

5. ULUSLARARASI LİF VE POLİMER ARAŞTIRMALARI SEMPOZYUMU

5TH INTERNATIONAL FIBER AND POLYMER
RESEARCH SYMPOSIUM

3 Mayıs 2019

3 May 2019

İTÜ Gümüşsuyu Kampüsü, İstanbul

BİLDİRİ KİTAPÇIĞI
BOOK OF PROCEEDINGS



FIBER &
POLYMER
RESEARCH INSTITUTE

www.uludag.edu.tr/ulpas

Bu kitabın baskı versiyonu bildirilerin tam metinlerini içermektedir. E-kitaba www.uludag.edu.tr/ulpas adresinden ulaşılabilir.

This printed book contains the full texts of the papers presented at the symposium. The pdf version of the Book of Proceedings can be downloaded from the website www.uludag.edu.tr/ulpas.

Mayıs 2019

Editörler

Prof. Dr. Yusuf ULCA Y

Prof. Dr. Ali DEMİR

Doç. Dr. Ali KILIÇ

Dr. Öğretim Üyesi Şule SELÇUK

Uluslararası Lif ve Polimer Araştırmaları Sempozyumu (5: 2019: İstanbul)

5. Uluslararası Lif ve Polimer Araştırmaları Sempozyumu: 3 Mayıs 2019 / editörler

Yusuf Ulcay, Ali Demir ... [ve başkaları]

1. Tekstil liferi-Türkiye-Kongreler 2. Polimerler-Türkiye-Kongreler

Organizasyon ve Bilim Komitesi / Organization and Scientific Committee

Prof. Dr. Yusuf ULCA Y, BTU
Prof. Dr. Ali DEMİR, ITU
Prof. Dr. Behnam POURDEYHIMI, NCSU, USA
Prof. Dr. Ömer Berk BERKALP, ITU
Prof. Dr. Hüseyin KADOĞLU, Ege Üniv.
Prof. Dr. Mustaf ÖKSÜZ, Yalova Üniv.
Prof. Dr. Kenan YILDIRIM, BTU
Prof. Dr. Sinan ŞEN, Yalova Üniv.
Assoc. Prof. Dr. Mohammad JAWAID, UPM, Malaysia
Assoc. Prof. Dr. Ayşe ÇELİK BEDELOĞLU, BTU
Assoc. Prof. Dr. Hasan Basri KOÇER, BTU
Assoc. Prof. Dr. Funda CENGİZ CALLIOĞLU, SDU
Assoc. Prof. Dr. Atilla TAŞDELEN, Yalova Üniv.
Assoc. Prof. Dr. Ali KILIÇ, ITU
Assist. Prof. Dr. Şule SELÇUK, ITU
Assist. Prof. Dr. Hüseyin AVCI, Eskişehir OGU
Assist. Prof. Dr. Tamer HAMOUDA, National Science Foundation, Egypt
Assist. Prof. Dr. Ahmed HASSANIN, Egypt Japan University, Egypt
Assist. Prof. Dr. Abdelrahman ABDELGAWAD, NCSU, USA
Assist. Prof. Dr. M. Arif KAYA, Yalova Üniv.
Assist. Prof. Dr. Aylin TOPRAKÇI, Yalova Üniv.
Assist. Prof. Dr. Ozan TOPRAKÇI, Yalova Üniv.
Res. Ast. Dr. İsmail BORAZAN
Res. Ast. Yasin ALTIN
Res. Ast. Fatma Nur PARIN
Res. Ast. Ayten Nur YÜKSEL YILMAZ
Res. Ast. Mehmet Durmuş ÇALIŞIR
Melike GÜNGÖR

5. Uluslararası Lif ve Polimer Arařtırmaları Sempozyumu

4. ULPAS'ı 4-5 Ekim 2018'de yine Bursa'da Bursa Uludağ Üniversitesi'nde yapmıřtık. 30'a yakın bildirinin sunulduđu sempozyumun başarısı katılımcıları heyecanlandırmıř, ilkbahar ve sonbahar' da olmak üzere yılda iki kez yapılmasına karar verilmiřti. İřte bu karar dođrultusunda İstanbul Teknik Üniversitesi'nin ev sahipliğinde 2019 yılının ilk Lif ve Polimer Arařtırmaları Sempozyumu'nu 3 Mayıs 2019'da yapıyoruz. Bu sempozyuma katkı veren tüm arařtırmacılarımıza gönülden teřekkür ediyoruz.

Bu sempozyumda ilk defa oturumları konulara göre düzenlemeye gayret ettik;

- Medikal Tekstiller
- Fonksiyonel Tekstiller
- Lif Teknolojileri
- Konvensiyonel Tekstiller
- Kompozit Tekstilleri
- İplik Teknolojileri
- Nanoteknoloji Uygulamaları

Bu Bildiriler Kitabı sempozyum esnasında katılımcıların elinde olduđu gibi sempozyum internet sayfası (www.uludag.edu.tr/ulpas) adresinden önceki sempozyumların bildiriler kitapları ile birlikte her zaman erişebilecektir.

5. Uluslararası Lif ve Polimer Arařtırmaları Sempozyumu'nun da řimdiye kadar olduđu gibi başarılı, katılımcılara için yararlı ve ülkemiz için katkı verici olacađına inancımız tamdır.

Lif ve Polimer Arařtırmaları Enstitüsü adına

Prof. Dr. Yusuf ULCAY

Prof. Dr. Ali DEMİR

5th International Fiber and Polymer Research Symposium (5th IF&PRS)

The 4th International Fiber and Polymer Research Symposium was held on 4-5 October 2018 at Bursa Uludag University. With about 30 papers presented, the symposium has generated great enthusiasm and courage. As a result of this well acceptance of the attendants, the committee has agreed to hold the symposia in Spring as well as Autumn in 2019. With the support and sponsorship of Istanbul Technical University, we are having the first fiber and polymer research symposium on 3rd May 2019. We are thankful to all those who have contributed to the success of this symposia.

Like the first time, this symposium is organized with sessions classified according to the following subjects;

- Medical Textiles
- Nanotechnology Applications
- Fibers
- Yarn Technology
- Conventional Fibers
- Functional Textiles
- Composite Textiles

This Book of Proceedings will be printed and available at the symposium. However, it can also be downloaded from the symposium web site (www.uludag.edu.tr/ulpas) together with all the previous symposia proceedings.

As we have experienced so far, we believe that this 5th IF&PRS will also be another success story for all those who have attended as well as our beloved city for Istanbul as well as our country.

On behalf of the Fiber and Polymer Research Institute

Prof. Dr. Yusuf ULÇAY

Prof. Dr. Ali DEMİR

İÇİNDEKİLER

Nanocomposite Multilayer Fibrous Membrane For Sustained Drug Release <i>Ahmed Hassanin, Ahmed Abd El-Moneim, Mohamed Ghaniem, Hassan Nageh</i>	1
Electrospinning In Medical Textiles: Trends And Challenges <i>Abdelkader, Mohamed, Hassanin, Ahmed, Shehata, Nader</i>	3
Yara Örtüsü Uygulamaları İçin Jelatin/Cmc Köpük Üretimi <i>Taşdelen Yücedağ, Çiğdem, Canbay, Emine, Güngör, Melike, Sağırlı, Merve Nur, Kılıç, Ali</i>	5
Fabrication And Characterization Of Drug Loaded Casting Films <i>Barbak, Zarife, Karakaş Hale, Saraç, A.Sezai</i>	8
Polipropilen Glikol Ve Toluendiizosiyanat'dan Üretilen Lavanta Kontrollü Salımı Yapan Poliüretan Mikroparçacıkların Üretimi Ve Karakterizasyonu <i>Alkan, Cemil, Özsevinç, Ali</i>	12
Polianilin İle Fonksiyonelleştirilmiş İndirgenmiş Grafen Oksit Esaslı Esnek PVDF Piezoelektrik Nanojeneratörler <i>Ünsal, Ömer Faruk, Çelik Bedeloğlu, Ayşe</i>	15
Kendi Kendini Onaran Malzemeler İçin Mikrokapsül Üretimi <i>Sezer Hiçyılmaz, Ayşe, Çelik Bedeloğlu, Ayşe</i>	19
Atomik Katman Biriktirme (ALD) İle Kaplanan Naylon Kumaşların Antibakteriyel Etkinliği <i>Diler, Sümeyye, Akyıldız, Halil İ.</i>	22
Production And Characterization of Black Seed Oil Loaded Antibacterial Electrospun Polyurethane Nanofibrous Mats <i>Aras Cansu, Tümay Özer Elif, Karaca Esra</i>	23
Frekans Analizi İle İplikteki Periyodik Hata Frekansının Bulunması <i>Dağkurs, Lütfullah</i>	27
Buhar Fazı Polimerizasyonuyla Kumaşlara Polipirol Kaplanması <i>Sevil, Uğur Adnan</i>	29
Recent Developments In Date Palm Fiber Research: Challenges And Opportunities <i>Midani, Mohamad, Elseify, Lobna, Hassanin, Ahmed, Hamouda, Tamer</i>	31
Bitkisel Lif Atıklarının Tekrar Kullanılabilirliklerinin Araştırılması <i>Duran, Hicran, Selli, Figen, Erkan, Gökhan, Erdoğan, Ümit Halis</i>	33
Eriyikten Çekim TiO₂ Katkılı Polyester İpliklerin Kendi Kendini Temizleme Aktivitesinin İncelenmesi <i>Batur, Zeynep, Akyıldız, Halil İ.</i>	37

Bikomponent Ameliyat İpliği Tasarımı <i>Turşucular, Ömer Fırat, Temesgen, Alhayat Getu, Ulcay, Yusuf</i>	38
Filament Kesit Şeklinin Ve Tekstüre İşleminin Polyester İplik Sıvı Emiciliği Üzerine Etkisinin İncelenmesi <i>Kesimci, Mahmut Oğuz, Ülkü, Ezgi, Ulu, İlsev, Erkek, Eda, Özdemir, Özcan</i>	40
Fonksiyonel İplik Karışımları İle Üretilmiş Aktif Medikal Kompresyon (Basınç) Özellikli Seamless Bel Korselerinin Çeşitli Performans Özelliklerinin Test Edilmesi <i>Aras, Sultan, Yıldırım, Filiz Fatma, Koptur, Perinur, Yılmaz, Asil, Çörekcioglu, Mustafa, Kaplan, Sibel</i>	42
Polivinil Alkol (PVA) İle Poli(Etilen Glikol) (PEG) 1000 Karışımının Elektro Eğirilmiş Lif Oluşumunun İncelenmesi Ve Isıl Enerji Depolama Uygulamalarında Faz Değişim Maddesi (FDM) Olarak Kullanılması <i>Gök, Özgül, Alkan, Cemil</i>	44
Spunbond Bikomponent Teknolojisi İle Üretilmiş Deniz İçinde Ada Dokusuz Yüzeylerin Fibrilasyonu <i>Suvari Fatih, Ulcay Yusuf, Pourdeyhimi Behnam</i>	46
Effect of Pressurized Air on Production of Nanofibers via Centrifugal Spinning <i>Calısır, Mehmet, Gungor, Melike, Akgul, Yasin, Polat, Yusuf, Kılıc, Ali</i>	48
Electrostatic-Assisted Centrifugal Spinning of PVP Fibers <i>Gungor, Melike, Polat, Yusuf, Akgul, Yasin, Calısır, Mehmet, Kılıc, Ali</i>	50
Development of Crystal Cleavage for Low Molecular Weight Linear Polymer <i>Seyhan, Aybeniz, Tepekıran, Beyza Nur, Polat, Yusuf, Kılıc, Ali, Demir, Ali, Avcı, Huseyin</i>	52
Basit Bir Yolla Su Geçirmez ve Nefes Alabilir Membran Demonstrasyon Cihazı <i>Okatar, Bilal Enes</i>	54
Electrospun Honey-Loaded Poly (Vinyl Alcohol)/Gelatine Composite Fibers For Wound Dressing Applications <i>Parın, Fatma Nur, Sıcak, Yusuf, Terzioğlu, Pınar, Yıldırım, Kenan</i>	55
Hava Araçlarındaki Bağlantıların N 6.6 Nano Elyaf ile Takviyelendirilmiş Epoksi Yapıştırıcılarla İyileştirilmesi <i>Yılmaz, Musa, Ekrem, Mürsel</i>	59
Nano Partikül Takviyeli Karbon Kumaş/Epoksi Kompozit Malzemelerde Mekanik Aşınma <i>Okka M. Ali, Avcı Ahmet</i>	65
Electrical Resistivity And Bending Rigidity Properties of Graphene Coated Fabrics <i>Celen, Rumeysa, Manasoglu, Gizem, Ulcay, Yusuf, Kanık, Mehmet</i>	72

Developing and Characterization of PvdF-Based Electret Filter Media <i>Adel Al Rai, Elena Stojanovska, Eda Yetgin, Gizem Fidan, Ali Kılıc, Safak Yılmaz, Ali Demir</i>	74
Medikal Uyku Tekstillerinde Kullanılmak Üzere Lavanta Yağı Kontrollü Salımı Yapan Aromaterapi Etkili Mikrokapsüller <i>Özsevinç, Ali, Alkan, Cemil</i>	76
Antibacterial Polyvinyl Chloride (PVC) Nanofibers Containing N-Halamines <i>Çobanoğlu, Batuhan, Parın, Fatma Nur, Yıldırım, Kenan</i>	79
Structural Health Monitoring Systems Using Polymeric Optical Fiber <i>Hamouda, Tamer, Seyam, Abdel-Fattah M, Peters, Kara</i>	82
Production Of TiO₂ Nanofibers via Centrifugal Spun Method for Energy Application <i>Calısır, Mehmet Durmus, Gungor, Melike, Kılıc, Ali, Demir, Ali</i>	89
Production of TPU/PAN Composite Fibrous Medias for Air Filtration Applications <i>Akgul, Yasin, Calısır, Mehmet, Tepekıran, Beyza Nur, Polat, Yusuf, Kılıc, Ali</i>	91
Yumuşak Doku Mühendisliğinde Nano Yaklaşımlar <i>Anıl Berk Ergün</i>	93
Seramik Nanolif Üretim Yöntemleri ve Uygulamaları <i>Ayşe Metin</i>	94
Gıda Endüstrisinde Nanoteknoloji Uygulamaları <i>Ayşenur Betül Bilgin</i>	97
Polianilin Gaz Sensörü <i>Hasbi Öner</i>	99
Hava Filtrelerinde Nanofiber <i>Zeynep Selin Başaran</i>	100

Nanocomposite Multilayer Fibrous Membrane for Sustained Drug Release

Ahmed Hassanin¹, Ahmed Abd El-Moneim², Mohamed Ghaniem², Hassan Nageh²

¹Faculty of Engineering-Alexandria University-Egypt, ² Egypt-Japan University of Science and Technology, New Borg El-Arab, Alexandria 21934, Egypt.

ahassan@ncsu.edu

PURPOSE

work is focusing on engineering a system to control the drug release profile rate especially for wound dressing. Nanocomposite multilayer fibrous membranes, using electrospinning, have been developed in form of sandwich structure of three layers.

INTRODUCTION

Building on the success of the many earlier studies on electrospun nanofibers technique which provide a non woven web to the order of nanometers introducing superior properties such as large surface area, superior mechanical properties and ease of implementation in many fields of applications, electrospun nanofibers became an important issue for many researchers in various fields. Using electrospun fibers as a drug carrier, is showing a huge promising potential for the future of biomedical application, especially developing nontraditional wound dressing [1,2,3]. Our work in this research is focusing on engineering a system to control the drug release profile rate especially for wound dressing. Different wound types require different drug release rates Fig. 1. So that controlling the rate of drug release attract the attention of many researchers [4].

Chitosan (β -(1-4)-linked D-glucosamine) is a natural polymer derived from deacetylation of Chitin (the 2nd most abundant polymer after cellulose) existing in crust shells e.g. shrimp shell, crab shell and krill [5]. Chitosan has attractive attention in medical applications due to its antibacterial, antitumor, Hemostatic, Fungistatic, non-toxic, wound healing, biocompatible and biodegradable properties [6, 7, 8, 9, 10]. It has been used in various fields such as agriculture, waste treatment, cosmetics, food [11, 12,13].

Nanofibrous structures are promising materials for applications in medical sector such as tissue engineering, wound dressing, drug delivery, hygiene industry (napkins, wipers, absorbers), intelligent textiles (sensing, actuating) and for coatings (multifunctional coatings) [14,15,16]. The formation of nanofiber with diameters being in sub-micrometer to several nanometer depending on the polymer and processing conditions specially for treatment of dermal wounds caused by fire, heat, chemicals, ultraviolet, electricity or disease [17]. Due to medical properties

of chitosan, it has attracted significant properties in nanofiber fabrication for cell and tissue engineering [18, 19].

Our work in this research is focusing on engineering a system to control the drug release profile rate, especially for wound dressing. Nanocomposite multilayer fibrous membranes, using electrospinning method, have been developed for drug release in form of sandwich structure of three layers Fig. 2. Inner layer was kept Polycaprolactane (PCL) loaded with drug. The two outer layers have been changed with different blend ratios between Chitosan (Cs) and PCL as follow [0%:100% Cs:PCL, 30%:70% Cs:PCL, 50%:50% Cs:PCL, 70%:30% Cs:PCL].

EXPERIMENTAL

Material

Chitosan from shrimp shell was prepared in our labs ($M_v=600-750$ KDa) determined by Mark-Houwink equation. the degree of deacetylation (DD) was 87%, The DD was measured by FTIR, Polycaprolacton (PCL) ($M_n=70-90$ KDa) of Sigma-Aldrich ,

Method

For outer layers, solution of 3% chitosan (w/v) has prepared using TFA. PCL solution has been dissolved in TFA with 10 % (w/v). Blended solutions from these two previous solutions were prepared. For inner layers, PCL was dissolved using AA/FA (70:30) and then 10% of ciprofloxacin HCL has been added. NANON electrospinning machine has been used for producing nanofiber.

EXPERIMENTAL RESULTS AND DISCUSSIONS

Fig. 1 shows the drug release profile rate of different multilayer systems. The difference between the samples is the composition of the two outer layers. It is very clear that by increasing the percentage of chitosan content the drug release is accelerated. This can be attributed to the hydrophilicity of chitosan which cause more diffusion of the drug through the medium of puffer solution.

To investigate the difference between the multilayer system (sandwich structure) and the blending system, a sample with composition of Cs:PCL(50:50) loaded by Ciproflouxacin.HCl was produced as a monolayer. The monolayer blended sample compared to multilayer structure of Cs:PCL(50:50) as outer two layers and PCL contain

Cipro 10% as inner layer. Fig. 6 shows the drug release profile rate of the two system monolayer blended and multi layer. The results indicate that by the sandwich technique, the drug can be sustained for a long period.

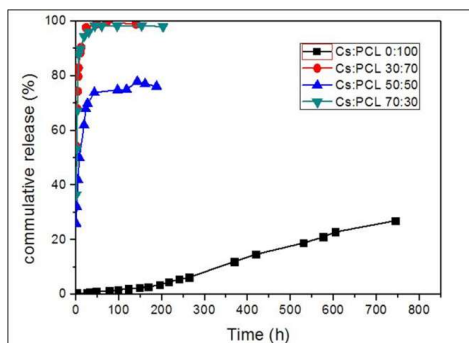


Figure 1. comparison of different composition of Cs/PCL as outer multilayer

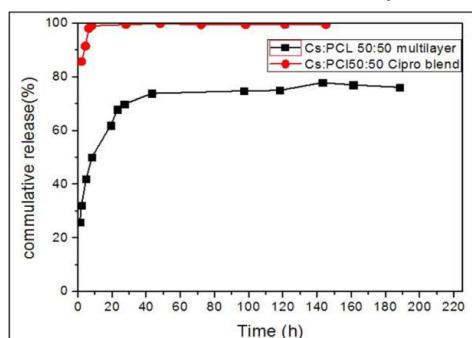


Fig. 2 comparison between the monolayer blend and multilayer structure

CONCLUSIONS

A multilayer system has been developed to control the drug release profile rate according the need. Different compositions of the outer layers have been produced to control the release of drug. It was very clear that by increasing the hydrophobicity of the outer layer, the release rate is slowing down. The comparison between the monolayer and multi layer system has indicated the multilayer system can maintain the drug much more time than the monolayer. it can be concluded that the drug release can be controlled as needed (Different wound types require different drug release rates). This can be achieved by engineering the carrier and outer layer in regarding to its thickness and hydrophilicity.

ACKNOWLEDGEMENTS/SOURCES OF FUNDING

This work is funded by PHARCO Pharmaceuticals Corporation, Egypt

LITERATURE

1) Z. Limam, S. Selmi, S. Sadok and A. El Abed: Biological and physicochemical properties Vol. 10 (2011) p. 640–647

- 2) G. Galed, B. Miralles, I. Panos, A. Santiago and A'. Heras: *Carbohydrate Polymers*, vol. 62 (2005) p. 316–320
- 3) H. Homayoni, S. A. H. Ravandi, and M. Valizadeh: *Carbohydrate Polymers*, vol. 77 (2009) p. 656–661
- 4) V. Leung, R. Hartwell, and H. Yang: *iccm-central.org* (2011) p. 1–6
- 5) [5] H. K. No, N. Y. Park, S. H. Lee, and S. P. Meyers: *International journal of food microbiology* Vol. 74 (2002) p. 65–72
- 6) P. K. Dutta, J. Dutta, and V. S. Tripathi: *Journal of Scientific and Industrial Research* Vol. 63 (2004) p. 20–31
- 7) R. Jayakumar, M. Prabakaran, P. T. Sudheesh Kumar, S. V Nair, and H. Tamura: *Biotechnology advances*, vol. 29 (2011) p. 322–37
- 8) I. Yuvarani, S. S. Kumar, J. Venkatesan, S.-K. Kim, and P. N. Sudha: *Journal of Biomaterials and Tissue Engineering* Vol. 2 (2012) p. 54–60
- 9) A. K. Azad, N. Sermsintham, S. Chandrkrachang, and W. F. Stevens: *Journal of biomedical materials research. Part B, Applied biomaterials* Vol. 69 (2004) p. 216–22
- 10) P. Zahedi, I. Rezaeian, S.-O. Ranaei-Siadat, S.-H. Jafari, and P. Supaphol: *Polymers for Advanced Technologies* Vol. 21 (2010) p. 77–95
- 11) R. Jayakumar, M. Prabakaran, S. V Nair, and H. Tamura: *Biotechnology advances*, vol. 28 (2010) p. 142–50
- 12) I. Aranaz, M. Mengibar, and R. Harris: *Current Chemical Biology* Vol. 3 (2009) p. 203–230
- 13) D. W. Lee, H. Lim, H. N. Chong, and W. S. Shim: *The Open Biomaterials Journal*, vol. 1 (2009) p. 10–20
- 14) X. Geng, O.-H. Kwon, and J. Jang: *Biomaterials* Vol. 26 (2005) p. 5427–32
- 15) T. J. Sill and H. a von Recum: *Biomaterials* Vol. 29 (2008) p. 1989–2006
- 16) S. Vrieze, P. Westbroek, T. Camp, and L. Langenhove: *Journal of Materials Science* Vol. 42 (2007) p. 8029–8034
- 17) H. Chen, J. Huang, J. Yu, S. Liu, and P. Gu.: *International journal of biological macromolecules* Vol. 48 (2011) p. 13–19
- 18) D.-W. Park, Y.-H. Kim, B. S. Kim, H.-M. So, K. Won, J.-O. Lee, K.-J. Kong, and H. Chang: *Journal of Nanoscience and Nanotechnology* Vol. 6 (2006) p. 3499–3502
- 19) Q. P. Pham, U. Sharma, and A. G. Mikos: *Tissue engineering* Vol. 12 (2006) p. 1197–211

Electrospinning in medical textiles: Trends and Challenges

Abdelkader, Mohamed¹, Hassanin, Ahmed², Shehata, Nader²,

¹Department of Electrical Engineering, Faculty of Engineering, Alexandria University, Alexandria 21544, Egypt,

²Department of Textile Engineering, Faculty of Engineering, Alexandria University, Alexandria 21544, Egypt

³Department of Engineering Mathematics and Physics, Faculty of Engineering, Alexandria University, Alexandria 21544, Egypt

Nader.shehata@alexu.edu.eg

PURPOSE

In this work, a critical investigation is presented about the electrospinning process and its role in medical textiles from the perspective of electro-physics vision. The impact of collector design is critical in changing the electric field distribution and consequently the characteristics of the formed nanofibers mats. In addition, some recent literature about some challenges in scaling-up of electrospinning process is presented.

INTRODUCTION

The importance of the subject, uses of the topic literature survey, etc...

Electrospinning is considered to be one of the simplest and most cost-effective techniques to produce one-dimensional nanostructures employed in the production of nanofiber mats from polymer solutions when applied with a high electric field, with mean diameter range of a few tens or even hundreds of nanometers^{1,2}. Changing the electrospinning parameters such as applied electric field, distribution of electric field, and pumping rate can result in different properties for the produced fibers along with different diameters³. Electrospinning has a wide range of applications including energy harvesting, drug delivery systems, tissue engineering and medical textiles⁴⁻⁷. In traditional collectors, the generated electrospun nanofibers is randomly-oriented the bending instability that happens to the polymer jet under the effect of an applied electric field and Columbic interactions on the jet's droplets⁸. To obtain aligned nanofibers mats, the simplest way is to use high-speed drum collector, with the limited ability for scaling up. The second technique, which we are presenting here, is to control the electric field distribution through different designs of feeder/collector sides with the ability of adding magnetic field. That can enhance the ability of scaling-up process to obtain better aligned nanofibers. In this work, we are introducing different suggested designs of the feeder/collector side along with their impact on the generated nanofibers mats. Although the electric field design procedure can be helpful for different types of nanofibers, but we would focus on medical textile and how this procedure can be helpful.

EXPERIMENTAL

Material

In this study, we have used different polymers including poly (vinyl alcohol) (PVA) due to its bio-compatibility and Polyvinylidene Fluoride (PVDF) due to its piezoelectric properties and its corresponding possible application in smart medical textiles..

Method

Figure 1 shows different suggested collector designs in electrospinning process, to generate static-field aligned nanofibers mats.

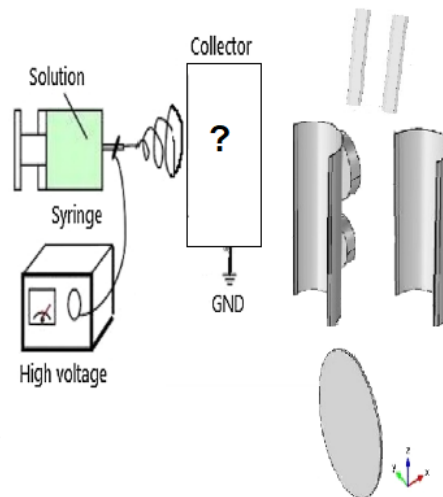


Figure 1. Electrospinning setup with different collector designs.

EXPERIMENTAL RESULTS AND DISCUSSIONS

In order to investigate the electric and magnetic field distributions, COMSOL Multiphysics was used to study the different collectors to show the field profiles on the metallic collector. Figure 2 shows the electric field distributions for different designs of collector. In the conventional collector, the electric field is equally distributed. However, it is clear that when the electric field is applied to the concave/modified concave or 2-metal bar collectors the field is not equally distributed and inhomogeneity of the electric field is present. A noticeable degree of alignment is observed in the special collector designs SEM scan.

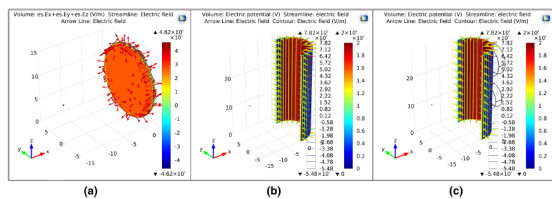


Figure 2. Electric field distributions of different collector designs

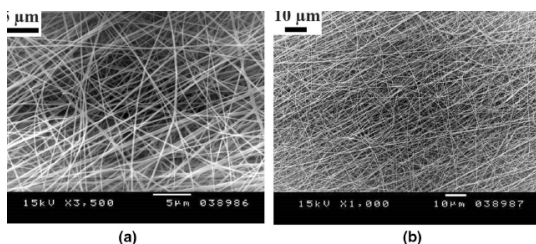


Figure 3: SEM images of enhanced aligned nanofibers in case of (b) curved collector, compared to normal straight collector in case (a).

CONCLUSIONS

Static electric field distributions can be helpful in generating better aligned nanofibers. That can enhance the scaling-up opportunities of aligned nanofibers in wide variety of applications including medical textiles.

SUGGESTION FOR FURTHER WORK

More designs of feeders/collectors can be studied along with combined magnetic field. More characteristics have to be studied especially within optically smart textiles.

ACKNOWLEDGEMENTS/SOURCES OF FUNDING

N/A.

LITERATURE

1. T. Subbiah, G.S. Bhat, R.W. Tock, S. Parameswaran, and S.S. Ramkumar, *J. Appl. Polym. Sci.* 96, 557 (2005).
2. N. Bhardwaj and S.C. Kundu, *Biotechnol. Adv.* 28, 325 (2010).
3. V. Beachley and X. Wen, *Mater. Sci. Eng. C* 29, 663 (2009).
4. H.W. Zheng, X. Liang, Y.H. Yu, K. Wang, X.A. Zhang, B.Q. Men, C.L. Diao, C.X. Peng, and G.T. Yue, *Nanoscale Res. Lett.* 12, 18 (2017).
5. T.J. Sill and H.A.V. Recum, *Biomaterials* 29, 1989 (2008).
6. H. Oztatli and D. Ege, *MRS Adv.* 2, 1291 (2016).

7. B. Sun, Z. Zhou, T. Wu, W. Chen, D. Li, H. Zheng, H. El-Hamshary, S.S. Al-Deyab, X. Mo, and Y. Yu, *ACS Appl. Mater. Interfaces* 9, 26684 (2017).
8. A.L. Yarin, S. Koombhongse, and D.H. Reneker, *J. Appl. Phys.* 89, 3018 (2001).

Yara Örtüsü Uygulamaları için Jelatin/CMC Köpük Üretimi

TAŞDELEN YÜCEDAĞ, Çiğdem¹, CANBAY, Emine², GÜNGÖR, Melike², SAĞIRLI, Merve Nur², KILIÇ, Ali²

¹G.T.Ü. Mühendislik Fakültesi, Kimya Mühendisliği, Kocaeli

²İ.T.Ü. TEMAG Laboratuvarı, Tekstil Teknolojileri ve Tasarımı Fakültesi, İstanbul

cigdem@gtu.edu.tr

AMAÇLAR

Gerek biyolojik gerekse çevresel etkenler nedeniyle yara iyileşme süresi uzayan hastalarda, biyopolimerler kullanılarak elde edilen yara örtüleri ile yara iyileşme süresinin kısaltılması hedeflenmektedir.

GİRİŞ

Kolajenin kontrollü hidroliziyle elde edilen jelatin, uygun emilme etkinliği açısından kontrollü ilaç salımı, yara örtüleri gibi pek çok biyomedikal uygulamada yaygın olarak kullanılmaktadır. Hücre dışı matrisi (extracellular matrix-ECM) taklit eden jelatin, yara iyileşmesini ve doku rejenerasyonunu hızlandırmaktadır¹. Aynı zamanda biyoyoumluluk, plastisite, hücre birleştirme ve hücre büyümesinin teşvik edilmesi gibi cazip özelliklerinden dolayı biyomalzeme olarak kullanıma uygundur. Jelatin, morfolojik olarak gövdesinde serbest karboksil grupları içerir² ve hidrojen bağlarıyla bir ağ oluşturmak üzere sodyum karboksimetil selüloz (sodium carboxymethyl cellulose-CMC) ile harmanlanma potansiyeline sahiptir. Endüstriyel açıdan değerlendirildiğinde maliyeti oldukça düşüktür³.

CMC toksik ve tahriş edici olmaması, biyoyoumlu olması özellikleri sayesinde gıda, kozmetik, farmasötik ve biyomedikal alanlarda kullanılmaktadır. Yara iyileşmesi prosesinde iyileşme süresini ve yara izi oluşumunu azaltmaktadır. İdeal yara örtüsünden beklenen özelliklerden biri olan yara eksüdasını absorbe ederken yara etrafında nemli bir alan bırakmaktadır. Nemli ortam sayesinde re-epitelizasyon hızı önemli ölçüde artmaktadır⁴. Bu özelliklerinin yanı sıra nekrotik doku debrimanı ve anjiyenez oluşumuna yardımcı olması nedeniyle yara örtüsü çalışmalarında tercih edilmektedir⁵.

Suda düşük sıcaklıklarda çözünebilir olan jelatinin, yara örtüsü gibi medikal amaçlı kullanımlarda vücut sıcaklığındaki çözünürlüğünün azaltılması gerekmektedir. Bunun için jelatinin, glütaraldehit, karbodiimidler, poliepoaksi bileşenleri gibi kimyasallarla çapraz bağlanması sağlanarak termal ve mekanik özellikleri iyileştirilmektedir. Söz konusu çapraz bağlayıcılardan glütaraldehit (GTA), ucuz olması, kolay bulunması, muadillerine kıyasla daha kısa sürede çapraz bağ yapabildiği açısından sıklıkla tercih edilmektedir. Kolajenin GTA ile çapraz bağlanmasının,

malzemeleri biyolojik olarak uyumlu ve non-trombojenik (kanı pıhtılaştırmayan) hale getirir. Bu sayede mukavemet, esneklik ve biyolojik bütünlüklerini koruyarak biyobozunmayı önemli ölçüde azalttığı da bilinmektedir⁶.

Sünger yapılı malzemeler, yara üzerinde ekstra bir tabaka görevi görmekte ve yaraya yapışmamaktadırlar. Ayrıca gözenekli yapıları sayesinde emici özellik sağlayarak yaraya uygun nem koşulu temin etmektedir. Bu nedenle bakteri oluşumunu minimum düzeye indirmektedir. Bu özelliklerinden dolayı köpük yapılar; yara örtüleri, absorpsiyon ve yalıtım için temel yara bandajlarında kullanılmaktadır⁸.

Bu çalışmada jelatin/CMC karışımlarına GTA ile çapraz bağlanma uygulanmıştır. Elde edilen jel yapılar liyofilizatörde kurularak sünger yapılı yara örtüleri elde edilmiştir.

DENEYSEL

Malzeme

Jelatin (230-250 Bloom, sığır jelatini), Halavet Jelatin firmasından temin edilmiştir. CMC (30 PA) DOW firmasından, GTA ise (Sigma Aldrich) Laboratör teknik firmasından alınmıştır.

Yöntem

Tablo 1’de görülen parametrelere Taguchi yöntemi uygulanarak Tablo 2’de görülen deney setleri oluşturulmuştur. Jelatin/CMC karışımları, 50°C’de distile suda çözüldükten sonra GTA eklenerek petrilere dökülmüştür. 60 saat boyunca oda sıcaklığında bekletilmiş ve liyofilizatöre alınarak -40°C’de 5 saatlik süreyle dondurulup 20°C’de 22 saat kurutulmuştur.

Tablo 1. Taguchi için ana parametreler

	1. değer	2. değer	3. değer
Jelatin (%)	0.5	1	2
CMC (%)	0.5	1	2
GTA (%)	0.5	1	2

Tablo 2. Deneysel tasarım

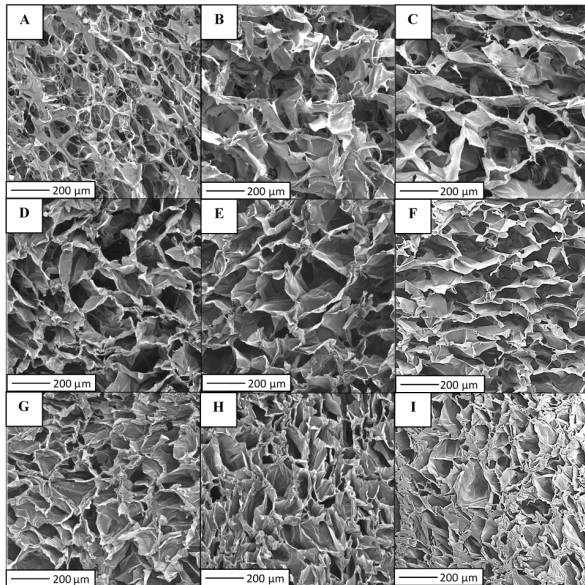
Numune	Jelatin (%)	CMC (%)	GTA (%)
N1	0.5	0.5	0.5
N2	0.5	1	1
N3	0.5	2	2
N4	1	0.5	2
N5	1	1	0.5
N6	1	2	1
N7	2	0.5	1
N8	2	1	2
N9	2	2	0.5

Tablo 3. Numunelerin gözenek çapları

Numune	Gözenek çapı (µm)
N1	97.63±28.97
N2	134.95±61.52
N3	203.36±76.46
N4	168.21±59.01
N5	158.94±48.78
N6	190.57±87.82
N7	137.2±28.26
N8	111.95±57.17
N9	109.89±44.33

DENEYSEL SONUÇLAR VE TARTIŞMA

Şekil 1'deki SEM görüntüleri incelendiğinde numunelerin heterojen, gözenekli ve ağsı bir yapıya sahip olduğu görülmektedir. N5 numunesinin gözenek dağılımının nispeten daha homojen olduğu gözlemlenmiştir. N1 numunesinin ise en ince gözenek duvarına sahip olduğu tespit edilmiştir.



Şekil 1. Dondurup kurutma yöntemi ile üretilmiş, 200 büyütmede (A) N1 (B) N2 (C) N3 (D) N4 (E) N5 (F) N6 (G) N7 (H) N8 (I) N9 köpüklerinin kesitlerinden SEM görüntüleri

Tablo 3'e göre N1 numunesinin 97.63±28.97 µm'lik gözenek çapı ile en düşük değere, N3 numunesinin ise 203.36±76.46 µm'lik gözenek çapı ile en yüksek değere sahip olduğu görülmektedir.

GENEL SONUÇLAR

%0.5 jelatin / %2 CMC miktarına sahip olan N3 numunesinin gözenek çaplarının en büyük olduğu, %0.5 jelatin/CMC miktarına sahip olan N1 numunesinin gözenek çaplarının ise en küçük olduğu görülmüştür. %1 jelatin/CM miktarına sahip olan N5 numunesinin ise gözenek şeklinin daha orantılı ve gözeneklerinin homojen dağıldığı tespit edilmiştir.

SONRAKİ DÖNEM ÇALIŞMALARI

Yara örtüsü olarak değerlendirilmek üzere sıvı alımı (fluid uptake), yara iyileşme sürecine etki, toksisite ve mekanik karakterizasyon testleri yapılacaktır.

TEŞEKKÜR

Liyofilizasyon uygulamaları için Gebze Teknik Üniversitesi Kimya Mühendisliği Bölümüne ve Arş. Gör. Ebubekir Sıddık AYDIN'a teşekkür ederiz.

KAYNAKLAR

- [1] Kim, S., Nimni, M. E., Yang, Z., Han, B. (2005). Chitosan/Gelatin-Based Films Crosslinked by Proanthocyanidin. *Published online 26 July 2005 in Wiley InterScience (www.interscience.wiley.com)*. DOI: 10.1002/jbm.b.30324.
- [2] Zhang, S., Huang, Y., Yang, X., Mei, F., Ma, Q., Chen, G., Ryu, S., Deng, X. (2008). Gelatin nanofibrous membrane fabricated by electrospinning of aqueous gelatin solution for guided tissue regeneration. *Published online 18 June 2008 in Wiley InterScience (www.interscience.wiley.com)*. DOI: 10.1002/jbm.a.32136.
- [3] Yan, M., Li, B., Zhao, X., Yi, J. (2011). Physicochemical properties of gelatin gels from walleye pollock (*Theragra chalcogramma*) skin cross-linked by gallic acid and rutin. *Food Hydrocolloids 25 (2011) 907-914*.
- [4] Lim, S. J., Lee, J. H., Piao, M. G., Lee, M. K., Oh, D. H., Hwang, D. H., ... & Choi, H. G. (2010). Effect of sodium carboxymethylcellulose and fucic acid on the gel characterization of polyvinylalcohol-based wound dressing. *Archives of pharmaceutical research, 33(7)*, 1073-1081.
- [5] Oliveira, R. N., Moreira, A. P. D., Thiré, R. M. D. S. M., Quilty, B., Passos, T. M., Simon, P., ... & McGuinness, G. B. (2017). Absorbent polyvinyl alcohol-sodium carboxymethyl cellulose

hydrogels for propolis delivery in wound healing applications. *Polymer Engineering & Science*, 57(11), 1224-1233.

[6] Zhang, Y. Z., Venugopal, J., Huang, Z. M., Lim, C. T., & Ramakrishna, S. (2006). Crosslinking of the electrospun gelatin nanofibers. *Polymer*, 47(8), 2911-2917. doi:10.1016/j.polymer.2006.02.046

[7] Goissis, G., Junior, E. M., Marcantônio, R. A. C., Lia, R. C. C., Cancian, D. C., & de Carvalho, W. M. (1999). Biocompatibility studies of anionic collagen membranes with different degree of glutaraldehyde cross-linking. *Biomaterials*, 20(1), 27-34. doi: 10.1016/S0142-9612(97)00198-1

[8] JOSHUA S. BOATENG, KERR H. MATTHEWS, HOWARD N.E. STEVENS, GILLIAN M. ECCLESTON, (2007). Wound Healing Dressings and Drug Delivery Systems: A Review, *Published online in Wiley InterScience* (www.interscience.wiley.com). DOI 10.1002/jps.21210.

Fabrication and Characterization of Drug Loaded Casting Films

BARBAK, Zarife¹, KARAKAŞ Hale¹, SARAÇ, A.SEZAI²

¹Istanbul Technical University, Faculty of Textile Technologies and Design, ISTANBUL

²Istanbul Technical University, Faculty of Science and Letters, ISTANBUL

zadogan@itu.edu.tr

AIM OF THE STUDY

This study was aimed for fabrication and characterization of silver sulfadiazine (SSD) loaded Polyethylene oxide (PEO)/Polycaprolactone (PCL) composite casting films, for drug delivery applications. The SSD loaded casting films were verified by using FT-IR. Hydrophilicity of the SSD loaded films were measured and compared with the contact angle instrument. Surface morphology of films was examined using SEM and Optical Profilometer.

INTRODUCTION

Drug-delivery system consists of a formulation that enables introduction of a biomolecule into the body, enhances the therapeutic activity and maintains sufficient drug content in the blood by controlling the time, rate and side effects of release. Recently, research and development in drug delivery systems have achieved significant progress [1].

Various polymers have been used from natural polymers and synthetic polymers like collagen, gelatin, chitosan, silk fibroin, and hyaluronic acid, poly(lactic acid) (PLA), poly(ϵ -caprolactone) (PCL), polyethylene oxide, and copolymers, such as poly (l-lactide-co-caprolactone) and poly(lactic-co-glycolic acid) (PLGA), to fabricate patches for drug-delivery applications. Drug-loaded biopolymers can be used for topical, dermal and

transdermal drug delivery for external and internal applications [2].

PEO is a widely used polymer in drug delivery because of water solubility, low toxicity, biocompatibility and biodegradability. PEO interacts with the body fluid quickly due to hydrophilicity, resulting in degradation. PEO was selected as a polymeric matrix for solid dispersion of drugs to enhance bioavailability of drugs due to its well-known biocompatibility and high water solubility. Furthermore, PEO provides uniform drug distribution and creates suitable conditions for cell growth. Hydrophobicity of PCL that enables long term degradation rate and drug release up to several weeks. Moreover, PCL has good mechanical properties (Young's modulus, elasticity, tensile strength) [1,3].

Silver sulfadiazine (SSD) is a non-ionised, water insoluble complex silver salt. SSD is used extensively in topical treatment of infected burns [4].

In this study, film casting method was utilized to fabricate PEO/PCL composite casting film for topical drug delivery. A water insoluble drug, Silversulfadiazine (SSD) was incorporated into the films. The SSD loaded films were verified by FTIR, surface morphology and surface roughness was examined by SEM and Optical Profilometer. Hydrophilicity of the SSD loaded films was

measured and compared with the contact angle instrument.

EXPERIMENTAL

Materials

Polycaprolactone (PCL), Polyethylene oxide (PEO) and Silver sulfadiazine were purchased from Sigma Aldrich. SSD was loaded into 3.5% PEO solution. Finally, PCL and SSD loaded PEO solutions were mixed 7:3 (w/w).

Method

Film casting technique was used for the production of the composite films. The prepared solution was dropped in aluminium foil then solution was sheared in a rapid way by doctor blade. The solution was formed as a film and allowed to dry in oven at 40 C° for 30 min.

EXPERIMENTAL RESULTS

The surface roughness was determined with Optical Profilometer. The roughness parameter of a given surface is defined as the centerline average or the distance between the highest and the lowest point of the surface irregularities. The dried samples were analysed and we observed that the surface roughness of the drug loaded films were greater than pure films. The probable reason of that is not only the presence of SSD inside the film but also the presence of SSD on the surface of the films.

Samples	PEO	PEO+SSD	PCL/PEO	PCL(PEO+SSD)
Roughness (µm)	3,7	5,3	3	4,1

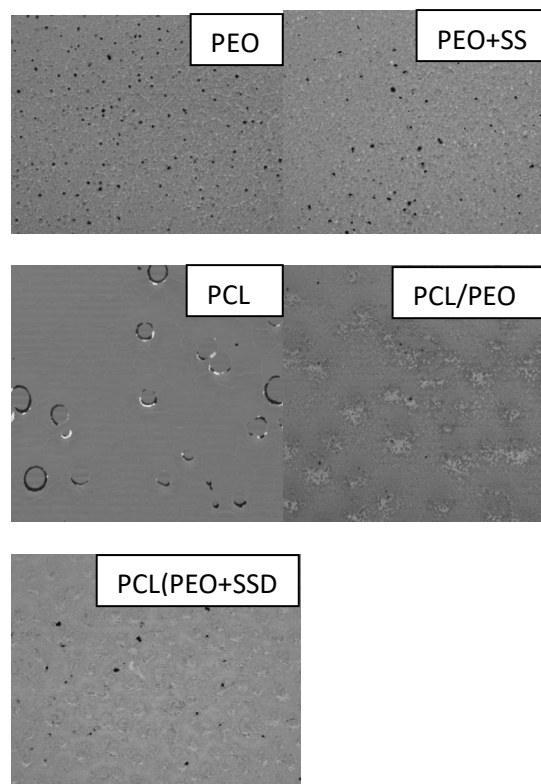


Figure 1. Optical Profilometer Images of Pure and SSD Loaded PCL/PEO Casting Films

Figure 2 shows that compared to PCL film, SSD loaded PCL/PEO films have less defects and more smooth surface.

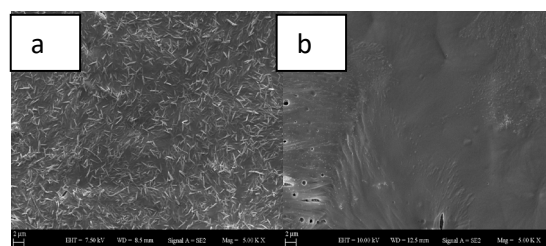


Figure 2. SEM Images of a) Pure PCL b) SSD loaded PCL/PEO (7:3) Casting Films

The conformational stability of SSD was determined by using FT-IR spectroscopy in Figure 3. SSD presented peaks at 1651 and 1581 cm^{-1} (NH₂bending), 1595 and 1500 cm^{-1} (phenyl skeletal vibrations), 1552 cm^{-1} (pyrimidine skeletal vibrations), at 783 and 1016 cm^{-1} due to asymmetric (SO₂) [5]. The complexation of SSD with PEO was

confirmed by the appearance of the 733, 685, 585 and 554 cm^{-1} .

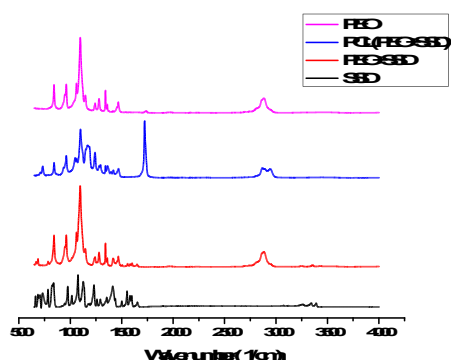


Figure 3. IR Spectra of pure SSD and casting films

Wettability analysis was performed by contact angle measurement. PCL/PEO film showed better hydrophilicity when compared to the pure PCL film or drug loaded composite film. Stabilization of the drug loaded polymeric matrix was achieved by blending with a hydrophobic PCL polymer.

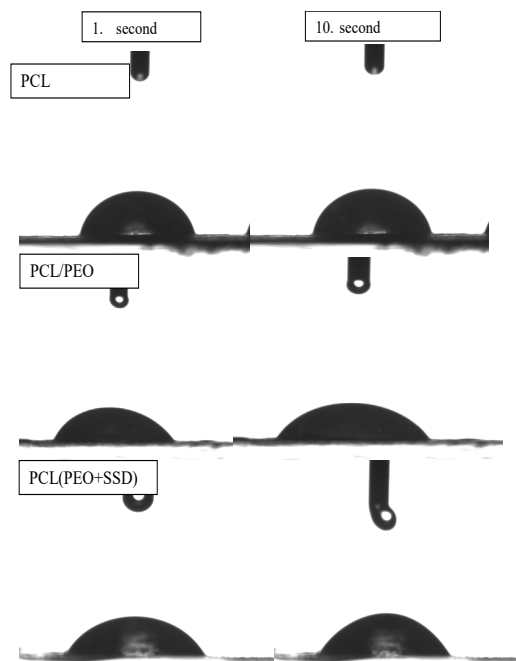


Figure 4. Contact angle measurement photos

CONCLUSIONS

FT-IR analysis were performed with SSD loaded and pure casting films. Also surface morphology and roughness of the films were examined by SEM and optical profilometer. Wettability studies are done by contact angle instrument. Experimental studies showed that composite PEO/PCL casting films can be good candidates for topical drug delivery applications. Thereby first steps were taken to a new formulation.

FUTURE WORK

In future studies, detailed experimental studies will be carried on in vitro drug release. The accumulated release of SSD will be calculated as a function of time with UV absorption measurements.

ACKNOWLEDGEMENT

This study was supported by Istanbul Technical University Scientific Research Project (ITU-BAP).

REFERENCES

- [1] Zamani M., Prabhakaran P. M., Ramakrishna S. (2013). Advances in drug delivery via electrospun and electrosprayed nanomaterials, *International Journal of Nanomedicine*, 8, 2997–3017
- [2] Dash K. T., Konkimalla B. V. (2012). Poly-ε-caprolactone based formulations for drug delivery and tissue engineering: A review, *Journal of Controlled Release* 158, 15–33
- [3] Dubey P. and Gopinath P. (2016). “Fabrication of electrospun poly(ethylene oxide)– poly(caprolactone) composite nanofibers for co-delivery of niclosamide and silver nanoparticles exhibits enhanced anti-cancer effects in vitro”, *Journal of Materials Chemistry B*, 4, 726–742
- [4] White R. J., Cooper R., (t.y.). “Silver sulphadiazine: A review of the evidence”, *Wounds UK* 51–61
- [5] Ghodekar S. V., Chaudhari S.P., Ratnaparakhi M.P. (2012). “Development and Characterization

Of Silver Sulfadiazine Emulgel For Topical Drug
Delivery'', Int J Pharm Pharm Sci, 4, 4, 305-316

Polipropilen Glikol ve Toluendiizosiyanat'dan Üretilen Lavanta Kontrollü Salımı Yapan Poliüretan Mikroparçacıkların Üretimi ve Karakterizasyonu

ALKAN, Cemil¹, ÖZSEVİNÇ, Ali²

¹Gaziosmanpaşa Üniversitesi, Kimya Bölümü, Taşlıçiftlik Kampüsü, 60240 Tokat

²Gaziosmanpaşa Üniversitesi, Tekstil Programı, Taşlıçiftlik Kampüsü, 60240 Tokat

cemil.alkan@gop.edu.tr

AMAÇLAR

Kırılma ve kontrollü salım mekanizması ile koku salım özelliğine sahip poliüretan mikroparçacıklar toluendiizosiyanat (TDI)-propilen glikol etkileşimi ile üretilmiştir. Mikroparçacıkların karakterizasyonu FTIR, parçacık büyüklüğü, polarize optik mikroskop (POM) ve taramalı elektron mikroskop (SEM) analizi ile yapılmış, ayrıca düzenli ağırlık takibi ile kontrollü salım, belirli aralıklarla da mekanik etki uygulanarak kırılma özellikleri belirlenerek, tekstil uygulamaları için kullanılabilirliği araştırılmıştır.

GİRİŞ

Poliüretanlar çok yönlü malzemelerden biri olarak endüstride yaygın olarak kullanılmaktadır. Tekstil endüstrisinde özellikle elastomerik liflerin üretiminde kullanılmaktadır. Poliüretan elastomerlerin üretiminde çeşitli isosiyanat ve dioller kullanılarak liflerin yapısında sert ve yumuşak birimlerin beraber bulunması sağlanır. Yumuşak bölgeler liflerde uzama yeteneğinin oluşmasını sağlar ve amorf yapıda olup kolaylıkla deforme olurlar. Sert bölgeler ise kısıdır ve polimer zincirleri arasında çapraz bağ oluşturarak yapının birarada kalmasını teşkil eder.¹

Son yıllarda katma değeri yüksek olan fonksiyonel tekstil ürünlerine ilginin artmasından dolayı, mikrokapsülasyon teknolojisi tekstil ürünlerinde de kullanılmaya başlanmıştır. Özellikleri tekstil de termal konforun iyileştirilmesi üzerine birçok çalışma yapılmıştır.² Koku maddeleri uçucu özellikte olduklarından dolayı tekstil ürünlerine direkt uygulanamaz ve etki süreleri de çok kısa olur. Mikrokapsülleme teknikleri sayesinde koku maddeleri bir kabuk polimeri ile kaplanarak tekstilde uygulanabilir hale getirilerek etki süreleri kontrollü salım sistemleri ve kırılma mekanizmaları ile uzatılmıştır.³

Koku maddesi polimerik bir membran ile kaplanarak, dış etkenlerden korunmaktadır. Bu membranın kimyasal yapısı ve fiziksel özellikleri (kabuk kalınlığı, zincir uzunlukları, gözenek yapısı, mekanik özellikleri gibi) koku salım hızını direk olarak etkilemektedir. Bazı sistemlerde yavaş salım ile uzun süre etki sağlanırken, bazı sistemlerle de hızlı salım sağlanabilir. Ara yüzey polimerizasyon tekniği ile poliüretan-üre

mikrokapsülasyon sistemlerinde kullanılan kimyasalların farklılığı ve miktarı (izosiyanatlar-polioller), koku maddesinin özellikleri, kullanılan yüzey aktif madde, reaksiyon şartları gibi (sıcaklık, süre, karıştırma hızı) bir çok parametre kapsül yapısını değiştirmekte ve koku salım süre ve şekli değişmektedir.⁴ Poliüretan polimerinin üretimi sırasında polioller ve diizosiyanat malzemeleri kullanılmaktadır. Kısa zincirli polioller (etilen glikol, propilen glikol) kullanarak polimerin mekanik etkilerle kırılabilir olması sağlanabilir. Uzun zincirli ve daha yüksek molekül ağırlıklı polioller kullanarak ta (PEG₄₀₀, PEG₁₀₀₀, PG₄₀₀, PG₁₂₀₀) malzemenin elastik olması sağlanarak koku depo edebilir ve salabilir hale getirilir.⁵

Çalışma kapsamında , arayüzey polimerizasyon tekniği kullanılarak lavanta koku maddesinin, toluen diizosiyanat ve propilen glikol etkileşimi ile kapsül üretimi gerçekleştirilmiştir. Koku salan kapsüllerin kimyasal karakterizasyonu Fourier transform infrared (FTIR), parçacık boyutu analizi, optik mikroskop (POM), taramalı elektron mikroskop (SEM) görüntüleri ve kontrollü salım hızı ölçülerek yapılmıştır.

DENEYSEL

Malzeme

Toluen 2,4-diizosiyanat (TDI), Acros Organics, Propilen glikol, Sigma Aldrich, Polivinil alkol (Moviol 3-96), Sigma Aldrich, Dibütildilaurat (DBDTL), Merck ve Lavanta uçucu yağı, Tokat ilinde doğal olarak yetiştirilen lavanta çiçeğinden elde edilerek katkısız olarak (Kocaturk eczanesi) çalışmada kullanılmıştır.

Yöntem

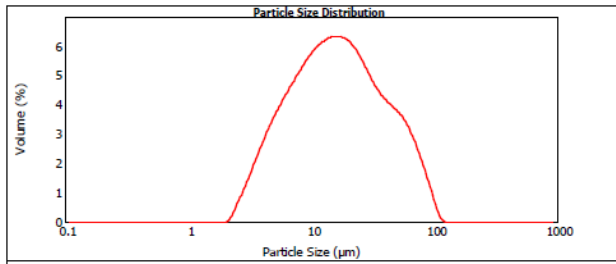
Tablo 1' de gösterildiği şekilde yağ ve su fazları elde edildikten sonra ceketli cam reaktörde 200 dev/dk ile 70 °C' de 2 saat karıştırılarak mikrokapsül üretilmiştir. Üretilen mikrokapsüller %30'luk etanol ile yıkanarak oda sıcaklığında kurutularak FTIR, Parçacık büyüklüğü, Optik mikroskop, Taramalı elektron mikroskop ve Salım özellikleri belirlenmiştir.

Tablo1. Yağ ve su fazlarının yapı ve kimyasal sistemi

Faz	Koku (mL)	Su (mL)	İzosiyanat (mL)	PVA (gr)	PG (mL)	DBDTL (mL)
Yağ	20		7,5 TDI			
Su ₁		120		2		
Su ₂		60			2,81	0,5

DENEYSEL SONUÇLAR/TARTIŞMA

Parçacık Büyüklüğü Sonucu : Parçacık büyüklüğü analizleri Malvern marka parçacık ölçer ile belirlenmiştir. Parçacık boyutu ölçümü öncesinde mikrokapsüller su ve yüzey aktif madde (Triton- X 100, 2-3 damla) ile homejenizatör ile 10000 dev/dk hızda 15 dk karıştırılmış ve homojen mikrokapsül dispersiyonu elde edilmesi amaçlanmıştır.



Şekil 2. Parçacık büyüklüğü sonucu.

Ortalama parçacık büyüklüğü 15,96 µm olarak bulunmuş olup, mikrokapsüllerin parçacık boyutu 5,02 µm ile 53,33 µm arasında değişmektedir. Parçacık büyüklüğü dağılımı Şekil 2’de gösterilmiştir.

Optik Mikroskop Görüntüleri (POM) : Üretilen mikrokapsüller Leica marka optik mikroskop altında 1200 kat büyütülerek yapı ve dağılımları bakımından incelenmiş Şekil 3’ de gösterilmiştir.

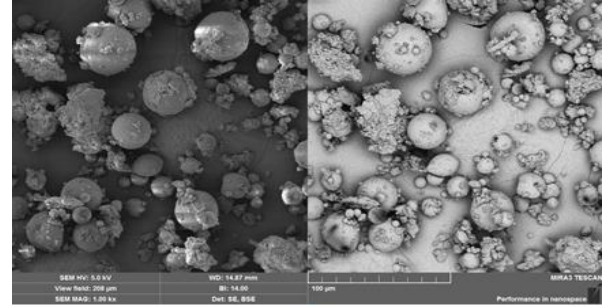


Şekil 3. Polarize optik mikroskop görüntüsü.

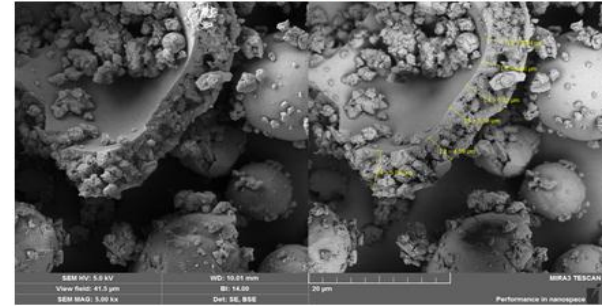
POM görüntülerine görede parçacık büyüklüğü dağılımına paralel olarak büyüklük 10-20 µm arası olarak tespit edilmiştir.

SEM Görüntüleri : Koku kapsüleri çeşitli büyütme oranlarında, FE-SEM, MIRA III, TESCAN marka cihazda kontrollü salım önce ve sonrasında

görüntülenerek kapsül şekil, kabuk yapısı ve kırılma durumları incelenerek Şekil 4’de gösterilmiştir.



SALIM ÖNCESİ

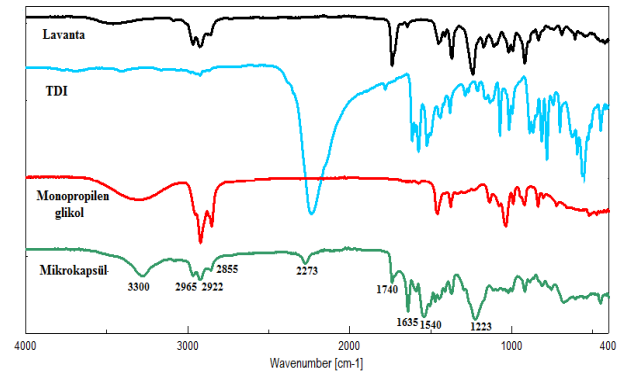


SALIM SONRASI

Şekil 4. Kontrol salım önce ve sonrasında SEM görüntüleri.

SEM görüntülerine göre mikrokapsüller dairesel olarak üretildiği, 50 µm’lik bir kapsülünde yaklaşık 5 µm kabuk kalınlığına sahip olduğu ve kırılabildiği tespit edilmiştir.

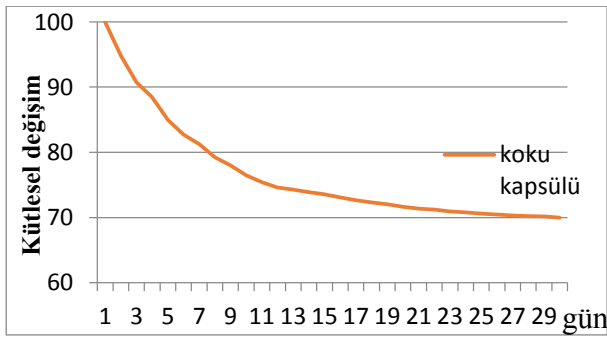
FTIR Sonucu: FTIR spektroskopisi ile kimyasal yapı analizinde mikrokapsüller, mikrokapsül üretiminde kullanılan duvar ve çekirdek maddelere ait spektrumlar incelenmiş ve mikrokapsül yapısında koku ve duvar polimerinin mevcut olup olmadığı araştırılmıştır. Aynı zamanda salım önce ve sonrasında FTIR alınarak koku maddesinin polimer duvarından salım yapıp yapmadığı araştırılmıştır.



Şekil.5 FTIR analiz sonucu.

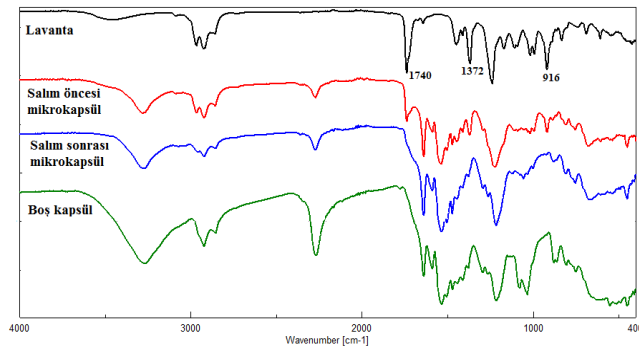
Şekil. 5’ de gösterilen FTIR grafiklerine göre propilen glikol’e ait –OH gerilme pikleri 3300 ile 3600 cm^{-1} arasında, -CH gerilme pikleri 2900 cm^{-1} civarında görülmüştür, koku maddesine ait –OH gerilme pikleri belirgin değil iken –CH gerilme pikleri 2800-3000 cm^{-1} arasında görülmektedir. Toluendiizosiyanat ait –N-C-O gerime pikleri yaklaşık 2250 cm^{-1} civarındadır. Üretilen mikrokapsülde 3300 cm^{-1} civarında –NH pikleri görülmektedir. -C=O gerilme ve –CN gerilme pikleri 1635 cm^{-1} de, -NH bükülme, -CN gerilme pikleri 1540 ve 1223 cm^{-1} , –C=O pikleri yaklaşık 1740 cm^{-1} de ve –C-O-C piki yaklaşık 1100 cm^{-1} görülmektedir. –NH, –C=O ve –CN ve –C-O-C pikleri poliüretan duvarın koku çekirdek maddesini kapsülleyerek oluştuğunu göstermektedir.

Kontrollü Salınım Sonucu: Üretilen koku kapsülü petri kabına konularak hassas terazide 24 saatte bir 30 gün boyunca ağırlık ölçümü yapılmış ve koku maddesinin kapsül duvarından uzaklaşarak ortama koku salması ağırlık kaybı ile araştırılmıştır. Ayrıca 10 günde bir mikrokapsüllere mekanik etki uygulanarak kırılma durumlarında salım hızı etkisi değerlendirilmiştir. Üretilen kapsüllere ait 30 gün boyunca ağırlık tartım sonuçlarının yüzdesel değişimi Şekil 6’ da gösterilmiştir.



Şekil 6. Kontrollü salınımın kütle değişimi.

Koku kapsülleri 30 gün boyunca düzenli olarak koku salımı yaparak ağırlığının yaklaşık % 30’nu kaybettiği görülmektedir.



Şekil 7. Kontrollü salım önce ve sonrası kapsüllerin, lavanta ve boş poliüretan kapsülün FTIR grafikleri.

Ayrıca Şekil.7’de gösterilen kontrollü salım önce ve sonrasında alınan FTIR sonuçlarına göre lavanta kokusundan gelen 1740 cm^{-1} –C=O, 1372 cm^{-1} –C-O ve 916 cm^{-1} dalga boyundaki pikler salım sonrasında azalarak ve kaybolarak lavanta kokusunun kontrollü salım ile kapsüllerden uzaklaştığını göstermektedir.

GENEL SONUÇLAR

Lavanta koku maddesini TDI-PG etkileşimi ile poliüretan kabuk ile kapsülleyerek tekstil malzemelerinde kullanılmak üzere mikro boyutta kapsül üretimi gerçekleştirilmiştir. Kapsüllerin parçacık boyutu analizlerinde mikro boyutta olduğu ve zamana bağlı olarak kontrollü salım ve kırılma mekanizması ile koku maddesinin kapsülden uzaklaşarak ortama koku verdiği görülmüştür.

Çalışmanın ilerleyen dönemlerinde farklı diizosiyanatların ve diollerin kapsül üretimindeki etkinlikleri ve kabuk kalınlığının kırılma ve salım davranışlarına etkisi araştırılacaktır.

KAYNAKLAR

- [1] Petrovic, Z.S. Ferguson, J. 1991. “Polyurethane elastomers ”, Progress in Polymer Science, 16 (5),695-836.
- [2] Nelson, G. 2002. “Application of microencapsulation in textiles”, International Journal of Pharmaceutics, 242(1) 55-62.
- [3] Rodrigues, S.N. Fernandes, I. Martins, I.M. Mata, V.G. Barreiro, F. Rodrigues, A. E. 2008. “Microencapsulation of Limonene for Textile Application”, Industrial & Engineering Chemistry Research, 47, 4142–4147.
- [4] Puslar, j. Stefanec, D. Vrhunec, A. 2015. “Using Chain Extenders to Modify Release Rates of Orange Oil from Poly(Urea-urethane) Microcapsules”, Acta Chimica. Slovenica. 62(3), 700-708
- [5] Hong, K., Park, S., 1998. “Preparation of polyurethane microcapsules with different soft segment and their caharacteristics”, Reactive & Functional Poymers, 42, 193-200

Polianilin ile Fonksiyonelleştirilmiş İndirgenmiş Grafen Oksit esaslı Esnek PVDF Piezoelektrik Nanogeneratörler

ÜNSAL, Ömer Faruk¹, ÇELİK BEDELOĞLU, Ayşe¹

¹Bursa Teknik Üniversitesi, Lif ve Polimer Mühendisliği Bölümü, Yıldırım/Bursa, Türkiye

unsal.omerf@gmail.com, ayse.bedeloglu@btu.edu.tr

AMAÇLAR

Bu çalışmanın amacı, poliviniliden florür (PVDF) esaslı esnek piezoelektrik nanogeneratörlerin, enerji dönüşümünde çıkış voltajı ve sinyal yoğunluğunun polianilin ile fonksiyonelleştirilmiş indirgenmiş grafen oksit (rPANIGO) ile geliştirilmesidir. Bu iletken malzeme, nanolif üretiminde katkı olarak ve katkısız nanolife kaplanarak ön elektrot olarak kullanılmıştır. Üretilen nanogeneratörlerin çıkış voltaj değerleri ele alınarak kaplama metodu ile nanolif içine katkı metodu kıyaslanmıştır. Çalışma sonuçlarına göre, maksimum voltaj değeri, rPANIGO kaplı numunelerde 10,60 V olarak elde edilmiştir.

GİRİŞ

Nanogeneratörler, küçük miktarlardaki atık mekanik enerjiyi kullanılabilir veya depolanabilir elektrik enerjisine dönüştüren cihazlardır. Nanogeneratörler, mekanik enerji dönüşümünü basınç (piezoelektrik) etkisi¹ ile ve statik elektriklenme (triboelektrik) mekanizması² ile gerçekleştirebilmektedir.

Piezoelektrik etki, mekanik müdahaleye (bükme, basma vb.) maruz kalan bir malzemenin yüzeyindeki farklı bölgelerde potansiyel fark ortaya çıkarmasıdır. Bu mekanizma ile ortaya çıkan potansiyel farkın kaynağı ise malzemedeki moleküler paketlemenin bir simetri merkezine sahip olmamasıdır³. Bu amaçla kullanılan ilk piezoelektrik malzemeler metal oksit kristalleridirler. Piezoelektrik enerji dönüşümünde, üretilen enerjinin iletimi veya piezoelektrik etkinin geliştirilmesi amacıyla grafen, karbon nanotüp, iletken polimerler, metal nanomalzemeler, farklı uygulama teknikleriyle kullanılabilirler⁴⁻⁷.

Piezoelektrik nanogeneratörler, 2006'da Z.L. Wang tarafından ortaya atıldığı tarihlerden sonra inorganik bileşikler üzerinden geliştirilmiştir¹. Fakat inorganiklerin kırılma olmasından dolayı farklı arayışlara girilmiştir.

Piezoelektrik nanogeneratörlerde polimerlerin kullanımı poliviniliden florür ile başlamıştır. Bu bağlamda Abdolhasani, PVDF/grafen kompozit nanolifler üretmiş ve piezoelektrik ölçümler almıştır⁸. Fuh ve arkadaşları⁹, CVD metoduyla grafen sentezleyerek yaldırım yöntemiyle PET substratlara transfer etmişlerdir. Piezoelektrik katman olarak üretilen PVDF nanolifler, yakın mesafeden üretilmiş ve bu sayede üretim esnasında polarizasyon

işleminde de geçerek β-kristalin faz oluşumunun artırıldığı öngörülmüştür. PET/grafen elektrotlar arasına alınan PVDF nanolif, PDMS reçineye daldırılıp kürlenerek nanogeneratör üretilmiştir.

Roy ve Mandal, benzer bir çalışma yaparak PVDF nanolifler üretmiştir. Fakat nanoliflere dolgu olarak kütlece %0,25 oranında CdS ile fonksiyonelleştirilmiş indirgenmiş grafen oksit (CdS/rGO) ilave ederek piezoelektrik etkinin yoğunluğunu artırmayı hedeflemiştir¹⁰. Nanolif üretiminden sonra alınan FT-IR spektrumlarında 1275 ve 1233 cm⁻¹'de gözlenen pikler, elektro-aktif β ve γ fazların varlığı; α fazın ise elimine edildiği kanıtlamıştır. Ayrıca piezoelektrik ölçümler sonucunda da CdS/rGO katkılı PVDF nanolifler, katkısız olanlara göre 3 kattan fazla bir performans göstermiştir. İletken polimerlerin kullanıldığı bir çalışmada, üst elektrot olarak altın kaplı poliüretan substrat elektrot olarak seçilirken alt elektrot olarak iletken bir kopolimer seçilmiştir¹¹. Çalışma kapsamında 3,4-etilen dioksitiyofen (EDOT) ve anilin monomerleri 5:1 oranında karıştırılarak polimerize edilmiş ve cam yüzeyine kaplanmıştır. Piezoelektrik katman olarak camın iletken yüzeyinde ZnO nanoteller büyütülmüştür. Elektriksel ölçümler için cihazın üst ve alt elektrotları Schottky bariyerinden geçirilerek DC formda ölçülmüştür.

DENEYSEL

Malzeme

Çalışma kapsamında üretilecek nanolifler için çözücü olarak aseton (Sigma-Aldrich) ve dimetil formamid (DMF) (Merck); polimer olarak ise poliviniliden florür (PVDF) (Alfa Aesar) (d: 1,76 g/cm³) kullanılmıştır.

İndirgenmiş grafen oksit üretimi için grafit (Merck), sülfürik asit (%98, Merck), fosforik asit (%85, Sigma-Aldrich), potasyum permanganat (Sigma), hidrojen peroksit (%35, Sigma-Aldrich) ve hidrazin hidrat (%55, Sigma), hidroklorik asit (%37, Fischer Chemicals) ve etil alkol (ISOLAB) kullanılmıştır.

Polianilin sentezlenmesi ve grafen oksit fonksiyonelleştirmesi için ise anilin (%99,9, Sigma-Aldrich), hidroklorik asit (%37, WVR Chemicals) ve amonyum persülfat (%98, Sigma) kullanılmıştır.

Yöntem

rPANIGO sentezi için literatürde belirtilen metot kullanılmıştır¹². Bu metoda göre PANI sentezi GO varlığında yapıldığında polianilin makromolekülleri kovalent ve fiziksel olarak grafen oksit yüzeyine tutunabilmektedir. PANI, GO varlığından sentezlendikten sonra hidrazin hidrat ile indirgenmiş ve PANI'in iletken emeraldin formunu koruması için 1M HCl ile doplanmıştır.

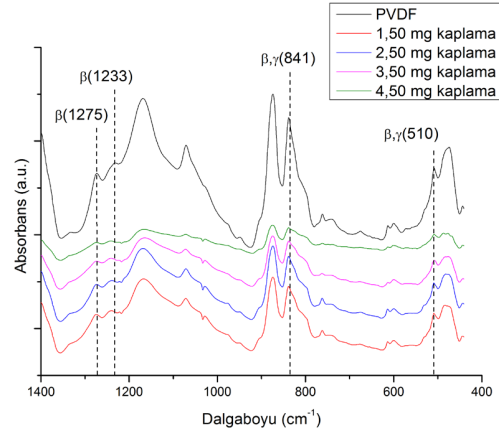
Nanolif üretmek amacıyla kütlece 2:1 aseton/DMF karışımı hazırlanmış ve bu karışımda kütlece %10 polimer/katkı içerecek miktarda PVDF/rPANIGO çözülmüştür. Katkılı nanolifler, polimer içerisinde %0,1, %0,5 ve %1,0 rPANIGO içerecek şekilde hazırlanan çözeltilerden üretilmiştir. Katkısız liflerin elektroüretimi 4 mL/sa çözelti besleme hızı, iğne-tambur arası 20 cm mesafe, 30 kV voltaj ve 300 rpm toplayıcı tambur dönme hızında gerçekleştirilmiştir. Bu değerler katkılı nanolifler için 7 mL/sa, 15 cm, 32 kV ve 300 rpm olarak belirlenmiştir. kaplamalı numunelerin üretimi, katkısız nanolifli yapının 75mm X 25mm alanının, her iki yüzeyinin belirlenen miktarda (1,50 mg, 2,50 mg, 3,50 mg, 4,50 mg) rPANIGO püskürtülmesi ile gerçekleştirilmiştir.

Tüm örnekler, üretim aşaması tamamlandıktan sonra 20 dakika süre ile 10 MV/m elektrik alana maruz bırakılarak β -kristalin faz oluşumu desteklenmiştir. Bu işlemden sonra örnekler iç yüzeyi alüminyum folyo kaplı PDMS filmler arasına alınarak bu çalışma için üretilmiş test aparatına yerleştirilerek bükmeye maruz bırakılmıştır. Nanogeneratörden alınan elektriksel kontaklar bir osiloskopa bağlanarak anlık çıkış voltajları kaydedilmiştir.

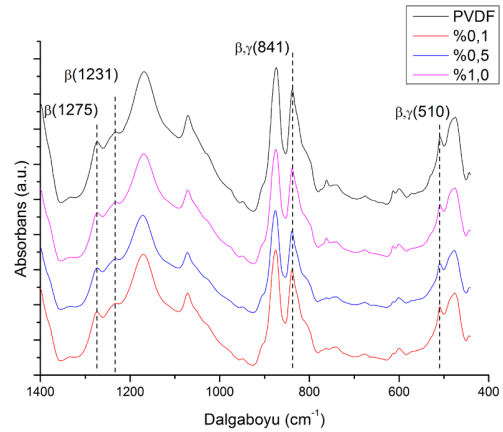
DENEYSEL SONUÇLAR/TARTIŞMA

PVDF nanoliflerde β faz etkisinin gözlenmesi için elektrik alanda polarlanmış nanolif, polarlanmamış nanolif ve toz PVDF FT-IR analizine sokulmuştur. Belirlenen dalgaboylarındaki absorbanz piklerinin toz PVDF'de oluşmadığı; fakat hem polarlanmış hem de polarlanmamış nanoliflerde olduğu gözlenmiştir. Polarlanmış ve polarlanmamış nanoliflerde ise β faz piklerinde kayda değer bir değişim saptanmamıştır. Polimerin toz formdan nanolif formuna geçerken hem lif çekim prosesi gereği uğradığı oryantasyondan, hem de çözünmüş halde iken uğradığı büyük elektriksel alan etkisinden dolayı β faza geçtiği görülmektedir^{10,13}. Kaplama uygulanmış ve polarlanmış nanoliflerin spektrumları kaplanmamış ve polarlanmış PVDF nanolif ile kıyaslandığında spektrumdaki tüm piklerin şiddetinin azaldığı gözlenmiştir (Şekil 1). Pik şiddetlerindeki düşüşün sebebi, FT-IR analizine giren aktif yüzeyin PVDF'in üzerine kaplanmış rPANIGO olması olarak öngörülmektedir. rPANIGO katkılı nanoliflere ait FT-IR spektrumlarında ise katkı malzemeleri kaplamalı numunelerdekine benzer bir şekilde absorbanzı artırmış ve β -kristalin faz piklerini bir miktar maskeleymiştir. Fakat bunun pik şiddetine,

kaplamalı numunelere oranla oldukça kısıtlı bir etkisi olduğu gözlenmiştir (Şekil 2).



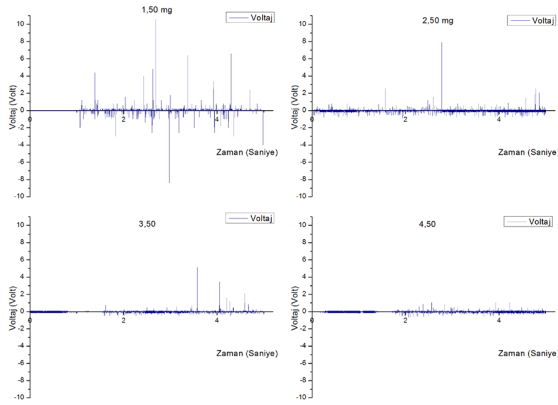
Şekil 1. Kaplamalı nanolifli yapılara ait FT-IR spektrumları



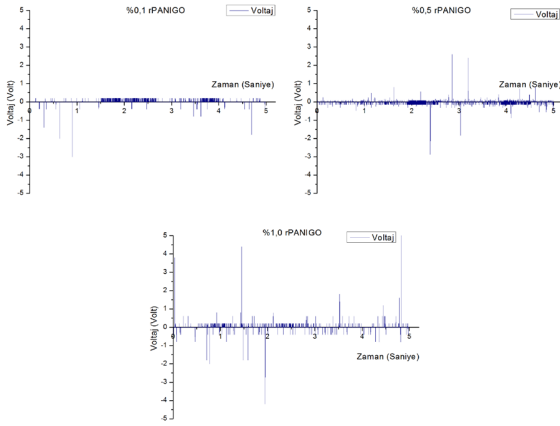
Şekil 2. Katkılı nanolifli yapılara ait FT-IR spektrumları

Alınan piezoelektrik ölçümler sonucunda herhangi bir işlem uygulanmamış saf PVDF nanolif için maksimum voltaj 1,92 V olarak ölçülmüştür. rPANIGO kaplamalı numunelerde en yüksek sonucu veren, 1,50 mg/yüzey kaplama içeren nanolifli yapı, 10,60 V gerilim üretmiştir. Bu değer, 2,50 mg, 3,50 mg ve 4,50 mg/yüzey kaplama içeren numunelerde sırasıyla 8,24V, 5,12 V ve 1,20 V olarak belirlenmiştir (Şekil 3). rPANIGO kaplama, sadece maksimum voltajı değil sinyal sayısını (sinyal yoğunluğu) da artırarak daha hassas bir piezoelektrik sistemin ortaya çıkmasını sağlamıştır. Kaplamalı numunelerde kaplama miktarının artmasıyla voltajın ve sinyal yoğunluğunun azalması, kaplama malzemelerinin öz dirençlerinin metallere nazaran oldukça yüksek olmasından kaynaklanmıştır. rPANIGO dolgulu nanoliflerde hem kaplamalı numunelerin hem de rGO katkılı numunelerin aksine

bir sonuç ortaya çıkmıştır. Bu numunelerde rPANIGO katkılama miktarı arttıkça maksimum çıkış voltaj değeri ve sinyal yoğunluğu bariz bir şekilde artmıştır. Maksimum çıkış voltajları ise %1,0'lik numunelerde 5,0 V, %0,5'lik numunede 2,88 V ve %0,1'lik numunede 3,00 V gerilim olarak üretilmiştir (Şekil 4). Bu duruma, solvent içerisindeki rPANIGO'nun PANI yüzeyin emeraldin-bernigranilin geçişinin tam olarak kontrol altında tutulamaması nedeniyle, rPANIGO katkının iletken-dielektrik arası bir karakter sergilemesinin yol açtığı düşünülmektedir.



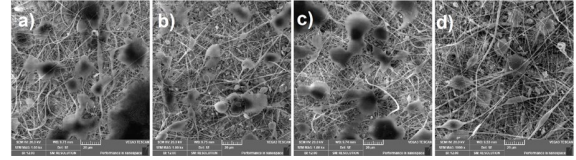
Şekil 3. Kaplamalı nanolifli yapılara ait çıkış voltaj grafikleri



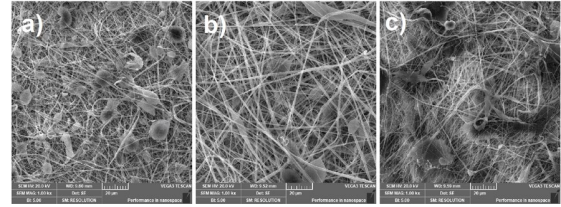
Şekil 4. Katkılı nanolifli yapılara ait çıkış voltaj grafikleri

Numunelerden alınan taramalı elektron mikroskop görüntüleri neticesinde, beklenen özellikte nanolif oluştuğu görülmektedir. Elektroüretim metodunda üretim parametrelerinin üretilen nanoliflerin özelliklerine doğrudan etki etmesinden dolayı kaplamalı ve katkılı nanolifler arasında bazı özelliklerin farklılık gösterdiği görülmektedir. En net nanolif formu gösteren numunelerin katkısız PVDF nanolifler olduğu tespit edilmiştir. rPANIGO kaplamaların, tüm numuneler arasında en kötü homojeniteye sahip olduğu, SEM görüntülerinde de kanıtlanmıştır. rPANIGO partiküller etil alkol

içerisinde homojenize edilmesine rağmen ancak partikül boyutunun küçültüldüğü, topaklanmanın engellenmediği gözlenmiştir. Hedeflendiği üzere filimsi bir kaplama elde edilememekle birlikte aglomere olmuş rPANIGO partiküller PVDF nanoliflere tutunmaktadır. Topaklanmadan dolayı, kütlece belirtilen oranlarda kaplama uygulanmış olsa da, istenilen üniform dağılım SEM analizi için seçilen nanolif bölgelere yansımamaktadır. Ayrıca çok küçük ebatlara inmiş rPANIGO partiküllerin liflerin arasına penetre olduğu gözlenmektedir (Şekil 5). Katkılı nanoliflere ait SEM görüntülerinde, rPANIGO'un aglomerasyona uğramasından dolayı lif kalitesini de bozduğu gözlenmiştir. Ayrıca rPANIGO partiküller, life gömülü şekilde kaldığından dolayı direkt olarak görülememektedir (Şekil 6).



Şekil 5. a) 1,50 mg rPANIGO kaplı, b) 2,50 mg rPANIGO kaplı c) 3,50 mg rPANIGO kaplı, d) 4,50 mg rPANIGO kaplı numunelere ait SEM görüntüleri (1,0 kx)



Şekil 6. a) %0,1 rPANIGO katkı, c) %0,5 rPANIGO katkı ve e) %1,0 rPANIGO katkı PVDF nanoliflere ait SEM görüntüleri (1,0 kx)

GENEL SONUÇLAR

PVDF nanoliflerde β -kristalin faz analizi için FT-IR analizi gerçekleştirilmiş ve β -faz pikleri nanolif formuna geçtikten hemen sonra gözlenmiştir. Lif çekim prosesinin yüksek elektrik alan altında gerçekleşmesi ve çözelti formdaki polimerde grupların kolayca yer değiştirmesi sayesinde, PVDF başta çoğunlukla α -kristalin fazda iken nanolifli yapı oluştuğunda piezoelektrik β ve γ kristalin faza geçmiştir. Saf PVDF nanolifin maksimum çıkış voltajı 1,92 V olarak ölçülmüştür. Kaplama veya katkı yapılmış tüm numunelerin piezoelektrik ölçümlerinde, en ince kaplamaların, en yüksek voltaj değerini verdiği gözlenmektedir. Piezoelektrik etki ile üretilmiş voltaj, kaplama miktarı arttıkça kaplama malzemesinin öz direncinde kaybolmaktadır. Düşük kaplama kalınlıklarında ise nanopartiküllerin

nanolifler arasına girebilmesi ile kaplama uygulanmamış nanolifte polimerin özdirencinden kaybolan akım kaplama malzemesi tarafından yakalanarak dışarı alınabilmektedir; kaplama kalınlığı düşük olduğu için de dirençten etkilenmemektedir. Kaplamalı numunelerde maksimum voltaj değeri 10,60 V ile 1,50 mg rPANIGO kaplı numuneden elde edilmiştir. kaplama malzemesinde, PANI ile rGO sinerjik bir etki oluşturarak diğer malzemelerden daha yüksek bir voltaj üretmişlerdir. rPANIGO dolgu nanoliflerden alınan ölçümlerde ise, kaplamalı nanoliflere nazaran daha fazla sinyal yoğunluğu ve daha düşük maksimum voltaj elde edilmiştir. Bunun sebebi, kaplamalı numunelerde polarlama, bir yüzeyden diğerine gerçekleşirken dolgu nanoliflerde nanolif içerisindeki dolgu malzemeleri arasında da elektrik alan oluşması şeklinde açıklanabilir. Ayrıca iletken dolguların polimere penetrasyonu kaplamaya nazaran daha fazla olduğundan üretilen voltajı elektrota daha kolay taşıyabilmektedirler.

SONRAKİ DÖNEM ÇALIŞMALARI

İleriki zamanlarda planlanan çalışmalarda farklı piezoelektrik malzemeler, farklı katkı malzemeleri ve yeni elektrot tasarımlarının yanı sıra triboelektrik nanojeneratörler üzerine de çalışılması planlanmaktadır.

TEŞEKKÜR/BİLGİLENDİRME/FON KAYNAĞI

Bu çalışma, Bursa Teknik Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri Birimi tarafından 172L01 proje numarası ile desteklenmiştir.

KAYNAKLAR

1. Wang, Z.L. & Song, J. (2006). Piezoelectric Nanogenerators Based on Zinc Oxide Nanowire Arrays, *Science*, 312, 242-246.
2. Wang, Y., Yang, Y. & Wang, Z.L. (2017). Triboelectric nanogenerators as flexible power sources, *Flexible Electronics*, 1(10), 1-10.
3. Erhart, J. (2013). Experiments to demonstrate piezoelectric and pyroelectric effects, *Physics Education*, 48(4), 438-447.
4. Saravanakumar, B., Thiyagarajan, K., Alluri, N. R., SoYoon, S., Taehyun, K., Lin, Z. H. & Kim, S. J. (2015). Fabrication of an eco-friendly composite nanogenerator for self-powered photosensor applications. *Carbon*, 84, 56-65. <http://dx.doi.org/10.1016/j.carbon.2014.11.041>
5. Shin, D. M., Tsege, E. L., Kang, S.H., Seung, W., Kim, S. W., Kim, H. K., Hong, S. W. & Hwang, Y. H. (2015). Freestanding ZnO nanorod/graphene/ZnO nanorod epitaxial double heterostructure for improved piezoelectric nanogenerators. *Nano Energy*, 15, 268-277. <https://doi.org/10.1016/j.nanoen.2014.12.040>
6. Zhong, H., Xia, J., Wang, F., Chen, H., Wu, H. & Lin S. (2017). Graphene-Piezoelectric Material Heterostructure for Harvesting Energy from Water Flow. *Adv. Funct. Mater.*, 27, 1604226. <https://doi.org/10.1002/adfm.201604226>
7. Son, M. Jang, H., Lee, M. S., Yoon, T. H., Lee, B. H., Lee, W. & Ham, M. H. (2018). Flexible Transparent Nanogenerators Utilizing Shape-Modulated ZnO Nanorod Arrays on Graphene Electrodes. *Adv. Mater. Technol.*, 3, 1700355. DOI: 10.1002/admt.201700355
8. Abdolhasani, M. M., Shirvanimoghaddam, K. & Naebe, M. (2017). PVDF/graphene composite nanofibers with enhanced piezoelectric performance for development of robust nanogenerators. *Composites Science and Technology*, 138, 49-56. <http://dx.doi.org/10.1016/j.compscitech.2016.11.017>
9. Fuh, Y. K., Kuo, C. C., Huang, Z. M., Li, S. C. & Liu, E.R. (2016). A Transparent and Flexible Graphene-Piezoelectric Fiber Generator. *Small*, 12(14), 1875-1881. DOI:10.1002/sml.201503605
10. Roy, K. & Mandal, D. (2017). CdS decorated rGO containing PVDF Electrospun Fiber Based Piezoelectric Nanogenerator for Mechanical Energy Harvesting Application. *AIP Conference Proceedings*, 1942, 050125. <https://doi.org/10.1063/1.5028756>
11. Cheng, Y. Y., Chou, S. C. & Chang, J. A. (2011). Development of flexible piezoelectric nanogenerator: Toward all wet chemical method. *Microelectronic Engineering*, 88, 3015–3019. doi:10.1016/j.mee.2011.04.064
12. Li, M., Huang, X., Wu, C., Xu, H., Jiang, P. & Tanaka, T. (2012). Fabrication of two-dimensional hybrid sheets by decorating insulating PANI on reduced graphene oxide for polymer nanocomposites with low dielectric loss and high dielectric constant. *Journal of Materials Chemistry*, 22, 23477. DOI: 10.1039/c2jm34683d
13. Garain, S., Jana, S., Kumar Sinha, T. & Mandal, D. (2016). Design of In Situ Poled Ce³⁺-Doped Electrospun PVDF/Graphene Composite Nanofibers for Fabrication of Nanopressure Sensor and Ultrasensitive Acoustic Nanogenerator. *ACS Appl. Mater. Interfaces*, 8, 4532-4540. DOI: 10.1021/acsami.5b11356

Kendi Kendini Onaran Malzemeler için Mikrokapsül Üretimi

SEZER HİÇYILMAZ, Ayşe¹, ÇELİK BEDELOĞLU, Ayşe¹

¹Bursa Teknik Üniversitesi, Lif ve Polimer Mühendisliği, Yıldırım, Bursa, TÜRKİYE

aysesezerh@gmail.com, ayse.bedeloglu@btu.edu.tr

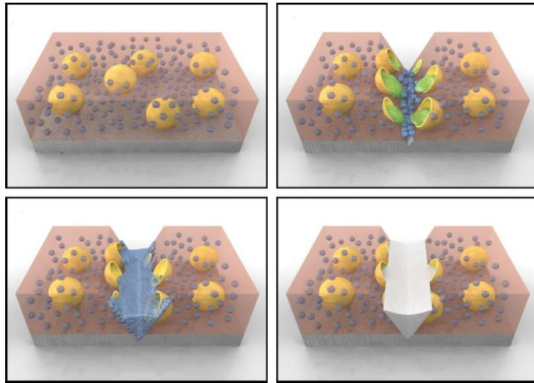
AMAÇLAR

Kendi kendini onaran malzemeler, son yıllarda, özellikle mühendislik ve tıp gibi alanlarda çok fazla dikkat çekmiştir. Bu çalışmanın amacı, kendini onarabilen malzemelerde kullanılacak iyileştirici ajan içeren mikrokapsüllerin üretilerek özelliklerinin karakterize edilmesidir. Ayrıca, farklı oranlarda (%0,025, %0,05 ve %0,1) grafen oksit takviyesi yapılarak elde edilen yeni mikrokapsüllerin özellikleri de bu çalışmada incelenerek sunulmuştur.

GİRİŞ

Malzemenin kendi kendisini onarma özelliği, malzeme ömrünü artırırken bakım-onarım masraflarını düşürmektedir. Bunun yanında hammadde kullanımını azaltarak karbon emisyonları ve çevre kirliliğinin azalmasına katkıda bulunmaktadır. Bu gibi avantajları sebebiyle kendi kendini onaran malzemeler üzerine çalışmalar hem akademik hem de ticari anlamda gündemden güne artmaktadır.

Mikrokapsüller, kendini onaran malzeme üretimi için yaygın olarak kullanılmaktadır. İyileştirici ajan içeren mikrokapsüller kaplama, polimer ya da kompozitlere kolaylıkla dahil edilebilmektedir. Deformasyon olduğunda mikrokapsüller kırılarak iyileştirici ajan salınmakta ve zarar gören bölgeyi doldurup sertleşerek iyileşmeyi sağlamaktadır (Şekil 1) ¹.



Şekil 1. Mikrokapsüllerin iyileşme mekanizması²

Mikrokapsül üretimi ile ilgili bir çok çalışma yapılmaktadır ³⁻⁷. Özellikle mikrokapsüllerin düşük mekanik ve termal özellikleri en önemli problemlerden biridir. Bu problemi çözmek için grafen, grafen oksit, karbon nanotüp, alümina gibi nanopartiküller yaygın olarak kullanılmaktadır ⁸⁻¹³. Yapılan çalışmalarda çeşitli surfaktantlar yardımcı olarak kullanılmıştır. Bu çalışmada surfaktant kullanılmadan ve grafen oksit herhangi bir ön işlem olmadan reaksiyona dahil edilmiştir. Bu çalışma kolay üretim yöntemi açısından diğerlerinden ayrılmaktadır.

DENEYSEL

Malzeme

Üre, formaldehit (%37'lik), resorsinol, amonyum klorür Sigma Aldrich firmasından alınmıştır. Hobbyart EP-100 Epoksi reçinesi kullanılmıştır. Grafen oksit, grafitten Hummers metodu ile elde edilmiştir ¹⁴.

Yöntem

Mikrokapsüller in-sitü emülsiyon polimerizasyonu yöntemi ile üretilmiştir. 0.04 mol üre, belli miktarlarda amonyum klorür ve resorsinol ile % 6'lık sulu çözelti hazırlanmıştır. Belli oranlarda grafen oksit saf su karışımı homojenize edildikten sonra reaksiyon çözeltisine eklenmiştir. HCl çözeltisi ile pH 3,5'e ayarlanmıştır. 10 ml epoksi reçine damlatılarak reaksiyon çözeltisine eklenmiştir. 800 rpm karıştırma hızıyla belli süre karıştırılarak emülsiyon elde edilmiştir. 0,076 mol formaldehit eklenerek reaksiyon sıcaklığı 1°C/dk hızla 60 °C'ye çıkarılmıştır. 4 saat sonunda reaksiyon sonlandırılmış ve mikrokapsüller su ve asetonla filtre edilerek oda sıcaklığında kurutulmuştur.

Grafen oksit miktarları reaksiyona giren katı malzeme miktarına göre %0,025, %0,05, %0,1 olacak şekilde belirlenmiştir. Elde edilen

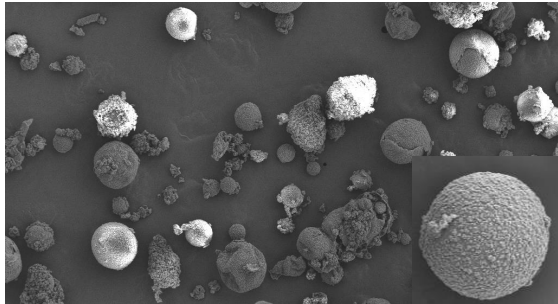
mikrokapsüller MC; 0,025 GO-MC; 0,05 GO-MC; 0,1 GO-MC olarak adlandırılmıştır.

Üretilen mikrokapsüllerin morfolojisi ve boyutları taramalı elektron mikroskopu (SEM) ile analiz edilmiştir. GO katkısının mikrokapsüllerin termal bozunma davranışı üzerine etkisi Termal Gravimetrik Analiz (TGA) Cihazı ile inert ortamda (N₂) test edilmiştir.

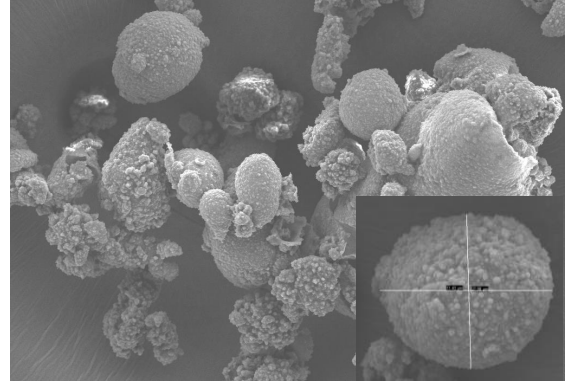
DENEYSEL SONUÇLAR/TARTIŞMA

Mikrokapsüllerin morfolojisi

Üretilen mikrokapsüllerin morfolojisi ve boyutları taramalı elektron mikroskopu (SEM) ile analiz edilmiştir (Şekil 2-3). Katkısız mikrokapsüllerin yüzeyleri pürüzlü ve boyutları yaklaşık 50-200 mikron arasında değişmektedir. Grafen oksit katkısı mikrokapsüllerin boyutlarını küçültmüştür. % 0,1 GO-MC boyutları 10 - 50 mikron arasında değişmektedir. Ayrıca 0,025 ve 0,05 oranında GO katkısı 1-5 mikron boyutlarında oldukça düzgün şekilli ve pürüzsüz yüzeyli mikrokapsül oluşumuna sebep olmuştur. Çok az miktarlarda GO eklenmesi üretimde emülsiyon ajanı olarak davranmasına sebep olmuştur⁹. 0,025 GO-MC ve 0,05 GO-MC görüntülerinde GO filmleri düzgün yüzeyli mikrokapsülleri örterek bunları birbirine bağlamıştır¹⁵. %0,1 GO-MC' lerde, GO varlığı kapsül kabuğunda bulunan GO katmanları sebebiyle yüzeylerin girintili çıkıntılı olması ve şekillerinin bozulmasından anlaşılmaktadır. GO partikülleri yüzeyde ve mikrokapsüller arasında birikerek kapsül kabuklarını kalınlaştırmıştır¹⁶.



Şekil 2. Katkısız mikrokapsüllerin SEM görüntüleri



Şekil 3. % 0,1 GO-MC mikrokapsüllerin SEM görüntüleri

Mikrokapsüllerin termal özellikleri

GO katkılı ve katkısız mikrokapsüllerin TGA sonuçları Tablo 1'de verilmiştir. Tüm mikrokapsüller 200 °C' de bozunmaya başlamıştır. Tablo 1' de görüldüğü gibi GO miktarı arttıkça %30 ve % 50-60 ağırlık kaybına denk gelen sıcaklıklar artmıştır. Bu sonuçlar, üretilen mikrokapsüllerin 200 °C'ye kadar dayanıklı olduğunu ve GO katkısının 2. bozunma sıcaklıklarını arttırdığını göstermektedir.

Tablo1. Mikrokapsüllerin TGA sonuçları

Ağırlık kaybı	MC (°C)	% 0,025 GO-MC (°C)	% 0,50 GO-MC (°C)	% 0,1 GO-MC(°C)
%10	200	200	200	200
%30	259	259	265	270
%50	286	277	301	332
%60	317	296	347	365

GENEL SONUÇLAR

GO katkılı epoksi dolgulu katkısız poli(üre-formaldehit) mikrokapsülleri surfaktansız in-sitü emülsiyon polimerizasyonu yöntemiyle üretilmiştir. Bu çalışma üretim yöntemi yönünden diğer çalışmalardan ayrılmaktadır. GO katkısının belli bir orana kadar surfaktant özelliği göstererek mikrokapsüllerin boyutlarını küçülttürek daha düzgün şekilli olmalarına sebep olurken; %0,1 oranında GO katkısı mikrokapsül kabuklarının kalınlaşmasına neden olmuştur. 200 °C' ye kadar dayanıklı mikrokapsüller üretilmiş olup GO katkısı ile (0,05 ve 0.1) 2. bozunma sıcaklıkları arttırılmıştır. Üretilen bu mikrokapsüller kendini onarabilen epoksi kompozitlerde doğrudan kullanılabilir. Ayrıca

iyileştirici ajan değiştirilerek kendini onaran polimerik kaplama ya da malzeme üretiminde kolay ve ucuz bir şekilde kullanılabilir.

SONRAKİ DÖNEM ÇALIŞMALARI

İleri çalışmalarda GO miktarı artırılarak mikrokapsüller üretilmesi ve özelliklerinin incelenmesi planlanmaktadır.

KAYNAKLAR

¹ Zhu D Y, Rong M Z, Zhang M Q, 2015, "Self-healing polymeric materials based on microencapsulated healing agents: From design to preparation". *Prog Polym Sci*,49,175-220.

² Cho S H, White S R, Braun P V, 2009, "Self-healing polymer coatings". *Adv Mater*,21,6,645-9.

³ Liao L, Zhang W, Xin Y, Wang H, Zhao Y, Li W, 2011, "Preparation and characterization of microcapsule containing epoxy resin and its self-healing performance of anticorrosion covering material". *Chin Sci Bull*,56,4-5,439-43.

⁴ Fan C, Zhou X, 2011, "Effect of emulsifier on poly (urea-formaldehyde) microencapsulation of tetrachloroethylene". *Polym Bull*,67,1,15-27.

⁵ Hu J, Chen H-Q, Zhang Z, 2009, "Mechanical properties of melamine formaldehyde microcapsules for self-healing materials". *Mater Chem Phys*,118,1,63-70.

⁶ Rule J D, Sottos N R, White S R, 2007, "Effect of microcapsule size on the performance of self-healing polymers". *Polymer*,48,12,3520-9.

⁷ Ting Z, Min Z, Xiao-Mei T, Feng C, Jian-Hui Q, 2010, "Optimal preparation and characterization of poly (urea-formaldehyde) microcapsules". *J Appl Polym Sci*,115,4,2162-9.

⁸ Sarkar S, Kim B, 2017, "Analysis of graphene-encapsulated polymer microcapsules with superior thermal and storage stability behavior". *Polym Degrad Stab*,138,72-81.

⁹ Fan C, Wei T, Hu C, Zhou X, 2016, "Preparation of GO/PUF hybrid shell microcapsules using GO sheets as the particulate emulsifier". *Micro & Nano Letters*,11,4,207-11.

¹⁰ Chhetri S, Adak N C, Samanta P, Murmu N C, Kuila T, 2017, "Functionalized reduced graphene oxide/epoxy composites with enhanced mechanical properties and thermal stability". *Polym Test*,63,1-11.

¹¹ Sarkar S, Kim B, 2018, "Synthesis of graphene oxide-epoxy resin encapsulated urea-formaldehyde microcapsule by in situ polymerization process". *Polym Compos*,39,3,636-44.

¹² Fereidoon A, Ahangari M G, Jahanshahi M, 2013, "Effect of nanoparticles on the morphology and thermal properties of self-healing poly (urea-formaldehyde) microcapsules". *Journal of Polymer Research*,20,6,151.

¹³ Li J, Feng Q, Cui J, Yuan Q, Qiu H, Gao S, et al., 2017, "Self-assembled graphene oxide microcapsules in Pickering emulsions for self-healing waterborne polyurethane coatings". *Compos Sci Technol*,151,282-90.

¹⁴ Tas M, Altin Y, Bedeloglu A, 2018, "Graphene and graphene oxide-coated polyamide monofilament yarns for fiber-shaped flexible electrodes". *The Journal of The Textile Institute*,1-7.

¹⁵ Zheng H, Guo M, Shao Y, Wang Y, Liu B, Meng G, 2018, "Graphene oxide-poly (urea-formaldehyde) composites for corrosion protection of mild steel". *Corros Sci*,139,1-12.

¹⁶ Qiao Z, Mao J, 2017, "Enhanced thermal properties with graphene oxide in the urea-formaldehyde microcapsules containing paraffin PCMs". *J Microencapsulation*,34,1,1-9.

Atomik Katman Biriktirme (ALD) ile Kaplanan Naylon Kumaşların Antibakteriyel Etkinliği

DİLER, Sümeyye^{1,2}, AKYILDIZ, Halil İ.¹

¹Uludağ Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Tekstil Mühendisliği Bölümü, Bursa, Türkiye
halilakyildiz@uludag.edu.tr

AMAC

Yapılan çalışmada teknik Nylon kumaş (Cordura®) yüzeyine, ALD (Atomic Layer Deposition)(Atomik Katman Biriktirme) yöntemi kullanılarak, TiO₂ ve ZnO ince film kaplamalar yapılmıştır. Kaplanmış kumaşlarda karanlık ve ışık ortamında antibakteriyel performanslarının belirlenmesi amaçlanmıştır.

GİRİŞ

Endüstri, enerji kullanımını ve çevresel etkileri en aza indirirken mevcut işlevi iyileştiren yeni yaklaşımlar aramaktadır. Buna göre, son yılların bilinen yüzey kaplama teknolojilerinden biri olan ALD metodunda tipik olarak özellikler iyileştirilmiştir. Geniş yüzey alanlarında homojen kaplama sağlanması, düşük sıcaklıklarda kaplamaya imkan vermesi sebebiyle ALD metodu daha etkin kaplama sağlamıştır. Kayacı ve diğerleri¹, elektroçekim yöntemi ile elde ettikleri naylon 66 nanofiblerini ALD yöntemi kullanarak ZnO kaplamışlar ve oluşan membranların fotokatalitik özelliklerini test etmişlerdir. Fakat membranın boya çözültüsü içerisinde kabın tabanına çökmesi sebebiyle UV-vis ölçümlerinde etkisini görememişlerdir. Başka bir çalışmada ise; Vähä-Nissi ve diğerleri² polimer filmler üzerine ZnO ALD ince film kaplayarak polimer filmlerin antibakteriyel etkinliklerini incelemişlerdir. Çalışma sonuçlarında kaplama kalınlığının etkisine bağlı olarak yalnızca 50 nm de etkinlik gözlemlenmiştir.

DENEYSEL

Malzeme

%100 Nylon 66 (Cordura®) kumaş Batı Dokumacılık firmasından temin edildi. Kaplama işlemleri UNAM (Ulusal Nanoteknoloji Araştırma Merkezi)'da bulunan ALD Savannah S100 (Cambridge Nanotech) cihazında gerçekleştirildi. Prekürsörler Tetrakis (dimetilamido) titanyum (C₈H₂₄N₄Ti) (TDMAT) ve DietilZink (Zn(C₂H₅)₂) (DEZ) kimyasalları Sigma-Aldrich firmasından temin edildi.

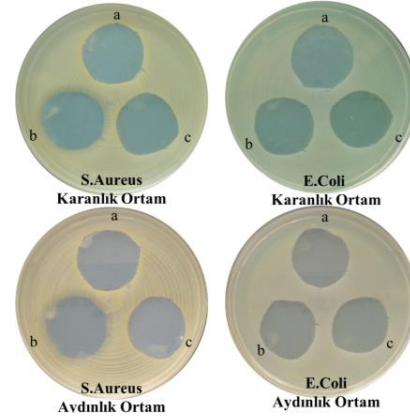
Yöntem

Kullanılan ALD yönteminde reaksiyonlar 150°C'de gerçekleştirilmiştir. TiO₂ kaplama için TDMAT, ZnO kaplama için DEZ, oksijen kaynağı olarak su ve taşıyıcı gaz olarak azot kullanılmıştır. Numunelerin karakterizasyonunda SEM, FTIR, XRD yöntemleri kullanılmıştır. Işık altında ve karanlık ortamda gösterdikleri antibakteriyel etkinliğini gözlemek

amacıyla ISO 20645 Agar Difüzyonu Plakası testi uygulanmıştır. Çalışmada S.aureus (ATCC 6538) ve E.Coli (ATCC 35218) test bakterileri incelenmiştir.

DENEYSEL SONUÇLAR/TARTIŞMA

Numunelerin agar difüzyonu plakası testi sonuçları Şekil 1' de verilmiştir. ZnO kaplı kumaş numunelerinin S.Aureus bakterileri için etkinlik gösterdiği görülmüştür. TiO₂ kaplı kumaş numuneleri için inhibasyon çapı gözlenmemiştir.



Şekil 1. ISO 20645 Standardına göre yapılan antibakteriyel etkinlik testi sonuçları (a) Ham kumaş, (b) ZnO ALD kaplanmış kumaş numunesi, (c) TiO₂ ALD kaplanmış kumaş numunesi

GENEL SONUÇLAR

Bu çalışma ZnO kaplamaların kumaşlar üzerinde antibakteriyel etki sağladığını göstermiştir. Kaplamanın kumaş yüzeyinde homojen bir şekilde dağılımına bağlı olarak, kumaşın temas ettiği yüzeylerde bakteri üremesine engel olmaktadır.

TEŞEKKÜR

Bu çalışmayı destekleyen Bursa Uludağ Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri birimine (Proje no: OUAP(MH)-2018/7) ve TÜBİTAK ARDEB'e (Proje no: 118M617) teşekkür ederiz.

KAYNAKLAR

1. Kayaci, F., et al. *ACS Applied Materials & Interfaces* **4** (11), 6185-6194 (2012).
2. Vähä-Nissi, M. et al. *Thin Solid Films* **562**, 331–337 (2014).

PRODUCTION AND CHARACTERIZATION OF BLACK SEED OIL LOADED ANTIBACTERIAL ELECTROSPUN POLYURETHANE NANOFIBROUS MATS

ARAS Cansu,¹ TÜMAY ÖZER Elif², KARACA Esra¹

¹Uludag University Faculty of Engineering, Department of Textile Engineering Department

²Uludag University, Faculty of Science and Letters, Department of Chemistry

¹Uludag University Faculty of Engineering, Department of Textile Engineering Department

cansuaras@uludag.edu.tr

PURPOSE

To aim of this study is to fabricate black seed oil loaded electrospun PU nanofibrous mats that use as a wound dressing. The nanofiber morphologies and chemical structures were analyzed by SEM and FTIR, respectively. Besides, to be able to asses a wound dressing, antibacterial effects were obtained.

INTRODUCTION

An ideal wound dressing should have help to protect wound from infection and provide appropriate environment for wound healing. In terms of this, wound dressings have many requirements which could satisfy wound healing. These are high porosity for gas and water permeation and a good barrier for protection of the wound from infection [1-2]. Considering these requirements, wound dressing materials which are processed by electrospinning have many advantages such as huge surface area, special microporous structure, abilities of cell attachment and proliferation in wound healing. With these advantages offers potential the ideal wound dressing materials while comparing conventional wound dressings [3]. Electrospun wound dressing materials have been developed by using natural, synthetic and composite polymers and functionalization of fibers with active agents and herbal molecules [4].

Polyurethane (PU) is frequently used in wound dressings due to allow gas and water permeability and its good barrier properties. Thus, fluid from wound, which causes infection, does not accumulated under the dressing, but then wound desiccation does not occur [5]. In recent years, the health concerns are increased to be associated with using synthetic compounds and antibiotic resistance

issues [6]. The electrospinning researches toward fabrication of fibers have been conducted on regarding using natural compounds especially plant extracts. Many plants and its extracts are ingredient many therapeutic compounds [7]. Since ancient times, applications of herbal extracts, oil are familiar in treating burns and wound healing. One of them is black seed oil known as *nigella sativa* in Latin name. The black seed and its extracts have the wide variety of applications in the traditional medicine and treatment of various diseases including diabetes, asthma, flatulence, polio, kidney stones, and abdominal pains. Many pharmacological results show that black seed oil has effective properties such as analgesic, anti-inflammatory, anti-oxidant, anti-cancer, antimicrobial, anti-hypertensive and as an immune stimulant [8]. Most of the therapeutic and protective properties are due to containing its active compounds of its oil and extracts. With the 30%-48% of the thymoquinone, which is the known for many therapeutic properties, is a major active chemical component of the essential oil. The other most important compounds are thymohydroquinone, dithymoquinone, p-cymene (7%-15%), carvacrol (6%-12%), 4-terpineol (2%-7%), t-anethol (1%-4%), sesquiterpene longifolene (1%-8%) α -pinene and thymol etc [9]. There are many researches regarding black cumin oil potential usage. A study on burn wound of rabbit skin where topically treated black cumin oil on burn wounds shown that wound healing was faster than untreated wound [10].

In this study, black seed oil was loaded into PU matrices to prepare electrospinning solution. By using single needle electrospinning technique, nanofiber mats were fabricated. The initial solution

parameters and the nanofibrous mats were analyzed.

EXPERIMENTAL RESEARCH

Materials

In this study, Elastollan thermoplastic polyurethane that is the commercial product of BASF was used. N-N Dimethylformamide (DMF) was purchased from Sigma-Aldrich Co. (USA). Black cummin oil was obtained and cold pressed from local farmer in Bursa- Mustafakemalpaşa (Turkey)

Methods

PU beads dissolved in DMF by magnetic stirring for 24 h at room temperature to prepare 8% (w/v) PU/DMF solution. The black seed oil and DMF was mixed with 8% (v/v) to get homogenous solution. Then prepared black seed oil solution was added into PU solution to be ratio of 8:2 (v/v) of PU/Black seed oil. Then, the mixture was stirred for 1h. Surface tensions, viscosity, pH which are the solution parameters were measured. The results of solution parameters are given as Table 1.

Table 1 Solution Parameters

Sample Name	Viscosity (cP)	Surface Tension (mN/m)	pH
8:2 (v/v) PU/Black Seed Oil	211,2	38,98	9,45
8% PU	665,6	37,20	9,94

The prepared PU/black seed oil solutions were loaded into plastic syringe of 10ml with stainless steel needle. To produce nanofiber mat, Inovenso starter kit which has both the high voltage DC power supplier and syringe pump was used. The nanofibers were deposited on a flat collector which was covered with aluminum foil. The Electrospinning was carried out at room condition and process parameters were given below Table 2.

Table 2 Process Parameters

Applied Voltage	9-15 kV
Feeding Rate	0,5 ml/h
Tip to Collector Distance	16 cm
Collector Type	Flat Plate

The scanning electron microscopy (SEM) was used to observed surface morphology and investigated fiber diameter distribution of nanofibers mat. The distribution of nanofiber diameter was analyzed by using Image J. The antibacterial properties of pristine polyurethane and polyurethane/black seed oil nanofibrous mats were evaluated by standard test method of ASTM E2149 against two microorganisms such that Staphylococcus aureus and Escherichia coli by INTERTEK Test Hizmetleri A.Ş.

RESULTS AND DISCUSSION

Scanning electron microscopy

The SEM Images of pristine PU and black seed oil loaded PU nanofibrous mats were indicated Figure 1 and Figure 2. While the average diameters of pristine PU nanofibers are 324 ± 92 nm, the average diameters of black seed oil loaded PU nanofibers are $199,9 \pm 52$ nm. According to images, the fiber morphology of pristine PU fibers which unloaded with black seed oil was smooth and without bead. Considered the main reason that black seed oil loaded PU solution viscosity is lower than pristine PU solution as given on Table 1. Many experiments have shown that increasing viscosity leads to higher amount of polymer chains entanglement in the solution. By the increasing chain entanglement, the electrical forces effect on electrospinning jet will be able to fully stretch the polymer solution Thus; polymer jet will be prevented continuous jet form when travels toward collection plate without forming bead shape. At the lower viscosity, the chain entanglement is not enough for stretching of polymer jet by electrical forces; the surface tension will be dominant on electrospinning jet. This leads to forming of bead polymer shape on collecting plate [11].

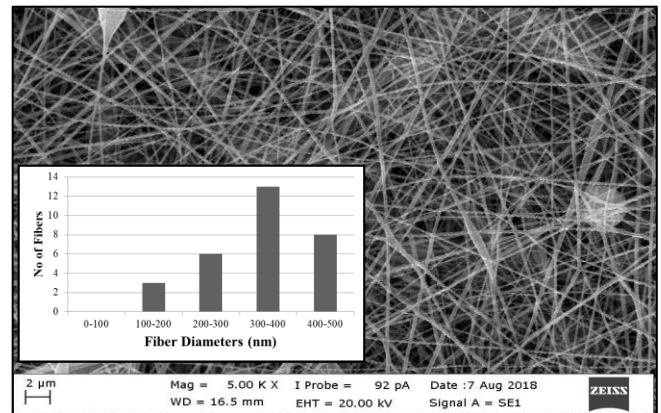


Figure1. Pristine PU Nanofibrous Mat

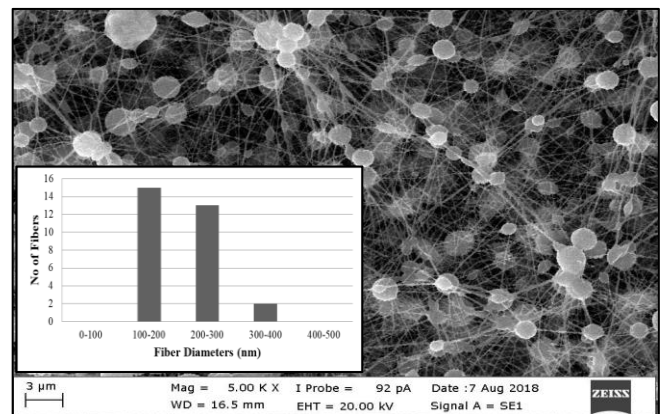


Figure2. Black Seed Oil Loaded PU Nanofibrous Mat

Antibacterial Activity Results

The antibacterial properties of pristine polyurethane and polyurethane/black seed oil nanofibrous mats were evaluated by standard test method of ASTM E2149 against two microorganisms such that *Staphylococcus aureus* and *Escherichia coli*. The black seed oil loaded PU nanofibrous mats were showed antibacterial activity against both *E.coli* with 95,75% and *S.aureus* with 90,26%. However, the pristine PU nanofibrous mats showed lower antibacterial activity as seen on Table 3. These reasons are due to presence of thymoquinone (TQ) and thymohydroquinone (THQ), which are the main compounds of black seed oil. Their antibacterial effects were investigated against *Escherichia coli*, *Staphylococcus aureus*, *Pseudomonas aeruginosa* etc. The results showed that the antibacterial activity was effective when the presence of TQ and THQ [12].

Table 3 Antibacterial Activity Of Nanofibrous Mats

	<i>Microorg anisms</i>	B	A	<i>Antibacte rial Activity (R)</i>
Pristine PU	<i>E. coli ATCC 25922</i>	4,0x10 ⁵	3,1x10 ⁵	22,50%
	<i>S.aureus ATCC 6538</i>	3,8x10 ⁵	1,9x10 ⁵	50,00%
PU/Black Seed Oil	<i>E. coli ATCC 25922</i>	4,0x10 ⁵	1,7x10 ⁴	95,75%
	<i>S.aureus ATCC 6538</i>	3,8x10 ⁵	3,7x10 ⁴	90,26%
A	<i>Concentration of "Antibacterial Treated Sample" Specified Contact Time (cfu/mL) (A)</i>			
B	<i>Concentration of "Inoculum Only" Specified Contact Time (cfu/mL)</i>			
R	<i>Antibacterial Activity (R) = (B-A)/Bx100</i>			

The Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FTIR)

The FTIR spectrum of electrospun nanofiber mats from PU and PU/Black Cumin Oil were shown in Figure3. The black line on graphic shows spectrum of pristine PU. The spectra of pristine PU exhibited peaks at 3327 cm⁻¹, 2954 cm⁻¹, 2865 cm⁻¹, 1727 cm⁻¹, 1701 cm⁻¹, 1597 cm⁻¹, 1527 cm⁻¹, 1220 cm⁻¹, 1142 cm⁻¹ and 770cm⁻¹. The peak at 3327 cm⁻¹ is a

characteristic broad of PU that corresponds with stretching vibration of the N-H in urethane groups and the peak at 1597 cm⁻¹ and 1527 cm⁻¹ shows the vibration of the NH stretch [13]. The other absorption peaks of pristine PU were observed at 2954 cm⁻¹ and 2865 cm⁻¹ that denote CH₂ asymmetric vibration and CH₃ symmetric vibration, respectively [14]. Moreover, the peaks at 1701 cm⁻¹ and 1727 cm⁻¹ exhibit stretching vibration of carbonyl group (C=O) in hard segments and C-O vibration corresponding to alcohol groups were observed at 1220 cm⁻¹, 1142 cm⁻¹, 770cm⁻¹ [15]. The blue line on spectrum graphic shows the spectrum of black cumin oil. In the black cumin oil spectrum, the peak at 2923 cm⁻¹ and 2854 cm⁻¹ indicated C-H, O-H and N-H bonds. The spectrum in the ranges of 1800-1600 cm⁻¹ has sharp peak that characteristic peak was indicated carbonyl (C=O) stretching vibration at 1743 cm⁻¹. The other peaks at 1659 cm⁻¹ and 1512 cm⁻¹ indicate to bonds of C=N, C=C and N=O. In addition, the peaks present at 1465 cm⁻¹ and 1378 cm⁻¹ that related to C-O-H and -COOH bonds, respectively [16]. The PU/Black Seed Oil nanofiber spectrum was shown with red spectrum line in Figure 3. The peak at 3325 cm⁻¹ and 2951 cm⁻¹ related to stretching vibration of the N-H and C=N which are characteristic bond of PU. The sharp peak at 1727 cm⁻¹ showed C=O bond and 1462 cm⁻¹ was related to C-O and C-OH belonged to the various compositions of Black Seed Oil. Both PU and Black seed oil spectrum peaks were observed. Eventually, the most significant of PU and Black seed Oil bond can be defined by that spectrum and no abnormal bonds were found.

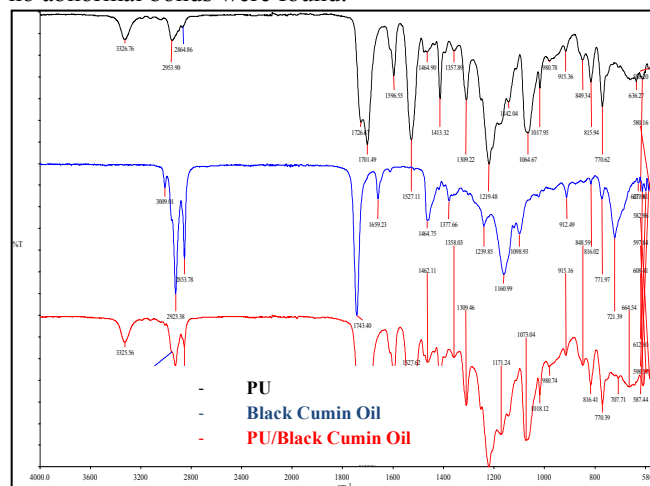


Figure3. Fourier Transform Infrared Spectroscopy

CONCLUSION

In the present study, PU and PU/Black seed Oil nanofibrous fiber mats were produced by single needle electrospinning technique in order to developing wound dressing. The nanofibrous mats

were analyzed by SEM and FTIR. The results of SEM images, the average diameters of pristine PU nanofibers are 324 ± 92 nm, the average diameters of black seed oil loaded PU nanofibers are 199.9 ± 52 nm. FTIR results showed that any abnormal bonds were detected. Besides, the antibacterial activity of black seed oil loaded PU nanofibrous mats was detected by antibacterial tests. Eventually, it has been shown to be able to consider the black cumin oil loaded PU nanofibrous mats to develop as a wound dressing.

THE ONGOING STUDIES

In ongoing studies; the investigation will be supported by in vivo studies and hemolytic investigation. In addition to this, the oil release from polymer matrix will be investigated in vitro study. Thus, the wound dressing properties will be verified by ongoing studies.

REFERENCES

- [1] Chen S, Liu B, Carlson M, Gombart A et al., Recent advances in electrospun nanofibers for wound healing. *Future Medicine* 2017
- [2] Kim S, Heo D, Lee J et al., Electrospun gelatin/polyurethane blended nanofibers for wound healing. *Biomed. Mater.* 4,2009
- [3] Chen, Chang G, et al. Electrospun collagen/chitosan nanofibrous membrane as wound dressing. *Colloids and Surfaces A: Physicochem. Eng. Aspects.* 313-314, 2008:
- [4] Balusamy B, Senthamizhan A, Uyar T. Electrospun nanofibrous materials for wound healing applications. *Electrospun Materials for Tissue Engineering and Biomedical Applications* p. 148-176
- [5] Khil M, Cha D, Kim H et al., Electrospun Nanofibrous Polyurethane Membrane as Wound Dressing. *Inc. J Biomed Mater Res Part B: Appl Biomater.* 2003: 67B
- [6] Zhang, W., Ronca, S., Mele, E., Electrospun Nanofibers Containing Antimicrobial Plant Extracts, *Nanomaterials*, 7(42), 2017
- [7] Khan, A., Xiangyang, S., Ahmad, A., Mo, X., Electrospinning of Crude Plant Extracts for Antibacterial and Wound Healing Applications: A Review, *SM J Biomed Eng.*, 4(1), 2018
- [8] Kalhori, F., Arkan, E., Dabirian, F., Abdi, G., Moradipour, P., Controlled Preparation and Characterization of *Nigella Sativa* Electrospun Pad for Controlled Release, *Silicon*, 2018
- [9] Ahmad, A., Husain, A., Mujeeb, M., et al, A Review on Therapeutic Potential of *Nigella Sativa*: A Miracle Herb, *Asian Pac J Trop Biomed.*, 3(5): 337-352, 2013
- [10] Abu-Zinadah O. Using *Nigella sativa* Oil to Treat and Heal Chemical Induced Wound of Rabbit Skin. *JKAU: Sci.* 2009:21 pp: 335-346
- [11] Ramakrishna, S., Fujihara, K., Teo, W., et. al, 2005, *An Introduction to Electrospinning and Nanofibers*, USA: World Publishing Company
- [12] Halawani, E., Antibacterial Activity of Thymoquinone and Thymohydroquinone of *Nigella sativa* L. and Their Interaction with Some Antibiotics, *Advances in Biological Research*, 3 (5-6): 148-152, 2009
- [13] Tang, Q., Gao, K., Structure analysis of polyether-based thermoplastic polyurethane elastomers by FTIR, H, NMR and CNMR, *International Journal of Polymer Analysis And Characterization*, 22(7), 569-574, 2017
- [14] Tijing, I., Ruelo, T., Amarjargal, A., et. al, Antibacterial and superhydrophilic electrospun polyurethane nanocomposite fibers containing tourmaline nanoparticles, *Chemical Engineering Journal*, 197, 41-48, 2012
- [15] Ayyar, M., Mani, M., Jaganathan, S., et. al., Preparation, characterization and blood compatibility assessment of a novel electrospun nanocomposite comprising polyurethane and ayurvedic-indhulekha oil for tissue engineering applications, *Biomed. Eng.-Biomed. Tech.*, 2017
- [16] Nurrulhidayah, A., CheMan, Y., Al-Kahtani, H., Application of FTIR spectroscopy coupled with chemometrics for authentication of *Nigella sativa* seed oil, *Spectroscopy*, 25, 243-250, 2011

Frekans Analizi ile İplikteki Periyodik Hata Frekansının Bulunması

DAĞKURS , Lütfullah
Gaziosmanpaşa Üniversitesi Tokat Teknik Bilimler MYO Tekstil Programı
lutfullah.dagkurs@gop.edu.tr

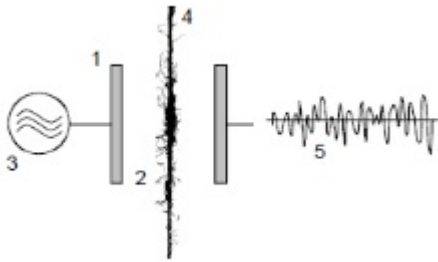
AMAÇLAR

İplik üzerinde oluşan periyodik değişimler, iplik üretimi esnasında kullanılan makinalardaki mekanik hatalardan veya liflerin kontrolsüz hareketleri sebebiyle oluşabilmektedir. Periyodik değişimler, kumaşta, moiré hataları olarak da bilinen farklı desenlere neden olur. Kumaş genişliğine bağlı olarak, açıkça görülebilir ve bir kumaşın ikinci kalite olarak derecelenmesine neden olur. Yapılan bu çalışmada güç spektral yoğunluk fonksiyonu kullanılarak iplikteki periyodik hatanın tespiti yapılmış ve hatanın frekansı (dalga boyu) hesaplanmıştır.

GİRİŞ

Liflerin incelik ve uzunluk özellikleri açısından geniş sınırlar içerisinde değişim göstermesi ve liflerin iplik uzunluğu boyunca tesadüfi yerleşimlerinden kaynaklanan düzensüz dağılımlar nedeniyle ipliğin numara, mukavemet, büküm vb...özelliklerinde iplik boyunca değişimler ortaya çıkar. Tekstil malzemesinde ortaya çıkan bu tip değişimler, bazen belli bir zaman periyodu ile tekrarlama eğilimi gösterirler ki, bu tip değişimlere “periyodik düzensüzlükler” veya “periyodik hatalar” adı verilir.¹

Bir iplikteki periyodik hatanın tespiti için çeşitli ölçüm metotları vardır. Bunlar görsel, mekanik, optik veya elektriksel ölçüm yöntemleri olabilmektedir. Günümüzde en yaygın olarak kullanılan ölçüm tekniği elektronik kapasitans metodudur.

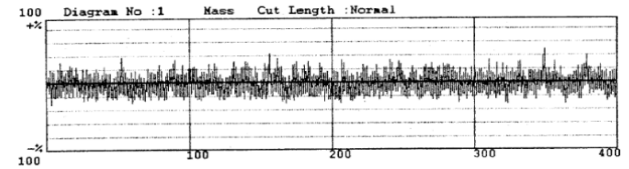


Şekil 1. Kapatif Ölçüm Prensipleri

Kaynak: <http://adttextiles.blogspot.com/2016/09/comparison-between-capacitive-and.html>

Bu yöntemde ipliğin birim uzunluğundaki kütleli değişimi ipliğin sürekli olarak paralel bir plaka kondansatöründen geçirilmesi ve kapasite değişimlerinin elektronik olarak izlenmesi esasına dayanır. Kondansatörden geçen iplik dielektrik bir malzeme olduğundan, iplik paralel plakalar arasından geçtikçe iplik kütleli değişimler kondansatörün kapasitansını değiştirir ve kapasitans değişimleri sonuçta paralel plakalar arasından geçen ipliğin kütleli değişimini verir.²

Genel olarak bir iplikteki kütleli değişim grafiği (diagram) Şekil 2’de verilmiştir.



Şekil 2. İplikteki kütleli değişimler (Diagram)

Kaynak: <https://textilestudycenter.com/graphical-representation-mass-variations/>

İplik plakalar arasından belli bir hızla geçirildiği için elde edilen sinyal tek boyutlu bir zaman serisi olarak nitelendirilebilir. Şekil 2’deki iplik diagramına bakıldığında bu diagram içerisinde var olabilecek periyodik değişimlerin görülmesi ve tespiti oldukça güçtür.

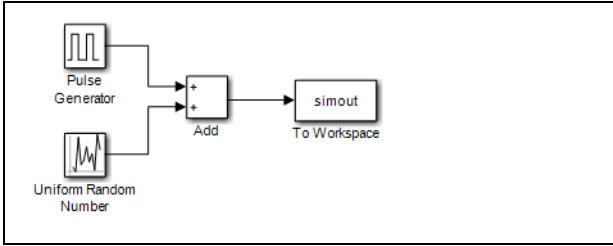
Spektral analiz, bir sinyalin periyodik olup olmadığını belirlemeye yardımcı olabilir ve farklı döngüleri ölçebilir.

Güç spektral yoğunluk fonksiyonu (PSD), varyasyonların gücünü (enerji) frekansın bir fonksiyonu olarak gösterir. Başka bir deyişle, hangi frekans varyasyonlarının güçlü olduğunu ve hangi frekans varyasyonlarının zayıf olduğunu gösterir. PSD birimi, frekans başına enerjidir (varyans) (genişlik) ve PSD’yi bu frekans aralığında dahil ederek belirli bir frekans aralığında enerji elde edilebilir.³

MALZEME

Yapılan bu çalışmada Matlab Simulink kullanılarak 100m/dk hızla 1000sn boyunca ipliğin kapasitif bir sensörden geçirildiği simüle edilmiştir. Yapılan

simülasyona ait matlab simulink diagramı Şekil 3’de gösterilmiştir.

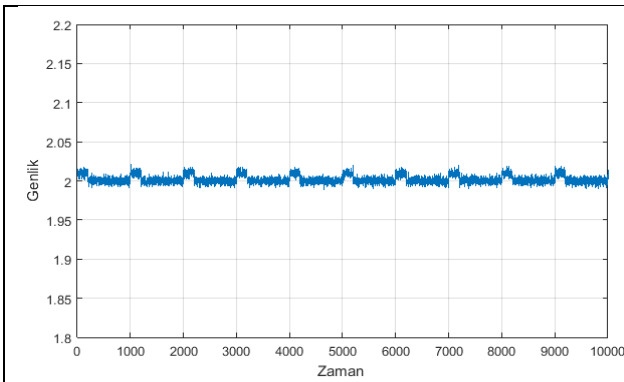


Şekil 3. Üzerinde Periyodik Hata Bulunan İplik Verisinin Simüle Edilmesi

Simülasyon Tablo 1’de verilen parametrelerle çalıştırıldığında elde edilen değişim grafiği Şekil 4.’de görülmektedir.

Tablo 1. Simülasyon Parametreleri

Rassal Sayı	
Ortalama	2
Değişim (Varyans)	0.00001
Örnekleme Zamanı	0.1s
Kare Dalga	
Puls Tipi	Zaman Bazlı
Zaman	Simülasyon Zamanı
Büyükük	0.01
Periyot	100sn’de 1
Puls Genişliği	Periyodun %20’si
Simülasyon	
Çözümleyici	Ode45



Şekil 4. Üzerinde Periyodik Hata Bulunan İpliğe Ait Kütleli Değişim Grafiği

YÖNTEM

İpliğe ait 10000 adet simülasyon verisi ortalamalarından çıkarılarak spektral analizi yapılmış ve periodogramı çizilmiştir. Periodogramın elde

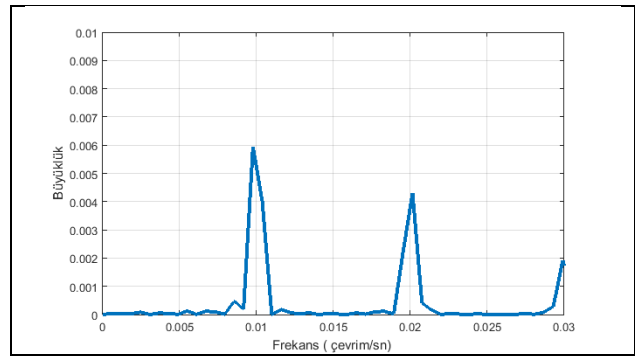
edilebilmesi için gerekli Matlab kodları Tablo 2.’de verilmiştir.

Tablo 2. Çözüm için kullanılan Simülasyon Kodları

```
fs=10;
verinorm = veri - mean(veri);
[pxx,f] = periodogram(verinorm,[],[],fs);
plot(f,pxx)
ax = gca;
ax.XLim = [0 0.03];
xlabel('Frekans(Çevrim/sn)')
ylabel('Büyükük')
```

SONUÇLAR

Şekil 5’de üzerinde periyodik hata bulunan iplik verisine ait peridogram görülmektedir.



Şekil 5. Peridogram

Yapılan simülasyon çalışmasında 10000 adetlik iplik verisi içerisinde her 100 adette 1 tane bulunan (sn’de 1/100) periyodik hata oluşturulduğundan, periodograma bakıldığında iplik verisinde oluşturulan frekansta periyodik değişimin olduğu görülmektedir. Bu periyodik hata iplik üzerinde 16.67m ’ ye karşılık gelmektedir.

KAYNAKLAR

[1] “İplikte Düzgünsüzlük” .Sakarya Üniversitesi Bilgi Sistemi. http://content.lms.sabis.sakarya.edu.tr/Uploads/38643/49921/iplikte_duzgunsuzluk.pdf Son erişim tarihi: 13 Mart 2019.

[2] “Electronic capacitance method: (USTER Tester 3 or 4)” <https://nptel.ac.in/courses/116102029/37> Son erişim tarihi: 13 Mart 2019.

[3]“What is power spectral density function?” <https://www.cygres.com/OcnPageE/Glosry/SpecE.html> Son erişim tarihi: 13 Mart 2019.

Buhar Fazı Polimerizasyonu ile Kumaşlara Polipirol Kaplanması

SEVİL, Uğur Adnan

Hitit Üniversitesi Mühendislik Fakültesi Polimer Mühendisliği Bölümü, Çorum

uguradnansevil@hitit.edu.tr

AMAÇLAR

Bu çalışmada herhangi bir polimer lif/kumaş yüzeyine, buhar fazı polimerizasyonu ile polipirol kaplanması açıklanacaktır. Bu yöntemde ilk aşamada pirol monomeri kumaş liflerine buhar fazında yüklenmektedir ve ardından başlatıcı buharına maruz bırakılarak 10 dakika içinde lif yüzeyinin polimer ile kaplanması gerçekleştirilmektedir. Elde edilen ürünün incelenmesi için iletkenlik ölçümü, SEM ve FTIR teknikleri ile kullanılmıştır. İletkenlik ölçümlerinde elde edilen değer yaklaşık 10 S/cm dir.

Giriş

Polipirol çok kullanılan yarıiletken polimerlerden biridir. İletkenliği oldukça yüksektir. Fiziksel ve kimyasal özellikleri iletken polimer ailesi içinde en iyi olanıdır. Kimyasal oksidasyon ya da elektrokimyasal yöntemler kullanılarak çok kolay polimerleştirilmektedir. Bunların yanında; üretilen polimerin çözünürlüğü zayıf olduğu için polimer işlemciliği açısından sorun önemlidir. Polipirol elektronik araç-gereç üretiminde, sensör[1], korozyon önleyici kaplamalar ve bir çok alanda çok kullanılan bir polimerdir; aynı zamanda tekstil sanayinde de çok tercih edilmektedir. Üretim yöntemleri kolaydır ancak ürünün işlenmesi zordur. Bu sorunun üstesinden gelmek için bir çok araştırmalar yapılmaktadır. Özellikle işlemciliği sorunundan kaçınmak için sentez esnasında son ürün olarak üretmek hedeflenmektedir. Bu amaçla tercih edilen yöntem buhar fazı polimerizasyon yöntemidir. Bu yöntem kimyasal ve elektro kimyasal yöntemlere göre oldukça kolaylıklar içermektedir [2,3]. Mohammad ve ark., Stussi ve ark.'nin çalışmalarında açıklandığı gibi bu yöntem diğer geleneksel yöntemlere göre son derece kolay ve hızlıdır; ancak oksitleyici maddenin kaplanacak polimer/lif yüzeye tutturulması, ortam neminin düzenlenmesi v.b. gibi bazı sıkıntıların varlığı söz konusu edilmektedir.

Bizim önerdiğimiz yöntemde: başlatıcının dahi buhar fazında olması, buhar fazı polimerizasyonun çehresini, reaksiyon hızını ve mekanizmasını ve sürecini

başkalaştırmış ve sorunlar yok edilmiştir. Bu çalışmada, polimer liflerini yarıiletken polimerlerle kaplanmasında kullandığımız yeni bir yöntem açıklanmıştır. Kumaş/life buhar fazında yüklenen anilin tiyofen ve pirol gibi monomerler, başlatıcı buharına maruz bırakıldıklarında, kumaş/life emdirilmiş monomer lif yüzeyinde süratle polimerleşerek, homojen bir kaplama oluşturabilmektedir. Elde edilen; son üründür ve ilave bir arındırma, yıkama vb işleme ihtiyaç duyulmamaktadır. Teknik hızlı, temiz ve kolaydır.

DENEYSEL

Malzeme

Pirol monomeri saflaştırılmamıştır; başka bir deyişle buhar fazı polimerizasyonunda monomerin saflaştırılması gerekmemektedir. Amonyum persülfatın 5M HCl içinde çözeltisi hazırlanmıştır. Değişik kumaşlar piyasadan satın alındığı şekliyle kullanılmıştır.

Yöntem

Kumaşlar oda sıcaklığında 3 saat pirol buharında bekletilmiştir (25°C). Polimerleşme, kumaşların APS buharına maruz bırakılmasıyla gerçekleştirilmiştir. Polimerizasyon 10 dakika da tamamlanmıştır.

Kumaş yüzeyine kaplanan PPy'nin gravimetrik yöntemle tayini:

Kumaşlar pirol monomer buharında bekletilmiştir. 3 saat içinde kumaşın tuttuğu pirol miktarı gravimetrik ölçümler sonucunda (W/W: % 5) olarak belirlenmiştir. Daha sonra pirol monomeri tamamen BFP yöntemiyle polimerleştirilmiştir. Buhar fazı polimerizasyonu sonucunda kumaşta oluşan polipirol miktarının < % 5 den daha az olduğu tespit edilmiştir. Bu azalışın sebebi dönüşümün tamamlanmamış olmasından ziyade; kumaştan monomer desorpsiyonunun gerçekleşmesi olarak gözlenmiştir.

DENEYSEL SONUÇLAR/TARTIŞMA

İletkenlik incelemeleri

Buhar fazı yöntemi ile polipirol kaplanmış kumaş/lif yüzeylerinde ölçülen iletkenlik değerleri 10 S/cm olarak oldukça yüksek bulunmuştur.

FTIR incelemeleri

FTIR spektrumlarından pirol monomerlerinin kumaş/lif yapısında bulunan karbonil gruplarına bağlandıkları belirlenmiştir.

GENEL SONUÇLAR

Kumaş/lif yüzeyine buhar fazı polimerizasyonu ile polipirol kaplamasının denendiği bu çalışmada, elde edilen sonuçlar kaplamının homjen olduğunu göstermiştir. Kumaş yüzeyinde ölçülen iletkenlik değeri 10 S/cm olarak belirlenmiştir. Pirol monomeri kumaş/lif moleküllerinde bulunan fonksiyonel gruplara bağlanmıştır ve ölçülen ağırlık yüzdesi en fazla % 5 nisbetindedir. Polimerizasyon esnasında monomerin kumaş/lif yüzeyinden desorbe olduğu gözlenmiş ve bunun sonucu olarak kumaş yüzeyine kaplanan polimer miktarının beklenenden az olduğu belirlenmiştir (% 4).

KAYNAKLAR

- 1-Stussi, E., Stella R., De Rossi, D. 1997. Chemo resistive conducting polymer-based odour sensors: influence of thickness changes on their sensing properties, *Sensors Actuators B* 43, 180–185.
- 2-Mohammadi, A., Lundström, I., Salaneck, W. R., Inganäs, O. 1986. Polypyrrole prepared by chemical vapour deposition using hydrogen peroxide and hydrochloric acid, *Synth. Met.* 211, 69–173.
- 3-Lawal, T.A., Wallace, G. G. 2014. Vapour phase polymerisation of conducting and non-conducting polymers: A review; *Talanta* 119, 133–143.

Recent Developments in Date Palm Fiber Research: Challenges and Opportunities

MIDANI, Mohamad^{1,2}, ELSEIFY, Lobna¹, HASSANIN, Ahmed^{2,3}, HAMOUDA, Tamer^{2,4}
¹ German University in Cairo Egypt, ² inTEXive Technical Consulting, ³Alexandria University Egypt, ⁴National Research Center Egypt

PURPOSE

Date palm (DP) is considered one of the large sources of natural cellulosic fibers. Long fibrillated date palm fibers, which could be used in many different applications, were extracted from the midribs using chemical treatment followed by mechanical separation process. DP midribs were chemically treated using NaOH under varying conditions; NaOH concentration, treatment duration, and temperature. A total of 27 samples were prepared in addition to an untreated sample (control). Different characterization techniques were applied on the 28 samples to determine the optimum treatment conditions. The fibers physical properties were obtained by measuring their density, cross-sectional area, and fibers' length. Also, the fibers' surface morphology was observed using SEM. Moreover, single fiber tensile test (SFTT) was used to determine the fibers' mechanical properties. Finally, by analyzing the results the optimum treatment condition was selected based on cost, environmental impact and fiber quality

INTRODUCTION

Natural fibers (NF) are fibers obtained from natural sources. There are two types of NF; protein fibers which are obtained from living creatures, such as, silk, wool and hair, and cellulosic fibers which are obtained from plants, such as, flax, jute, date palm and cotton [1]. Cellulosic natural fibers, which are also referred to as lignocellulosic fibers, consist of three major organic constituents; cellulose, hemicellulose, and lignin. The cellulose is embedded in a lignin matrix as shown in Fig. 1 [2]. In general, properties of NF are affected by many factors; some of which are controlled, and the others are uncontrolled. The controlled factors are cultivation factors, extraction process parameters and fiber treatment conditions. Whereas, the uncontrolled factors are all related to naturally existing characteristics in the fibers that can't be changed like the microfibril angle or natural defects [1]. Date palm is considered one of the largely existing sources of cellulose fibers. DP fibers could be extracted from four different parts, namely, midribs, spadix stems, leaflets, and mesh. The research on DP fibers is of high interest to the scientific community, due to their good mechanical, physical, and thermal properties, in addition to, their versatility, low cost, and abundance.

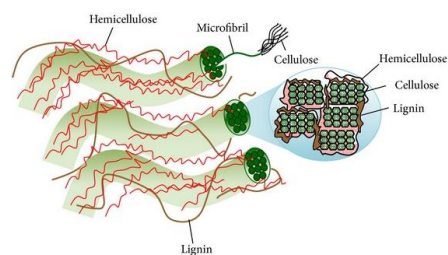


Fig.1. Microstructure of natural cellulosic fibers [3]

EXPERIMENTAL

The aim of this research work is to extract long fibrillated fibers from the midribs of date palm (DP) using two sequential processes; chemical treatment and mechanical separation. The chemical treatment was achieved by using NaOH. The chemical treatment factors are NaOH concentration, treatment duration, and treatment temperature. Each of the previously mentioned factors had three levels. A full factorial design of experiment was used to determine the optimum treatment conditions. Therefore, 27 samples were extracted and treated in addition to an untreated sample (control). The levels of each factor were selected taking into consideration economic feasibility in addition to suitability for use on an industrial scale. The midribs used in this experimental work were all obtained from the same date palm tree which was a Barhi cultivar located in Sharqia governorate, Egypt. Moreover, the midribs were all obtained during the same period of time and had the same level of maturity. This selection criterion was adopted to ensure consistency amongst midribs and to eliminate any of the cultivation factors from the experiment.

The sample preparation is divided into three steps; chemical treatment, mechanical separation, and neutralization. The chemical treatment is performed by immersing slices of midribs of equal sizes in a NaOH solution at different conditions. Whereas, the mechanical separation is performed by passing the treated slices between 2 squeezing roller. Finally, the neutralization is performed by immersing the fibers in 5% acetic acid solution to neutralize the fibers' pH.

The physical properties of the extracted fibers were determined by measuring the fibers' density, length, and cross-sectional area. The mechanical properties were obtained by performing SFTT. The tests results were analyzed by comparing the findings and by statistical analysis to determine the best treatment conditions.

EXPERIMENTAL RESULTS AND DISCUSSIONS

The novelty of this work lies in the ability to extract long fibrillated flexible fibers also known as textile-grade fibers. The length of extracted fibers was nearly 300 mm and the research promise the extraction of fibers having the length of the whole midribs which could reach 3 m long. The fibers extracted in the literature were very short nearly less than 5 mm as shown in Fig. 2 (a) which make it very difficult to further process these fibers. As for comparing the tensile strength of the fibers extracted and the literature, Fig. 2 (b) shows that the extracted fibers are nearly five times stronger than midrib date palm fibers reported in the literature.

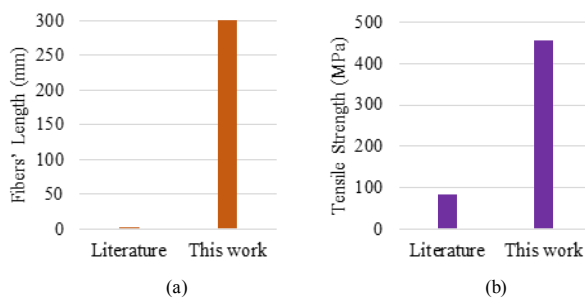


Fig. 2 Comparison between (a) the length and (b) tensile strength of fibers extracted in this work and the literature

Date palm midrib fibers have very promising physical and mechanical properties when compared to other competing natural fibers. Fig. 3 shows a comparison between the tensile strength of date palm and other natural fibers. It can be noticed that date palm midrib fibers have comparable strength to other natural fibers such as flax and hemp.

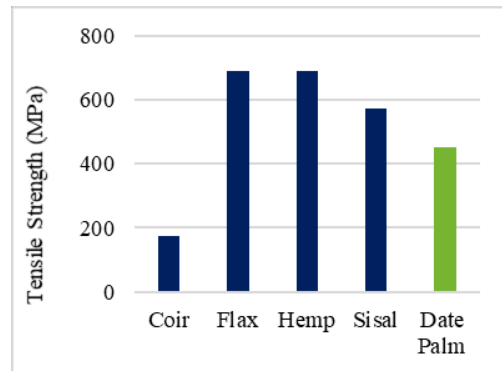


Fig. 3 Comparing tensile strength of date palm fibers with other natural fibers

CONCLUSIONS

Date palm fibers were extracted from the midribs using chemical treatment. 27 samples were extracted in addition to the untreated sample by varying the treatment parameters; NaOH concentration, treatment duration, and treatment temperature. The alkaline treatment had successfully fibrillated the midrib fibers by reducing the cross-sectional area by more than 77.5%. Moreover, the fibers' tensile strength was enhanced by 74%.

SUGGESTION FOR FURTHER WORK

As recommendations for future work, the fibers need to be further characterized by determining their thermal properties, degree of crystallinity and orientation. Moreover, it's important to investigate the use of the extracted fibers as reinforcement for composites and determine the properties of the produced composites.

ACKNOWLEDGEMENTS/SOURCES OF FUNDING

The work in this research is fully funded by inTEXive Consulting.

LITERATURE

- [1] Hakeem, K. R., Jawaid, M., & Rashid, U. (Eds.). (2014). Biomass and bioenergy: processing and properties. Springer.
- [2] Stokke, D. D., Wu, Q., & Han, G. (2013). Introduction to wood and natural fiber composites. John Wiley & Sons.
- [3] Nishino, T. (2017). Cellulose fiber/nanofiber from natural sources including waste-based sources. In Green Composites (Second Edition) (pp. 19-38).

Bitkisel Lif Atıklarının Tekrar Kullanılabilirliklerinin Araştırılması

DURAN, Hicran, SELLİ, Figen, ERKAN, Gökhan, ERDOĞAN, Ümit Halis
Dokuz Eylül Üniversitesi, Tekstil Mühendisliği Bölümü
duran.hicran@gmail.com

AMAÇLAR

Son yıllarda endüstrinin pek çok dalında olduğu gibi tekstil sektöründe de sürdürülebilirlik, yenilenebilir materyaller ve geri kazanım için çalışmalar yapılmaktadır. Tekstil malzemeleri üretim zincirinin aşamalarında linter, lif, iplik ve kumaş formunda atıklar oluşmaktadır. Bu atıklar içerisinde selülozik esaslı olan pamuk, jüt, keten ve benzeri bitkisel liflerin atıkları hem tekstil sektörü hem de kâğıt, gıda kompozit, savunma sektörleri için önemli birer hammaddedirler. Selüloz, hammadde olarak sanayinin pek çok dalında kullanılan doğal bir polimerdir. Tekstil sektörü için ise rejenere selüloz liflerinin üretiminde önemli bir hammaddedir. Günümüzde selülozun en büyük kaynağı bitkilerdir. Yenilenebilir bir kaynak olmak ile birlikte bitkilerden selüloz eldesi gıda kaynaklarına ve tarıma elverişli alanların hacmine bağlı olarak sınırlıdır. Bu nedenle atık malzemelerden selülozun geri kazanımı ve üretim sürecine tekrar katılması ile ilgili çalışmaların sayısı hızla artmaktadır. Bitkisel lif atıklarından selüloz eldesi ve bu selülozun tekstil endüstrisi dâhil diğer sanayilerde kullanılması hem yenilenebilir hem de sürdürülebilir bir yaklaşımdır. Bunun sonucunda keten, kenevir, sisal, jüt gibi bitkisel lifler ve farklı bitkilerin tarım ürünleri atıklarının kullanımı gün geçtikçe önem kazanmaktadır^{1,6}. Bu çalışmada tekstil üretim sürecinde açığa çıkan bitkisel lif atıklarından selüloz gibi önemli ve değerli bir biyo-polimerin geri kazanımı ve tekrar kullanılabilirliğinin sağlanması amaçlanmıştır.

GİRİŞ

Bitkisel liflerin en temel bileşeni olan selüloz life mukavemet ve yapısal stabilite kazandırmaktadır. Lifin cinsine göre selülozun yapısal geometrisi değişmekte ve lifin mekanik özelliklerinde belirleyici bir rol oynamaktadır⁸. Selülozun kimyasal yapısı farklı doğal liflerde aynı olmasına rağmen, miktarı ve polimerizasyon derecesi varyasyon göstermektedir¹¹. Polimerizasyon derecesi; odun selülozunda 300-1700; pamuk ve diğer bitkisel liflerde 800-10000 arasında değişmektedir. Selüloz doğada hemen hemen hiçbir zaman tek başına bulunmaz. Genellikle diğer bitkisel maddelerle beraber bulunur. Bu selülozun doğal ortamda parçalanmasını etkilemektedir. Selüloz

fibrilleri öncelikle hemiselüloz, pektin ve proteinlerin dâhil olduğu diğer polimerlerin matrisine gömülmüş haldedir

Bitkisel selülozun en önemli kaynakları, ağaçlar, yeşil bitkiler ve bitkisel liflerdir. Çeşitli bitkisel liflerden selüloz eldesine yönelik literatürde farklı çalışmalar bulunmaktadır. Moran ve arkadaşları¹², sisal liflerinden iki farklı yöntemle selüloz ekstrakte edip, saflaştırarak nanoselüloz elde etmiş ve yöntemlerin avantaj ve dezavantajlarını karşılaştırmıştır ve elde ettikleri selülozun saflığını ticari selülozla karşılaştırmışlardır. Yapılan enstrümental analizler neticesinde elde edilen selüloz yapısında hemiselüloz ve lignin miktarının eser miktarda olduğunu ve ekstrakte edilen selülozun kristalinitesinin de oldukça yüksek olduğunu belirtmişlerdir. Yöntemler temel olarak alkali ekstraksiyon, ağartma ve asit hidrolizi gibi bilindik işlemlere farklı yardımcı maddeler eklenip ve farklı işlem süreleri uygulanarak belirlenmiştir.

Jahan ve arkadaşları⁷, ise mikrokristalin selüloz eldesi için doğrudan jüt lifini kullanmışlardır. Öncelikle lif içeriğini belirleyip, ardından formik asit- peroksiformik asit yöntemiyle selülozu jüt lifi yapısından ekstrakte ederek asit hidrolizi ile mikrokristalin selüloz yapısı elde etmişlerdir. Çalışmaları ile, oldukça ekonomik ve ulaşılabilir bir hammadde kaynağı olan jütten, katma değeri klasik jüt ürünlerinden daha yüksek bir nihai ürün elde etmeyi amaçlamışlardır. Asidik işlemle selülozu, hemiselüloz ve ligninden etkin bir şekilde ayırıştırıp, hidrojen peroksit işlemi ile hem saflaştırma hem de ağartma yapmışlardır.

Wang ve arkadaşları¹⁵, yaptığı çalışmada, eko-kompozit ve biyo-kompozit olarak kullanılmak üzere jüt liflerini alkali çözelti ve asit buharında saflaştırıp, yüksek basınçlı su jetleri kullanarak mikro ve nano fibriller elde etmişlerdir. %12'lik NaOH ile oda sıcaklığında merserizasyon yapılmış, asit buharı oluşturmak için HCl kullanılmıştır ve %80'lik NaOH çözeltisi ile yapılan kimyasal işlemi takiben basınçlı su jetleri kullanılarak liflerin mikro ve nano boyutta fibrilleşmesi sağlanmıştır. Kimyasal işlemler jüt lifi yapısındaki lignini arındırmak, fiziksel işlem ise liflerin eksen boyunca açılarak fibrilasyonunu sağlamak üzere uygulanmıştır. Elde edilen mikro ve nano fibril yapıdaki liflerin, asit buharı sayesinde,

geleneksel yöntemlere göre daha uzun lif boylarına sahip olduğunu göstermişlerdir. Kopania ve arkadaşları⁹, keten ve kenevir bitkisi de dâhil olmak üzere farklı bitkisel atıklardan selüloz eldesi üzerine çalışmalar yapmışlardır. Oldukça yüksek selüloz içeriğine sahip olan keten ve kenevir gövdelerini çeşitli kimyasallar kullanarak selüloz ekstraksiyonu ve saflaştırma işlemi uygulamışlardır. Bitki gövdelerini işlem öncesinde buharlama ve sıcak su ile arındırılmış, sodyum hidroksit/hidrojen peroksit ile hamurlaştırmış, ardından delignifikasyon için çeşitli yöntemler uygulamışlardır. Bu yöntemler; oksijenle delignifikasyon, sodyum klorit ile selülozik olmayan materyallerin arındırılması ve perasetik asit olarak uygulanmıştır. Malzemenin başlangıç içerikleri, elde edilen ürünlerin içerikleriyle karşılaştırılmıştır. Bu karşılaştırmalar, selüloz, hemiselüloz ve lignin miktarlarının ölçülmesi, alfa-selüloz içeriğinin saptanması, viskozite sayısı ve polimerizasyon derecelerinin ölçülmesi ve pektin miktarının saptanması şeklinde gerçekleştirilmiştir.

Bu çalışmada önceki çalışmalarımız kapsamında çeşitli bitkisel lif atıklarından elde edilen selülozun özellikleri toplu olarak sunulmuş ve karşılaştırmalı olarak değerlendirilmiştir^{1,2,3,4,5,14}.

DENEYSEL

Malzeme

Çalışma kapsamında tekstil üretim sürecinde oluşan jüt, keten, muz sisal ve hindistan cevizilif atıkları kullanılmıştır. Kullanılan kimyasallar; ticari alfa selüloz, etilen diamintetra asetik asit (EDTA), formik asit, etanol, benzen, aseton, hidroklorik asit, sülfürik asit ve hidrojen peroksit Sigma Aldrich'ten temin edilmiştir.

Yöntem

Çalışma kapsamında ilk olarak bitkisel lif atıklarının kimyasal içeriklerinin belirlenmesi için Zhang ve arkadaşlarının çalışmasında tarif edilen Çin Tekstil Endüstrisi Standardı uygulanmıştır¹⁶. Daha sonra lif atıklarının delignifikasyon ve ekstraksiyon işlemlerinden önce suda çözünebilir maddeleri uzaklaştırmak üzere saf su ile 2 saat süre ile manyetik karıştırıcı ısıtıcıda ön temizleme işlemi yapılmıştır. Yıkanan lifler süzülerek etüvde 105⁰C'de 6 saat süreyle kurutulmuştur³.

Liflerin üzerinde bulunan yağsı mumsu maddelerin uzaklaştırılması için 2:1 benzen/etanol (v/v) çözeltisi ile mantolu ısıtıcıda, sokslet aparatı ile geri soğutmalı biçimde, 4 saat süre ile işlem yapılmıştır.

Çalışmada selülozun ekstraksiyonu için formik asit-peroksiformik asit yöntemi uygulanmıştır. İşlemden önce çözelti-lif oranı 20 (hacim/ağırlık) olarak belirlenmiş, 90% (v/v) formik asit ile 120 dakika süreyle kaynama sıcaklığında muamele edilmiştir. Formik asitle işlem gören lifler delignifikasyon için peroksiformik asit ile muamele edilmiştir. Peroksiformik asit çözeltisi, %90 (v/v) formik asit ve toplam çözeltinin %4'ü hidrojen peroksit ile hazırlanmıştır. Reaksiyon, termal dengede su banyosunda gerçekleştirilmiştir. 120 dakika sonunda çözelti süzülerek lifler nötrleşene kadar saf su ile yıkanmıştır. Yöntem Jahan ve arkadaşlarının çalışmasından adapte edilmiştir⁷. Elde edilen hamurun ağartma işlemi %10'luk (w/v) hamur konsantrasyonu ile yapılmıştır. Çözelti pH'ının 11 olması için 0,1 M NaOH çözeltisi kullanılmıştır. Ağartma işlemi, 60⁰C sıcaklıkta, 1 saat süreyle %35'lik hidrojen peroksit ile gerçekleştirilmiştir.

Elde edilen selüloz numunelerinin ve karşılaştırma için alınmış olan ticari alfa selülozun polimerizasyon dereceleri ve nem içerikleri belirlenmiştir. Bunlarla birlikte XRD, FTIR, TGA analizleri yapılmıştır.

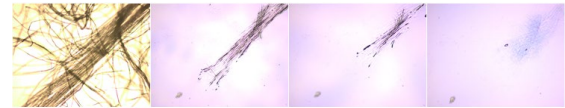
DENEYSEL SONUÇLAR/TARTIŞMA

Çalışma kapsamında selüloz eldesinde kullanılacak atık bitkisel liflerin içerikleri Tablo 1'de gösterilmiştir.

Tablo.1 Bitkisel liflerin kimyasal içerikleri

Lif	Selüloz %	Hemiselüloz %	Lignin %	Pektin %
Jüt	63,5	13	13,8	2,6
Sisal	61	32	4,91	2,08
Muz	57	24	12	7
Keten	78	13	5	9
H. Cevizi	67	11	20,35	1,65

Elde edilen selüloz numunelerine selüloz ayracı olan CUEN ile çözünebilirlik testi yapılmış ve optik mikroskopta çözünme gözlemlenmiştir. Mikroskop altında gözlemlenen çözünme Şekil 1'de gösterilmektedir.



Şekil.1. 1 Elde edilen selülozun CUEN ile çözünmesi

FTIR analizi sonuçları; bitkisel lif atıklarından elde edilen selüloz ile ticari alfa selülozun benzer elementel özelliklere sahip olduğunu göstermiştir.

Bitkisel lif atıklarından elde edilen selüloz ve ticari alfa selülozun kristal yapılarını incelemek ve karşılaştırmak için uygulanan XRD testi sonucunda oldukça yakın kristalinite değerleri elde edilmiştir.

TGA analizi sonucunda elde edilen veriler incelendiğinde, termal bozunmanın tüm örnekler için benzer sıcaklıklarda başladığı ve sonlandığı görülmüştür. Bununla birlikte örneklerin başlangıç sıcaklıkları arasında 20°C ye yaklaşan farklar bulunmaktadır. Bu da örneklerin kristalin yapılarındaki farklılıklardan kaynaklanmaktadır. Yine analiz sonucunda örneklerde meydana gelen ağırlık kayıpları da yaklaşık olarak aynıdır. Sonuç olarak ticari alfa selüloz ve bitkisel lif atıklarından elde edilen selülozun termal davranış ve stabilitelelerinin benzer olduğu görülmüştür.

Bitkisel lif atıklarından elde edilen selüloz numunelerinin polimerizasyon dereceleri 750- 1050 arasında değişmektedir.

Çeşitli bitkisel lif atıklarından elde edilen selüloz numunelerinin ve ticari alfa selülozun nem içerikleri Tablo 2’de gösterilmiştir.

Tablo.2. Selüloz numunelerinin nem içerikleri

Selüloz kaynağı	Nem İçeriği (%)
Jüt	7,25
Sisal	6,17
Muz	-
Keten	8,57
Hindistan cevizi	-
Alfa selüloz	8,44

GENEL SONUÇLAR

Bu çalışmadaki temel amaç tekstil endüstrisinde kullanılan bitkisel lif atıklarından selülozun geri kazanımı ve bu değerli hammaddenin tekrar üretim sürecine katılarak sürdürülebilirliğin sağlanması olarak belirlenmiş ve çalışmalar sonucunda tekrar üretim sürecine katılabilecek nitelikte selüloz elde edilebilmiştir. Atık liflerden elde edilen bu selüloz değerli bir polimer olarak kağıt, rejenere selüloz lifi, ambalaj üretimi gibi önemli endüstrilerde hammadde olarak kullanılabilecek niteliktedir.

SONRAKİ DÖNEM ÇALIŞMALARI

Yapılacak ileriki çalışmalarla bu selülozun daha ayrıntılı analizi sonucu ticari ürüne dönüşme potansiyeli bulunmaktadır. Çalışma kapsamında elde edilen selülozun rejenere selüloz lifi üretiminde kullanılması ve bu aşamada uygulanacak modifikasyonlar ile tekstil sektörü için katma değeri

yüksek fonksiyonel bir ürün üretilmesi şeklinde planlanmıştır.

TEŞEKKÜR/BİLGİLENDİRME/FON KAYNAĞI

115M736 numaralı proje ile 1001 Programı kapsamında maddi destek sağlayan TÜBİTAK’a teşekkürlerimizi sunarız.

KAYNAKLAR

1. Duran, H., 2016, “Bitkisel Lif Atıklarından Sürdürülebilir Selüloz Eldesi ve Karakterizasyonu”, Yüksek Lisans Tezi
2. Erdogan, U.H., Selli, F. Duran, H., 2017, “Banana plant waste as raw material for cellulose extraction” (Conference Paper) *Vlakna a Textil Volume 24, Issue 3, Pages 48-52*
3. Erdogan, U. H., ve Duran, H. 2016. Cellulose from waste jute fibers: extraction and characterization. Book of Abstracts, IFATCC Congress, 161
4. Erdogan, U.H., Duran, H., Selli, F., 2019, “Recycling of cellulose from vegetable fiber waste for sustainable industrial applications”, *Industria Textila, Vol (70), 37-41*
5. Erdogan, U.H., Selli, F., Duran, H. 2017, “Using sisal fiber wastes to isolate cellulose”, 8th *TEXTEH International Conference. Bucharest, Romania, 19–20.*
6. Islam, M.T., Alam, M. M., Patrucco, A., Montarsolo, A., Zoccola, M. 2014. “Preparation of Nanocellulose: A Review, *AATC Journal of research*”,1(5), 17-23.
7. Jahan, S.M., Saeed, A., He, Z., Ni Y. 2010. “Jute as raw material for the preparation of microcrystalline cellulose”, *Cellulose, 18(2), 451–459.*
8. Kabir, M. M., Wang, H., Aravinthan, T., Cardona, F., Lau, K. T. 2011. “Effects of Natural fiber surface on composite properties”, *Composites Part B: Engineering, 43(7), 2883-2892.*
9. Kopania, E., Wietecha, J., Ciechańska, D. 2012. “Studies on Isolation of Cellulose Fibres from Waste Plant Biomass”, *Fibres & Textiles in Eastern Europe; 20, 6B (96), 167-172.*
10. Klemm, D., Heublein, B., Fink, H-P., Bohn, A. 2005. “Cellulose: Fascinating

- Biopolymer and Sustainable Raw Material”, *Angewandte Chemie International Edition*, 44(22), 3358–3393.
11. Mohanty, A.K., Misra, M., Hinrichsen, G. (2000). Biofibres, biodegradable polymers and biocomposites: an overview. *Macromolecular Materials and Engineering*, 276/277 (1), 1-24.
 12. Moran, J. I., Alvarez, V.A., Cyras, V.P., Vazquez, A. 2008. “Extraction of cellulose and preparation of nanocellulose from sisal fibers”, *Cellulose*, 15 (1), 149-159.
 13. O’Sullivan, A. C. 1997. “Cellulose: the structure slowly unravels”, *Cellulose*, 4(3), 173-207.
 14. Şen, K., Baş, M. 2015 “Doğal lif takviyeli kompozit malzeme üretiminde kullanılan selülozik liflerin karakterizasyonu ve alkalizasyonu”, *Lisans Bitirme Tezi*
 15. Wang, H., Huang, L., and Lu, Y. 2009. “Preparation and Characterization of Micro- and Nano-fibrils from Jute”, *Fibers and Polymers*, 10(4), 442-445.
 16. Zhang ,J., Zhang, H., Zhang, J. (2013). Evaluation of liquid ammonia treatment on surface characteristics of hemp fiber. *Cellulose*, 21 (1), 569–579

Eriyikten Çekim TiO₂ Katkılı Polyester İpliklerin Kendi Kendini Temizleme Aktivitesinin İncelenmesi

BATUR, Zeynep^{1,2}, AKYILDIZ, Halil İ.¹

¹Uludağ Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Tekstil Mühendisliği Bölümü, Bursa, Türkiye,

²Korteks Mensucat Sanayi ve Ticaret A.Ş., Ar-Ge Merkezi, Bursa, Türkiye

halilakyildiz@uludag.edu.tr

AMAÇ

Bu çalışmada farklı miktarlarda anataz fazında yarı iletken TiO₂ parçacık katkılanmış polyester liflerinin fotokatalitik etki ile kendini temizleyen kumaş uygulaması için kullanım potansiyelinin incelenmesi amaçlanmıştır.

GİRİŞ

Çevre bilincinin artması ve sürdürülebilir kaynaklara destek olabilmek adına fotokatalitik malzemelere olan ilgi artmaktadır. Katkılı lif üretimi sonsuz yıkama dayanımı, esnek yüzey yapısı ve atık oluşumunun azaltılması ile kaplama yöntemlere üstünlük sağlamaktadır. Bu çalışmada kullanılan TiO₂, kendi kendini temizleme¹, çevre dostu uygulamalar² ve antibakteriyel³ etkileri üzerine son zamanlarda farklı çalışmalar yapılan önemli bir malzemedir. Farklı fazlara sahip olan TiO₂ nispeten ucuz, kimyasal olarak yüksek stabilite gösteren, düşük toksiteye sahip bir yarı iletken ve anataz fazında yüksek fotokatalitik etkisinden dolayı tercih edilmektedir⁴⁻⁵.

DENEYSEL

Malzemeler

Fotokatalitik etki ile kendini temizleyen kumaş üretiminde, %50 TiO₂ (anataz fazında) içeren masterbatch Clariant Firmasından temin edilmiştir. Diğer tüm sarf malzemeler Korteks Mensucat Sanayi ve Ticaret A.Ş. Firmasından temin edilmiştir.

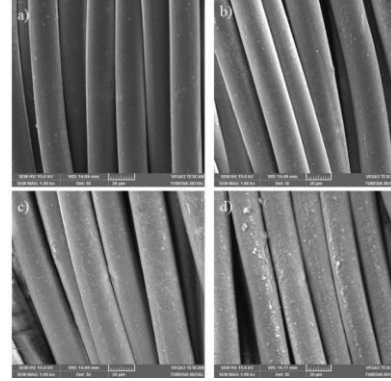
Yöntem

Numune masterbatch oranları, nihai iplikte TiO₂ konsantrasyonları sırasıyla %0, %1,5, %3, %4,5 olacak şekilde ayarlanmıştır. Hazırlanan reçeteler ile katkı eriyik çekim işlemi ile 300 denye 72 filamente sahip iplik üretimini takiben büküm ve dokuma işlemleri gerçekleştirilmiştir. Kumaş numuneleri çay, kahve, vişne suyu, ketçap ile lekelenmiştir. Karanlık ortam (referans), ışık haslığı test cihazı ve gün ışığında farklı sürelerde test edilmiştir.

DENEYSEL SONUÇLAR/TARTIŞMA

Katkılanan TiO₂ taneciklerin numunelerin lif yüzeyinde dağılımları SEM ile Şekil 1'de verilmiştir. Katkı oranına paralel olarak liflerin yüzey pürüzlülüğünün arttığı görülmektedir. Numunelerin yüzeylerinde yapılan lekelenmelerin temizlenme performansı farklı ışık koşullarında dahi olsa yüzey pürüzlülüğü ile paralellik taşımaktadır. Kendini

temizleme etkinliğinin yanı sıra katkı oranlarının lif mukavemetine ve rengine olan etkisi de incelenmiş ve bu çalışma kapsamında sunulacaktır.



Şekil 1. (a) Standart PET iplik, (b) %1,5 TiO₂ katkılı PET iplik, (c) %3 TiO₂ katkılı PET iplik, (d) %4,5 TiO₂ katkılı PET iplik

GENEL SONUÇLAR

Bu çalışma, TiO₂ gibi inorganik bir maddenin eriyik çekim aşamasında üretime dâhil edilerek, iplik çekiminde PET matris ile birleştirilmesi doğrultusunda fonksiyonel bir ürün elde edilebileceğini göstermiştir. TiO₂ katkı miktarı, ışıklandırma süre ve çeşidine göre yüzeyin kendi kendini temizleme özelliği görülmüştür.

TEŞEKKÜR

Çalışma kapsamındaki hammadde temini, deneysel veri ve ipliklerin üretimini sağlayan Korteks Mensucat Sanayi ve Ticaret A.Ş.'ye teşekkürlerimizi sunarız.

KAYNAKLAR

- Gupta, D. & Gulrajani, M. L. *Self cleaning finishes for textiles. Functional Finishes for Textiles: Improving Comfort, Performance and Protection* (Woodhead Publishing Limited, 2014).
- Hashimoto, K., Irie, H. & Fujishima, A. TiO₂ photocatalysis: A historical overview and future prospects. *Japanese J. Appl. Physics, Part 1 Regul. Pap. Short Notes Rev. Pap.* **44**, 8269–8285 (2005).
- Sunada, K., Watanabe, T. & Hashimoto, K. Studies on photokilling of bacteria on TiO₂ thin film. **156**, 227–233 (2003).
- Pelaez, M. *et al.* A review on the visible light active titanium dioxide photocatalysts for environmental applications. *Appl. Catal. B Environ.* **125**, 331–349 (2012).
- Radetić, M. Functionalization of textile materials with TiO₂ nanoparticles. *J. Photochem. Photobiol. C Photochem. Rev.* **16**, 62–76 (2013).

Bikomponent Ameliyat İpliği Tasarımı

TURŞUCULAR, Ömer Fırat¹, TEMESGEN, Alhayat Getu¹, ULCAY, Yusuf¹

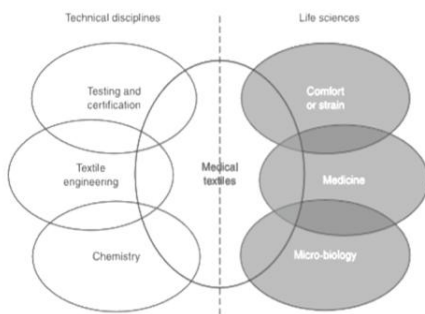
¹Bursa Uludağ Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Tekstil Mühendisliği Bölümü, Bursa, TÜRKİYE
omerfirattursucular@gmail.com

AMAÇLAR

Bu çalışmada tasarlanan bikomponent ameliyat ipliği; günümüzde tekstil sektörünün birçok teknik alanında uygulandığı yüksek katma değerli ürünlerden oluşan teknik tekstiller ana alt dalının; önemi, pazar payı ve ticari değeri açısından en başında gelen tıbbi tekstillerin, sağlık sektöründe en çok ihtiyaç duyulan ve rağbet gören biyomalzeme ürünlerinin başlarında gelen ameliyat ipliği ihtiyacına katkı sağlaması amaçlanmıştır. Bunun için bikomponent ameliyat ipliğinin yapısını; çekirdek: PTFE – kabuk: PET malzemeleri oluşturacak şekilde önce üretilip ardından sterilize edip ardından çeşitli yapısal, mekanik, kimyasal ve biyolojik açıdan beklenen özellikleri sağlaması için gereken testleri yapıp ardından steril ambalaj ve paketleme uygulayıp yüksek katma değerli bir biyomalzeme ürünü üretmek (prototip) ve zamanla işletmesini kurarak endüstrileşmesi hedeflenmiştir.

GİRİŞ

Tıbbi tekstiller, teknik tekstillerin gün geçtikçe önemi artan ve geniş ürün yelpazesine sahip bir pazarıdır. En dikkat çeken ürünü ise ameliyat iplikleridir. Polimer teknolojilerinin gelişimiyle beraber gelişmektedir. Dokuma, örme, nonwoven ve braided yapıları olarak üretilme imkanları mevcuttur. (1,2). Tıp, mikrobiyoloji ve konfor gibi sahip olduğumuz bilimlerin yanısıra tekstil mühendisliği, kimya, standart testler ve sertifikasyonları da sağlayan teknik disiplinler ile yaşam bilimleri arasındaki bir konumda konumlandırılan disiplinlerarası bilimdir. (3).



Ameliyat ipliklerinin; tanımından, tarihçesinden ve kullanılan hammaddelerinden ve biyoyumluluk durumlarından bahsedilip örnekler gösterilmiştir. (4). İpek lifinin özelliklerinden bahsedilip tıbbi tekstillerin içinde ameliyat ipliklerinin ham maddesi olarak kullanılabilmesinden, yerli ve milli kaynaklı olarak üretilmesinden ve bunun ekonomik açıdan Ülkemize sağlayacağı çeşitli katkılardan bahsedilmiştir. (5).

Bir cerrah için, kapalı ve dar bir alanda ameliyatlarda dikiş atmanın zorluğundan bahsedilip robot yardımcı uygulamaların öneminden bahsedilmiştir. Günümüzdeki ameliyatlarda bu işin icra edilebilmesi için robot dikiş sistemini yapısını açıklayarak önermiştir. Robotun transanal endoskopik mikrocerrahi ‘ de uygulanmasının büyük kolaylıklar sağlayacağından bahsetmiştir. (6). Vasküler hastalıkların günden güne arttığından, arterlerin değiştirilmesi gerektiğinden, sentetik vasküler protezlerin tasarımı ve üretiminin öneminden, by – pass yöntemlerinin yerine başarılı protez çalışmalarının arttığından, multidisipliner çalışmalar gerektirdiğinden ve tekstil temelli vasküler protezlerden genel olarak bahsedilmiştir. (7).

Malzeme

Malzemeler, iki adet sentetik esaslı hammadde olan PET ve PTFE ‘ dir. İlk malzeme, bikomponent ameliyat ipliğinin iç (çekirdek) kısmını oluşturacak olan PTFE malzemesidir. PTFE; Isıl ve kimyasal kararlılık, düşük reaktivite, minimum doku reaksiyonu, hidrofob, mükemmel kayma özelliği, düşük sürtünme katsayısı gibi karakteristik özelliklerinden dolayı tercih edilmiştir. İkinci malzeme, bikomponent ameliyat ipliğinin dış (kabuk) kısmını oluşturacak olan PET malzemesidir. PET; Vücut tarafından orta hızda kabul edilebilen bir malzeme, yüzey üzerinde kendiliğinden kan pıhtıları oluşturması, çoğu kimyasala karşı kimyasal inert (kanın pH ‘ larına uygun bir şekilde), optimum yüksek gerilmelere dayanıklı, optimum esneyebilen sünek bir malzeme olmasından kaynaklı bu iki adet malzeme seçimi gerçekleştirilmiştir.

Yöntem

Bu bilgiler ışığında üretilmesi tasarlanan bu çalışmada, birbirinden farklı özelliklere sahip olan iki farklı sentetik esaslı ipliği oluşturacak granülleri (mekanik, kimyasal, biyolojik ve yapısal özellikler açısından) bikomponent makinesinde; önce granüller, besleme ünitesinden beslenip ardından ekstrüderde ergitip belirli bir kütleli debiyle istenen; iplik numarasına ve enine kesitine göre düzelerden basınçla fişkırtılır ve ardından soğutma kanalı bölgesinde kullanılan sentetik esaslı ürünlerin karakteristik özelliklerine bağlı olarak belirli bir sıcaklıkta soğutup (katılaştırılıp) aynı anda belirli bir çekime uğratarak (üretimle ilgili çeşitli teknik parametreler olan; n, Ma, m, η, V, Ts, T, t, Vç v.s gibi) iplik formuna getirilecektir.

Ardından oluşan biyomalzeme ürünü iç içe (kabuk-çekirdek) bikomponent biyoyumlu ameliyat ipliğinin ucuna uygulama alanına göre farklılık içeren çeşitli iğne (uç/kanca) profillerinden biri seçilerek (genellikle deri altı cerrahi operasyonlarda (yaraya bağlı olmadan) enine kesiti yuvarlak olan kör (blunt) profil tercih edilir) ve bağlantı sağlanır (birleştirilir). Ardından ise Sterilizasyon aşaması gelmektedir. Bu aşamada ise oluşturulan ameliyat ipliğinin kullanılmasından önce sterilizasyona ihtiyacı vardır. Sterilizasyon işleminde ise genellikle otoklav sterilizasyonu (belirli bir sıcaklık, basınç ve süre altında) yaygın olarak kullanılmaktadır. Sterilizasyon işlemi tamamlandıktan sonra ise, dünya kalite standartlarına uygun olarak çeşitli mekanik, kimyasal ve biyolojik testlere tabi tutulup başarılı sonuçlar alınırsa önce prototipi ardından seri üretimi (endüstrileşmesi) çalışmaları yapılacaktır. Aşağıdaki görselde ise tasarlanan çalışmanın proses akış şeması (paş) şematik gösterimi sergilenmiştir.



DENEYSEL SONUÇLAR/TARTIŞMA

Bu çalışma tasarım aşamasında olduğundan dolayı şuan için herhangi test veya testlerin verilerine bağlı grafiklerini veya tablolarını içermemektedir.

GENEL SONUÇLAR

Prototipin üretilmesi, sterilize edilmesi ve çeşitli yapısal, mekanik, kimyasal ve biyolojik testlerin başarılı sonuçlar vermesi halinde yerli ve milli endüstrimize küçük bir katkı sağlayacağı düşünülmektedir. Ayrıca Ülkemiz açısından biyomalzemeler alanındaki oldukça büyük bir pazarın yerli ve milli üretilebilirliği için yüksek katma değerli bir ürün olarak küçük katkı sağlayacağı da düşünülmektedir.

SONRAKİ DÖNEM ÇALIŞMALARI

Üretilen prototipin çeşitli kalite testlerinden başarılı sonuçlar alması halinde kurulacak işletmenin ;yeri, yatırım maliyeti, üretim planlaması ve kapasitesi, gereken insan gücü, makine gücü, hammadde temini, proses akış şeması, sevkiyat ve lojistik gibi ana konular araştırılıp planlanacaktır.

TEŞEKKÜR/BİLGİLENDİRME/FON

KAYNAĞI

Bursa Uludağ Üniversitesi'nin BAP Birimine Proje Kapsamında Gerçekleştirilebilmesi İçin Başvurulacaktır.

KAYNAKLAR

- 1) <http://www.tekstildershanesi.com.tr/bilgi-deposu/tibbi-ve-hijyenik-teknik-tekstilleri.html> Son erişim tarihi: 12 Mart 2019.
- 2) <https://tekstilsayfasi.blogspot.com.tr/2013/02/tibbi-tekstiller-hastane-tekstilleri.html> Son erişim tarihi: 12 Mart 2019.
- 3) Bartels, V, T. 2011. Handbook of medical textiles. Woodhead publishing. (xxiii).
- 4) Erol, E*, Kalebek, N, A*, Özdiñç, Ö**. 2014. " Ameliyat İpliklerinin Özellikleri ", Tekstil Teknolojileri Elektronik Dergisi, 8(3), (35-48).
- 5) Coşkun, G, Karaca E*, Hockenberger, A, Ömeroğlu, S. 2016. " İpek Ameliyat İplikleri ve Türkiye'de Üretim Olanakları ", Tekstil ve Mühendis Dergisi, 23(102), (140-152).
- 6) Hu, Y (Hu, Yang); Li, W (Li, Wei); Zhang, L (Zhang, Lin); Yang, GZ (Yang, Guang-Zhong). 2019. " Designing, Prototyping, and Testing a Flexible Suturing Robot for Transanal Endoscopic Microsurgery ", IEEE Robotics and Automation Letters, 4(2), 1669-1675.
- 7) Eren, S., Ulcay, Y., 2010. " Yapay Tekstil Damarları ", Tekstil Teknolojileri Elektronik Dergisi, 4(1), 35-47.

Filament Kesit Şeklinin ve Tekstüre İşleminin Polyester İplik Sıvı Emiciliği Üzerine Etkisinin İncelenmesi

KESİMCİ, Mahmut Oğuz¹, ÜLKÜ, Ezgi¹, ULU, İlsev¹, ERKEK, Eda¹, ÖZDEMİR, Özcan¹

¹Bursa Uludağ Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Tekstil Mühendisliği Bölümü, 16059, Nilüfer, Bursa

kesimci@uludag.edu.tr

AMAÇLAR

Polyester iplikler yaygın olarak kullanılan dairesel lif kesitinin haricinde, yüzey alanlarının artırılarak konfor, sıvı emicilik ve yalıtım gibi özelliklerinin geliştirilmesi amacı ile içi boş ve çok-loblu lif kesitlerinde de üretilmektedirler. Bu çalışmanın amacı, lif kesit şeklinin ve tekstüre işleminin tam-çekilmiş iplik (FDY) ve yalancı-büküm tekstüre iplik (DTY) sıvı emicilik değerlerindeki etkilerinin incelenmesidir.

GİRİŞ

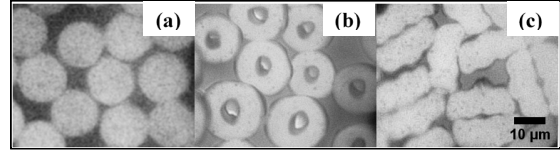
Tekstil yapıları gözenekli olmalarından dolayı sıvı emici özelliği göstermektedirler. Bir tekstil malzemesinin sıvı emiciliği, malzemeyi oluşturan liflerin hammaddesine, liflerin yapıyı oluştururken meydana getirdikleri boşluk miktarı olarak belirtilen gözenekliliğe, gözeneklerin ortalama büyüklüklerine ve ilgili sıvının yüzey gerilimine bağlıdır.¹ Tekstil malzemelerinde sıvı emiciliğin ölçülmesi için literatürde çok sayıda yöntem belirtilmiştir.^{2,3} Sıvı emicilik testleri kumaşlar üzerinde yapılabileceği^{4,5,6} gibi, bu kumaşları oluşturan iplikler üzerinde yapılacak sıvı emicilik testleri⁷ ile kumaşların emicilikleri tahmin edilebilmektedir. Nyoni ve Brook'un çalışmasında⁷, ipliklerdeki büküm değerinin dikey emicilik değerine etkisi araştırılmıştır ve büküm değerinin iplik sıvı emiciliği üzerinde önemli bir etkisi olduğu belirtilmiştir. Wang ve arkadaşları⁸, iki farklı lif kesitindeki yalancı büküm tekstüre polyester iplikler üzerinde yaptıkları çalışmalarında, iplikteki maksimum sıvı yüksekliğinin büküm değerinin artması ile arttığını ve bükümün belli bir değerinden sonra ise sıvı emilim yüksekliğinin azaldığını belirtmişlerdir. Bükümün artması ile iplik yapısındaki ortalama gözenek boyutu azalmakta ve malzemenin kılcallık etkisi artmaktadır. Ancak Wang ve arkadaşlarının çalışmasında⁸, sıvı emilim hızı belirtilmemiştir. Liu ve arkadaşları⁹, kesikli liflerden üretilmiş bükümlü ipliklerde sıvı emiciliğini inceledikleri çalışmalarında, radyal yöndeki lif migrasyonunun lifler arasında bulunan kılcal boşluklardaki sürekliliği bozacağını belirtmişlerdir. Ayrıca, yüksek büküm değerlerinde iplik merkezindeki liflerin büküm kısılması sonucunda burkulmaya maruz kalacaklarını ve bunun da gözenek yapısını bozacağını öngörmüşlerdir. Li ve arkadaşları¹⁰, pamuk lifinden 2 ve 3 katlı olarak farklı büküm değerlerinde ürettikleri ipliklerin dikey emilim hızlarını incelemişlerdir. Almoughni ve Gong¹¹, pamuk, polyester ve pamuk-

polyester karışım ipliklerde yatay bir test düzeneğinde sıvı emicilik testi gerçekleştirmişlerdir ve aynı çalışmalarında geliştirdikleri teorik modelleme ile deneysel sonuçlar arasındaki korelasyonun yüksek olduğunu belirtmişlerdir. Bu nedenle, lif kesit şekli ve tekstüre işlemi ile elde edilecek farklı yapıdaki ipliklerin sıvı emiciliklerinin değerlendirilmesi için Almoughni ve Gong'un prensibi¹¹ kullanılmıştır.

DENEYSEL

Malzeme

Kısmen oryante edilmiş iplikler (POY) ve FDY'ler Şekil 1.'de gösterilen kesit şekillerinde üretilmişlerdir. POY iplikler 18 tex 48 filament, FDY iplikler 11 tex 48 filament olacak şekilde üretilmişlerdir.



Şekil 1. Round (a), Hollow round (b) ve Hexa channeled (c) lif kesitlerinin görünümü

POY'lar, yalancı büküm tekstüre makinesinin farklı birinci fırın sıcaklıklarında (130°C, 150°C ve 170°C) tekstüre işleminden geçmişlerdir.

Yöntem

İpliklerin doğrusal yoğunlukları ISO 2060 (1994) standardına göre tespit edilmiştir. Tekstüre edilmiş ipliklerde kıvrım kısılması değerleri DIN 53840-2 (1983) standardına göre Texturmat-Me cihazı ile ölçülmüştür. İpliklerin sıvı emicilik ölçümleri literatürde belirtilen yöntemle gerçekleştirilmiştir.¹¹ Sıvının, yatay olarak yerleştirilmiş iplikte bir dakikada ilerlediği uzunluk sıvı iletim mesafesi olarak ölçülmüştür.

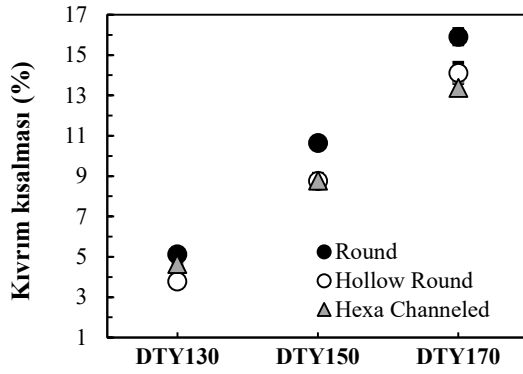
DENEYSEL SONUÇLAR/TARTIŞMA

FDY ve üç farklı sıcaklıkta tekstüre işlemi yapılmış DTY doğrusal yoğunluk ölçüm sonuçları Tablo 1.'de yer almaktadır. Tabloda iplik numara değerlerinin lif kesit şeklinden ve tekstüre sıcaklığından bağımsız ve FDY'lerin 11tex, DTY'lerin 12tex doğrusal yoğunlukta oldukları görülmektedir.

Tablo 1. FDY ve DTY doğrusal yoğunluk değerleri

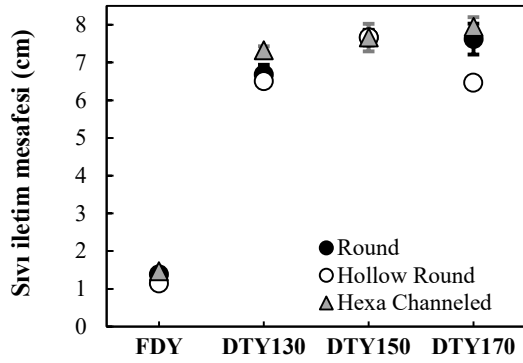
(tex)	Round	Hollow Round	Hexa Channeled
FDY	11,2 ± 0,0	11,2 ± 0,0	10,9 ± 0,1
DTY130	11,9 ± 0,1	11,9 ± 0,1	11,8 ± 0,1
DTY150	11,9 ± 0,0	11,9 ± 0,1	11,6 ± 0,0
DTY170	11,9 ± 0,0	11,7 ± 0,2	11,6 ± 0,1

Tekstüre edilmiş ipliklerin kıvrım kısılması değerleri Şekil 2’de verilmektedir. Bütün kesit şekillerinde tekstüre sıcaklığı artışı ile daha yüksek kıvrım değerleri elde edilmiştir. Kıvrım değerlerinde tekstüre sıcaklığının yüksek derecede etkili olmasının yanı sıra, lif kesit şeklinin de daha az olmakla birlikte etkili olduğu görülmektedir.



Şekil 2. DTY kıvrım kısılması değerleri

FDY’ler ve DTY’ler için sıvı iletim mesafesi değerleri Şekil 3.’de verilmektedir. DTY’ler FDY’lerden daha yüksek sıvı iletimi sağlamışlardır.



Şekil 3. İpliklerde sıvı iletim mesafesi değerleri

Tekstüre işlemi ile iplik yapısındaki gözeneklilik artmakta bu nedenle de sıvı iletim özelliği iyileşmektedir.

GENEL SONUÇLAR

İplik sıvı iletim özelliği tekstüre işlemi ile iyileştirilmekte olup, hexa channeled lif kesit şekli çok

az olmakla birlikte daha yüksek sıvı iletim mesafeleri sağlamıştır.

SONRAKİ DÖNEM ÇALIŞMALARI

Farklı tekstüre sıcaklıklarında üretilecek farklı filament sayısına sahip ipliklerin ve bu ipliklerden üretilecek örme kumaş yapılarının sıvı iletim özellikleri incelenecektir.

KAYNAKLAR

- [1] A. Patnaik, R. S. Rengasamy, V. K. Kothari, and A. Ghosh, “Wetting and Wicking in Fibrous Materials,” *Text. Prog.*, vol. 38, no. 1, pp. 1–105, 2006.
- [2] D. Raja, G. Ramakrishnan, V. R. Babu, M. Senthilkumar, and M. Sampath, “Comparison of different methods to measure the transverse wicking behaviour of fabrics,” *J. Ind. Text.*, vol. 43, no. 3, pp. 366–382, Jan. 2014.
- [3] M. Parada, D. Derome, R. Rossi, and J. Carmeliet, “A review on advanced imaging technologies for the quantification of wicking in textiles,” *Text. Res. J.*, vol. 87, no. 1, pp. 110–132, Jan. 2017.
- [4] B. Das, A. Das, V. K. Kothari, R. Fanguiero, and M. De Araújo, “Effect of fibre diameter and cross-sectional shape on moisture transmission through fabrics,” *Fibers Polym.*, vol. 9, no. 2, pp. 225–231, 2008.
- [5] R. Fanguiero, A. Filgueiras, F. Soutinho, and X. Meidi, “Wicking Behavior and Drying Capability of Functional Knitted Fabrics,” *Text. Res. J.*, vol. 80, no. 15, pp. 1522–1530, Mar. 2010.
- [6] M. Yanılmaz and F. Kalaoğlu, “Investigation of wicking, wetting and drying properties of acrylic knitted fabrics,” *Text. Res. J.*, vol. 82, no. 8, pp. 820–831, 2012.
- [7] A. B. Nyoni and D. Brook, “Wicking mechanisms in yarns—the key to fabric wicking performance,” *J. Text. Inst.*, vol. 97, no. 2, pp. 119–128, 2006.
- [8] N. Wang, A. Zha, and J. Wang, “Study on the wicking property of polyester filament yarns,” *Fibers Polym.*, vol. 9, no. 1, pp. 97–100, 2008.
- [9] T. Liu, K. Choi, and Y. Li, “Wicking in twisted yarns,” *J. Colloid Interface Sci.*, vol. 318, no. 1, pp. 134–139, 2008.
- [10] Q. Li, J. J. Wang, and C. J. Hurren, “A Study on Wicking in Natural Staple Yarns,” *J. Nat. Fibers*, vol. 14, no. 3, pp. 400–409, May 2017.
- [11] H. Almoughni and H. Gong, “Capillary flow of liquid water through yarns: A theoretical model,” *Text. Res. J.*, vol. 85, no. 7, pp. 722–732, 2015.

Fonksiyonel İplik Karışımları İle Üretilmiş Aktif Medikal Kompresyon (Basınç) Özellikli Seamless Bel Korselerinin Çeşitli Performans Özelliklerinin Test Edilmesi

ARAS, SULTAN¹, YILDIRIM, FİLİZ FATMA¹, KOPTUR, PERİNUR¹,
YILMAZ, ASİL¹, ÇÖREKÇİOĞLU, MUSTAFA¹, KAPLAN, SİBEL²

¹Ozanteks Tekstil San. ve Tic. A.Ş. AR-GE Merkezi Denizli/Türkiye

²Süleyman Demirel Üniversitesi Tekstil Mühendisliği Bölümü, Isparta/Türkiye

saras@ozanteks.com.tr

AMAÇLAR

Çalışmanın amacı, fonksiyonel iplikler (Poliamid, Elastan, Emana®) kullanılarak iki farklı örgü tekniği ile örülmüş dikişsiz bel korselerinin basınç ve destekleme performanslarına ham madde ve örgü etkisinin incelenmesidir.

GİRİŞ

Teknik tekstiller, son kullanım amacına göre 12 ana gruba ayrılmıştır¹². Bu grupta bulunan tıbbi medikal tekstiller, mukavemetli ve esnek olması, geniş ürün yelpazesi, çok fonksiyonlu özellik göstermesi, çevre ve doku ile biyolojik uyum sağlaması ve çeşitli materyallerle birleşebilmesi gibi özellikler göstermektedir⁶.

Ozanteks Tekstil bünyesinde üretilmekte olan seamless bel korselerinde medikal kompresyon oluşturmak için fonksiyonel iplikler kullanılmıştır. Bu yapının kullanım amacı; spor yaparken destek sağlaması, ameliyat ve doğum sonrasında ödem oluşmamasına yardımcı olması, ağrıyan dokulara ve eklemlere baskı yapması, sıcak tutulmak istenen yerlerde kullanılacak olmasıdır. Ayrıca fonksiyonel iplik olarak kullanılacak ipliğin de özellikleri eklenerek kas iyileşme hızına destek olmak, eklem ve kas yorgunluğunu azaltmak ve selülit tedavilerine destek vermek amaçındadır.

Medikal kompresyon (basınçlı) bel korsesi üretimi için, elastanın kullanımı ile emana iplikleri kullanılmıştır³. Medikal kompresyon kumaşların üretiminde kullanılan elastanlı iplikler ve rib örgü yapısı vücutta düzenli bir basıncı sağlayan kompresyon özelliklerine sahiptir^{1, 2, 3}.

Basınç konforu; gerginlik, ağır, hafif, yumuşak ve sıkı gibi çok sayıda yapaylık hissi de içeren karmaşık bir kavramdır⁴. Kumaşın mekanik özellikleri ve giysinin vücuda oturma durumu konfor düzeyini etkiler^{4,7}. Aktif basıncı oluşturan tekstil materyalleri; elastik özelliklere sahip ipliklerle oluşturulan bel korseleri, bileklik ve dizliklerde; kullanıcının hareketli veya hareketsiz olmasına göre değişmektedir¹¹.

Bu çalışmada aktif basınçlı bel korsesine uygulanacak ölçüm yöntemleri; elastikiyet ölçümü, patlama basıncı ölçümü yapılacaktır. Ayrıca giysi tarafından uygulanan

basınç ölçüm yöntemlerinden biri olan Laplace kanuna göre, matematiksel hesaplamaları yapılacaktır.

Literatür araştırmalarında; Zhou ve arkadaşları (2008) benzer çalışmalarında, farklı büyüklüklerdeki basınç değerleri ve farklı periyotlarda ölçümler yapmışlardır. Basıncın uygulama süresinin, deri kan akışının tepkisinde etkili olduğunu belirtmişlerdir¹³.

Liu ve arkadaşları (2015), çalışmalarında bayan hastalarda görülen bel kemiği eğriliği ve duruş bozukluklarını düzeltilmesi için özel tasarlanmış duruş düzeltici korse üretmiş ve skolyoz hastalığı görülen 10 bayan denek üzerinde 3 aylık giyim denemesi süresi sonucunda duruş bozukluklarının düzeltilmesinde fark edilir bir fayda sağladığını belirtmişlerdir⁹.

Lihua ve arkadaşları, basıncın yara büyümesini geciktirebildiğini, böylelikle ciddi yanık yaralarının iyileşmesini sağladığını belirtmişlerdir. Elastik giysinin vücuda sürekli olarak belirli orandaki basıncı, kollajen liflerin yeniden yapılanmasını destekleyebilmektedir⁸.

Verilen literatür örneklerinden bazıları giysi basıncının; kanda, deride, vücutta vb. etkilerinin bazı örneklemeleridir.

DENEYSSEL

Malzeme

70D/40F numaralı Poliamid, Emana ve Elastan ipliklerinden karışım oranları farklı, ribli ve suprem örgü tekniği ile Seamless makinesinde dört farklı bel korsesi örülmüştür. Boyahane aşamasında apreleme işlemi görmeden siyah renge boyanmıştır.

Yöntem

Dikişsiz örme makinelerinde tüp formunda üretilen bel korselerine (EN ISO 14071-1) elastikiyet, (ASTM D6797) patlatma, vücuda yapılan basınç etkisi için de Laplace kanuna göre hesaplamaları yapılmış ve analizleri gerçekleştirilmiştir.

DENEYSSEL SONUÇLAR/TARTIŞMA

Yapılan analizler ve testler sonucunda spor kıyafetlerinde ve varis çoraplarında elastan içeriği

%10 ile %30 olması istenmektedir ve elastan numarası büyüdükçe bu değerler artmaktadır¹⁰.

Elastan liflerinin elastikiyeti; günlük ve resmi kıyafetlerde kullanımı % 10–20 arasında, jimnastik kıyafetlerinde % 20–40 arasında, spor kıyafetlerinde ve kayak kıyafetlerinde ise % 50–200 arasında elastikiyet istenmektedir. Bu oranlar ürünün içerdiği elastan miktarına bağlı olarak değişmektedir^{4, 7}. Söz konusu elastikiyet testinde üretilen emana karışımı bel korsesi belirli bir kuvvet altında(15N) çubuk yönünde %209,35 elastikiyet sağlarken, sıra yönünde ise %217,05 elastikiyet oranı vermiştir. Ayrıca belirli bir uzama oranında kumaşın oluşturduğu kuvvet değerleri 1 numaralı Lablace eşitliğine koyulduğunda korse kumaşının basınç değerleri hakkında bilgi edinilmiştir. Ayrıca Laplace kanuna göre denklem 1 de verilen eşitlik kullanılarak hesaplanmıştır.

$$P = 2 \frac{\pi \times F}{G \times W} (1)$$

W: Kumaş numunesinin çapı(cm)

F: Kumaşta belirli bir uzamadaki kuvvet değeri (cN)

G: Kumaşın temas ettiği dairesel yüzeyin çevresi (cm)

P: Kumaş tarafından uygulanan basınç (hPa).

GENEL SONUÇLAR

Tüketicilerin medikal işlemler sonrası destekleyici ve vücut şekillendirici korse türü ürünlere olan talebi farklı hammadde ve örgülere sahip korselerin dikişsiz örme makinalarında üretimi ile karşılanabilmektedir.

Bu çalışmada, aktif medikal basınçlı bel kemerlerinin basınç performansı analizlerinin medikal yararları üzerine yapılan çalışmaların bir bölümü incelenmiş ve özetlenmiştir. Korselerin vücuda uyguladığı basınç değerleri deformasyon testleri ve Lablace denklemi ile belirlenmiştir.

SONRAKİ DÖNEM ÇALIŞMALARI

Bu çalışmadan çıkan sonuçlar ışığında farklı hammadde, örgü ve elastan oranlarının korsenin vücuda uyguladığı basınç oranları araştırılacaktır.

BİLGİLENDİRME

Bu çalışma, Ozanteks Tekstil San. ve Tic. A.Ş. Ar-Ge Merkezi ve seamless örme bölümü ekibi ile ortak olarak yapılan bir çalışmadır. Sonraki yapılacak olan medikal tekstil ürünleri araştırma ve geliştirme projelerine kaynak oluşturacaktır.

KAYNAKLAR

1. Cansunar, H. E., 2014. “Medikal Basınçlı Çoraplar Üzerine Bir Araştırma”, Pamukkale Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Yüksek Lisans Tezi, s., 57, Denizli.
2. Clark, M. ve Krimmel, G., 2006. “Lymphoedema and The Construction and Classification of Compression Hosiery”, British Journal of Nursing, 16(10):588-592

3.EMANA®. “Fulgar grup”,

<http://www.fulgar.com/eng/products/emana>

Son erişim tarihi: 13 Mart 2019.

4. Güney, S., Kaplan, S. 2016. “Basınç Konfor Performansını Etkileyen Parametreler Ve Basınç Konforunun Ölçümü”, Tekstil ve Mühendis, 23: 102, 153-163

5. Halaçeli, H., 2010. “Modada Elastik Kumaşlar”, <http://www.tekstildershanesi.com.tr/makaleler/moda-da-elastik-kumaslar.html>,

Son erişim tarihi: 11.03.2019

6. Legner, M., 2005 . “Technical Textile”, II. Uluslararası Teknik Tekstiller Kongresi Bildiriler Kitabı, 42-52.

7. Li, Y., Wong, A.S.W., 2006. “Clothing Biosensory Engineering”, The Textile Institute, Cambridge, England.

8. Lihua, X ve YAN, G., 2007. The Application of Homemade Tight Children Suit in Pediatric Hyperplastic Burn Scar., (1): 119-120.

9. Liu, P., Yip, J., Yick, K., Yuen, C., Tse, C., Ng, S. ve Law, D., 2015. “Effects of A Tailor-made Girdle on Posture of Adolescents with Early Scoliosis”, Textile Research Journal, Vol. 85(12): 1234-1246.

10. Liu, R., Kwok, Y., Lao, T. ve Zhang X., 2005. “Effects of Material Properties and Fabric Structure Characteristics of Graduated Compression Stockings (GCS) on the Skin Pressure Distributions”, Fibers and Polymers, Vol.6 (4) : 322-331.

11. Ramelet, A. 2002. “Compression Therapy”, Dermatologic Surgery; 28: 6-10

12. Türkiye Cumhuriyeti Ekonomi bakanlığı İhracat Genel Müdürlüğü Tekstil ve Konfeksiyon Ürünleri Daire Başkanlığı “Teknik Tekstiller” Sektör Raporu, 2014.s., 1-10.

13. Zhou, F., Dai, X., Wang, J. ve Lu, Y., 2008. “Change of Skin Blood Flow at Lower Limb under External Pressure”, Journal of Fiber Bioengineering and Informatics, Vol.1, No.2.

Polivinil Alkol (PVA) ile Poli(etilen glikol) (PEG) 1000 Karışımının Elektro Eğirilmiş Lif Oluşumunun İncelenmesi ve Isıl Enerji Depolama Uygulamalarında Faz Değişim Maddesi (FDM) Olarak Kullanılması

GÖK, Özgül¹, ALKAN, Cemil²

¹Hakkari Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Kimya Mühendisliği Bölümü, HAKKARİ

²Tokat Gaziosmanpaşa Üniversitesi, Fen-Edebiyat Fakültesi, Kimya Bölümü, TOKAT

ozgulgok@hakkari.edu.tr

AMAÇLAR

Bu çalışmanın amacı, gizli ısı depolama materyali olarak poli(etilen glikol) (PEG) 1000 ile Polivinil alkol (PVA) polimer karışımının saf su içinde çözünerek, elektro lif çekim yöntemi ile lif oluşumunun incelenmesi ve ısıl enerji depolama uygulamalarında faz değişim maddesi (FDM) olarak kullanılabilirliğinin araştırılmasıdır.

GİRİŞ

Isıl enerji depolama sistemleri ile yenilenebilir enerji kaynaklarının mevcut olduğu zamanlarda ısıl depolama yapılarak, enerjinin ihtiyaç olduğu zamanlarda depolanan bu enerjinin kullanımı sağlanabilir.⁶

Isıl enerji; duyulur ısı, gizli ısı, termokimyasal ısı ya da tüm bunların birleşimi olarak depolanabilir.¹

Gizli ısı, bir maddenin sıcaklığı sabit kalırken maddenin fiziksel yapısını (katı, sıvı ve gaz halinde oluşunu) değiştiren ısı miktarıdır. Gizli ısı depolama yöntemi, ısı depolama materyalinin iç enerjisinin önemli oranda değişmesi sonucunda faz değiştirmesi ile ortaya çıkan gizli ısının depolanmasıyla gerçekleştirilir. Diğer ısı depolama yöntemleri ile karşılaştırıldığında gizli ısı depolama yöntemi için gerekli depo hacmi daha küçüktür, bu yöntemin ısı depolama kapasitesi yüksektir ve bu yöntem sabit sıcaklıkta ısı depolamak için uygundur.^{1,4,6}

Son yıllarda, elektro lif çekim yöntemi ile ısıl enerji depolamanın tekstil uygulamalarında kullanılmak üzere elektro-eğirilmiş faz değiştiren lif yapımı yaygınlaşmıştır.^{2,3,5}

Bu çalışmada, PVA ile PEG 1000 polimer karışımının elektro-eğirme yöntemi ile lif oluşumu incelenmiş ve

ısıl enerji depolamada FDM olarak kullanılması uygun görülmüştür.

DENEYSEL

Malzeme

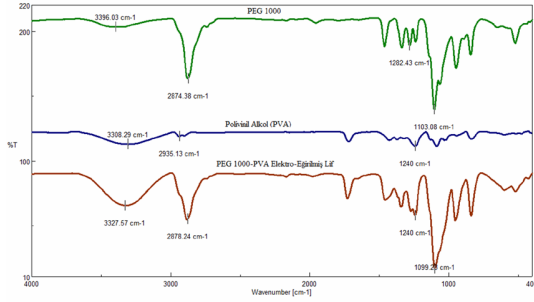
Bu çalışmada, FDM olarak yaklaşık 1000 g/mol molekül ağırlığına sahip poli(etilen glikol) (PEG) 1000 kullanılmıştır. Elektro lif çekim yöntemi için PVA ve çözücü olarak saf su kullanılmıştır.

Yöntem

% 50 PEG 1000 polimeri ve % 50 PVA polimeri saf su içinde çözülmüştür. Elde edilen polimer çözeltisi elektro lif çekim yöntemi ile elektro-eğirilmiş lif oluşumunu sağlamıştır. Meydana gelen lifin kimyasal karakterizasyonu FT-IR (JASCO FT/IR-4700) cihazı ile yapılırken, termal özellikleri DSC (DSC214 Polyma, Netzsch) cihazı ile morfolojik özellikleri ise SEM (TESCAN MIRA3 XMU) cihazı ile belirlenmiştir.

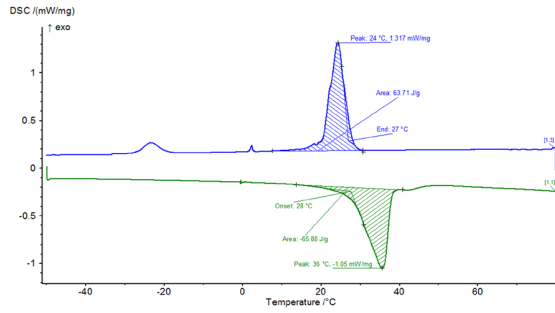
DENEYSEL SONUÇLAR/TARTIŞMA

Şekil 1'de PEG 1000'nin, PVA'nın, PEG 1000-PVA elektro-eğirilmiş lifin FT-IR spektrumları verilmiştir. Buna göre; 3396,03 cm⁻¹, 3308,29 cm⁻¹, 3327,57 cm⁻¹ pikleri OH gerilmesine ait piklerdir. 2874,38 cm⁻¹, 2935,13cm⁻¹, 2878,24 cm⁻¹ pikleri alifatik C-H gerilmesine ait piklerdir. 1282,43 cm⁻¹ ve 1240 cm⁻¹ pikleri C-H eğilmesine ait piklerdir. 1103,08 cm⁻¹ ve 1099,23 cm⁻¹ pikleri C-O gerilmesine ait piklerdir.



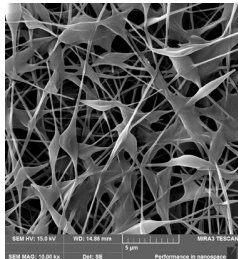
Şekil 1. PEG 1000, PVA, PEG 1000-PVA elektro-eğirilmiş lif FT-IR spektrumları

Şekil 2’de PEG 1000-PVA elektro-eğirilmiş lifin DSC termogramı verilmiştir. Buna göre; erime sıcaklığı 28 °C, katılma sıcaklığı 27 °C; erime ve katılma entalpisi sırasıyla 65,88 J/g ve 63,71 J/g’dir.



Şekil 2. PEG 1000-PVA elektro-eğirilmiş lif DSC termogramı

Şekil 3’te PEG 1000-PVA elektro-eğirilmiş lifin SEM görüntüsü verilmiştir. Buna göre; lif oluşumunun meydana geldiği gözlenmiştir.



Şekil 3. PEG 1000-PVA elektro-eğirilmiş lif SEM görüntüsü

GENEL SONUÇLAR

Bu çalışmada % 50 oranında PEG 1000 polimeri ile % 50 oranında PVA polimeri suda çözülerek karıştırılmış

ve elektro-eğirme yöntemi ile ısıl enerji depolamanın tekstil uygulamalarında değerlendirilebilmesi için kullanılabilir nanolif elde edilmiştir.

SONRAKİ DÖNEM ÇALIŞMALARI

Sonraki dönem çalışmalarda, PEG 1000 ve PVA ile oluşturulan lif karışımının PEG polimerinin diğer molekül ağırlıkları için de değerlendirilmesi düşünülmektedir.

TEŞEKKÜR/BİLGİLENDİRME/FON KAYNAĞI

Bu çalışma, Tokat Gaziosmanpaşa Üniversitesi, Fen-Edebiyat Fakültesi, Kimya Bölümü, Polimer Araştırma Laboratuvarı’nda yapılmıştır. Bu çalışmanın yapılmasına imkan sağlayan Tokat Gaziosmanpaşa Üniversitesi Polimer Araştırma Laboratuvarına teşekkür ederiz.

KAYNAKLAR

- 1- Abhat, A. 1983. “Low temperature latent heat thermal energy storage: Heat storage materials”, Solar Energy, 30(4), 313-332.
- 2- Chen, C., Wang, L., Huang, Y. 2011. “Electrospun phase change fibers based on polyethylene glycol/cellulose acetate blends”, Applied Energy, 88, 3133-3139.
- 3- Chen, C., Zhao, Y., Liu, W. 2013. “Electrospun polyethylene glycol/cellulose acetate phase change fibers with core-sheath structure for thermal energy storage”, Renewable Energy, 60, 222-225.
- 4- Farid, M. M., Khudhair, M. A., Razack, K. A. S., Al-Hallaj, S. 2004. “A review on phase change energy storage: materials and applications”, Energy Conversion and Management, 45, 1597-1615.
- 5- Wu, Y., Chen, C., Jia, Y., Wu, J., Huang, Y., Wang, L. 2018. “Review on electrospun ultrafine phase change fibers (PCFs) for thermal energy storage”, Applied Energy, 210, 167-181.
- 6- Zalba, B., Marin, M. J., Cabeza, F. L., Mehling, H. 2003. “Review on thermal energy storage with phase change: materials, heat transfer analysis and applications”, Applied Thermal Engineering, 23, 251-283.

Spunbond bikomponent teknolojisi ile üretilmiş deniz içinde ada dokusuz yüzeylerin fibrilasyonu

SUVARI Fatih¹, ULCA Y Yusuf¹, POURDEYHIMI Behnam²

¹Bursa Uludağ Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Tekstil Mühendisliği Bölümü, Bursa, Türkiye

²The Nonwovens Institute, North Carolina State University, Raleigh, NC, USA

suvari@uludag.edu.tr

AMAÇLAR

Bikomponent teknolojisini kullanan spunbond dokusuz yüzey üretim tekniği ile üretilmiş, ‘deniz içinde ada’ enine kesitine sahip liflerden oluşan dokusuz yüzeylerin çözme işlemi ile daha lifli bir yapıya getirilmesi için en uygun işlem şartlarının bulunması çalışmanın amacıdır.

GİRİŞ

Lifli ve boşluklu yapısı, liflerin ağısı yapıdaki düzensiz yerleşimi, ayarlanabilir yoğunluk, kalınlık parametreleri, ince liflerin yapı içinde direkt kullanılabilmesi, hafifliği, düşük maliyetli oluşu, dokusuz yüzey yapıları teknik tekstil uygulamaları için ön plana çıkarmaktadır. Dokusuz yüzeyler, ince lifli yapıya ve yüksek lif yüzey alanına sahip olmalarından dolayı filtrasyon, akustik kontrol gibi uygulamalar için uygundur. Bu çalışmada, spunbond bikomponent teknolojisi ile üretilmiş dokusuz yüzeylerin fibrilasyonu için uygun çözme işlemi şartlarının tespiti ile ilgili araştırmanın ön sonuçları verilmiştir.

DENEYSEL

Malzeme

Spunbond bikomponent üretim sisteminde, iki farklı polimer, aynı düzeden çekilerek bir lif (bikomponent filament) içinde daha ince lifler (ada lifleri) üretilmektedir. Bu lif yapısına ‘deniz içinde ada’ (islands-in-the-sea) ismi verilmektedir¹. Deniz ve ada polimeri ortak bir ara yüzey paylaşmaktadırlar.

Dokusuz yüzey *The Nonwovens Institute, North Carolina State University* ‘de üretilmiştir. Dokusuz yüzeydeki bikomponent lifler ‘deniz içinde ada’ enine kesit şekline sahiptirler ve bir lif içerisinde 180 adet ince ‘ada’ lifi bulunmaktadır. Bu ada liflerinin etrafı ‘deniz’ olarak isimlendirilen polimer ile çevrelenmiştir. Dokusuz yüzey kütlece %75 oranında ada lifleri, %25 oranında ise deniz polimeri ihtiva etmektedir. Bikomponent lifin ada lifleri kısmı için Naylon-6 (PA6) polimeri, deniz kısmı için ise Polietilen (PE) polimeri seçilmiştir. Bir sonraki aşamada, dokusuz yüzeydeki liflerin birbirleriyle bağlantı sağlayarak yapının sıkı, mukavemetli hale gelmesi için dokusuz yüzey su jetleri ile işleme (hydroentangling) tabi tutulmuştur.

Yöntem

Dokusuz yüzeylerde katı formda bulunan deniz polimerinin (PE), yapıdan uzaklaştırılması için çözme işlemi yapılmıştır. Çözme işlemi ısıtılmış xylene ile laboratuvar şartlarında gerçekleştirilmiştir. Ada polimeri (PA6) xylene çözücüsüne dayanıklıdır. Tüm deniz polimerinin çözülmesi durumunda dokusuz yüzey örneğinde %25’lik bir kütle kaybının gerçekleşmesi beklenmektedir. Çözme işlemi için adımları verilen şu süreç geliştirilmiştir: İçinde xylene bulunan cam balon 100 °C yüzey sıcaklığındaki ısıtıcı tabla üzerine konulur. Balon ağızına sızdırmazlık bandı yerleştirilir ve balon kelepçelerle sabitlenerek, geri soğutucu (reflux) sistemine takılır. Geri soğutucu sistemi içinde, şebeke suyu dolaşımı sağlanarak, xylene buharının soğutulup balon içine yoğunlaşması amaçlanmıştır. Böylelikle çözücü miktarı sabit tutulmuştur ve çalışma ortamına xylene buharının yayılması engellenmiştir. Geri soğutucu sisteme su alt kısımdan verilir, tahliye üst kısımdan yapılır. Su çıkışı, istenen xylene yoğunlaşmasını sağlamaktadır. İstenirse su akışı hızlandırılıp soğutma artırılabilir.

Belirli bir süre sonra çözücü ve kumaş içeren cam balon geri soğutucu sistemden sökülür. Çıkarılan kumaş 1000 ml’lik beherde bulunan 250 ml kaynar saf suda 1 dakika boyunca durularak kumaş üzerinde kalan muhtemel polietilen ve xylene kalıntılarından arındırılması sağlanır. Ardından aynı amaçla 1000 ml’lik beherde bulunan 250 ml soğuk saf suda 1 dakika boyunca kumaş çalkalanır. Durulama işlemi sonrası kumaş 60 °C sıcaklıkta hazır bekletilen iç hava dolaşımı olan etüvde 15 dakika boyunca kurutulur.

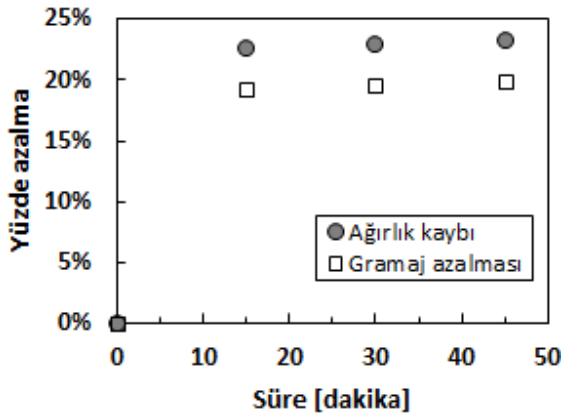
Test Yöntemleri

Çözme işlemi sonucunda dokusuz yüzeylerde yeterli deniz polimeri çözünmesinin sağlanıp sağlanmadığını anlamak için çözme işlemi öncesi ve sonrası ağırlık ölçümü yapılmıştır. Dokusuz yüzey iç yapısındaki değişim ile ilgili bilgi edinebilmek için hava geçirgenlik testleri yapılmıştır. Ölçümler “SDL Atlas M021A” hava geçirgenlik test cihazında ASTM D 737 standardına göre yapılmıştır.

DENEYSEL SONUÇLAR

Su jetleri ile 1 pasaj (22,5 MJ/kg) işleme tabi tutulmuş dokusuz yüzeylerin, çözme işlemi süresine bağlı olarak ağırlık ve gramaj kaybı, yüzde değerler olarak Şekil 1’de verilmiştir. Dokusuz yüzeylerde %25 oranında polietilen var olduğundan, çözme işlemi sonrası ağırlıktaki %25’lik azalma tüm polietilenin çözündüğü anlamına gelmektedir. Şekil 1’deki sonuçlar incelendiğinde 45 dakika sonrasında %23,35 ağırlık kaybı ölçüldüğünden, deniz polimerinin çözünmesi büyük oranda gerçekleşmiştir. Bunun yanında ilk 15 dakika sonrası %22,64’lük ağırlık azalması tespit edildiğinden çözünmenin hızlıca gerçekleştiği söylenebilir.

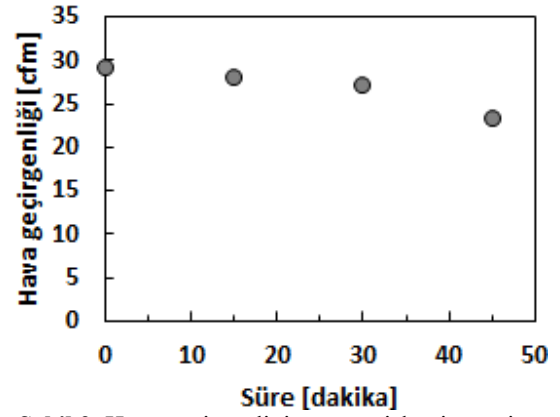
Şekil 1’de verilen gramaj azalması değerlerine bakıldığında ise genel olarak %20’ye ulaşan bir gramaj kaybı gerçekleşmiştir. Ağırlık ve gramaj kaybının aynı olmamasının sebebi çözme işlemi süresince dokusuz yüzeyin boyuna doğrultuda çekmesidir.



Şekil 1. Çözme işlemi süresine bağlı olarak ağırlık ve gramajdaki azalma

Su jetleri ile 1 pasaj (22,5 MJ/kg) işleme tabi tutulmuş dokusuz yüzeylerin çözme işlemi süresine bağlı olarak hava geçirgenlik değerlerindeki değişim Şekil 2’de verilmiştir. Sonuçlara bakıldığında zamana bağlı olarak hava geçirgenlik değerlerinde bir düşüş eğilimi fark edilmektedir.

Gramaj azalmasına rağmen hava geçirgenlikteki düşüş dokusuz yüzeyin içyapısındaki değişikliğe işaret etmektedir. Uzaklaştırılan deniz polimeri nedeniyle, ada liflerini bir arada tutan ara yüzey ortadan kalkmıştır. Dolayısıyla ada lifleri serbest kalmıştır. Bu veriler ışığında dokusuz yüzeyin daha lifli bir yapı haline geldiği söylenebilir.



Şekil 2. Hava geçirgenliğin çözme işlemi süresine göre değişimi

GENEL SONUÇLAR

Geliştirilen çözme işlemiyle, ilk 15 dakika sonrası %22,64’lük ağırlık azalması olmuş ve dolayısıyla çözünme büyük oranda gerçekleşmiştir. Artan çözme işlemi süresi çözünmede ancak fazladan %1’e yakın bir değişim sağlamıştır.

Çözme işlemi sonrası dokusuz yüzeyin gramaj değerindeki düşüş %20’lere ulaşmıştır. Ağırlık ve gramaj kaybının aynı gerçekleşmemesinin sebebi çözme işlemi süresince dokusuz yüzeyin boyuna doğrultuda (makine doğrultusu) çekmesidir.

Gramaj azalmasına rağmen hava geçirgenlik değerlerinde görülen düşüş dokusuz yüzeyin daha lifli bir yapı haline geldiğini göstermektedir.

İlk 15 dakikadan sonra %1’lik fazladan çözünme gerçekleşmesine rağmen, hava geçirgenliği düşüşü %3,78’den %19,59’a gelmesi dikkat çekici bir sonuçtur. Üzerinde daha fazla inceleme gereklidir.

TEŞEKKÜR

The Nonwovens Institute, North Carolina State University’ne kumaşların üretimi için teşekkür ederiz.

FON KAYNAĞI

Bu çalışma TÜBİTAK tarafından 215M340 numaralı proje kapsamında desteklenmiştir.

KAYNAKLAR

[1] Durany, A., Anantharamaiah, N., Pourdeyhimi, B., 2009. High surface area nonwovens via fibrillating spunbonded nonwovens comprising Islands-in-the-Sea bicomponent filaments: structure–process–property relationships. Journal of Material Science, Cilt 44, p. 5926–5934

Effect of Pressurized Air on Production of Nanofibers via Centrifugal Spinning

CALISIR, Mehmet^{1,5}, GUNGOR, Melike¹, AKGUL, Yasin^{1,2}, POLAT, Yusuf^{1,3,4}, KILIC, Ali^{1*}

¹Istanbul Technical University, TEMAG Labs, Istanbul, Turkey

²Karabuk University, Metallurgical and Materials Engineering Department, Karabuk, Turkey

³Marmara University, Mechanical Engineering Department, Istanbul, Turkey

⁴Erzurum Tech. University, Mechanical Engineering Department, Erzurum, Turkey

⁵Recep Tayyip Erdogan University, Faculty of Engineering, Rize, Turkey

*alikilic@itu.edu.tr

ABSTRACT

Centrifugal spinning (CS) is a novel method to produce nanofibers with higher (nearly 40 times higher per nozzle) production rates compared to electrospinning. However, low collection efficiency is a problem for this method. In this study, the effect of pressurized air on production and the collection efficiency in CS was investigated. The application of compressed air was carried out by sending an equal amount of air at 4 points from the periphery of the spinneret to the collector. Results showed that samples produced using pressurized air are more homogeneous in terms of fiber distribution than samples produced without using pressurized air.

Keywords: Centrifugal spinning, nanofiber, pressurized air, air permeability.

INTRODUCTION

Nanofibers are widely studied materials in biomedical, textile, filtration and automotive applications [1] due to their scalable pore sizes and large surface area [2]. Electrospinning (E-spin) is the most common method for the fabrication of nanofibers [3]. Despite its simplicity to get fibers 10 nm to 10 μ m [4], E-spin has limitations such as safety problems, low production rates, and high dependency on polymer properties [5]. Centrifugal spinning (CS) which has higher production capacity compared to E-spin is a novel method [1]. In the CS method, a polymer solution is fed into spinneret (rotating chamber which has orifices). Then, the centrifugal force is generated by the high-speed motor. Polymer jets exit from the orifices and elongates. Nanofibers are obtained on the collector [1]. However, there are problems such as low efficiency of collection and non-homogeneous fiber distribution for this method. Collectors consisting of vacuum system are used to solve this problem but still, sufficient collection efficiency could not be achieved.

In this study, pressurized air was used to increase collection efficiency and the effect of pressurized air on fiber production and the collection efficiency on CS were investigated.

EXPERIMENTAL

Polyvinylpyrrolidone (PVP) (Mw=1,300,000) and ethanol were used for the preparation of 10 wt. % spinning solution. For this, the calculated amount of PVP was added into ethanol and stirred for 1 hour at 500 rpm at 50 °C. The viscosity of 10 wt.% PVP solution is measured as 198.8 mPa.s. Since the effect of pressurized air on the fiber morphology is desired to be observed, the solution concentration and rotation speed are kept constant. 4 different samples were fabricated according to the parameters given in Table 1.

Table 1. The production parameters of samples.

Sample	Rotation Speed (rpm)	Air Pressure (bar)
S1	8000	0
S2		2
S3		4
S4		6

NanoCentrino L1.0 (Areka Group LLC.) device as shown in Figure 1 as a schematic was used to fabricate nanofibers. The device consists of a spinneret, high-speed motor, rotating collector unit, and syringe pump.

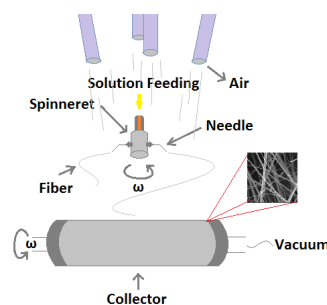


Figure 1. The schematic of the modified NanoCentrino L1.0 system.

Scanning Electron Microscope (SEM) (Zeiss Ultraplus) was used to investigate the morphologies of nanofibrous webs. The fiber diameter distributions were analyzed using 100 measurements from 5 different scanning electron micrographs. Air

permeability test was performed according to EN ISO 9237 standard under 100 Pa pressure difference.

RESULTS

In the CS, the continuous collection of fibers in direction of perpendicular to the spinning axis is provided by the vacuum effect. When vacuum is not applied or the efficiency of the vacuum is reduced by deposition of a certain amount of fiber on the collector, the flying fibers are formed in the spinning cabin. After a period of time, these fibers form fiber bundles by stacking together. Fiber bundles are collected on the collector as aggregates resulting an uneven, homogeneous fibrous web structure.

With the pressurized air application, the fibers formed by the centrifugal force at the spinneret outlet are collected directly on the collector surface. This allows the formation of a smooth and homogeneously distributed nanofibrous web structure. Images of produced nanofibrous web structures were given in Figure 2. According to images, the homogeneous distribution of nanofibers was achieved by using pressurized air.

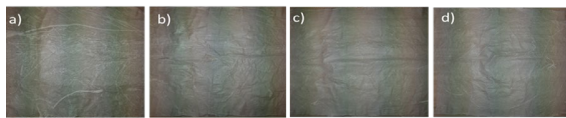


Figure 2. Images of produced PVP nanofibrous webs using a) S1, b) S2, c) S3 and d) S4 parameters

SEM micrographs of the S1, S2, S3, and S4 samples were shown in Figure 3. According to SEM images, there is no obvious change in fiber morphology. However, when 2 bar of compressed air was applied, the diameter of the fibers was increased by 65%. Interestingly, the diameter of the fibers was reduced by increasing compressed air pressure. All fiber diameter results were given in Table 2.

This effect can be explained by the meaning of blowing effects of the compressed air and duration of flight time of the fibers. When the pressure was low, compressed air only reduced the time of flight for the C-spun fibers. This reduced the drawing effect of the centrifugal forces on the spun fibers and result in larger fibers diameter. But increased compressed air pressure brings a blowing effect on the C-spun fibers and reduces their diameter.

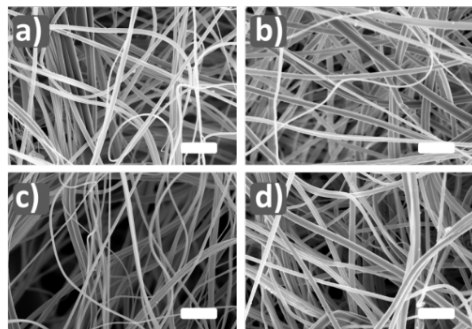


Figure 3. SEM image of a) S1, b) S2, c) S3 and d) S4 samples (scale bar 50 μm).

It is clearly seen that the air permeability of samples increased with an increasing air pressure which resulted in a homogeneous web structure of nanofibers. The air permeability of S2 is lowest due to having thinnest fiber diameter and irregular fiber collection. Also, the standard deviation of S2 is higher compared to others. Finally, when the air pressure increased (S3 and S4), the compressed air acted as a driving force and fiber diameter decreased. Moreover, air permeability is increased because of the homogeneous distribution of fibers.

Table 2. Air permeability test results.

Sample	Average fiber diameter (nm)	Air permeability (mm/s)
S1	549.5 \pm 298	340.0 \pm 60
S2	907.9 \pm 535	274.6 \pm 62
S3	811.1 \pm 398	793.2 \pm 37
S4	744.4 \pm 358	878.4 \pm 70

CONCLUSIONS

As a conclusion, the pressurized air is beneficial to obtain homogenous fabric. On the other hand, the fiber diameter increased with the effect of pressurized air.

FUTURE STUDIES

As a future study, the filter test performance of PVP nanofibrous webs will be analyzed to see their usability for industrial applications. Therefore, the mechanical performance of the fabrics will be studied.

REFERENCES

- [1] N. S. Gundogdu, Y. Akgul, and A. Kilic, "Optimization of centrifugally spun thermoplastic polyurethane nanofibers for air filtration applications," *Aerosol Science and Technology*, vol. 52, no. 5, pp. 515–523, 2018.
- [2] Q. Zhang, J. Welch, H. Park, C.-Y. Wu, W. Sigmund, and J. C. Marijnissen, "Improvement in nanofiber filtration by multiple thin layers of nanofiber mats," *Journal of Aerosol Science*, vol. 41, no. 2, pp. 230–236, 2010.
- [3] X. Zhang and Y. Lu, "Centrifugal spinning: an alternative approach to fabricate nanofibers at high speed and low cost," *Polymer Reviews*, vol. 54, no. 4, pp. 677–701, 2014.
- [4] R. T. Weitz, L. Harnau, S. Rauschenbach, M. Burghard, and K. Kern, "Polymer nanofibers via nozzle-free centrifugal spinning," *Nano letters*, vol. 8, no. 4, pp. 1187–1191, 2008.
- [5] E. Stojanovska *et al.*, "A review on non-electro nanofibre spinning techniques," *RSC Advances*, vol. 6, no. 87, pp. 83783–83801, 2016.

Electrostatic-assisted centrifugal spinning of PVP Fibers

GUNGOR, Melike¹, POLAT, Yusuf^{1, 3, 4}, AKGUL, Yasin^{1, 2}, CALISIR, Mehmet^{1, 5}, KILIC, Ali^{1*}

¹Istanbul Technical University, TEMAG Labs, Istanbul, Turkey

²Karabuk University, Metallurgical and Materials Engineering Department, Karabuk, Turkey

³Marmara University, Mechanical Engineering Department, Istanbul, Turkey

⁴Erzurum Tech. University, Mechanical Engineering Department, Erzurum, Turkey

⁵Recep Tayyip Erdogan University, Faculty of Engineering, Rize, Turkey

*alilikilic@itu.edu.tr

ABSTRACT

The centrifugal spinning (C-Spin) is a novel and promising technique for the nanofiber production. However, collection efficiency of nanofiber is still a big challenge for this technique. In this study, PVP fibers were produced by using electrostatic-assisted centrifugal spinning (ECS). The main driving force is centrifugal forces for ECS, and the electrostatic force is secondary force which is affecting collection efficiency and the morphology of fiber.

Keywords: Centrifugal spinning, electrostatic force, PVP.

INTRODUCTION

Centrifugal spinning (C-Spin) is a promising technique to produce nanofibers at industrial scales. Also, this method has advantages such as simplicity and low cost implementation [1]. The operating mechanism of this method, which is independent of the electric field, can be compared to cotton candy machine [2]. In C-Spin method, the spinneret which the polymer solution is fed is rotated. Thus, centrifugal force is generated. When centrifugal force overcomes the viscous forces and surface tension, the polymer jet exits from the orifices which are located on spinneret. Finally, solvent is evaporated and nanofibers were obtained on the collector [3].

Although it is possible to produce nanofiber at high speeds with this method, two factors restrict its applications: (1) collection efficiency of fibers due to the rotating airflow and (2) hard controlling the morphology of fiber in an unsteady airflow. To overcome these problems, researchers found to combining centrifugal spinning with electrostatic force [4].

Dabirian et al. [5] produced PAN nanofibers using electrospinning and electro-centrifugal spinning (ECS) methods. Results show that ECS is more suited technique for spinning solution with extremely low viscosity and production of aligned nanofibers than electrospinning. In another study, Chen et al. [4] investigated effect of electrostatic force on morphology of nanofibers produced via ECS. It was

found that more uniform fiber with thinner diameter and fewer beads were fabricated with ECS compared to C-Spin.

In this study, PVP fibers were fabricated via ECS. Experimental studies in the presence of electrical field were performed via our new-design air-powered centrifugal motor. Effects of voltage on fiber morphology and collection efficiency were investigated.

EXPERIMENTAL

Materials

The 10 wt. % polyvinylpyrrolidone (PVP) (Mw=1,300,000) in ethanol solution was prepared by mixing calculated amount of PVP in the ethanol on a hot plate at 50 C for 1 h. Prepared solution was allowed to cool down to room temperature and used as spinning solution. Viscosity of the solution was measured as 198.8 mPa.s.

Methods

In order to see the effects of air-powered CS and electrical field-assisted CS on fiber production, morphology of fiber and collection efficiency, polymer solution was spun at nearly 4000 rpm under 0, 15 and 30 kV electrical fields. Morphologies of the fibers were investigated with Tescan Vega 3 scanning electron microscope. Fiber distributions were calculated using diameter of 100 single fibers. Collection efficiency was measured by measuring thickness of the samples that taken on the same area from the collector. The productivity of the system was inferred by interpreting of these two results together.

RESULTS

Average fiber diameter, air permeability and thickness of samples were presented in Table 1. It can be observed that there is no significant change in average diameter of samples with increasing of voltage. Also, there is no difference morphology of samples according to SEM images (Figure 1). Thus, it is concluded that electrical force could not affect to fiber morphology. This can be attributed that

centrifugal spinning (main force) is too higher than electrical force (second force). Thus, effect of electrical force on fiber morphology was not clearly observed.

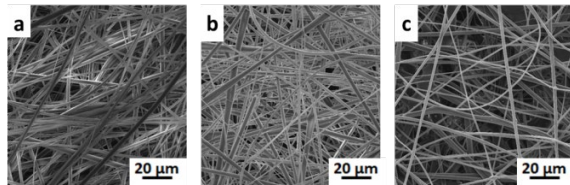


Figure 1. SEM images of samples

On the other hand, electro-centrifugal spun fibers have thicker fibrous webs than c-spun fibers. Thus, air permeability of samples was decreased. This can be attributed to the air permeability value which decreases with increasing sample thickness.

Table 1. Average fiber diameter, air permeability and thickness of samples

Voltage (kV)	Average fiber diameter (nm)	Air Permeability (mm/sn)	Thickness of webs (μm)
0	1332 ± 720	174.4±25.5	10.02
15	1376 ± 963	145.6±42.6	10.5
30	1365 ± 683	123.2±71.15	11.5

CONCLUSIONS

PVP fibers were produced by using centrifugal spinning and electrostatic-assisted centrifugal spinning with using different voltages. Results show that while fiber morphology was not affected by electrical force, collection efficiency was increased with increasing of applied voltage.

FUTURE STUDIES

The filter performance test will be realized as a future study.

REFERENCES

- [1] E. Stojanovska, M. Kurtulus, A. Abdelgawad, Z. Candan, and A. Kilic, "Developing lignin-based bio-nanofibers by centrifugal spinning technique," *International journal of biological macromolecules*, vol. 113, pp. 98–105, 2018.
- [2] Y. AKGÜL and A. KILIÇ, "A Novel Approach for the Production of Poly (Vinyl Alcohol) Nanofibers: Centrifugal Spinning," *2018 (Volume: 25)*, vol. 109, 2018.
- [3] N. S. Gundogdu, Y. Akgul, and A. Kilic, "Optimization of centrifugally spun thermoplastic polyurethane nanofibers for air filtration applications," *Aerosol Science and Technology*, vol. 52, no. 5, pp. 515–523, 2018.

- [4] H. Chen, X. Li, N. Li, and B. Yang, "Electrostatic-assisted centrifugal spinning for continuous collection of submicron fibers," *Textile Research Journal*, vol. 87, no. 19, pp. 2349–2357, 2017.
- [5] F. Dabirian, S. H. Ravandi, A. R. Pishevar, and R. A. Abuzade, "A comparative study of jet formation and nanofiber alignment in electrospinning and electrocentrifugal spinning systems," *Journal of Electrostatics*, vol. 69, no. 6, pp. 540–546, 2011.

Development of Crystal Cleavage for Low Molecular Weight Linear Polymer

SEYHAN, Aybeniz¹, TEPEKIRAN, Beyza Nur¹, POLAT, Yusuf^{1,2}, KILIC, Ali^{1,3}, DEMIR, Ali^{1,3}, AVCI, Huseyin^{1,4*}

¹TEMAG Labs, Textile Tech. and Design Faculty, Istanbul Tech. Uni., Istanbul, Turkey

²Mechanical Engineering, Faculty of Engineering, Marmara Uni., Istanbul, Turkey

³Textile Engineering, Textile Tech. and Design Faculty, Istanbul Tech. Uni., Istanbul, Turkey

⁴Metallurgical and Materials Engineering, Engineering - Architecture Faculty, Eskisehir Osmangazi Uni., Eskisehir, Turkey

havci@ogu.edu.tr

ABSTRACT

Crystal cleavage formation for low density linear polyethylene (LLDPE) has been obtained and investigated via our modified melt-spinning line under 400 m/min drawing speed. The filaments were post treated after just the extrusion process. The post treatment condition parameters can be adjusted which have a strong influence on crystal cleavage formation for the fibers to control mechanical and other properties.

INTRODUCTION

Polyethylene is one of the most abundant and promising polymeric material. Although LLDPE polymer type has more side branches than LDPE, they are relatively short². This led to the advantage of increasing the strength and stiffness for these materials when we compare to LDPE.

The melt-spinning line was modified by adding a post treatment part to control formation of the crystal cleavage for the tunable properties.

In our study, scanning electron microscope (SEM) was used in order to investigate morphological structures of the monofilaments. Resulting images (Fig. 2.) showed that the failure behavior of monofilament fibers exhibits more brittle after the formation of precursor for crystal cleavage via the post treatment than the reference, control, samples. In addition, tensile tester and wide-angle X-ray diffraction (WAXD) were performed to analyze and compare the fibers after the post treatment.

EXPERIMENTAL

Materials

The ASPUN™ 6000 linear low-density polyethylene (LLDPE) was obtained from Dow Chemical

Company. The melt-flow index (MFI) and density of ASPUN™ 6000 are 19 and 0.935 g/cm³, respectively.

Method

Treated monofilament fibers were produced by a single screw extruder melt spin line with 0.6 mm spinneret diameter after the modification (Fig. 1).

Scanning electron microscopy (SEM) images were obtained by using Tescan VEGA 3 microscope.

Mechanical properties of the filaments were measured by an Instron ® 4411 Universal Tensile Tester.

RESULTS AND DISCUSSIONS

The process conditions for the monofilament are showed in Table 1. The fibers were collected onto the roller at the take-up speed of 400 m/min.

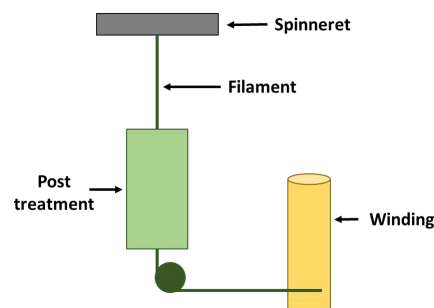


Fig. 1. Schematic image of the modified melt spinning line.

Table 1. The temperature adjustment of the melt-spinning line during filament production.

Extruder Region I (°C)	Extruder Region II (°C)	Extruder Region III (°C)	Spin Pump (°C)	Spinneret (°C)
135	165	200	190	185

Fig.2.a indicates formation of spherulitic texture along the reference sample. On the other hand, SEM images of the treated sample (Fig.2.b) have clearly developed the precursor for crystal cleavage to form microfibrillar structure.

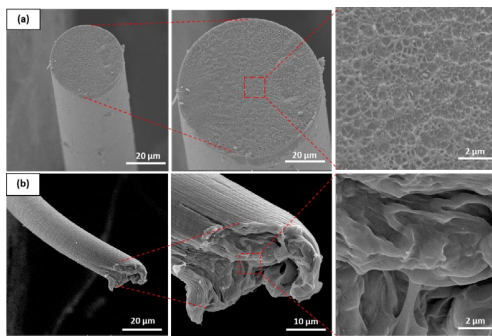


Fig. 2. Cross-sectional SEM images of LLDPE monofilaments (a) control (as-spun) and (b) treated at 1-2 and 10 kx magnification.

As shown in Figure 2, fibrillated breaking observed on the treated as-spun samples which resembles the behavior of drawn and well oriented with highly crystalline high-performance fibers such as UHMWPE^{3,4} even before the drawing process.

Table 2. Mechanical properties of control and treated PE fibers.

Sample	Diameter (µm)	Strength (MPa)	Strain at break (mm/mm)	Modulus (MPa)
Control	65 ± 25	40 ± 3	8.85 ± 0.37	39 ± 6
Treated	89 ± 4	40 ± 5	7.16 ± 0.21	60 ± 6

Control and treated monofilament samples were tensile tested at room temperature. Mechanical performances of the obtained fibers are represented in Table 2. According to the given results, albeit strength of both treated and untreated fibers remain constant, post treatment applied on-line production increased the elastic modulus of the fibers by 54%.

The results showed that the post treatment resulted higher crystallinity and modulus with lower elongation at break in comparison with the reference sample.

CONCLUSION

LLDPE monofilaments were produced using melt spinning line modified with a post treatment process. The effect of the post treatment on the morphology and the strength were investigated. SEM images showed that the cross-sectional structure of the treated filaments was clearly changed. Treatment built up a fibrillated cross-section on the treated samples. It can be concluded that precursor formation for crystal cleavage of the fibers can be controlled by managing process conditions during the post treatment.

FUTURE STUDIES

The post treatment conditions will be investigated and varied to see their effect on the formation of crystal cleavage. Mechanical, morphological, and other properties such as melting temperature will be examined accordingly.

ACKNOWLEDGEMENT

The authors thank TUBITAK (Project Number: 117Z673) for financially support to this research. The authors also gratefully acknowledge Dow Chemical Company for providing ASPUN™ 6000.

REFERENCES

- Coppola, B., Scarfato, P., Incarnato, L., & Di Maio, L. 2017. "Morphology development and mechanical properties variation during cold-drawing of polyethylene-clay nanocomposite fibers". *Polymers*, 9(6), p.235.
- Kim, J. W., & Lee, J. S. 2017. "Effect of Heat Drawing Process on Mechanical Properties of Dry-Jet Wet Spun Fiber of Linear Low Density Polyethylene/Carbon Nanotube Composites". *International Journal of Polymer Science*.
- Strawhecker, K. E., Sandoz-Rosado, E. J., Stockdale, T. A., and Laird, E. D. 2016. "Interior morphology of high-performance polyethylene fibers revealed by modulus mapping", *Polymer*, V. 103, pp. 224-232.
- Avcı, H., Kotek, R. and Yoon, J., 2013. "Developing an ecologically friendly isothermal bath to obtain a new class high-tenacity and high-modulus polypropylene fibers", *Journal of Materials Science*, 48(22), pp. 7791-7804.

Basit bir yolla su geçirmez ve nefes alabilir membran demonstrasyon cihazı

OKATAR, Bilal Enes^{1,2}

¹Yıldız Teknik Üniversitesi, ²Inovenso Teknoloji
enesokatar@gmail.com

AMAÇLAR

AquaBubble cihazı basit bir şekilde nanolif membranların su geçirmeme ve nefes alabilme (hava veya buhar geçirebilme) özelliği açısından test etmeye çalışmaktadır.

GİRİŞ

Nanoliflerin keşfedilmesiyle birlikte, eşsiz özelliklerinden biri olan seçici geçirgenlik bilim dünyasının ve endüstrinin ilgisini üzerine toplamayı başardı. Performans Kumaşları, Yara Örtüleri, Hava Filtreleri, Su Filtreleri ve Ziraat Tekstilleri gibi önemli disiplinleri için odak noktası haline gelmiş ve “su geçirmez - nefes alabilir membran karakterizasyonu ve demonstrasyonu cihazı” için ihtiyaç oluşturmuştur.

Hava geçirme testi, hidrofobiklik testi ve porozite testi daha önceden halihazırda cihazları var ve akademide kullanılıyor. Fakat bu cihaz spesifik olarak bir şeyi ölçmek yerine hepsini bir araya getirerek sadece su geçirmeden nefes alabilme özelliğini test ediyor. Daha önceki test cihazlarının ölçtüğü parametrelerin hepsini içinde barındırıyor ve sonuç odaklı olarak analiz etmemiz sağlıyor.

DENEYSEL

Malzeme

Elektrospinning cihazıyla üretilmiş PVDF nanolif membran ve içerisindeki hava kabarcıklarını gözlemleyebileceğimiz şeffaf pleksiglass 2 adet silindirik boru kullanılmıştır. Basınç değeri ayarlanabilen (0-1 MPa) kompresör yardımıyla alt kısımda hava basıncı oluşturulmuştur.

Yöntem

Şeffaf boruların ortasında test edilecek membranı yerleştirip üst kısma su dolduruyoruz. Daha sonra alt kısımdaki silindirde basınç oluşturuyoruz ve membranın hava kabarcığı geçişine izin veriyoruz.

DENEYSEL SONUÇLAR/TARTIŞMA

Karşılaştığımız en büyük problem membranı yerleştirdikten sonra sıkıştırma gücünün yetmemesiyle birlikte üst kısımdaki suyun sızması olayıdır. Bunu çözmek için yumuşak kauçuk ve ayarlanabilir kilit sistemi kullanılmıştır.

GENEL SONUÇLAR

Ayarlanabilir kilit sistemiyle birlikte arzu edilen kalınlıkta membran veya kumaşı test edebilmektedir.

SONRAKİ DÖNEM ÇALIŞMALARI

Nanoliflerin karakteristik özelliklerini spesifik olarak test edebilen pratik cihazların tasarlanması ve sektörün ihtiyaçlarına yönelik çözümler sunulması planlanmaktadır.

TEŞEKKÜR/BİLGİLENDİRME/FON KAYNAĞI

Desteklerinden ötürü Inovenso Şirketine ve Birol Eraslan'a ürün geliştirmedeki katkılarından dolayı teşekkür ederim. Araştırma ve Geliştirme sürecinde sarf edilen maddi kaynak Inovenso Teknoloji tarafından karşılanmıştır.

KAYNAKLAR

- Holmes, D. A. (2000). Performance Characteristics of Waterproof Breathable Fabrics. *Journal of Coated Fabrics*, 29(4), 306–316. <https://doi.org/10.1177/152808370002900406>
- J., Y., & E., J. (2003). Water Vapour Transfer in Wet Waterproof Breathable Fabrics. *Journal of Industrial Textiles*, 32(3), 165–175. <https://doi.org/10.1177/1528083703032003002>

Kitap:

Holmes, D. A. (2000). Waterproof breathable fabrics. *Handbook of technical textiles*, 12, 282.

İnternette yer alan metinler:

<https://www.youtube.com/watch?v=TZHHxcchw3s&t=0s&list=LLeKT4UuWOqTXqALyjhYLwvA&index=10>

Electrospun Honey-Loaded Poly (Vinyl Alcohol)/Gelatine Composite Fibers for Wound Dressing Applications

PARIN, Fatma Nur¹, SICAK, Yusuf², TERZİOĞLU, Pınar^{1,*}, YILDIRIM, Kenan¹

¹Bursa Technical University, Faculty of Engineering and Natural Sciences,
Department of Fiber and Polymer Engineering, Bursa, Turkey

²Muğla Sıtkı Koçman University, Department of Aromatic and Medicinal Plants,
Köyceğiz Vocational School, Muğla, Turkey

pinar.terzioglu@btu.edu.tr

AIM

The aim of the present study was to develop novel wound dressing materials based on poly (vinyl alcohol)-gelatine fibers with addition of honey by the electrospinning technique. The structural and morphological properties of fibers were investigated using Fourier Transform Infrared (FTIR) spectroscopy and optical microscopy techniques. Antioxidant properties of composite fibers were investigated using cupric reducing antioxidant capacity assay.

INTRODUCTION

Healing of acute and chronic wounds is a complex process of tissue regeneration which generally takes a long time.^{1,2} Therefore, development of ideal wound dressing products is considered as a significant issue. In recent years, the healing effect of wound dressing materials have become increasingly important with the raised expectations to overcome limitations of traditional products.^{3,4} The integrating of natural products with healing capabilities to the dressing materials is an available and efficient approach.

Plants and plant based products were widely investigated for the wound healing processes. Among the plant based products, honey is used in traditional medicine for its therapeutic effects since ancient times.⁵ It has been known as unique remedy and applied topically for wound care.^{6,7} Honey contains various bioactive substances including enzymes, vitamins, minerals and proteins. Due to its special composition, honey has been shown to have anti-inflammatory, antioxidant and antimicrobial activity, debriding & deodorizing action, as well as pain reducing effect.^{8,9}

Several wound healing products (gauzes, hydrocolloids, films and foams etc.) are available in

the wound care management market.^{10,11} Especially, electrospun fibrous matrices have widely gain more interests of researchers as a potential candidates for this market because of their high surface area, porosity and ease of loading with multiple materials.^{12,13}

Fibers with antioxidant properties are assumed to decrease the long term complications of diabetic wounds which can be potential wound care products.¹⁴⁻¹⁸ Previously, researches have shown that honey loaded electrospun fibers have potential for wound healing applications.¹⁹⁻²² However, the studies focused on the antimicrobial activity of fibers. In the light of all of these data, in this study, honey loaded poly (vinylalcohol)-gelatin fibers have been fabricated by electrospinning technique and their potential for wound healing was investigated through *in vitro* antioxidant activity assay.

EXPERIMENTAL

Materials

Poly (vinyl alcohol) (PVA) was purchased from ZAG Chemical (Turkey). Gelatine powder and acetic acid were purchased from Sigma Aldrich Chemical Company. Honey was obtained from a local market. Distilled water was used in the experiments.

Method

Preparation of Electrospun Fibers

This study was carried out in two stages (i) the preparation of polymer solution and the addition of honey to polymer solution in order to prepare a homogenous mixture and (ii) the electrospinning process to obtain antioxidant fibers (Figure 1).

The solutions were prepared by mixing different ratios of honey (0.5-1.5 %) to the PVA (10% wt.)

and gelatin (10% wt.) solution. The solution was transferred in a plastic syringe that was attached to a plastic needle. Collection of the fibers was achieved on a ground collector covered with an aluminum sheet. Fibers containing 0, 0.5, 1.0 and 1.5 % honey were coded as PGH-0, PGH-0.5, PGH-1 and PGH-1.5, respectively.

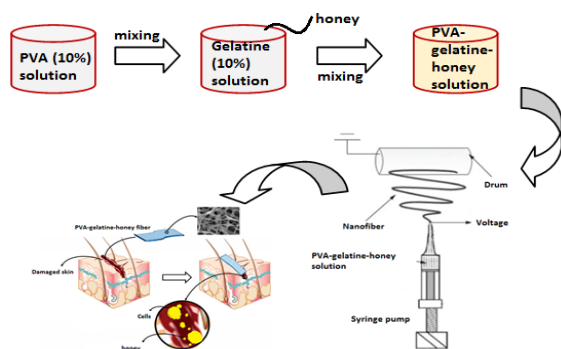


Figure 1: Schematic illustration of the honey-loaded PVA-gelatin fiber preparation.

Characterization of Electrospun Fibers

Fourier Transform Infrared (FTIR) spectroscopy (Thermo Scientific Nicolet i550) was used to investigate the chemical compositions and interactions of electrospun fibers. The morphological analysis of the fibers was investigated using an optical microscope (Eclipse LV 150 N, Nikon).

Determination of antioxidant activity

The antioxidant activity of the fibers were estimated using cupric reducing antioxidant capacity (CUPRAC) assay according to the method of Apak et al.²³, with slight modifications.²⁴ The results were expressed as $A_{0.50}$ that corresponds to the concentration giving 0.500 absorbance. Pure water was used as a control while α -tocopherol and BHT were used as antioxidant standards for comparison of the activities.

EXPERIMENTAL RESULTS/DISCUSSION

Structure of Electrospun Fibers

The FTIR spectra of honey loaded (PGH-1) and pure PVA-gelatin fiber (PGH-0) is given in Figure 2. The peaks were observed at 3300 cm^{-1} (-OH stretching), 2935 cm^{-1} (CH_2 asymmetric stretching), 1643 cm^{-1} (amide-I), 1432 cm^{-1} (amide-II), 1374 cm^{-1} (C-H wagging), 1242 cm^{-1} (amide-III) and 834 cm^{-1} (CH_2 bending) for PGH-0 fiber which correspond to the literature.²⁵⁻²⁷ Differences were observed on the

spectrum of honey-loaded fiber. The band at 1534 cm^{-1} shifted to a high wave number, while 1432 cm^{-1} and 1085 cm^{-1} shifted to a small wave number in the PGH-1 fibers suggesting the interaction of honey with the polymer matrix. Moreover, there were intensity changes in some peaks.

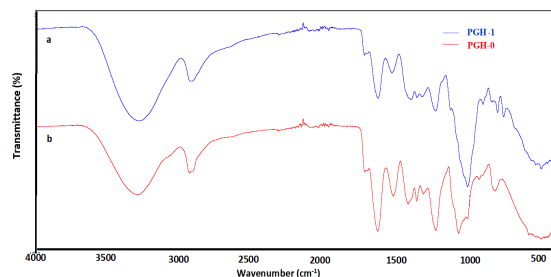


Figure 2: FTIR spectra of electrospun fibers (a)PGH-1 (b)PGH-0.

Morphology of Electrospun Fibers

The micrographs obtained with the optical microscope showing general views of electrospun fibers are presented in Figure 3. It was observed that with the addition of honey, the homogeneity in the matrix is significantly improved.

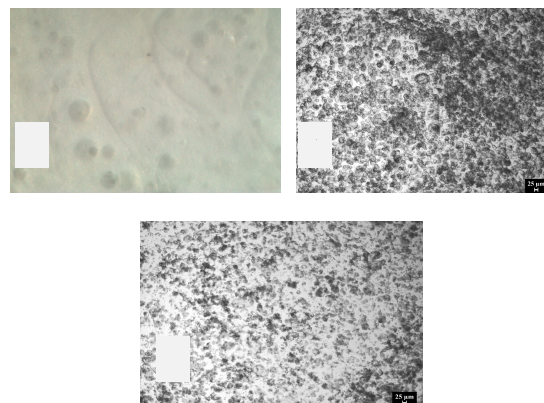


Figure 3: Optical microscope image of electrospun fibers (a-b) PGH-0, (c) PGH-1.

Antioxidant activity

As shown in Table 1, PGH -1 fiber ($A_{0.5}=2.83\pm 0.02\text{ }\mu\text{g/mL}$) exhibited excellent activity which was higher than the BHT ($A_{0.5}=3.98\pm 0.59\text{ }\mu\text{g/mL}$) and α -TOC ($A_{0.5}=40.40\pm 0.04\text{ }\mu\text{g/mL}$) used as antioxidant standards.

Table 1: Antioxidant activity results of electrospun fibers.

Sample	CUPRAC ^a A _{0.50} (µg/mL)
PGH-0	78.00±0.00
PGH -0.5	96.89±0.00
PGH -1	2.83±0.02
PGH -1.5	70.28±0.00
BHT ^b	3.98±0.03
α-TOC ^b	40.40±0.04

a Values expressed are means ± SD of three parallel measurements. p< 0.05, significantly different with student's t-test.
b Reference compounds.

CONCLUSION

The honey-loaded PVA/gelatine fibers were successfully prepared using electrospinning technique. The PGH-1 fiber was found to be the best reductant. The honey loaded fibers can be explored as wound dressing material because of their antioxidant potential.

FUTURE WORK

Further studies are needed to determine the hydrophobicity, antibacterial activity and cytotoxicity of fibers.

THANKS

The authors would like to thank Prof. Dr. Mehmet ÖZTÜRK and Prof. Dr. Mehmet Emin DURU for providing laboratory facilities of biological activity assay.

REFERENCES

- Joorabloo, A., Khorasani, M. T., Adeli, H., Mansoori-Moghadam, Z., Moghaddam, A. 2019. "Fabrication of heparinized nanoZnO/poly(vinylalcohol)/carboxymethyl cellulose bionanocomposite hydrogels using artificial neural network for wound dressing application". *Journal of Industrial and Engineering Chemistry* 70, 253–263.
- Dhivya, S., Padma, V. V., Santhini, E. 2015. "Wound dressings – a review". *Biomedicine (Taipei)*. Dec; 5(4): 22.
- Abdelrahman, T., Newton, H. 2011. "Wound dressings: principles and practice". *Surgery*, 29(10), 491-495.
- Cheng, J.-H. 2018. "Calcium Alginate Polysaccharide Dressing as an Accelerated Treatment

for Burn Wound Healing". DOI: <http://dx.doi.org/10.5772/intechopen.80875>.

- Mandal, M. D., Mandal, S. 2011. "Honey: its medicinal property and antibacterial activity". *Asian Pacific Journal of Tropical Biomedicine*, 1(2): 154-160.
- Maleki, H., Gharehaghaji, A. A., Dijkstra, P. J. 2011. "A Novel Honey-Based Nanofibrous Scaffold for Wound Dressing Application". *Journal of Applied Polymer Science*, DOI: 10.1002/APP.37601.
- Hixon, K. R., Lu, T., McBride-Gagy, S. H., Janowiak, B. E., Sell, S.A. 2017. "A Comparison of Tissue Engineering Scaffolds Incorporated with Manuka Honey of Varying UMF". *HindawiBioMed Research International*, Volume Article ID 4843065, 1-12.
- Yang, X., Fan, L., Ma, L., Wang, Y., Lin, S., Yu, F., Pan, X., Luo, G., Zhang, D., Wang, H. 2017. "Green electrospun Manuka honey/silk fibroin fibrous matrices as potential wound dressing". *Materials and Design*, 119, 76-84.
- Benjamin, A., Birkenmaier, M., Bowlin, G. L. 2018. "Honey-Based Templates in Wound Healing and Tissue Engineering". *Bioengineering*, doi:10.3390/bioengineering5020046.
- Boateng, J. S., Matthews, K. H. Stevens, H. N.E., Gillian, M. E. 2008. "Wound Healing Dressings and Drug Delivery Systems: A Review". *Journal Of Pharmaceutical Sciences*, Vol. 97, 8, 2892-2925.
- Miguel, S. P., Sequeira, R. S., Moreira, A. F., Cabral, C.S.D., Mendonça, A.G., Ferreira, P., Correi, I. J. 2019. "An overview of electrospun membranes loaded with bioactive molecules for improving the wound healing process". *European Journal of Pharmaceutics and Biopharmaceutics*, 139, 1-22.
- Lazovic, G., Colic M., Grubor M., Jovanovic M. September 2005. "The Application of Collagen Sheet in Open Wound Healing", *Annals of Fires and Burn Disaster*, 18(3), 151-160.
- Kurtoğlu, A.H., Karataş, A. 2009. "Yara Tedavisinde Güncel Yaklaşımlar: Modern Yara Örtüleri", *Ankara Eczacılık Fakültesi Dergisi*, 38(3), 211-232.
- Amna, T., Gharsan, F. N., Shang, K., Shamshi, M. H., Khil, M. S., Hwang, I. "Electrospun Twin Fibers Encumbered with Intrinsic Antioxidant Activity as Prospective Bandage". *Macromolecular Research*, DOI 10.1007/s13233-019-7088-2.
- Kant, V., Gopal, A., Pathak, N. N., Kumar, P., Tandan, S. K., Kumar, D. 2014. "Antioxidant and anti-inflammatory potential of curcumin accelerated the cutaneous wound healing in streptozotocin-induced diabetic rats". *International Immunopharmacology*, 20, 322–330.

16. Majumder, P., Paridhavi, M. 2019. "A Novel Polyherbal Formulation Hastens Diabetic Wound Healing with Potent Antioxidant Potential: A Comprehensive Pharmacological Investigation". *Pharmacogn J.* 11(2): 324-331.
17. Mei, L., Fan, R., Li, X., Wang, Y., Han, B., Gu, Y., Zhou, L., Zheng, Y., Tong, A., Guo, G. 2017. "Nanofibers for improving the wound repair process: the combination of a grafted chitosan and an antioxidant agent". *Polym. Chem.*, 8, 1664–1671.
18. Rather, H. A., Thakore, R., Singh, R., Jhala, D., Singh, S., Vasita, R. 2018. "Antioxidative study of Cerium Oxide nanoparticle functionalised PCL-Gelatin electrospun fibers for wound healing application". *Bioactive Materials*, 3(2), 201-211.
19. Birkenmaier, B. A. M., Neuhalfen, R. M., Janowiak, B. E., Sell, S. A. 2015. "Preliminary Investigation and Characterization of Electrospun Polycaprolactone and Manuka Honey Scaffolds for Dermal Repair". *Journal of Engineered Fibers and Fabrics*, 10(4), 126-138.
20. Turaga, B. U., Singh, V., Gibson, A., Maharubin, S., Korzeniewski, C., Presley, S., Smith, E., Kendall, R. J., Ramkumar, S. 2016. "Preparation and Characterization of Honey-Treated PVA Nanowebs" *AATCC Journal of Research*, 3(3), 25-31.
21. Naris, B. 2015. "Preparation of Honey-Gelatin Nanofibers as the Prototype of Wound-Healing and Covering Materials by Electrospinning Process". 9(6), 475-479.
22. Sarhan, W. A., Azzazy, H. M. E., El-Sherbiny I. M. 2016. "The effect of increasing honey concentration on the properties of the honey/polyvinyl alcohol/chitosan nanofibers". *Materials Science and Engineering C*, 67, 276-284.
23. Apak, R., Güçlü K., Özyürek, M., Karademir, S.E. 2004. "Novel total antioxidant capacity index for dietary polyphenols and vitamins C and E, Using their cupric ion reducing capability in the presence of neocuproine: CUPRAC Method". *Journal of Agricultural Food Chemistry*, 52, 7970-7981.
24. Öztürk, M., Duru, M.E., Kivrak, Ş., et al. 2011. "*In vitro* antioxidant, anticholinesterase and antimicrobial activity studies on three *Agaricus* species with fatty acid compositions and iron contents: A comparative study on the three most edible mushrooms". *Food Chem Toxicol* 49:1353–1360.
25. Ravichandran, R., Venugopal, J. R., Sundarajan, S., Mukherjee, S., Forsythe, J., Ramakrishna, S. 2013. "Click chemistry approach for fabricating PVA/gelatin nanofibers for the differentiation of ADSCs to keratinocytes". *Journal of Materials Science: Materials in Medicine*, 24(12), 2863–2871.
26. Huang, C. Y., Hu, K. H., Wei, Z. H. 2016. "Comparison of cell behavior on pva/pva-gelatin electrospun nanofibers with random and aligned configuration". *Scientific Reports* volume 6, Article number: 37960.
27. Pawde, S. M., Deshmukh, K. 2008. "Characterization of polyvinyl alcohol/gelatin blend hydrogel films for biomedical applications". *Journal of Applied Polymer Science*, 109, 3431–3437.

Hava Araçlarındaki Bağlantıların N 6.6 Nano Elyaf ile Takviyelendirilmiş Epoksi Yapıştırıcılarla İyileştirilmesi

YILMAZ, Musa¹, EKREM, Mürsel¹

¹Necmettin Erbakan Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Makine Mühendisliği Bölümü
musa.yilmazz@yandex.com

AMAÇLAR

Bu çalışmada, Naylon 6.6 (N-6.6) ve referans numune olarak saf epoksi ile yapıştırılmış Alüminyum (Al 2024-T3 alaşım) levha ile Karbon Elyaf Takviyeli Kompozit plakaların tek taraflı bindirme bağlantılarının kayma dayanımı incelenecektir. Bu testlerin sonucunda numunelerin kayma dayanımları analiz edilerek referans numune ile yapılacak karşılaştırmalarla nano-elyaf keçe takviyesinin yapıştırıcıyı ve bağlantının kayma dayanımını ne yönde etkilediği belirlenmiştir. Ayrıca üretilen N 6.6 nanoelyaf için taramalı elektron mikroskobu (SEM) ile yüzey morfolojisi ve epoksi reçine ile N6.6 nanoelyaf takviyeli epoksi yapıştırıcıların termal bozunma sıcaklığı ve kütle kaybı, Termogravimetri Analiziyle (TGA) incelenmiştir.

GİRİŞ

Günümüzde hızla gelişmekte olan teknoloji ile havacılık, uzay, otomotiv ve savunma sanayi gibi sektörlerde üstün özelliklere sahip malzemelere olan ihtiyaç giderek artmaktadır. İstenilen özelliklere sahip malzemelerin üretiminin yanında çalışma ömrü ve çalışma esnasında uğrayabileceği hasarlara karşı vereceği tepkinde önceden bilinmesi önem kazanmaktadır.

Kullanım yerine bağlı olarak, daha düşük tasarım ağırlığı, daha düşük maliyet ve daha basit kullanım gibi amaçlarla geleneksel metal ve metal alaşımlarının yerine birbirinin zayıf yönlerini düzeltecek şekilde kompozit malzemeler üretilmektedir. Kompozitler, metallerle kıyaslandığında korozyona karşı daha etkili ve daha iyi hasar toleranslarına sahiptir. Bu ve bunun gibi sebeplerle üretilen yeni nesil birçok araç gereçte alaşımlar ve kompozitler birlikte kullanılmaktadır. Kompozit malzemelerin giderek artan kullanımı ve bu alanda meydana gelen hızlı değişim yapısal elemanları birleştirme tekniklerinde de etkili ve güvenilir yöntemlerin ortaya çıkmasını zorunlu hale getirmiştir.

Malzemeleri birleştirmek ve bir bütün olarak bir arada tutmak amacıyla cıvata, çivi ve perçin gibi malzemelerin yanı sıra kaynak ve lehim gibi tekniklerin yerine yapıştırıcılarda alternatif olarak kullanılmaktadır. Kompozit ve plastik gibi farklı

malzemelerin birleştirilmesinde yapıştırıcıların kullanımı giderek artmaktadır. Örneğin uçaklardaki motor yatakları hafif ve yüksek mukavemetli karbon elyaf/epoksi kompozitten olup alüminyum yuvaya bağlantısı yapıştırma veya cıvata bağlantısıyla yapılmaktadır. Yapıştırma bağlantısı cıvata bağlantısından %50 daha mukavemetli olduğu ifade edilmektedir¹.

Günümüzde endüstriyel sistemlerin ihtiyacı olan enerji tüketimini azaltmak için çeşitli yollar denenmektedir. Yakıtta tasarruf sağlamanın en önemli yöntemlerinden bir tanesi de bu sistemlerin ağırlığını azaltmaktır. Sistem elemanlarını birleştirmek için kullanılan cıvata, perçin ve kaynak gibi geleneksel bağlantı yöntemlerinin yerine daha hafif bir bağlantı şekli olan yapıştırıcıların kullanımı sistemleri daha hafif hale getirmiştir^{2,3}.

Yapıştırma bağlantılarının mekanik davranışının tespit edildiği farklı deneysel yöntemler olmasına rağmen, basit geometrileri, üretim süreçlerinin kolay oluşundan dolayı, yapıştırıcı ile birleştirilmiş tek taraflı bindirme bağlantılarının deneysel yöntemlerde kullanımı daha yaygındır (ASTM D1002, ISO 4587, ASTM D3165) ve birçok yapıştırma bağlantı modeli tek taraflı bindirme bağlantı geometrisi kullanılarak geliştirilmiştir⁴.

Kinloch tarafından hazırlanan “Mühendislikte Yapıştırıcılar” adlı yayında⁵, yapıştırıcıların kullanımlarındaki gelişmeler, otomotiv sanayisindeki ve uçak sanayisindeki kompozit malzeme yapımında kullanılmaları üzerinde durulmuştur. Yapıştırıcıların kullanılma nedenleri ve kullanımını kısıtlayan faktörler vurgulanmış, konstrüktif olarak dikkat edilmesi gereken kurallar üzerinde durulmuş adezyon, kohezyon ve sertleşme olayları açıklanmaya çalışılmıştır. Soyulma kuvvetlerine maruz birleştirmelerdeki geometrinin etkisi teorik olarak incelenmiştir. Çevre şartlarının yapıştırma bağlantısının nihai ömrü üzerindeki etkilerinin önemi açıklanmıştır.

Saraç ve arkadaşları⁶ epoksi yapıştırıcılara ağırlıkça farklı oranlarda (% 2, 4 ve 6) nano Al₂O₃⁷, nano TiO₂⁸ ve nano SiO₂⁹ nanoparçacıklar ekleyerek tek taraflı bindirmeli bağlantıların kayma dayanımları

incelenmiştir. Ayrıca bu bağlantının mekanik özelliklerine, kayma yükü altındaki farklı üst üste bindirme uzunluklarının (20, 25, 30, 50 ve 70 mm) etkisi deneysel olarak araştırılmıştır. Deneylerin sonucunda, kayma dayanımına en etkili nanoparçacığın nano Al_2O_3 ve artış oranı ise ağırlıkça % 4 oranındakinde % 97'dir.

Khoe ve Hassani¹⁰ yaptıkları çalışmada nanoelastomerik kopolimer takviye ederek epoksi reçinenin yapışma mukavemetini iyileştirmeye çalışmışlardır. Nano-boyutlu kopoli (stiren-bütül akrilat-etilen glikol dimetilakrilat: St-BA-EGDMA) parçacıklar, küreleştirici maddesi piperidin kullanılarak epoksi reçinesinin (diglisidil eter bisfenol A; DGEBA) tokluğunun geliştirilmesi için farklı içerikler ilave edilmiştir. Farklı oranlarda elastomerik nano parçacıklar ile takviye edilmiş ve edilmemiş epoksi yapıştırıcı kullanılarak farklı yapılandırılan malzemelerin yapışma dayanımlarını karşılaştırmak için tek taraflı bindirmeli bağlantı testleri yapılmıştır. Tarama elektron mikroskopisi (SEM) ve FTIR, epoksi reçinenin ve yapılandırılan malzemenin ara yüzey morfolojisi ve kimyasal bileşimi araştırmak için kullanılmıştır. Sonuç olarak yapışma mukavemeti, epoksi reçine ile karşılaştırıldığında nanoparçacıkların eklenmesiyle önemli ölçüde arttığını göstermektedir. Yüksek yapışma mukavemeti ağırlıkça % 20 elastomer nanoparçacıkları ile elde edilmiştir. Bu nanoparçacıkların takviyesiyle kırılma tokluğu iyileştirdiği bulunmuştur.

Genellikle epoksi matris malzemelere nanoparçacıklar takviye edilerek yeni ve farklı özelliklere sahip nano kompozitler oluşturulmaktadır. Ancak nanoparçacıklar belirli bir orana kadar takviye edilmektedir. Bu durum nanoparçacıkların kompozit malzeme içerisinde kullanımını kısıtlamaktadır. Ayrıca nanoparçacıkların üretimini oldukça zor olması başka bir etken olarak görülmektedir. Bu yüzden kompozit malzemelerde nanoparçacıkların yerine nano elyaf ve nanoteller kullanılmaktadır. Nanoelyafın kolay bir şekilde üretilmesi ve kompozit malzemelere uygulandığında mekanik özelliklerin artırması uygulamalardaki etkisini öne çıkartmaktadır¹¹⁻¹³.

DENEYSEL

Çalışma kapsamında, N 6.6 katkılı nano elyaf keçeler üretilmiş ve yapışma bağlantısında kullanılacak plakaların yüzey hazırlığı işlemleri yapılmıştır. Üretilen bu nanoelyaf epoksi reçineye takviye edilerek tek taraflı bindirme bağlantıları oluşturulmuştur. Ayrıca referans numune olarak takviyesiz saf epoksili tek taraflı bindirme numuneleri de oluşturularak takviye edilen nanoelyafın yapışma

bağlantısına etkisi, çekme deneyleri yapılarak incelenmiştir.

Malzeme

- Naylon 6.6 (granül halinde)
- 25 x 101,6 mm ebatlarında alüminyum (Al 2024-T3 alaşım) plaka (TAİ)
- 25 x 101,6 mm ebatlarında karbon elyaf takviyeli kompozit plaka (IZOREEL)
- Epoksi reçine (HEXION,L285)
- Epoksi sertleştirici (HEXION,H285)
- Sodyum Hidroksit Boncuk (Farma Kalite) Extra pure TK.170510.01002
- Fosforik Asit 85,0 % (Gıda Tipi) Extra pure TK.140360.01001
- Sülfürik Asit 95-98 % Extra pure TK.170581.02501 2,5lt.
- Aseton 99,5 % Extra pure TK.010050.05001
- Sodyum Dikromat Dihidrat Extra pure TK.170550.01002

Yöntem

Üretime ilk olarak nanoelyaf keçelerden başlanmış ve elektro eğirme tekniği ile N6.6 katkılı nanoelyaf keçeler üretilmiştir. Naylon 6.6 solüsyonu; granül halindeki 3 gram naylon 6.6'nın 30 ml formik asit içerisine konularak manyetik karıştırıcıda tamamen çözününceye kadar karıştırılmasıyla üretilmiştir. Oluşturulan bu çözelti 5 ml'lik şırıngaya alındıktan sonra nanoelyaf keçeleri üretmek üzere elektro eğirme düzeneğine yerleştirilmiştir.

Elektro eğirme parametreleri ise şu şekildedir; (Bu parametreler yapılan literatür araştırması doğrultusunda deneme yanılma ile belirlenmiş ve elyaf üretimi için en uygun parametreler olduğuna karar verilmiştir.)

- Voltaj 19-21 kV,
- Şırınga ile tambur arası mesafe yaklaşık 13 cm,
- Çözelti besleme hızı 0,35 ml/h

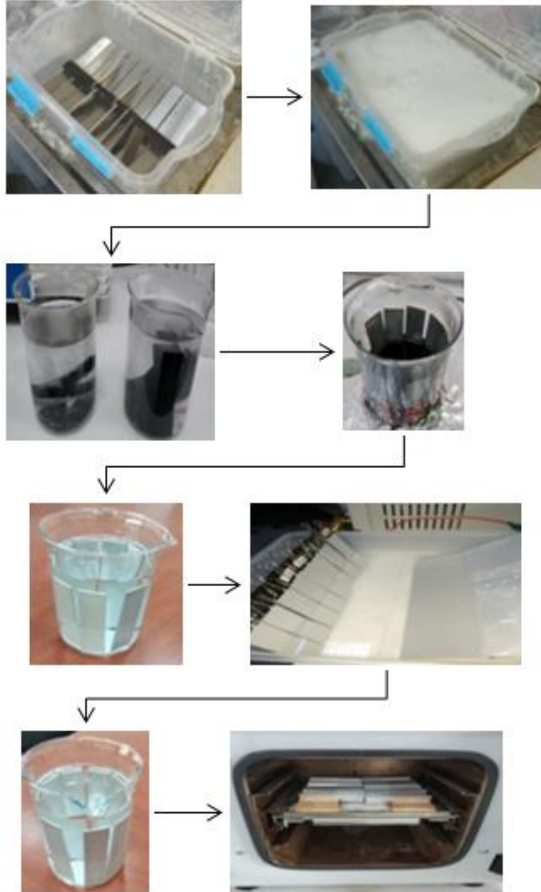
Üretilen nanoelyaf kurutma işleminden sonra yapışma bölgesi ebatlarında (20x25mm) kesilerek yapıştırma işleminde kullanılmak üzere hazır hale getirilmiştir (Şekil 1).



Şekil 1. N 6.6 nanoelyafın yapıştırma için kesilmesi

Nanoelyaf üretiminden sonra yapıştırma işlemine geçmeden önce yapıştırmada kullanılacak olan plakaların yüzey hazırlığı işlemleri yapılmıştır. Bu yüzey hazırlığının amacı verimli bir yapışmayı sağlamak için yüzeylerdeki kir ve yağ gibi maddeleri temizlemek ve epoksinin nüfuziyetini artırmak amacıyla yüzey pürüzlülüğü sağlamaktır.

Bu kapsamda, Alüminyum plakalara Şekil 2’de görülen aşamalara göre işlemler uygulanmıştır. İlk olarak sodyum hidroksit-çeşme suyu (100°C) karışımı ile 10 dk alüminyum plakaların yüzeyi aşındırılmış sonra en az 43°C’de ki saf suda 10 dk durulanmıştır. Daha sonra sülfürik asit - sodyum dikromat dihidrat - saf su çözeltisinde 65-71°C aralığında 13 dk yüzey temizliği yapılmış ve oda sıcaklığındaki saf su ile durulanmıştır. Son aşamada fosforik asit - saf su çözeltisinde yapılan anodisasyonla yüzey dağlama işlemi gerçekleştirilmiş ve saf su da 10 dk durulandıktan sonra 80°C fırında 40 dk kurutulmuştur.



Şekil 2. Alüminyum plakaların yüzey hazırlığı işlemleri

Kompozit plakalara ise Şekil 3’te gösterildiği gibi ASTM D2093 standardına göre yüzey hazırlığı yapılmıştır. Bu kapsamda kompozitin yüzeyi şekilde gösterilen yönlerde zımparalanmıştır. Zımparalama

işlemi tamamlanan kompozit ilk olarak aseton içerisinde durulanmış daha sonra yapıştırma yüzeyleri temiz bir peçete ile silindikten sonra ultrasonik temizleyicide aseton ile son temizliği yapılmış ve temiz bir ortamda muhafaza edilerek kurumaya bırakılmıştır.

Yüzey işlemleri tamamlanan alüminyum ve kompozit numuneler yapışma işlemine kadar temiz bir ortamda muhafaza edilmiş ve 72 saat içerisinde yapıştırma işlemi gerçekleştirilmiştir.



Şekil 3. Kompozit plakaların yüzey hazırlığı işlemleri

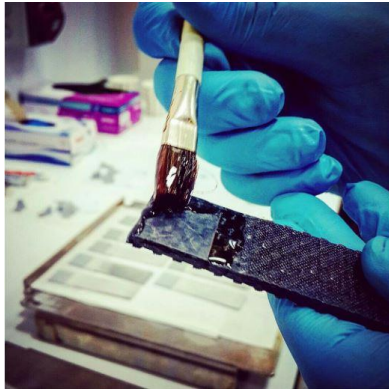
Tek taraflı bindirmeli bağlantıların yapıştırılmasında yapıştırıcı olarak epoksi Hexion marka L285 modeli reçine kullanılmıştır. L285 modeli epoksi için sertleştirici olarak da yine Hexion marka H285 modeli epoksi sertleştirici tercih edilmiştir. Epoksi reçinenin ağırlıkça % 40’ ı kadar sertleştirici (kürleştirici) eklenip karışım mekanik karıştırıcıda 10 dk karıştırılmıştır. Mekanik karıştırıcıda karıştırılmasından dolayı yapıştırıcı içerisinde oluşan hava kabarcıklarının giderilmesi için oda sıcaklığında, - 0.75 bar basınçta 5 - 10 dk arası vakum altında tutularak gaz giderme işlemi gerçekleştirilmiştir.

Hazırlanan epoksi yapıştırıcı referans numuneleri oluşturmak için nano-elyaf keçe kullanmadan Alüminyum-Kompozit bağlantıları oluşturmak için kullanılmıştır. Bu işlem her plakaya yapıştırıcı sürülerek ve kalınlığı (0,2mm) sağlamak için tasarımı özel olarak yapılmış kalıp (Şekil 4) kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Yapıştırıcı sürülen numuneler birbiri üstüne bindirilerek yapışmak üzere kalıp içerisinde bırakılmıştır.



Şekil 4. Yapıştırma kalıbı

Aynı şekilde, nano-elyaf keçe katkılı bağlantılar içinde numunelere yapıştırıcı epoksi sürülmüş ancak bu kısımda farklı olarak önceden hazırlanmış ve yapıştırma bölgesi ölçülerinde kesilmiş nano-elyaf keçeler epoksi sürülmüş kompozit üzerine yerleştirilmiş ve üzerine tekrar epoksi yapıştırıcı sürülerek iyice ıslanması sağlanmıştır (Şekil 5). Daha sonra epoksi sürülmüş her iki plaka kalıp içerisinde üst üste bindirilerek ve sabitlenerek yapışma üzere bırakılmıştır.



Şekil 5. N6.6 nano elyafın kompozit üzerine yerleştirilmesi

Yapıştırma işlemlerinden sonra kütleme işlemi iki aşamalı olarak gerçekleştirilmiştir. İlk olarak yapıştırılmış bağlantılar oda sıcaklığında 24 saat daha sonra 80 °C fırında 15 saat bekletilerek kütleme işlemi tamamlanmıştır.

Deney için hazırlanmış olan numunelere, oda sıcaklığında (25 °C) çekme testleri uygulanmış ve çekme testlerinde şekil değişiminin tespiti için ekstansiyometre kullanılmıştır (Şekil 6).



Şekil 6. Çekme test cihazı ve ekstansiyometre

Çekme Test Cihazından gelen veri yerine ekstansiyometre kullanılması nedeniyle sadece yapışma bölgesinde ki şekil değişimini belirleyebilmektedir. Bu kapsamda deneylere başlamadan önce ekstansiyometreyi bağlayabilmek için numunelere yapışma bölgesinin uç kısımlarından ufak çentikler açılmıştır.

Karakterizasyon

N 6.6 nanoelyafına ait SEM görüntüleri Selçuk Üniversitesi İleri Teknoloji Araştırma ve Uygulama Merkezinde bulunan ZEİSS Evo LS 10 cihazı ile 20kV gerilimde elde edilmiştir.

TGA analizleri Necmettin Erbakan Üniversitesi Bilim ve Teknoloji Araştırma ve Uygulama Merkezinde (BİTAM) Setaram-Labsys Evo marka cihaz kullanılarak yapılmıştır. Test numuneleri azot atmosferinde 10 °C/dk ısıtma oranında ve 25°C ile 650 °C arasında ısıtılmıştır. Termal kararlılık, bozunma sıcaklıkları ve kalıntı kütle TGA ile incelenmiştir.

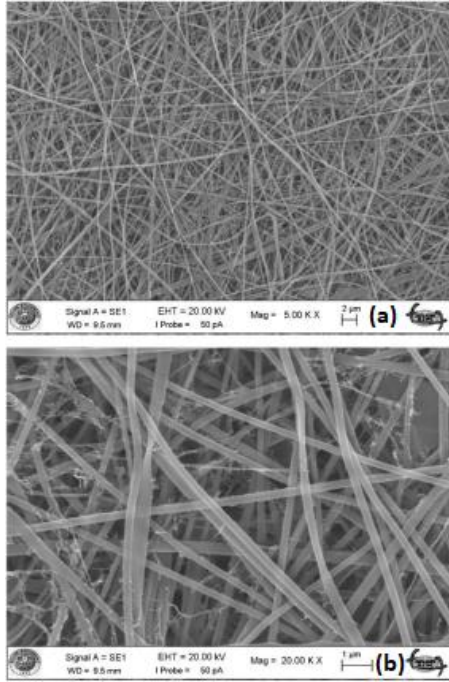
Tek taraflı bindirmeli bağlantıların kayma dayanımı deneyleri ASTM D1002-10 standardına uygun olarak yapılmıştır ve bu deneylerin yapılması için Necmettin Erbakan Üniversitesi Makine Laboratuvarındaki Shimadzu AGS-X çekme test cihazı ile Trapeziumx yazılımı kullanılmıştır. Tek taraflı bindirmeli bağlantıların testleri 2 mm/dk çekme hızında gerçekleştirilmiş olup, deneyler 5'er adet tekrar edilerek test edilmiştir.

DENEYSEL SONUÇLAR

Elektro eğirme ile üretilen naylon 6.6 nanoelyafların SEM görüntüleri alınarak, modifiye edilen yapıştırıcıların TGA analizleri incelenmiştir. Ayrıca yapıştırma bağlantılarının maksimum yükleri sabit yük altında çekme cihazıyla tespit edilmiştir.

Naylon 6.6 nano elyafların SEM görüntüleri

N 6.6 nano elyafların 5000 X ve 20000 X büyütme SEM görüntüleri Şekil 7'de verilmiştir. SEM görüntüleri Solidwork programına yapıştirılarak nano elyafların boyutları ölçülmüş ve 270-370 nm arasında değiştiği belirlenmiştir. Ayrıca 5000 X büyütme SEM görüntüleri incelendiğinde üretilen nano elyaflarda boncuklanmanın oluşmadığı görülmüş olup, nanoelyafların uzunlukları kesikli değil uzun elyaf olarak üretimi gerçekleşmiştir.

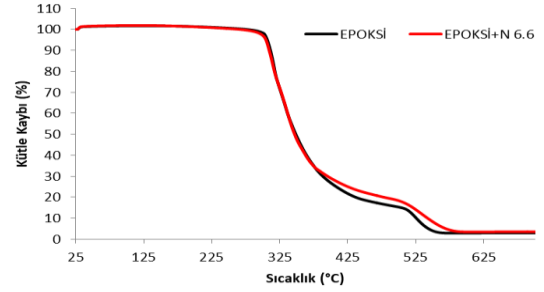


Şekil 7. N 6.6 nano elyafların SEM görüntüleri a) 5000 X ve b) 20000 X büyütme

Naylon 6.6 nanoelyaf yapıştırıcıların TGA analizleri

Saf epoksi ve N 6.6 nano elyaf katkılı yapıştırıcıların karşılaştırmalı TGA analizleri Şekil 8'de verilmiştir. Şekle göre; saf epoksili yapıştırıcıya ait %5, %50 ve tamamen bozunmanın gerçekleştiği sıcaklıklar sırasıyla 315, 350 ve 550 °C olarak ölçülürken N 6.6 nano elyaf katkılı yapıştırıcıya ait %5, %50 ve tamamen bozunmanın gerçekleştiği sıcaklıklar sırasıyla 315, 350 ve 575 °C olarak ölçülmüştür. Bu sonuçlara göre N 6.6 nano elyaf takviyesinin

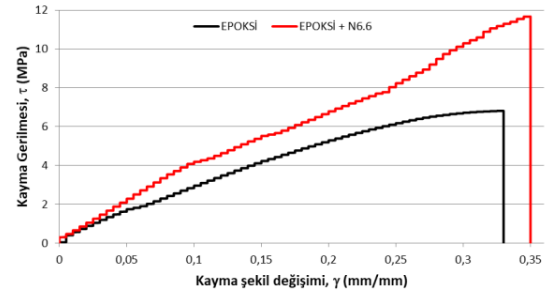
yapıştırıcıda tamamen bozunma sıcaklığını %4 kadar iyileştirdiği tespit edilmiştir.



Şekil 8. Yapıştırıcıların karşılaştırmalı TGA analizi

Tek taraflı bindirmeli bağlantıların mekanik özellikleri

Saf epoksi reçine ve N 6.6 nano elyaf katkılı epoksi yapıştırıcının tek taraflı bindirmeli bağlantılarının karşılaştırmalı kayma dayanımları Şekil 9'da verilmiştir.



Şekil 9. Tek taraflı bindirmeli yapıştırma bağlantılarının karşılaştırmalı kayma dayanımları

Saf ve N 6.6 katkılı tek taraflı yapıştırma bağlantılarının mekanik özellikleri Tablo 1'de verilmiştir.

Tablo 1. Tek taraflı bindirmeli yapıştırma bağlantılarının mekanik özellikleri

	Epoksi	Epoksi+N 6.6
En Büyük Kayma Gerilmesi, τ (MPa)	6,81	11,67
En Büyük Kayma Birim Şekil Değişimi, γ (mm/mm)	0,33	0,35
Yapışma Bağlantısının Tokluğu (kJ/m ³)	1380	2140
Yapışma bağlantısının Kayma Modülü, G (GPa)	0.025	0.040

Sonuçlar incelendiğinde tek taraflı bindirmeli yapıştırma bağlantısına N 6.6 katkısının yapışma bağlantısındaki en büyük kayma gerilmesi (τ), tokluk ve kayma modülünü (G) sırasıyla %71, %55 ve %62 oranlarında artırdığı görülmüştür.

GENEL SONUÇLAR

Alüminyum-Karbon elyaf kompozit tek taraflı bindirme bağlantılarında epoksi reçineye N 6.6 nanoelyaf katkısı yapışma bağlantısının mekanik özelliklerini iyileştirmektedir. Bu kapsamda yapışma bağlantısında ki en büyük kayma gerilmesi (τ), tokluk ve kayma modülünün (G) sırasıyla %71, %55 ve %62 oranlarında artırdığı belirlenmiştir. Ancak N 6.6 nanoelyaf katkısının yapıştırıcıda ki termal bozunma sıcaklığını yeterince iyileştirmediği saptanmıştır.

SONRAKİ DÖNEM ÇALIŞMALARI

215M777 numaralı, "Havacılık Uygulamalarında Kullanılmak Üzere Naylon-6.6 Nanoelyaf ve Grafen Katkılı Epoksi Yapıştırıcıların Geliştirilmesi ve Mekanik Özellikleri" adlı, TÜBİTAK (Türkiye Bilimsel ve Teknolojik Araştırma Kurumu) destekli proje kapsamında ve bu çalışmanın devamı niteliğinde "Alüminyum-Karbon Elyaf Takviyeli Kompozit Levhaların Yapıştırma Bağlantısındaki Naylon 6.6 Nano-Elyaf Takviyeli Yapıştırıcıların Farklı Sıcaklıklar Altındaki Eksenel Darbe Davranışları" adlı yüksek lisans tezi yazım aşamasındadır. Ayrıca belirtilen proje kapsamında elde edilen verilerle makale yayımları hedeflenmektedir.

TEŞEKKÜR

Bu çalışma; 215M777 numaralı, "Havacılık Uygulamalarında Kullanılmak Üzere Naylon-6.6 Nanoelyaf ve Grafen Katkılı Epoksi Yapıştırıcıların Geliştirilmesi ve Mekanik Özellikleri" adlı proje bünyesinde, TÜBİTAK'ın (Türkiye Bilimsel ve Teknolojik Araştırma Kurumu) destekleriyle yürütülmüştür. Bu kapsamda, proje ekibi olarak bizlere güvenen ve maddi/manevi desteklerini esirgemeyen TÜBİTAK'a teşekkürlerimizi sunuyoruz.

KAYNAKLAR

- [1] Hollaway, L., 1994, Handbook of polymer composites for engineers, Elsevier.
- [2] Kaya, F., 2004, Ana hatları ile yapıştırıcılar, Birsen yayınevi.
- [3] Ekrem, M., 2015, "Karbon nanotüp ve polivinil alkol nanoelyafla güçlendirilmiş epoksi yapıştırıcıların alüminyum bağlantılar üzerindeki

kırılma davranışları," Selçuk Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü.

[4] RAZMİ, A., 2011, "Kompozit parçaların çeşitli yapıştırılmalı bağlantı tasarımlarının karşılaştırılması," DEÜ Fen Bilimleri Enstitüsü.

[5] Kinloch, A., 1997, "Adhesives in engineering," Proceedings of the Institution of Mechanical Engineers, Part G: Journal of Aerospace Engineering, 211(5), pp. 307-335.

[6] Saraç, İ., Adin, H., and Temiz, Ş., 2019, "Investigation of the effect of use of Nano-Al₂O₃, Nano-TiO₂ and Nano-SiO₂ powders on strength of single lap joints bonded with epoxy adhesive," Composites Part B: Engineering.

[7] Liang, W., Duan, Z., Sun, K., Liang, H., Wang, Z., and Guo, C., 2018, "Mechanical performance of Nano-Al₂O₃-modified composites at cryogenic and room temperatures," Polymer Composites, 39(9), pp. 3006-3012.

[8] Ghosh, P. K., Patel, A., and Kumar, K., 2016, "Adhesive joining of copper using nano-filler composite adhesive," Polymer, 87, pp. 159-169.

[9] Sugoza, K. B., Daghan, B., Akdemir, A., and Ataberk, N., 2016, "Friction and wear properties of friction materials containing nano/micro-sized SiO₂ particles," Ind Lubr Tribol, 68(2), pp. 259-266.

[10] Khoe, S., and Hassani, N., 2010, "Adhesion strength improvement of epoxy resin reinforced with nanoelastomeric copolymer," Materials Science and Engineering: A, 527(24-25), pp. 6562-6567.

[11] Teo, W.-E., and Ramakrishna, S., 2009, "Electrospun nanofibers as a platform for multifunctional, hierarchically organized nanocomposite," Composites Science and Technology, 69(11-12), pp. 1804-1817.

[12] Ekrem, M., and Avcı, A., 2018, "Effects of polyvinyl alcohol nanofiber mats on the adhesion strength and fracture toughness of epoxy adhesive joints," Composites Part B: Engineering, 138, pp. 256-264.

[13] Kim, K. W., Kim, D. K., Kim, B. S., An, K. H., Park, S. J., Rhee, K. Y., and Kim, B. J., 2017, "Cure behaviors and mechanical properties of carbon fiber-reinforced nylon6/epoxy blended matrix composites," Compos Part B-Eng, 112, pp. 15-21.

Nano Partikül Takviyeli Karbon Kumaş/Epoksi Kompozit Malzemelerde Mekanik Aşınma

OKKA M. ALİ^a, AVCI Ahmet^b

Selçuk Üniversitesi Makine Müh.^a

Necmettin Erbakan Üniversitesi Biyomedikal Müh.^b

aavci@selcuk.edu.tr

ÖZET

Karbon kompozit malzemelerin üretimi ve uygulamaları, günümüzde gelişen üretim teknolojileri ve değişen ihtiyaçlar doğrultusunda her geçen gün artmaktadır. Karbon kompozitler ağır yükler altında çalışabilmeleri ayrıca hafif olmaları ve korozyona dayanımları sebebi ile günümüz popüler mühendislik malzemelerinden olmuşlardır. Karbon kompozit malzemeler enerji, spor, otomotiv, savunma sektörlerinde kullanımı her geçen gün artmaktadır. Değişen ihtiyaçlar doğrultusunda karbon kompozit malzemelerde her geçen gün geliştirilmekte ve mekanik özellikleri artırılmaktadır. Karbon kompozitlerin mekanik özellikleri çeşitli yöntemlerle güçlendirilebilir; bunların en başında karbon kompozitin imalatı aşamasında nano parçacık takviyesi ekleme ile mekanik özelliklerinin geliştirilmesi gelmektedir. Bu çalışmada saf karbon kompozit ve %0.5 karbon nano tüp (CNT) takviyeli karbon kompozitin çekme ve aşınma dayanımı aralarında ki farklar ortaya konmuş ve geliştirmeler gözlemlenmiştir. Bu çalışma çekme dayanımı ölçmek için çekme test cihazı olarak servohidrolik altçene hareketli SHIMADZU8801 cihazı tercih edilmiştir. Aşınma ölçümleri için Selçuk Üniversitesi Teknoloji Fakültesinde bulunan Ball on Disc metodu ile çalışan tribometre tercih edilmiştir.

ANAHTAR KELİMELER: Karbon kompozit, CNT, Aşınma, Çekme, Tribometre

1.GİRİŞ

Kompozit malzemeler matris temelli olarak üç ana başlıkta incelenmektedir. Bunlar ;Polimer Matris Metal Matris , Seramik Matris kompozitlerdir. Polimer Matris Kompozitler Matris olarak çeşitli reçineler, elyaf olarak çeşitli malzemeler (cam yünü, karbon elyaf, Au elyaf vb.) kullanılmaktadır. Polimer tabanlı malzemeler günümüz mühendislik uygulamalarında hafifliği sağlamlığı ve yüksek mekanik özellikleri ile geniş bir yelpazede kendine kullanım alanı bulmaktadır. Polimer tabanlı malzemelerde elyaf olarak uygun fiyatlı olmasından cam yünü kullanımı yaygın olmakla beraber pahalı ama kullanım alanı daha geniş ve daha sağlam olan karbon elyaf kullanımı da üretim maliyetlerinin düşmesiyle hızla yaygınlaşmaktadır. Üstün mukavemet ve sertlik özellikleri göz önüne alındığında yapısal uygulamalar için uygun bulunurlar [1,2]. Polimerler ve bunların kompozitleri dişliler, kamlar, tekerlekler, çarklar, frenler, contalar, burçlar ve yataklar gibi birçok mekanik parçada kullanılır [3]. Kullanımının avantajlı olduğu bölgelerden biri, temas aşınmasını içeren durumdur. Polimer bazlı kompozit malzemeler daha yüksek yüklerde stabilite, sıcaklık, daha iyi yağlama ve aşınma özellikleri açısından artan talepleri nedeniyle tribolojik uygulamalarda giderek daha fazla kullanılmaktadır [4,5] Tribolojik özellikler hakkında, bazı araştırmalar CNT'lerin varlığının aşınma direncini arttırdığını göstermiştir[6,7-8] ve sürtünme katsayısını azaltır [7,8]. Bununla birlikte, CNT'lerin oranı, tribolojik olarak büyük bir etkiye sahiptir. [7]. Bu çalışmada herhangi bir nano partikül takviye edilmemiş karbon kompozitle, içine %0.5 CNT eklenmiş karbon kompozitlerin aşınma katsayısı ve aşınma miktarları incelenmiş ve CNT eklenmesinin karbon kompozite etkisi ve avantajları çalışılmıştır.

2. DENEY

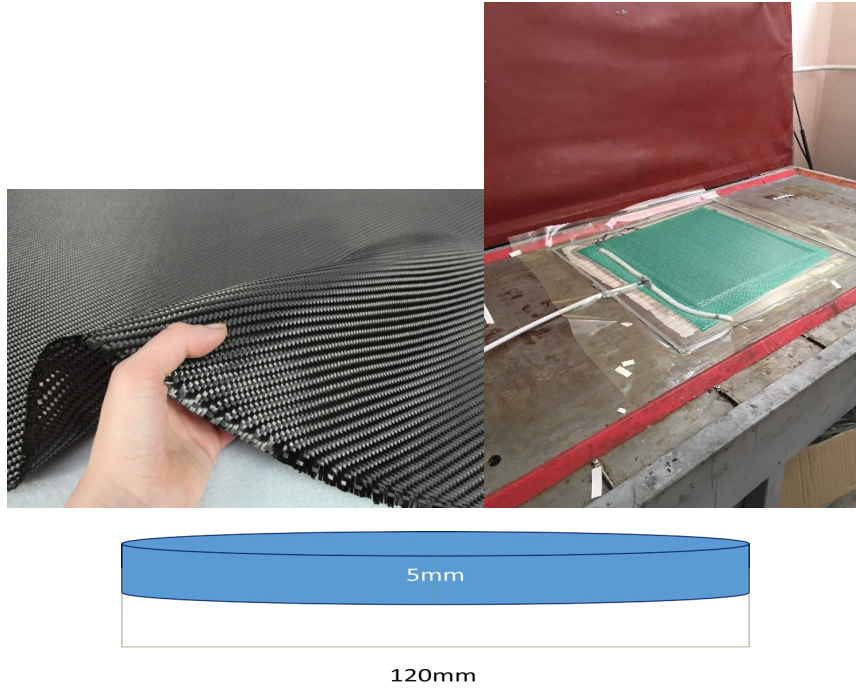
Bu çalışmada yapılan deneylerde kullanılan tüm numuneler literatür taraması sonucu ortaya çıkan yüksek hassasiyet içeren üretim metotları ile üretilmiştir. Aşınma deneylerini iki ana bölümde; numune hazırlanması ve deneylerin yapılması olarak inceleyebiliriz

Karbon kumaşların, ayırıcı kumaşların hazırlanması ve vakum torbaların hazırlanması; 50*50 cm karbon kompozit plakalar üretilecek şekilde 50*50 cm boyutlarında karbon kumaşlar (karbon kumaş özellikleri Tablo 1) kesilmiştir 55*55 cm ayırıcı kumaş kesilmiştir. 60*60 cm vakum torbaları hazırlanmıştır. Epoksi içine %0.5 CNT takviyesi homejenik olarak eklenmesi için epoksinin miktar olarak %0.5 ine karşılık gelen CNT aseton

içinde ultrasonik karıştırıcı ile 5 dakika boyunca karıştırılmıştır. Aseton içinde homojenik olarak karıştırılan CNT, asetonla birlikte epoksiye eklenmiş ve önce 10 dakika mekanik karıştırıcı ile ardından 15 dakika ultrasonik karıştırıcı ile homejen bir şekilde karıştırılıp vakum fırınında 65 derece aseton uçması için 24 saat bekletilmiştir. Fırında çıkartılan %0.5 CNT li epoksi mekanik karıştırıcı ile sertleştiricisi 10 dakika boyunca karıştırılıp vakum infzyon ile kompozit yapımına uygun hale getirilmiştir. Daha önce hazırlanan karbon kumaşlara fırça ile epoksi kürü uygulanmış ve VİM tezgahına yatırılmıştır. Vakum altında 65 derecede 24 saat pişirilen CNT li ve saf karbon kumaşlardan karbon kompozit plakalar elde edilmiştir. Elde edilen karbon epoksi plakalar hassas kesicilerle 120 mm çapında 5mm kalınlığında daireler (Resim 1) ve 25*250mm boyutlarında 5mm kalınlığında dikdörtgen plakalar olarak kesilmiş ve deneye hazır hale getirilmişlerdir.

Tablo 1: Karbon Kumaş Özellikleri.

Parameter / Parametre	Property / Özellik
ArealWeight (gr/m2) Ağırlık	530
Weavetype Dokuma tipi	Plain (Bez ayağı)
Warpyarn Çözgü ipi	12K Carbon fiber (12K Karbon elyaf) (A-42 - 800 tex – AKSACA)
Endscouts (ends/cm) Çözgü sıklığı	3.75 ± %3
Weftyarn Atkı ipi	12K Carbon fiber (12K Karbon elyaf) (A-42 - 800 tex – AKSACA)
Pickscouts (picks/cm) Atkı sıklığı	3,75 ± %3
Width of fabric (cm) Kumaş eni	100
Tensile Strength (ISO 10618) (MPa) Çekme Mukavemeti	4200
Thickness of fabric (ISO 5084) (mm) Kumaş kalınlığı	0,6

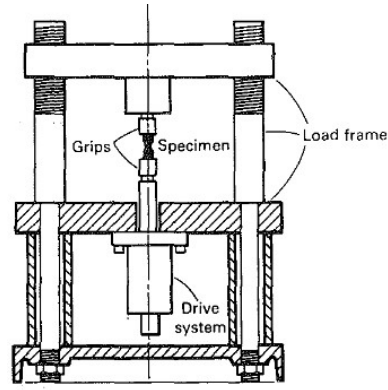


Resim 1: Aşınma Deneyi için hazırlanmış numune örneği

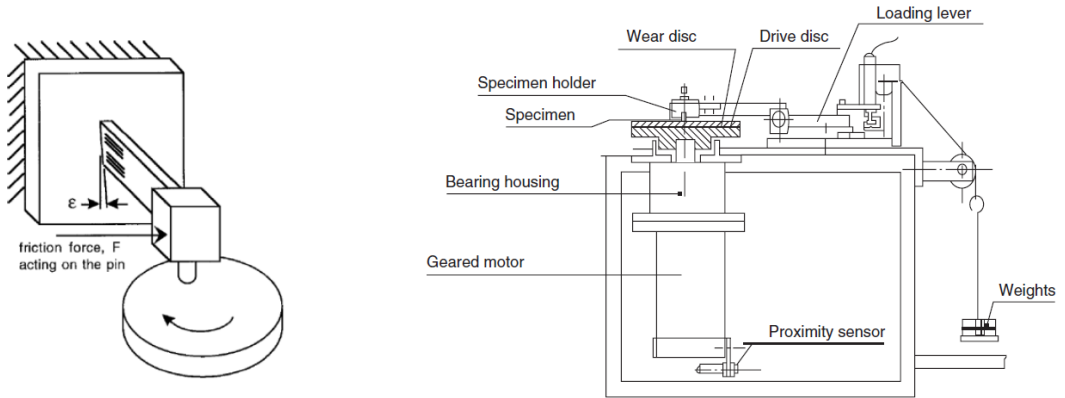
Yöntem

Bu çalışma çekme dayanımı ölçmek için çekme test cihazı olarak servohidrolik altçene hareketli SHIMADZU8801 cihazı tercih edilmiştir Resim 2. Aşınma ölçümleri için Selçuk Üniversitesi Teknoloji Fakültesinde bulunan Ball on Disc metodu ile çalışan tribometre tercih edilmiştir Resim 3. Bu çalışma temelde aşınma direncinin incelenmesi olsa da, bir malzemenin mekanik özelliklerine bakarken mutlaka çekme dayanımına da bakmak gerekir ve çekme mukavemetini incelemek gerekir.

çekmedayamını ölçmek için çekme test cihazı olarak servohidrolik altçene hareketli **SHIMADZU8801** cihazı tercih edilmiştir. Bu çalışmanın temel konusu olan aşınma testleri için teknoloji fakültesi bünyesinde bulunan özel tasarım tribometre kullanılmıştır. Mevcut tribometre (ASTM G-99) standardına uygun ölçüm yapmaktadır. Tribometreservomotor aracılığı ile kendi eksenini etrafında farklı hızlarda dönebilen bir 12 cm disk mevcuttur. Diskin üzerinde numune tutucu vardır. Sonsuz vidalı bir yük kolu ile bilyenin konumlanması yapılmaktadır. Bu çalışmada yapılan deneylerde 10mm çelik bilye kullanılmıştır. Mevcut tribometre yük sensörü ile aşınma esnasında oluşan yükü gelişmiş bir yazılım aracılığı ve data logger ile ana bilgisayara anlık olarak kaydetmektedir. Bilgisayara kaydedilen ham veriler programın ara yüzü ile exell dosyasına çevrilmektedir. Exell dosyasına kaydedilen alınan yola bağlı anlık yükler, aşınma için uygulanan yüke bölümünden anlık sürtünme katsayısı elde edilir. Deneyler 10000 m sabit yol, hız ve yükler altında yapılmıştır.



Resim 2: Çekme Testi Cihazı ve Şematik Gösterimi



Resim 3: Ball on Disc Tribometresi Şematik Gösterimi

Aşınma testleri sonucu oluşan yüzeylerin profillerinin çıkarılması, aşınma derinliklerinin, incelenmesi ve yüzey pürüzlülüklerinin ölçülmesi için ileri teknoloji laboratuvarında kurulu bulunan **SEM(ZEİSE EVO LS10)** cihazları kullanılmıştır.

Malzeme Aşınma Miktarının Ölçümü: Numuneler, hassas bir dijital tartım makinesi kullanılarak aşınma testinden önce ve sonra tartıldı. İlk ve son ağırlıkları bilinen numunelerin aşağıdaki formülden

Malzeme aşınma oranları hesaplandı. Ayrıca aynı işlem çelik bilyeler içinde uygulandı ve aşındırıcıda oluşan aşınma miktarları da kayıt altına alındı.

$$MAM = Numune \text{ İlk Ağırlık (gram)} - Numune \text{ Son Ağırlık (gram)}$$

$$MAMBilye = Bilye \text{ İlk Ağırlık (gram)} - Bilye \text{ Son Ağırlık (gram)}$$

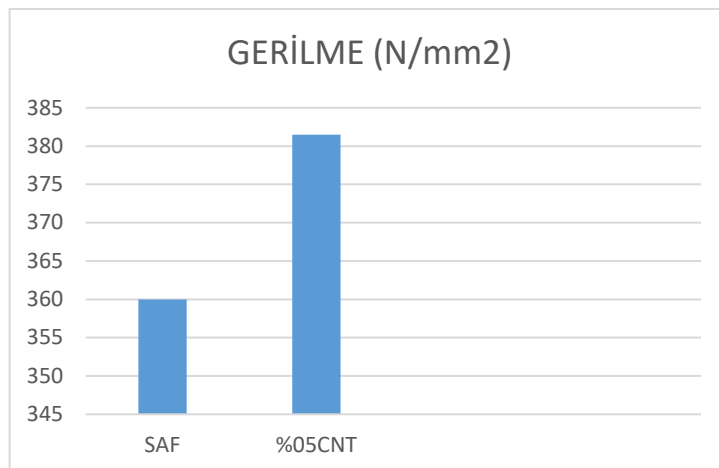
Sürtünme Katsayısı Ölçümü (μ_s) Aşınma deneyi yapımı sırasında anlık olarak yük hücresinden alınan ham verilerin bir program aracılığı ile işlenmesinden sağlanan veriler bize sürtünme kuvvetini verir. (F_s). Elde ettiğimiz bu F_s kuvvetini normalden uyguladığımız kuvvete bölümünden anlık sürtünme katsayısını buluruz. (μ_s). Anlık alınan sürtünme katsayılarının ortalaması ise bize malzemenin sürtünme katsayısını ve

$$\mu_s(anlık) = \frac{F_s(anlık)}{FN}$$

$$\mu_s = \frac{\mu_s1 + \mu_s2 + \mu_s3 \dots \mu_s(n)}{n}$$

Deneysel Sonuçlar ve Tartışma

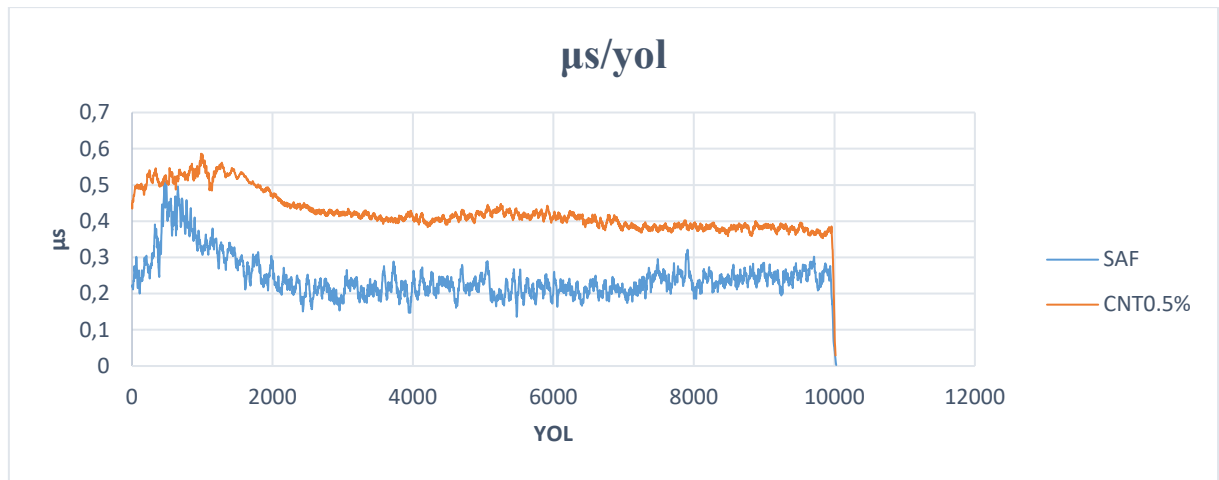
Bu çalışmada her ne kadar karbon kumaş/epoksi kompozitlerde aşınma çalışılsa da, aşınma mekanik özelliklerde tek başına anlam ifade etmeyeceği için önce üretilen kompozitlerin temel mekanik özelliği olan çekme dayanımına bakılmıştır. ASTM D 3039 standardına göre numuneler genişliği 25,4 mm ve boyu 250 mm olacak şekilde kesilen kompozit numunelerin çekme yükleri altındaki mekanik özellikleri belirlemek için çekme testleri 2 mm/dk çekme hızında pozisyon kontrollü olarak yapılmıştır. (ASTM D 3039, 2005.). her bir malzemeden beş numune toplamda on numune için çekme testi uygulanmıştır. Aşağıda ki deneylerde çekme testi sonuçları karşılaştırmalı olarak verilmiştir.



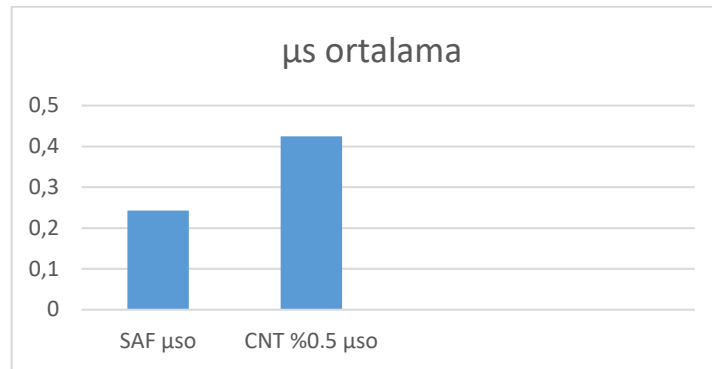
Grafik 1: Saf/ %0.5 CNT li Karbon/Kumaş Epoksi Nano Kompozit Çekme Test Karşılaştırması (Gerilme)

Grafik 1 de görüldüğü gibi saf ve %0.5 CNT takviyeli kompozitlerin her biri için yapılan ve tutarlı sonuçlar elde edilen beşer deneyinin ortalama gerilme değerleri karşılaştırılmıştır. %0.5 CNT içeren karbon kompozitin çekme dayanımının daha yüksek olduğu ve CNT takviyesinin mekanik özellik olan çekme dayanımını artırdığı gözlemlenmiştir.

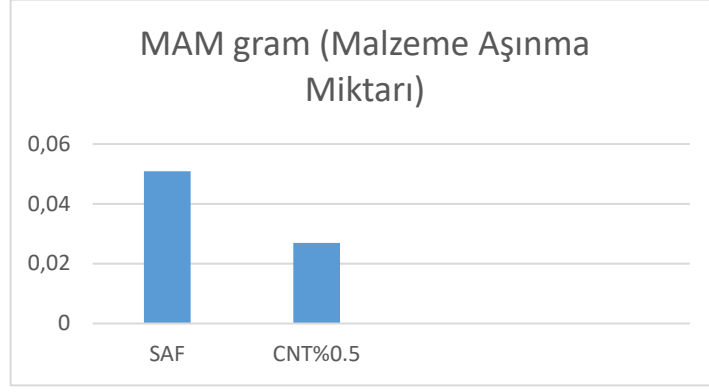
Bu çalışmada iki farklı malzemede sabit yük, hız ve yolda aşınma çalışmaları yapılmıştır ve çıktı değerleri olarak malzeme aşınma miktarı (MAM) ve sürtünme katsayıları (μs) elde edilmiştir. Literatür taramalarından elde edilen veriler ışığında Yük 20N, hız 2.25 m/s ve yolda 10000m olarak alınmıştır Grafik 2, Grafik 3 ve Grafik 4 sabit hız ve yük altında μs değerleri ve MAM karşılaştırmalı olarak verilmiştir.



Grafik 2: Saf ve %0.5 CNT li Karbon Kompozit Malzemenin 10000m Yol Boyunca Anlık μs Değerleri

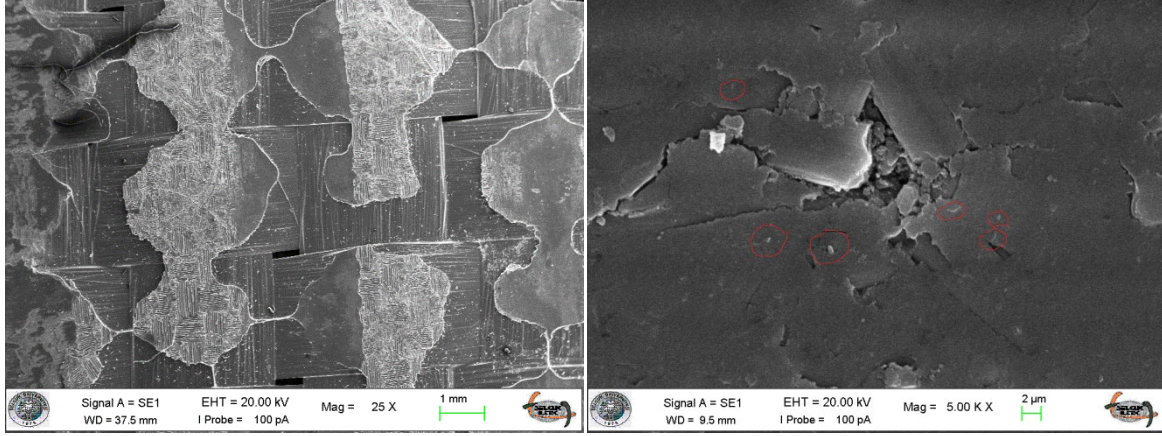


Grafik 3: Saf ve %0.5 CNT li Karbon Kompozit Malzemenin 10000m Yol Boyunca Ortalama μs Değerleri



Grafik 4: Saf ve %0.5 CNT li Karbon Kompozit Malzemenin 10000m Yol Boyunca MAM Değerleri

Grafik 2,3 ve 4 beraber incelendiğinde her ne kadar CNT takviyeli kompozit malzemede μs değeri fazla olsa da MAM miktarı az olmuştur. Bu paradigmayı sağlayan etki ise CNT takviyesinin aşınma sonucu yüzeyde oluşan ısıyı aşınma bölgesinden uzaklaştırması ve yüksek μs değerine rağmen malzemenin yüzeyde kalmasını sağladığı düşünülmüştür. Aşağıda yüzeyde oluşan aşınma etkilerinin SEM görüntüleri saf ve CNT takviyeli kompozitler için verilmiştir. (Resim 4) %0.5 CNT içeren Nano Kompozit sağ tarafta gösterilmiş ve içinde bulunan CNT ler daire içine alınmıştır.



Resim 4: Saf ve %0.5 CNT içeren Karbon Kompozit Malzeme SEM görüntüleri

Genel Sonuçlar

Karbon kompozit malzemeler nano partikül eklenmemiş hallerinde dahi diğer konvensiyonel malzemelere göre daha iyi mekanik özellikler göstermektedirler. Ancak içlerine farklı nano partiküller katıldığı zaman, saf haline göre daha iyi mekanik özellikler göstermektedirler. Karbon kompozit malzeme kullanımı her geçen gün yaygınlaşmaktadır ve günümüzde yüksek sürat ve/ veya ağır yük altında çalışan sistemlerde fren olarak kullanılmaya başlanmıştır. Bu sektörlerin başında süper otomobil, yüksek hız trenleri ve uçak frenleri başlıca sayılabilir. Bu çalışmada ürettiğimiz %0.5 CNT takviyeli karbon kompozit malzeme yüksek μs değeri ve düşük aşınma miktarı ile aşırı yük ve hız altında çalışan sistemlerde fren kampanası olarak kullanılabilir.

Literatür

1. Friedrich, K. (1986). Wear of Reinforced Polymers by Different Abrasive Counter Parts, Friction and Wear of Polymer Composites, 1st edn, 233–237, Elsevier, Amsterdam.
2. Kishore, Sampathkumaran, P. and Seetharamu, S. (1999). Dry Sliding Wear Behavior of Glass-epoxy Composite, Journal of Reinforced Plastics & Composites, 18(01): 55–62.
3. Zhang, S. W. (1998). State of the Art of Polymer Tribology, Tribology International, 31(1–3): 49–60.

4. Bijwe, J., Tewari, U. S. and Vasudevan, P. (1989). Friction and Wear Studies of Short Glass Fiber Reinforced Polyetherimide Composite, *Wear*, 132(2): 247–264.
5. Viswanath, B., Verma, A. P. and Kameswara Rao, C. V. S. (1992). Effect of Matrix Content on Strength and Wear of Woven Roving Glass Polymeric Composites, *Composite Science and Technology*, 44(1): 77–86
6. Kim MT, Rhee KY, Lee JH, Hui D, Lau AKT. Property enhancement of a carbon fiber/epoxy composite by using carbon nanotubes. *Composites Part B* 2011;42(5):1257–61.
- 7 Cui L-J, Geng H-Z, Wang W-Y, Chen L-T, Gao J. Functionalization of multi-wall carbon nanotubes to reduce the coefficient of the friction and improve the wear resistance of multi-wall carbon nanotube/epoxy composites. *Carbon* 2013;54:277–82.
- 8 Gong Q-M, Li Z, Zhang Z, Wu B, Zhou X, Huang Q-Z, et al. Tribological properties of carbon nanotube-doped carbon/carbon composites. *Tribol Int* 2006;39(9):937–44

Electrical Resistivity and Bending Rigidity Properties of Graphene Coated Fabrics

CELEN, Rumeysa¹, MANASOGLU, Gizem¹, ULCAI, Yusuf¹, KANIK, Mehmet¹
Bursa Uludag University
rumeysa@uludag.edu.tr

PURPOSE

The aim of the study is to investigate the electrical conductivity of fabrics coated with graphene nano-powder at different concentration rates. And it was aimed to determine the effect of coating on the bending rigidity of fabrics.

INTRODUCTION

Demand for electrically conductive textiles is increasing greatly in recent years⁸.

Electrically conductive fibers and textile surfaces are widely used for industrial materials, such as sensors, electrostatic discharge and electromagnetic interference shielding in clothing, and also in military applications⁵. Textiles can gain electrical conductivity with different methods such as using conductive polymers, conductive yarns or conductive coatings⁴.

Graphene is a nano material which is the subject of many application fields and whose usage area is expanding³.

In the literature, there are some studies about fiber, yarn and composite structures added graphene in electrical conductivity and electromagnetic shielding applications. Among the manufacturing processes, various coating techniques have been attractive due to simple in process and easy to handle. For example; Kim et al.⁶; Akşit et al.²; Adamhasan¹; Tao et al.⁷; used coating technology in their studies to develop electrically conductive textiles.

EXPERIMENTAL

Material

Pre-treated 100 % polyester plain weave fabrics were used in the study. Graphene powder which has 50-100 nm particle size was used as coating material. Binder, fixator, thickener and anti-foam agent were coating chemicals used in coating pastes.

Method

Fabrics were coated with graphene nano-powder at 50, 100 and 200 g/kg concentration rates according to knife over roll coating technique. Coating thickness was arranged as 0,5 mm. The coated fabrics were cured at 160°C for 3 minutes. Surface resistance measurements of coated fabrics were made according to ASTM D 257 standard with Keithley 8009 Resistivity Test Fixture. Bending rigidity of samples was measured with SDL Atlas Fabric Stiffness Tester according to TS 1409

standard. Three coated fabrics were chosen for each concentration rate.

EXPERIMENTAL RESULTS AND DISCUSSIONS

Table 1 shows that surface resistivity values decreased with the increasing of graphene concentration. The highest surface resistivity value ($2.53 \times 10^4 \Omega/\text{sq}$) was obtained at 200 g/kg graphene concentration rate.

Table 1. Surface resistivity test results of fabrics

Sample Code	Concentration (g/kg)	Surface Resistivity (Ω / sq)
R ₂	-	2.61×10^9
GR50	50	5.29×10^7
GR100	100	1.36×10^5
GR200	200	2.53×10^4

*R₂: Coated fabric which has not filler material (graphene)

Bending length, flexural rigidity and overall flexural rigidity were calculated according to related equations and their average results were given in Table II.

Bending length and flexural rigidity values were increased with increasing graphene concentration for both warp and weft directions.

Table 2. Bending length, flexural rigidity and overall flexural rigidity results of fabrics

Sample Code	Bending Length (cm)		Flexural Rigidity (mg.cm)		Overall Flexural Rigidity (mg.cm)
	Warp	Weft	Warp	Weft	
R ₁	1.59	1.58	67.93	66.66	67.29
GR 50	2.66	2.3	549.87	355.47	442.11
GR 100	2.88	2.66	774.34	610.1	687.33
GR 200	3.52	3.44	1644.25	1534.67	1588.51

*R₁: Raw fabric

CONCLUSIONS

This study describes nano graphene coated fabrics by knife over roll technique. According to reference fabric, surface resistivity values were decreased with graphene coating; thus electrical conductivity property of fabrics increased. Overall flexural rigidity

of fabrics increased with increasing graphene concentration as expected.

SUGGESTION FOR FURTHER WORK

Shielding effectiveness measurements, multi-layer coatings with different filler materials and some performance tests according to the potential using area will be performed in further works.

LITERATURE

1. Adamhasan, A.S. 2008. Examining conductivity characteristics and production of poliester/polyaniline and cotton/polyaniline composite fabrics. Master Thesis, University of Suleyman Demirel.
2. Aksit, A., Onar, N., Kayatekin, I., Ebeoglugil, M.F., Çelik, E., Özdemir, İ. 2007. "Electromagnetic shielding and conductivity properties of polyaniline and polypyrrole coated cotton fabric", *Journal of Textiles and Engineers*, 14 (67), 10-16.
3. Bedeloglu, A., Taş, M. 2016. "Graphene and its production methods", *Afyon Kocatepe University Journal of Science and Engineering*, 16, 544-554.
4. Kılıç, G., Ortlek, G.H and Saracoglu, G.O. 2007. "Electromagnetic pollution and textile barriers for protection from electromagnetic pollution", *Journal of Textiles and Engineers*, 14, 67.
5. Kim, B., Koncar, V., Devaux, E., Dufour, C., & Viallier, P. 2004. "Electrical and morphological properties of PP and PET conductive polymer fibers", *Synthetic Metals*, 146(2), 167-174.
6. Kim, H.K., Byun, S.W., Jeong, S.H., Hong, Y.K., Joo, J.S., Song, K., Park, Y.H., Lee, J.Y. 2002. "Environmental stability of EMI shielding PET fabric/polypyrrole composite", *Molecular Crystals and Liquid Crystals*, 377, 369-372.
7. Tao, X., Koncar, V., Dufour, C., Onar, N., Akşit, A. 2008. "Structural and electrical properties of PET nonwoven fabrics coated with pyrrole/aniline copolymers", *Journal of Textiles and Engineers*, 15 (72), 1-6.
8. Xue, P., Park, K. H., Tao, X. M., Chen, W., & Cheng, X. Y. 2007. "Electrically conductive yarns based on PVA/carbon nanotubes", *Composite Structures*, 78 (2), 271-277.

Developing and Characterization of PVDF-Based Electret Filter Media

ADEL AL RAI¹, ELENA STOJANOVSKA¹, EDA YETGIN¹, GIZEM FIDAN¹, ALI KILIC¹, SAFAK YILMAZ¹, ALI DEMIR¹

¹TEMAG LABS, ISTANBUL TECHNICAL UNIVERSITY
rai16@itu.edu.tr

PURPOSE

The aim of this study is developing electrostatically charged PVDF-based nanofibrous membrane and its application as electret filter media. For that purpose nanofibrous PVDF membrane was produced using electrically-assisted solution blow spinning technique.

INTRODUCTION

Particulate matter (PM) air pollution is the results of many factors, e.g. industry abnormal emissions, fossil and fuel-based transportation, and leads to around 800,000 premature deaths¹ each year for which high efficiency filter media research has been receiving great attention recently^{1,2,3}. One of the most promising filter media is fibrous membrane and especially nanofibrous membrane, a thin nano-porous layer made of interconnected nanofibers that possesses high surface area to volume ratio and high porosity, is capable of filtering micron and nano-aerosol^{4,5}. And an economical and important filtration filter feature is addition of electret filtration to the media which is the addition of electret characteristic to the realized membrane⁶.

Electrospinning technique has been realized as one of the most common method for nanofiber fabrication. Studies show the internal morphology and properties of the electrospun membrane easily can be controlled to meet the requirement of the end product^{7,8}. Nonetheless, electrospinning operates at low solution flow rate, basically low production rate, which hinders its shift into industry for large-scale purpose⁹. A new emerging facile technique, namely solution blow spinning, has been realized as a potential solution for the production issue of electrospinning with which the ease of controlling the internal morphology is still present¹⁰. In addition to, with the integration of high electric voltage to solution blow spinning, the span of the available parameters to control the morphology increases to facilitate wide range of properties¹¹.

Materialwise, Poly(vinylidene fluoride) (PVDF) has found its way into membrane base structure due to its outstanding properties, e.g. thermal, chemical, and mechanical stability and electrical property at which they come from its different crystal phases. One of the most widely studied PVDF crystalline is beta (β) phase due to its dominant electrical properties as electroactive crystal phase^{12,13}. With the enhancement

of this crystalline phase, the electret property of the PVDF-based membrane has been proven to be more active¹⁴.

Herein, PVDF-based nanofibrous membrane has been developed as electret filter media. For that purpose nanofibrous PVDF membrane was produced using electrically-assisted solution blow spinning technique. Surface morphology and crystalline phases of the membranes were characterized by Scanning Electron Microscope and XRD, while their filtration efficiency analyzed using filter test.

EXPERIMENTAL

Material

PVDF (761 Kaynar) was acquired from Arkema and dried before use. Dimethylformamide (Tekkim Kimya, 99.9%) and Acetone (VWR Chemicals, 100%) were used as solvents and were used as they were received.

Method

Parametric approach was adopted by varying solution concentration (12wt. %, 16 wt. %, and 20 wt. %) and electric voltage (0, 10, 20, and 30 kV). PVDF membranes were produced using electrically-assisted solution blow spinning developed by Areka Advanced Technologies.

EXPERIMENTAL RESULTS AND DISCUSSIONS

Surface morphology results show (Figure 1) average fiber diameters are more or less the same for 12% concentration at different electric voltage, 405 ± 229 , 358 ± 222 , 369 ± 151 , 359 ± 221 nm at 0, 10, 20, and 30 kV, respectively. Moreover, at 16% concentration average fiber diameter shows differences between solution blown and electrically-assisted solution blown membranes, 727 ± 366 , 479 ± 185 , 470 ± 218 , 408 ± 143 nm at 0, 10, 20, and 30 kV, respectively. On the other hand, 20% concentration produced may defects (images are not included here for lack of space).

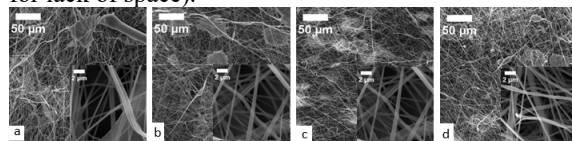


Figure 1. Scanning electron microscope results of 12% as-spun membrane at different electric voltage

(a) 0 kV, (b) 10 kV, (c) 20 kV, and (d) 30 kV. (Note: due to lack of space some of the images are missing and shall be presented during the conference day)

Filtration efficiency results reveal (Figure 2) that there is a clear linear relationship between filtration efficiency and electric voltage at which the samples were produced. The higher the electric voltage the higher the filtration efficiency and consequently the higher the corresponding pressure drop.

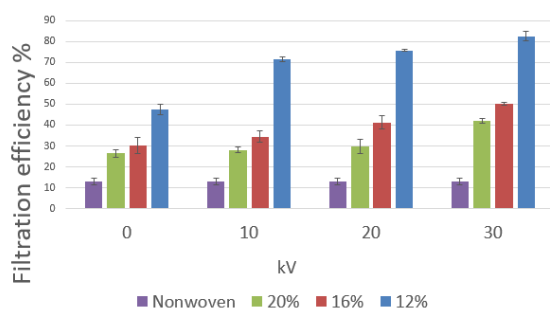


Figure 2. Filtration efficiency at different electric voltage values

Charges elimination reflect the true electret property of the produced nanofibrous membrane (results shall be presented on the conference day).

CONCLUSIONS

It is reasonably to conclude that the higher the solution concentration the larger the average fiber diameter. On the other hand, the highest electric voltage for different concentration has higher filtration efficiency. In addition to, electric voltage seems to enhance the morphology.

SUGGESTIONF FOR FURTHER WORK

Further investigation is required to provide a better explanation for the enhancement of filtration efficiency and on charges stability for long period of time.

ACKNOWLEDGEMENTS/SOURCES OF FUNDING

This project is supported by Tubitak.

LITERATURE

1. He, M., Ichinose, T., Kobayashi, M., Arashidani, K., Yoshida, S., Nishikawa, M., Takano, H., Sun, G. and Shibamoto, T. 2016. "Differences in allergic inflammatory responses between urban PM2.5 and fine particle derived from desert-dust in murine lungs" *Toxicology and Applied Pharmacology*, 297, pp.41-55.
2. Anderson, J., Thundiyil, J. and Stolbach, A. 2011. "Clearing the Air: A Review of the Effects of Particulate

Matter Air Pollution on Human Health" *Journal of Medical Toxicology*, 8(2), pp.166-175.

3. Sun, Q. and Leung, W. 2019. "Charged PVDF multi-layer filters with enhanced filtration performance for filtering nano-aerosols" *Separation and Purification Technology*, 212, pp.854-876.
4. Angulakshmi, N. and Stephan, A. 2014. "Electrospun Trilayer Polymeric Membranes as Separator for Lithium-ion Batteries". *Electrochimica Acta*, 127, pp.167-172.
5. Vincent, J. (1995)". Air filtration: An integrated approach to the theory and applications of fibrous filters. *Journal of Aerosol Science*, 26(1), p.171.
6. Ali Kilic, Stephen Russel, Eunyoung Shim 2017. The charging and stability of electret filters. Elsevier Ltd. *Fibrous Filter Media*.
7. Kilic, A., Oruc, F. and Demir, A. (2008). Effects of Polarity on Electrospinning Process. *Textile Research Journal*, 78(6), pp.532-539.
8. Park, J., Lee, I. and Bea, G. (2008). Optimization of the electrospinning conditions for preparation of nanofibers from polyvinylacetate (PVAc) in ethanol solvent. *Journal of Industrial and Engineering Chemistry*, 14(6), pp.707-713.
9. Xia, M., Liu, Q., Zhou, Z., Tao, Y., Li, M., Liu, K., Wu, Z. and Wang, D. (2014). A novel hierarchically structured and highly hydrophilic poly(vinyl alcohol-co-ethylene)/poly(ethylene terephthalate) nanoporous membrane for lithium-ion battery separator. *Journal of Power Sources*, 266, pp.29-35.
10. Polat, Y., Pampal, E., Stojanovska, E., Simsek, R., Hassanin, A., Kilic, A., Demir, A. and Yilmaz, S. 2015. "Solution blowing of thermoplastic polyurethane nanofibers: A facile method to produce flexible porous materials" *Journal of Applied Polymer Science*, 133(9), p.9.
11. Lin, Y., Yao, Y., Yang, X., Shen, L., Li, L. and Wu, D. 2009. "Effect of gas flow rate on crystal structures of electrospun and gas-jet/electrospun poly(vinylidene fluoride) fibers" *Chinese journal of polymer science*, 27(04), p.511.
12. Oshima, K., Evans-Strickfaden, T., Highsmith, A. and Ades, E. 1996. "The Use of a Microporous Polyvinylidene Fluoride (PVDF) Membrane Filter to Separate Contaminating Viral Particles from Biologically Important Proteins" *Biologicals*, 24(2), pp.137-145.
13. Ma, W., Zhang, J., Chen, S. and Wang, X. 2008. "β-Phase of poly(vinylidene fluoride) formation in poly(vinylidene fluoride)/poly(methyl methacrylate) blend from solutions" *Applied Surface Science*, 254(17), pp.5635-5642.
14. Lolla, D., Lolla, M., Abutaleb, A., Shin, H., Reneker, D. and Chase, G. 2016. "Fabrication, Polarization of Electrospun Polyvinylidene Fluoride Electret Fibers and Effect on Capturing Nanoscale Solid Aerosol" *Materials*, 9(8), p.671.

Medikal Uyku Tekstillerinde Kullanılmak Üzere Lavanta Yağı Kontrollü Salımı Yapan Aromaterapi Etkili Mikrokapsüller

ÖZSEVİNÇ, Ali¹, ALKAN, Cemil²

¹Gaziosmanpaşa Üniversitesi, Tekstil Programı, Taşlıçiftlik Kampüsü, 60240 Tokat

²Gaziosmanpaşa Üniversitesi, Kimya Bölümü, Taşlıçiftlik Kampüsü, 60240 Tokat

ali.ozsevinc@gop.edu.tr

AMAÇLAR

Esansiyel yağların aromaterapi etkisi ile birçok hastalığın semptomlarını azalttığı yapılan çalışmalar ile ispatlanmıştır. Çalışma kapsamında lavanta yağı kontrollü salımı yapan, polüretan temelli mikrokapsüller üretilerek karakterizasyonları yapılmıştır. Medikal uyku tekstillerinde kullanılarak, katma değeri yüksek tekstiller için aromaterapi etkili mikrokapsüller elde edilmesi amaçlanmıştır.

GİRİŞ

Aromaterapi; bitkisel kaynaklardan elde edilen esansiyel yağların iyileştirici etkilerinden faydalanarak zihinsel, bedensel ve ruhsal rahatlatma olarak tanımlanmaktadır. Aromaterapide 50'den fazla bitkiden yararlanılır. Lavanta, portakal, gül, sardunya, çay ağacı, yasemin, sandal ağacı, okaliptüs yağı en yaygın kullanılan aromatik bitkilerdir.¹ Esansiyel yağlar solunum, masaj veya oral yoldan kullanılabilir. Lavanta yağının faydaları üzerine çalışmaları incelediğimizde lavanta yağında bulunan linalol ve linalyl asetatın narkotik ve yatıştırıcı etkisi olduğu görülmektedir.² Gednay ve arkadaşları 5 damla lavanta yağının pamuklu gazlı beze uygulayarak hastaların yanına koymuşlar ve kısa süre içerisinde solunum yoluyla uyku kalitesinin arttığını tesbit etmişlerdir.³ Ayrıca Peng ve arkadaşları lavanta yağından salınan asetikolinin uykuya geçişte rahatlatıcı etkisini tesbit etmişlerdir.⁴

Mikrokapsülasyon teknolojisi sayesinde tekstil sanayinde katma değeri yüksek fonksiyonel tekstiller üretilmektedir. Kokulu tekstil ürünlerinin popülaritesi gün geçtikçe artmaktadır, fakat bu tip ürünler firmaların patentli ürünleri oldukları için üretim teknolojileri bilinmemektedir. Koku maddeleri uçucu özelliklerinden dolayı tekstil malzemelerine direkt uygulanamaz ve uygulansalar bile etki süreleri çok kısa olur.⁵ Bu yüzden mikrokapsülasyon sayesinde polimerik bir kabuk ile koku maddesi kaplanarak tekstilde kullanılabilir hale getirilir. Dış kabuk polimerinin özellikleri koku salım hızını belirleyen en önemli parametredir. Örneğin etil selüloz bazı kapsüller mekanik etki ile çok çabuk kırılabilir ve ortama koku salar.⁶

Çalışma kapsamında medikal ve uyku tekstillerinde kullanılmak üzere lavanta kokusu salım özelliği ile

aromaterapi etkisi gösteren mikrokapsüller, arayüzey polimerizasyonu ile poliüretan bir kabuk ile kaplanarak elde edilmiştir. Lavanta yağı, metilenbisfenol diizosiyanat-propilen glikol etkileşimi ile kapsüllenmiştir. Fourier transform infrared (FTIR), Parçacık büyüklüğü analizi, Polarize optik mikroskop (POM), Taramalı elektron mikroskop (SEM) görüntüleri ve düzenli ağırlık takibi ile de kontrollü salım özellikleri belirlenmiştir.

DENEYSEL

Malzeme

Metilenbisfenol diizosiyanat (MBFDI), Propilen glikol (PG), Polivinil alkol (Moviol 3-96), Sigma Aldrich, Dibütildilaurat (DBDTL), Merck ve Lavanta uçucu yağı, Tokat ilinde doğal olarak yetiştirilen lavanta çiçeğinden elde edilerek (Kocaturk eczanesi) çalışmada kullanılmıştır.

Yöntem

Mikrokapsül üretimi 70 C' sabit sıcaklıkta, 200 dev/dk, 2 saat mekanik karıştırıcı ile karıştırılarak cam reaktörde gerçekleştirilmiştir. Tablo 1' yağ ve su fazları için kullanılan kimyasallar ve miktarları gösterilmiştir. Üretilen mikrokapsüller süzülüp %30'luk etanol ile yıkanarak oda sıcaklığında kurutulmuşlardır.

Tablo 1. Mikrokapsül üretimi için kullanılan kimyasallar ve miktarları

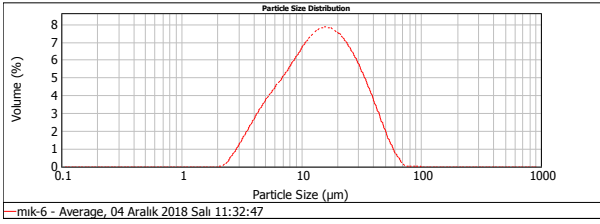
Faz	Koku (mL)	Su (mL)	İzosiyanat (mL)	PVA (gr)	PG (mL)	DBDTL (mL)
Yağ	20		7,5 MBFDI			
Su ₁		120		2		
Su ₂		60			2,58	0,5

DENEYSEL SONUÇLAR/TARTIŞMA

Parçacık Büyüklüğü Sonucu : Parçacık boyutu ölçümü öncesinde mikrokapsüller su ve yüzey aktif madde (Triton- X 100, 2-3 damla) ile homejenizatör ile 10000 dev/dk hızda 15 dk karıştırılmış ve homojen mikrokapsül dispersiyonu elde edilmesi amaçlanmıştır. Parçacık büyüklüğü analizleri Malvern MS 200E marka parçacık ölçer ile belirlenmiştir.

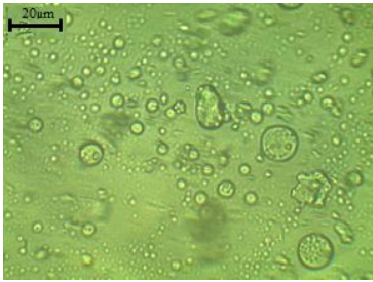
Ortalama parçacık büyüklüğü 14,45 µm olarak bulunmuş olup, mikrokapsüllerin parçacık boyutu 5,14

μm ile 35,20 μm arasında değişmektedir. Parçacık büyüklüğü dağılımı Şekil 1’ de gösterilmiştir.



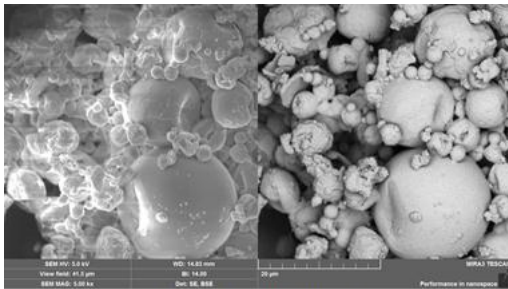
Şekil 1. Parçacık büyüklüğü sonucu.

Optik Mikroskop Görüntüleri (POM) : Üretilen mikrokapsüller Leica marka optik mikroskop altında 1200 kat büyütülerek yapı ve dağılımları incelenerek Şekil 2’de gösterilmiştir.

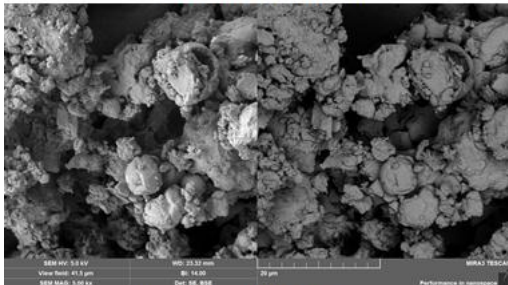


Şekil 2. Polarize optik mikroskop görüntüsü.

SEM Görüntüleri: Üretilen kapsüller farklı büyütme oranlarında, FE-SEM, MIRA III, TESCAN marka cihazda kontrollü salım önce ve sonrasında görüntüleri alınarak kapsül şekil, kabuk yapısı ve kırılma durumları incelenerek Şekil 3’de gösterilmiştir.



Kontrollü salım öncesi

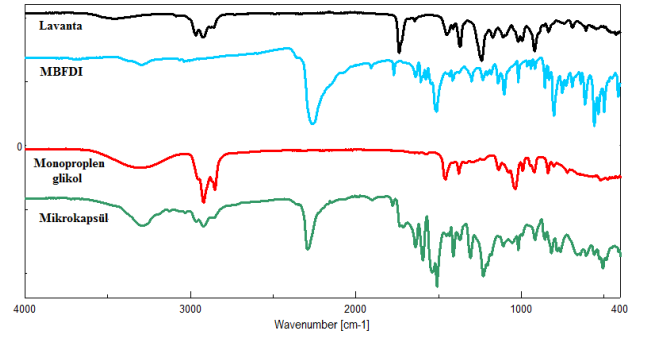


Kontrollü salım sonrası

Şekil 3. Kontrol salım önce ve sonrasında SEM görüntüleri.

SEM görüntülerine göre, mikrokapsüller POM görüntülerine ve parçacık büyüklüğü dağılımına paralel olarak 10-20 μm arasında oldukları tespit edilmiştir.

FTIR Sonucu: FTIR spektroskopisi ile kimyasal yapı analizinde mikrokapsüller, mikrokapsül üretiminde kullanılan duvar ve çekirdek maddelere ait spektrumlar incelenmiş ve mikrokapsül yapısında koku ve duvar polimerinin mevcut olup olmadığı araştırılmıştır. Aynı zamanda salım önce ve sonrasında FTIR alınarak koku maddesinin polimer duvarından salım yapıp yapmadığı araştırılmıştır.



Şekil.4 FTIR analiz sonucu.

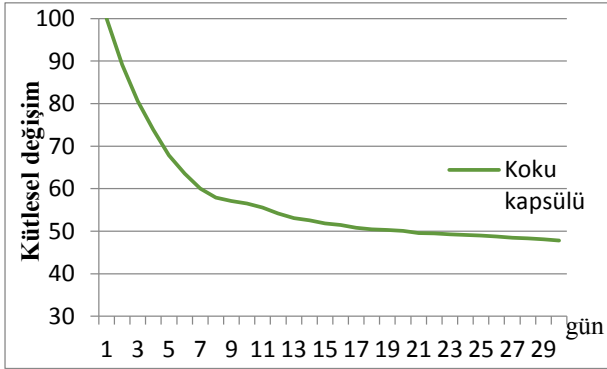
Şekil. 4’ de gösterilen FTIR spektrumlarına göre mikrokapsülün yapısında bulunan $-\text{NH}$, $-\text{CH}$, $-\text{CH}_2$, $\text{C}=\text{O}$, $-\text{CN}$ ve $-\text{C}-\text{O}-\text{C}$ piklerinden lavanta kokusunun poliüretan bir kabuk ile kaplanarak üretildiği anlaşılmaktadır. Tablo 2.’de mikrokapsülün yapısında bulunan kimyasal gruplar gösterilmiştir.

Tablo 2. Mikrokapsül yapısında bulunan kimyasal grup, pik cinsi ve dalga numaraları

Dalga Numarası (cm^{-1})	Pik cinsi
3290	$-\text{NH}$ gerilme piki
2966	$-\text{CH}$ asimetrik gerilme($-\text{CH}_3$)
2920	CH asimetrik gerilme($-\text{CH}_2$)
2854	$-\text{CH}$ simetrik gerilme ($-\text{CH}_2$)
2290	$-\text{N}-\text{C}-\text{O}$ serbest izosiyanat
1770	$\text{C}=\text{O}$ gerilme
1640	$-\text{NH}$ gerilme, $-\text{CN}$ gerilme
1536	$-\text{NH}$ bükülme, $-\text{CN}$ gerime
1106	$-\text{C}-\text{O}-\text{C}$ eter gerilme

Kontrollü Salım Sonucu: Üretilen koku kapsülü petri kabına konularak hassas teraziye 24 saatte bir 30 gün boyunca ağırlık ölçümü yapılmış ve koku maddesinin kapsül duvarından uzaklaşarak ortama koku salması ağırlık kaybı ile araştırılmıştır. Ayrıca 10 günde bir mikrokapsüllere mekanik etki uygulanarak kırılma durumlarında, salım hızı etkisi değerlendirilmiştir.

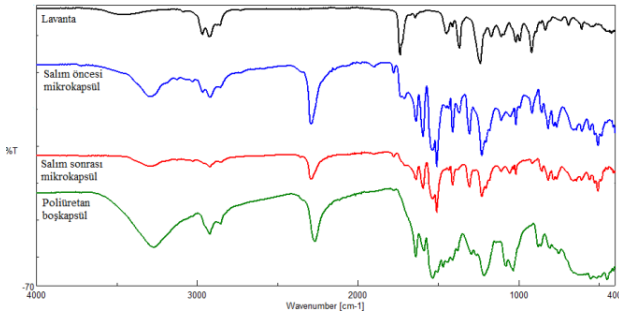
Üretilen kapsüllere ait 30 gün boyunca ağırlık tartım sonuçlarının yüzdesel değişimi Şekil 5’de gösterilmiştir.



Şekil 5. Kontrollü salımın kütle değişimi.

Koku kapsülleri 30 gün boyunca düzenli olarak koku salımı yaparak ağırlığının yaklaşık % 50’sini kaybettiği görülmektedir.

Ayrıca Şekil.6’da gösterilen kontrollü salım önce ve sonrasında alınan FTIR spektrumlarına göre lavanta kokusundan gelen 1740 cm^{-1} $-\text{C}=\text{O}$, 1372 cm^{-1} $-\text{C}-\text{O}$ ve 916 cm^{-1} dalga boyundaki pikler salım sonrasında azalarak ve kaybolarak lavanta kokusunun kontrollü salım ile kapsüllerden uzaklaştığını göstermektedir.



Şekil 6. Kontrollü salım önce ve sonrası kapsüllerinin, lavanta ve boş poliüretan kapsülün FTIR grafikleri.

GENEL SONUÇLAR

Lavanta koku maddesini MBFDI-PG etkileşimi ile poliüretan kabuk ile kapsülleyerek medikal uyku tekstillerinde kullanılmak üzere aromaterapi etkili mikro boyutta kapsül üretimi gerçekleştirilmiştir. Kapsüllerden zamana bağlı olarak kontrollü salım ile koku maddesinin kapsülden uzaklaşarak ortama koku verdiği görülmüştür. Üretilen aromaterapi etkisine sahip lavanta yağı içeren kapsüller, tekstil malzemelerine emdirme yöntemleri ile aplik edilebilir ve çapraz bağlayıcılar ile yıkama dayanımı artırılabilir. Özellikle yatalak, ağrı ve uyku sorunu çeken hastaların yastık örtüsü, nevresim takımlarında kullanılabilirliği düşünülmektedir.

KAYNAKLAR

- [1] Tolasa, A.G. Akyol, A. 2017. “Use of Aromaterapy in Dialysis Patients”, Türk Nefroloji, Diyaliz ve Transplantasyon Hemşireleri Derneği Nefroloji Hemşireliği Dergisi 2 (12)
- [2] Fayazi S, Babashahi M, Rezaei M. 2011. “The effect of inhalation aromatherapy on anxiety level of patients in preoperative period”, Iranian Journal of Nursing and Midwifery Research;16:278–283
- [3] Gedney JJ, Glover LT, Fillingim BR. 2004. “Sensory and affective pain discrimination after inhalation of essential oils”, Psychosomatic Medicine;66: 599–606
- [4] Peng SM, Koo M, Yu ZR. 2009. “Effects of music and essential oil inhalation on cardiac autonomic balance in healthy individuals”, The Journal of Alternative and Complementary Medicine;15:53–57.
- [5] Rodrigues, S.N. Fernandes, I. Martins, I.M. Mata, V.G. Barreiro, F. Rodrigues, A. E. 2008. “Microencapsulation of Limonene for Textile Application”, Industrial & Engineering Chemistry Research, 47, 4142–4147.
- [6] Hong, K., Park, S., 1998. “Preparation of polyurethane microcapsules with different soft segment and their characteristics”, Reactive & Functional Polymers, 42, 193-200

ANTIBACTERIAL POLYVINYL CHLORIDE (PVC) NANOFIBERS CONTAINING N-HALAMINES

ÇOBANOĞLU, Batuhan¹, PARIN, Fatma Nur¹, YILDIRIM, Kenan¹

¹Bursa Technical University, Faculty of Engineering and Natural Sciences,
Department of Fiber and Polymer Engineering, Bursa, Turkey
kenan.yildirim@btu.edu.tr

AIM

The aim of this study was to develop PVC surface with antibacterial and fibrous structure. In this context, antibacterial activity and molecular composition of PVC nanofibers were investigated. As a result, it is considered that antibacterial agent used in PVC based nanofibers is suitable and these structures can be used in hospital equipment, toilet seat cover and surface coatings for intensive care units.

INTRODUCTION

Millions of people have died and still being suffering because of the hospital infections. In order to reduce diseases caused by pathogens and consecutive deaths, antibacterial agents should be used in polymeric materials in hospital equipment. Today, antibacterial materials find potential usage, especially in medical and pharmaceutical applications. Many antimicrobial agents, such as antibiotics, silver ions, quaternary ammonium compounds, N-halamines, and other biocidal agents, such as triclosan and chitosan have been applied to textile materials by various chemical and physicochemical processing methods to protect the substrates from chemical and biological activities.¹ Antimicrobial compounds have two types according to their effect on microorganisms through diffusion and direct contact.² Quaternary ammonium salts, chitosan, N-halamines have effects on them via contact.

N-halamine compounds have exhibited superior activity against Gram-positive and Gram-negative bacteria, fungi, protozoa, and viruses.³⁻⁷ Thanks to two excellent properties of N-halamines provide durability and be rechargeable. In the 1990s, N-halamine antimicrobial polymers were used in potable water disinfection and antimicrobial textile applications.⁸

There are large number of studies about various coated polymer surface such as cellulose, nylon, cotton with N-halamines in the literature.⁹⁻¹⁰ However, there is only one experimental study about PVC N-halamine extrusion.¹¹ But the research about electrospun N-halamine loaded PVC are limited. This research represents novel subject in the literature. In this study, we have proved that we can have antibacterial effect in pH 5.

EXPERIMENTAL

Materials

In this study, the chemicals polyvinyl chloride (PVC), Triton-x 100, ethanol (CH₂OH), Potassium iodine (KI), hydrochloric acid (HCl), N,N-Dimethyl formamide (DMF), Tetrahydrofuran (THF), Sodium Thiosulfate pentahydrate (Na₂S₂O₃·5H₂O) and sodium hypo chloride (NaClO) were purchased from Sigma Aldrich ® Chemical Company.

Method

This study was carried out in two stages with the synthesis of antibacterial agent and the addition of this agent to the electrospinning process to obtain antibacterial nanofibers.

Synthesis of Antibacterial Agent

50 mmol of 2,2,4,4-tetramethyl-4-piperidone, 100 mmol of potassium cyanate (KCN) and 300 mmol of ammonium carbonate ((NH₄)CO₃) were added in 100 ml ethanol and 100 ml distilled water and mixed for 48 hours in room temperature. After 48 hours, solution was filtered and TTDD was obtained. Then, TTDD was washed with hot water and to dry TTDD it was carried out vacuum for 24 hours in ambient condition.

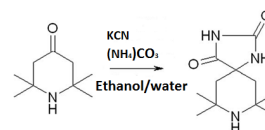


Figure 1.Synthesis of TTDD.

Chlorination

The obtained dry TTDD was put at pH 7 with 6 M HCl in 30% sodium hypochlorite solution and the solution was treated with HCl in magnetic stirrer for 1 hour and fixed at pH 7 in room temperature. Afterwards, TTDD was filtered again and washed with distilled water. This agent was dried in oven at 50 °C finally.

Electrospinning Process

Antibacterial agent loaded concentration of 15% PVC solution where prepared by dissolving TTDD at 3% based on the weight of PVC granules,

respectively, in DMF/THF. Until a homogenous solution was mixed and then electrospun.

Rechlorination and Titration

The antibacterial PVC nanofiber was immersed in a 30% commercial aqueous sodium hypochlorite (NaOCl) solution at pH 5 at room temperature. Triton-X was dropped in solution. After, the chlorinated PVC samples was washed with distilled water and dried at 50 °C for 1 h to remove free chlorine from the surface of the PVC nanofiber. The loaded chlorine on the nanofiber was determined by the iodometric/thiosulfate titration method.^{1,12}

EXPERIMENTAL RESULTS/DISCUSSION

The chemical structure of the antibacterial nanofibers characterized by FT-IR analysis to determine whether TTDD is involved in PVC based nanofibers. The effect of TTDD agent is clearly observed in IR spectrums of the nanofiber with different amounts of TTDD. The characteristic peaks of PVC were observed at 681 cm⁻¹ and 604 cm⁻¹. They were found in both pure PVC and PVC nanofiber containing amount of 3% TTDD. However, it is obvious that peak intensity of the PVC nanofibers with TTDD agent decreased in Figure 2. The characteristic peaks of TTDD agent were observed at 3400 cm⁻¹ (OH of X), 2853 cm⁻¹ (CH₃ of X), 1720 cm⁻¹ (C=O of ester), 1775 cm⁻¹ (imide group) as shown in Figure 2. In Figure 3, As TTDD ratio increases, the intensity of peaks at 681 cm⁻¹ and 604 cm⁻¹, which is the characteristic peak of PVC decreased and increase of imide and C=O peak intensities from TTDD was seen.

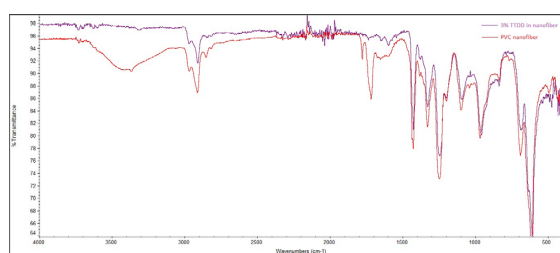


Figure 2: FTIR spectra of pure PVC nanofiber and 3% antibacterial agent in PVC nanofiber.

Quantitative antibacterial tests were performed on the pure PVC nanofiber sample and it showed that this sample did not have antibacterial activity against *Staphylococcus aureus* (ATCC™ 6538) in Table 1. When the PVC nanofiber treated with 3% TTDD at 6 hours with 40% ACE solution, it was found that this sample has a weak antibacterial activity against the bacteria *Staphylococcus aureus* (ATCC™ 6538) as shown in Table 1. As a result of the tests, nanofiber structures containing 3% TTDD

has strong antibacterial effect both on *Escherichia coli* (ATCC™ 25922) and *S. aureus*.

Table 1. Growth value of PVC nanofiber containing 3% TTDD sample according to the ATTC standards.

	Contact time	Average value (cfu) (log cfu)		Growth Value
<i>Staphylococcus aureus</i> (ATCC 6538)		4,27*10 ⁹		-7,84 (%)
	3 hour	4,27*10 ⁹	9,63	-0,04
		0,00*10 ⁰		-100 (%)
	24 hour	0,00*10 ⁰	0,00	-9,67
<i>Escherichia coli</i> (ATCC 35218)		3,22*10 ³		-99,44 (%)
	24 hour	3,22*10 ³	3,51	-2,25

CONCLUSION

In this study, antibacterial N-halamine TTDD was added to PVC and nanoweb surfaces were obtained. In the FT-IR analysis of the obtained materials, both PVC and TTDD peaks were carried out and so this shows that the PVC nanoweb with the addition of TTDD was obtained successfully.

Nanoweb structure was formed with adding of TTDD into PVC solution and the nanoweb structure are antibacterial. It was chlorinated to keep its antibacterial property, and the amount of chlorine was obtained by titration due to the existence of TTDD was also.

FUTURE WORK

It will be investigated titration of PVC nanofibers with antibacterial agent TTDD in different media such as at pH 7 (neutral) and pH 12 (alkaline), respectively.

THANKS

We would like to thank to Mehmet Orhan who carried out antibacterial test of all nanofiber samples.

REFERENCES

- Ren, X., Kou, L., Kocer, H. B., Zhu, C., Worley, S.D., Broughton, R.M., Huang, T.S. 2008. "Antimicrobial coating of an N-halamine biocidal monomer on cotton fibers via micellar polymerization". *Colloids and Surfaces A: Physicochem. Eng. Aspects* 317, 711–716.
- Valgas, C., Souza, S. M., Smânia, E., Smânia, A. 2007. "Screening Methods To Determine Antibacterial Activity of Natural Products". *Brazilian Journal of Microbiology*, 38:369-380.

3. Chylinska, M., Kaczmarek, H., Burkowska, A., Walczak, M. 2015. "Novel biocidal N-halamine plastic based on poly(vinylchloride): Preparation and characteristics". *Journal of Industrial and Engineering Chemistry*.
4. Kocer, H.B., Worley, S.D., Broughton, R.M., Huang, T.S. 2011. "A novel N-halamine acrylamide monomer and its copolymers for antimicrobial coatings". *Reactive&Functional Polymers* 71, 561–568.
5. Cerkez, I., Kocer, H.B., Worley, S.D., Broughton R.M., Huang, T.S. 2011. "Multifunctional Cotton Fabric: Antimicrobial and Durable Press" *Journal of Applied Polymer Science*, Vol. 124, 4230–4238.
6. Cerkez, I., Kocer, Hasan B., Worley, S.D., Broughton, R.M., Huang, T.S. 2012. "N-halamine copolymers for biocidal coatings" *Reactive&Functional Polymers* 72, 673–679.
7. Chen, Z., Sun, Y.Y. 2005. "N-chloro-hindered amines as multifunctional polymer additives". *Macromolecules*, 38, 8116–8119.
8. Kocer, H.B., Akdag, Akin, Worley, S.D., Acevedo, O., Broughton, R.M., Wu, Y. 2010. "Mechanism of Photolytic Decomposition of N-Halamine Antimicrobial Siloxane Coatings". *Applied Materials and Interfaces*, 2 (8), 2456–2464.
9. Makal, U., Wood, L., Ohman, D. E., & Wynne, K. J. 2006. "Polyurethane biocidal polymeric surface modifiers". *Biomaterials*, 27, 1316–1326.
10. Chen, Y., Worley, S.D., Huang, T.S., Weese, J., Kim, J., Wei, C.I., Williams, J.F. 2004. "Biocidal polystyrene beads. III. Comparison of N-halamine and quat functional groups" *J. Appl. Polym. Sci.* 92, 363.
11. Chylinska, M., Kaczmarek, H., Burkowska, A., Walczak, M. 2015. "Novel Biocidal N-halamine Plastic Based on Poly(vinyl chloride) Preparation and Characteristics." *Journal of Industrial and Engineering Chemistry*, 28, 124-130.
12. *Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater*, 16th ed., American Public Health Association, 1985, p. 298.

Structural Health Monitoring Systems Using Polymeric Optical Fiber

Hamouda, Tamer^{1,2} Seyam, Abdel-Fattah M² Peters, Kara²

¹ Textile Research Division, National Research Centre, Dokki, Cairo 12622, Egypt

² North Carolina State University, Raleigh, NC 27695, USA

tehamoud@ncsu.edu

PURPOSE

Structures such as aircrafts, bridges, buildings and other structures in needs for a monitoring system that can detect cracks and damages that may lead to a sudden failure to the structure. Since all these structure deals directly with people, there is a strong need for a reliable structural health monitoring system (SHM) that can detect and locate the internal and unseen damages. Health monitoring system may be attached to the structure surface and/or embedded into the structures. In this research, Polymer optic fibers (POF) were embedded into 3D woven preform during the weaving process. Composite materials were fabricated using epoxy and vinylester resin. Several investigations were carried out on this study; effect of resin on POF sensing efficiency and also the effect of embedding POF on mechanical properties of composite materials. In addition, the ability and sensing efficiency of embedded POF under bending and impact test were evaluated. Results showed that resin type has a significant effect on optical fiber integrity. Results also revealed that embedded optical fibers has no negative effect on composite structure integrity. Effect of weaving process and resin infusion process can be monitored using embedded optical fiber, which can be utilized to ensure the high performance of the final produced composite structure.

INTRODUCTION

Engineered infrastructure such as dams, bridges, skyscrapers, and airports are heavy, expensive and need to be maintained from time to time. Nevertheless, any construction has a lifetime which mainly depends it is location and the surrounding atmosphere such as earthquakes, tornadoes, etc.¹. Thus, structural health monitoring systems (SHM) are must in order to detect any changes that may occurred to the structure, which present an indication to the damage and/or structural failure²⁻³. SHMs include sensing object whether electrical or optical sensors, data collecting unit, and data analysis systems⁴. Sudden structure failure may happen due to the growth of undetected hidden and unnoticeable damage. Thus, reliable SHM system that able to detect the internal failure and locate the failure location is desired⁵.

Advantages of textile composites such as light weigh,

high strength to weigh ration have led to the utilization of composite in many applications such as aircrafts, automobile, military, wind turbine blade⁶. In addition, three dimensional woven preforms used in composite materials permit optical fiber sensors to be integrated into 3D woven preform during the weaving manufacturing process⁷. Nonwoven preform, stack of 2D woven, and 3D woven preform are different technologies that is used to create 3D textile structures. 3D orthogonal woven preforms are known for their higher resistance to crack propagation, eliminate delamination, faster in resin transfer, and higher fiber volume fraction⁸⁻¹⁰. Composites' manufacturing parameters, internal strain, Impact damage and bending during the composite manufacturing process can be monitored using embedded optics sensors into textile structures¹¹⁻¹³.

Polymeric optical fiber (POF) sensors carry many advantageous such as high numerical aperture, flexibility and easy to handle, inexpensive, easy to splice and cleave, do not require protective layer, and can handle high tensile strain and high fracture toughness¹⁴. Optical Time Domain Reflectometer (OTDR) is used to measure optical fiber transmission signal losses, determine the defects' location, and also measure optical fiber length¹⁵. In this research OTDR is also used to monitor optical fibers signals during the woven preform fabrication, composite fabrication, under mechanical tests¹⁶. POF sensors were embedded into 3D orthogonal preform during the preform fabrication.

EXPERIMENTAL

Material

Polymeric Optical Fiber (POF)

The used POF selected was low attenuation, IR-transparent with a high bandwidth graded index (GI). POF specifications are; core diameter of 62.5 μm , and cladding diameter of 750 μm . POF core and cladding are made of perfluorinated polymer (PF) (Polyperfluoro-butenyvinylether). The refractive index of the core and cladding were 1.357 and 1.342, respectively.

3D Orthogonal Woven Preforms

3D orthogonal woven preform were made of E-glass

fiber, supplied by PPG Industries. Three different linear densities of E-glass fiber were acquired for the weft (x-yarn), warp (y-yarn), and through thickness (z-yarns). The linear densities of the used E-glass fibers are 735 (g/km or tex) for the x-yarn , 2275 (g/km or tex) for the y-yarn, and 276 (g/km or tex) for the z-yarn, respectively. Figure 1 shows 3D orthogonal woven preform with x-, y-, and z-yarns identification.

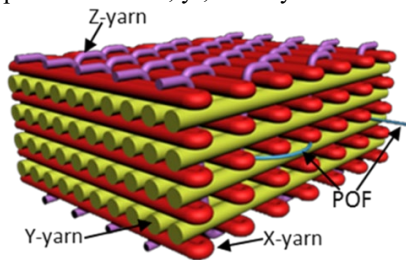


Figure 1. 3D orthogonal woven preform (Y-yarn (yellow), x-yarn (red), z-yarn (purple), and POF (blue))¹⁷⁻¹⁸

Resin System

The resin used is a two-part system consisted of Epoxy 2000 and Hardener 2120 acquired from Fibre Glast Developments Corporation. This system has a pot life and curing time of 2 hours and 12 hours, respectively, at room temperature (about 21° C). Mixing ratio of resin: hardener was 3:1 by volume. This resin system did not have any negative effect on POF signal integrity. Details on our research method and findings on the determination of the compatibility of resin system and POF to reveal whether the resin causes entire loss of the dynamic range can be found elsewhere¹³. POF with significant loss in dynamic range as a result of resin treatment would be disqualified as sensor¹⁷.

Experimental Design

Table 1 depicts experimental design of prepared 3D orthogonal woven composite for bending and impact tests. Three variables namely number of y-yarn layers (2, 3, and 4 layers), Two x-yarn density/layer were used (1.57, 4.72 Wefts/cm/layer), and increment bending load of 5 levels that differ in value depending on sample thickness or number of layers. Repeated impact test was carried out on prepared samples at constant potential energy of 9 J. Drop tower impact device was setup to acquire this potential energy at 70 mm drop height, 1.310 Kg drop weight, and impact speed of 3.71 m/s. Impact test was repeated 30 times or until POF reached its maximum signal loss.

Table 1 Sample Specifications

Sample ID	Weft Density (Wefts/cm/layer)	Warp Layers (Weft Layers)
A	1.57	2 (3)
B	4.72	2 (3)
C	1.57	3 (4)
D	4.72	3 (4)
E	1.57	4 (5)
F	4.72	4 (5)

Preform Manufacturing

3D preforms were manufactured using 3D weaving machine (donated by 3TEX Inc.) Figure 2 shows the 3D weaving machine while the weaving of a preform that consists of 4 warp layers and 5 weft layers. In 3D orthogonal weaving, the 5 weft yarns are inserted simultaneously using 5 rapiers. The top and bottom layers are the through thickness yarns and the four layers in the middle are the warp yarns. The weft yarns (x-yarn) are inserted perpendicular to the warp yarns. One 5 meter long POF was inserted in the weft direction in each preform during weaving process. Two protruding ends of POF (at the beginning and end of insertion) with enough length were accounted during weaving to allow connection of the POF to the OTDR to assess signal loss during manufacturing and when the composite samples are subjected to bending and impact tests.

The POF has to be bent at the selvages and the bending radius must be equal or higher than the critical bending radius to avoid signal loss due to bending of the POF in the preform (figure 3). More in this critical parameter is published previously by Seyam and Hamouda [18]. The parameters that were kept unchanged include: 102 y-yarns/layer, total of 102 z-yarns (drawn in two harnesses), 2.36 dents/cm reed, 4 y-yarns and 1 z-yarn/reed dent, plain weave, and 43 cm preform width.

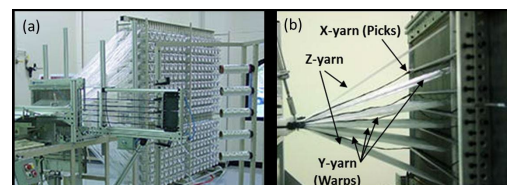


Figure 2 3D weaving machine [18]

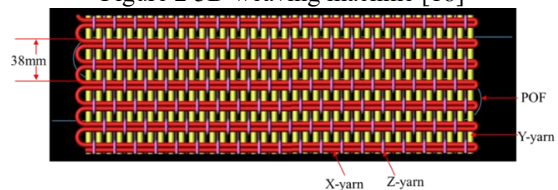


Figure 3. Embedded POF into 3D preform¹⁸

Resin Infusion

The preforms were treated by the resin system using vacuum assisted resin transfer molding (figure 4). The protruding end of the POF was connected to an OTDR to monitor attenuation during resin infusion (figure 5). The vacuum pressure used was 100 kPa.

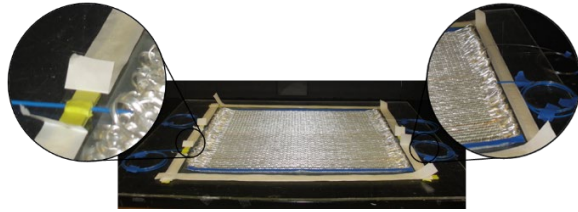


Figure 4 Preparation for VARTM²⁰

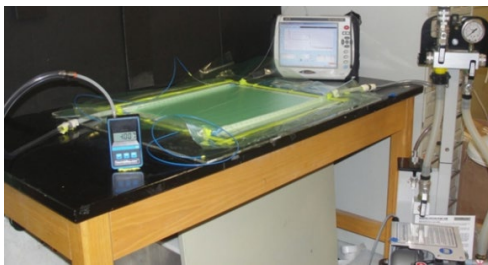


Figure 5 Preparation for VARTM²⁰

Signal Attenuation Measurement of POF

A photon-counting OTDR type LOR-220 manufactured by Luciol was used to assess the attenuation or signal loss of POF embedded in composite panels during weaving process, resin infusion and when the panel is subjected to bending and impact test. The OTDR is equipped with laser light source and inputs short pulse into the POF. Part of the light is backscattered, as a result of defect to the POF from micro-bending and macro-bending during the manufacturing process and under bending and impact load to the input direction. The time required for the backscattered light allows the identification of the location of defect and the level of signal loss. More on the working principle of OTDR can be found elsewhere¹⁹.

Bending testing and evaluation

Three-point bending test was conducted using TESTRESOURCES (130Q1000 load frame). The bending test machine is a customized machine with dual column load frame with 500 mm clearance between the two columns to wide specimen. The span length ranges between 30 and 470 mm. The bending test conducted at speed of 4 mm/min and span length of 65 mm. The specimen length was 45 cm in the x-direction, which is the direction of the POF, and 15 cm width (figure 6). One protruded end of the POF was connected to the OTDR to measure the backscattering

level and induced signal attenuation under applied load and after releasing the load.

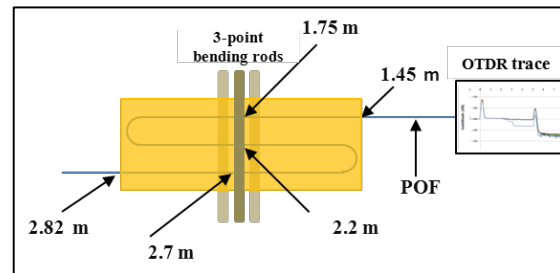


Figure 6. schematic diagram of impact test¹⁹

Impact Testing and Evaluation

Instron impact tester model CEAST 9310, which is low energy impact tester, was used to impact each sample repeatedly for up to 30 impacts or until the POF lost its entire dynamic range whichever reaches first. Each sample was impacted with energy of 9 Joules using 1 Kg mass and 3.71 m/s velocity. One protruded end of POF was connected to the OTDR to assess the signal loss before the impact and after each impact. Figure 3 shows schematic of a sample prepared for the test and the impact location, which is approximately in the middle of the POF length (about 2.5 meters from the OTDR front panel connector).

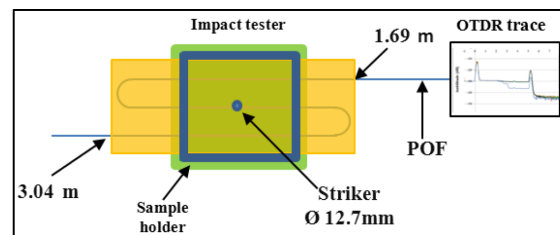


Figure 7 schematic diagram of impact test¹⁹

EXPERIMENTAL RESULTS AND DISCUSSIONS

Attenuation measurement during fabrication

Backscattering level (measured by OTDR) was measured for as supplied POF (control). The backscattering level was recorded after weaving POF into 3D preform, after applying vacuum for, and after resin infusion. This technique will allow for the identification of the cause of signal loss if any. Figure 8 depict the typical OTDR trace of sample E which consists of 4 x-yarn layers with x-yarn density of 1.57 x-yarns/cm/layer). The embedded length of POF sensor was 1.369 m, whereas POF entered the 3D preform at length of 1.452 m and exited the preform at length of 2.821 m. Noticeable drop on the backscattering level at distance of 2.13 m occurred after applying 100 Kpa vacuum pressure. This drop

indicates significant effect of the vacuum pressure on POF resulting from fiber distortion due to micro bending effect, which was not recovered after resin curing. Results also indicates that weaving process didn't cause any damage to the POF sensor.

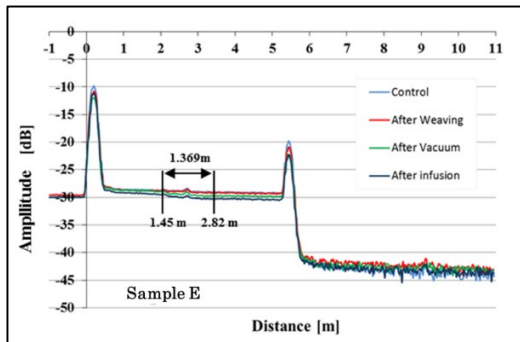


Figure 8. Backscattering of embedded POF into composite sample with 4 y-yarn layers and 1.57 x-yarns/cm/layer for different fabrication processes.

Compiled signal attenuation data after each process of composite fabrication process is shown in figure 9 shows. Results showed that all embedded POF into samples made of 2 y-yarn layers showed attenuation after weaving process (0.14 dB-0.22 dB) while POF in samples of 3 and 4 y-yarn layers did not exhibit significant signal attenuation. This result may have attributed to that samples made of 2 y-yarn layers exhibit open and flexible structure that may cause the POF to be easily distorted at the contact points with preform yarns and during sample handling. Waviness of POF in such structure was noticed. The results of signal attenuation after vacuum application indicate that open structure samples with low number of y-yarn layers and x-yarn densities did not provide support for the POF a matter that caused more signal loss. However, after 24 hours from resin infusion the signal attenuation of all samples is about the same, which is evidence of distortion recovery of the POF.

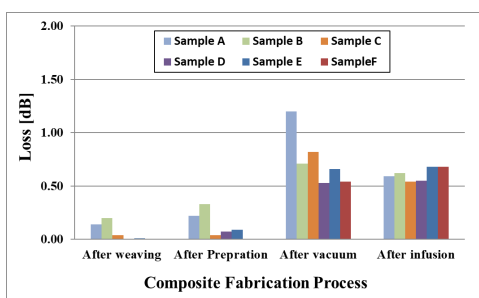


Figure 9. Signal attenuation of embedded POF during the fabricating process

Attenuation of POF Signal due to Bending

One protruded end of the embedded POF was

connected to OTDR and backscattering and signal attenuation was collected while 3D composite samples experienced different bending loads. Bending load was applied to the required level, then the test was paused and backscattering signal was collected. The load was released and signal was measured. Signal was also measured for all samples at failure load and after releasing the load.

OTDR signal traces of embedded POF in composite of 4 y-yarn layers with x-yarn density 1.57 (sample E) under different bending loads are shown in figure 10. Results revealed that under bending load of 605 N, no signal loss was recorded. Loads/strain 1,210 N/1.6%, 1,815 N/2.3%, 2,303 N/2.9%, and 2,460 N/3.0% caused drops in POF backscattering at three different locations (1.75 m, 2.24 m, and 2.70 m), which present the three contact points between composite sample and the upper rod of bending fixture. Signal attenuation is caused by bending and flattening of the POF at these three points. Results indicate that the change in cross-section shape of the POF leads to change in the refractive index of POF, which leads to that drop in the backscattering level at these three locations. when 2,460 N load is applied on the composite sample (breaking load) it was noticed that signal attenuation of POF sensor is very high. The recorded OTDR's signal indicate loss and reflection, which is a clear indication of structure damages. This may occur due to necking in POF sensor under very high bending moment.

Backscattering data and signal loss were also collected after releasing each load. Figure 11 shows the backscattering level after removing the loads. OTDR trace results showed a significant recovery of POF after removing the bending load up to 2,303 N. Results also showed that backscattering level returned to its original levels after removing the loads. After releasing the breaking load of 2,460 N, Backscattering trace showed that the reflection part of the signal has been removed and the signal loss of POF decreased from 10.43 dB to 2.9 dB from 10.4 dB.

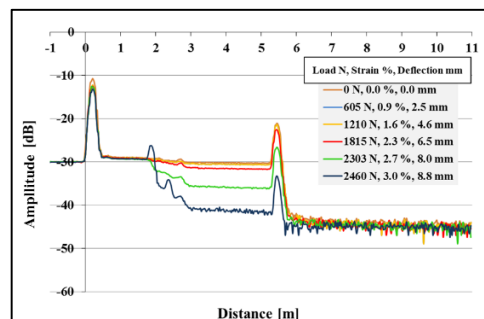


Figure 10. Backscattering of sample E made of 4 y-yarn layers and density of 1.57 x-yarn/cm/layer under different bending loads.

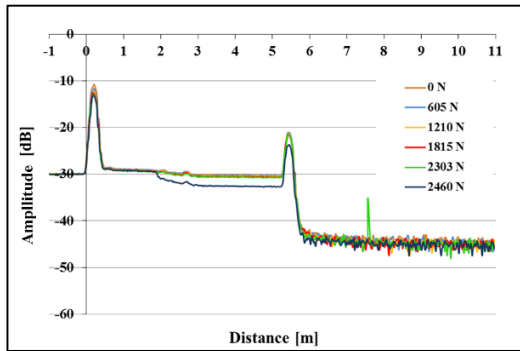


Figure 11. Backscattering of sample E made of 4 yarn layers and density of 1.57 x-yarn/cm/layer after removing different bending loads

Attenuation of POF Signal due to Impact

The POFs embedded in samples D and F maintained dynamic range of 9 dB and 11 dB, respectively, after 30 impacts. The POFs in samples A, B, C, and E lost their dynamic range (not capable of sensing any more due to damage) after 3, 9, 3, and 14 impacts, respectively.

OTDR traces of the POF embedded in sample A is shown in figure 12. Figure indicates that the whole dynamic range was lost after the third repeated impact. Even though the signal loss was significant after the first impact. This can be attributed to the structure of the sample, whereas this sample exhibit the least fiber volume fraction, lowest number of warp/weft layers, and lowest weft density which makes it vulnerable to impact. The impact damage was transferred to the POF, which means that the signal loss of the POF is proportional to the occurred damage. Figure 13 shows the corresponding images of the sample after each impact and it can be noticed that the damaged area is increasing with the number of repeated impacts.

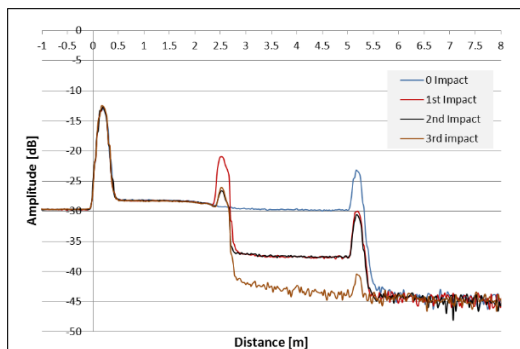


Figure 12. Signal traces of POF embedded in sample A before and after impact

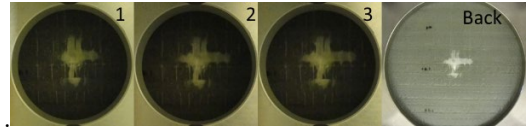


Figure 13. Images of sample A after impact 1, 2, and 3 and the back of the sample after impact 3.

OTDR traces of the POF embedded in samples D and F are shown in Figure 14 and 15. It can be seen from the figure that the POF maintained 11 dB from its dynamic range after 30 impacts. The signal loss value was gradually increasing with the number of impacts. Unlike sample A, samples D and F possess the highest fiber volume fraction, highest number of warp/weft layers, and highest weft density. Such structure provided high resistance to the impact energy. The damage of the sample after each impact was gradually transferred to the POF. Again, this is a good indication that the POF sensing is proportional to the sample damage. Figure 8 shows the corresponding images of the sample after each impact and it can be seen that the damaged area is increasing with the number of impacts.

Similar results were noticed for samples B, C, D, and E. Generally, the signal loss in these samples was also proportional to the degree of damage assessed visually and the damage level is a function of the structure parameters.

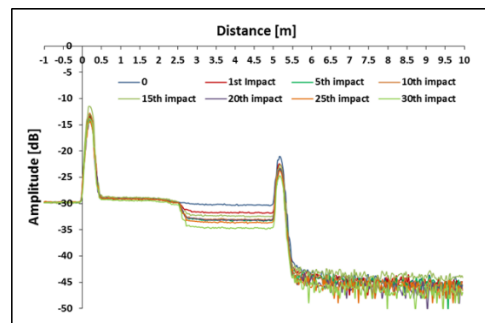


Figure 14. Signal traces of POF embedded in sample D before and after 30 impacts

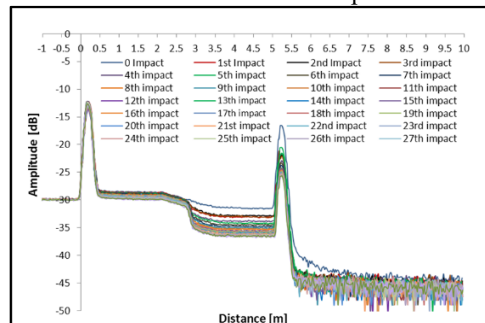


Figure 15. Signal traces of POF embedded in sample F before and after 30 impacts (traces of impacts 28, 29, and 30 are very close to trace of impact 27)

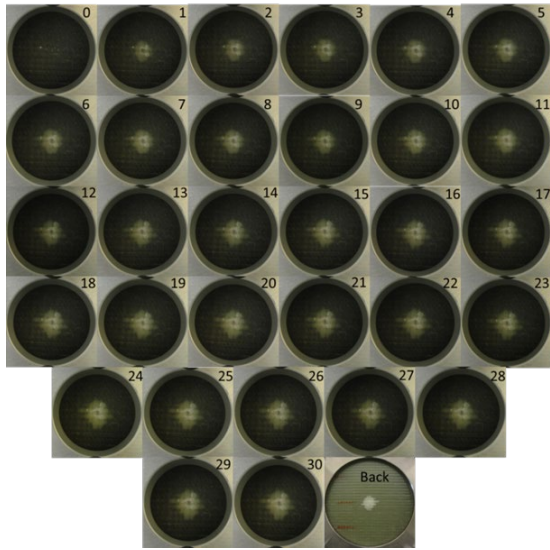


Figure 16. Images of sample F after each of 30 impacts and the sample image of the back after impact 30.

All acquired results from OTDR prove that the signal loss is related to the damage of the composite samples; as the damaged area is increased and reach the other side of the sample (back), the signal attenuation increases. However, this assessment is subjective and the mechanical performance cannot be quantified.

Composite mechanical properties

Our previous study was conducted to study the effect of embedding POF into 3D orthogonal composite structure on its mechanical properties [20]. Twelve composite samples were fabricated with three different parameters namely; presence or absence of POF, number of warp yarn layers (y-yarns), and three different weft densities (x-yarn). Bending and tensile tests we conducted on fabricated samples to evaluate the performance of 3D woven composites due to the POF integration. Figures 17 and 18 showed that the performance of the samples containing POF sensor were not significantly different from those without sensor. Cross-section images of composite samples revealed that the presence of POF has no effect of composite structure. Cross-section image showed small resin pockets due to the presence of POF and these pockets were located beside the POF and at the side of z-yarn and minor distortion of the x-yarn in contact with POF has occurred. Results also indicated that as the weft density increased the distortion decreased. Although, neither these resins pocked nor the x-yarn distortion cause any negative effect on the composite mechanical properties.

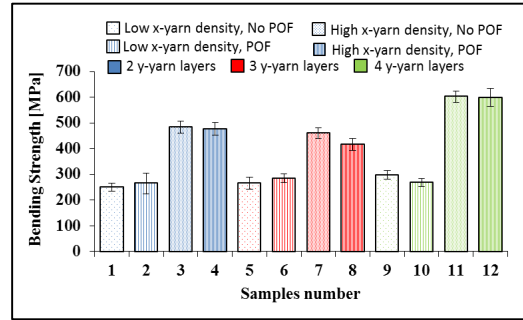


Figure 17. Bending strength of composite samples with embedded POF

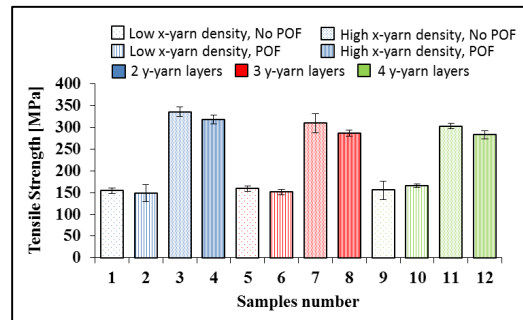


Figure 18. Tensile strength of composite samples with embedded POF

CONCLUSIONS

This research aims to evaluate the embedded POFs for SHM. To reach the aim, composite samples with embedded POFs with different parameters (number of warp layers and weft densities) were fabricated. 3D orthogonal preforms was used to fabricated the composite samples made of E-glass tows. 3D weaving machine and VARTM technique were used to manufacture the composite samples. OTDR was connected to the embedded POF to measure the signal attenuation. POF Signal were collected during the preform manufacturing process, VARTM process, after curing and under different bending loads and repeated impact tests.

It was found that the weaving process has no significant effect of POF signal. Very small attenuation in POF signal was recorded during the VARTM process. Very good respond of the POF were recorded under different bending loads and after releasing the loads. Also, damage due to repeated impact was indicated by signal attenuation for the low weft densities' samples.

LITERATURE

Chang, P. Flata, A. Liu, S. C. 2003. "Review Paper: Health Monitoring of Civil Infrastructure". Structural Health Monitoring, 2, 0257–267.

- Housner, G. W. Bergman, L. A. Caughey, T. K. Chassiakos, A. G. Claus R. O. Masri, S. f. Skelton, R. E., Soon, T. T. Spencer, B. F. Yao J. T. P. 1997. "Structural Control: Past, Present, And Future". *Journal Of Engineering Mechanics* 123, 897-971.
- Zhan-feng, G. Yan-liang, D. Bao-Chen, S. Xiu-mei J. 2007. "Strain monitoring of railway bridges using optic fiber sensors". *Journal of quality in Maintenance Engineering* 13, 186-197.
- Li, H. Li, D. Song, G. 2004. "Recent applications of fiber optic sensors to health monitoring in civil engineering". *Engineering Structures*, 26, 1647-1657.
- Mal, A. Ricci, F. Banerjee, S. Shih, F. A 2005. "Conceptual Structural Health Monitoring system based on Vibration and wave Propagation". *Structural Health Monitoring*, 4, 283-293.
- Tao, X. M. 2000. "Integration of Fiber-optic Sensors in Smart Textile Composites: Design and Fabrication". *Journal of Textile Institute*, 91, 448-459.
- Bogdanovich, A. E. Wigent III, D., E. Whitney, T. J. 2003. "Fabrication of 3-D Woven Preforms and Composites with Integrated Fiber Optic Sensors". *SAMPE Journal*, 39, 6-15.
- Mohamed, T. S. Johnson, C. Rizkalla, S. 2007. "Behavior of Three-Dimensionally Woven Glass Fiber Reinforced Polymeric Bridge Deck". *Composites*, 27-42.
- Mohamed, M. Dickinson, L. Singletary, J. Lienhart, B. 2001 "A new generation of 3D woven fabric preforms and composites". *SAMPE Journal*, 37, 8-17.
- Bogdanovich, A. 2007. "Advancements In Manufacturing And Applications Of 3-D Woven Preforms And Composites". 16th International conference on composite materials.
- Kang, H. Kang, D. Hong, C. Kim, C. 2001. "Monitoring of Fabrication strain and temperature During Composite cure Using Fiber Optic Sensors". *Nondestructive Evaluation of Materials and Composites*, 4336, 211-218.
- Kosaka, T. Osaka, K. Nakakita, S. Fukuda, T. 2003. "Fiber optic strain monitoring of textile GFRP during RTM molding and fatigue tests by using embedded FBG sensors". *Smart Structures and Materials*, 5056, 73-80.
- Rogers, C. A. 1990. "Intelligent Material Systems and Structures" *Proceeding of US/Japan Working on Smart/Intelligent Materials and Systems*, 11-18.
- Peters, K. 2010. "Polymer optical fiber sensors-a review". *Smart Materials And Structures*, 20, 13002-17
- Liehr, S. Nother, N. Krebber, K. 2010. "Incoherent optical frequency domain reflectometry and distributed strain detection in polymer optical fibers". *Meas. Sci. Technol*, 21,1-4.
- Anderson, D. Johnson, L. Bell, F. 2004 "Troubleshooting Optical-Fiber Networks. Understanding and Using your Optical Time-Domain Reflectometer". San Diego, California : Elsevier Academic Press.
- Hamouda, T. Peters, K. Seyam, A. M. 2012. "Effect of Resin Type on Signal Integrity of an Embedded Perfluorinated Polymer Optical Fiber". *Journal of Smart Materials and Structures*, 21,1-8.
- Seyam, A.M. Hamouda, T. 2013. "Smart Textiles: Evaluation of Optic Fibers as Embedded Sensors for Structure Health Monitoring of Fiber Reinforced Composites". *Journal of the Textile Institute*, 104, 892-899.
- Hamouda, T. M. Smart Textiles: Evaluation of Fiber Optic Sensors Embedded in 3D Orthogonal Woven Composites and their Impact on the Host Structure Integrity, Ph.D. Thesis, NC State University, Raleigh, NC, 2002 (under direction of Seyam & Peters).
- Hamouda T., Seyam, M. A. Peters K. 2015. "Evaluation of the integrity of 3D orthogonal woven composites with embedded polymer optical fibers" *Composites Part B*, 78, 79-85.

Production of TiO₂ Nanofibers via Centrifugal Spun Method for Energy Application

CALISIR, Mehmet Durmus^{1,2}, GUNGOR, Melike¹, KILIC, Ali¹, DEMİR, Ali¹

¹TEMAG Lab, ITU, İstanbul

²Recep Tayyip Erdogan University, Faculty of Engineering, Rize

ademir@itu.edu.tr

ABSTRACT

In this study, the production of TiO₂ nanofibers (NFs) via centrifugal spinning and subsequent calcination methods was aimed. Also, produced NFs was used as a mesoporous layer in perovskite solar cells to improve the electron transfer properties of the solar cell.

Keywords: Centrifugal spinning, TiO₂ nanofiber, Perovskite Solar Cell

INTRODUCTION

Titanium dioxide (TiO₂) NFs with potential applications in the fabrication of dye-sensitized solar cells, photo-catalysts, gas sensors, and water treatment systems [1]. In the literature, the production of TiO₂ NFs generally performed via electrospinning method (ES) [2], [3]. ES is a cheap and simple method which is widely used in the production of 1-dimensional NFs. Despite its simplicity to get fibers 10 nm to 10 μm [4], ES has limitations such as safety problems, low production rates, and high dependency on polymer properties [5]. Centrifugal spinning (CS) is a novel method stands out with higher production capacity [6]. In the CS method, the driving force for the formation of NFs a polymer solution is centrifugal force which is generated by the high-speed motor. Polymer jets exit from the orifices and elongates and the solvent evaporates. Obtained NFs collected on the collector [6]. In the literature, there are few studies on the production of TiO₂ by C-Spin method [7].

Perovskite solar cells (PSC) are named because of the usage perovskite material with the chemical formula of CH₃NH₃XI₃ as the photoactive layer in their structures. In general, PSCs are produced in the form of planar and mesostructured architecture and TiO₂ used as an n-type semiconductor material. In these studies, the aim is to improve the electron conductivity of this material and layer and to decrease the recombination of the loads and increase the efficiency. In this context, many studies have been carried out on the use of 1-D (1D) TiO₂ nanostructures for dye-sensitive solar cells, facilitating the penetration of viscous materials into the layer and providing higher load transmission and lower load recombination [8], [9].

In this study, TiO₂ NF production was performed by centrifugation and subsequent calcination method.

Fibers were analyzed by SEM, XRD, UV-Vis analysis methods. In addition, the NFs were used as a mesoporous layer in perovskite solar cell and their effect on performance was investigated.

EXPERIMENTAL

Polyvinylpyrrolidone (PVP, Mw=1,300,000, Aldrich) was used as carrier matrix, while titanium bis acetylacetonate diisopropoxide (TiAcAc, Aldrich) was the TiO₂ precursor. The precursors were dissolved in ethanol (EtOH). All chemicals were of analytical grade and used without further purification.

The schematic representation and the setup for centrifugal spinning (NanoCentrino L1.0, Areka Advanced LLC.) were given in Figure 1a, and b, respectively. The PVP-TiAcAc composite NFs were produced at 7000 rpm with a feeding rate of 15 ml/h on a 20 gsm spunbond web. The distance between the spinneret and the collector was kept constant as 20 cm. The fabrication chamber was set to 25 °C and 50% relative humidity. The produced fibers were calcinated in air at 550 °C with a heating rate of 2 °C/min for 1 hour and cooled down to room temperature.

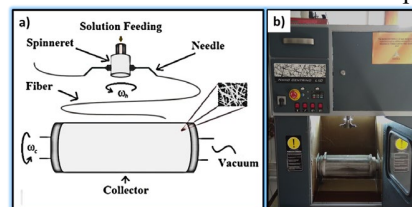


Figure 1: a) Schematic representation of the C-Spun method and b) the NanoCentrino L1.0 setup.

The calcined fibers were grounded and used in the preparation of the mesoporous paste. The PSCs used in this study were produced in c- TiO₂ / mesolayer (NF/particle based) / CH₃NH₃XI₃ / SpiroMeOTAD / Ag.

SEM (Tescan Vega3) was used to investigate the morphologies of the webs before and after heat treatment. Thermal properties of the composite NFs were examined by Hitachi STA 7300 Differential Thermal Analysis (DTA) device. The crystal structure was analyzed by X-ray diffractometer (Rigaku Ultima IV). Optical properties were analyzed by Shimadzu UV 2600 UV-Vis spectrophotometer and the band gap of the material was calculated. I-V curves of the

produced cells and performance analysis were also performed using the solar simulator and Keithley 2400.

RESULTS

SEM images of produced fibers before and after calcination were given in Figure 2. According to SEM images, fibers have a smooth surface and showed a homogeneous distribution with a diameter of 810 ± 112 nm. After calcination, some of the fibers stick together and resulted in a thicker diameter than the fibers uncalcined one. Additionally, as a result of thermal decomposition and removal of PVP, lengths of fibers were shortened. The average fiber diameter of TiO₂ fibers found as 590 ± 25 nm.

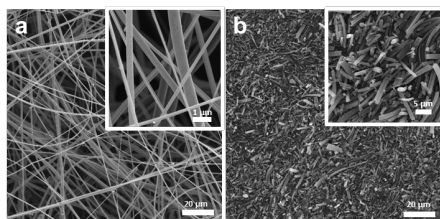


Figure 2: SEM images of the fibers before and after calcination.

According to the XRD diffraction pattern (Figure 3), TiO₂ NFs showed anatase and rutile crystal structures and the anatase phase of the structure is higher than the rutile. Formation of rutile in the structure may be attributed to the nanosized effect and also close calcination temperature to anatase - rutile transition temperature (600°C).

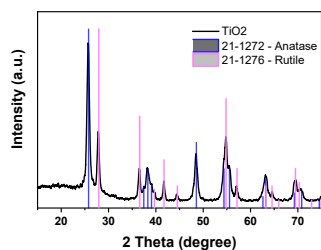


Figure 3: XRD diffraction pattern of calcined TiO₂ fibers.

As a result of diffuse reflectance measurements, the reflectance values of TiO₂ NFs were found to be lower than P25 commercial TiO₂ powders. This may be due to the fact that the light is retained within the TiO₂ NF structure because of its thicker size than P25 particles and also its crystalline structure (the rutile phase in which the light is more absorbed). Bandgap values were calculated as 3.39 eV for commercial nanoparticles and 2.98 eV for TiO₂ NFs using Kubelka-Munk transformation.

In Table 1, the performance of PSCs was given. According to results, NF-based cells gave the lowest efficiency. It may be caused the thicker fiber size and an uneven coating of subsequent layers.

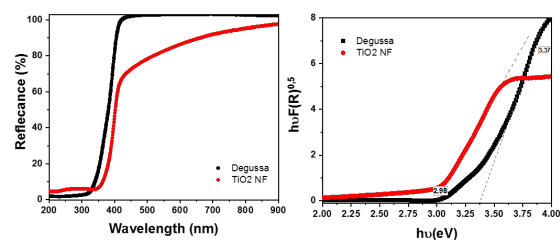


Figure 4: Diffuse reflectance and Kubelka-Munk transformation of P25 particles and TiO₂ NFs.

Table 1: Performance table of the PSCs.

	Jsc (mA/cm ²)	Voc (V)	FF	Eff (%)
NF	14.29	2.70	0.23	2.40
P25	15.22	0.73	0.09	3.99
Planar	15.58	4.27	0.21	3.55

CONCLUSION

TiO₂ NFs were produced via CS and subsequent calcination process. Obtained fibers consisted of anatase and rutile mixed phase. TiO₂ NF based PSC was produced and 2.4 % efficiency obtained. It is predicted that the yield value can be improved by the use of low diameter TiO₂ fibers.

ACKNOWLEDGEMENT

Bu çalışma ITU BAP MGA-2018-41209 nolu proje kapsamında gerçekleştirilmiştir.

REFERENCES

- [1] S. Kiennorka, R. Nakhwong, R. Chueachot, and U. Tipparach, *Integrated Ferroelectrics*, vol. 165, pp. 131–137, Oct. 2015.
- [2] B. Caratão, et al., *Journal of Nanotechnology*, 2014. [Online]. Available: <https://www.hindawi.com/journals/jnt/2014/472132/>. [Accessed: 07-Apr-2019].
- [3] M. Vahtrus et al., *Materials Characterization*, vol. 100, pp. 98–103, Feb. 2015.
- [4] R. T. Weitz, L. Harnau, S. Rauschenbach, M. Burghard, and K. Kern, *Nano letters*, vol. 8, no. 4, pp. 1187–1191, 2008.
- [5] E. Stojanovska et al., *RSC Advances*, vol. 6, no. 87, pp. 83783–83801, 2016.
- [6] N. S. Gundogdu, Y. Akgul, and A. Kilic, *Aerosol Science, and Technology*, vol. 52, no. 5, pp. 515–523, 2018.
- [7] H. Vasquez, H. Gutierrez, K. Lozano, and G. Leal, *Journal of Engineered Fibers and Fabrics*, vol. 10, no. 2, p. 155892501501000220, Jun. 2015.
- [8] S. Dharani et al., *Nanoscale*, vol. 6, no. 3, pp. 1675–1679, Jan. 2014.
- [9] Y. Xiao, G. Han, Y. Li, M. Li, and J. Wu, *Journal of Materials Chemistry A*, vol. 2, no. 40, pp. 16856–16862, 2014.

Production of TPU/PAN Composite Fibrous Medias for Air Filtration Applications

AKGUL, Yasin^{1,2}, CALISIR, Mehmet^{1,5}, TEPEKIRAN, Beyza Nur¹, POLAT, Yusuf^{1,3,4}, KILIC, Ali^{1*}

¹Istanbul Technical University, TEMAG Labs, Istanbul, Turkey

²Karabuk University, Metallurgical and Materials Engineering Department, Karabuk, Turkey

³Marmara University, Mechanical Engineering Department, Istanbul, Turkey

⁴Erzurum Tech. University, Mechanical Engineering Department, Erzurum, Turkey

⁵Recep Tayyip Erdogan University, Faculty of Engineering, Rize, Turkey

*alilikilic@itu.edu.tr

ABSTRACT

Nanofibers can be fabricated from blend polymer solutions to combine properties of two or more polymers. In this study, TPU/PAN composite fibrous webs were fabricated via novel technique namely solution blowing. Morphology of nanofibrous webs was analyzed by Scanning Electron Microscope (SEM). Air permeability test was performed to determine air barrier properties of the samples.

Keywords: Solution blowing, composite nanofiber, air permeability.

INTRODUCTION

Nanofibrous webs are promising media for air filtration applications due to their superior filtration efficiency compared to conventional air filters. Nanofibers webs have small pore sizes and large surface area. Thus, these materials have advantages such as low basis weight and high permeability. Also, as a result of obtaining air slip effect on nanofibers, lower pressure drop values can be obtained for nanofibrous webs [1]. Studies [2] showed that nanofibrous air filters can show as high collection efficiency as HEPA filters (filtering out 99.97% of particles greater than or equal to 0.3 μm in diameter [3]).

The quality factor, which means the filtration performance of nanofiber mats, was evaluated by the ratio of aerosol filtration efficiency to pressure drop. Mei et al. [4] found that if the nanofiber mat is composed of a binary mixture of two fiber sizes, the pressure drop can be decreased and higher quality values can be achieved.

Polyacrylonitrile (PAN) is a popular polymer for the fabrication of fibrous filter media due to its thermal [5] and chemical stability and excellent capability of withstanding the weathering process [6]. Thermoplastic polyurethane elastomer (TPU) also has good mechanical properties [7]. Both of the polymers can be dissolved in dimethylformamide (DMF). Combining these two polymers as a hybrid structure in

the form of a nanofibrous web structure may result in mechanically and chemically stable air filter media with high performance.

In this study, TPU/PAN composite fibrous webs were fabricated via novel technique namely solution blowing. Morphology of nanofibers was investigated by SEM. Air permeability test was conducted to determine air barrier properties of samples.

EXPERIMENTAL

Materials

Polyacrylonitrile (Mw= 150,000, Aldrich), thermoplastic polyurethane elastomer (Density= 1.21 g/cm³, BASF) were used in order to polymer sources, and N, N-Dimethyl Formamide extra pure (DMF, Molar mass= 73,10 g/mol, Tekkim) was used as a solvent. All chemicals were of analytical grade and were used without further purification.

Methods

AeroSpinner L1.0 (Areka Group LLC.) device was used to produce nanofibers. In this method, compressed air is used as a driving force for fiber formation.

In this study, 12 % PAN, and TPU solutions were prepared by using DMF with a magnetic stirrer. Also, TPU-PAN blend was prepared by mixing TPU and PAN polymers in the ratio of 50 / 50 wt %. For each production, 20 ml precursor solutions were used in the production. Other process parameters were kept constant such as 5ml/h feeding rate and 10 bar compressed air pressure.

Viscosity values of the prepared solutions were measured with a rotational viscometer (Fungilab Alpha R series). Morphology of nanofibers was investigated by SEM (Zeiss Ultraplus). Air permeability test was conducted according to EN ISO 9237 standard with air permeability test device (Prowhite Airtest II). Finally, the tensile test was conducted by using Instron 4411 Universal tester to check the mechanical strength of the samples. The samples were prepared with 50mmx10mm dimension for the tensile test. The initial length of

samples was kept as 30 mm and force applied at 10mm/min head speed.

RESULTS

The viscosities of the solutions were measured as 1748, 1486, and 1382 mPa.s for PAN, PAN/TPU blend, and TPU, respectively. Figure 1 shows SEM images of each sample. The PAN has a higher average fiber diameter (933 ± 409 nm) than TPU (185 ± 53 nm). And the blend of PAN and TPU has average fiber diameter (549 ± 151 nm) nearly between of them. It can be said that the fiber diameter was reduced as the viscosity of the polymer solution decreased.

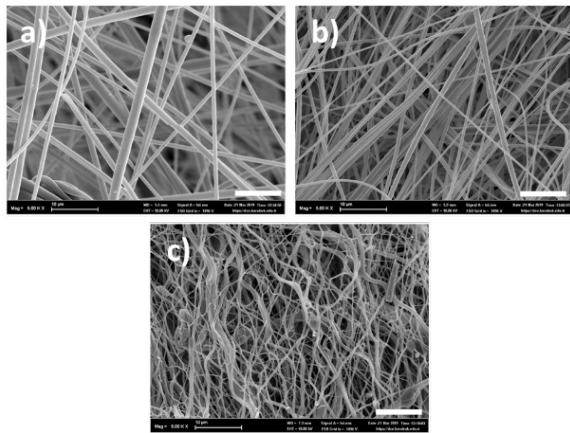


Figure 1. SEM image of a) PAN, b) PAN/TPU blend and, c) TPU nanofibers (scale bar 10 µm).

The air permeability results show that PAN has the highest air permeability value. The reason behind it is that the highest average fiber diameter of PAN. This is a well-known fact that air permeability values are directly proportional to the fiber diameter. Additionally, The tensile test results were given in table 2. According to results, PAN/TPU blend has the highest ultimate tensile strength (UTS) and modulus which is corrected our prediction. Blend form of the sample provided better mechanical performance.

Table 1. Air permeability test results.

Sample	Average fiber diameter (nm)	Air permeability (mm/s)
PAN	933 ± 409	342.5 ± 99.2
PAN/TPU	549 ± 151	120 ± 7.5
TPU	185 ± 53	50.3 ± 3.2

Table 2. Tensile test results.

Sample	Ultimate Tensile Strength (MPa)	Modulus (MPa)	Elongation at UTS (%)
PAN	0.7 ± 0.03	14.7 ± 1.08	15.2 ± 2.21
PAN/TPU	2.54 ± 0.33	24.3 ± 3.04	40.7 ± 1.57
TPU	1.71 ± 0.41	3.1 ± 0.51	66.6 ± 9.09

CONCLUSIONS

TPU/PAN composite fibrous webs were produced via novel solution blowing. The results show that with the increase in viscosity, fiber diameters increased. The air permeability value which can be used to estimate the pressure drop value was increased with increasing of fiber diameter.

FUTURE STUDIES

The filtration performance was performed for all samples.

REFERENCES

- [1] Q. Zhang, J. Welch, H. Park, C.-Y. Wu, W. Sigmund, and J. C. Marijnissen, "Improvement in nanofiber filtration by multiple thin layers of nanofiber mats," *Journal of Aerosol Science*, vol. 41, no. 2, pp. 230–236, 2010.
- [2] N. S. Gundogdu, Y. Akgul, and A. Kilic, "Optimization of centrifugally spun thermoplastic polyurethane nanofibers for air filtration applications," *Aerosol Science and Technology*, vol. 52, no. 5, pp. 515–523, 2018.
- [3] D. Cho, A. Naydich, M. W. Frey, and Y. L. Joo, "Further improvement of air filtration efficiency of cellulose filters coated with nanofibers via inclusion of electrostatically active nanoparticles," *Polymer*, vol. 54, no. 9, pp. 2364–2372, 2013.
- [4] Y. Mei, Z. Wang, and X. Li, "Improving filtration performance of electrospun nanofiber mats by a bimodal method," *Journal of applied polymer science*, vol. 128, no. 2, pp. 1089–1094, 2013.
- [5] L. Zhang, J. Luo, T. J. Menkhaus, H. Varadaraju, Y. Sun, and H. Fong, "Antimicrobial nano-fibrous membranes developed from electrospun polyacrylonitrile nanofibers," *Journal of membrane science*, vol. 369, no. 1–2, pp. 499–505, 2011.
- [6] N. Wang *et al.*, "Multilevel structured polyacrylonitrile/silica nanofibrous membranes for high-performance air filtration," *Separation and Purification Technology*, vol. 126, pp. 44–51, 2014.
- [7] E. C. GÖKÇE, Y. AKGÜL, A. KILIÇ, and A. Ercan, "Production of Nanofibrous Wound Dressings Via Solution Blowing <https://doi.org/10.7216/1300759920182511002>," 2018 (*Volume: 25*), vol. 110, 2018.

YUMUŞAK DOKU MÜHENDİSLİĞİNDE NANO YAKLAŞIMLAR

Anıl Berk Ergün
İstanbul Teknik Üniversitesi, Kimya Bölümü, 34467, Maslak, İstanbul

ergun17@itu.edu.tr (Anıl Berk Ergün)

Yumuşak Doku Mühendisliğinde Nano Yaklaşımların Önemi

Yumuşak doku mühendisliğinde, özellikle hücreler için uygun ortamların ve 3D kültür ortamlarının oluşturulmasında biyomalzeme olarak kullanılan yapı iskelelerinin önemi büyüktür. Bu yapı iskelelerinin istenilen fiziksel özelliklerde olması amacıyla; sentetik ve doğal polimerlerin elektroçirime gibi bir takım yöntemlerle nanolif haline getirilmeleri önem arz etmektedir.

Doku Mühendisliğinin Temel Unsurları

Doku mühendisliğiyle ilgili olarak 3 temel unsur ileri sürülmektedir:

- 1- Çalışmanın amacına uygun olarak seçilen iskele yapısına ekilecek hücreler
- 2- Doku uyarıcı maddeler olarak büyüme faktörleri, sitokinler gibi biyosinyal molekülleri,
- 3- Uygulama için elverişli ve 3D kültür ortamı sağlayan biyomalzeme olarak kullanılan yapı iskeleleri (scaffold) şeklinde ifade edilmektedirler.

Yapı İskeleleri

Yapı iskeleleri, 3 boyutlu ortamlar olarak hücrelerin hayatta kaldıkları ve çoğalabilecekleri çevreyi oluşturan yapılardır. Rejenaratif tıp alanında yapılacak çalışmada belirlenen hedeflere uygun 3 boyutlu iskele yapısının dizayn edilmesi gereklidir.

Yapı iskeleleri doğal kaynaklı ve sentetik kaynaklı olmak üzere iki sınıfa ayrılırlar:

Sentetik kaynaklı yapı iskeleleri işlenebilir ve ayarlanabilir mekanik özellikler sergilerler. Bu yapılar ile rejenarasyonu ve modellenmesi istenen dokuya uygun geometrik şekil elde edilebilir ve üretim verimi, malzeme esnekliği, yüzey özelliklerinin modifikasyonları sağlanabilir. Ancak sentetik biyomalzemeler hücre tutunma yetersizliği ve buna bağlı olarak yetersiz ekstraselüler matriks üretimi, trombosize sebep olma, biyobozunma süresinin ayarlanamaması gibi dezavantajlar sergiler.

Doğal kaynaklı biyomalzemelerden oluşan iskele yapıları ise ilk olarak kendiliğinden biyoyoumluluk göstererek avantaj sağlar; ancak bu yapılardan özellikle

de selülerize yapılarda görülen zayıf mekanik özellikler dezavantaj yaratmaktadır.

Yumuşak Doku Mühendisliğine 'Electrospinning' Yaklaşımı

Bu çalışmada, araştırmacılar PU sentezinde kullanılan reaktörler üzerine çalışmalar yapmışlar ve biyoyoumluluğun ve biyo bozunabilirlik etmenlerinin geliştirilmesini amaçlamışlardır. Bunun yanı sıra voltaj, akış oranı, çalışma uzaklığı vb elektrospinning parametrelerinden en uygun olanları seçmeyi de amaçlamışlardır.

Yumuşak Doku Mühendisliğinde Liyofilize İpek Süngerler

Bu çalışmada, Liyofilize ipek süngerleri, 3D iskele boyunca mezenkimal kök hücrelerin yapışmasını, in vitro hücre çoğalmasını ve deri altına in vivo olarak implante edildiğinde hücre infiltrasyonu ve iskele şeklini değiştirmesini desteklemiştir.

BEKLENTİLER

Doku mühendisliğinin amacı rejeneratif tıp çalışmalarının sürdürülebilirliğinin sağlanmasıdır. Zarar gören doku ve organların iyileştirmeleri ya da yerine yapılacak olan yeni yapıların, var olan yapılara en uygun ve uyumlu şekilde üretilmelerinin disiplinlerarası yaklaşımlarla sağlanmasını amaçlamaktadır.

KAYNAKLAR

1. Synthetic Polymer Scaffolds for Soft Tissue Engineering
Physiol. Res. 67 (Suppl. 2): S335-S348, 2018
2. Use of nanostructured materials in soft tissue engineering
S. Maity/ Tezpur University, Tezpur, India
3. Fabrication of polyurethane and polyurethane based composite fibres by the electrospinning technique for soft tissue engineering of cardiovascular system, Materials Science and Engineering C 46 (2015) 166-176
4. Lyophilized Silk Sponges: A Versatile Biomaterial Platform for Soft Tissue Engineering ACS Biomater. Sci. Eng. 2015, 1, 260-270

SERAMİK NANOLİF ÜRETİM YÖNTEMLERİ VE UYGULAMALARI

Ayşe METİN

İstanbul Teknik Üniversitesi, Polimer Bilimi ve Teknolojisi Bölümü, Maslak, İstanbul

E-mail: metin18@itu.edu.tr (Ayşe METİN)

SERAMİK NANOLİFİN ÖNEMİ

Seramikler, kimyasal ve ısıl kararlılıklarından dolayı ve atomları arasındaki iyonik ve kovalent bağların bir sonucu olarak ortaya çıkan yüksek mekanik ve elektriksel özellikleri nedeniyle birçok uygulamada yaygın olarak kullanılmaktadır.¹ Yüksek oksidasyon ve korozyon direnci, yarı iletkenlik, duyarlılık, elektrik yükü depolama, katalitik davranış, manyetik özellikler, kristal birimlerin yeniden yapılandırılması, özel faz dönüşümü ve geniş bir biyo-uyumluluk yelpazesi seramik nanoliflerin eşsiz özelliklerinden bazılarıdır.¹ Dikkat çekici başka bir özellik, bir uygulama sırasında rahatlıkla taşınabilen ve işlenebilen membranlar (desteklenmiş veya serbest duran ve dokunmamış veya dokunmuş) olarak kolayca hazırlanabilmeleridir.²

Seramik nanolifler, katalizör, membran, sensör, biyomateryal, yakıt hücresi ve elektronik cihaz ve batarya parçalarında sıkça kullanılmaktadır. Seramik nanoliflerin doğrudan, sadece inorganik bir öncü (metal alkoksitler veya metal tuzları) ve bir solvent içeren çözeltinin elektrospinlenmesi ile elde edilmesi mümkündür.² Bununla birlikte, uygun olmayan reolojik özellikler ve metal alkoksitlerin veya metal tuzlarının hidroliz hızları, elektrospinleme işleminin kontrol edilmesini çok zorlaştırır. Bu problemleri çözmek için, çözeltiye matris halinde bir polimer verilmesi gerekir.² Daha sonra kalsinasyon işlemiyle liflerin mekanik özellikleri iyileştirilir.

SERAMİK NANOLİF ÇEŞİTLERİ

Al_2O_3 - B_2O_3 seramik lifi elektrospinning yöntemiyle üretilir yaşlandırma tekniği uygulandıktan sonra camlarda katkı maddesi olarak ve elektronik cihazlarda kullanılır. $LiCoO_2$ bataryalarda ve alternatif enerji kaynaklarında kullanılır. TiO_2 seramik lifi sol-jel tekniği ile üretilerek güneş hücrelerinde kullanılır. $La_2Zr_2O_7$ seramik lifi yakıt hücrelerinde ve katalizör olarak kullanılır. CuO seramik nanolifi elektrospinning ile üretilerek FET cihazlarında kullanılır. GaN nanolifleri optik özelliklerinden dolayı fotosensörlerde kullanılır. ZnO nanolifi hafıza depolama cihazlarında ve gaz sensörlerinde kullanılır.³ Seramik nanoliflerin daha birçok çeşidi ve çeşitlerinin özelliklerine göre de kullanım alanı bulunmaktadır.

SERAMİK NANOLİF ÜRETİM YÖNTEMLERİ

2002'den bu yana, elektrospinning, 1D seramik nanolif üretimi için yüksek verimli bir yöntem olarak bilinmektedir.³ Daha sonraki yıllarda seramik nanolif üretimi için iki geleneksel yöntemin kombinasyonu kullanılmaktadır; elektrospinning ve sol-jel tekniği. Genellikle seramik nanolifler seramik öncüllerinin polimer varlığında elektrospinlenmesi ve ardından daha yüksek sıcaklıklarda kalsinasyonu ile üretilir.⁴ Bu prosedür şu üç adımı izler; Seramik malzemeyle bir polimer ve sol-jel öncüsü içeren bir elektrospinning çözeltisinin hazırlanması, çözeltinin uygun koşullar altında elektrospinlenmesiyle inorganik öncü ve polimer yardımcı maddeleri içeren öncü nano liflerin üretilmesi ve son olarak polimerleri uzaklaştırmak ve seramik fazı elde etmek için öncül nano liflerin yüksek sıcaklıkta kalsine edilmesi. Poli (vinil alkol) (PVA), suda yüksek çözünürlüğü ve çinko asetat ve bakır nitrat dahil olmak üzere birçok tuzla iyi uyumluluğundan dolayı matris olarak kullanılan en yaygın polimerlerden biridir.³ Polivinil pirolidon (PVP), polivinilasetat (PVAc) sıkça kullanılan diğer polimerlerdir. Seramik nanolif üretimi için elektrospinleme yönteminin avantajı, nanolif bileşeninin, elektrospinleme öncü çözeltilerinin ayarlanmasıyla kolayca kontrol edilebilmesi ve fiber morfolojilerinin, elektrospinleme ve kalsinasyon işlemleri sırasında ayarlanabilmesidir. Kataliz ve kimyasal sensörler gibi birçok uygulama için ek maddelerin katı seramik bir matris malzemesine dahil edilmesi sıklıkla gereklidir.⁵ Elektrospinleme yönteminin seramik nano lif hazırlamada kullanılan diğer tekniklerden ayıran dikkat çekici özelliklerden biri, nanolif ve nanotüplere başka materyallerin dahil edilmesinin veya kapsüllenmesinin çok basit ve elverişli olmasıdır. Kalsinasyon basamağında polimerin uzaklaştırılması ve seramik fazın sinterleşmesi nedeniyle, nanoliflerin çapı çoğu zaman azalır. Önemli bir şekilde, sonuçta ortaya çıkan seramik nano liflerin bileşimi, fazı ve yüzey pürüzlülüğü, kalsinasyon sıcaklığının ve/veya kalsinasyon süresinin ayarlanmasıyla kolayca kontrol edilebilir.⁶

ULTRA HAFİF, ESNEK, YÜKSEK SICAKLIĞA DAYANIKLI SERAMİK NANOLİF SÜNGERLER

Bu çalışmada Wang ve arkadaşları, seramiğin yüksek sıcaklıklardaki kimyasal ve mekanik direncini göz önünde bulundurarak, TiO₂, ZrO₂, BaTiO₃ vb. seramiklerden nanolif elde etmişlerdir. Elde ettikleri liflerden büyük ölçekli, hafif, yüksek sıcaklığa dayanıklı, üç boyutlu süngerler üretmişlerdir. Bu üretim için çözeltiden üfleme tekniğini kullanılmıştır. Seramik süngerler, yoğunlukları 8-40 mg/cm² arasında değişen çok sayıda karışık seramik nanoliften oluşmaktadır. Yapılan testler sonucunda, TiO₂ nanolif süngerinin yüksek enerji emilimi gösterdiği (örneğin, %50 gerilimde enerji yoğunluğunda 29.6mJ/cm³'e kadar dağılması) ve hem oda sıcaklığında hem de 400° C'de %20 gerilimden fazla sıkıştırılmasından sonra hızla iyileştiği görülmüştür. Bu seramik lifler 1300° C'de bile geri kazanılabilirliğini korur. Bu çalışma sonucunda seramik nanolif süngerlerinin esnekliğe bağlı elektriksel direnç, foto-katalitik aktivite ve ısı yalıtımı gibi birçok fonksiyona hizmet edebileceğini görmekteyiz.⁷

YÜKSEK DAYANIKLI SERAMİK NANOFİBRUS AEROJELLER

Bu makalede Yang ve arkadaşları, SiO₂ nanoliflerini alüminoborosilikat matrislerle birleştirerek süper esnek lamel yapıları seramik nanolifli aerogeller(NFAJ) oluşturmak için çalışmalar yürütmüşlerdir. Bu yaklaşım, rastgele biriken SiO₂ nanoliflerin, ayarlanabilir yoğunluklara ve istenen şekillerde büyük ölçekte elastik seramik aerogellerle birleştirilmesini sağlar. Yapılan çalışmalar elde edilen aerogellerin, değişmeyen süper-elastikiyetin ve hızlı toparlanma özelliklerinin 1100°C'ye kadar korunduğunu göstermektedir. Entegre seramik yapısı ayrıca aerogellere sağlam yangın dayanımı ve ısı yalıtım performansı sağlar.⁸

GÜÇLÜ VE TEKRAR KAZANILABİLİNER ÜÇ BOYUTLU SERAMİK NANOLATİTLERİ

Bu çalışmada Lucas ve arkadaşları, eşzamanlı olarak ultra hafif, güçlü ve enerji emici olan ve %50 gerilimden sonra orijinal şekillerini geri kazanabilen, nano ölçekli seramiklerden oluşan nanolatitler üretmişlerdir. Yapılar, 5-60 nanometre et kalınlığında ve metre küp başına 6.3 ila 258 kilogram yoğunlukta olacak şekilde yapılmıştır. Sıkıştırma deneyleri, tüplerin çeper kalınlık-yarıçap oranının optimize edilmesinin, kurucu katıdaki kırılmayı elastik kabuk bükülme lehine bastırabileceğini ortaya koymuştur.⁹

SERAMİK LİF ÜRETİM SİSTEMİNİN PROSES VE YAPI İLİŞKİSİ

Bu makalede Wolfgang ve arkadaşları, seramik elektrospinning'in deneysel ve teorik temellerini incelemiştir. Ayrıca, lantanum kuprat elyafları için ateşlenmiş elyaf çapının öngörülmesine izin veren genişletilmiş bir elektro hidrodinamik (EHD) teorisi sunmuşlardır. Bu genişletilmiş EHD teorisinin çoğu seramik elektrospinning işlemine uygulanabilir olduğu varsayılmaktadır.¹⁰

ELEKTROSPINNING İLE ÜRETİLEN ÇİNKO OKSİT GAZ SENSÖRLERİ

Bu çalışmada Wang ve arkadaşları, Ortalama çapı 150 nm olan çinko oksit(ZnO) nano lifleri elektrospinning ile sentezlemişlerdir. Hazırlanan ZnO nano lifleri, hızlı bir tepki (zaman-3s) ve geri kazanım (zaman - 8s), süper hassasiyet ve yüksek seçicilik dahil olmak üzere 300°C çalışma sıcaklığında etanole karşı mükemmel algılama özellikleri sergilerler; bu da üretilen seramik nanolifi pratikte gaz sensörlerini üretmek için iyi bir aday yapar.¹¹

BEKLENTİLER

Elektrospun nano lifler, nano ölçekte gelecekteki akıllı elektronik cihazlara kolayca monte edilebilir. Elektro nano liflerin elektrospinning için bir başka belirgin avantaj, imalat işleminin oldukça verimli ve ölçeklenebilir olmasıdır. Düşük maliyetli elektrospun nano lifler foto-katalist ve lityum iyon akü elektrotlarındaki uygulamalar için yüksek potansiyele sahiptir. Hem elektrospinning hem de sol-jel işleme teknikleri sürekli iyileştirildiği için, önümüzdeki yıllarda seramik nanolif özelliklerinin ve uygulamalarının anlaşılmasında ilerleme kaydedilmesi beklenmektedir.

KAYNAKLAR

1. Esfahani, H., Jose, R. & Ramakrishna, S. Electrospun Ceramic Nanofiber Mats Today: Synthesis, Properties, and Applications. *Materials* **10**, 1238 (2017).
2. Dai, Y., Liu, W., Formo, E., Sun, Y. & Xia, Y. Ceramic nanofibers fabricated by electrospinning and their applications in catalysis, environmental science, and energy technology. *Polymers for Advanced Technologies* **22**, 326-338 (2011).
3. Wu, H., Pan, W., Lin, D. & Li, H. Electrospinning of ceramic nanofibers: Fabrication, assembly and applications. *Journal of Advanced Ceramics*

1, 2–23 (2012).

4. Malwal, D. & Gopinath, P. Fabrication and applications of ceramic nanofibers in water remediation: A review. *Critical Reviews in Environmental Science and Technology* **46**, 500–534 (2016).

5. Varghese, O. K. & Grimes, C. A. Metal Oxide Nanoarchitectures for Environmental Sensing. *Journal of Nanoscience and Nanotechnology* **3**, 277–293 (2003).

6. Formo, E., Yavuz, M. S., Lee, E. P., Lane, L. & Xia, Y. Functionalization of electrospun ceramic nanofibre membranes with noble-metal nanostructures for catalytic applications. *Journal of Materials Chemistry* **19**, 3878 (2009).

7. Wang, H. *et al.* Ultralight, scalable, and high-temperature-resilient ceramic nanofiber sponges. *Science Advances* **3**, e1603170 (2017).

8. Si, Y., Wang, X., Dou, L., Yu, J. & Ding, B. Ultralight and fire-resistant ceramic nanofibrous aerogels with temperature-invariant superelasticity. *Science Advances* **4**, eaas8925 (2018).

9. Meza, L. R., Das, S. & Greer, J. R. Strong, lightweight, and recoverable three-dimensional ceramic nanolattices. *Science* **345**, 1322–1326 (2014).

10. Sigmund, W. *et al.* Processing and Structure Relationships in Electrospinning of Ceramic Fiber Systems. *Journal of the American Ceramic Society* **89**, 395–407 (2006).

11. Wang, W. *et al.* Zinc Oxide Nanofiber Gas Sensors Via Electrospinning. *Journal of the American Ceramic Society* **91**, 3817–3819 (2008).

GIDA ENDÜSTRİSİNDE NANOTEKNOLOJİ UYGULAMALARI

Ayşenur Betül BİLGİN

İstanbul Teknik Üniversitesi, Gıda Mühendisliği Bölümü, Fen Bilimleri Enstitüsü, Maslak, İstanbul

bilgin18@itu.edu.tr (Ayşenur Betül BİLGİN)

FİLTASYONDA VE AMBALAJLAMADA KULLANILAN NANOLİFLERİN ÖNEMİ

Gıda endüstrisinde nanofiltrasyon olarak kullanılan nanoliflerin por büyüklüğü, membran kalınlığı, lif çapı ve lif düzeni, filtrasyon zamanı ve filtratın akış hızı için önemli parametrelerdir. Nanofiltrasyon için filtre edilemeyen kısım (retentate) ile filtrat (permeate) ürünlerinin fizikokimyasal özellikleri önem taşımaktadır. Gıda ambalajında kullanılmak için hazırlanan antimikrobiyal nanolifler için kalınlık, nem içeriği, suda çözünürlüğü, su buharı geçirgenliği önemli parametrelerdir. Gıdanın içerisindeki bakteriyel gelişim de analiz sonucu için önemlidir. Bu sebeple tüm nanoliflerin fiziksel özellikleri taramalı elektron mikroskobu, atomik kuvvet mikroskobu, FT-IR ve UV spektroskopisi, filtrasyon sonucundaki ürünlerin fizikokimyasal özellikleri HPLC, UV-vis spektroskopisi, refraktometre, pH metre ile analiz edilerek incelenmesi amaçlanmıştır.

NANOFİLTASYONDA KULLANILAN NANOLİF VE GIDA AMBALAJINDA KULLANILAN ANTİMİKROBİYAL NANOLİF ÇEŞİTLERİ

Nanofiltrasyonda elma suyu klarifikasyonu için elektrospun poly(ethylene terephthalate) nanolif, kahve ekstraksiyonu için polyamid TFC membran kullanılmıştır. Gıda ambalaj malzemesi olarak antimikrobiyal nanolif üretiminde, electrospun gelatin-glycerin-e-poly-lysine, jelatin içerisine gömülü moringa yağ/kitosan nanopartiküllü nanolif ve e-poly-lysine/kitosan nanolifi üretilmiştir.

NANOFİLTASYON VE ANTİMİKROBİYAL GIDA AMBALAJLAMA MEKANİZMASI

Gıda endüstrisinde nanofiltrasyon ve gıda paketlemede kullanılan nanoteknoloji uygulamaları günümüzde birçok avantaj sağlamaktadır.

Gıda prosesinde filtrasyon uygulamalarında geleneksel filtrasyon, ultrafiltrasyon (UF) ve ters ozmoz (RO) yöntemi kullanılmaktadır. Ancak nanoliflerin çok gözenekli yapısı, geniş yüzey alanı, küçük gözenekli yapısı, filtredeki akışın hızlı olması, filtrasyon sonucu oluşan filtre edilemeyen kısım ile filtratın yüksek kalitesi, kurulum ve işlem maliyetinin düşük olması sebebiyle endüstride yaygın bir biçimde

kullanılmaya başlanmıştır. Glikoz şurubundan %99 saflıkta dekstroz eldesinde ve içilebilir suyun yumuşatılmasında kullanılan NF uygulaması buna örnektir^{1,2}. Bu gibi sebeplerden dolayı instant kahve üretiminde, kahve ekstraksiyon aşamasında ve meyve suyu klarifikasyonunda NF kullanılarak NF performansı ve filtrasyonu sonucu oluşan gıdanın kalitesi incelenmiştir^{3,4}.

Son yıllarda gıda ambalaj malzemesi üzerine birçok nanoteknolojik çalışmalar yapılmıştır. Ambalajın mekanik özelliğini geliştirecek olan antimikrobiyal nanolifler üretilmiştir. ϵ -Poly-lysine (ϵ -PL), antimikrobiyal özelliğe sahip gıda koruyucu bir madde olarak et ürününde oluşabilecek *Listeria Monocytogenes* bakterisinin yan etkileri engellemek amacıyla gelatin-glycerin-e-poly-lysine kompozit nanolif üretilmiştir⁵. Peynirde *L. Monocytogenes* ve *S. Aureus* bakterilerini inhibit etmek amacıyla antimikrobiyal ve yüksek oksidatif özelliğe sahip moringa yağı ve kitosan nanopartikülleri ile gömülü jelatin nanolifi, tavukta *S. typhimurium* ve *S. enteritidis* bakterilerini inhibe etmek için e-poly-lysine/kitosan nanolifi üretilmiştir^{6,7}. Üretilen bu nanoliflerin mekanik özellikleri ve ürün içerisinde gelişebilecek olan mikrobiyal aktivite karşısındaki etkisi ve ürünün duyu ve mikrobiyolojik özellikleri incelenmiştir.

Application of Electrospun Poly(ethylene terephthalate) Nanofiber Mat to Apple Juice Clarification

Elma suyu klarifikasyonu için elektrospinning yöntemi ile poly(ethylene terephthalate) nanolif üretilmiştir³. Laboratuvar ölçekli olan bu çalışmada geleneksel filtrasyon, UF ve NF karşılaştırması yapılmış ve filtre performansı bakımından NF, geleneksel filtrasyona göre 10, UF'a göre 5 katı kadar daha kısa sürede işlemini tamamlamıştır. Geleneksel filtrasyonda sıcaklık ve bentonit ve jelatin gibi berraklaştırma ajanı kullanılırken nanofiltrasyonda buna ihtiyaç duyulmamıştır ve bu da maliyet açısından büyük bir kazançtır. NF'daki akış miktarı ise UF'a göre 3 katı kadar fazladır. NF, filtre performansı kadar elma suyunun yapısında da büyük başarı elde edilmiştir. Toplam fenolik madde miktarında, renk, bulanıklık, toplam katı miktarı ve asitliğinde herhangi

bir deęişiklik meydana gelmemiş sadece protein miktarında az bir kayıp meydana gelmiştir.

Application of Nanofiltration for Coffee Extract Concentration

İstant kahve üretiminde kahve ekstraksiyonunda nanofiltrasyon uygulanmıştır⁴. RO ve NF karşılaştırılmış ve polyamid membran kullanılmıştır. NF'nin RO'ya göre çok daha az maliyetli olduğu ve ekstrasyonun daha etkili olduğu belirlenmiştir. Akış hızının, filtratta kalan kahvedeki kafein miktarının daha fazla olduğu tespit edilmiştir.

Novel Electrospun gelatin-glycerin-ε-poly-lysine Nanofibers for Controlling *Listeria Monocytogenes* on Beef

ε-Poly-lysine (ε-PL), doğal olarak üretilen antimikrobiyal özelliğe sahip FDA (Food and Drug Administration) tarafından onaylı gıda koruyucu bir maddedir. Et ürünüde depolamada, taşımada oluşabilecek *Listeria Monocytogenes* bakterisinin yan etkileri engellemek amacıyla electrospinning yöntemiyle gelatin-glycerin-ε-poly-lysine kompozit nanolif üretilmiştir⁵. Et ürünü *L. Monocytogenes* ile inoküle edilip üretilen nanolif ile etraflıca sarılıp farklı derecelerde depolanmıştır. 7 ve 10 günlük depolama sonucunda bakteri kolonisi inhibe edilmesinin yanı sıra kolonide azalma meydana gelmiştir. Ette renk, koku, tat, kırmızılık analizinde önemli bir fark gözlenmemiştir. Böylelikle antimikrobiyal nanolifler başarılı bir şekilde etkisini göstermiştir.

Moringa Oil/chitosan Nanoparticles Embedded Gelatin Nanofibers for Food Packaging Against *Listeria Monocytogenes* and *Staphylococcus Aureus* on Cheese

Peynirde *Listeria Monocytogenes* ve *Staphylococcus Aureus* bakterilerini inhibit etmek amacıyla antimikrobiyal ve yüksek oksidatif özelliğe sahip moringa yağı ve kitosan nanopartikülleri ile gömülü jelatin nanolifi, electrospinning yöntemi ile üretilmiştir⁶. Peynir *L. Monocytogenes* ve *S. Aureus* ile inoküle edilip üretilen nanolif ile etraflıca sarılıp farklı sıcaklıklarda 4 gün depolanmıştır. Depolama sonucu bakteri kolonisi inhibe edilmiştir. Duyusal özelliklerinde herhangi bir fark görülmemiştir.

Preparation of ε-polylysine/chitosan nanofibers for food packaging against *Salmonella* on chicken

Tavukta *Salmonella typhimurium* and *Salmonella enteritidis* bakterilerini inhibe etmek için ε-poly-lysine/kitosan nanolifi electrospinning yöntemi ile başarılı bir şekilde üretilmiştir⁷. Tavuk parçasına bakteriler inoküle edilerek farklı sıcaklıkta 4 ve 7 gün depolanmıştır. Depolama sonucu bakteriler inhibe

edilmiştir. Duyusal analiz sonucunda ise önemli bir fark bulunmamıştır.

BEKLENTİLER

Gıda ambalajında antimikrobiyal olarak üretilen nanoliflerin uzun süreli antimikrobiyal etki göstermesi, raf ömrünü uzatabilecek (sıcaklık ve nem kontrolü sağlayabilen) yapıya sahip olması ve endüstriyel olarak üretilip kullanılması ve ayrıca nanofiltrasyonun da endüstriyel olarak daha yaygın bir biçimde kullanıma geçilmesi beklenmektedir.

KAYNAKLAR

1. Binder, T.P., Clinton, N., Hadden, D.K., Sievers, L.J.: US5869297 (1999).
2. Muralidhara, H.S., Lee, R.S., Aschauer M.N., : US20030015470 A1 (2003).
3. Vincze, I., ve Vatai, G. (2004). Application of nanofiltration for coffee extract concentration. *Desalination*, 162, 287-294.
4. Veleirinho, B., ve Lopes-da-Silva, J. A. (2009). Application of electrospun poly (ethylene terephthalate) nanofiber mat to apple juice clarification. *Process Biochemistry*, 44(3), 353-356.
5. Lin, L., Gu, Y., ve Cui, H. (2018). Novel electrospun gelatin-glycerin-ε-Poly-lysine nanofibers for controlling *Listeria monocytogenes* on beef. *Food Packaging and Shelf Life*, 18, 21-30.
6. Lin, L., Gu, Y., ve Cui, H. (2019). Moringa oil/chitosan nanoparticles embedded gelatin nanofibers for food packaging against *Listeria monocytogenes* and *Staphylococcus aureus* on cheese. *Food Packaging and Shelf Life*, 19, 86-93.
7. Lin, L., Xue, L., Durairasan, S., & Haiying, C. (2018). Preparation of ε-polylysine/chitosan nanofibers for food packaging against *Salmonella* on chicken. *Food packaging and shelf life*, 17, 134-141.

POLİANİLİN GAZ SENSÖRÜ

Hasbi ÖNER

İstanbul Teknik Üniversitesi, Nanobilim ve Nanomühendislik Bölümü, İstanbul

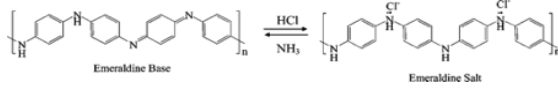
oner19@itu.edu.tr (Hasbi ÖNER)

GAZ ALGILAMA LİFLERİ

150 yıldan uzun bir süredir bilinen polianilin, potansiyeli ile önemli yer kaplamaktadır. Kolay sentezlenmesi, çevre stabilizasyonun yüksek olması ve asit baz etkileşimli kimyası nedeniyle en faydalı iletken polimerlerden biridir. Bu polimerin bir nano yapısının yeni özellikler veya artırılmış performans sunabileceği için nano fiber ve nano partikül yapıları polianilin, son birkaç yılda büyük ilgi görmüştür. Bu makale, polianilin nano liflerinin sentezi, işlenmesi, özellikleri ve uygulamaları konusundaki son araştırmalarımızı özetlemektedir [6].

MEKANİZMASI ve AVANTAJLARI

Polianilin oda sıcaklığında kimyasal türlerle reaksiyona girebilme kabiliyetleri nedeniyle kullanışlıdır. Yüzey alanı etrafındaki gazı algılamak için kullanılan sensörler için önemli bir yere sahiptir. Farklı yüzey oranına sahip çok sayıda üretim yöntemi ve farklı lifler vardır. Polianilin, tersinir asit / baz doping işlemi sayesinde benzersiz bir özelliğe sahiptir. Asit veya katkı katılmış zümrüt formunda polianilin iletken [2].



Polianilin elektriksel özellikleri asitler veya bazlar gibi analitlere maruz kaldıklarında büyüklük derecelerine göre değişmek ile birlikte gaz fazında bu analitlerin tespiti için yararlı bir malzeme olmaktadır. Polianilin temel olarak HX veya NH₃X içeren malzemeyi algılamak için oksidasyon ve indirgeme işlemlerini kullanır [5]. Elektronların sensör üzerinde akmasına izin verir. Nano liflerin çapının polimerizasyonda kullanılan asit ile ilişkili olduğu bulunmuştur. Hidroklorik asitle üretilen nano liflerin ortalama çapı, yaklaşık 30 nm'dir; kafur sülfonik asitte yapılanlar 50 nm'ye yaklaşmakta ve perklorik asitte sentezlenenler, yaklaşık 120 nm'dir. Sıcaklık, reaksiyon süresi ve anilin ve oksidan konsantrasyonu gibi diğer reaksiyon parametrelerinin, ortaya çıkan elyafların boyutları üzerinde çok az etkisi olduğu görülmektedir [6]. Sensör tepkisi nano fiber çapı ile ilgilidir; daha küçük çaplı nano fiberler, büyük çaplı nano fiberlerden daha büyük tepki gösterirler çünkü orantılı olarak daha yüksek bir yüzey alanına sahiptirler, böylece gaz ile daha büyük çaplı nano fiberlerden daha verimli

etkileşime girebilirler [5]. Yüzey alanı metal oksit veya başka bir uygun malzeme eklenerek genişletilebilir.

Gao, L.; Yin, C.; Luo, Y.; Duan, G.

Facile Synthesis of the Composites of Polyaniline and TiO₂ Nanoparticles Using Self-Assembly Method and Their Application in Gas Sensing. *Nanomaterials* 2019, 9, 493. <https://doi.org/10.3390/nano9040493>

Hybrid polyaniline-WO₃ flexible sensor: A room temperature competence towards NH₃ gas S.B.Kulkarni Y.H.Navale S.T.Navale F.J.Stadler N.S.Ramgir V.B.Patil <https://doi.org/10.1016/j.snb.2019.02.094>

Sensors including redox-active selector complexes US20190086360A1 United States Inventor: Timothy M. Swager, Suchol Savagatrup, Vera Schroder, Maggie He, Sibbo Lin, Xi-Xiang Zhang, Khaled N. Salama

KAYNAKLAR

1. Ding, B., Wang, M., Yu, J., & Sun, G. (2009). Gas sensors based on electrospun nanofibers. *Sensors*. <https://doi.org/10.3390/s90301609>
2. Virji, S., Huang, J., Kaner, R. B., & Weiller, B. H. (2004). Polyaniline nanofiber gas sensors. *Nano Letters*, 4(3), 491–496.
3. Boeva, Z. A., & Sergeev, V. G. (2014). Polyaniline: Synthesis, Properties, and Application, (September). <https://doi.org/10.1134/S1811238214010032>
4. Pandey, S. (2016). Journal of Science: Advanced Materials and Devices Highly sensitive and selective chemiresistor gas / vapor sensors based on polyaniline nanocomposite: A comprehensive review. *Journal of Science: Advanced Materials and Devices*, 1(4), 431–453. <https://doi.org/10.1016/j.jsamd.2016.10.005>
5. Blair, R., Shepherd, H., Faltens, T., Haussmann, P. C., Kaner, R. B., Tolbert, S. H., ... Weiller, B. H. (2008). Construction of a Polyaniline Nanofiber Gas Sensor. *Journal of Chemical Education*, 85(8), 1102. <https://doi.org/10.1021/ed085p1102>
6. Dan, L. L., Huang, J., & Kaner, R. B. (2009). Polyaniline nanofibers: a unique polymer nanostructure for versatile applications. *Accounts of Chemical Research*. <https://doi.org/10.1021/ar800080n>
7. Chen, D., Guo, X., Wang, Z., Wang, P., Chen, Y., & Lin, L. (2011). Polyaniline nanofiber gas sensors by direct-write electrospinning. *Proceedings of the IEEE International Conference on Micro Electro Mechanical Systems (MEMS)*, 1369–1372. <https://doi.org/10.1109/MEMSYS.2011.5734689>

HAVA FİLTRELERİNDE NANOFİBER

Zeynep Selin BAŞARAN

İstanbul Teknik Üniversitesi, Polimer Bilimi ve Teknolojisi Bölümü, Maslak, İstanbul

E-mail: basaranz@itu.edu.tr

HAVA FİLTRELERİNDE NANOFİBERLERİN ÖNEMİ

Mikro ve nano boyutlardaki partiküller solunum yoluyla insan vücuduna girmekte ve çeşitli solunum yolu rahatsızlıklarına sebep olmaktadır. Günümüzde artan sanayileşme ile hava filtrelerine duyulan ihtiyaç gün geçtikçe artmaktadır. Hava filtreleri genel olarak ameliyathaneler, koruyucu giysiler, gaz maskeleri, mikroçip üretim tesisleri, nükleer fabrikalar, araç kabinleri ve elektrikli süpürgeler gibi alanlarda ve çeşitli proseslerde kullanılmaktadır. Son yıllarda hava kirliliği ile başa çıkmak için, nanolifli hava filtrelerinin kullanımı, yüksek yüzey-hacim oranı, yüksek gözeneklilik oranı ve yüksek verim alınması nedeniyle yaygın olarak uygulanan güvenilir bir yaklaşım olmuştur.¹ Fiber çapı azaldıkça, birim alandaki fiber miktarı artmış olur, dolayısıyla gözenek sayısı azalır. Filtrenin yüzey alanının artmasıyla ise, gözenek boyutu küçülür ve partikülün yakalanma verimi artar. Bu da nanofiberleri hava filtrelerinde seçici malzemeler haline getirir.²

GENEL ÜRETİM TEKNİKLERİ VE MEKANİZMALAR

Nanolif üretiminde, elektrospinning yöntemi genellikle hızlı, ucuz, tekrarlanabilir ve seri üretime uygun olduğu için kullanılmaktadır. Hutten hava filtrasyonunda kullanılan keçelerin üretim metodlarının ergitme üfleme, spunbond, ıslak yatırma ve elektro-eğirme olduğunu ifade etmiştir. En küçük fiberin elektro-eğirme yöntemiyle üretilebileceğini, ayrıca elektro-eğirme haricindeki tüm üretim yöntemlerinde 1 µm fiber çapının altına inilmesinin pek mümkün olmadığını ifade etmiştir.³ Elektrospinning ile, diğer yöntemlere kıyasla daha az enerji, daha az malzeme ve geniş bir polimer yelpazesine sahip nanolif üretimi yapılabilir. Çeşitli polimerlerden nanolif üretebilmek, istenen fonksiyonlara göre filtre malzemesi seçebilme imkanı sağlar. Çok küçük boyuttaki partiküllerin ayrıştırılması hassas filtreleme işlemleridir ve mikrofiltrasyon, ultrafiltrasyon, nanofiltrasyon ve ters osmoz mekanizmalarıyla gerçekleştirilir. Mikrofiltrasyon inceliği 0,1 µm (100 nm)'den daha az olan parçacıkların filtrasyonu içindir. Ultrafiltrasyonda ise parçacık boyutu 0,004 µm ile 0,1 µm (4-100 nm) arasındadır. Nanofiltrasyon içinse boyut aralığının yaklaşık olarak 0,0012 µm - 0,012 µm (1,2-12 nm) olduğu bilinmektedir.³

YÜKSEK VERİMLİ, ANTİMİKROBİYAL, HAFİF HAVA FİLTRESİ OLARAK : İPEK NANO LİFLER

İpek, yaygın olarak bulunan, biyoyumlu ve çevresel açıdan sürdürülebilir bir doğal materyaldir. Bu çalışmada, tipik ticari mikrofiber hava filtrelerine kıyasla hem PM_{2.5} hem de mikron altı partiküller için düşük hava akımı direnci ve hafiflik ile üstün filtrasyon etkinliği sergileyen insan dostu bir ipek nanofiber hava filtresi gösterilmiştir. Ek olarak, antibakteriyel aktivite gibi fonksiyonlar, ipek nanofiber hava filtrelerine kolayca entegre edilebilir ve çok işlevli hava filtrelerinin üretilmesine olanak sağlar. İpeğin doğal bolluğu ve biyoyumluluğu ile birlikte diğer özellikleri, ipek nanoliflerinin hava filtreleri, özellikle rahat ve kişisel hava temizleyicileri olarak kullanımı için büyük bir potansiyel olduğunu göstermektedir. Bu çalışmada, ipek nanofiber membranlar, hammadde olarak ipekböceği kozalarının elektrosponi ile elde edilmiştir. İpek nanofiber membranlar, PM_{2.5} için %98.8 ve benzer filtrasyon verimine sahip ticari mikrofiber membranlardan daha düşük bir basınç düşüşü ile 300-nm partiküller için %96.2 filtrasyon verimi göstermiştir. Ek olarak, bir ipek nanofiber zarının temel ağırlığı, benzer filtrasyon verimliliğine sahip tipik bir ticari solunum maskesinin sadece 60'da 1'dir. Ayrıca AgNP katkılı ipek nano lifleri, tipik bir Gram negatif bakteri olan Escherichia coli'ye (E. coli) ve tipik bir Gram-pozitif bakteri olan Staphylococcus aureus'a (S. aureus) karşı belirgin antibakteriyel faaliyetler göstermiştir.⁴

YÜKSEK VERİMLİ, ÇEVRE DOSTU, OPTİK OLARAK YARI SAYDAM VE ÇOK İŞLEVLİ HAVA FİLTRELERİ İÇİN İPEK PROTEİNİ NANO LİFLER

Bu çalışmada hava kirliliğini azaltmak, çevreyi korumak ve günlük yaşamda karşılaşılan tehlikeli kimyasal buharları tespit etmek için oldukça etkili olan yüksek verimli, çevre dostu, biyoyumlu, yarı saydam ve çok işlevli bir hava temizleme filtresi rapor edilmektedir. Hammaddesi Bombyx mori kozası olan ipek proteini nanolif, bir elektrospinning işlemi ile doğrudan bir pencere ekranında üretilmiştir. İpek nanolifinin hava filtrelerinin optik özellikleri (yarı saydamlık ve saçılma), görülebilirliği sağlamak ve oda sıcaklığını kontrol etmek için avantajlı

bulunmuştur. Üretilen bu ipek liflerin hava filtreleme verimleri, ticari (yarı-HEPA) filtrelerin performansını aşarak, 2.5 ve 10 µm altındaki boyutlarda PM'ler için %90 ve %97'ye ulaşabileceği gösterilmiştir. Kullanımdan sonra, ipek proteinli nano lifler doğal olarak bozunabilir. Ayrıca, çalışmada organik boyalarla entegre edilmiş ipek nanoliflerin günlük yaşamda karşılaşılan tehlikeli ve uçucu buharları algılayabildiği de belirtilmiştir. Amonyak (NH₃) ve metanol (MeOH) buharlarının tespitinde kullanılan oldukça hassas kolorimetrik ve flüoresan kemosensör kapasiteleri gösterilmiştir.⁵

YÜKSEK VERİMLİ ELEKTROSTATİK FİLTREASYON İÇİN AL KAPLI İLETKEN NANOFİBER FİLTRELER

Bu çalışma, enerji tasarruflu ve yüksek performanslı bir elektrostatik filtreleme sistemi için iletken bir metal/polimer kompozit hava filtresinin geliştirilmesine ilişkin değerli bilgiler sunmaktadır. Havadaki partiküllerin (>% 99) verimli elektrostatik olarak uzaklaştırılması adına Al kaplı bir iletken nanofiber filtre üretilmiştir. Eğer bir lifli filtre yüksek elektrik iletkenliğine sahipse, ESP (elektrostatik çöktürücü) teknolojisi doğrudan filtreye uygulanabilir. Son zamanlarda grubumuz, Al öncül mürekkebi AlH₃{O(C₄H₉)₂} kullanılarak doğrudan Al'in ayrışmasının bir polyester (PET) dokunmamış filtresinin lifleri üzerine reaksiyonu ile üretilmiş bir Al-kaplamalı iletken fiber filtresi geliştirilmiştir. Bu filtre, 10 cm/s'lik bir hava akış hızında ~ 4.9 Pa bölgesinde düşük basınç düşüşleri gösterirken, 30 ila 410 nm arasındaki partikül boyutları için %99'dan yüksek elektrostatik PM giderme oranları vermiştir. Ek olarak, lif büyüklüğü ve paketleme yoğunluğunun filtrasyon verimi, kalite faktörü ve parçacık biriktirme davranışı üzerindeki etkilerini sayısal olarak analiz etmişlerdir.⁶

YÜKSEK VERİMLİ YÜZEY MODİFİYE NANOFİBER FİLTRELER

Bu çalışmada, elektrospon poliakrilonitril nano lifleri (EPNF'ler) tarafından yüksek verimli bir PM_{2.5} yakalama hava filtresi gösterilmiştir. EPNF'lerin yüzeyi, -CONH₂, -COOH ve -COOR gibi fonksiyonel gruplar üretmek için oksijen plazma işlemiyle değiştirilmiştir. EPNF'ler, DC güç kaynağı, PM kaynağı, PM sensörü ve PM giderme test odasından oluşan el yapımı PM çıkarma sisteminde hava filtresi olarak kullanılmıştır. Test sonucu PM_{2.5} giderim verimi %94.02, basınç düşüşü 18 Pa, Dünya Sağlık Örgütü tarafından önerilen PM seviyesine ulaşma süresi 15dk, kalite faktörü 0.1564Pa⁻¹ olarak gösterilmiştir. Tüm ana faktörler karşılaştırıldığında, PEPNF (the plasma-treated EPNFs) hava filtresi en verimli PM çıkarma performansını göstermiştir. Bu deneysel sonuçlara dayanarak, yüzey modifikasyonunun, yüksek

performanslı PM giderme verimi elde etmek için etkili bir metodoloji olduğu bulunmuştur.⁷

TEK KULLANIMLI VEYA ÇOK KULLANIMLI GAZ MASKELERİ

Bu patente, nano lifleri oluşturmak için bir elektrosponleme işlemi ile kişisel bir koruma ekipmanı maskesi veya solunum cihazı gibi bir filtrasyon ortamının imalat yöntemleri öne sürülmüştür. Bazı düzenlemeler, örneğin bir insan yüzü şeklinde olabilen dışbükey bir kalıp üzerine elektrosponleme malzemesi içerebilir. Diğer düzenlemeler, düz bir katlama maskesi gibi kişisel bir koruyucu ekipman maskesinin bir iç veya dış kabuğu üzerine elektrosponleme malzemesi giydirilir. Bu elektrospon nanolifler işlevselleştirilebilir ve bu nedenle örneğin bir veya daha fazla gaz yakalamak için kullanılabilir.⁸

BEKLENTİLER

Çevresel uygulamalar için gelecek nesil filtreler, uygun maliyetli ve enerji tasarruflu nanolif membranlara dayanmalıdır. Ayrıca, üretim verimliliği solvent parametresine de bağlı olduğu için zararlı organik çözücülerin kullanımı olmadan üretim süreçlerinin geliştirilmesi gerekmektedir. Yakın gelecekte özel filtreler sadece özel bir boyutta olmayabilir, aynı zamanda nanoparçacık bazlı adsorbanlarla entegre edilmiş nanolifler kullanarak spesifik bileşikler çekmek için de imal edilebilirler. Ek olarak, ürünlerin daha küçük, daha ince, daha hafif olması ve daha yüksek yaşam döngüsüne sahip olması beklentiler arasındadır.

KAYNAKLAR

1. Shi, L., Zhuang, X., Tao, X., Cheng, B. & Kang, W. Solution blowing nylon 6 nanofiber mats for air filtration. *Fibers and Polymers* **14**, 1485–1490 (2013).
2. Vaughn, E. & Ramachandran, G. Fiberglass Vs. Synthetic Air Filtration Media. *International Nonwovens Journal* **os-11**, 1558925002OS-01 (2002).
3. Hutten, I. M. Filtration Mechanisms and Theory. in *Handbook of Nonwoven Filter Media* 53–107 (Elsevier, 2016). doi:10.1016/B978-0-08-098301-1.00002-2
4. Wang, C. *et al.* Silk nanofibers as high efficient and lightweight air filter. *Nano Research* **9**, 2590–2597 (2016).
5. Min, K., Kim, S. & Kim, S. Silk protein nanofibers for highly efficient, eco-friendly, optically translucent, and multifunctional air filters. *Scientific Reports* **8**, (2018).
6. Choi, D. Y. *et al.* Al-Coated Conductive Fiber

Filters for High-Efficiency Electrostatic Filtration: Effects of Electrical and Fiber Structural Properties. *Scientific Reports* **8**, (2018).

7. Kim, H.-J. *et al.* Surface-modified polymer nanofiber membrane for high-efficiency microdust capturing. *Chemical Engineering Journal* **339**, 204–213 (2018).

8. US20140097558A1.pdf.