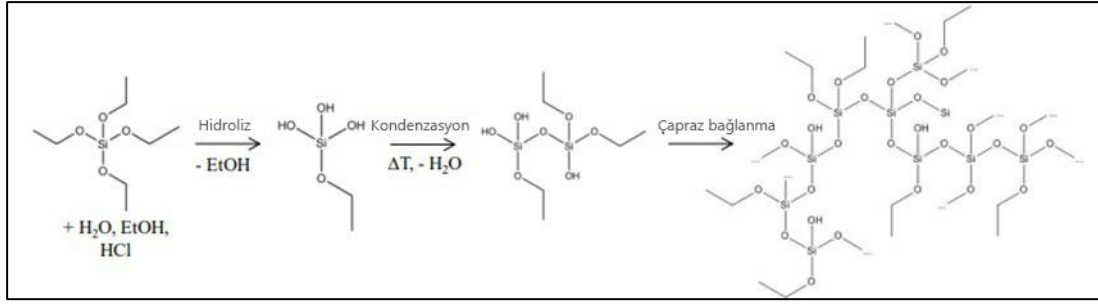
TEOS bazlı fiberler ve nanofiberler, çeşitli endüstriyel alanlarda uygulama bulmaktadır. Bu lifler, özellikle enerji depolama sistemleri, biyomedikal mühendislik, çevresel filtrasyon, sensörler ve koruyucu kaplamalar gibi alanlarda önemli potansiyellere sahiptir. TEOS bazlı fiberlerin biyomedikal uygulamalarda, özellikle doku mühendisliği, yara iyileşmesi ve ilaç salınımı gibi alanlarda kullanılabilmesi mümkündür. Ayrıca, çevresel filtrasyon sistemlerinde, su arıtma ve havalandırma gibi süreçlerde kullanılabilecek yüksek yüzey alanına sahip lifler üretilmesi mümkündür.

2. TEOS VE NMC

Tetraetil ortosilikat (TEOS), sol-jel kimyasının temel yapıtaşlarından biri olarak, silika bazlı malzeme sentezinde yaygın şekilde kullanılan bir alkoksisilandır. TEOS'un kimyasal formülü $\text{Si}(\text{OC}_2\text{H}_5)_4$ olup, merkezi bir silisyum atomuna bağlı dört etoksi grubundan oluşur. Bu yapı, su varlığında asit veya baz katalizi altında hidroliz ve ardından kondenzasyon reaksiyonlarına uğrayarak silanol (Si-OH) gruplarına dönüşür ve zamanla Si-O-Si bağları aracılığıyla üç boyutlu bir silika ağına (SiO_2) evrilir. Bu dönüşüm, sol-jel sürecinin temelini oluşturmaktadır olup, elde edilen son ürünün morfolojisi, yoğunluğu, gözenekliliği ve mekanik özellikleri üzerinde doğrudan belirleyici bir etkiye sahiptir [15, 16, 17].

Son birkaç on yılda, sol-jel yöntemi; monolitler, tozlar, tüpler ve fiberler gibi çeşitli silika bazlı malzemelerin hazırlanmasında yaygın olarak kullanılmıştır. Tipik bir sol-jel süreci, başlangıçta genellikle bir alkoksit olan küçük bir molekülün katalizli hidroliz ve kondenzasyon reaksiyonları ile karmaşık, yüksek viskoziteli bir polimerik ağa dönüşmesini ve nihayetinde bir "jel" oluşumunu içerir. Çözelti bileşimine ve reaksiyon koşullarına bağlı olarak, solün jelleşme süreci uygulamaya yönelik gereksinimlere göre uyarlanabilir. Zamanla çözelti jelleşmeye devam ettiğinden, kısmen jelleşmiş çözeltinin elektroğrilebileceği yalnızca belirli bir zaman aralığı bulunur [18, 19].

Loccufier ve ark. (2019), asit katalizli sol-jellerin elektroğrilmesi yoluyla silika nanolifli membranlar üretilmiştir. Bu süreçte gerçekleşen kimyasal reaksiyonların prensibi Şekil 2.1'de gösterilmektedir. İlk aşamada, TEOS yapıtaşlarından türetilen çözeltilerdeki etoksi gruplarının bir kısmı, hidroliz yoluyla hidroksil gruplarına (silanol gruplarına) dönüştürülür. İkinci aşamada ise, bu silanol grupları kondenzasyon reaksiyonuna girerek silisyum-oksijen-silisyum (Si-O-Si) bağlarının oluşmasına neden olur. Sonuç olarak, üçüncü aşamada gevşek şekilde çapraz bağlanmış ve bu nedenle elektroğrilebilir bir sol-jel çözeltisi elde edilir [20].



Şekil 2.1. TEOS'un asit katalizli sol-jel yöntemiyle silika yapısına dönüşüm süreci. [20].

TEOS bazlı sol-jellerin fiber üretiminde kullanımı, bu kimyasal dönüşüm özellikleri sayesinde mümkün olmaktadır. Daha önce, yeterince viskoz sol-jelden lif çekilerek veya kuru eğirme yöntemiyle silika nanofiberlerin üretildiği açıktır. Ancak, bu tür çözeltilerde taşıyıcı polimer zincirlerinin (dolanıklıkların) bulunmaması nedeniyle elektroegirme işlemi oldukça zordur ve bu alandaki çalışmalar sınırlı sayıdadır [21].

TEOS öncülüne dayalı sol-jel çözeltilerinin doğrudan elektroegirme yöntemiyle eğrilmesi, organik polimer bileşenlerinin sonradan uzaklaştırılması ihtiyacını ortadan kaldırır. Böylece, yüzeyi düzgün, yüksek yoğunluklu ve üstün mekanik özelliklere sahip amorf silika nanolifler elde edilebilmektedir. Dahası, bu yöntem yalnızca yüksek performanslı fiberlerin üretimini sağlamakla kalmaz, aynı zamanda daha sade ve kolayca ayarlanabilir bir malzeme tasarımı süreci sunar. Bu nedenle, TEOS'un kimyasal özellikleri yalnızca sol-jel reaksiyonlarının temelini oluşturmakla kalmaz, aynı zamanda polimer katkısı olmadan nanolif üretimini mümkün kılan temel faktörlerden biri hâline gelmiştir [21, 22].

NMC ise, katmanlı bir yapıya sahiptir ve pilin katodu, belirli oranlarda üç kimyasal elementin (Nikel, Mangan ve Kobalt) bileşiminden oluşur. Nikel-Mangan-Kobalt (NMC), genel formülü $\text{LiNi}_x\text{Mn}_y\text{Co}_z\text{O}_2$ olan ve katmanlı bir yapıya sahip lityum geçiş metali oksitlerinden oluşan bir bileşiktir. Bu malzeme, lityum iyon pillerin katot malzemesi olarak yaygın şekilde kullanılmaktadır. NMC'nin başarısının arkasındaki temel faktörler, nikelin yüksek enerji yoğunluğu sağlaması, manganın kimyasal kararlılık kazandırması ve kobaltın iyi iletkenlik ve çevrim ömrü katkısı sunmasıdır. Farklı oranlardaki NMC bileşimleri (örneğin NMC111, NMC622, NMC811), performans parametrelerine göre özelleştirilebilmektedir. Yüksek kapasite, uzun çevrim ömrü, düşük toksisite ve iyi termal kararlılık gibi avantajları nedeniyle

elektrikli araçlardan enerji depolama sistemlerine kadar geniş bir uygulama alanı bulmuştur [23, 24].

Literatürde çok az çalışma bulunmasıyla birlikte, NMC'nin sadece toz formda değil aynı zamanda fiber matrisler içinde de kullanımı dikkat çekmektedir. Özellikle nanofiber yapılar, yüksek yüzey alanı, gözeneklilik ve iyon geçişine elverişli morfolojik özellikleri sayesinde elektrot performansını artırmak için uygun ortamlardır. Bu kapsamda, NMC'nin elektroegirme yöntemiyle üretilmiş lif matrislerine entegre edilmesi, enerji depolama teknolojilerinde yeni nesil hibrit çözümler sunmaktadır. NMC içeren fiber sistemlerde iyon difüzyonu daha hızlı gerçekleşmekte, bu da kapasite ve çevrim ömrü gibi parametrelerde iyileşme sağlamaktadır [25].

Klusonová ve ark. (2025) yaptığı son çalışmada, atık NMC622 katot malzemesi, polivinilpirolidon (PVP) ve tetraetil ortosilikat (TEOS) içeren bir sol-jel çözeltisi kullanılarak elektroegirme yöntemiyle cam nanofiberler içine başarıyla entegre edilmiştir. Çalışmada, yüksek moleküler ağırlıklı PVP polimeri çözücü olarak metanolla karıştırılmış etanol içinde çözölmüş, TEOS ise hidroklorik asit (HCl), etanol ve distile su ile hazırlanan asidik bir ortamda kolloidal çözelti haline getirilmiştir. Bu iki çözelti, NMC tozu ile 2:2.5:1 ağırlık oranında karıştırılarak elektroegirme işlemine tabi tutulmuştur. Elde edilen fiberlerin 650°C'de kalsinasyonu sonrasında PVP'nin tamamen ayrıştığı ve geriye TEOS kaynaklı silika ile NMC partiküllerinin kaldığı gözlemlenmiştir. Bu proses, NMC partiküllerinin homojen dağılımını sağlarken aynı zamanda fiberlerin mekanik bütünlüğünü korumuştur [26].

NMC'nin fiber matrislerle kombinasyonunda kullanılan PVP ve TEOS gibi polimer ve inorganik öncüller, fiberlerin morfolojik özelliklerini kontrol etmede kritik rol oynamaktadır. PVP'nin yüksek moleküler ağırlığı, elektroegirme sırasında fiber oluşumunu kolaylaştırırken, TEOS'un hidrolizi sonucu oluşan silika ağı, kalsinasyon sonrası fiberlerin yapısal bütünlüğünü korumaktadır. Bu tür hibrit sistemler, gelecekte enerji depolama alanında önemli bir rol oynayacak gibi görünmektedir.

TEOS (tetraetil ortosilikat) bazlı sistemler ise taşıyıcı polimer kullanmadan inorganik, seramik esaslı fiber üretimini mümkün kılmakta ve NMC ile birlikte kullanıldığında önemli avantajlar sunmaktadır. TEOS'un sol-jel yöntemi ile hidroliz ve kondenzasyon reaksiyonları sonucunda oluşan silika ağı, yüksek sıcaklık dayanımı, kimyasal

kararlılık ve mekanik stabilite gibi özellikleriyle NMC parçacıklarının fiber matrisine gömülmesi için ideal bir ortam oluşturmaktadır. TEOS bazlı inorganik fiberlerin NMC ile kombinasyonu sayesinde, taşıyıcı polimerin yanması veya çıkarılması gerekmeksizin doğrudan elektroğrılmış kompozit fiberler üretilmektedir. Bu yapı, hem iyon hem elektron iletimi açısından verimli bir platform sunar. Özellikle termal ve kimyasal direnç gerektiren uygulamalarda (örneğin katı hal pilleri) bu tür hibrit yapılar büyük avantaj sağlar [26].

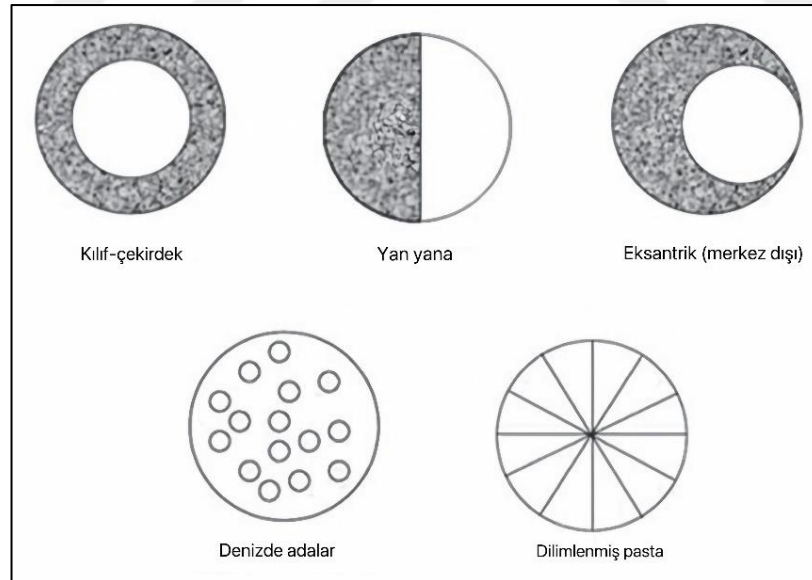
Sonuç olarak, NMC ve TEOS'un bir arada kullanımı, enerji depolama teknolojileri açısından umut verici bir yaklaşım olarak değerlendirilmektedir. Geliştirilen bu hibrit lif sistemleri, gelecekte daha uzun ömürlü, güvenli ve yüksek kapasiteli batarya sistemlerinin geliştirilmesine olanak tanımaktadır.

3. FİBER ÜRETİM YÖNTEMLERİ

Fiber üretmek için bir dizi teknik mevcuttur. Bu teknikler arasında bikomponent, eriyik üfleme, faz ayrışması, çekme, kalıp sentezi, santrifüjlü eğirme ve elektroegirme yer almaktadır [27].

3.1. Bikomponent Yöntemi

Bikomponent fiberler, aynı fiber içerisinde iki polimerin aynı iğneden birlikte ekstrüde edilmesiyle tanımlanabilir. Bikomponent fiberlere bazı örnekler, kılıf-çekirdek, eksantrik, denizde ada ve segmentli pasta fiberleri olup, Şekil 3.1'de gösterilmiştir. Denizde ada tipi fiberler, çapraz kesitte bir polimerin ikinci bir polimer matrisine yerleştirildiği görüldüğünden matris-filament fiberleri olarak da adlandırılır. Denizde ada fiberleri, ada kısmının çapı bakımından uniform (düzgün) veya nonuniform (düzgün olmayan) olabilir [28].



Şekil 3.1. Bikomponent fiberlerin kesitleri [28].

Temelde, bu filamentler, iki polimerin gerekli oranlarda karıştırılmasından oluşan bir karışımdan eğilir; burada bir polimer, diğerinin ergimiş hali içinde damlacıklar halinde süspansiyon edilir. İplik deliklerinin altında fiberin hızlı bir şekilde soğutulması,

fiber üretiminde önemli bir özelliktir. İki polimer arasındaki eğrilebilirlik farkları, karışımın eğrilebilmesini neredeyse engelleyebilir; ancak bu durum, karışım konsantrasyonunun düşük olduğu (%20'nin altındaki) durumlar için geçerli değildir. Fiber bileşenlerinden biri, ısı, çözücü, kimyasal veya mekanik cihazlar kullanılarak uzaklaştırılabilir. Bikomponent ekstrüzyonda, iki polimer basit bir iplik deliğine beslenir ve bir bıçak kenarı veya bölme ile ayrılarak yan yana düzenlemeler halinde iki segmentin beslenmesi sağlanır [28].

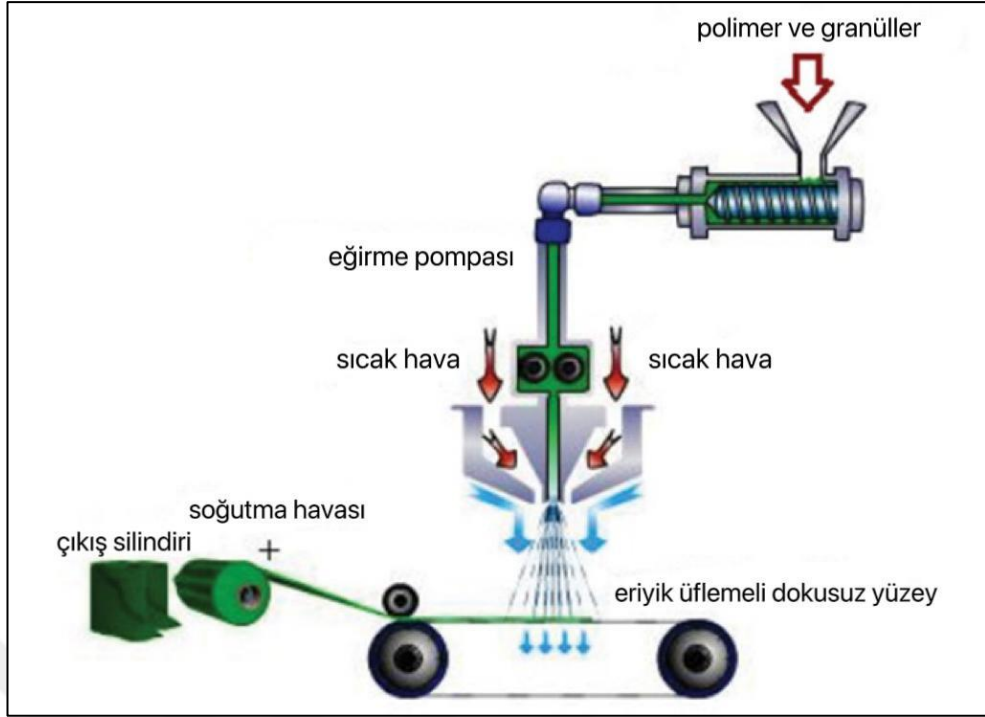
Bikomponent fiberlerin üretiminde en çok kullanılan yöntemlerden biri, “boru içinde boru” yöntemidir. Bu yöntemde, akışkanlardan biri, tüpün sonunda diğer akışkan bileşeni çevreler. Bir grup araştırmacı, akışla çekilmiş fiberlerden daha fazla çekim ve deniz bileşeninin uzaklaştırılması ile denizde ada tipi yöntemi kullanarak 39 nm çapında sürekli PET nanofiberler hazırlayabilmiştir [28].

3.2. Eriyik Üfleme Tekniği

Eriyik üfleme ağ oluşturma sürecinde, düşük viskoziteye sahip polimer granülleri ve eriyik polimer granülleri, yüksek hızlı bir hava akımı ile nozül ucundan (ekstrüder kalıbı) çekilir. Polimerin çekilmesi, hava akımının sürüklemeye kuvvetiyle gerçekleştirilir ve mikro fiberlere dönüştürülür. Oluşan ince fiberler, daha sonra kolektörde ağ olarak katılaşır. Hava sıcaklığı, polimerin erime noktasına eşit veya biraz daha yüksek olacak şekilde sabitlenir. Eriyik üfleme ağ hazırlama prosedürünün şematik gösterimi Şekil 3.2'de sunulmaktadır.

Rastgele fiber yönelimi, düşük ila orta seviyede ağ dayanımı, ince fiber çapı, iyi izolasyon ve filtrasyon için yüksek yüzey alanı, eriyik üfleme ağına özgü ana özelliklerdir. Eriyik üfleme süreciyle izotropik ürünler elde edilir.

Eğrilmiş ağ, üç adımdan oluşan bir süreçle üretilir: (i) Polimerin bir çözücüde çözülmesi, (ii) polimerin süspansiyon halindeki spreylene işlemi düşük basınçlı bir kaba gerçekleştirilir ve (iii) çözücünün buharlaşmasıyla birlikte bulut benzeri fiberler içeren bir ağ oluşur [29].



Şekil 3.2. Eriyik üfleme hattının taslağı [29].

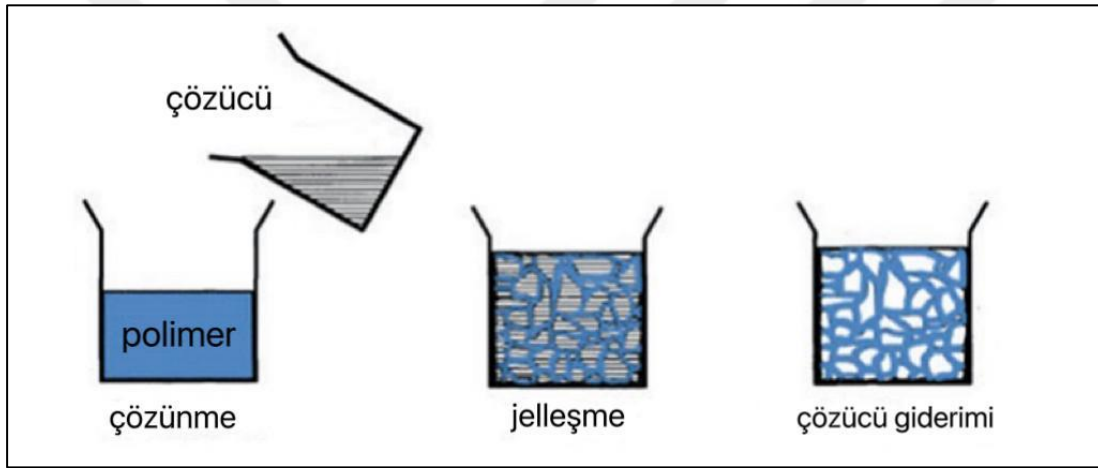
Pu ve ark. (2018), elektrostatik destekli eriyik üfleme (MB) işlemi kullanarak polipropilen MB fiberlerinin ortalama çapını tipik olarak $1.69 \mu\text{m}$ 'den 960 nm 'ye düşürmenin mümkün olduğunu göstermiştir. 0.064 mm çapında bir orifis içeren özel bir istiflenmiş plaka kalıp tasarımı kullanılarak, $320\text{-}470 \text{ nm}$ çapında ortalama nanofiberler geniş bir eriyik akış indeksi ($35\text{-}1200 \text{ MFI}$) aralığına sahip polipropilenlerden üretilmiştir [30]. Brang ve ark. (2008), polipropilen (PP), polietilen tereftalat (PET), poliamid (PA), polietilen (PE), polilaktik asit (PLA), kopoliamidler (Co-PA) ve perflorlanmış elastomer (PFE) gibi polimerlerden eriyik üfleme yöntemiyle, modifiye edilmiş ve çok yüksek uzunluk/çap oranına ($L/D = 20/1, 200/1$ veya $1000/1$) ve küçük orifis çaplarına ($D = 0.12 \text{ mm}$) sahip bir kalıp kullanarak, çoğunluğu 500 nm 'den küçük çapa sahip nanofiberler üretmiştir. Bu yöntemle yüksek yüzey düzgünlüğü elde edilmiştir [31].

3.3. Faz Ayrımı

Bu yöntemde, fazlar fiziksel uyumsuzluk nedeniyle ayrılır. Çözücünün fazı çözeltiden çıkarılırken diğer faz kalır. Bu yöntem temel olarak dört ana adımdan oluşur:

- Polimerin bir çözücüde oda sıcaklığında veya yüksek sıcaklıkta çözülmesi.

- Jelleşme: Nanofiber morfolojisini (gözeneklilik) kontrol etmek için en zor adımdır. Jelleşme süresi, polimer konsantrasyonu ve sıcaklığa bağlı olarak değişir. Polimer konsantrasyonu nanofiberlerin özelliklerini etkiler; polimer konsantrasyonu arttıkça fiber gözenekliliği azalır ve mekanik özellikleri iyileşir. Bu sürecin ilk adımı, polimerin oda sıcaklığında çözücüde homojen bir çözelti oluşturması ve ardından çözeltiyi jelleşme sıcaklığında tutarak jelin elde edilmesidir. Bu sıcaklıkta faz ayrımı nedeniyle nanofiberli matrisler üretilir. Daha sonra çözücünün çıkarılması ve matrisin kurutulmasıyla nanofiberler oluşur (Şekil 3.3).
- Jelden çözücünün su ile çıkarılması.
- Dondurma ve vakum altında dondurarak kurutma.

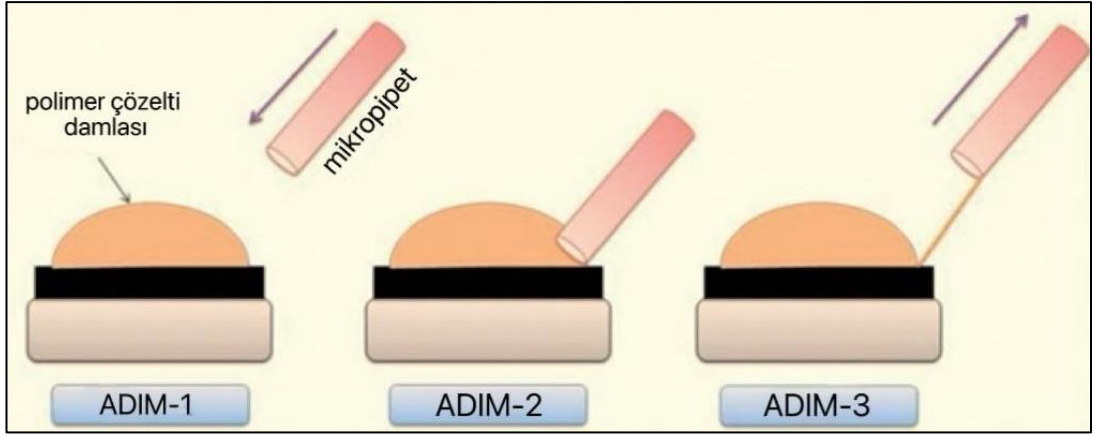


Şekil 3.3. Faz ayrımı tekniği [32].

Bu süreç minimum ekipman gereksinimine sahiptir. Polimer konsantrasyonu ayarlanarak bu matrisin mekanik özellikleri doğrudan uyarlanabilir. Şu ana kadar sadece birkaç polimer, örneğin polilaktid (PLA) ve poliglikolid, faz ayrımı yöntemiyle nanofiberlere dönüştürülmüştür. Ancak bu yöntemle uzun, sürekli fiberler üretilemez ve tüm polimerler faz ayrımına uğrayarak nanofiber üretemez çünkü bu yöntem jelleşme yeteneği gerektirir ve bu da faz ayrımı yönteminin kullanımını sınırlar [32].

3.4. Çekme Tekniği

Bu teknik, fiber üretim endüstrisinde kuru eğirme ile benzer olup, çok uzun tekli nanofiberlerin oluşturulmasına imkan tanır. Bu teknoloji Şekil 3.4'de şematik olarak gösterilmiştir.



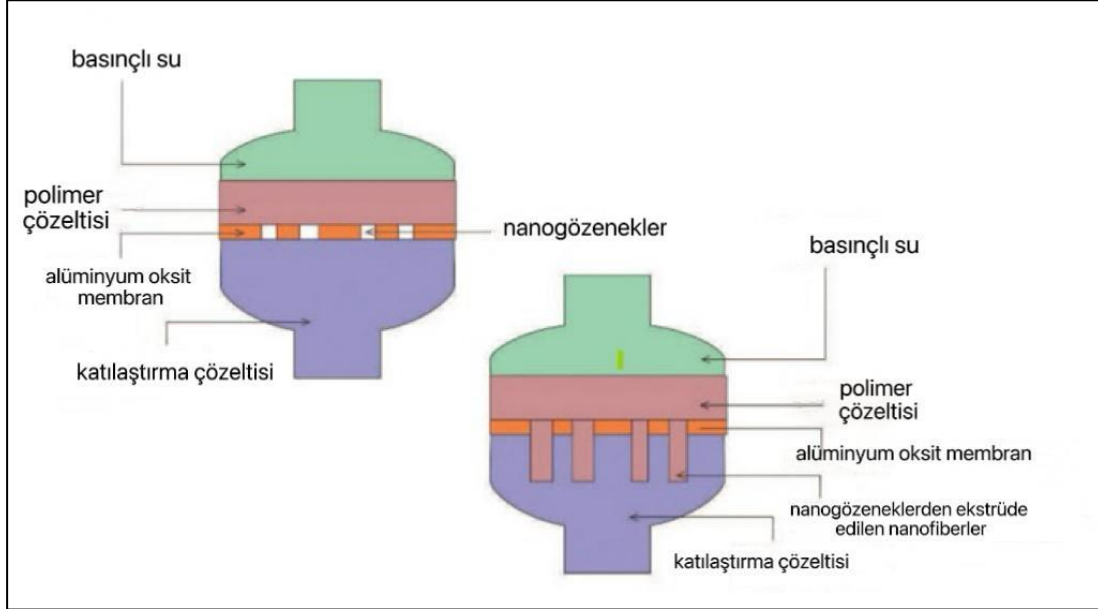
Şekil 3.4. Çekme tekniği ile nanofiberlerin temel üretim sürecinin illüstrasyonu [33].

Temelde üç adım içerir: bir milimetrelik polimer çözeltisi damlası, alt tabaka malzemeye uygulanır, mikropipet damlanın kenarına doğru hareket eder, ve mikropipetin geri hareketiyle, fiber polimer damlasından belirli bir hızda çekilir ve son olarak sıvı polimer nanolife dönüştürülür. Bu teknikte, fiber çekme hızı yaklaşık 10^4 ms^{-1} olmalıdır. Bu teknikle elde edilen fiber çapı 2 nm ile birkaç mikrometre arasında değişirken; uzunluk 10 mm'den birkaç santimetreye kadar ulaşabilir. Nanoliflerin kalitesi, esasen malzeme bileşimi, çekme hızı ve çözücünün buharlaşma hızına bağlıdır. Poli(ϵ -kaprolakton) (PCL), PVA, hiyalüronik asit (HA) karışımı, balık jelatini (FG), Poli(etilen oksit) (PEO), poli(vinil butiral) (PVB) ve polimetilmetakrilat (PMMA) gibi çeşitli polimerler, bu teknikle nanofiber üretiminde başarıyla kullanılmıştır. Bu teknikler basit, kolay, ucuz, kolayca modifiye edilebilir ve uzman kişi gerektirmez. Ancak, zaman alıcı bir süreç olma, tüm polimerler için uygulanamama ve kötü şekilli çok uzun tekli fiberler elde etme gibi büyük sınırlamalara sahiptir [33]. Xing ve ark. (2008), eritilmiş polimerlerden tek adımlı çekme işlemi ile esnek ve elastik poli(trimetilen tereftalat) (PTT) nanofiberleri üretmişlerdir. Sonuçlar, PTT nanofotonik liflerinin miniaturize fotonik cihazlar ve ultra-kompakt fotonik entegre devreler (PIC'ler) yapımında potansiyel uygulamalara sahip olabileceğini önermektedir [34].

3.5. Kalıp Sentezi

Kalıp sentezi, istenen malzeme veya yapıyı elde etmek için bir şablon veya kalıp kullanmayı ifade eder (Şekil 3.5). Kalıp, nanoskalada çaplara sahip kalınlık boyunca delikler bulunan bir metal oksit membranına atıfta bulunur ve belirli bir çapa sahip nanofiberlerin oluşturulabilmesi için polimer çözeltisi, uygun çapta bir kalıptan

geçirilir. Bu ilke, bir ucunda su basıncı uygulanırken, gözenekli ucun kısıtlanmasını gerektirir, bu da polimer eriyiği/çözeltisinin ekstrüde edilmesine yol açar. Nanofiberler, polimer ekstrüzyonu katılaştırıcı çözeltiliye maruz kaldığında oluşur ve çapları, gözenek boyutları tarafından belirlenir. Bu yöntemin önemli bir avantajı, farklı kalıplar kullanılarak farklı çaplarda fiberlerin kolayca elde edilebilmesidir [35].

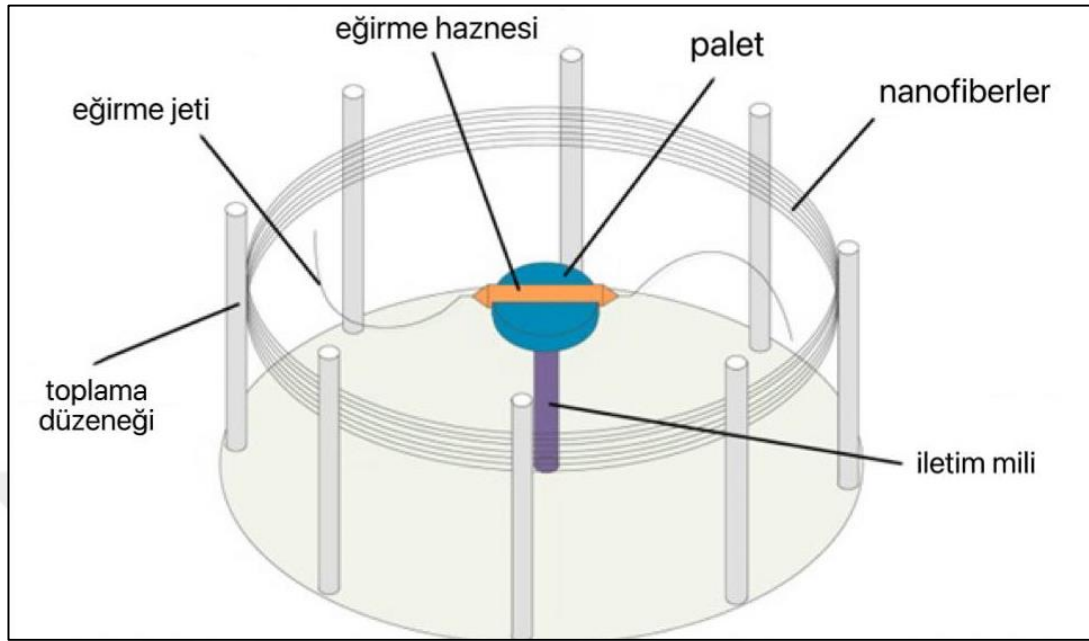


Şekil 3.5. Kalıp sentezi ile nanofiberlerin elde edilme süreci [35].

3.6. Santrifüjlü Eğirme Tekniği

Geleneksel yöntemlerle karşılaştırıldığında, yüksek hızlı santrifüjlü eğirme, nanofiber üretimi için yenilikçi bir yöntemdir. Yüksek hızlı santrifüjlü eğirmenin prensibi basittir. Eğirme parametrelerini ayarlayarak farklı çaplarda tek bir sürekli nanofiber üretilebilir. Ayrıca, eğirme malzemelerinin iletkenliği konusunda bir gereklilik yoktur. Hem erimiş hem de çözelti halindeki eğirme malzemeleri nanofiber üretimi için kullanılabilir. Yüksek hızlı santrifüjlü eğirmenin laboratuvar ortamındaki üretim verimliliği dakikada 1 gramdır, bu nedenle nanofiberleri verimli bir şekilde üretebilme potansiyeline sahiptir. Yüksek hızlı santrifüjlü eğirme cihazı, genellikle motor, nozül, eğirme kabı ve toplama cihazından oluşur, yapısal şematik diyagram Şekil 3.6'da gösterilmektedir. Nanofiberler, yüksek hızlı santrifüjlü eğirme sırasında santrifüj kuvveti ile üretilir. Eğirme çözeltisi, santrifüj kuvveti alanı etkisiyle kabından nozüle doğru akar. Santrifüj kuvveti yeterince yüksek olduğunda, eğirme çözeltisi nozülden fırlayarak bir eğirme jeti oluşturur ve bu, viskozite ve yüzey gerilmesi kuvvetini aşar. Eğirme jeti, viskozite etkisiyle sürekli olarak hareket eder ve havada dönerken çapı

yavaşça azalır. Ardından eğirme jeti katılaşır ve mikrometre veya nanometre ölçeğinde fiberler oluşturur [36].

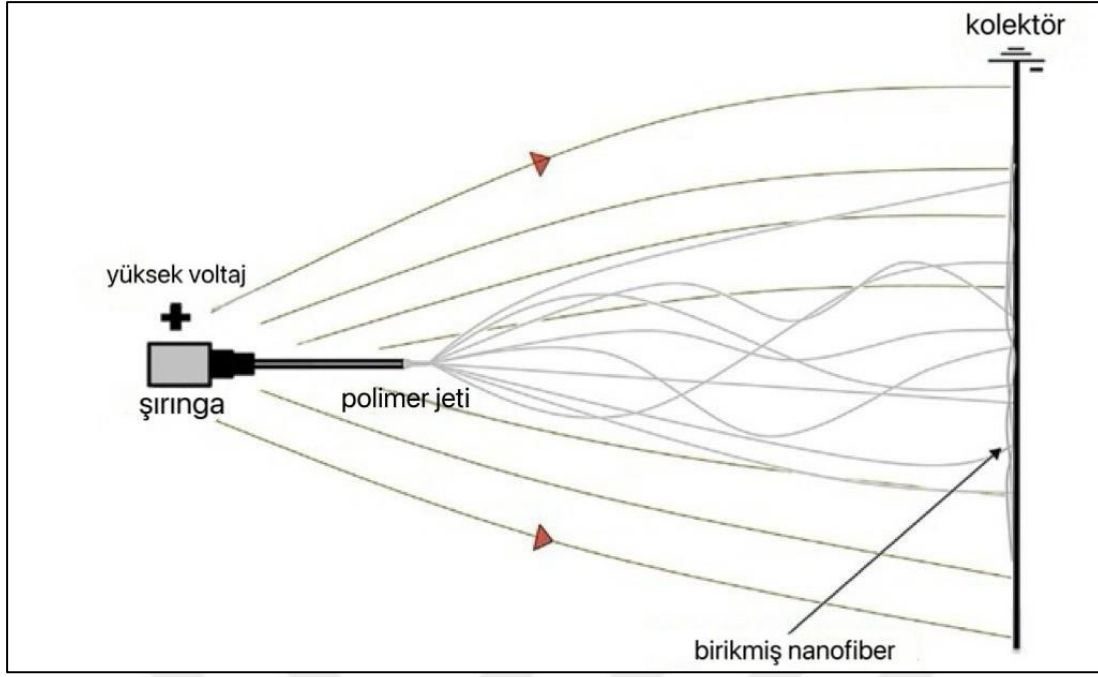


Şekil 3.6. Yüksek hızlı santrifüjlü eğirmenin şematik diyagramı [36].

3.7. Elektroeğirme Yöntemi

Elektroeğirme, polimer nanofiberlerin elektrostatik üretimi için ünlü bir prosedürdür. Formhals, 1934 yılında elektroeğirme ile yapay iplikler hazırlamak için ilk patenti yayınladı. Elektroeğirme, kullanımı kolay olduğu ve harika bir hacim/alan oranına sahip dokusuz matlar ürettiği için nanofiber elde etmek için akıllı bir yöntemdir [37].

Elektroeğirme sırasında, bir polimer çözeltisi içeren bir şırınga iğnesi ile bir elektrot arasına yüksek bir voltaj uygulanır. Polimer çözeltisi iğneden zorla çıkarıldığında ince bir filament oluşturur. Çözücü buharlaştıkça katılaşan elektrik yüklü jetler üretmek için iğneye yüksek voltajlı bir elektrik alanı uygulanır. Yüksek yüklü nanofiberler, elektrik alanı tarafından zıt yüklü bir elektroda doğru yönlendirilir. Liflerin eğrilmesi, öncelikle polimer akışı yönünde oluşturulan aksenal çekme kuvvetlerinin bir sonucudur. Toplayıcıya dokusuz bir kumaş yerleştirilirse, kumaş üzerine bir nanofiber tabakası biriktirilir. Erimiş polimerlerden elektroeğirme de mümkündür ancak hala yalnızca laboratuvar ölçeğindedir. Elektroeğirme işleminin şeması Şekil 3.7'de gösterilmektedir [38].



Şekil 3.7. Elektroğirme prosesinin şeması [38].

3.7.1. Elektroğirme yönteminin tarihsel gelişimi

Elektroğirme tarihi ve gelişimi, icatlar ve yeniliklerin uzun bir kronolojisini içerir. Elektroğirme, kavramsal olarak benzer bir teknoloji olan ve elektriksel kuvvetlerin polimer çözeltisinden sıvı veya ince aerosol parçacıklarını dağıtmak için kullanıldığı elektro püskürtmeye dayanmaktadır [39]. Elektroğirme ilk olarak 1747’de Abbé Nollet tarafından gerçekleştirilmiş ve 1900’lü yılların başlarında John Cooley ve William Morton tarafından patentlenmiştir. Elektroğirme sürecinde, bir sıvı, iğne ucundan çekilirken elektrik yüklenir ve neredeyse konik bir şekil alır; bu koninin tepe noktasından bir jet oluşur. 1914’te John Zeleny, metal bir kapillerin ucunda oluşan sıvı damlasının yüzey gerilimi nedeniyle dengede tutulduğunu, ancak voltaj arttıkça damlanın püskürerek dağıldığını ilk kez göstermiştir. Daha sonra, 1934 yılında Anton Formhals, polimer çözeltilerinden nanolifli malzemeler üretmek için en eski yöntemi patentlemiştir [40].

1964-1969 yılları arasında Geoffrey Taylor, Zeleny’nin çalışmalarını temel alarak menisküsün kritik yarı açısının püskürme gerçekleşmeden önceki en uç noktada $49,3^\circ$ ’ye yaklaştığını matematiksel olarak göstermiştir. Bu, polimer çözeltisinin veya eriyiğinin güçlü bir elektrik alan altında bir kapillerden dışarı çıktığında neden küresel bir formdan konik bir şekle geçtiğini açıklayan “Taylor konisi” kavramını ortaya çıkarmıştır [39].

1990'lı yılların başında, nanoteknolojiye olan ilginin artmasıyla birlikte elektroëğirme teknolojisi yeniden popülerlik kazanmaya başlamıştır. Elektroëğirmenin modern dönemi, Jayesh Doshi ve Darrell Reneker'in çalışmalarıyla başlamıştır. Bu çalışmalarda, fiber çapının iğne ucundan kolektöre olan mesafeyle ters orantılı olduđu gösterilmiştir. 1999-2001 yılları arasında Reneker ve Gregory Rutledge, elektroëğirme sürecini etkileyen parametreleri daha iyi anlamak için çalışmalar yapmışlar ve nanometre ölçeğindeki liflerin detaylı olarak incelenmesini sağlayan taramalı elektron mikroskobu (SEM) gibi teknolojilerden yararlanmışlardır. Bu ilerlemeler, elektroëğirmenin yeteneklerini bilim dünyasına tanıtmış ve bu teknolojinin geniş çapta kabul görmesini sağlamıştır [39].

3.7.2. Elektroëğirme prensipleri

Elektroëğirme, çapları birkaç nanometreden mikrometrelere kadar değışen ultra ince fiberlerin üretimini mümkün kılar. Elektroëğirme ile üretilen ultra ince fiberler güneş pilleri ve pillerin verimliliğini artırmaktan biyomedikal mühendislik ve elektronik alanında ilerlemelere kadar geniş bir yelpazede katkı sağlamıştır. Elektroëğirmenin basitliği ve ölçeklenebilirliği, nanofiberlerin özelleştirilmiş özelliklerle çok çeşitli uygulamalara uygun olarak üretilmesini özellikle çekici hale getirir.

Elektroëğirme süreci, polimer çözeltilerinin, eriyiklerinin veya süspansiyonlarının güçlü elektrik alanlarla manipüle edilerek yüksek yüzey alanı/hacim oranlarına, ayarlanabilir morfolojilere ve değıştirilebilir bileşimlere sahip belirgin yapılar oluşturmalarını içerir. Bu özellikler, biyomedikal alanda, çevresel iyileştirme, enerji depolama, elektronik, tekstil, gıda ambalajı, tarım ve kataliz gibi alanlarda yeniliklere yol açmıştır [41].

Elektroëğirme prosesinde, yüksek voltajlı bir güç kaynağı kullanılarak bir polimer çözeltisi şarj edilir ve hacim besleme hızı bir kılcal pompa kullanılarak kontrol edilir. Elektrik alanı, itici elektrik kuvvetinin polimer çözeltisinin yüzey gerilimini yendiğı kritik bir değere ulaştığında, polimer çözeltisi bir toplayıcıya püskürtülür. Çözelti jeti, toplayıcıya doğru giderken çözücünün hızlı buharlaşması nedeniyle katılaşır ve bir toplayıcının üzerinde biriktirilir. Basit bir sıradan elektroëğirme düzeni dört ana unsurdan oluşur.

1. Güçlü bir elektrik alanı; Elektrotun biri polimer çözeltisini içeren şırınganın iğnesine, diğeri topraklanmış toplayıcıya bağlanır.

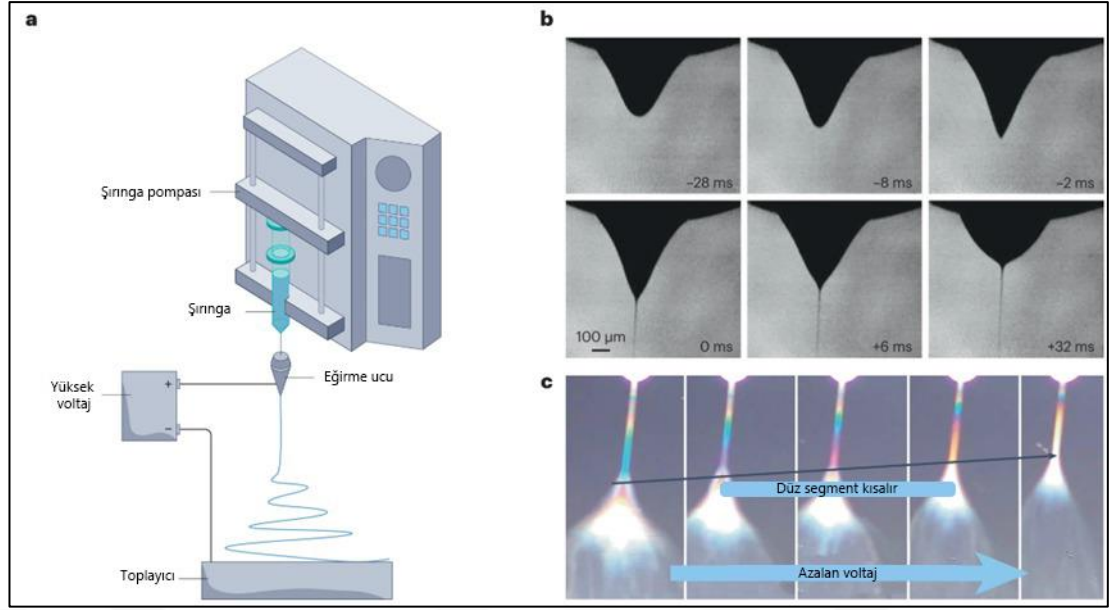
2. Polimer solüsyonunu beslemek için bir şırınga pompası (akış kontrol pompası)
3. Polimer solüsyonunu depolamak için düz uçlu metal iğneye sahip bir şırınga
4. Farklı geometrilere sunulan elektriksel olarak iletken bir toplayıcı (hedef)[42].

Elektroğrılmış fiber yapılar üretilirken, polimer çözeltisi veya eriyik ilk önce güçlü bir elektrik potansiyeline (~1–30 kV) maruz bırakılır ve bu, polimer çözeltisinin yüksek düzeyde elektriklenmiş damlalarının oluşmasına yol açar. Bu damlalar, elektrik yükleri yoluyla “Taylor konisi” olarak adlandırılan konik bir düzen halinde yeniden şekillendirilir [42].

Şekil 3.8a’da, bir şırınga ve kontrollü çözelti salınımı için elektroniklerle donatılmış bir iğne; dönen malzemeyi toplamak için metal bir kolektör; ve iğne ile kolektör arasında bir elektrik alan oluşturan bir güç kaynağından oluşan temel elektroğirme düzeneklerini gösterilmektedir. Elektroğrilecek polimer ya bir çözücünde çözülür ya da eritilir ve şırınga aracılığıyla iğneye iletilir. İşlem, çözeltinin yüksek voltaj (>10 kV) altında serbest bırakıldığında şırınga ucunda Taylor konisi olarak bilinen koni şeklinde bir çözeltinin oluşmasıyla başlar. Çözelti salınımı devam ettikçe, koniden bir sıvı jetinin elektriklenmiş bir şekilde başlaması ve iğneden kolektöre doğru ilerleyerek ilerlemesi sonucu, katı fiberler olarak birikmesi sağlanır. Yüklü polimer malzemenin Taylor konisinin ucundan fırladığı kritik elektroğirme voltajı (V_c), çözeltinin yüzey gerilimi ve viskozitesini dikkate alan Taylor denklemi (3.1) ile belirlenir:[43]

$$V_c^2 = 4(H^2/h^2)[\ln(2h/R - 1.5)](1.3\pi R\gamma) \times 0.09 \quad (3.1)$$

Burada, H , kolektör ile iğne ucu arasındaki mesafeyi santimetre cinsinden, R , iğne iç çapını santimetre cinsinden, h , çözeltinin bulunduğu şırınganın boyutunu santimetre cinsinden ve γ , yüklü çözeltinin yüzey gerilimini santimetre başına dyne cinsinden ifade eder. 0.09 sabiti, yaklaşık bir voltaj tahmini vermek için formüle dahil edilmiştir [43].



Şekil 3.8. (a) Elektroēirme dūzeneēi, (b) PEO damlacıēından jet oluēumu, (c) Voltajla deēiēen giriēim renkleri ve dūz segment uzunluēu [44].

Elektroēirme iēlemi dōrt aēamaya ayrılabilir: yūkleme ve deformasyon; jet oluēumu; jet incelmesi; ve katılaēma ve toplanma. Yūkleme ve deformasyon aēamasında, bir polimer cōzeltisine veya eriyik malzemeye yūksek voltaj uygulanarak sıvının yūzeyi ile hacmi arasında bir yūk dengesizliēi yaratılır. Bu voltaj bir ēırınga iēnesi, ēēirme baēlıēı veya ek bir elektrot yūzerinden uygulanabilir. Coulomb Yasası'na gōre (iki yūklū cisim arasındaki kuvveti tanımlar), bu yūk dengesizliēi sıvının yūzey gerilimini aēan bir elektrostatik kuvvet yaratır ve Taylor konisi oluēur (Şekil 3.8b):

$$F = (k \times q_1 \times q_2) / r^2 \quad (3.2)$$

Denklem 3.2'de, k, Coulomb sabiti olup $k = 9 \times 10^9 \text{ Nm}^2/\text{C}^2$ 'dir.

Jet oluēumu aēamasında, voltaj arttıkça elektrostatik kuvvet yūzey gerilimini aēar ve koninin ucundan bir sıvı jetinin fırlamasına neden olur. Baēlangıçtaki jet dūz bir ēekildedir ve dūz segmentin uzunluēu voltaj ayarlanarak kontrol edilebilir (Şekil 3.8c). Bu jetin uzaması, sıvının yūzeyindeki benzer yūkler arasındaki elektrostatik itiēten kaynaklanır ve bu durum Rayleigh kararsızlık denklemiyle (3.3) aēıklanır:

$$\lambda = (k \times Q^2) / (\epsilon \times d^4) \quad (3.3)$$

Burada, λ kararsızlığın dalga boyunu, Q damlacık üzerindeki yükü, ε çevreleyen ortamın geçirgenliğini, d damlacığının çapını ve k sistemin geometrisine bağlı bir sabiti ifade eder [44].

Jet, havada ilerlerken buharlaşma ve yük kaybına uğrar; bu, jetin incelmeye ve jet incelme aşamasında kararsız hale gelmesine neden olur. Son olarak, jet, katılaşma ve toplanma aşamasında bir toplama yüzeyinde lifler halinde katılır. Taylor konisi-jet denklemi (3.4), iğneden fırlatılan jetin şeklini ve boyutunu açıklamak için kullanılır:

$$Q = (2\pi \times \varepsilon \times d \times V) / \ln(r_2 / r_1) \quad (3.4)$$

Burada, V uygulanan voltajı, r_1 Taylor konisinin yarıçapını ve r_2 jetin yarıçapını ifade eder.

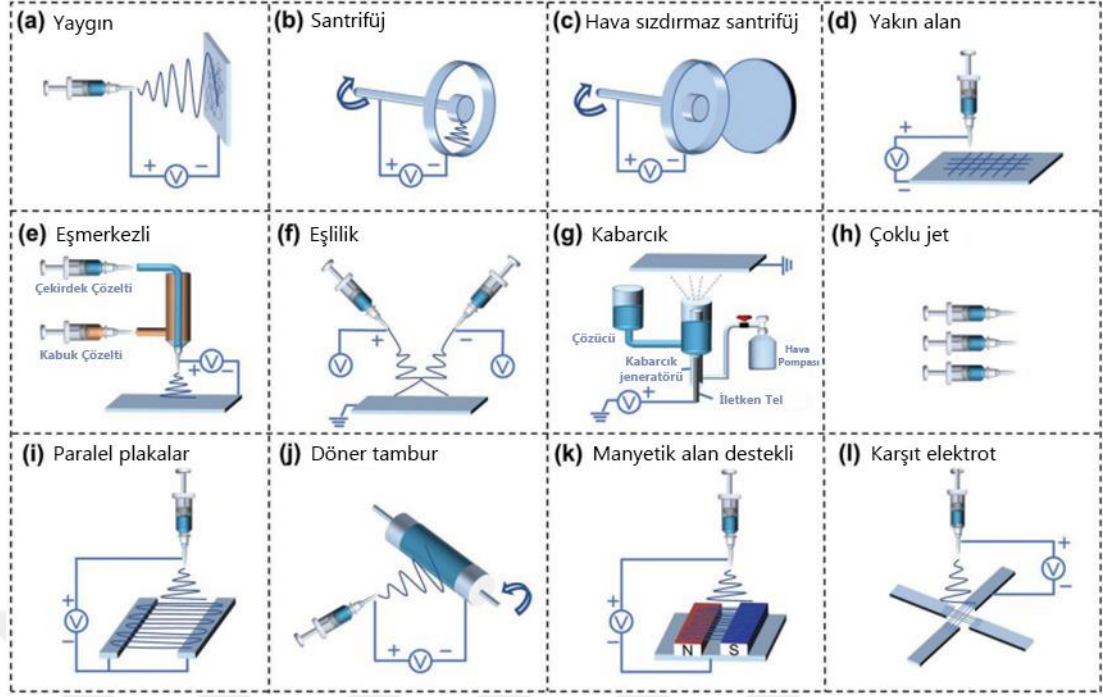
Elektroegirme sürecini ve lif özelliklerini topluca belirleyen parametreler üç kategoride incelenir: çalışma ve cihaz değişkenleri (voltaj türü, kolektör türü, egirme başlığı tasarımı ve akış hızı); malzeme ve çözelti özellikleri (polimer türü, çözücü polaritesi, konsantrasyon, viskozite, iletkenlik, yüzey gerilimi ve katkı maddeleri); ve çevresel veya dış koşullar (örneğin, nem ve sıcaklık) [44].

3.7.3. Elektroegirme teknikleri

Elektroegirme, Şekil 3.9'da tasvir edilen çeşitli toplayıcılar üzerindeki tek bir yüklü jet ve tortusunu oluşturmak ve büyötmek için tamamen yüksek voltajlı bir çözöümün viskoelastik niteliklerine dayanan bir tür nanofiber egirme teknolojisidir [45].

Temel elektroegirme cihazı iğne şeklinde bir nozul, yüksek voltajlı güç kaynağı ve toplama cihazından oluşur (Şekil 3.9a). Elektroegirmeyi etkileyen birçok faktör vardır; bunlar çözelti parametrelerine (örneğin konsantrasyon, viskozite, moleküler ağırlık, iletkenlik ve yüzey gerilimi), işlem parametrelerine (örneğin uygulanan voltaj, akış hızı ve jet cihazından toplama cihazına olan mesafe) ve ortam parametrelerine (örneğin sıcaklık ve nem) ayrılır [46].

Fiberlerin veya fiber matlarının boyutu ve şekli ve son kullanıcıya sağladığı kolaylık, elektroegirme türünü belirler. Elektroegirme türü ayrıca nanofiberlerin kalitesini de belirler [45].



Şekil 3.9. Çeşitli elektroğirme teknikleri [46].

3.7.4. Elektroğirme çözelti parametreleri

Elektroğirmeyi ve fiberleri etkileyen parametreler genel olarak çözelti parametreleri, işleme koşulları (uygulanan voltaj, sıcaklık ve toplayıcının etkisi) ve ortam koşulları olarak sınıflandırılabilir. Bu parametrelerin anlaşılması, çeşitli formlarda, morfolojilerde ve düzenlemelerde fiber yapıların üretimini mümkün kılar. İşleme koşulları, elektroğirme sürecini etkileyen önemli parametrelerdir ve bunlar elektroğirme jeti üzerinde etkili olan çeşitli dış faktörlerdir (uygulanan voltaj, besleme hızı, çözelti sıcaklığı, toplayıcı türü, iğne çapı ve iğne ucu ile toplayıcı arasındaki mesafe) [47].

3.7.4.1. Çözeltinin konsantrasyonu

Elektroğirme sürecinde fiber üretimi, taze sentezlenmiş polimerik sıvı çözeltisinin konsantrasyonundan büyük ölçüde etkilenir.

(i) Polimerik çözeltinin konsantrasyonu çok düşük olduğunda mikro veya nano polimerik lifler üretilir.

(ii) Polimerik çözeltinin konsantrasyonu biraz daha yüksek olduğunda, makro ve nano liflerde boncuk ve liflerin bir kombinasyonu oluşur.

(iii) Optimum ve en uygun polimerik çözüm konsantrasyonu kullanıldığında düzgün makro ve nano lifler üretilir.

(iv) Çözeltinin konsantrasyonu olağanüstü derecede yüksek olduğunda, liflerin yanı sıra helezon şeklinde mikrobantlar oluşur [48, 49].

3.7.4.2. Çözelti özellikleri

Elektroegirme yönteminde hem polimer çözeltileri hem de inorganik öncüller içeren çözelti sistemleri kullanılabilir. Polimer bazlı çözeltiler, zincir yapıları sayesinde viskoziteyi ve eğrilebilirliği artırarak sürekli ve düzgün lif oluşumuna olanak tanır. Bu sistemlerde kullanılan polimerler sentetik veya doğal kökenli olabilir; homopolimer, kopolimer ya da karışım polimeri şeklinde sınıflandırılabilir. Kopolimer sistemlerde monomer birimleri kovalent bağlarla birbirine bağlıdır; karışım polimerlerinde ise fiziksel karışımlar söz konusudur. Polimer çözeltilerinin karakteristik özellikleri, çözeltinin yüzey gerilimi, iletkenliği ve lif morfolojisi üzerinde doğrudan etkilidir.

Buna karşılık, bu çalışmada olduğu gibi, inorganik çözelti sistemleri de elektroegirme süreçlerinde kullanılabilir. Örneğin TEOS (tetraetil ortosilikat) gibi öncül maddeler, sol-jel yöntemiyle hidroliz ve kondenzasyon tepkimelerine girerek, polimer zincirleri içermese de üç boyutlu bir ağ yapısı oluştururlar. Bu sistemlerde viskozite ayarı, reolojik davranış ve çözeltinin kararlılığı fiber oluşumunda kilit rol oynar [50].

3.7.4.3. Moleküler ağırlık

Polimer bazlı çözeltilerde, moleküler ağırlık; zincir uzunluğu, zincir dolanma derecesi ve çözelti viskozitesi gibi kritik özellikleri belirleyerek elektroegirme sürecinde doğrudan etkili olur. Yüksek moleküler ağırlığa sahip polimerler, daha yüksek viskozite sağlayarak stabil bir jet oluşumuna katkıda bulunur ve bu da düzgün, boncuk içermeyen fiberlerin elde edilmesini kolaylaştırır. Düşük moleküler ağırlıklı çözeltilerde ise yeterli zincir dolanması sağlanamadığından boncuk oluşumu artar ve fiber sürekliliği bozulur. Örneğin, yüksek moleküler ağırlıklı poli(L-laktik asit) (PLLA), düşük konsantrasyonlarda dahi yeterli viskoziteyi sağlayarak düzgün nanofiber üretimini mümkün kılar [51, 52].

TEOS gibi inorganik sistemlerde klasik anlamda organik polimer zincirleri ve moleküler ağırlık kavramı bulunmaz. Ancak bu tür çözeltilerin viskozitesi; TEOS'un hidroliz ve kondenzasyon derecesi, çözücü oranları, yaşlandırma süresi ve sıcaklık gibi

parametrelerle kontrol edilir. Moleküler ağırlık kavramı doğrudan uygulanmasa da, sistemin reolojik davranışı, tıpkı polimer çözeltilerinde olduğu gibi fiber oluşumuna benzer etkiler yapar. Bu nedenle, polimer çözeltilerinde moleküler ağırlığın sağladığı etki ile TEOS bazlı çözeltilerde yaşlandırma süreci ve kimyasal reaktivite sonucunda oluşan ağ yapısı, viskozite ve fiber morfolojisi üzerinde benzer roller üstlenmektedir.

3.7.4.4. Viskozite

Elektroegirme çözeltilerinin viskozitesi, elde edilen fiberlerin çapı, şekli ve sürekliliği üzerinde belirleyici bir etkiye sahiptir. Viskozite; kullanılan maddenin moleküler yapısı, çözeltideki konsantrasyonu ve kimyasal etkileşimlerine bağlı olarak değişiklik gösterir. Polimer çözeltilerinde viskozite, genellikle polimerin moleküler ağırlığı ve çözeltideki yoğunluğu ile kontrol edilirken, TEOS gibi inorganik sistemlerde viskozite, hidroliz-kondenzasyon derecesi, yaşlandırma süresi, çözücü oranları ve sıcaklık gibi parametrelerle ayarlanır [53].

Çözeltinin viskozitesi arttıkça, elektroegirme sırasında oluşan jetin kararlılığı artabilir; ancak viskozitenin çok yüksek olması durumunda çözeltinin şırınga veya iğne ucunda akışı zorlaşabilir, hatta elektroegirme başlamadan uç kısmın tıkanmasına neden olabilir. Daha yüksek viskozite, genellikle daha kalın fiber oluşumuna ve fiberlerin birikim bölgesinin daralmasına yol açar [54].

3.7.4.5. Yüzey gerilimi

Polimer çözeltisi içerisindeki çözücü türü ve moleküler etkileşimler tarafından etkilenen yüzey gerilimi, elektrospun liflerin morfolojisinin kontrolünde önemli bir rol oynar. Bu nedenle, homojen bir polimer çözeltisi elde etmek ve uygun bir yüzey gerilimine ulaşmak için çözücü seçimi titizlikle yapılmalıdır. Elektroegirme sürecinin başlayabilmesi için elektrostatik kuvvetin yüzey gerilimini yenmesi gereklidir. Yüzey gerilimi, küresel bir şekil oluşturarak yüzey alanını azaltmaya çalışırken, elektrostatik kuvvet uzama yoluyla yüzey alanını artırmaya çalışır. Temelde, diğer tüm değişkenler sabit tutulduğunda, yüzey gerilimi elektroegirme penceresinin üst ve alt sınırlarını belirler [55].

Yüksek yüzey gerilimi, elektroegirme işlemini engelleyerek jetin kırılma eğilimini artırır ve boncuklu liflerin oluşmasına yol açar. Buna karşılık, polimer çözeltisinin yüzey gerilimini azaltmanın, boncuksuz nanoliflerin üretimine olanak sağladığı ve

daha homojen bir lif yapısı elde edildiği gösterilmiştir [56]. Polimer çözeltilerinin yüzey gerilimini ayarlamak için farklı yöntemler önerilmiştir. Örneğin, yüzey gerilimi düşük çözücüler kullanılarak elektroğirme için uygun bir yüzey gerilimi elde edilebilir.

Yang ve ark. (2003), etanol, N,N-dimetilformamid (DMF) ve metilen klorürün (MC) elektrospun polivinil pirolidon (PVP) liflerin morfolojisi üzerindeki etkisini araştırmıştır. Bu çalışma, konsantrasyon sabit tutulurken çözeltinin yüzey gerilimini azaltarak boncuk oluşumunun azaltılabileceğini ve homojen nanolif üretiminin sağlanabileceğini ortaya koymuştur. Çözeltiye bir yüzey aktif madde eklemek, yüzey gerilimini azaltmanın ve daha homojen lifler elde etmenin bir başka yoludur [57].

Bununla birlikte, yüzey geriliminin lif çapı üzerindeki etkisi iki zıt şekilde bildirilmiştir. Bir yüzey aktif madde eklenmesi, yüzey alanını artırarak boncuk oluşumunu sınırlayabilir ve daha ince jetlerin oluşumunu teşvik edebilir. Ancak, aynı zamanda viskoziteyi artırarak uzama sürecini zorlaştırabilir ve sonuç olarak daha kalın fiberlerin üretilmesine neden olabilir [57].

TEOS bazlı çözeltiler, organik polimer zincirleri içermemelerine rağmen, yüzey gerilimi elektroğirme süreci üzerinde benzer şekilde belirleyici bir role sahiptir. Bu tür inorganik sistemlerde yüzey gerilimi, kullanılan çözücülerin (örneğin etanol, su) oranı, asidik katalizör miktarı ve çözelti içerisindeki reaksiyon aşamaları (hidroliz ve kondenzasyon derecesi) tarafından etkilenir. Yüksek yüzey gerilimi, TEOS çözeltilerinde de jetin stabilitesini bozarak boncuk oluşumunu artırabilir; buna karşın uygun çözücü kombinasyonlarıyla yüzey gerilimi düşürüldüğünde daha düzgün ve sürekli lifler elde edilebilir. Bu nedenle, TEOS bazlı sistemlerde de çözücü seçimi ve çözeltinin kimyasal olgunlaşma süreci (yaşlandırma) fiber morfolojisinin kontrolü açısından kritik öneme sahiptir. Polimer içermeyen sistemlerde bile, yüzey gerilimi elektroğirme penceresinin sınırlarını belirleyen temel faktörlerden biri olmaya devam etmektedir.

3.7.4.6. İletkenlik

İletkenlik, elektroğirme jetinin yüzeyindeki yük yoğunluğunu ve yüklerin birbirine olan itişini temsil eder ve artan dalgalanma kararsızlığı nedeniyle bir jetin uzama ve gerilme miktarından sorumludur. Birçok çalışma, genel olarak, çözeltinin elektriksel

iletkenliğini artırarak daha küçük çaplı ve daha az boncuklanan fiberlerin üretilebileceğini göstermiştir.

Ancak, yeterli iletkenliğe sahip olmayan bir çözelti kullanıldığında, yükler çözeltinin iç kısmından yüzeyine taşınmadığından fiber oluşumu imkânsız hale gelir. Bununla birlikte, eğer çözeltinin iletkenliği çok yüksek olursa, Taylor konisinin eğrilik yarıçapı çok küçük hale gelir ve bu da bükülme kararsızlığının başlamasını daha zor hale getirir. Bu nedenle, elektriksel iletkenliği uygun bir aralıkta artırmak, daha ince fiberlerin oluşumunu sağlar [58].

Zong ve ark. (2002), iyonların fiber morfolojisine etkisini araştırmışlardır ve poli-D-laktit (PDLA) fiberlerin üretimi için hazırlanan çözeltiye KH_2PO_4 , NaH_2PO_4 ve NaCl iyonik tuzları ilavesi yaparak boncuksuz ve daha küçük çaplara sahip fiberler elde edildiğini gözlemlemiştir. Çözelti içerisinde iyonların bulunması çözeltinin iletkenliğini artırır ve elektroegirme işlemi ile fiber üretimi için gerekli kritik voltajın düşmesini sağlar ve altlık üzerinde daha geniş bir alanda fiber oluşumuna olanak sağlar [59].

3.7.4.7. Dielektrik sabiti

Elektroegirme sırasında farklı dielektrik sabitine sahip çözücüler, elektrostatik alan ile oldukça farklı şekilde etkileşime girer. Elektroegirme sırasında yüksek dielektrik sabitine sahip çözeltiler, jet üzerindeki yüzey yük yoğunluğunun daha eşit bir şekilde dağılma eğiliminde olması nedeniyle nanofiberlerin kalitesi ve verimliliğini artırır. Garg ve ark. (2014), kaynama noktası, yoğunluk, dipol moment ve dielektrik sabiti gibi çeşitli parametrelerin nanofiberlerin morfolojisi üzerindeki etkilerini incelemiştir. Sonuçlar, çözücülerin kaynama noktası ve yoğunluğu arttıkça ve dipol moment azaldıkça nanofiberlerin çapında çok yüksek bir artış olduğunu göstermiştir [33].

3.7.4.8. Uçuculuk

Çözücünün uçuculuğu, özellikle fiber üretim tekniğini, morfolojisini ve fiber porozitesini etkiler. Tam kuruma sağlamak için yüksek uçuculuğa sahip çözücüler kullanılmalıdır. Eğer çözücü daha az uçucuysa, düz şerit benzeri bir nanofiber elde edilir. Fiber jetinin atmosferde kolektöre doğru yol alırken faz ayrışması meydana gelir ve bu süreç, çözücünün uçuculuğundan büyük ölçüde etkilenir. Çözücünün uçuculuğu ayrıca faz ayrışması kinetiğini ve elektroegirme ile elde edilen fiber morfolojisini

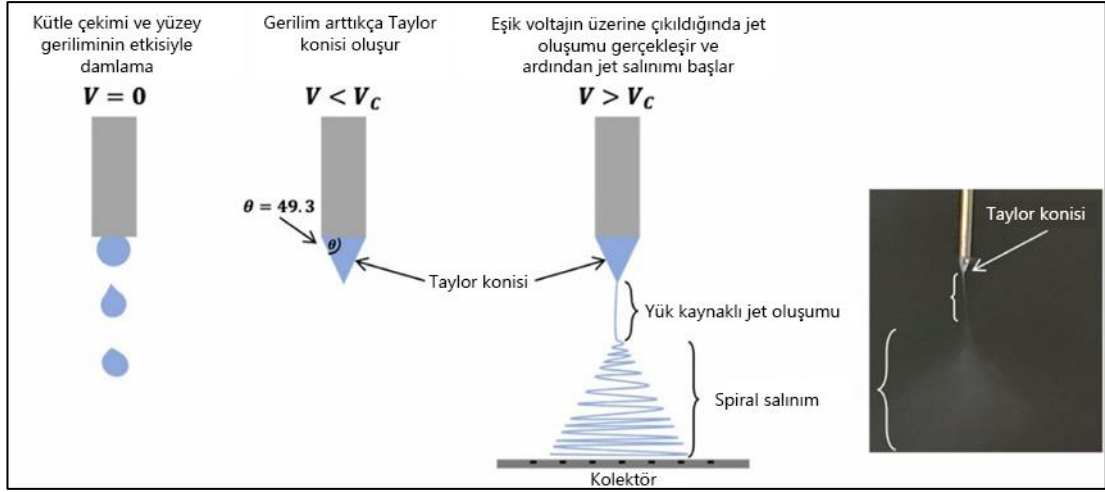
etkiler. Araştırmacılar, çözücü özelliklerinin elektroğrılmış poliüretan nanofiber örtülerinin morfolojisi üzerindeki etkisini incelemişlerdir. Deneysel sonuçlar, çözücünün elektroğirme için seçilmesinin, poliüretan nanofiber örtülerinin morfolojilerini önemli ölçüde değıştirdiğini göstermiştir. İyi iletken ve yüksek uçuculuğa sahip çözücülerin birleşimi, elektroğirme ile topaksız ve kıvrımsız düzgün poliüretan nanofiberler üretir [60].

3.7.5. İşlem parametreleri

Elektroğirme ve fiberleri etkileyen parametreler, genel olarak çözelti parametreleri, işleme koşulları (uygulanan voltaj, sıcaklık ve toplayıcı etkisi) ve çevresel koşullar olarak sınıflandırılabilir. Bu parametreleri anlamak, çeşitli biçimlerde, morfolojilerde ve düzenlerde fiber yapılar üretmeyi mümkün kılar. İşleme koşulları, elektroğirme işlemini etkileyen önemli parametrelerdir ve bunlar, elektroğirme jeti üzerinde etkili olan çeşitli dışsal faktörlerdir (uygulanan voltaj, akış hızı, çözeltinin sıcaklığı, toplayıcının tipi, iğne çapı ve iğne ucu ile toplayıcı arasındaki mesafe). İşleme koşulları, fiber morfolojisi üzerinde önemli bir etkiye sahiptir [47].

3.7.5.1. Voltaj

Uygulanan voltaj, elektroğirmede temel bir rol oynar ve fiber oluşumunun birincil itici gücü olarak hizmet eder. Daha önce açıklandığı gibi, uygulanan voltaj, iğnenin ucundaki polimer çözeltisi damlasının gerilmesini ve deforme olmasını sağlar ve bu da Taylor konisinin oluşumuna yol açar. Menisküsün kritik yarım açısı, parçalanma olayından hemen önce en uzak noktasında 49.3°'ye yaklaşır. Voltaj kritik eşiğı aştığında (Şekil 3.10) jet oluşumu tetiklenir ve jet, doğrusal bir yörünge boyunca ilerler. Jet içinde oluşan itici güçler, doğrusal yolundan saparken kesit alanının küçülmesine neden olur. Bu sapma, jetin sapmasından kaynaklanan spiral halkaların ortaya çıkmasıyla karakterize edilen "whipping instability" (şiddetli sarsılma) fenomenine yol açar. Yüklü çözeltinin ardından, bu çözeltinin genellikle topraklanmış toplayıcı olan karşı elektrot üzerinde toplanması sağlanır [61, 62].



Şekil 3.10. Voltajın Taylor konisi ve fiberlerin oluşumu üzerindeki etkisi [62].

Yüksek voltaj, bir çözelti üzerinde gerekli yükleri indükler ve harici elektrik alan ile birlikte elektrostatik kuvvet, çözeltinin yüzey gerilimini aştığında elektroğirme sürecini başlatır. Çoğu durumda, daha yüksek bir voltaj, jet içindeki daha büyük Coulomb kuvvetleri ve daha güçlü bir elektrik alan nedeniyle viskoelastik çözeltinin daha fazla gerilmesine yol açar. Bu durum, fiberlerin çapını azaltma ve daha hızlı çözücü buharlaşmasını teşvik ederek daha kuru fiberler elde etme etkisine sahiptir [63]. Ancak, araştırmacılar, boncuk yoğunluğundaki artışı artan voltaja bağlamış ve bunun, Taylor konisinin şırınga iğnesine geri çekilmesiyle jetin artan kararsızlığının bir sonucu olabileceğini öne sürmüşlerdir [64]. Bunun nedeni, üretilen daha fazla yükün jetin daha hızlı hızlanmasına neden olması ve dolayısıyla iğnenin ucundan daha fazla çözelti hacminin çekilmesi ancak kaynak tarafından yeterli bir tedarikin sağlanamamasıdır. Bu, daha küçük ve daha az kararlı bir Taylor konisine yol açabilir veya Taylor konisi iğne içine çekilebilir. Voltaj arttıkça boncukların iğsi yapıdan küresel yapıya dönüştüğü göz önüne alındığında, Krishnappa ve ark. (2003), voltajın artırılmasının boncuk yoğunluğunu artıracak ve daha yüksek voltajda boncukların birleşerek daha kalın çaplı fiberler oluşturabileceğini bildirmiştir [65].

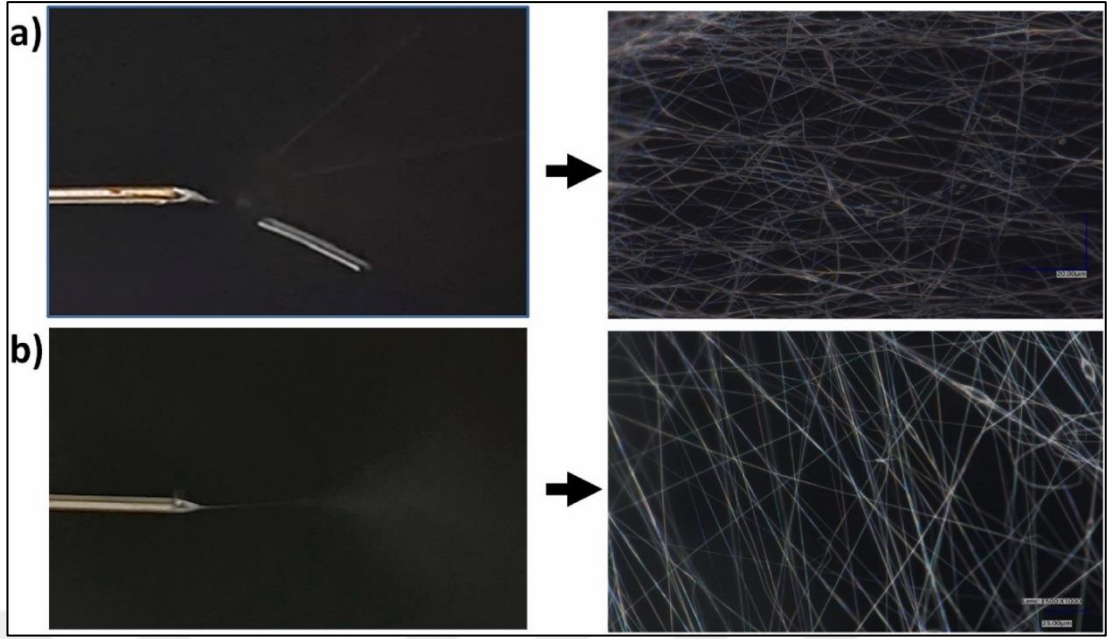
Bunun aksine, voltaj düşük olduğunda, zayıf bir elektrik alan ve azalmış jet hızlanması, jetin uçuş süresini artırabilir ve bu da daha ince fiberlere yol açabilir. Bu teorik temel doğrultusunda, elektroğirme için kritik voltaja yakın bir voltaj kullanılarak daha ince fiberler elde edilebilir. Genel olarak, hem 6 kV'dan yüksek negatif hem de pozitif voltaj, jetin başlaması sırasında iğnenin ucundaki çözelti damlasının Taylor konisi şeklinde bozulmasına neden olabilir. Fiberlerin fiziksel görünümünü etkilemenin yanı sıra, elektroğirme sırasında yüksek voltajın

uygulanması, polimer moleküllerinin düzenini artırarak daha yüksek polimer fiber kristallliği elde edilmesine neden olabilir. Bununla birlikte, belirli bir voltajın ötesinde, polimer fiber kristallliği azalır [66].

3.7.5.2. Akış hızı

Akış hızı, besleme hızı olarak da adlandırılır ve polimer çözeltisinin, yüklü jetin sürekli bir şekilde sağlanmasını garanti ederek iğneye iletildiği hız olarak tanımlanır. Akış hızının, iğne çapı ve uygulanan voltaj ile etkileşimi, polimer çözeltisinin iğneden atılma hızını belirler. Akış hızının etkili bir şekilde yönetilmesi, sabit bir Taylor konisini sürdürmek ve çözücünün buharlaşması için yeterli zamanı sağlamak açısından önemlidir. Bu koşullara uyulmaması, elde edilen nanoliflerin morfolojisini etkileyebilir ve lif çapı, boncuklanma ve düzgünlük gibi faktörlere olumsuz yansıyabilir [62].

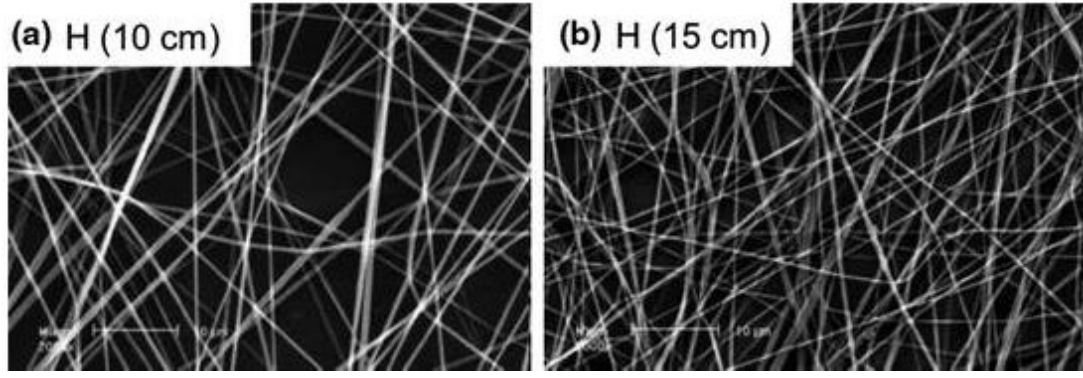
Kritik eşik değerinin altındaki akış hızları, asimetrik bir Taylor konisinin oluşmasına yol açar ve bunun sonucunda daha geniş çap dağılımları meydana gelir. Ayrıca, bu durumda, Taylor konisinin sık sık geri çekilmesi ve yeniden oluşması ile kendini gösteren yüklü jet kararsızlığı ortaya çıkar. Bu kararsızlık, aralıklı akışa ve fiber kırılmalarına neden olur. Bu durum Şekil 3.11'de gösterilmiştir. Suda %20 (a/h) PVA çözeltisinin elektroğrilmesiyle elde edilen nanofiberlerin Keyence VHX mikroskobu ile $\times 500$ büyütmede alınan görüntüleri, lif oluşumunda polimer jet kararlılığının etkisini açıkça ortaya koymaktadır. Şekil 3.11 a'da düşük akış hızında (0,2 mL/saat) Taylor konisinin deformasyonu ve jet kopmaları gözlemlenirken, Şekil 3.11 b'de 1,0 mL/saat akış hızında daha kararlı bir jet oluşumu sağlanmış ve buna bağlı olarak liflerin sürekliliği ve morfolojisi iyileşmiştir [62].



Şekil 3.11. %20 (a/h) PVA nanofiberlerinin $\times 500$ mikroskop görüntüleri: (a) 0,2 mL/saat, (b) 1,0 mL/saat [62].

3.7.5.3. İğne-kolektör mesafesi

Elektroeğirme sürecinde iğne ucu ile kolektör arasındaki mesafe, nanofiber morfolojisinin oluşumunda belirleyici bir parametredir. Bu mesafe, uygulanan voltaj, viskozite ve akış hızı gibi diğer üretim parametreleriyle birlikte değerlendirilmelidir, çünkü çözeltinin birikim süresi, taşıyıcı çözücünün buharlaşma oranı ve jetin “whipping” (salınım) bölgesinde geçirdiği zaman bu mesafeye doğrudan bağlıdır. Yapılan çalışmalar, bu mesafe çok kısa olduğunda jetin yeterince uzayamadığını ve bu nedenle kalın, boncuklu ya da hatalı liflerin oluştuğunu; buna karşılık mesafe arttıkça jetin daha fazla gerildiğini, çözücünün buharlaşma süresinin uzadığını ve daha ince liflerin üretilbildiğini göstermiştir [67,68]. Yuan ve ark. (2004), 10 kV uygulanarak ağırlıkça %20 polisülfon/dimetilasetamid (PSF/DMAC) çözeltisinden elektroeğirme ile farklı iğne-kolektör mesafelerinde üretilen PSF liflerine ait SEM görüntülerini incelemiştir. Şekil 3.12 a ve b numunelerinin mesafeleri sırasıyla 10 cm ve 15 cm olup, ortalama lif çapları 438 ± 72 nm ve 368 ± 59 nm olarak ölçülmüştür. Bu sonuçlar, daha uzun mesafenin daha ince lif çapını desteklediğini göstermektedir [69].



Şekil 3.12. Farklı iğne-kolektör mesafelerinde üretilen PSF liflerine ait SEM görüntüleri: (a) 10 cm, (b) 15 cm [69].

4. FİBERLERİN KULLANIM ALANLARI

Elektroeğirilmiş fiberler yüksek yüzey alanı/hacim oranı, yüksek gözenekliliği ve istenen mekanik özellikleri nedeniyle, günümüzde çok çeşitli uygulamalar için ilgi görmektedirler. Son birkaç yıl içinde bu alanda önemli ilerlemeler kaydedilmiş olup, ortaya çıkan mikro-nano yapılar; biyomedikal, sensör, filtrasyon, kompozit, seramik, elektronik ve fotonik gibi birçok önemli teknolojik uygulama alanı için son derece çok yönlü bir platform olarak hizmet edebilir [70].

4.1. Filtrasyon ve Ayırma Sistemleri

Nanolifli filtrasyon ortamları, küçük gözenek boyutu ve yüksek geçirgenlik gibi avantajlara sahiptir; bu da onları çok çeşitli filtrasyon uygulamaları için cazip hâle getirir. Ayrıca, yüksek özgül yüzey alanı ve gözenekler arası bağlantılı yapı, aktif yüzeylerin ve nanoskopik düzeyde işlevselliklerin entegre edilmesi açısından büyük potansiyel sunar.

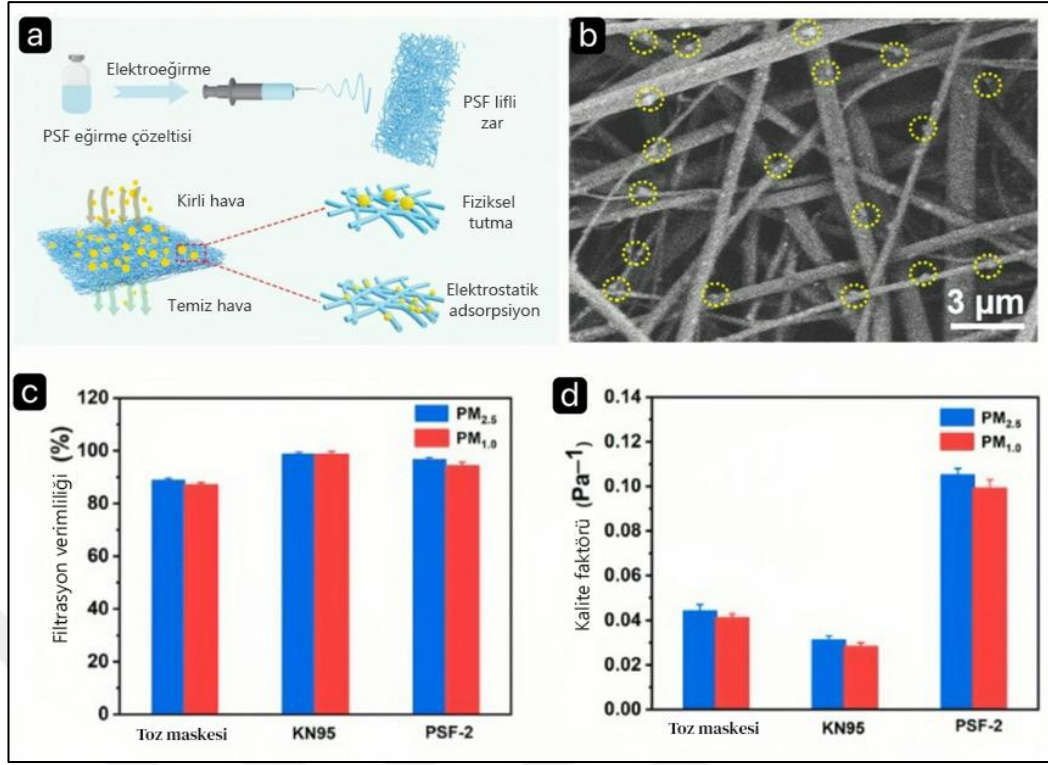
Nanolifli filtrasyon ortamlarının temel yapısal özellikleri şunlardır:

1. Kalınlık,
2. Lif çapı ve dağılımı,
3. Gözenek boyutu ve dağılımı,
4. Gözeneklilik,
5. Kıvrımlılık (gözeneklerin bağlantılı yapısı).

Bu bağlamda; ince fiber çapları, dar fiber çapı dağılımı ve açık, birbirine bağlı gözenek yapısı, çoğu filtrasyon uygulaması için avantajlı kabul edilir. Nanofiberlerin üretimi için çeşitli yöntemler geliştirilmiştir; bunlar arasında kalıplama, kendi kendine dizilim, faz ayrımı, eriyik üfleme ve en yaygın olarak kullanılan elektroeğirme yer almaktadır. Bu yöntemler arasında, kontrollü parametrelerle sürekli nanofiber üretimi yapılabilmesine olanak tanıyan elektroeğirme, büyük ölçekli endüstriyel üretim için en umut verici teknik olarak öne çıkmaktadır [71].

Polimerik nanofiberler, son yıllarda birçok ticari hava filtrasyon uygulamasında kullanılmış ve giderek genişleyen filtrasyon alanında teknik avantajlar sunma potansiyeli taşımaktadır [72, 73].

Liu ve ark. (2024), polisülfon (PSF) esaslı bir çözeltiden elektroğrılmış fiber membranlar üretmiş ve bu membranların partikül madde (PM2.5 ve PM1.0) filtrasyonunda oldukça yüksek performans gösterdiğini ortaya koymuşlardır. PSF membranları elektroğirme, KN95 maskeler eriyik üfleme (melt-blown) ve lif dökümüyle bağlama(spunbond) yöntemiyle, toz maskeleri ise yalnızca lif dökümüyle bağlama(spunbond) yöntemiyle üretilmiştir. Elektroğirme ile üretim süreci, Şekil 4.1a'da şematik olarak sunulmuş ve liflerin partikül tutma mekanizması detaylandırılmıştır. Elde edilen liflerin ortalama çapı yaklaşık $\sim 1.17 \mu\text{m}$ olup, PM2.5 partikülleri için %99.6, PM1.0 partikülleri için ise %99.2 oranında filtrasyon verimi elde edilmiştir. Farklı PSF membran numuneleri üzerinde yapılan testlerde, bazı örneklerde basınç düşümü $\sim 65 \text{ Pa}$ civarında ölçülürken, optimize edilmiş PSF-2 örneğinde aynı orandaki yüksek filtrasyon verimi korunarak basınç düşümü $\sim 32.3 \text{ Pa}$ seviyesine düşürülmüştür. Bu durum, elektroğirme parametrelerinin filtrasyon performansı üzerindeki etkisini açıkça göstermektedir. Filtrasyon sonrası çekilen SEM görüntüsü (Şekil 4.1b), partiküllerin lif yüzeyine etkili bir biçimde tutunduğunu doğrulamaktadır. Ayrıca, Şekil 4.1 c ve d'de PSF-2 membranının filtrasyon verimliliği, basınç düşümü ve kalite faktörü değerleri grafiksel olarak sunulmuş; bu değerler, PSF-2 örneğinin ticari toz maskeleri ve KN95 maskelere kıyasla hem daha yüksek bir filtrasyon başarımı sağladığını hem de daha düşük solunum direnci sunduğunu göstermiştir. Çalışma, elektroğrılmış nanofiberlerin hava filtrasyon sistemlerinde yüksek verimlilikle kullanılabileceğini göstermiş ve uygulama alanı açısından uygunluklarını doğrulamıştır [74].

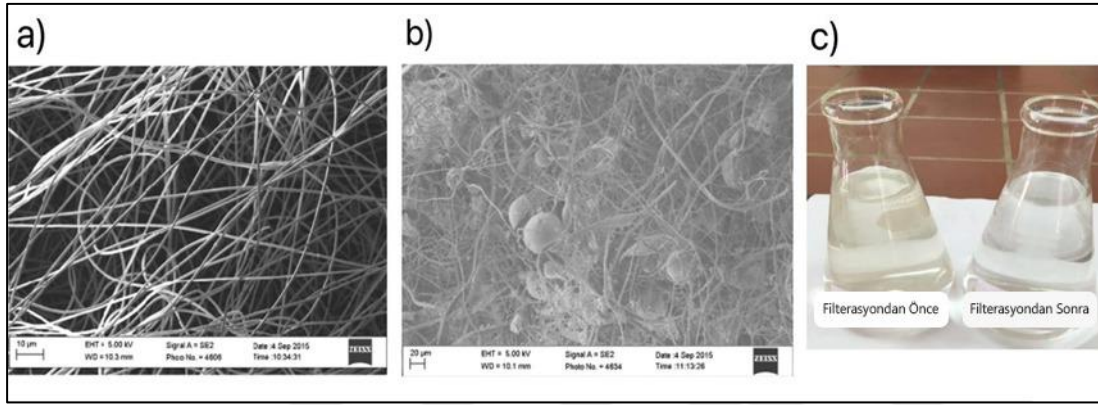


Şekil 4.1. PSF esaslı nanofiber membranın üretimi, partikül tutma mekanizması, SEM görüntüsü ve farklı maskelerle filtrasyon verimliliği ile kalite faktörü karşılaştırması [74].

Elektroeğrilmiş membranlar, su filtrasyonu için yaygın olarak kullanılmaktadır, çünkü yüksek partikül tutma verimliliği, düşük basınç kaybı ve kimyasal direnç gibi avantajlar sunar. Özellikle polimerik nanofiberler (PVA, PAN, PVDF gibi), su arıtımında mikro ve nano boyuttaki kirlenmelerin (ağır metaller, bakteriler, organik kirlenmeler) giderilmesinde etkilidir. Ayrıca, elektroeğirme ile üretilen nanofiberlerin yüzey modifikasyonu (hidrofobik/hidrofilik kaplamalar, nanoparçacık eklenmesi) ile su filtrasyon performansı daha da artırılabilir. Bu teknoloji, endüstriyel atık su arıtımından içme suyu temizliğine kadar geniş bir uygulama alanına sahiptir ve sürdürülebilir su yönetimi için umut vaat etmektedir [75].

Örneğin Asmatulu ve ark. (2016), hidrofilik özellik kazandırmak amacıyla poliakrilonitril (PAN) ve polivinilpirolidon (PVP) içeren elektroeğrilmiş nanofiber membranlar üretmişlerdir. Yaklaşık 100 nm çapında elde edilen lifler, yüksek geçirgenlik ve etkili partikül geri tutulum özellikleri sunmuştur. Şekil 4.2’de yer alan SEM görüntüsünde PAN içeren lif yapısı gösterilmiştir. Bu membranlar, gerçek su koşullarında test edilmiş ve baraj suyu örneği üzerine uygulanmıştır. Ayrıca Şekil 4.2b’deki SEM görüntüleri, filtrasyon işleminin ardından lif yüzeylerinde kirlenmelerin

biriktiğini açıkça göstermektedir. Filtrasyon öncesi ve sonrası su görüntüleri Şekil 3.8c’de sunulmuş olup, bulanık karışımın işlem sonrası belirgin şekilde berraklaştığı gözlemlenmiştir. DeneySEL verilerde, filtrasyon sonrası pH değeri 7.50’ye yükselmiş; bulanıklık yaklaşık %89.6 oranında azalmış, toplam çözünmüş katı madde (TDS) %6.5, iletkenlik ise %5.2 oranında düşmüştür. Tüm bu sonuçlar, elektrospunlenmiş PAN/PVP nanofiber membranların özellikle askıda katı madde, organik kirleticiler ve potansiyel patojenlerin giderilmesinde etkili olduğunu ve su filtrasyon sistemleri için son derece uygun bir seçenek sunduğunu kanıtlamaktadır [76].



Şekil 4.2. (a) Filtrasyon öncesi nanofiber membranın SEM görüntüsü. (b) Filtrasyon sonrası nanofiber membranın SEM görüntüsü. (c) Baraj suyunun filtrasyon öncesi ve sonrası görünümü [76].

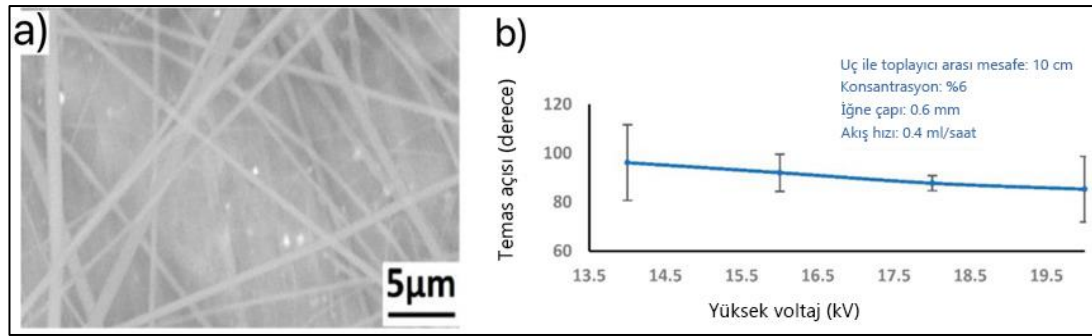
Sonuç olarak, elektroğirilmiş nanofiberler; sahip oldukları yüksek yüzey alanı, ince lif çapı ve gözenekli yapı sayesinde hem hava hem de su filtrasyonunda üstün performans sergileyerek, çevresel ve endüstriyel filtrasyon sistemleri için son derece uygun ve gelecek vadeden malzemeler olarak değerlendirilmektedir.

4.2. Biyomedikal Uygulamalar

Yapısal açıdan bakıldığında, insan dokularının ve organlarının neredeyse tamamı nanolifsi biçimlerde veya yapılarda oluşmuştur; örneğin cilt, kemik, dentin, kolajen ve kıkırdak gibi. Bu nedenle, elektroğirilmiş nanofiberler, çeşitli biyomedikal alanlarda umut vadeden uygulamalar için kolaylıkla yer bulabilmektedir. Özellikle öne çıkan örnekler; ilaç salımı, doku mühendisliği, yara örtüleri ve kozmetik alanlarıdır [77].

Ali ve ark. (2024), elektroğirilmiş kitosan nanofiberlerinin yara pansumanı uygulamaları için umut vadeden özelliklerini değerlendiren bölgelerindeki ilk çalışma olma özelliğini taşımaktadır. Bu nanofiberler, yüksek yüzey alanı, gözenekliliği ve

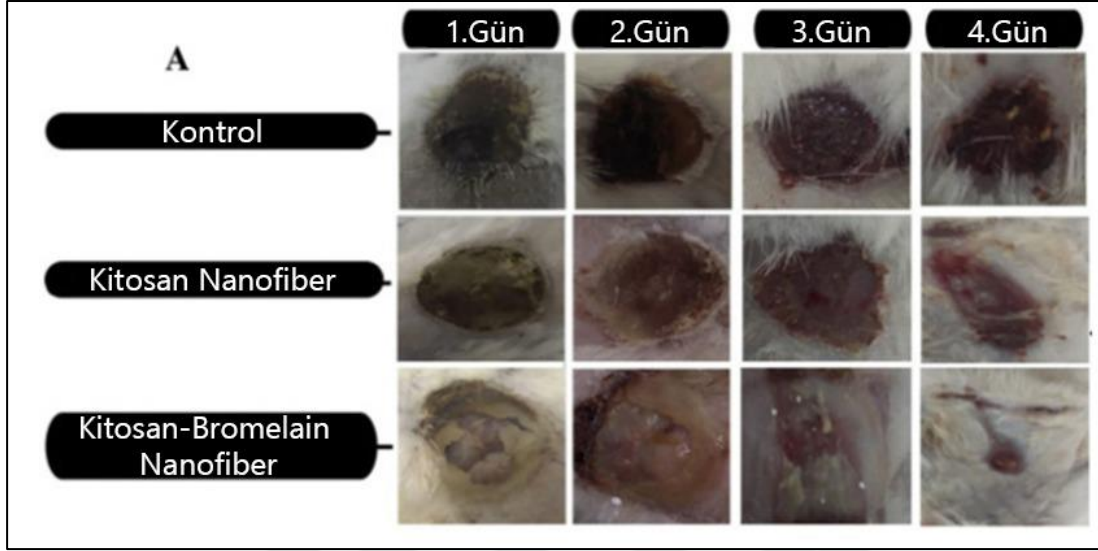
hücre dışı matrise benzemeleri nedeniyle yara iyileşmesinde kritik bir rol oynar. Çalışmada, Şekil 4.3a'da taramalı elektron mikroskobu (SEM) ile tekdüze ve boncuksuz nanofiberler elde edildiği gözlemlenmiştir. Nanofiberlerin ıslanabilirliği incelendiğinde, tipik olarak hidrofilik özellikler sergiledikleri belirlenmiş, bu da yara eksüdasının emilimini artırarak nemli bir yara ortamı sağlar. Örneğin, Şekil 4.3b'de artan yüksek voltaj seviyeleriyle su temas açılarının azalarak yüzeyin hidrofilik hale geldiği gözlemlenmiştir. Kitosan nanofiberlerinin hidrofilik yüzeyi, yara pansumanı uygulamalarında yara eksüdasının emilimini ve tutulmasını artırarak, iyileşmeye elverişli nemli bir yara ortamı sağlamaktadır. Ayrıca, tüm nanofiber membranların %30'un üzerinde gözenekliliğe sahip olduğu bulunmuştur ki bu, sıvı taşınımını ve moleküler difüzyonu kolaylaştırarak yara iyileşmesine yardımcı olur. En kritik bulgu, doğal kitosan polimerinin E. coli ve S. aureus'a karşı nispeten antibakteriyel aktivite göstermemesine rağmen, elektrospun kitosan nanofiberlerinin her iki test edilen bakteri türüne karşı da belirgin antibakteriyel potansiyel sergilemesi olmuştur; örneğin, S. aureus için 18 mm ve E. coli için 11 mm inhibisyon bölgeleri ölçülmüştür. Sonuç olarak, elektroğirilmiş kitosan nanofiberleri, biyouyumluluk, antimikrobiyal aktivite ve uygun mekanik özelliklerin bir kombinasyonunu sunarak etkili yara pansuman malzemeleri tasarımı için büyük umut vaat etmektedir.[78]



Şekil 4.3. a) Elektroğirme yöntemiyle elde edilen kitosan nanoliflerin SEM görüntüsü (büyütme: 5 µm). b) Farklı voltajlarda üretilen kitosan nanofiber matlarının temas açısı değerleri [78].

Bayat ve ark. (2019), bromelain yüklü kitosan nanofiberlerin yanık yaralarının onarımı için uygulanabilirliğini incelemiştir (Şekil 4.4). Ananas dokularında bulunan proteolitik enzim karışımı olan bromelain, yanık tedavisinde etkili ölü doku temizleyici (debridman) özelliği ile bilinmektedir. Lifler, elektroğirme yöntemiyle üretilmiş ve iyi mekanik özellikler sağlamıştır. Ancak, %4 bromelain içeren liflerin belirgin düzeyde sitotoksikite gösterdiği tespit edilmiştir. Hazırlanan iskeleler in vivo

olarak test edilmiş ve bromelain içermeyen kitosan iskelelerle karşılaştırılmıştır. Farelerde on dört günlük tedavi sonrasında, daha düzenli kolajen liflerinin oluştuğu, enflamasyonun azaldığı ve nekroza rastlanmadığı gözlemlenmiştir; genel olarak yara iyileşme sürecinin anlamlı şekilde hızlandığı ortaya konmuştur [79].



Şekil 4.4. Bromelain yüklü nanofiberlerin hasarlı dokular üzerindeki etkisi [79].

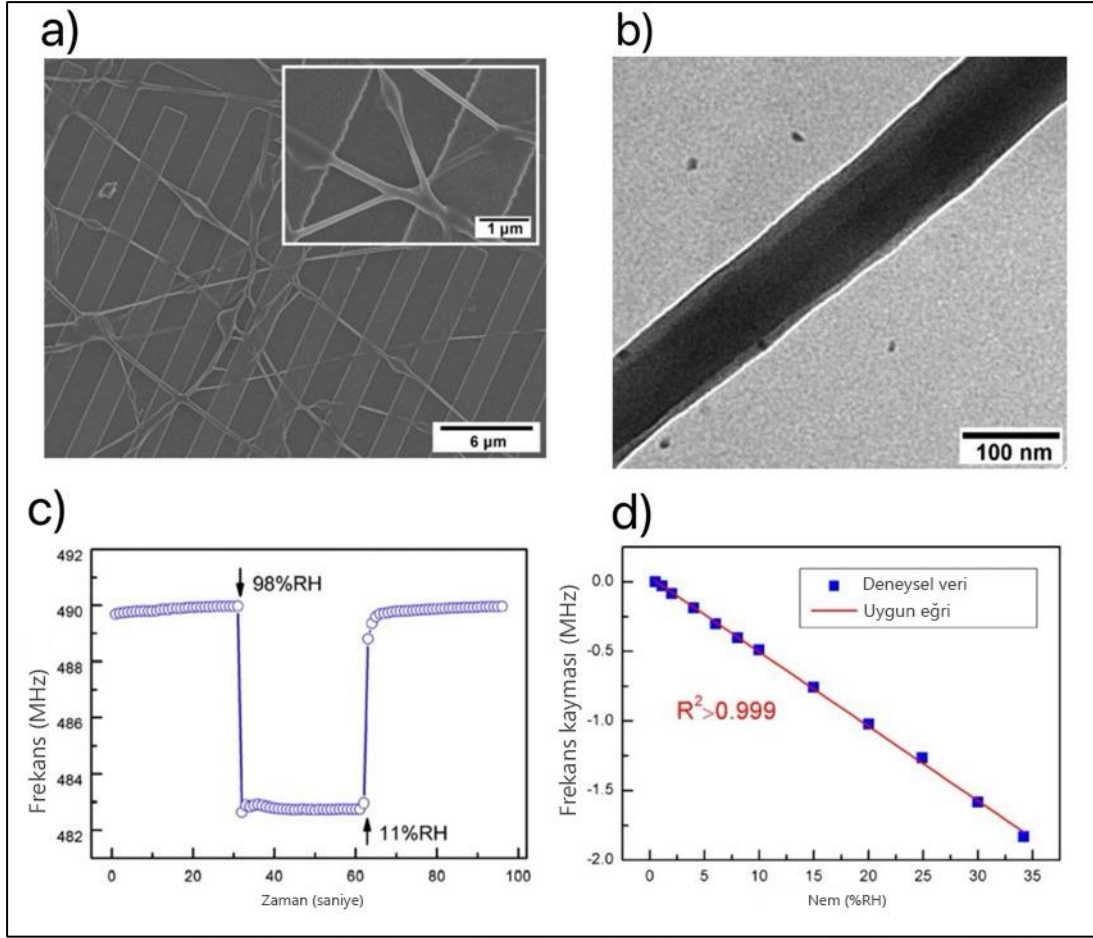
Sonuç olarak, elektroğirme ile üretilmiş kitosan-bromelain nanofiberler, düşük dozda bromelain ile etkili ilaç salımı sağlayarak yanık yaralarının tedavisinde umut verici, güvenli ve verimli bir biyomalzeme sistemi sunmuştur [79].

4.3. Sensörler

Son yıllarda mikro-nano teknoloji ve elektroğirme yöntemindeki gelişmeler, düşük maliyetli ve yüksek verimli yeni nesil kimyasal ve biyosensörlerin geliştirilmesine olanak sağlamaktadır. Elektroğirilmiş mikro-nano yapılar, yüksek yüzey/hacim oranları sayesinde tıbbi teşhis, çevresel analiz ve biyosaniye gibi alanlarda yüksek duyarlılık ve hızlı yanıt süresi sunan sensörlerde kullanılmaktadır. İletken elektroaktif polimerler (polipirrol, polianilin, politiyofen gibi), elektriksel potansiyel ile geri dönüşümlü olarak indirgenip oksitlenebilme yetenekleri sayesinde sensör uygulamalarında öne çıkmakta, aynı zamanda biyosensörlerde hem biyomolekül immobilizasyon matrisi hem de sinyal üretici olarak işlev görmektedir. Özellikle doplanmış polianilin nanoliflerden yapılan rezistif tip sensörler, geleneksel polianiline göre asit ve baz buharlarına karşı üstün performans sergilemiştir.[80]

Polianilin (PANI) nanofiberleri, yüksek yüzey alanlarından dolayı iletkenlikleri kimyasal buharlara karşı oldukça hassas olduğundan sensör tasarımı için umut vadeden bir adaydır. Elektroeğrilmiş PANI nanofiberler ve polimerik karışımları, diğer kimyasal veya şablon yollarına kıyasla kolay işlenebilmeleri, mükemmel tespit edilebilmeleri ve homojen nanofiber oluşumu nedeniyle son zamanlarda araştırmacıların ilgisini çekmektedir. [81]

Örneğin, Lin ve ark.(2012), yüksek hassasiyetli ve ultra hızlı tepki veren bir yüzey akustik dalga (SAW) nem sensörü geliştirilmiştir. Bu sensör, 433 MHz merkezi frekanslı bir SAW rezonatörü üzerine, elektroeğirme yöntemiyle hazırlanan polianilin (PANi)/poli(vinil bütiral)(PVB) kompozit nanolifler biriktirilerek üretilmiştir. SEM görüntülerinde (Şekil 4.5a) bu nanoliflerin çaplarının 100 ila 200 nm arasında değiştiği gözlemlenmiştir. Araştırmacılar, bu nanoliflerin transmisyon elektron mikroskopisi (TEM) görüntüleri (Şekil 4.5b) ile çekirdek-kabuk (core-sheath) yapısı sergilediğini ortaya koymuştur; bu yapıda PANi iç çekirdeği, PVB ise dış kabuğu oluşturarak sensörün su dayanıklılığını ve kararlılığını artırmıştır. Elde edilen sensör, ~75 kHz/%RH gibi olağanüstü yüksek bir hassasiyet (%20 ila %90RH aralığında) ve nemlendirme için 1 saniye, kurutma için ise 2 saniye gibi ultra hızlı tepki süreleri (Şekil 4.5c) sergilemiştir. Ayrıca, %0.5RH gibi aşırı düşük nem seviyelerini bile algılayabilme (Şekil 3.11d) ve geniş bir aralıkta mükemmel algılama doğrusallığına ($R^2 > 0.999$) sahip olması ile yedi aydan uzun süre saklandıktan sonra bile yüksek kararlılığını koruması bu sensörün önemli avantajlarıdır. Sensörün üstün performansı, nanoliflerin yüksek yüzey-hacim oranına ve su molekülleriyle etkileşimde artan kütle yükü, elektroakustik yük ve viskoelastik yük değişimlerine bağlanmıştır [82].

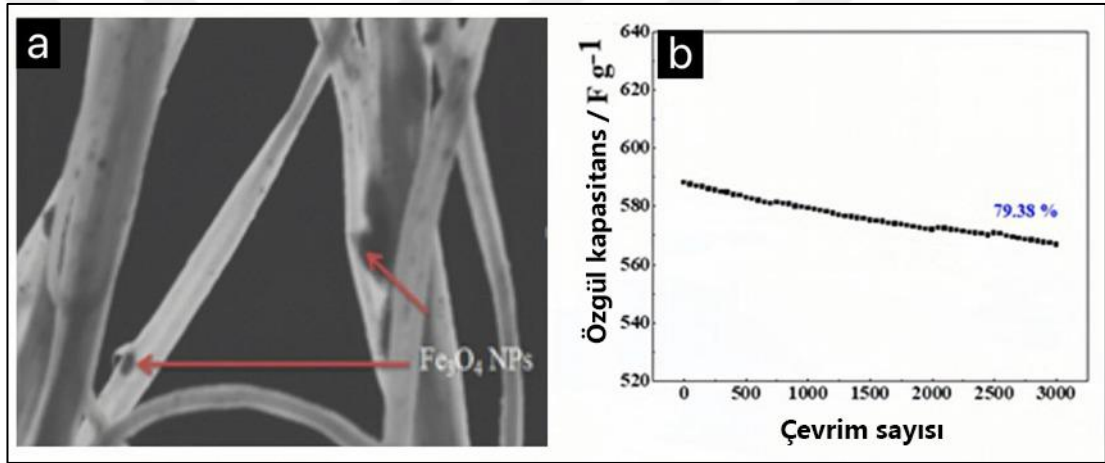


Şekil 4.5. a) Nemli ortamda ölçümler sonrası elektroeğrilmiş PANi/PVB nanofiberleri ile kaplanmış SAW rezonatörlerinin SEM görüntüleri. b) Elektroeğrilmiş PANi/PVB nanofiberlerinin TEM görüntüsü. c) PANi/PVB nanofiber tabanlı SAW sensörünün nem tepkisi geçişleri: tepki süresi. d) Düşük nemde PANi/PVB nanofiber tabanlı SAW sensörünün frekans tepkisi [82].

4.4. Enerji Depolama Sistemleri

Elektrokimyasal enerji depolama ve dönüşüm sistemleri, dünya genelindeki yüksek enerji tüketimi talebi nedeniyle son birkaç on yılda büyük ilgi görmüştür. Genel performansı artırmak amacıyla çeşitli malzemeler ve yapı tasarımları kullanılmıştır. Bu malzemeler arasında, yüksek yüzey alanı, çok işlevlilik, yüksek gözeneklilik ve olağanüstü esneklik gibi kendine özgü özellikleri sayesinde nanolifler son yıllarda geniş çapta araştırılmıştır. Bu sırada, basit ve düşük maliyetli bir yöntem olarak kabul edilen elektroeğirme, fonksiyonel özelliklere sahip nanolifli malzemelerin üretimini mümkün kılması nedeniyle büyük ilgi görmüştür. Bu teknikle üretilen nanolifli yapılar, özellikle enerji alanında olmak üzere, birçok sorunun çözümüne katkı sağlayabilmektedir [83].

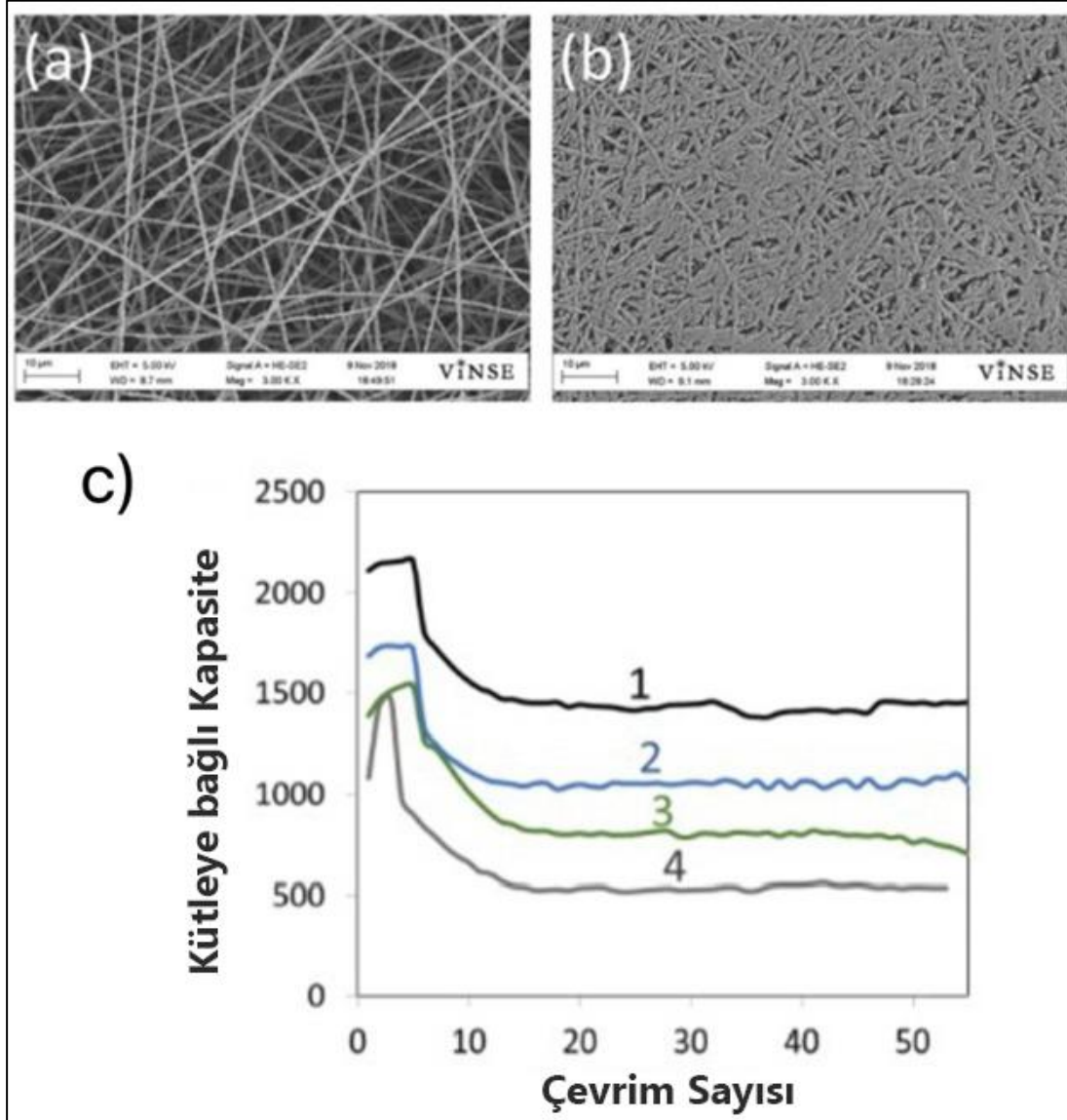
Kenawy ve ark. (2024), uygun elektrokimyasal özelliklere sahip nanolifleri ve mat benzeri poliakrilonitril-polifenil/titanyum oksit (PAN-PPh./TiO₂) yapıları süperkapasitör uygulamaları için tek adımlı bir elektrospinning tekniğiyle üretmiştir. Şekilde 4.6a'da görüldüğü gibi PAN-PPh./TiO₂ kompozit nanoliflerinin mikrografı, ortalama boyutu 239.4 nm olan düzensiz TiO₂ nanoparçacığı kümelerinden oluşan homojen bir nanolif yapısı ortaya koymuştur. Ayrıca Şekil 4.6 b'de gösterildiği üzere, PAN-PPh./TiO₂ nanolif ile modifiye edilmiş cam benzeri karbon elektrodu (GCE), 3000 döngü sonunda %79.38 kapasitans korunumu ile yüksek çevrim performansını sergilemiştir. Bu bulgularla, PAN-PPh./TiO₂ nanolif ile modifiye edilmiş GCE elektrodunun, süperkapasitör uygulamaları için uygun bir aday olabileceği kanıtlanmıştır [84].



Şekil 4.6. a) PAN-PPh./TiO₂ nanofiberlerinin STEM mikrogramları, b) PAN-PPh./TiO₂ elektrodunun 3000 döngülük çevrim stabilitesi [84].

Bir başka çalışmada Mondal ve ark. (2023), lityum iyon bataryalar için elektroegirme yöntemiyle silikon (Si) ve silikon/karbon (Si/C) bazlı fiber anotlar üretilmiştir. Üretilen Si/PAA (poli(akrilik asit) bağlayıcılı) lif matlarının tarama elektron mikroskopisi (SEM) görüntüleri (Şekil 4.7a), 700 nm civarında ortalama çapa sahip, boncuksuz ve düzenli liflerin üretildiğini göstermiştir; lif kaynaştırma ve sıkıştırma sonrası morfoloji korunurken gözeneklilik %92'den yaklaşık %45'e düşmüştür (Şekil 4.7b). Şekil 4.7c'de görüldüğü üzere, elektrotlar 0.1C'de 5 döngü ön koşullandırmadan sonra 1C hızında 50 şarj/deşarj döngüsüne tabi tutulmuştur. Bu şekil, özellikle 0.29 mgSi/cm² silikon yüklemesinde 50 döngü boyunca yaklaşık 1500 mAh/g kararlı bir kapasite elde edildiğini gösteren verileri içermektedir. [85]

Şekil 4.7c'de görüldüğü üzere, elektrotlar 0.1C'de 5 döngü ön koşullandırmadan sonra 1C hızında 50 şarj/deşarj döngüsüne tabi tutulmuştur. Bu şekilde, farklı silisyum nanoparçacık yüklemeleri ve PAA içeriklerine sahip elektroëğrilmiş tek lifli Si/PAA anotları karşılaştırılmıştır: (1) 0.29 mgSi/cm² yükleme ve %36 PAA, (2) 0.35 mgSi/cm² yükleme ve %40 PAA, (3) 0.95 mgSi/cm² yükleme ve %40 PAA, (4) 1.0 mgSi/cm² yükleme ve %40 PAA. Özellikle 0.29 mgSi/cm² silikon yüklemesinde 50 döngü boyunca yaklaşık 1500 mAh/g kararlı bir kapasite elde edildiği gözlenmiştir.



Şekil 4.7. a) %40 PAA içeren ham elektroëğrilmiş Si/PAA lif matının SEM görüntüsü. b) lif kaynağı ve mat yoğunlaştırma sonrası elde edilen nihai elektroda ait SEM görüntüsü (3000×). c) Farklı silisyum nanoparçacık yüklemeleri ve PAA içeriğine sahip elektroëğrilmiş tek lifli Si/PAA anotların çevrim performansı.

Ayrıca tek lifli Si/PAA anot deneylerinin devamı olarak, içerisinde Si, PAA ve az miktarda karbon içeren liflerle de anotlar hazırlanmıştır. Alan başına silisyum yüklemesi 1.0 mgSi/cm^2 'nin üzerine çıkarıldığında, anot yapısına %9 ve %12 oranlarında karbon nanoparçacığı eklenmesi, kapasite kaybına yol açmıştır. Buna karşılık, 1.0 mgSi/cm^2 veya daha düşük silisyum yüklemesi durumunda, %3 ve %6 oranında karbon katkısı, anot performansı üzerinde belirgin bir etki göstermemiştir. Bu sonuçlar, yüksek silisyum yüklemelerinde karbon nanoparçacıklarının eklenmesinin, lif yapısında olumsuz morfolojik değişikliklere neden olabileceğini ortaya koymaktadır. Bu bulgular, Si nanoparçacık anotlarının elektriksel olarak iletken karbonun yokluğunda dahi lityum depolama/salma döngüsüne girebildiğini ilk kez ortaya koyması ve lifli morfolojinin, hızlı Li^+ iyon difüzyonuna izin vererek ve Si parçacıklarının hacim değişimlerini anotun genel morfolojisine zarar vermeden karşılayarak yüksek gravimetrik kapasite döngüsünü sürdürmesine destek olması açısından önemli bir bilimsel ve teknolojik ilerleme sunmaktadır [85].



5. DENEYSEL PROSEDÜR

5.1. Kullanılan Malzemeler

Tetraetil ortosilikat (TEOS, Sigma-Aldrich), etanol (EtOH), hidroklorik asit (HCl), kullanım ömrünü tamamlamış pillerden elde edilmiş Nikel-Mangan-Kobalt (NMC) nanoparçacıkları (NMC622 ile uyumlu) ve deiyonize su kullanılmıştır.

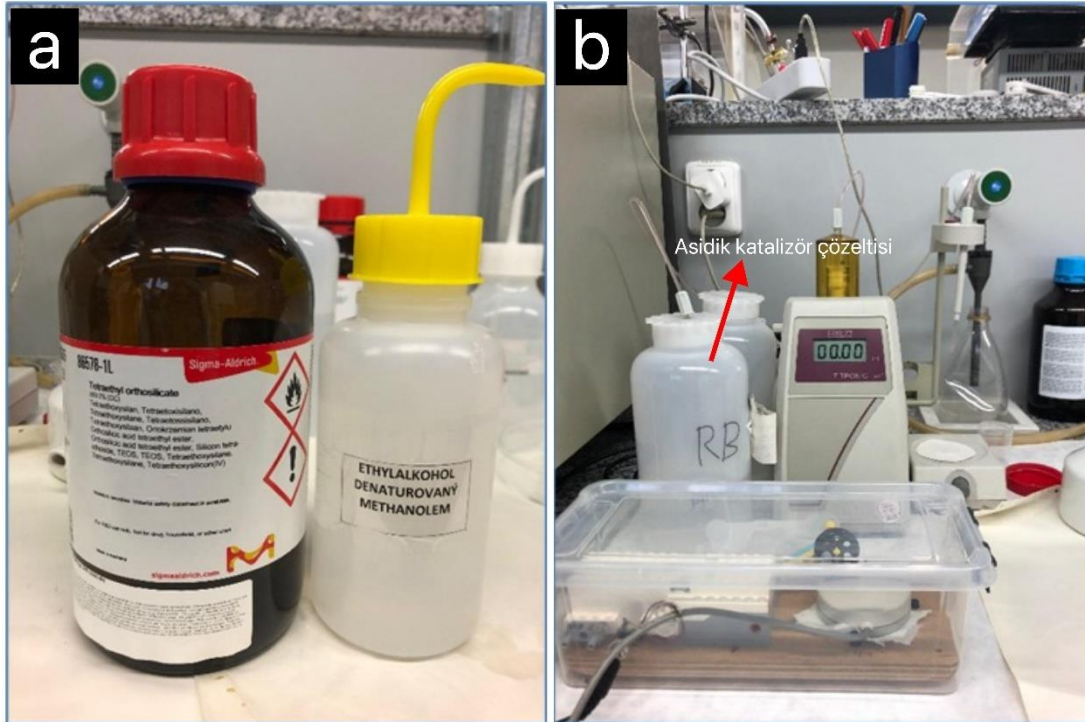
5.2. Çözelti Hazırlığı

Deneyde, silika bazlı fiberlerin üretimi için sol-jel ve elektroegirme yöntemi kullanılmıştır. Silika öncülü olarak tetraetil ortosilikat (TEOS) tercih edilmiştir. 50 gram TEOS ile 5,44 gram etanol karıştırılarak bir çözelti hazırlanmış (Şekil 5.1a), bu çözeltinin pH'ı titrasyon cihazı (Şekil 5.1b) kullanılarak ayarlanmıştır. Hazırlanan karışımın viskozitesi ve pH'ını kontrol etmek amacıyla, asidik katalizör çözeltisi TEOS ve etanol karışımına titrasyon cihazı aracılığıyla yavaşça ilave edilmiştir. Asidik katalizör çözeltisi, deiyonize su (544,00 g), metanol ile denatüre edilmiş etanol (348,17 g) ve %36'lık hidroklorik asit (5,12 g) karıştırılarak hazırlanmıştır. Asidik katalizör çözeltisinin ilavesi, her 6 saniyede bir 0,01 ml olacak şekilde hassas biçimde kontrol edilerek gerçekleştirilmiş ve toplamda 15,6 ml'ye ulaşana kadar devam etmiştir. HCl, TEOS'un hidrolizini başlatmak ve karışımın silika yapılarının oluşumunu kolaylaştırmak amacıyla düşük konsantrasyonda eklenmiştir. Bu adım, karışımın homojenliğini artırmada ve elde edilecek fiberlerde hedeflenen morfolojinin sağlanmasında önemli rol oynamaktadır. TEOS'un hidroliz ve kondenzasyon reaksiyonları sonucunda karışım içerisinde silika yapılar oluşmakta, bu da nihai fiberlerin yüzey özelliklerini ve dayanıklılığını etkilemektedir. Daha sonra karışım 80 °C'de üç saat boyunca ısıtılma işlemi tabi tutulmuştur. NMC içeren fiberlerin hazırlanabilmesi için, ısıtılma işlemi görmüş 10 gram TEOS bazlı çözeltiye ağırlıkça %10 oranında NMC ilave edilmiştir.

Tablo 5.1, deneysel malzemeleri, bunlara karşılık gelen miktarları ve süreçteki rollerini göstermektedir.

Tablo 5.1. Deneyde kullanılan malzemeler, kimyasal formülleri, miktarları ve işlevleri

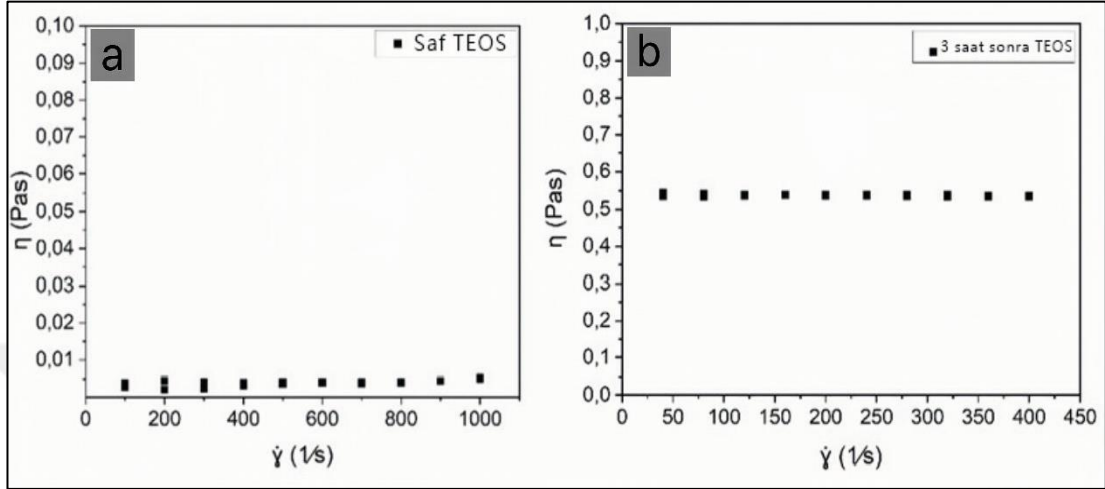
Malzeme	Kimyasal Formül	Kullanılan Miktar	Açıklama
Tetraetil Ortosilikat (TEOS)	$\text{Si}(\text{OC}_2\text{H}_5)_4$	50 gram	Silika bazlı fiber üretimi için öncü madde.
Etanol	$\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$	5,44 gram	Çözücü.
Asidik katalizör çözeltisi (Deiyonize su)	H_2O	544 gram	Hidroliz reaksiyonunda kullanılan reaktan.
Asidik katalizör çözeltisi (Denatüre etanol)	$\text{C}_2\text{H}_5\text{OH} + \text{CH}_3\text{OH}$	348,17 gram	Çözücü (metanol ile denatüre edilmiş etanol).
Asidik katalizör çözeltisi (%36 HCl)	%36 HCl	5,12 gram	TEOS'un hidrolizini katalize etmek ve pH'ı ayarlamak için kullanıldı.
Eklenen Hacim (Asidik katalizör çözeltisi)	$\text{C}_2\text{H}_5\text{OH} + \text{CH}_3\text{OH} + \text{HCl } \%36$	15,6 ml	Kontrollü şekilde ilave edilmiştir.
Nikel-Mangan-Kobalt (NMC) nanopartikülleri (kullanım ömrü dolmuş pillerden elde edilmiş, NMC622 ile uyumlu)	$\text{LiNi}_{0,6}\text{Mn}_{0,2}\text{Co}_{0,2}\text{O}_2$ (NMC622)	1 gram	TEOS bazlı fiber matrisine NMC partikülleri eklenerek elektrokimyasal performansı artırması amaçlanmıştır.



Şekil 5.1. a) Kullanılan Tetraetil Ortosilikat ve etanol. b) Titrasyon cihazı ve asidik katalizör çözeltisi.

5.3. Çözeltinin Viskozitesinin Ayarlanması

Çözeltinin viskozitesi, Viskozimetre (Thermo Scientific HAAKE RV1) ile ölçülmüş ve fiber oluşumu ile elektroegirilebilirlik açısından analiz edilmiştir. Analiz sonuçları Şekil 5.2a ve Şekil 5.2b’de verilmiştir.



Şekil 5.2. a) Isıl İşlem Öncesi TEOS Çözeltisinin Viskozite-Kayma Hızı Grafiği, b) 80°C’de 3 Saat Isıl İşleme Tabi Tutulmuş TEOS Çözeltisinin Viskozite-Kayma Hızı Grafiği.

Şekil 5.2a’da gösterildiği üzere, ısıtılmış TEOS çözeltisi düşük bir viskoziteye ($\sim 0,006$ Pa.s) sahiptir ve viskozite, kesme hızı boyunca neredeyse sabit kalmaktadır. Bu davranış, çözeltinin viskozitesinin kesme hızına bağlı olarak değişmediğini gösteren Newtonyen bir akış profili sergilediğini açıkça ortaya koymaktadır. Bu durum, çözeltide zayıf moleküller arası etkileşimler olduğunu ve polimerik bir ağ yapısının bulunmadığını işaret etmektedir.

Literatüre göre [86], düşük derecede polimerizasyona ve sınırlı fiziksel bağlanmaya sahip çözeltiler genellikle düşük viskozite gösterir ve kesme gerilmesi altında önemli bir direnç değişimi sergilemezler. Bu nedenle, ısıtılmış TEOS çözeltisi, yetersiz moleküler dolanma ve zayıf reolojik özellikler sergilemekte olup, elektroegirme yoluyla sürekli ve kararlı fiber oluşumu için uygun değildir.

Şekil 5.2b, TEOS çözeltisinin 80°C’de üç saatlik ısıtılmış işlem sonrası viskozite grafiğini göstermektedir. Bu işlem sonucunda viskozitenin genel olarak arttığı ve kesme hızı arttıkça daha kararlı bir tepki verdiği gözlemlenmiştir. Isıtılmış işlem sırasında çözücünün buharlaşması ve kimyasal bağların yeniden düzenlenmesi, çözeltinin moleküler yapısında yoğunlaşmaya yol açmaktadır. Bu işlem, TEOS’un hidroliz ve

kondenzasyon reaksiyonlarının hızını artırarak, çözeltideki polimerizasyon derecesini yükseltmektedir. Sonuç olarak, sıvının viskozitesi artmakta ve daha stabil bir viskozite profili elde edilmektedir.

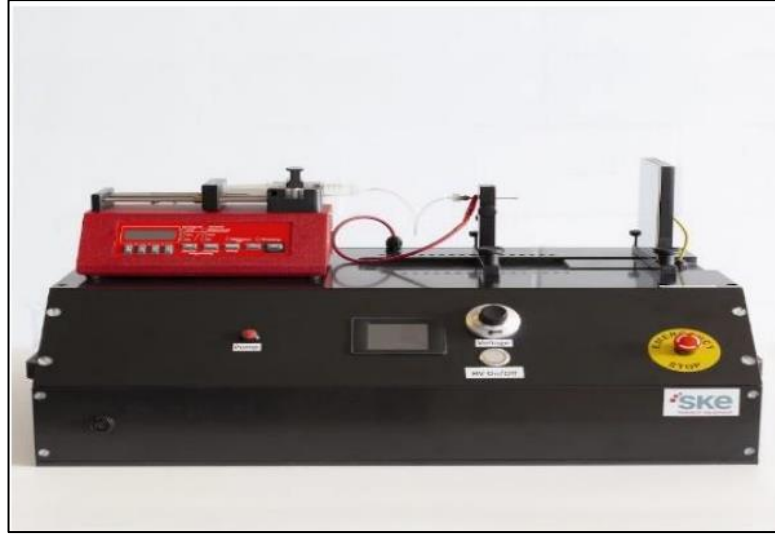
Bu sonuçlar, ısıtılma işleminin TEOS çözeltisinin reolojik özelliklerini değiştirerek nanofiber üretimine daha uygun hâle getirdiğini ortaya koymaktadır. Üç saatlik ısıtılma işlemi sonrası artan viskozite, polimer zincirlerinin hizalanmasını kolaylaştırmakta ve böylece daha düzgün ve sürekli fiberlerin oluşumunu sağlamaktadır. Elektroegirme işlemi için çözeltinin belirli bir viskozite aralığında olması gerekmektedir ve elde edilen veriler, TEOS çözeltisinin 80 °C’de üç saat boyunca ısıtılmasının, nanofiber üretimi için elektroegirilebilirliğini artırdığını göstermektedir.

Loccufier ve ark. (2018), TEOS bazlı sol-jellerin elektroegirilebilirliğini araştırmış ve en uygun elektroegirme viskozite aralığını 120 ila 200 mPa.s (0.12–0.2 Pa.s) olarak belirlemişlerdir. Ayrıca, elektroegirme işleminin 1.0 Pa.s viskoziteye kadar mümkün olduğunu göstermişlerdir [87]. 3 saat ısıtılma işlemi görmüş TEOS çözeltisinin viskozitesi ortalama 0,535 Pa.s olarak ölçülmüştür.

Bu bağlamda, ortalama viskozitesi 0,535 Pa.s olan ısıtılma işlemi görmüş TEOS bazlı sol-jel çözeltisi, elektroegirme için uygun aralıkta yer almakta ve başarılı bir üretim örneği sunmaktadır. Isıtılma işlemi süresi ve sıcaklığının optimize edilmesi, elde edilecek nanofiberlerin morfolojik özelliklerini geliştirmek için kritik bir parametre olarak değerlendirilebilir. Kontrollü ısıtılma işlemleri sayesinde, hedeflenen viskozite aralıklarına sahip sol-jel sistemleri hazırlanabilir, bu da kararlı işlem koşulları sağlayarak yapısal olarak tutarlı ve düzgün nanofiberlerin üretimini mümkün kılar.

5.4. Elektroegirme Prosedürü

Elektroegirme işlemi için EF050 elektroegirme başlangıç kiti (Şekil 5.3) kullanılmıştır.



Şekil 5.3. EF050 – Elektroeğirme/elektropüskürtme Başlangıç Kiti.

Elektroeğirme için hazırlanan çözelti, 10 ml’lik bir enjektöre çekilmiş ve ardından enjeksiyon pompasına yerleştirilmiştir (Şekil 5.3, solda). Metal kollektörün (Şekil 5.3, sağda) önüne, üzerine kompozit bir ızgara (çoğunlukla plastikten yapılmış ve cam lifleriyle güçlendirilmiş), bir alüminyum plaka üzerine lastik bantlarla sabitlenerek yerleştirilmiştir. Oluşan mikro/nanolifler, bu ızgara üzerinde toplanmıştır. Cihazın merkezine, uç kısmı kör iç çapı 1.067 mm olan paslanmaz çelik bir iğne takılmıştır. Elektroeğirme için gerekli elektrik alanı oluşturmak amacıyla, iğne yüksek gerilim güç kaynağının bir ucuna bağlanmış, metal kollektör ise topraklanmıştır. Enjeksiyon pompası, çözeltiyi şırınga aracılığıyla tüpten geçirerek iğneye iletmiştir. Bu noktada, çözeltiye elektrik yükü aktarılmış ve iğnenin ucunda oluşan çözelti damlası, elektriksel kuvvetlerin etkisiyle bir Taylor konisine dönüşmüştür. Bu koniden ayrılan mikro/nanolifler, iğne ucundan metal kollektöre doğru ilerleyerek oluşmuştur.

5.5. Kullanılan Parametreler ve Üretilen Numuneler

Toplamda on iki farklı numune üretilmiştir. Elektroeğirme işlemleri sırasında kullanılan voltaj, akış hızı, iğne–toplayıcı mesafesi, numune başına kullanılan çözelti hacmi ve iğne iç çapı gibi parametreler Tablo 5.2’de detaylı şekilde verilmiştir. Numunelerden altı tanesi yalnızca TEOS bazlı çözeltilerle, kalan altı tanesi ise NMC tozu içeren TEOS bazlı çözeltilerle hazırlanmıştır. Yalnızca TEOS bazlı çözelti kullanılarak üretilmiş fiberler TB1,2...6 şeklinde isimlendirilmiş, NMC katkılı TEOS bazlı çözeltilerden üretilen numuneler ise TBN1,2..6 şeklinde isimlendirilmiştir.

Tablo 5.2. Her bir numunede elektroegirme için kullanılan parametreler.

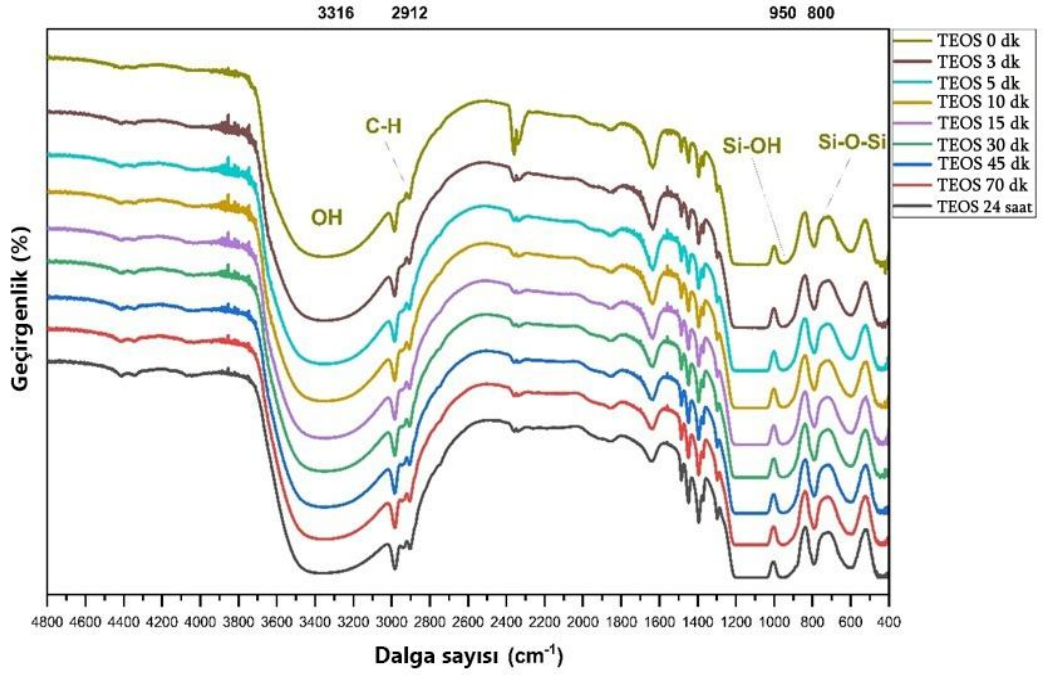
Numune No	İğne-Toplayıcı Mesafesi (cm)	Voltaj (kV)	Çözeltinin Ekstrüzyon Hızı (ml/h)	Numune Başına Çözeltinin Hacmi (ml)	İğne İç Çapı (mm)
TB1	15 cm	18 Kv	2 ml/h	3 ml	1,067 mm
TB2	15 cm	18 Kv	1 ml/h	3 ml	1,067 mm
TB3	15 cm	21 Kv	1 ml/h	3 ml	1,067 mm
TB4	15 cm	21 Kv	0,5 ml/h	3 ml	1,067 mm
TB5	15 cm	25 Kv	1 ml/h	3 ml	1,067 mm
TB6	15 cm	26,5 Kv	1.5 ml/h	3 ml	1,067 mm
TBN1	15 cm	19,5 kV	1 ml/h	5 ml	1,067 mm
TBN2	15 cm	28 kV	2 ml/h	5 ml	1,067 mm
TBN3	15 cm	24,5 kV	1 ml/h	5 ml	1,067 mm
TBN4	15 cm	25 kV	2,5 ml/h	5 ml	1,067 mm
TBN5	15 cm	25 kV	2 ml/h	5 ml	1,067 mm
TBN6	15 cm	24,5 kV	1,25 ml/h	5 ml	1,067 mm

5.6. Karakterizasyon Yöntemleri

Üretilen fiberlerin fiziksel ve kimyasal özelliklerini analiz etmek amacıyla çeşitli karakterizasyon teknikleri kullanılmıştır. Silika fiberlerin morfolojisi ve çapı, Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM, TESCAN VEGA 3LMU) ile analiz edilmiştir. Mat yüzeyi ve fiberlerin dağılım özellikleri, Taramalı Lazer Konfokal Mikroskobu (Olympus LEXT OLS5000) ile değerlendirilmiştir. Elementel dağılımı belirlemek için Enerji Dağılımlı Spektroskopi (EDS, OXFORD Instruments INCA 350) kullanılmıştır. Kimyasal bileşim, Fourier Dönüşümlü Kızılötesi Spektroskopisi (FTIR, Nicolet iS50) ile tanımlanmıştır. Silika fiberlerin kristal yapısı, X-Işını Difraksiyonu (XRD, X'Pert³ Powder θ - θ powder diffractometer) ile analiz edilmiştir. Fiberlerin termal davranışı ve yüksek sıcaklık stabilitesi, Diferansiyel Termal Analiz ve Termogravimetrik Analiz (DTA/TG, Linseis STA PT 1600/1750°C HiRes) ile incelenmiştir. Ayrıca, katkısız TEOS ve NMC katkılı TEOS fiberlerinin elektrokimyasal performansını değerlendirmek amacıyla Elektrokimyasal Empedans Spektroskopisi (EIS, VIONIC) gerçekleştirilmiştir.

6. DENEYSEL SONUÇLAR

6.1. Kimyasal Analizler



Şekil 6.1. Farklı sürelerde yaşlandırılmış TEOS bazlı sol-jel çözeltilerinin FTIR spektrumları.

Oda sıcaklığında farklı yaşlandırma sürelerine tabi tutulmuş TEOS bazlı sol-jel çözeltilerden elde edilen FTIR (Fourier Dönüşümlü Kızılötesi Spektroskopisi) spektrumları Şekil 6.1’de görüldüğü gibi incelenmiştir. Ölçümler; 0, 3, 5, 10, 15, 30, 45, 70 dakika ve 24 saatlik yaşlandırma sürelerinde gerçekleştirilmiştir. Spektrumlar, silika ağ yapısının oluşumuyla ilişkili temel fonksiyonel grupları ve bu grupların yaşlandırma süresine bağlı olarak değişimini ortaya koymaktadır.

3400-3200 cm^{-1} aralığında gözlenen geniş absorpsiyon bandı, sistemde bulunan -OH gruplarının gerilme titreşimlerine karşılık gelmektedir. Bu banda serbest su molekülleri, Si-OH grupları ve etanolün -OH grupları katkıda bulunmaktadır. Yaşlandırma süresi arttıkça bu bantta belirgin bir değişim gözlenmemiş, yalnızca hafif bir zayıflama tespit edilmiştir. Bu durum, hidroliz ve yoğunlaşma reaksiyonlarının oda

sıcaklığında oldukça yavaş ilerlediğini göstermektedir. Bu bulgular, İbrahim ve ark. (2014) tarafından incelenen TEOS bazlı solüsyonların FTIR analizleriyle uyumludur [88].

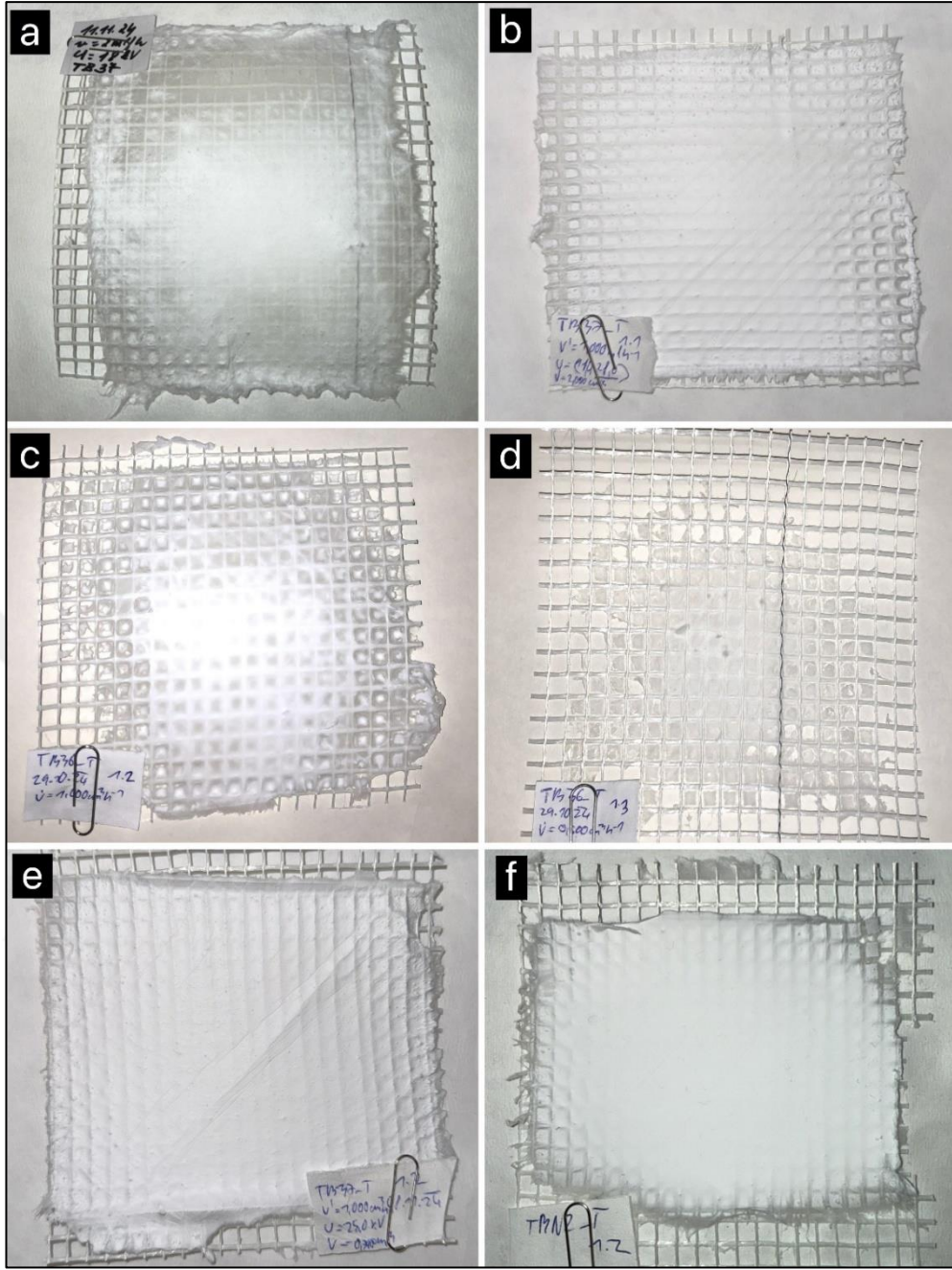
2900-2850 cm^{-1} aralığında gözlenen zayıf bantlar, TEOS içindeki etil gruplarına ait C-H gerilme titreşimlerine atfedilmektedir. Bu bantlar başlangıçta daha belirgin olsa da yaşlandırma süresi ilerledikçe kademeli olarak zayıflamış, ancak tamamen kaybolmamıştır.

Siloksan bağlarını temsil eden 1100 cm^{-1} civarındaki güçlü pik, tüm yaşlandırma sürelerinde kararlı kalmış ve belirgin bir artış göstermemiştir. Benzer şekilde, 950 cm^{-1} civarındaki Si-OH omuz bandı da varlığını sürdürmüştür. 800 cm^{-1} 'deki simetrik Si-O-Si titreşimi ile 450 cm^{-1} 'deki köprüleyici oksijen atomlarının salınımına karşılık gelip, tüm örneklerde tutarlı bir şekilde gözlenmiştir. Bu bantların varlığı, yapının silika esaslı olduğunu doğrulamakta ve literatürde raporlanan sonuçlarla örtüşmektedir (Swann ve ark., 2010)[89].

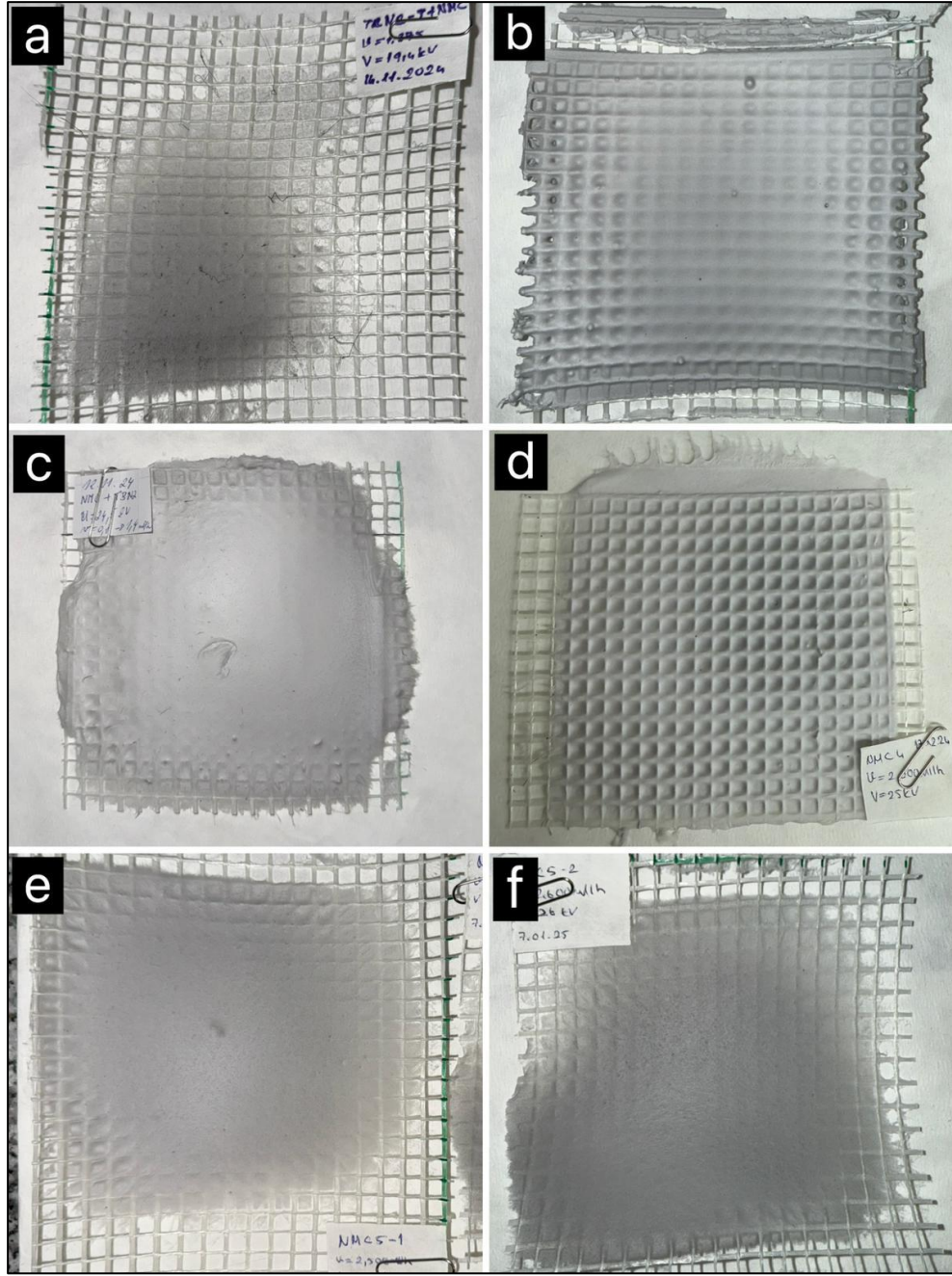
Genel olarak FTIR sonuçları, TEOS esaslı çözeltilerin oda sıcaklığında 24 saate kadar yaşlandırılmasının yalnızca sınırlı kimyasal değişimlere yol açtığını göstermektedir. OH gruplarında kısmi bir azalma gözlenmiş, ancak Si-O-Si bağlarının güçlenmesi tespit edilememiştir. Bu sonuç, sol-jel ağ oluşumunun ortam koşullarında oldukça yavaş ilerlediğini ve FTIR analizlerinde belirgin yapısal dönüşümlerin gözlenmesini engellediğini ortaya koymaktadır.

6.2. Morfolojik Analizler

Üretilen katkısız TEOS bazlı numuneler şekil 6.2'de, NMC katkılı TEOS bazlı numuneler Şekil 6.3'te verilmiştir.

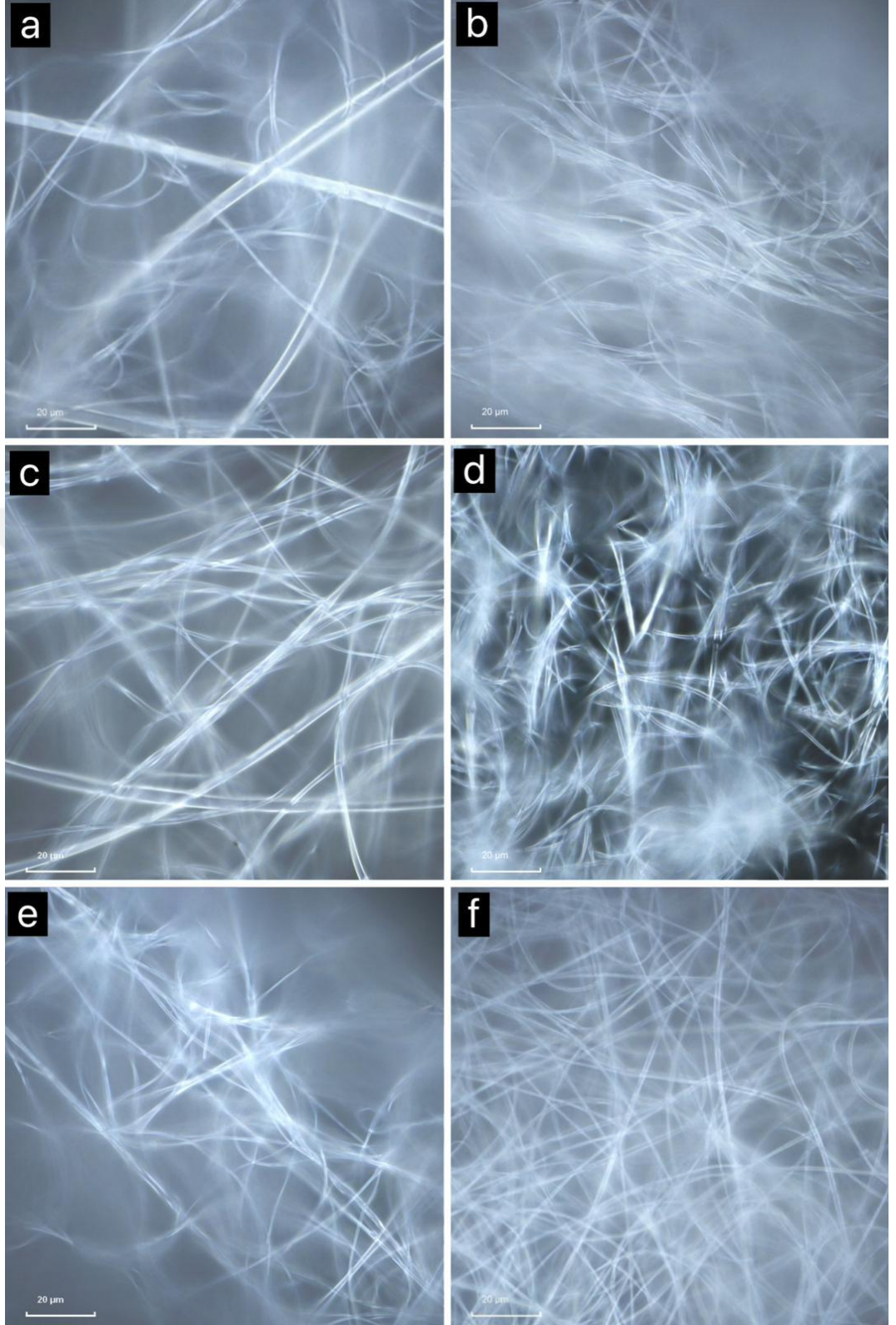


Şekil 6.2. Üretilen TEOS bazlı katkısız fiber numuneleri: a) TB1, b)TB2, c)TB3, d)TB4, e)TB5, f)TB6.



Şekil 6.3. Üretilen NMC katkılı TEOS bazlı fiber numuneleri: a)TBN1, b)TBN2, c)TBN3, d)TBN4, e)TBN5, f)TBN6.

Katkısız TEOS bazlı 6 numune ve NMC katkılı TEOS bazlı 6 numune olmak üzere toplam 12 numunenin konfokal mikroskop görüntüleri Şekil 6.4 ve Şekil 6.5’de sunulmaktadır. Bu görüntüler, fiber yüzeylerinin genel düzenliliği, kalınlık farkları ve topografik özellikleri hakkında ön değerlendirme yapabilmek adına kullanılmıştır.



Şekil 6.4. Katkısız TEOS bazlı numunelere ait konfokal mikroskop analizleri: a)TB1, b)TB2, c)TB3, d)TB4, e)TB5, f)TB6.

Katkısız TEOS bazlı numunelere ait konfokal mikroskop görüntüleri Şekil 6.4a-f’de sunulmuş olup, bu görüntüler üretim parametreleriyle birlikte analiz edildiğinde,

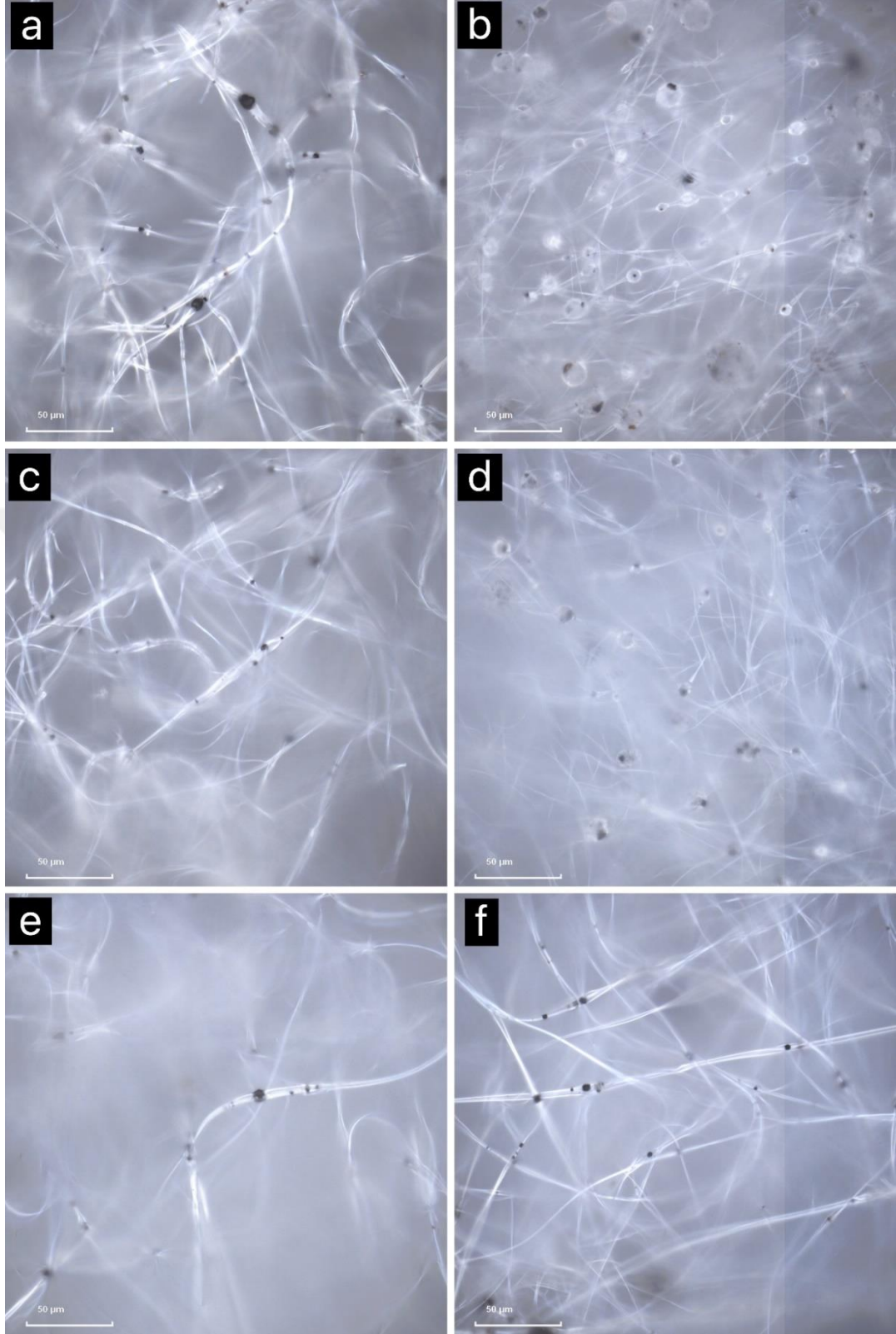
özellikle akış hızı ve uygulanan voltajın lif oluşumu üzerinde belirleyici bir rol oynadığı anlaşılmaktadır.

Şekil 6.4a'da yer alan TB1 numunesi (18 kV, 2 ml/h) yüksek akış hızına bağlı olarak düzensiz, kalın ve yer yer birbirine kaynamış lif yapıları sergilemiştir. Bu durum, fiberler arasında yeterli ayrışmanın sağlanamadığını ve çözeltinin hedef yüzeyde kontrolsüz bir şekilde biriktiğini göstermektedir. Aynı voltajla fakat daha düşük akış hızıyla (1 ml/h) üretilen TB2 (Şekil 6.4b) numunesi ise daha incelmış lif yapısı sunsa da, yönlenmede belirgin düzensizlikler söz konusudur. Bu iki örnek birlikte değerlendirildiğinde, 18 kV'un bu sistem için sınırlı bir yeterlilikte olduğu söylenebilir.

TB3 (21 kV, 1 ml/h, Şekil 6.4c) ve TB4 (21 kV, 0.5 ml/h, Şekil 6.4d) numuneleri arasında, yalnızca akış hızı değişkeni mevcuttur. TB3, nispeten düzgün ve sürekliliği sağlanmış lif yapısı sergilerken; TB4'te lif kopmaları, süreksizlikler ve kısa lif oluşumu gözlemlenmiştir. Bu durum, düşük akış hızının çözeltinin iğne ucunda kurummasına neden olarak lif çekimini zorlaştırdığını ortaya koymaktadır.

Şekil 6.4e'de sunulan TB5 numunesi (25 kV, 1 ml/h) yüksek voltajın etkisiyle daha ince fiber oluşumunu desteklemiş ancak lifler belirgin bir düzende hizalanmamakta ve yönsüz bir şekilde dağılmaktadır. En yüksek voltaj ve yüksek akış hızı parametresi ile üretilen TB6 (26.5 kV, 1.5 ml/h, Şekil 6.4f) ise açık biçimde en homojen, yönlenmiş ve düzgün lif yapısını sunmuştur. Lifler net şekilde birbirinden ayrılmış, çap farklılıkları minimize edilmiş ve yüzey düzenliliği üst düzeye çıkarılmıştır.

Genel olarak değerlendirildiğinde, akış hızının çok düşük olduğu durumlarda (örneğin TB4) fiber oluşumu sekteye uğrarken, çok yüksek hızlarda (örneğin TB1) kontrolsüz çökelme ve fiber birleşmeleri artmıştır. Voltaj artışı ise özellikle 25–26.5 kV aralığında (TB5 ve TB6) daha stabil ve başarılı fiber oluşumunu desteklemiştir. Bu doğrultuda, TB6 numunesi katkısız TEOS bazlı numuneler içinde konfokal mikroskopi açısından en başarılı fiber örüntüsünü sunmaktadır.



Şekil 6.5. NMC katkılı TEOS bazlı fiberlerin konfokal mikroskop görüntüleri. a)TBN1, b)TBN2, c)TBN3, d)TBN4, e)TBN5, f)TBN6.

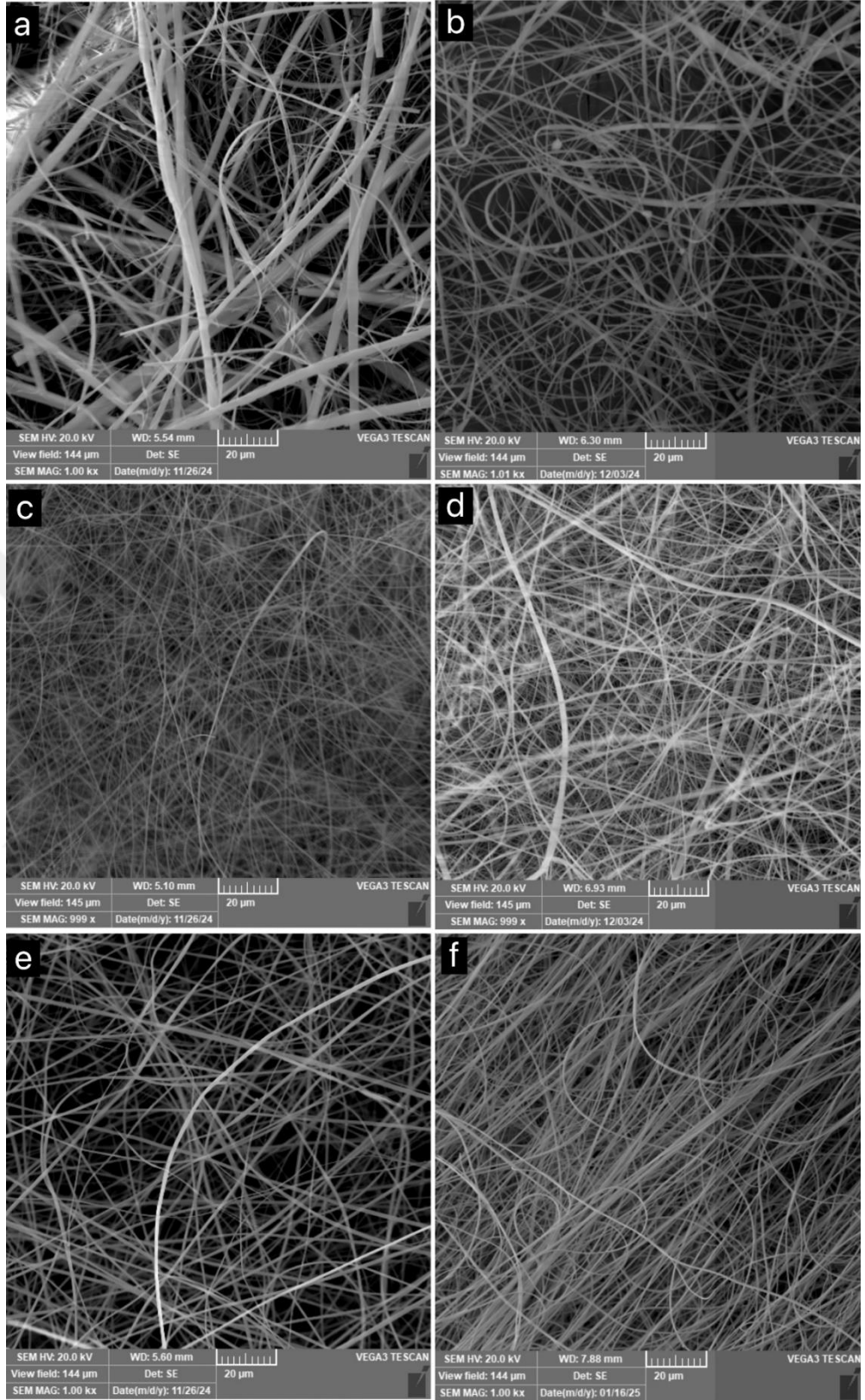
Şekil 6.5’de sunulan konfokal mikroskop görüntüleri, NMC katkılı TEOS bazlı fiberlerin yüzey üzerindeki lif dağılımını, hizalanma derecelerini ve parçacık

yerleşimlerini incelemek amacıyla değerlendirilmiştir. Şekil 6.5a'da yer alan TBN1 (19.5 kV, 1 ml/h) numunesinde lifler genel olarak seçilebilir düzeydedir; ancak NMC parçacıkları yüzey boyunca düzensiz dağılmış ve yer yer birikmeler oluşturmuştur. Şekil 6.5b'deki TBN2 (28 kV, 2 ml/h) numunesi ise daha düzensiz bir yapı sunmakta, lif yoğunluğu azalmış ve lifler arasında gözle görülür boşluklar oluşmuştur. Ayrıca bu numunede lif hattı üzerinde boncuklanma benzeri şişkin yapılar dikkat çekmektedir. Bu durum, çok yüksek voltaj ve akış hızının jet stabilitesini bozarak fiber oluşumunu negatif yönde etkilediğine işaret etmektedir.

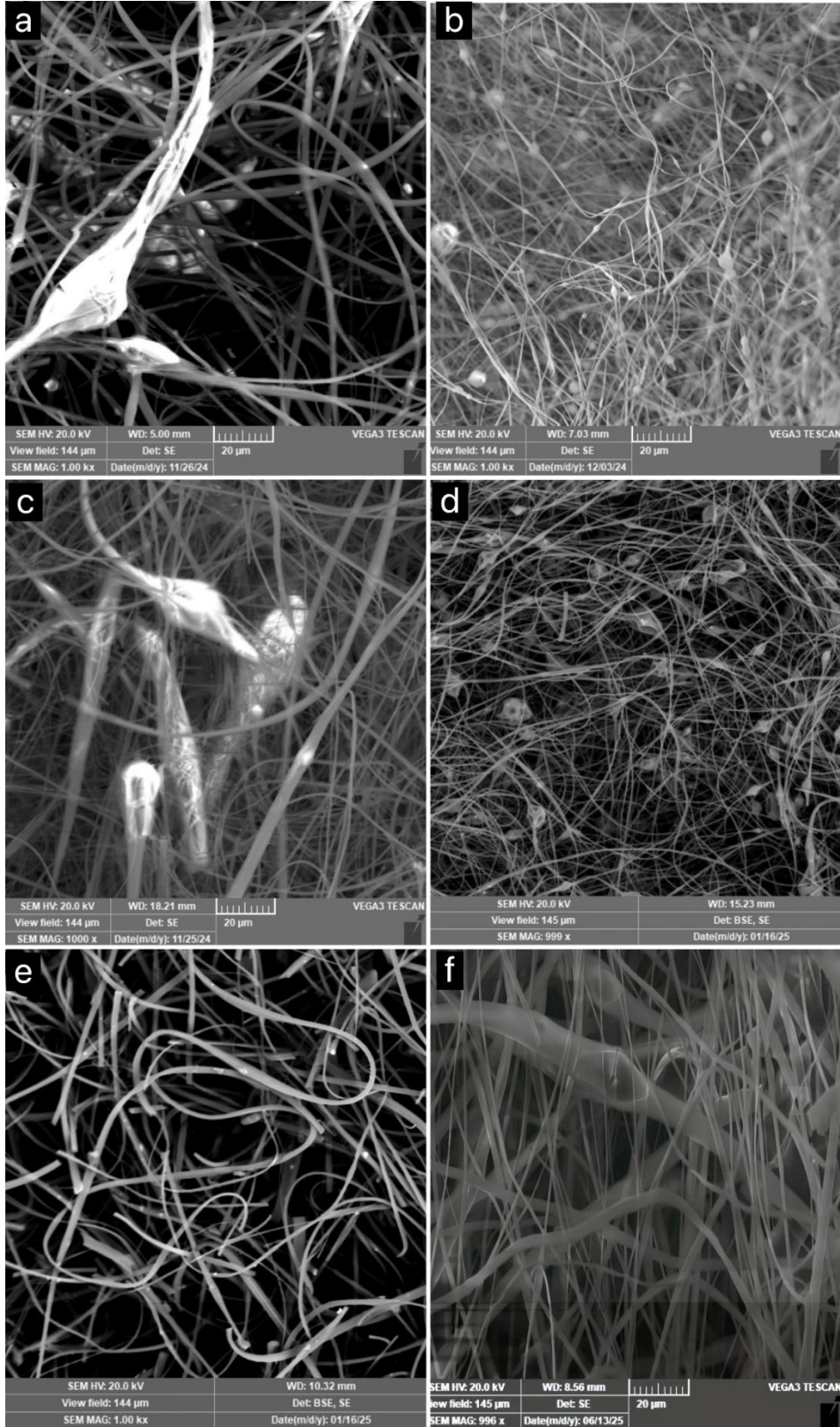
Şekil 6.5c'de görülen TBN3 (24.5 kV, 1 ml/h) numunesinde lifler daha düzenli, hizalanmış ve tanecik dağılımı görece dengelidir. Liflerin belirginliği yüksektir ve yüzey daha homojen görünmektedir. Öte yandan, Şekil 6.5d'de yer alan TBN4 (25 kV, 2,5 ml/h) örneğinde lif yapısı oldukça seyrek; ayrıca bu numunede de lifler üzerinde boncuklanmaya benzer şişkin yapılar dikkat çekmektedir. Bu, yüksek akış hızının etkisiyle lif oluşumunun bozulduğunu ve çözeltinin yeterince uzamadan toplandığını düşündürmektedir. Şekil 6.5e'deki TBN5 (25 kV, 2 ml/h) numunesi ise daha yoğun bir lif yapısı sunmakla birlikte, tanecik dağılımı hâlen sınırlı kontrol göstermektedir.

Son olarak, Şekil 6.5f'de yer alan TBN6 (24.5 kV, 1.25 ml/h) numunesi, liflerin açıkça hizalandığı ve yüzey üzerinde homojen biçimde yayıldığı en tutarlı örnektir. Bu numunede boncuklanma gözlenmemekte, liflerin kalınlıkları arasında fazla değişkenlik bulunmamaktadır. Ayrıca NMC tanecikleri, liflere daha iyi entegre olmuş şekilde görünmektedir. Bu yönüyle TBN6, görüntü kalitesi, düzenlilik ve yüzey bütünlüğü açısından en başarılı örnek olarak öne çıkmaktadır.

Daha sonra katkısız TEOS bazlı ve NMC katkılı TEOS bazlı fiber örneklerine SEM (Taramalı Elektron Mikroskobu) analizleri gerçekleştirilmiştir. Şekil 6.6'da katkısız TEOS bazlı fiber örneklerine yapılmış SEM analizlerini verilmiştir. Şekil 6.7'de ise NMC katkılı TEOS fiber örneklerine ait SEM analizleri verilmiştir.



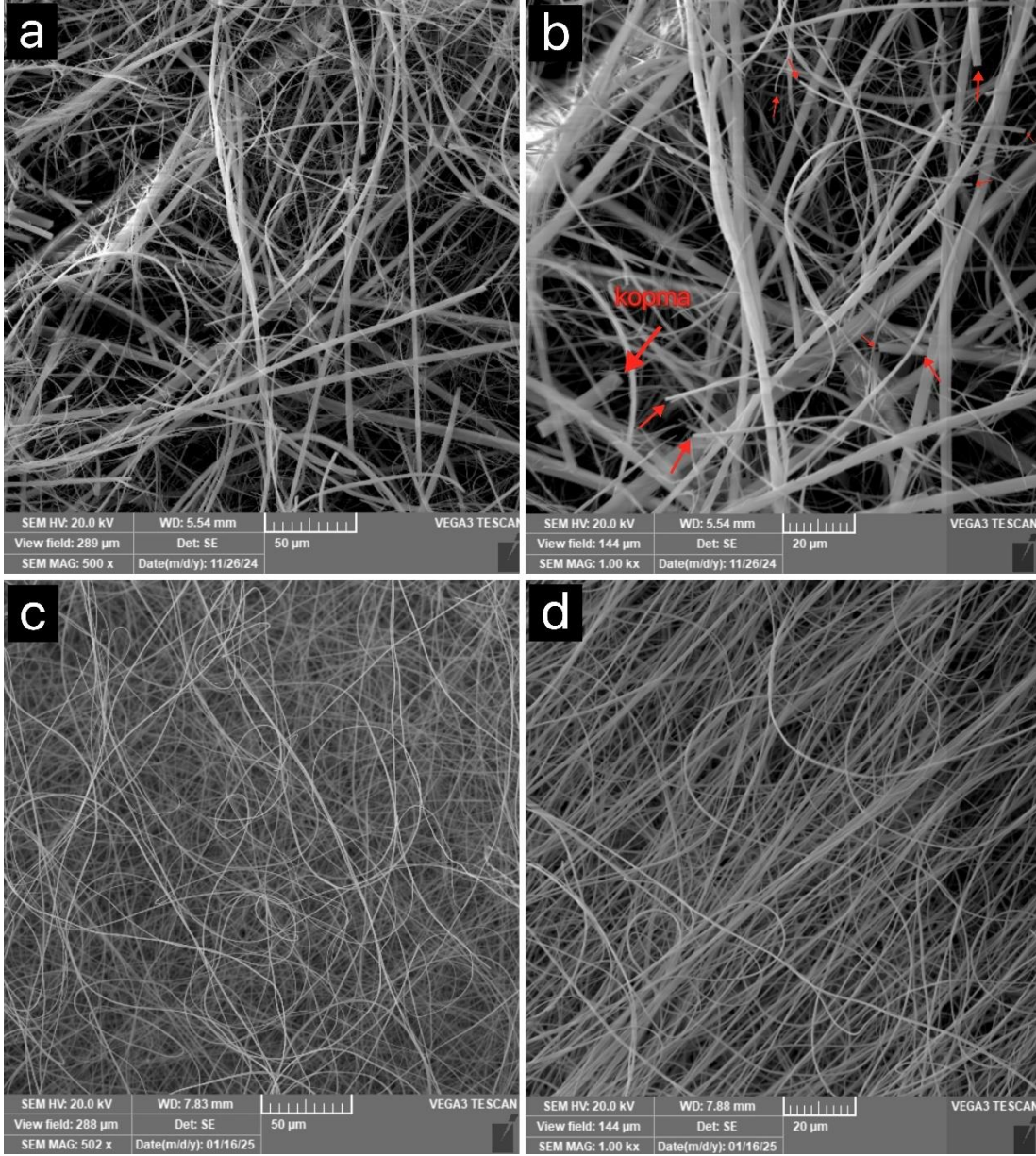
Şekil 6.6. Katkısız TEOS bazlı liflere ait 1000× büyütmelelerdeki SEM görüntüleri - TB1: (a), TB2 (b), TB3 (c), TB4 (d), TB5 (e), TB6 (f).



Şekil 6.7. NMC katkılı TEOS bazlı liflere ait 1000× büyütmelelerdeki SEM görüntüleri - TBN1 (a), TBN2 (b), TBN3 (c), TBN4 (d), TBN5 (e), TBN6 (f).

Daha ayrıntılı incelemek amacıyla, katkısız TEOS bazlı ve NMC katkılı TEOS bazlı fiber örnekleri arasından hem başarılı hem de zayıf yapılar sergileyen numuneler seçilmiştir.

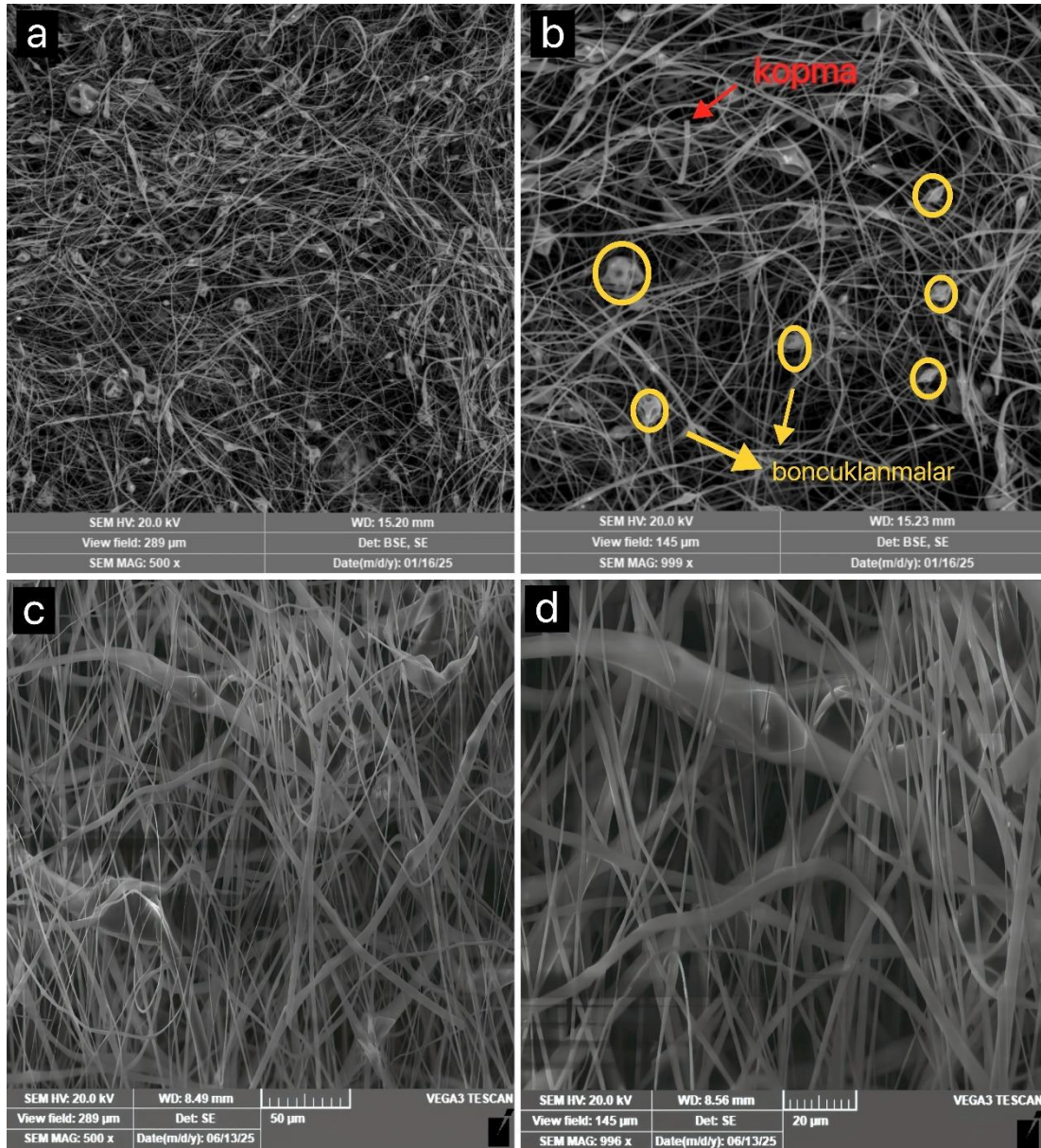
Katkısız TEOS bazlı fiberler arasından, lif dağılımı düzensiz ve yüzey bütünlüğü düşük olan TB1 numunesi ile; liflerin daha hizalı, homojen ve tutarlı yapı sergilediği TB6 numunesi seçilmiştir. Benzer şekilde, NMC katkılı TEOS bazlı fiberler içerisinde ise, yüksek akış hızı nedeniyle dağınık lif yapısı, boncuklanma ve parçacık kümelenmesi gözlenen TBN4 numunesi ile; liflerin daha belirgin, yönlenmiş ve yüzeyde homojen dağıldığı TBN6 numunesi değerlendirmeye alınmıştır. Seçilen bu dört örnek üzerinde gerçekleştirilen SEM analizleri sayesinde, fiber yapılar detaylı biçimde incelenmiş ve üretim parametrelerinin lif kalitesi üzerindeki etkileri daha net ve karşılaştırmalı olarak değerlendirilmiştir. Ayrıca, SEM görüntüleri üzerinden ImageJ yazılımı kullanılarak lif çapı ölçümleri yapılmış, her bir numunedeki çap dağılımları analiz edilmiştir.



Şekil 6.8. Katkısız TEOS bazlı liflere ait farklı büyütmelelerdeki SEM görüntüleri - TB1: (a) 500×, (b) 1000×; TB6: (c) 500×, (d) 1000×.

Şekil 6.8a ve b'de gösterilen TB1 numunesine ait SEM görüntüleri, liflerin oldukça düzensiz bir şekilde dağıldığını, lif çaplarında önemli farklılıklar olduğunu ve yüzeyin pürüzlü bir dokuya sahip olduğunu ortaya koymaktadır. Bazı bölgelerde liflerin birbirine yapıştığı ve çap farklarının açıkça gözlemlendiği, ve fiberlerde bazı noktalarda kopmalar olduğu dikkat çekmektedir. Bazı kopmalar kırmızı okla gösterilmiştir. Ayrıca, lifler rastgele yönelmiş ve elektrostatik kuvvetlerin etkisiyle düzensiz bir şekilde birikmiştir. Konfokal mikroskopi görüntüleri de, liflerin belirli bir düzene göre hizalanmadığını, bölgesel olarak kalınlık farklılıkları gösterdiğini ve mat yüzeylerinde dalgalı bir topografik yapı bulunduğunu doğrulamaktadır.

Şekil 6.8c ve d'de yer alan TB6 numunesine ait SEM görüntüleri ise daha homojen bir lif dağılımı ve daha tutarlı çaplara sahip lifler göstermektedir. Liflerin daha düzgün hizalandığı, yüzey pürüzlülüğünün azaldığı ve genel yapının daha kontrollü olduğu gözlenmiştir. Konfokal mikroskopi görüntüleri, lif çaplarında belirgin bir değişiklik olmadığını, liflerin daha dengeli dağıldığını ve mat yüzeyin daha düzgün olduğunu ortaya koymaktadır. TB1 numunesiyle kıyaslandığında, TB6 numunesi daha homojen ve kontrollü bir fiber yapısı sergilemekte olup, bu durum çözeltinin daha stabil olması ve elektrospindleme parametrelerinin daha etkili şekilde optimize edilmesiyle açıklanmaktadır. Bu iyileşmenin, 26,5 kV'luk daha yüksek bir voltaj uygulanması sayesinde elektroğirme jetinin daha stabil tutulabilmiş olmasından kaynaklandığı düşünülmektedir. Benzer şekilde, Choi ve ark. (2003), TEOS bazlı çözeltilerin elektrospindlemesinde uygulanan voltajın 10 kV yerine 12–16 kV aralığında artırılmasının daha ince ve düzgün liflerin oluşmasını sağladığını bildirmiştir [86]. Aynı şekilde, Loccufier ve ark. (2018), 20–25 kV aralığında uygulanan yüksek voltajlarla, boncuksuz ve ortalama 316 nm çapında silika nanoliflerin TEOS bazlı sol-jel sistemlerinden doğrudan elektrospindlebildiğini göstermiştir [87]. Bu literatür bulguları, bu çalışmada izlenen yaklaşımı desteklemektedir.



Şekil 6.9. NMC katkılı TEOS bazlı liflere ait SEM görüntüleri – TBN4: (a) 500×, (b) 1000×; TBN6: (c) 500×, (d) 1000×.

Şekil 6.9a ve b'deki TBN4 numunesine ait SEM görüntülerinde, özellikle 1000× görüntüde (b), kırmızı okla gösterilen yerde belirgin lif kopmaları ve sarı daireler içinde boncuk oluşumlarını görüyoruz. Lif sürekliliği bozulmuş ve bazı bölgelerde tam anlamıyla lif oluşamamış, bunun yerine boncuk benzeri yapılar meydana gelmiştir. Bu tür kopmalar ve boncuk oluşumu genellikle çözeltinin yetersiz viskozitesi, parçacıkların homojen dağılmaması veya yüzey geriliminin elektroegirme sürecinde yeterince kontrol edilememesiyle ilişkilidir. Konfokal mikroskopi görüntüleri de TBN4 numunesindeki düzensizliği açıkça göstermektedir. Boncuk oluşumu, liflerin yerel olarak birikmesine yol açmış ve daha büyük yapılar meydana gelmiştir. Ayrıca,

kopma noktalarındaki süreksizlik, ciddi yapısal bozukluklara neden olmuştur. TEOS+NMC bazlı bir çözelti kullanıldığı göz önünde bulundurulduğunda, NMC varlığının çözeltinin reolojik davranışını değiştirdiği, bu nedenle elektroegirme sırasında kararlı bir jet oluşumunu engellediği ve bunun sonucunda lif kopmaları ve boncuk oluşumu gözlemlendiği düşünülmektedir.

Şekil 6.9c ve d’de yer alan TBN6 numunesine ait SEM görüntülerinde ise liflerin daha düzenli dağıldığı, boncuk oluşumunun azaldığı ve daha kontrollü bir morfolojik yapı elde edildiği görülmektedir. Fiber çapında hâlâ bazı farklılıklar olsa da bu farklılıklar önceki numuneye kıyasla daha dar bir aralıkta kalmaktadır. Bu gözlem, konfokal mikroskopi görüntüleriyle de desteklenmiştir; liflerin daha uzun, daha düzgün ve sürekli olduğu, boncuk oluşumunun azaldığı ve yapının genel olarak daha düzenli olduğu görülmüştür. NMC katkısı bulunmasına rağmen, TBN6 numunesi daha tutarlı bir yapı sergilemiş olup, bu durum çözeltinin daha iyi homojenleştirilmiş olması veya elektroegirme parametrelerinin daha iyi optimize edilmesiyle açıklanabilir.

SEM görüntüleri detaylı biçimde incelendikten sonra, her bir örnekten 100 lifin çapı ölçülmüştür. Bu analizlerde ImageJ yazılımı kullanılmış ve elde edilen verilerle fiber çap dağılımları ve yapısal tutarlılık değerlendirilmiştir. Ölçülen ortalama lif çapları sırasıyla TB1 için 2.060 μm , TB6 için 0.345 μm , TBN4 için 2.471 μm ve TBN6 için 1.072 μm olarak belirlenmiştir. Çap dağılımı açısından, TB1 ve TBN4 numunelerinde lifler arasında ciddi farklılıklar tespit edilmiş ve bu durum yapıdaki düzensizliği ortaya koymuştur. TB1 numunesinde bazı liflerin oldukça kalın, bazılarının ise çok ince olduğu gözlenmiş, bu da düzensiz çap dağılımına neden olmuştur. Benzer şekilde, TBN4 numunesinde de belirgin çap değişimleri dikkat çekmiştir. NMC’nin TEOS solüne eklenmesinin lif çaplarını artırdığı gözlemlenmiştir.

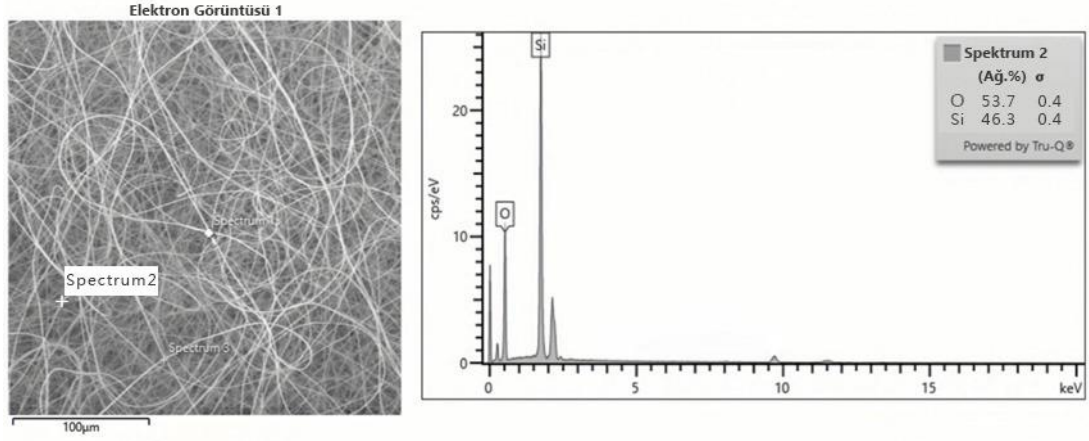
Öte yandan, TB6 ve TBN6 numuneleri daha dar çap dağılımları göstermiştir ve bu durum elektrospindleme sürecinin daha iyi kontrol edildiğini düşündürmektedir. TB6 numunesi, 0.345 μm (345nm) ile en küçük ortalama lif çapına sahip olup, dar dağılım aralığı çözeltinin uygun viskoziteye sahip olduğunu ve üretim sürecinin stabil bir şekilde gerçekleştirildiğini göstermektedir. TBN6 numunesinde ise ortalama lif çapı 1.072 μm olarak ölçülmüş; NMC katkısına rağmen çap dağılımı daha homojen kalmıştır.

Genel olarak, TB1 ve TBN4 numuneleri düzensiz yapılar sergilerken, TB6 ve TBN6 daha homojen fiber yapıları göstermiştir. Katkısız TEOS bazlı lifler arasında en küçük lif çapı ve en tutarlı yapı TB6 numunesinde elde edilirken, TB1 numunesi önemli çap farklılıklarıyla dikkat çekmiştir. NMC katkılı lifler arasında en düzensiz çap dağılımı TBN4 numunesinde gözlenirken, TBN6 numunesi daha kontrollü bir yapıya sahip olmuştur. NMC katkısı lif çaplarını artırsa da, üretim koşulları etkili şekilde optimize edildiğinde TBN6 örneğinde olduğu gibi daha homojen lifler elde edilebileceği görülmüştür. Elde edilen bulgular, lif çapı kontrolünün doğrudan seçilen elektroğirme parametrelerine bağlı olduğunu ve süreç optimizasyonunun yapısal tutarlılığın sağlanmasında kritik rol oynadığını ortaya koymaktadır. Gözlenen morfolojik bozuklukların, çözeltinin elektroğirme sırasında kararsız davranmasından veya üretim parametrelerinin lif oluşumunu yeterince kontrol edememesinden kaynaklandığı düşünülmektedir.

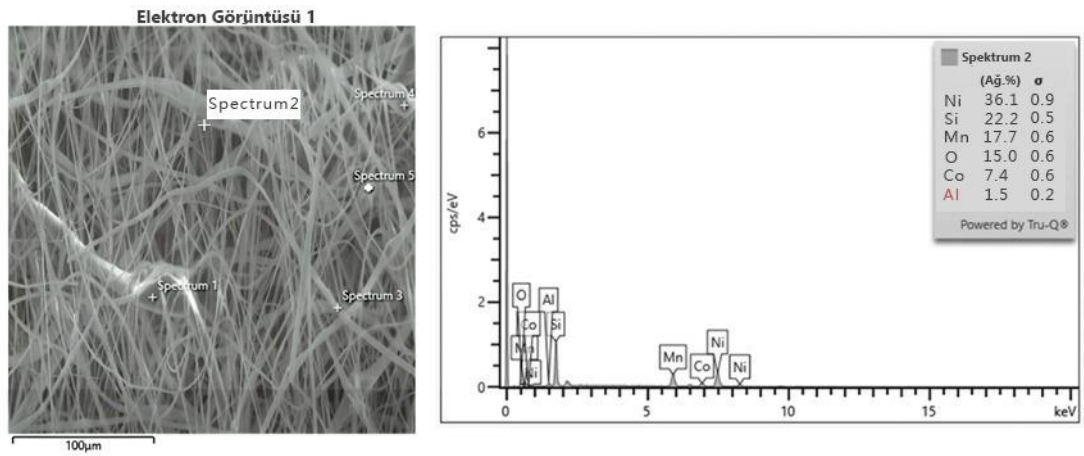
Bu bölümden itibaren yapılacak olan EDS, XRD, DTA ve EIS analizleri, önceki karakterizasyonlar sonucunda yapısal olarak en başarılı performansı gösterdiği belirlenen örnekler üzerinden gerçekleştirilmiştir. Bu örnekler; homojen fiber dağılımı, yüzey düzgünlüğü, elektroğirme kararlılığı ve katkı maddelerinin yapıya entegrasyonu gibi kriterler dikkate alınarak seçilmiştir. Böylece ileri analizlerin temsil gücü yüksek numuneler üzerinden yürütülmesi sağlanmış ve sonuçların güvenilirliği artırılmıştır.

6.3. Elementel Analiz Sonuçları

Bu bölümde, fiber yapıların elementel analizini değerlendirmek amacıyla Enerji Dağılımlı X-Işını Spektroskopisi (EDS) analizleri gerçekleştirilmiştir. Hem katkısız TEOS bazlı lifler hem de NMC içeren TEOS bazlı lifler için SEM mikrograflarından çeşitli noktalar seçilmiş ve bu noktalar üzerinden noktasal analizler yapılmıştır. Bu noktalar arasında, her numunenin karakteristik yapısını en iyi temsil ettiği düşünülen Spektrum 2 bölgesi detaylı analiz için tercih edilmiştir. Bu spektrumlar, malzemelerin genel kimyasal özelliklerini ortaya koymak amacıyla değerlendirilmiştir.



Şekil 6.10. Katkısız TEOS bazlı fiberin (TB6) EDS analiz sonuçları.



Şekil 6.11. NMC katkılı TEOS bazlı fiberin (TBN6) EDS analiz sonuçları.

Şekil 6.10’da gösterilen katkısız TEOS bazlı lif örneğinde, Spektrum 2 bölgesine ait EDS analizi oksijen (O) ve silisyum (Si) elementlerinin temel bileşenler olduğunu ortaya koymuştur. Oksijen oranı %53,7, silisyum oranı ise %46,3 olarak ölçülmüştür. Bu sonuçlar, TEOS’un hidrolize uğrayarak 80°C’de üç saatlik ön ısıtma işleminin ardından Si-O-Si bağlarının oluşumunu başlattığını ve çözeltinin elektroegirme için uygun hale geldiğini göstermektedir. Her ne kadar oluşan fiber tam anlamıyla yoğunlaşmış bir silika yapısı oluşturmamış olsa da, EDS sonuçlarında Si ve O elementlerinin baskınlığı, malzemenin yoğunlaşmış bir silika öncülü karakteri taşıdığını göstermektedir. Analizde gözlenen karbon (C) ve altın (Au) sinyalleri ise organik kalıntılar veya numune kaplama işlemi kaynaklı olabileceğinden değerlendirme dışı bırakılmıştır.

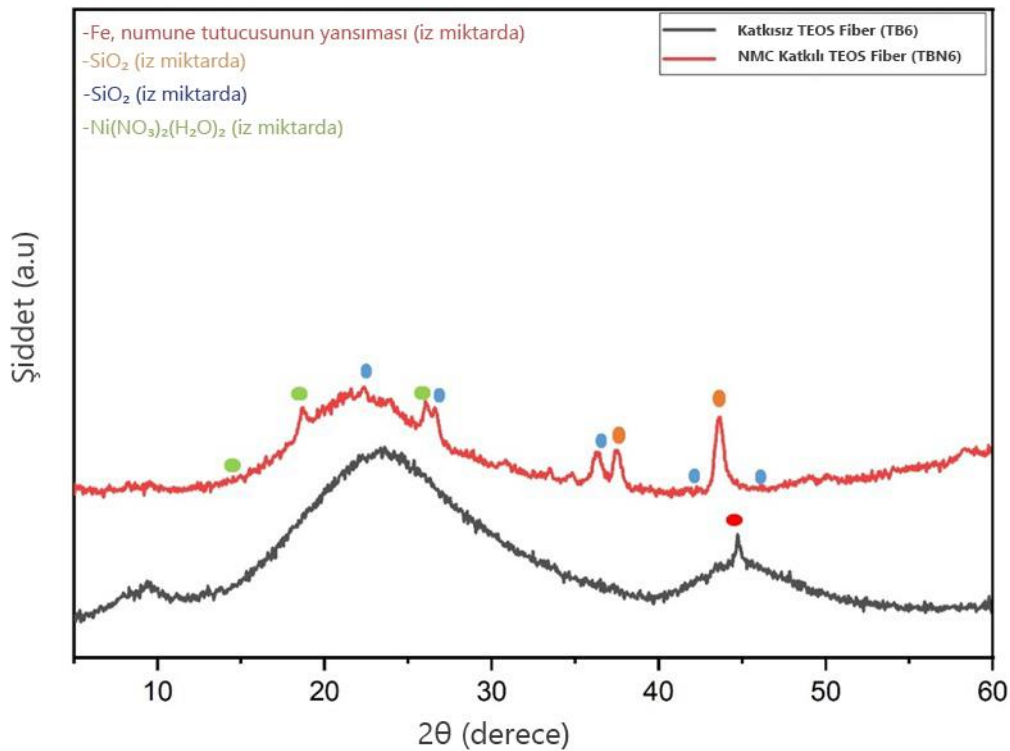
Şekil 6.11’de gösterilen NMC katkılı TEOS bazlı lif örneğinde ise, detaylı element analizleri için yine Spektrum 2 bölgesi seçilmiştir. EDS analiz sonuçlarına göre, fiber

bileşimi %36,1 oranında nikel (Ni), %22,2 silisyum (Si), %17,7 mangan (Mn), %15,0 oksijen (O), %7,4 kobalt (Co) ve %1,5 alüminyum (Al) içermektedir. Bu element dağılımı, NMC yapısının ana bileşenleri olan LiNiMnCoO_2 'nin TEOS bazlı fiber matrisine başarıyla entegre edildiğini doğrulamaktadır. Yukarıda belirtildiği gibi, karbon (C) ve altın (Au) sinyalleri dış kaynaklı veya numune hazırlık sürecine bağlı olabileceği için değerlendirmeye dahil edilmemiştir.

Sonuç olarak, EDS analizi katkısız TEOS bazlı lifler ile NMC katkılı örnekler arasındaki bileşim farkını açıkça ortaya koymuş ve NMC'nin elektroöğrılmış fiber yapısına başarıyla entegre edildiğini doğrulamıştır.

6.4. X-Işını Kırınımı (XRD) Analiz Sonuçları

650 °C'de bir saat süreyle ısıtılma tabi tutulmuş fiber örnekleri üzerinde X-Işını Kırınımı (XRD) analizi gerçekleştirilmiştir. Şekil 6.12'de katkısız TEOS lifi ile NMC katkılı TEOS lifine ait XRD desenleri sunulmaktadır.



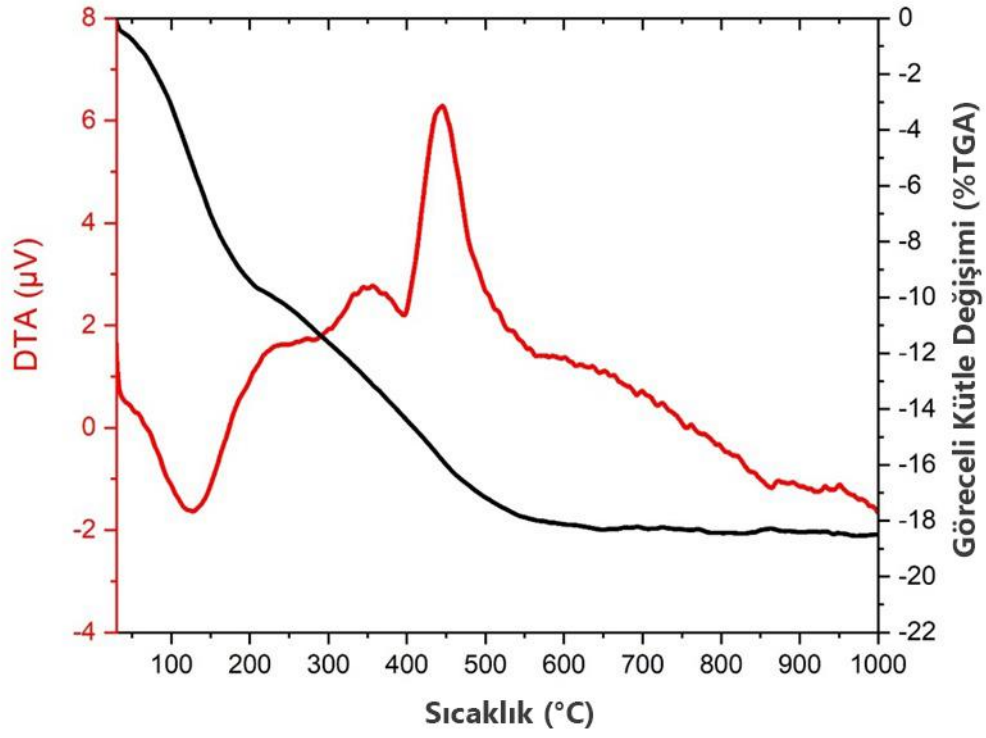
Şekil 6.12. Katkısız TEOS fiber (TB6) ve NMC katkılı TEOS fiber (TBN2) numunelerine ait XRD sonuçları.

Katkısız TEOS bazlı life ait XRD deseninde (siyah eğri), $2\theta \approx 23^\circ$ civarında geniş ve düşük şiddetli bir pik gözlenmektedir. Bu pik, amorf silika yapısına özgü olup, TEOS'un elektroegirme sürecinde yoğunlaşarak amorf Si-O-Si ağı oluşturduğunu göstermektedir. $2\theta \approx 45^\circ$ civarında kısmen belirgin bir pik ise fiber malzemesine değil, kullanılan Fe (demir) numune tutucusuna atfedilmektedir.

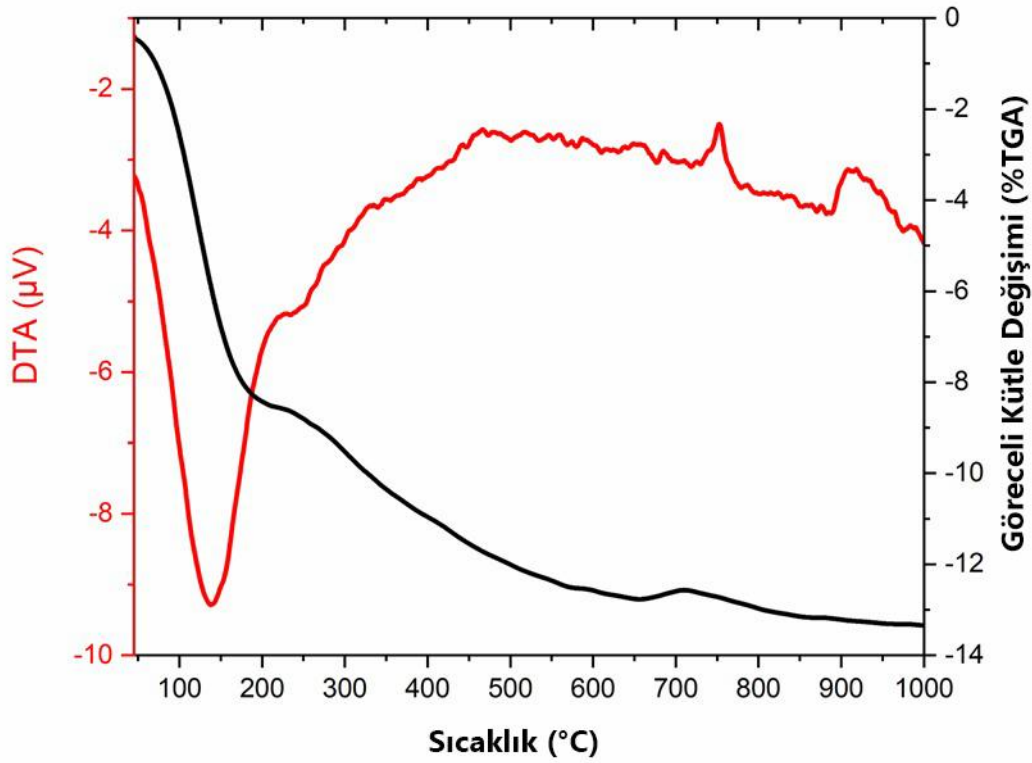
NMC katkılı TEOS lifine ait XRD deseninde (kırmızı eğri), katkısız örneğe kıyasla görece daha belirgin ancak hâlâ geniş difraksiyon pikleri gözlemlenmiştir. Bu yansıma desenleri, zayıf ya da erken evrede kristal fazların oluşumuna işaret etmektedir. $2\theta \approx 19^\circ$ civarındaki yeşil işaretli pik, şekilde de belirtildiği üzere $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 2(\text{H}_2\text{O})_2$ fazına karşılık gelmektedir. $2\theta \approx 38^\circ$ ve 44° civarındaki mavi işaretli pikler ise SiO_2 fazı ile ilişkilendirilmektedir. Bu piklerin tam anlamıyla keskin olmaması, yapıda tam gelişmiş bir kristal fazın henüz oluşmadığını göstermektedir. Ancak NMC katkısında yer alan elementlerin sistemde kısmi kristalleşmeyi tetiklediği anlaşılmaktadır. Bu bulgular, katkısız TEOS lifine kıyasla NMC katkısının yapıda kristallenmeyi orta düzeyde artırdığını ortaya koymaktadır.

6.5. Termal Analizler

Elektroegrilmiş katkısız TEOS ve NMC katkılı TEOS bazlı liflerin termal kararlılığı ve bozunma davranışı, Şekil 6.13 ve 6.14'te gösterildiği üzere TG/DTA analizi ile değerlendirilmiştir. Ölçümler, Linseis STA PT Serisi cihazı kullanılarak TG-DTA modunda, yaklaşık $30 \pm 0,05$ mg numune ile, hava atmosferinde, $10^\circ\text{C}/\text{dakika}$ ısıtma hızıyla, oda sıcaklığından 1000°C 'ye kadar olan sıcaklık aralığında gerçekleştirilmiştir.



Şekil 6.13. Katkısız TEOS bazlı fibere (TB6) ait TG/DTA eğrileri.



Şekil 6.14. NMC katkılı TEOS bazlı fibere (TBN6) ait TG/DTA eğrileri.

Şekil 6.13'te, katkısız TEOS lifine ait TG-DTA analizinde, 200 °C'ye kadar yaklaşık %10'luk bir kütle kaybı gözlemlenmiştir. Bu kayıp, sistemde fiziksel olarak adsorplanmış su ve kalıntı etanol gibi uçucu bileşenlerin uzaklaştırılmasına atfedilmektedir. 200 °C ile 600 °C aralığında, DTA eğrisinde dikkat çekici iki ekzotermik olay gözlenmiş olup, bu olaylar yaklaşık %9'luk ek bir kütle kaybına karşılık gelmekte ve kalan organik bileşenlerin bozunmasıyla ilişkilendirilmektedir. 600 °C üzerindeki sıcaklıklarda anlamlı bir kütle kaybının görülmemesi, organik içeriklerin tamamen giderildiğini ve termal olarak kararlı bir silika ağı oluştuğunu göstermektedir. Toplam kütle kaybı yaklaşık %19 olarak belirlenmiş olup, bu durum sistemdeki organik içeriğin düşük seviyede olduğunu ve uygulanan ısıtma işlem prosedürünün etkinliğini ortaya koymaktadır. Bu analiz, tamamen kurumuş ve termal olarak kararlı silika lif matlarının elde edilebilmesi için uygun ısıtma koşullarının belirlenmesine yönelik önemli bilgiler sunmaktadır. Elde edilen bulgular, Frontera ve ark. (2019) [90] tarafından bildirilen termal davranışla uyumludur.

Şekil 6.14'te sunulan TG-DTA sonuçları, NMC katkılı TEOS bazlı liflerin termal dayanımı ve bozunma davranışlarını incelemek amacıyla değerlendirilmiştir. İlk olarak, yaklaşık %8'lik kütle kaybı 200 °C civarında gözlemlenmiş olup, bu kayıp numune içerisindeki fiziksel olarak adsorplanmış su, etanol ve diğer uçucu bileşenlerin uzaklaştırılmasıyla ilişkilendirilmiştir. Bu sıcaklık aralığında yaklaşık 130 °C civarında görülen endotermik DTA piki, buharlaşma sürecini doğrulamaktadır.

200-650 °C aralığında, DTA eğrisinde geniş ve düzensiz bir ekzotermik bölge gözlemlenmiştir. Bu bölge ağırlıklı olarak, kısmen çapraz bağlı silanol gruplarının parçalanması ve matris içerisindeki kalan organik bileşenlerin (özellikle TEOS) ısıtma bozunmasıyla ilişkilidir. Bu sıcaklık aralığında gerçekleşen kütle kaybı yaklaşık %4 civarındadır. Ayrıca, bu bulgular NMC yapısında yer alan Ni, Mn ve Co bileşenlerinin oksidatif yeniden düzenlenmelerine de işaret edebilir.

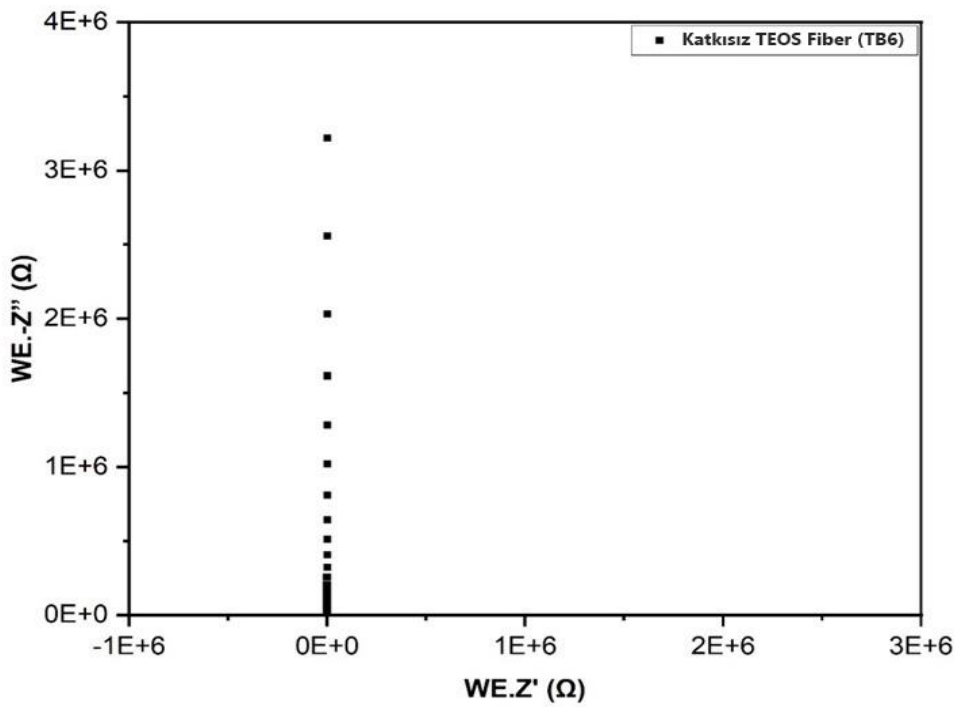
Yaklaşık 750 °C civarında belirgin bir ekzotermik pik ortaya çıkmıştır. Bu pikle eş zamanlı olarak, TG eğrisinde yaklaşık %1'lik küçük fakat belirgin bir kütle azalması gözlemlenmiştir. Bu pikin, NMC içeriğinde bulunan metal oksit fazlarının (özellikle NiO, Co₃O₄ vb.) kristalleşmesi veya faz geçişleriyle ilişkili olduğu düşünülmektedir.

900-1000 °C aralığında TG ve DTA eğrilerinde gözlemlenen küçük ölçekli değişiklikler ve ikinci ekzotermik pik, tam kristalleşmenin tamamlanmasından ziyade

yapısal yeniden düzenlenmeler veya yeni bir faz konfigürasyonuna geçiş ile ilişkili olabilir. Toplam kütle kaybı yaklaşık %13 olarak hesaplanmış ve 750 °C üzerindeki sıcaklıklarda kütle kaybının durması, fiber matrisinde yer alan organik artıkların büyük ölçüde giderildiğini ve termal olarak kararlı inorganik bir fiber yapısı oluştuğunu göstermektedir. TG analizinde gözlenen nispeten düşük toplam kütle kaybı, yüksek saflıkları ve termal kararlılıkları ile polimer içermeyen SiO₂ liflerinin temel avantajlarını öne çıkarmaktadır.

Sonuç olarak, bu analiz; hem katkısız hem de NMC katkılı TEOS esaslı liflerin termal kararlılığına ilişkin önemli bilgiler sunmakta ve organik kalıntıların bozunma sıcaklıklarını tanımlamaktadır. Ayrıca, sinterleme veya elektrokimyasal uygulamalardan önce gerekli ön kalsinasyon sıcaklıklarının belirlenmesi açısından da kritik bilgiler sağlamaktadır.

6.6. Elektrokimyasal Analizler

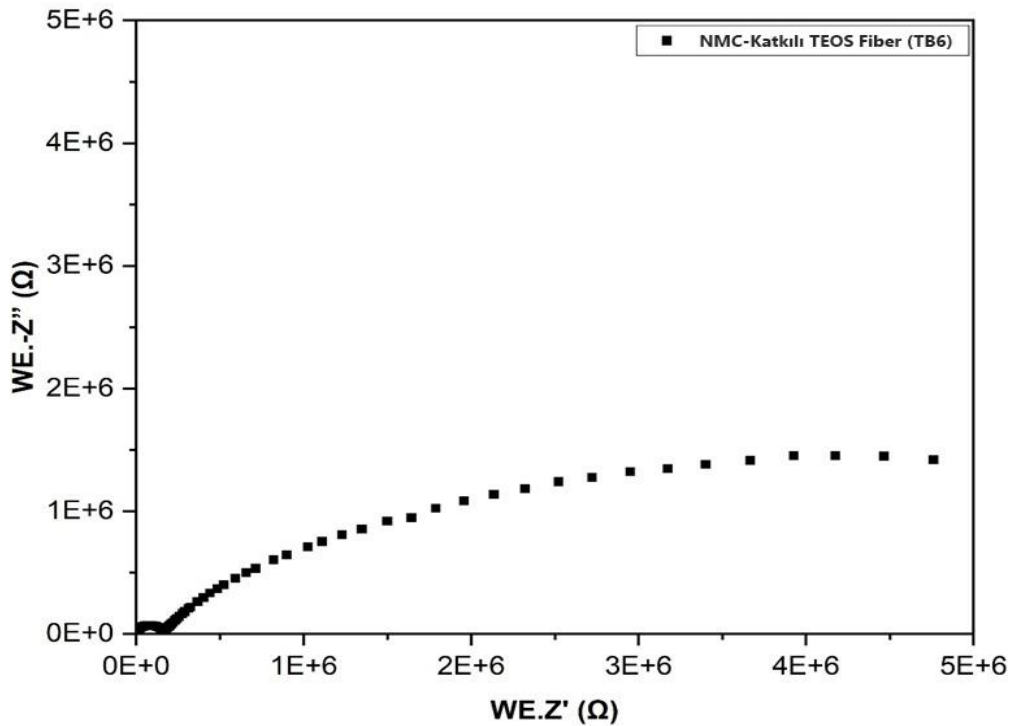


Şekil 6.15. Elektrokimyasal Empedans Spektroskopisi (EIS) ile elde edilen katkısız TEOS(TB6) lifine ait Nyquist Diyagramı.

Katkısız TEOS lifine ait elektrokimyasal empedans spektroskopisi (EIS) ölçümleri, sistemin ideal bir kapasitör gibi davrandığını açıkça ortaya koymaktadır. Şekil 6.15'te görüldüğü üzere, negatif imajiner eksen (Z'') boyunca uzanan neredeyse düz bir çizgi gözlemlenmektedir. Bu durum, yük transfer direncinin (R_{ct}) ihmal edilebilir düzeyde

olduğunu ve sistemin elektronik iletkenlikten yoksun olduğunu göstermektedir. İdeal bir kapasitörde olduğu gibi, empedansın reel (gerçek) kısmı sifıra yakındır ve elektrotlar arasında doğrudan elektron akışı yerine yalnızca yük birikimi gerçekleşmektedir. Bu bulgular, Bardini tarafından tanımlanan ideal kapasitif davranışla tamamen uyumludur (EIS 101, Bölüm 2.6.2) [91].

Elde edilen sonuçlar, katkısız TEOS liflerinin tamamen dielektrik karakterde olduğunu ve sistemde elektron transferi ya da aktif iyon taşıma mekanizmasının bulunmadığını net bir şekilde göstermektedir. Batarya uygulamaları açısından değerlendirildiğinde, bu yapı, elektronik iletkenliğinin yok denecek kadar az olması ve yük transfer süreçlerinin gözlenmemesi nedeniyle doğrudan aktif elektrot malzemesi olarak kullanılamaz. Bununla birlikte, yüksek empedans değeri ve kararlı yapısı, bu tür lifleri yalıtkan ara katman, elektrot kaplaması ya da pasif ara yüzey tabakası olarak batarya uygulamalarında uygun hale getirmektedir. Ayrıca, silika bazlı bileşikler ve TEOS'un bilinen yüksek mekanik dayanımı, kimyasal kararlılığı ve yüksek sıcaklık direnci gibi özellikleri göz önüne alındığında, bu kapasitif yapıların, yüksek ısı ve kimyasal dayanım gerektiren sistemlerde dielektrik destek malzemesi olarak potansiyel taşıdığı söylenebilir.



Şekil 6.16. Elektrokimyasal Empedans Spektroskopisi (EIS) ile elde edilen NMC Katılı TEOS(TBN6) lifine ait Nyquist Diyagramı.

Şekil 6.16'da gösterilen NMC katkılı TEOS lifine ait Nyquist diyagramı, sistemin ideal kapasitif davranıştan belirgin şekilde sapma gösterdiğini ve hem rezistif (dirençli) hem de kapasitif özelliklerin aynı anda mevcut olduğunu ortaya koymaktadır. Katkısız TEOS bazlı lif yapısı, imajiner eksen (Z'') boyunca neredeyse dik bir çizgi sergilerken, NMC katkılı numunede eğri gerçek eksene (Z') doğru eğilerek farklı bir profil çizmektedir. Ortaya çıkan empedans eğrisi, sistemin ideal kapasitif karakterden uzaklaştığını ve davranışında değişim başladığını işaret etmektedir. Her ne kadar tam bir yarım daire oluşmamış olsa da, gözlemlenen eğrilik, yük transfer süreçlerinin başladığını ve NMC katkısıyla birlikte elektronik iletkenlik yollarının oluşmaya başladığını göstermektedir. Katkısız TEOS lifine kıyasla, empedansın gerçek bileşeni (Z') belirgin şekilde artmıştır. Öte yandan, empedansın imajiner bileşeni (Z'') yüksek frekans bölgelerinde plato eğilimine girmekte olup, bu durum kısmi iletkenlik ve kapasitif yük birikimini yansıtmaktadır. Bu empedans davranışı, yük transferi ve çift tabaka oluşumu içeren elektrokimyasal sistemlerde yaygın olarak gözlenen empedans profilleriyle uyumludur ve Murbach ve ark. (2018) lityum iyon hücreleri üzerine yaptığı çalışmalarda da benzer şekilde bildirilmiştir. [92]

Sonuç olarak, TEOS fiber matrisine NMC'nin dahil edilmesi, sisteme rezistif özellikler kazandırmış ve sınırlı da olsa yük taşınım mekanizmalarının etkinleşmesini sağlamıştır. Bu durum, sistemin yalnızca dielektrik davranıştan uzaklaşarak daha iletken bir elektrokimyasal tepki vermeye başladığını göstermektedir. Nyquist diyagramında belirgin bir yarım daire oluşmaması, sistemin henüz tam anlamıyla aktif bir elektrot malzemesi gibi çalışmadığını ortaya koysa da, empedansın düşmesi ve iletkenliğin artması, bu yapının enerji depolama uygulamaları açısından umut verici bir temel oluşturduğunu göstermektedir.

7. GENEL SONUÇLAR

Bu çalışma, elektroğirme yöntemiyle üretilen Tetraetil Ortosilikat (TEOS) bazlı liflerin üretimini ve karakterizasyonunu kapsamlı bir şekilde incelemektedir. Üretilen liflerin morfolojik, kimyasal, termal ve elektrokimyasal özellikleri detaylı olarak analiz edilmiştir. Bu amaçla, Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM), Taramalı Lazer Konfokal Mikroskobu, Enerji Dağılımlı X-Işını Spektroskopisi (EDS), Fourier Dönüşümlü Kızılötesi Spektroskopisi (FTIR), X-Işını Kırınımı (XRD), Diferansiyel Termal Analiz (DTA) ve Elektrokimyasal Empedans Spektroskopisi (EIS) gibi çeşitli karakterizasyon teknikleri kullanılmıştır.

Elektroğirme sırasında lif oluşumu üzerindeki çözelti akış özelliklerinin etkisini değerlendirmek amacıyla viskozite ölçümleri gerçekleştirilmiştir. 80 °C’de 3 saat süreyle uygulanan ısıtma işlemi, TEOS çözeltisinin viskozitesini artırarak fiber üretimi için daha uygun ve kararlı hale getirmiştir. Ortalama viskozitesi 0.535 Pa·s olan ısıtma işlemi görmüş çözeltinin, elektroğirilebilir aralıkta yer aldığı belirlenmiştir. FTIR analiz sonuçları ise, oda sıcaklığında 0 dakikadan 24 saate kadar yaşlandırmaya tabi tutulan TEOS çözeltisinde reaksiyonların oldukça yavaş ilerlediğini ve belirgin bir ağ yapısının oluşumunun net şekilde izlenemediğini göstermiştir.

Elektroğirme parametrelerinden özellikle voltaj, akış hızı ve çözelti viskozitesi gibi etkenlerin fiber morfolojisi üzerindeki etkileri incelenmiştir. Lif çapı ve yapısal homojenliğin bu parametrelere büyük ölçüde bağlı olduğu görülmüştür. Yüksek voltaj ve düşük akış hızları, genellikle daha düzgün ve homojen lifler elde edilmesini sağlarken; düşük voltaj veya yüksek akış hızları düzensiz lif birikimine yol açmıştır. Ayrıca, NMC (Nikel-Mangan-Kobalt oksit) katkısının lif morfolojisini etkilediği ve yapısal homojenliği azalttığı gözlemlenmiştir.

EDS analizleri, katkısız TEOS liflerinin oksijen (O) ve silisyum (Si) içerdiğini doğrularken; NMC katkılı liflerde nikel (Ni), mangan (Mn) ve kobalt (Co) elementlerinin fiber matrisine başarıyla entegre edildiği gösterilmiştir. XRD analizleri, katkısız TEOS liflerinin ısıtma sonrası amorf yapısını koruduğunu, NMC katkısının

ise zayıf ve geniş kırınım piklerinin ortaya çıkmasına yol açarak matris içerisinde kısmi kristalleşme başlangıcını işaret ettiğini göstermiştir.

TG-DTA analizleri, katkısız TEOS liflerinde 200 °C'ye kadar yaklaşık %10 oranında kütle kaybı gözlemlendiğini ve bunun uçucu bileşenlerin (su, etanol) buharlaşmasına bağlı olduğunu ortaya koymuştur. 200-600 °C aralığında, kalan organik artıkların bozunmasıyla ilişkili ekzotermik reaksiyonlar izlenmiş, 600 °C'nin üzerinde anlamlı bir kütle kaybı gözlenmemiştir. Yaklaşık %19'luk toplam kütle kaybı, fiber matrisinin termal olarak stabilize olduğunu göstermektedir. NMC katkılı TEOS bazlı liflerde ise, ilk volatilizasyonun ardından 750 °C civarında belirgin bir ekzotermik pik ve 900–1000 °C aralığında ikincil bir pik gözlenmiştir; bu durum, metal oksit fazlarının (NiO, Co₃O₄ vb.) ilerleyen kristalleşmesini işaret etmektedir. Yaklaşık %13'lük toplam kütle kaybı, organik artıkların neredeyse tamamen uzaklaştırıldığını ve ortaya çıkan yapının yüksek sıcaklık veya elektrokimyasal uygulamalara uygun, termal olarak kararlı inorganik bir fiber yapısı sunduğunu göstermektedir.

Elektrokimyasal empedans spektroskopisi (EIS) sonuçları, katkısız TEOS liflerinin ideal bir kapasitör gibi davrandığını açıkça göstermektedir. Nyquist diyagramında, imajiner eksen (Z'') boyunca neredeyse dikey bir çizgi gözlemlenmiş ve bu durum, yük transfer direncinin (R_{ct}) ihmal edilebilir düzeyde olduğunu ve elektronik iletkenliğin bulunmadığını göstermektedir. Bu davranış, sistemin aktif iyon veya elektron taşınımı içermeyen tamamen dielektrik karakterde olduğunu doğrulamaktadır. Bu nedenle katkısız TEOS lifleri doğrudan separatör malzemesi olarak kullanılamaz; ancak yüksek empedansı ve yapısal kararlılığı, bu lifleri yalıtkan ara katman, koruyucu kaplama veya pasif arayüz tabakası gibi bataryalarda kullanıma uygun hale getirmektedir.

Buna karşılık, NMC katkılı TEOS lifleri, ideal kapasitif davranıştan belirgin sapma göstererek hem kapasitif hem de rezistif özellikler sergilemiştir. Nyquist diyagramında gözlenen eğrilik, empedansın gerçek bileşeninin (Z') ortaya çıktığını ve yük transfer direncinin (R_{ct}) oluşmaya başladığını göstermektedir. İmajiner bileşen (Z'') ise yüksek frekans bölgelerinde plato eğilimi göstermiş ve bu durum, kısmi iletkenlik ve kapasitif yük birikimi oluşumunu işaret etmiştir. Bu davranış, sistemin artık ideal bir kapasitör gibi davranmadığını, bunun yerine kısmen iletken bir elektrokimyasal yapı özelliği kazanmaya başladığını göstermektedir.

Sonuç olarak, her ne kadar NMC katkılı TEOS lifleri tam anlamıyla aktif bir elektrot malzemesi gibi davranmasa da, gözlemlenen empedans düşüşü ve iletkenlikteki artış, bu yapıların enerji depolama sistemlerinde gelecekteki uygulamaları için umut verici bir temel oluşturduğunu göstermektedir.

Bu çalışmada elde edilen bulgular doğrultusunda, ilerleyen araştırmalarda NMC katkısının artırılarak ya da karbon/grafen gibi iletken katkılarla zenginleştirilerek, lif yapısı üzerindeki morfolojik, yapısal ve elektrokimyasal etkilerinin sistematik olarak incelenmesi önerilmektedir. Katkı oranının artırılmasıyla birlikte iletkenlikte ve empedans değerlerinde meydana gelebilecek değişimlerin, liflerin enerji depolama sistemlerinde aktif veya yardımcı bileşen olarak kullanım potansiyelini daha net ortaya koyabileceği düşünülmektedir. Ayrıca, farklı metal oksit katkıları ya da iletken polimerlerle karşılaştırmalı çalışmalar yürütülerek, TEOS bazlı liflerin çok işlevli hale getirilmesi mümkündür. Bu kapsamda, liflerin sadece karakterizasyonu ile sınırlı kalmayıp, tam hücreli batarya sistemlerinde ayırıcı, kaplama ya da pasif arayüz tabakası gibi işlevlerle test edilmesi, uygulamaya dönük değerlendirmeler açısından fayda sağlayacaktır. Ek olarak, ısıtma işlem koşullarının optimize edilmesi, yüzey fonksiyonelleştirmeye yönelik çalışmalar yapılması ve uzun vadeli termal/kimyasal stabilite testleri ile fiber yapısının endüstriyel koşullara uygunluğu daha sağlıklı biçimde değerlendirilebilir.



KAYNAKLAR

- [1] Shi, X., Wang, H., Yang, L., Ding, B., & Li, D. (2015). Electrospinning of nanofibers and their applications for energy devices: A review. *Journal of Nanomaterials*, 2015, Article ID 140716. <https://doi.org/10.1155/2015/140716>
- [2] Shahhosseini, M., Bazgir, S., & Daliri Joupari, M. (2018). Fabrication and investigation of silica nanofibers via electrospinning. *Materials Science & Engineering C*, 91, 502–511. <https://doi.org/10.1016/j.msec.2018.05.068>
- [3] Reddy, A. B., Reddy, G. S. M., Sivanjineyulu, V., Jayaramudu, J., Varaprasad, K., & Sadiku, E. R. (2016). Hydrophobic/hydrophilic nanostructured polymer blends. In S. Thomas, Y. Grohens, & Y. H. Seo (Eds.), *Design and Applications of Nanostructured Polymer Blends and Nanocomposite Systems* (1st ed., pp. 385–407). Elsevier. <https://doi.org/10.1016/B978-0-323-39408-6.00016-9>
- [4] Toskas, G., Cherif, C., Hund, R.-D., Laourine, E., Mahltig, B., Fahmi, A., Heinemann, C., & Hanke, T. (2013). Chitosan(PEO)/silica hybrid nanofibers as a potential biomaterial for bone regeneration. *Carbohydrate Polymers*, 94(2), 713–722. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2013.01.068>
- [5] Talebian, S., Afifi, A. M., Hatami, M., Bazgir, S., & Khanlou, H. M. (2014). Preparation and characterisation of electrospun silica nanofibres. *Materials Research Innovations*, 18(sup6), S6-510–S6-514. <https://doi.org/10.1179/1432891714Z.00000000001034>
- [6] Garg, K., & Bowlin, G. L. (2011). Electrospinning jets and nanofibrous structures. *Biomicrofluidics*, 5(1), 013403. <https://doi.org/10.1063/1.3567097>
- [7] Rafiei, S., Maghsoodlou, S., Saberi, M., Lotfi, S., Motaghitalab, V., Noroozi, B., & Haghi, A. K. (2014). New horizons in modeling and simulation of electrospun nanofibers: A detailed review. *Cellulose Chemistry and Technology*, 48(5–6), 401–424. <https://www.researchgate.net/publication/286213679>
- [8] Chronakis, I. S. (2005). Novel nanocomposites and nanoceramics based on polymer nanofibers using electrospinning process—A review. *Journal of Materials Processing Technology*, 167(2–3), 283–293. <https://doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2005.06.053>
- [9] Greiner, A., & Wendorff, J. H. (2007). Electrospinning: A fascinating method for the preparation of ultrathin fibers. *Angewandte Chemie International Edition*, 46(30), 5670–5703. <https://doi.org/10.1002/anie.200604646>
- [10] Li, D., & Xia, Y. (2004). Electrospinning of nanofibers: Reinventing the wheel? *Advanced Materials*, 16(14), 1151–1170. <https://doi.org/10.1002/adma.200400719>

- [11] Khenoussi, N., Schacher, L., & Adolphe, D. C. (2012). Nanofiber production: Study and development of electrospinning device. *Experimental Techniques*, 36(2), 32–39. <https://doi.org/10.1111/j.1747-1567.2011.00704.x>
- [12] Pirzada, T., Arvidson, S. A., Saquing, C. D., Shah, S. S., & Khan, S. A. (2012). Hybrid Silica–PVA Nanofibers via Sol–Gel Electrospinning. *Langmuir*, 28(15), 5834–5844. <https://doi.org/10.1021/la300049j>
- [13] Choi, S.-S., Lee, S. G., Im, S. S., Kim, S. H., & Joo, Y. L. (2003). Silica nanofibers from electrospinning/sol-gel process. *Journal of Materials Science Letters*, 22(13), 891–893. <https://doi.org/10.1023/A:1024475022937>
- [14] Procházka, V., Havlík Míka, M., & Kočí, J. (2022). Characterization of precursor sols for preparation of silica based nanofibers. *Journal of Physics: Conference Series*, 2382(1), 012018. <https://doi.org/10.1088/1742-6596/2382/1/012018>
- [15] Li, D., Wang, Z.-H., Zhu, Y.-S., You, F., Zhou, S.-T., Li, G., Zhang, X.-F., & Zhou, C. (2022). Synergistically improved flame retardancy of the cotton fabric finished by silica-coupling agent-zinc borate hybrid sol. *Journal of Industrial Textiles*, 51(5S), 8297S–8322S. <https://doi.org/10.1177/15280837211028800>
- [16] Issa, A. A., & Luyt, A. S. (2019). Kinetics of alkoxysilanes and organoalkoxysilanes polymerization: A review. *Polymers*, 11(3), 537. <https://doi.org/10.3390/polym11030537>
- [17] Sato, Y., Sugimoto, A., Iwashina, T., Hayami, R., Yamamoto, K., & Gunji, T. (2023). Hydrolysis and condensation behavior of tetraethoxysilane, hexaethoxydisiloxane, and octaethoxytrisiloxane. *Journal of Sol-Gel Science and Technology*, 108(1), 377–391. <https://doi.org/10.1007/s10971-023-06159-x>
- [18] Goutam, D., Karmakar, B., & Ganguli, D. (2000). Hydrolysis and condensation reactions of TEOS in the presence of acetic acid leading to the generation of glass-like silica microspheres. *Journal of Materials Chemistry*, 10(9), 2289–2293. <https://doi.org/10.1039/B003221M>
- [19] Mhdi, B. R., Hamode, J. F., Aljaber, N. A., & Kalad, A. H. (2013). Synthesis a sol-gel for chemical fiber sensor. *International Journal of Advances in Applied Sciences (IJAAS)*, 2(4), 217–220. <http://iaesjournal.com/online/index.php/IJAAS/article/view/617>
- [20] Loccufier, E., Geltmeyer, J., Esquivel, D., D’hooge, D. R., De Buysser, K., & De Clerck, K. (2019). Electrospinning of silica nanofibers without carrier polymer for advanced engineering applications. In *Proceedings of the 19th World Textile Conference (AUTEX2019): Textiles at the Crossroads* (pp. 11–15). Ghent, Belgium. <http://hdl.handle.net/1854/LU-8620308>
- [21] Jalali, S., Kruppke, I., Enghardt, S., Wiesmann, H.-P., & Kruppke, B. (2023). Silica nanofibers with enhanced wettability and mechanical strength for bone tissue engineering: Electrospinning without polymer carrier and subsequent heat treatment. *Macromolecular Materials and Engineering*, 309(1), 2300169. <https://doi.org/10.1002/mame.202300169>

- [22] Han, Y., Zhang, L., & Yang, W. (2024). Synthesis of mesoporous silica using the sol–gel approach: Adjusting architecture and composition for novel applications. *Nanomaterials*, 14(903), 1–20. <https://doi.org/10.3390/nano14110903>
- [23] Manthiram, A. (2020). A reflection on lithium-ion battery cathode chemistry. *Nature Communications*, 11, Article 1550. <https://doi.org/10.1038/s41467-020-15355-0>
- [24] Liu, X., Li, K., & Li, X. (2018). The electrochemical performance and applications of several popular lithium-ion batteries for electric vehicles: A review. *Communications in Computer and Information Science*, 892, 212–223. https://doi.org/10.1007/978-981-13-2381-2_19
- [25] Wu, Y., Sun, Y., Tong, Y., Liu, X., Zheng, J., Han, D., Li, H., & Niu, L. (2021). Recent advances in potassium-ion hybrid capacitors: Electrode materials, storage mechanisms and performance evaluation. *Energy Storage Materials*, 41, 108–132. <https://doi.org/10.1016/j.ensm.2021.05.045>
- [26] Klusoňová, N., Sedláčková, E., Bursa, R., Procházka, V., Dvořáková, P., Jílková, K., Jankovský, O., Macháček, J., & Havlík Míka, M. (2025). Spinel glass fibers for application in solid-state batteries. *Materials Letters*, 383, 138016. <https://doi.org/10.1016/j.matlet.2025.138016>
- [27] Nayak, R., Padhye, R., Kyratzis, I. L., Truong, Y. B., & Arnold, L. (2011). Recent advances in nanofibre fabrication techniques. *Textile Research Journal*, 82(2), 129–147. <https://doi.org/10.1177/0040517511424524>
- [28] Almetwally, A. A., El-Sakhawy, M., Elshakankery, M. H., & Kasem, M. H. (2017). Technology of nano-fibers: Production techniques and properties – Critical review. *Journal of the Textile Association*, May–June, 5–14. <https://www.researchgate.net/publication/322774945>
- [29] Raghvendra, K. M., & Sravanthi, L. (2017). Fabrication techniques of micro/nano fibres based nonwoven composites: A review. *Modern Chemistry & Applications*, 5(1), 206. <https://doi.org/10.4172/2329-6798.1000206>
- [30] Pu, Y., Zheng, J., Chen, F., Long, Y., Wu, H., Li, Q., Yu, S., Wang, X., & Ning, X. (2018). Preparation of polypropylene micro and nanofibers by electrostatic-assisted melt blown and their application. *Polymers*, 10(9), 959. <https://doi.org/10.3390/polym10090959>
- [31] Drabek, J., & Zatloukal, M. (2019). Meltblown technology for production of polymeric microfibers/nanofibers: A review. *Physics of Fluids*, 31(9), 091301. <https://doi.org/10.1063/1.5116336>
- [32] Alghoraibi, I., & Alomari, S. (2018). Different methods for nanofibers design and fabrication. In A. Barhoum, M. Bechelany, & A. Makhoulf (Eds.), *Handbook of Nanofibers* (pp. 1–46). Springer. https://doi.org/10.1007/978-3-319-42789-8_11-2
- [33] Garg, T., Rath, G., & Goyal, A. K. (2014). Biomaterials-based nanofiber scaffold: Targeted and controlled carrier for cell and drug delivery. *Journal of Drug Targeting*, 22(10), 913–930. <https://doi.org/10.3109/1061186X.2014.992899>

- [34] Xing, X., Wang, Y., & Li, B. (2008). Nanofiber drawing and nanodevice assembly in poly(trimethylene terephthalate). *Optics Express*, 16(14), 10815–10822. <https://doi.org/10.1364/OE.16.010815>
- [35] Ifegwu, O. C., & Anyakora, C. (2018). The place of electrospinning in separation science and biomedical engineering. In *Electrospinning Method Used to Create Functional Nanocomposites Films* (Chapter 3). IntechOpen. <https://doi.org/10.5772/intechopen.77221>
- [36] Zhang, Z., Chen, B., Lai, Z., Wang, J., & Duan, Y. (2020). Spinning solution flow model in the nozzle and experimental study of nanofibers fabrication via high speed centrifugal spinning. *Polymer*, 205, 122794. <https://doi.org/10.1016/j.polymer.2020.122794>
- [37] Bognitzki, M., Czado, W., Frese, T., Schaper, A., Hellwig, M., Steinhart, M., Greiner, A., & Wendorff, J. H. (2001). Nanostructured fibers via electrospinning. *Advanced Materials*, 13(1), 70–72. [https://doi.org/10.1002/1521-4095\(200101\)13:1<70::AID-ADMA70>3.0.CO;2-H](https://doi.org/10.1002/1521-4095(200101)13:1<70::AID-ADMA70>3.0.CO;2-H)
- [38] Tipper, M., & Guillemois, E. (2016). Developments in the use of nanofibres in nonwovens. In S. J. Russell (Ed.), *Advances in Technical Nonwovens* (pp. 113–132). Elsevier. <https://doi.org/10.1016/B978-0-08-100575-0.00004-8>
- [39] Subbotin, A. V., & Semenov, A. N. (2015). Electrohydrodynamics of stationary cone-jet streaming. *Proceedings of the Royal Society A: Mathematical, Physical and Engineering Sciences*, 471(2180), 20150290. <https://doi.org/10.1098/rspa.2015.0290>
- [40] Keirouz, A., Wang, Z., Reddy, V. S., Nagy, Z. K., Vass, P., Buzgo, M., Ramakrishna, S., & Radacsi, N. (2023). The history of electrospinning: Past, present, and future developments. *Advanced Materials Technologies*, 8(11), 2201723. <https://doi.org/10.1002/admt.202201723>
- [41] Çeliközlü, S. (2023). Biyoaktif bileşiklerin elektrospinning yöntemi ile nanoenkapsülasyonu. In *Fonksiyonel Gıdalar* (Bölüm 8). Özgür Yayınları. <https://doi.org/10.58830/ozgur.pub393.c1560>
- [42] Xue, J., Wu, T., Dai, Y., & Xia, Y. (2019). Electrospinning and electrospun nanofibers: Methods, materials, and applications. *Chemical Reviews*, 119(8), 5298–5415. <https://doi.org/10.1021/acs.chemrev.8b00593>
- [43] Li, Y., Zhu, J., Cheng, H., Li, G., Cho, H., Jiang, M., Gao, Q., & Zhang, X. (2021). Developments of advanced electrospinning techniques: A critical review. *Advanced Materials Technologies*, 6(11), 2100410. <https://doi.org/10.1002/admt.202100410>
- [44] Ji, D., Lin, Y., Guo, X., Ramasubramanian, B., Wang, R., Radacsi, N., Jose, R., Qin, X., & Ramakrishna, S. (2024). Electrospinning of nanofibres. *Nature Reviews Methods Primers*, 4, 1. <https://doi.org/10.1038/s43586-023-00278-z>
- [45] Chinnappan, B. A., Krishnaswamy, M., Xu, H., & Hoque, M. E. (2022). Electrospinning of biomedical nanofibers/nanomembranes: Effects of process parameters. *Polymers*, 14(18), 3719. <https://doi.org/10.3390/polym14183719>

- [46] Duan, Q., Peng, W., He, J., Zhang, Z., Wu, Z., Zhang, Y., Wang, S., & Nie, S. (2023). Rational design of advanced triboelectric materials for energy harvesting and emerging applications. *Small Methods*, 7(1), 2201251. <https://doi.org/10.1002/smtd.202201251>
- [47] Liu, Y., Wang, Y., Lee, C.-H., Kan, C.-W., & Lu, X. (2024). Influence of electrospinning parameters on the morphology of electrospun poly(3-hydroxybutyrate-co-3-hydroxyvalerate) fibrous membranes and their application as potential air filtration materials. *Polymers*, 16(1), 154. <https://doi.org/10.3390/polym16010154>
- [48] Eda, G., & Shivkumar, S. (2007). Bead-to-fiber transition in electrospun polystyrene. *Journal of Applied Polymer Science*, 106(1), 475–487. <https://doi.org/10.1002/app.25907>
- [49] Koski, A., Yim, K., & Shivkumar, S. (2004). Effect of molecular weight on fibrous PVA produced by electrospinning. *Materials Letters*, 58(3–4), 493–497. [https://doi.org/10.1016/S0167-577X\(03\)00532-9](https://doi.org/10.1016/S0167-577X(03)00532-9)
- [50] Casper, C. L., Stephens, J. S., Tassi, N. G., Chase, D. B., & Rabolt, J. F. (2004). Controlling surface morphology of electrospun polystyrene fibers: Effect of humidity and molecular weight in the electrospinning process. *Macromolecules*, 37(2), 573–578. <https://doi.org/10.1021/ma0351975>
- [51] Haghi, A. K., & Akbari, M. (2007). Trends in electrospinning of natural nanofibers. *Physica Status Solidi (a)*, 204(6), 1830–1834. <https://doi.org/10.1002/pssa.200675301>
- [52] Tan, S.-H., Inai, R., Kotaki, M., & Ramakrishna, S. (2005). Systematic parameter study for ultra-fine fiber fabrication via electrospinning process. *Polymer*, 46(16), 6128–6134. <https://doi.org/10.1016/j.polymer.2005.05.068>
- [53] McKee, M. G., Layman, J. M., Cashion, M. P., & Long, T. E. (2006). Phospholipid nonwoven electrospun membranes. *Science*, 311(5759), 353–355. <https://doi.org/10.1126/science.1119790>
- [54] Sharma, G. K., & James, N. R. (2022). Electrospinning: The technique and applications. In *Recent Developments in Nanofibers Research* (Chapter 1). IntechOpen. <https://doi.org/10.5772/intechopen.105804>
- [55] Amariei, N., Manea, L. R., Berteau, A. P., Berteau, A., & Popa, A. (2017). The influence of polymer solution on the properties of electrospun 3D nanostructures. *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*, 209(1), 012092. <https://doi.org/10.1088/1757-899X/209/1/012092>
- [56] Bhardwaj, N., & Kundu, S. C. (2010). Electrospinning: A fascinating fiber fabrication technique. *Biotechnology Advances*, 28(3), 325–347. <https://doi.org/10.1016/j.biotechadv.2010.01.004>
- [57] Yang, Q., Li, Z., Hong, Y., Zhao, Y., Qiu, S., Wang, C., & 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. <https://doi.org/10.1002/polb.20222>
- [58] Stanger, J., Tucker, N., Kirwan, K., & Staiger, M. P. (2009). Effect of charge density on the Taylor cone in electrospinning. *International Journal of Modern Physics B*, 23(6–7), 1956–1961. <https://doi.org/10.1142/S0217979209061892>

- [59] Zong, X., Kim, K., Fang, D., Ran, S., Hsiao, B. S., & Chu, B. (2002). Structure and process relationship of electrospun bioabsorbable nanofiber membranes. *Polymer*, 43(16), 4403–4412. [https://doi.org/10.1016/S0032-3861\(02\)00275-6](https://doi.org/10.1016/S0032-3861(02)00275-6)
- [60] Huang, Z.-M., Zhang, Y.-Z., Kotaki, M., & Ramakrishna, S. (2003). A review on polymer nanofibers by electrospinning and their applications in nanocomposites. *Composites Science and Technology*, 63(15), 2223–2253. [https://doi.org/10.1016/S0266-3538\(03\)00178-7](https://doi.org/10.1016/S0266-3538(03)00178-7)
- [61] Reneker, D. H., Yarin, A. L., Fong, H., & Koombhongse, S. (2000). Bending instability of electrically charged liquid jets of polymer solutions in electrospinning. *Journal of Applied Physics*, 87(9), 4531–4547. <https://doi.org/10.1063/1.373532>
- [62] Abdulhussain, R., Adebisi, A., Conway, B. R., & Asare-Addo, K. (2023). Electrospun nanofibers: Exploring process parameters, polymer selection, and recent applications in pharmaceuticals and drug delivery. *Journal of Drug Delivery Science and Technology*, 90, 105156. <https://doi.org/10.1016/j.jddst.2023.105156>
- [63] Demir, M. M., Yilgor, I., Yilgor, E., & Erman, B. (2002). Electrospinning of polyurethane fibers. *Polymer*, 43(11), 3303–3309. [https://doi.org/10.1016/S0032-3861\(01\)00336-6](https://doi.org/10.1016/S0032-3861(01)00336-6)
- [64] Deitzel, J. M., Krauthauser, C., Harris, D., Pergantis, C., & Kleinmeyer, J. (2006). Key parameters influencing the onset and maintenance of the electrospinning jet. In D. H. Reneker et al. (Eds.), *Polymeric Nanofibers* (ACS Symposium Series No. 918, pp. 56–73). American Chemical Society. <https://doi.org/10.1021/bk-2006-0918.ch005>
- [65] Krishnappa, R. V. N., Desai, K., & Sung, C. (2003). Morphological study of electrospun polycarbonates as a function of the solvent and processing voltage. *Journal of Materials Science*, 38(11), 2357–2365. <https://doi.org/10.1023/A:1024496810880>
- [66] Chigome, S., & Torto, N. (2012). Electrospun nanofiber-based solid-phase extraction. *Trends in Analytical Chemistry*, 38, 21–31. <https://doi.org/10.1016/j.trac.2012.04.011>
- [67] Al-Jbour, N. D., Beg, M. D., Gimbut, J., & Alam, A. K. M. M. (2019). An overview of chitosan nanofibers and their applications in the drug delivery process. *Current Drug Delivery*, 16(2), 000–000. <https://doi.org/10.2174/1567201816666190123121425>
- [68] Haider, A., Haider, S., & Kang, I.-K. (2018). A comprehensive review summarizing the effect of electrospinning parameters and potential applications of nanofibers in biomedical and biotechnology. *Arabian Journal of Chemistry*, 11(8), 1165–1188. <https://doi.org/10.1016/j.arabjc.2015.11.015>
- [69] Yuan, X. Y., Zhang, Y. Y., Dong, C. H., & Sheng, J. (2004). Morphology of ultrafine polysulfone fibers prepared by electrospinning. *Polymer International*, 53(11), 1704–1710. <https://doi.org/10.1002/pi.1538>
- [70] Angel, N., Li, S., & Kong, L. (2024). Emerging applications of nanofibers electrospun from carbohydrate polymers. *Journal of Future Foods*, 4(4), 289–299. <https://doi.org/10.1016/j.jfutfo.2023.11.001>

- [71] Qin, X., & Subianto, S. (2017). Electrospun nanofibers for filtration applications. In D. Ramakrishna & S. Ramakrishna (Eds.), *Electrospun Nanofibers* (1st ed., Vol. 1, pp. 449–466). Elsevier. <https://doi.org/10.1016/B978-0-08-100907-9.00017-9>
- [72] Mamun, A., Blachowicz, T., & Sabantina, L. (2021). Electrospun nanofiber mats for filtering applications—Technology, structure and materials. *Polymers*, 13(9), 1368. <https://doi.org/10.3390/polym13091368>
- [73] Graham, K., Ouyang, M., Raether, T., Grafe, T., McDonald, B., & Knauf, P. (2002). Polymeric nanofibers in air filtration applications. *Proceedings of the American Filtration & Separations Society Conference*, 15(1), 1–6.
- [74] Liu, H., Lai, W., Shi, Y., Tian, L., Li, K., Bian, L., Xi, Z., & Lin, B. (2024). One-step fast fabrication of electrospun fiber membranes for efficient particulate matter removal. *Polymers*, 16(2), 209. <https://doi.org/10.3390/polym16020209>
- [75] Wang, X., Cheng, W., Wang, D., Ni, X., & Han, G. (2019). Electrospun polyvinylidene fluoride-based fibrous nanocomposite membranes reinforced by cellulose nanocrystals for efficient separation of water-in-oil emulsions. *Journal of Membrane Science*, 575, 71–79. <https://doi.org/10.1016/j.memsci.2018.12.057>
- [76] Alharbi, A. R., Alarifi, I. M., Khan, W. S., & Asmatulu, R. (2016). Highly hydrophilic electrospun polyacrylonitrile/polyvinylpyrrolidone nanofibers incorporated with gentamicin as filter medium for dam water and wastewater treatment. *Journal of Membrane and Separation Technology*, 5(2), 38–56. <https://doi.org/10.6000/1929-6037.2016.05.02.1>
- [77] Lu, P., & Ding, B. (2008). Applications of electrospun fibers. *Recent Patents on Nanotechnology*, 2(3), 169–182. <https://doi.org/10.2174/187221008786369688>
- [78] Ali, S. H., Mahammed, M. A., & Yasin, S. A. (2024). Characterization of electrospinning chitosan nanofibers used for wound dressing. *Polymers*, 16(14), 1984. <https://doi.org/10.3390/polym16141984>
- [79] Bayat, S., Amiri, N., Pishavar, E., Kalalinia, F., Movaffagh, J., & Hashemi, M. (2019). Bromelain-loaded chitosan nanofibers prepared by electrospinning method for burn wound healing in animal models. *Life Sciences*, 229, 57–66. <https://doi.org/10.1016/j.lfs.2019.05.028>
- [80] Chronakis, I. S. (2007). Micro-/nano-fibers by electrospinning technology: Processing, properties and applications. In A. L. Andradý (Ed.), *Science and technology of polymer nanofibers* (pp. 261–287). William Andrew Publishing. <https://doi.org/10.1016/B978-0-8155-1545-6.00016-8>
- [81] Vanaraj, R., Arumugam, B., Mayakrishnan, G., Kim, I. S., & Kim, S. C. (2023). A review on electrospun nanofiber composites for an efficient electrochemical sensor applications. *Sensors*, 23(15), 6705. <https://doi.org/10.3390/s23156705>
- [82] Lin, Q., Li, Y., & Yang, M. (2012). Highly sensitive and ultrafast response surface acoustic wave humidity sensor based on electrospun polyaniline/poly(vinyl butyral) nanofibers. *Analytica Chimica Acta*, 748, 73–80. <https://doi.org/10.1016/j.aca.2012.08.041>

- [83] Zhu, J., Yan, C., Li, G., Cheng, H., Li, Y., Liu, T., Mao, Q., Cho, H., Gao, Q., Gao, C., Jiang, M., Dong, X., & Zhang, X. (2024). Recent developments of electrospun nanofibers for electrochemical energy storage and conversion. *Energy Storage Materials*, 65, 103111. <https://doi.org/10.1016/j.ensm.2023.103111>
- [84] Kenawy, E.-R., Moharram, Y. I., Abouharga, F. S., & Elfiky, M. (2024). Electrospun network based on polyacrylonitrile–polyphenyl/titanium oxide nanofibers for high-performance supercapacitor device. *Scientific Reports*, 14, 6683. <https://doi.org/10.1038/s41598-024-56545-w>
- [85] Mondal, A. N., Wycisk, R., Waugh, J., & Pintauro, P. N. (2023). Electrospun Si and Si/C fiber anodes for Li-ion batteries. *Batteries*, 9(12), 569. <https://doi.org/10.3390/batteries9120569>
- [86] Dobos, A. M., Filimon, A., Barga, A., & Zaltariov, M.-F. (2020). New approaches for the development of cellulose acetate/tetraethyl orthosilicate composite membranes: Rheological and microstructural analysis. *Journal of Molecular Liquids*, 309, 113129. <https://doi.org/10.1016/j.molliq.2020.113129>
- [87] Loccufier, E., Geltmeyer, J., Daelemans, L., D'hooge, D. R., De Buysser, K., & De Clerck, K. (2018). Silica nanofibrous membranes for the separation of heterogeneous azeotropes. *Advanced Functional Materials*, 28(39), 1804138. <https://doi.org/10.1002/adfm.201804138>
- [88] Ibrahim, S., & Ibrahim, H. (2014). Synthesis and study the effect of H₂O/TEOS ratio of the silica xerogel by sol–gel method. *International Archive of Applied Sciences and Technology*, 5(1), 1–5.
- [89] Swann, G. E. A., & Patwardhan, S. V. (2011). Application of Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FTIR) for assessing biogenic silica sample purity in geochemical analyses and palaeoenvironmental research. *Climate of the Past*, 7(1), 65–74. <https://doi.org/10.5194/cp-7-65-2011>
- [90] Frontera, P., Kumita, M., Malara, A., Nishizawa, J., & Bonaccorsi, L. (2019). Manufacturing and assessment of electrospun PVP/TEOS microfibres for adsorptive heat transformers. *Coatings*, 9(7), 443. <https://doi.org/10.3390/coatings9070443>
- [91] Bardini, L. (2015). *EIS 101: An introduction to electrochemical impedance spectroscopy*. Technical report. <https://doi.org/10.13140/RG.2.1.2248.5600>
- [92] Murbach, M. D., Hu, V. W., & Schwartz, D. T. (2018). Nonlinear electrochemical impedance spectroscopy of lithium-ion batteries: Experimental approach, analysis, and initial findings. *Journal of The Electrochemical Society*, 165(11), A2758–A2765. <https://doi.org/10.1149/2.0711811jes>

ÖZGEÇMİŞ

Ad-Soyad : Nida TEZGEL

ÖĞRENİM DURUMU:

- Lisans** : 2020, Sakarya Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Metalurji ve Malzeme Mühendisliği
- Yüksek lisans** : 2025, Sakarya Üniversitesi, Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Anabilim Dalı