



**T.C.
HATAY MUSTAFA KEMAL ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ**

**ALLİL TRİKLORSİLAN ve DİKLORMETİL VİNİLSİLAN
MONOMERLERİNDEN ÜRETİLEN POLİKARBOSİLİN
POLİMERLERİNİN ELEKTROEĞİRME YÖNTEMİ İLE FİBERLERİNİN
ÜRETİLMESİ**

HAYRİYE ONAY

KİMYA ANABİLİM DALI

YÜKSEK LİSANS TEZİ

**HATAY
KASIM - 2021**



T.C.
HATAY MUSTAFA KEMAL ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

**ALLİL TRİKLORSİLAN ve DİKLORMETİL VİNİLSİLAN
MONOMERLERİNDEN ÜRETİLEN POLİKARBOSİLİN
POLİMERLERİNİN ELEKTROEĞİRME YÖNTEMİ İLE FİBERLERİNİN
ÜRETİLMESİ**

HAYRİYE ONAY
ORCID:0000-0002-1192-5725

KİMYA ANABİLİM DALI

YÜKSEK LİSANS TEZİ

Danışman
Prof. Dr. Yusuf NUR
ORCID: 0000-0002-9071-5311

HATAY
KASIM - 2021

19/11/2021

TEZ BİLDİRİMİ

Tez içindeki bütün bilgilerin etik davranış ve akademik kurallar çerçevesinde elde edilerek sunulduğunu, tez yazım kurallarına uygun olarak hazırlanan bu çalışmada bana ait olmayan her türlü ifade ve bilginin kaynağına eksiksiz atıf yapıldığını ve tez üzerinde Yükseköğretim Kurulu tarafından hiçbir değişiklik yapılamayacağı için tezin bilgisayar ekranında görüntülendiğinde asıl nüsha ile aynı olması sorumluluğunun tarafıma ait olduğunu beyan ederim.

İmzası

Hayriye ONAY

ÖZET

ALLİL TRİKLORSİLAN ve DİKLORMETİL VİNİLSİLAN MONOMERLERİNDEN ÜRETİLEN POLİKARBOSİLİN POLİMERLERİNİN ELEKTROEĞİRME YÖNTEMİ İLE FİBERLERİNİN ÜRETİLMESİ

Seramikler malzemeler sahip oldukları birçok fiziksel ve kimyasal özellik nedeni ile günlük hayatımızda çok yaygın olarak kullanılan malzemelerdir. Seramiklerin kimyasal yapıları üretildikten sonra işlenmelerini ve farklı morfolojilerde malzemeler halinde üretilmelerini zorlaştırmaktadır. Ayrıca seramiklerin çözünür olmamaları ve çok sert olmaları nedeni ile bu işlenmelerini ve kullanım alanlarını sınırlamaktadır. Bu zorlukları aşmak için yeni bir yaklaşım olan özel polimerlerden yola çıkarak üretimleri için birçok çalışma yapılmaktadır. Bu polimerlere seramik ön polimerler adı verilmektedir. Bu amaçla en yaygın olarak kullanılan polimerler polikarbin, polisilan ve polisilin olarak adlandırılır. Seramik ön polimerler, istenen seramik yapı ile benzer kimyasal yapıya sahiptir. Örneğin polikarbin polimerlerinden biri olan poli(hidridokarbin) (PHC) elmas yapısını andırır. Polisilinlerden olan poli(silin-kokarbin) veya polikarbosilan (PSK) polimerleri SiC ile benzer yapıya sahiptir. Bu nedenle, seramik oluşumu, polimerlerin inert atmosferde ve atmosferik basınç altında ısıtılmasıyla başarılı bir şekilde gerçekleştirilebilir. Bunun yanında, polimerler yaygın ve ucuz organik çözücülerde çözünebilir yapıda olduğu gibi yüksek molekül ağırlığında ve yüksek çapraz bağ oranına sahip bir malzeme olarak üretilmektedir. Bu nedenle bir yüzeye film olarak kaplanabilir ve o yüzeyde seramik filme dönüştürülebilir. Bunun yanında çözünür olmaları, bu tezin de amacı olan ve hiç yapılmamış bir çalışma olan, elektroegirme yöntemi ile lif üretimine de olanak sağlamaktadır. Tez kapsamında diklorometil vinilsilan ve alliltriokloro silan monomerleri kullanılarak iki PSK polimeri elektrokimyasal yöntemle sentezlendi. Elektrokimyasal yöntem çok basit, özel sentez ortamına ihtiyaç duyulmayan ve polimer üretim verimi çok yüksek olan bir yöntemdir. Yöntem özetle şu şekildedir; tek kompartmanlı bir elektroliz hücresinde susuz çözücü içerisine tetrabütülamonyum tetraflorborat destek elektroliti ve monomer eklenerek ve 2 çelik elektrota 8V potansiyel uygulanarak polimerler yüksek verimle sentezlendiler. Bu polimerlerin karakterizasyonu UV/Vis, FTIR ve NMR spektroskopik yöntemleri kullanılarak yapıldı. Üretilen polimerin lifleri elektroegirme metodu ile üretildi. Liflerin karakterizasyonu dijital fotoğraf, optik mikroskop görüntüleme ve SEM kullanılarak yapıldı.

2021, 89 sayfa

Anahtar Kelimeler: Elektropolimerizasyon, Polikarbosilan, Seramik Ön Polimer, Seramik, Silisyumdioksit.

ABSTRACT

FIBER PRODUCTION of POLYCARBOSILYNE SYNTHESIZED USING ALLYL TRICHLOROSILANE and CHLOROMETHYL VINYL SILANE MONOMERS by ELECTROSPINNING METHOD

Scientists and industrialists because of the physical and chemical properties of ceramic materials is that they have always attracted attention. It is very important parameter to control the shape of a material, structure, and morphology control of manufacturing conditions. Ceramics are materials that are widely used in our daily life due to their many physical and chemical properties. The chemical structures of ceramics make it difficult to process them after they are produced and to produce them as materials with different morphologies. In addition, since ceramics are insoluble and physically very hard, this limits their processing and usage areas. In order to overcome these limitations, many studies are carried out for the production of ceramics based on special polymers, which is a new approach in this research area. These polymers are called ceramic prepolymers. The most common polymers are used for this purpose named as polycarbyne, polysilane and polysilyne. These ceramic prepolymers have similar chemical structures as the desired ceramic structure. For example, poly(hydridocarbyne) (PHC) that is a one of the polycarbyne polymers resembles a diamond structure. Polysilynes have similar structure with a SiC. Therefore, the ceramic formation can be successfully accomplished by heat treatment of polymers in inert atmosphere. These polymers can be produced as the material with high molecular weight with the high crosslink ratio as well as soluble in common and cheap organic solvents. Thus, they can be coated on surfaces as films and converted to ceramic films on these surfaces. In addition, their solubility also enables fiber production by electrospinning method, which is the aim of this thesis. Within the scope of the thesis, two PSK polymers were synthesized by electrochemical method using dichloromethyl vinylsilane and allyltrichloro silane monomers. Electrochemical method is very simple method with high yield, which do not require special synthesis medium. The method as summarized here; the ceramic prepolymers were synthesized successfully and with high efficiency by adding tetrabutylammonium tetrafluoroborate support electrolyte and monomer into a single compartment electrolysis cell and applying 8V potential to copper and steel electrodes. The characterization of these polymers was done using UV/Vis, FTIR and NMR spectroscopic methods. The fibers of the polymers were produced by the electrospinning method. Characterization of fibers was done using digital photography, optical microscope imaging and SEM.

2021, 89 pages

Key words: Electropolymerization, Ceramic, Polymer Precursors, Polycarbosilane, Silicon dioxide.

TEŞEKKÜR

Mesleki ve akademik hayatımda önemli kararlar almam gerektiğinde sürekli yanımda olan ve varlığı ile benim için önemli bir rol model oluşturan, gerek yüksek lisans tez konumunun belirlenmesinde gerek araştırılması ve yazımı sırasında sahip olduğu bilgi birikimi ve tecrübesi ile çalışmalarına ışık tutan ve yardımını esirgemeyen danışman hocam Prof. Dr. Yusuf NUR'a sonsuz saygı ve teşekkürlerimi sunarım.

Tez çalışmalarım sırasında tüm bölüm olanaklarından yararlanmamı sağlayan Hatay Mustafa Kemal Üniversitesi (HMKÜ) Fen Edebiyat Fakültesi Bölüm Başkanlığı'na, tez çalışmalarım için maddi destek veren HMKÜ Bilimsel Araştırma Projeleri Koordinatörlüğüne ve HMKÜ FBE Enstitüsü Müdürlüğü çalışanlarına teşekkürlerimi sunarım.

Tez çalışmalarım süresince, tüm laboratuvar çalışmalarında yapmış oldukları katkı ve yardımları için Selin Delatioğlu ve Özge Açıkgöz'e çok teşekkür ederim.

Eğitim hayatım boyunca beni maddi ve manevi olarak destekleyen, güvenen ve daima yanımda olan canım aileme sonsuz minnet ve şükranlarımı sunarım.

İÇİNDEKİLER

ÖZET.....	I
ABSTRACT.....	II
TEŞEKKÜR.....	III
İÇİNDEKİLER	IV
ÇİZELGELER DİZİNİ	VI
ŞEKİLLER DİZİNİ.....	VIII
SİMGELER ve KISALTMALAR DİZİNİ	XIII
1. GİRİŞ.....	1
1.1. Temel Bilgiler.....	2
1.1.1. Acheson Yöntemi	4
1.1.2. Kimyasal Buhar Biriktirme	5
1.1.3. Seramik Ön Polimerlerden Üretim	5
2. ÖNCEKİ ÇALIŞMALAR.....	7
3. MATERYAL ve YÖNTEM.....	25
3.1. Materyal.....	25
3.2. Malzemeler:.....	25
3.3. Yöntem	26
3.3.1. GP1 ve GP2 polimer Üretimi	26
3.3.1.1 GP1 Polimerinin Elektrokimyasal Sentezi.....	26
3.3.1.2 GP2 Polimerinin Elektrokimyasal Sentezi.....	27
3.3.2. GP1 ve GP2 Polimerlerden Lif Eldesi ve Seramik Lif Üretimi	28
3.3.2.1 GP1 Polimerlerden Lif Üretimi ve EE Prosesinin Optimizasyonu	30
3.3.2.1.1 GP1 ve PS Karışımlarından Lif Üretmek için EE Deneysel Parametreler.....	31
3.3.2.1.2 GP1' in Farklı Derişimlerde Hazırlanan Çözeltilerinden Lif Üretimi için Optimum Parametre Çalışmaları	32
3.3.2.1.3 %7 GP1 (w/w) ve Eklenen PS Polimer Derişiminin Etkisinin Araştırılması Üzerine Tasarlanan Deneysel Parametreler.....	33
3.3.2.1.4 Kütlece %7 GP1 ile %3 PS Karışımına yüzey gerilimi arttırmak için Tween ekleyerek Lif Üretmek İçin Çalışılan Deneysel Parametreler	34
3.3.2.2 GP1 Polimeri Liflerinden Seramik Lif Üretimi	35
3.3.2.3 GP2 Polimerinden Lif Üretimi ve Elektroeğirme (EE) Prosesinin Optimizasyonu	35
3.3.2.3.1 GP2 ve PS Karışımlarından Lif Üretmek İçin EE Deneysel Parametre Çalışmaları	36
3.3.2.3.2 GP2' in Farklı Derişimlerde Hazırlanan Çözeltilerinden Lif Üretimi İçin Optimum Parametre Çalışmaları.....	37
3.3.2.3.3 %7 GP2 (w/w) ile PS'nin Farklı Derişimlerinde Hazırlanan Karışımlardan Lif Üretimi Üzerine Tasarlanan Deneysel Parametreler	38
3.3.2.4 GP2 Polimerinin Liflerinden Seramik Lif Üretimi	39
4. ARAŞTIRMA BULGULARI ve TARTIŞMA	40
4.1. Polimerlerden Üretilen Liflerin Analizleri	42
4.1.1. Optimum Parametre Çalışmaları	42
4.1.2. GP1 ve PS ile Yapılan Optimum EE Lif Üretme Çalışmalarının Sonuçları ..	43
4.1.3. Sadece GP1 Polimeri İle Lif Üretimi	52
4.1.4. %7 GP1 (w/w) ve Farklı % Derişimlerde PS Polimeri İle Lif Üretme	55

4.1.5. %7 GP1 (w/w), %3 PS Çözeltisine %1,5 Tween Polimeri Eklenmesi İle Yapılan Lif Üretme Çalışmaları.....	64
4.1.6. GP2 ve PS ile Yapılan EE Lif Üretme Çalışmalarının Sonuçları.....	70
4.1.7. Sadece GP2 Polimeri ile Lif Üretimi.....	73
4.2. %7 GP2 (w/w) ve Farklı Derişimlerde PS Polimeri İle Lif Üretme.....	76
5. SONUÇ ve ÖNERİLER.....	81
KAYNAKLAR	83
ÖZGEÇMİŞ	89



ÇİZELGELER DİZİNİ

Çizelge 1.1. İleri mühendislik seramikleri ve uygulama alanları.....	1
Çizelge 3.1. Kullanılan Kimyasal maddeler	25
Çizelge 3.2. GP1 ve GP2 polimerlerinin elektrokimyasal üretiminde uygulanan deneysel koşullar	26
Çizelge 3.3. Kütlece %5 GP1 ve %5PS karışımı ile toplayıcı plaka ile iğne ucu arasındaki mesafesinin etkisi incelemek için EE deneysel çalışmada parametreleri (Akış hızı: 0,10 ml. sa ⁻¹)	31
Çizelge 3.4. Kütlece %5 GP1 ve %5PS karışımı ile uygulanan gerilimin etkisi incelemek için EE deneysel çalışmada parametreleri (Akış hızı: 0,10 ml. sa ⁻¹).....	32
Çizelge 3.5. Kütlece %5 GP1 ve %5PS karışımı ile toplayıcı plaka ile iğne ucu arasındaki mesafesinin etkisi incelemek için EE deneysel çalışmada parametreleri (Akış hızı:0,15 ml. sa ⁻¹)	32
Çizelge 3.6. Kütlece %5 GP1 ve %5PS karışımı ile farklı potansiyel uygulanarak yapılan EE deneysel çalışmada parametreleri (Akış hızı: 0,15 ml. sa ⁻¹).....	32
Çizelge 3.7. Kütlece %2, %5 ve %7 GP1 örneklerinin EE çalışma parametreleri (Akış hızı: 0,10 ml. sa ⁻¹).....	32
Çizelge 3.8. Kütlece %2, %5 ve %7 GP1 örneklerinin EE çalışma parametreleri (Akış hızı: 0,15 ml. sa ⁻¹).....	33
Çizelge 3.9. Çizelge 3.9 Kütlece %7 GP1 ile farklı potansiyel uygulanarak yapılan EE çalışma parametreleri (Akış hızı: 0,10 ml. sa ⁻¹)	33
Çizelge 3.10. Kütlece %7 GP1 ile farklı potansiyel uygulanarak yapılan EE çalışma parametreleri (Akış hızı: 0,15 ml. sa ⁻¹)	33
Çizelge 3.11. %7 GP1 ile eklenen PS derişiminin lif üretimine etkisi üzerine yapılan EE çalışma deney parametreleri (Akış hızı: 0,10 ml. sa ⁻¹).....	33
Çizelge 3.12. %7 GP1 ile eklenen PS derişiminin lif üretimine etkisi üzerine yapılan EE çalışma deney parametreleri (Akış hızı: 0,15 mL. sa ⁻¹)	34
Çizelge 3.13. Kütlece %7 GP1, %3 PS ve Tween eklenerek yapılan EE çalışma parametreleri (Akış hızı: 0,10 ml. sa ⁻¹)	34
Çizelge 3.14. Kütlece %7 GP1, %3 PS ve Tween eklenerek yapılan EE çalışma parametreleri (Akış hızı: 0,15 ml. sa ⁻¹)	34
Çizelge 3.15. Kütlece %7 GP1 ve %3 PS % 1,5 Tween ile uygulanan gerilimin etkisini incelemek için EE çalışma parametreleri (Akış hızı 0,15 ml. sa ⁻¹).....	34
Çizelge 3.16. Kütlece %5 GP2 ve %5 PS karışımı ile farklı potansiyel uygulanarak yapılan EE deneysel çalışmada parametreleri (Akış hızı: 0,10 ml. sa ⁻¹).....	36
Çizelge 3.17. Kütlece %5 GP2 ve %5 PS karışımı ile farklı potansiyel uygulanarak yapılan EE deneysel çalışmada parametreleri (Akış hızı: 0,10 ml. sa ⁻¹).....	36
Çizelge 3.18. Kütlece %2, %5, %7 GP2 çözeltileri ile yapılan EE deneysel çalışma parametreleri (Akış hızı: 0,10 ml. sa ⁻¹).....	37
Çizelge 3.19. Kütlece %2, %5, %7 GP2 çözeltileri ile yapılan EE deneysel çalışma parametreleri (Akış hızı: 0,15 ml. sa ⁻¹).....	37
Çizelge 3.20. Kütlece %7 GP2 ile farklı potansiyel uygulanarak yapılan EE çalışması (Akış hızı: 0,10 ml. sa ⁻¹).....	37
Çizelge 3.21. Kütlece %7 GP2 ile farklı potansiyel uygulanarak yapılan EE çalışması (Akış hızı: 0,15 ml. sa ⁻¹).....	37
Çizelge 3.22. Kütlece %5 GP2 ile farklı potansiyel uygulanarak yapılan EE çalışması (Akış hızı: 0,10 ml. sa ⁻¹).....	38

Çizelge 3.23. Kütlece %7 GP1 ile farklı potansiyel uygulanarak yapılan EE çalışması (Akış hızı: 0,15 ml. sa ⁻¹).....	38
Çizelge 3.24. Kütlece %7 GP2 ve farklı derişimlerde PS ile hazırlanan karışımların EE deneysel çalışma parametreleri	38
Çizelge 3.25. Kütlece %7 GP2 ve farklı derişimlerde PS ile hazırlanan karışımların 0,15 ml.sa ⁻¹ akış hızında lif üretimi için çalışılan deney parametreleri.....	38



ŞEKİLLER DİZİNİ

Şekil 1.1. Polikarbin ve polisilin polimerlerinin genel yapısı	3
Şekil 1.2. Acheson üretim yönteminde SiC üretim tepkimeleri.....	4
Şekil 2.1. 1,3-diklor-1,3-dimetil-1,3-disilasiklobütanın halka açılma polimerleşmesi ile liner polikarbosilan ve poli(metil klorsililen)metilen sentezi	7
Şekil 2.2. Poli(dimetil silan) için Kumada tepkimesi	8
Şekil 2.3. Yajima tarafından önerilen Kumada tepkimesi	8
Şekil 2.4. Diklorsilanların Mg elektrodu ile elektrokimyasal sentezi	9
Şekil 2.5. Bir poli(alkil silan) polimerinin elektrokimyasal sentezinin şematik gösterimi	9
Şekil 2.6. Poli(hidridokarbin)' nin ultrases (sonokimyasal) sentezi	10
Şekil 2.7. Poli(hidridokarbin) polimerinin elektrokimyasal sentezinin şematik gösterimi	10
Şekil 2.8 Ortak eksenli eğrilmiş liflerin SEM görüntülerinden bir kesit	10
Şekil 4.1. Polimerlerin spektroskopik yapı analizleri	40
Şekil 4.2. Polimerlerin NMR analizleri.....	41
Şekil 4.3. Polimerlerin ısı analiz sonuçları (TGA).....	41
Şekil 4.4. 5GP1-5PS kodlu örneklerle yapılan EE çalışmalarının dijital, optik ve SEM görüntüleme sonuçları; EE sırasında jet oluşumu (d), Al folyo üzerinde 5GP1-5PS-1 kodlu örneğin lifleri(a), optik (b) ve polarize (c) mikroskop altında lif görüntüsü, SEM görüntüleri (g,h,i); Al folyo üzerine %5 PS içeren çözelti ile üretilen lifler (d), optik (e)mikroskop altında lif görüntüsü	43
Şekil 4.5. Kütlece %5 GP1 ve %5 PS çözeltisi (Çizelge 3.3 deney koşulları) ile yapılan EE çalışmasında toplayıcı plaka mesafesinin lif yapısına etkisinin görüntüleme sonuçları ve oksidasyon işlemi sonrası mikroskop yardımıyla görüntülenen liflerin yapısı: 5GP1-5PS-1 için dijital ve SEM görüntüleri (a,c), 5GP1-5PS-2 için dijital ve SEM görüntüleri (b,e) ve 5GP1-5PS-3 için dijital ve SEM görüntüleri (c,f)	44
Şekil 4.6. Kütlece %5 GP1 ve % 5PS çözeltisi (Çizelge 3.4 deney koşulları) ile yapılan EE çalışmasında uygulanan potansiyelin lif oluşumuna etkisinin ve liflerin oksidasyonu sonrası oluşan materyalin görüntüleme sonuçları: 5GP1-5PS-1 için dijital ve SEM görüntüleri (a,e), 5GP1-5PS-10 için dijital ve SEM görüntüleri (b,f), 5GP1-5PS-11 için dijital ve SEM görüntüleri (c,g), 5GP1- 5PS-12 için dijital ve SEM görüntüleri (d,h)	46
Şekil 4.7. Kütlece %5 GP1 ve %5 PS çözeltisi (Çizelge 3.5 deney koşulları) ile yapılan EE çalışmasında akış hızı artışı ile toplayıcı plakanın mesafesinin etkisinin ve liflerin oksidasyonu sonrası oluşan materyalin görüntüleme sonuçları:5GP1-5PS-4 için dijital ve SEM görüntüleri (a,d), 5GP1-5PS-5 için dijital ve SEM görüntüleri (b,e), 5GP1-5PS-6 için dijital ve SEM görüntüleri (c,f)	47
Şekil 4.8. Kütlece %5 GP1 ve %5 PS çözeltisi (Çizelge 3.6 deney koşulları) ile yapılan EE çalışmasında uygulanan gerilimin etkisinin görüntüleme sonuçları: 5GP1-5PS-4 için dijital ve SEM görüntüleri (a,b), 5GP1-5PS-7 için dijital ve SEM görüntüleri (c,d), 5GP1-5PS-8 için dijital ve SEM görüntüleri (e,f), 5GP1-5PS-9 için dijital ve SEM görüntüleri (g,h)	48

Şekil 4.9. Kütlece %5 GP1 ve %5PS çözeltisi (Çizelge 3.3; 3.4; 3.5; 3.6 deney koşulları) ile yapılan EE çalışmasında farklı akış hızlarında uygulanan gerilimin etkisinin görüntüleme sonuçları.....	49
Şekil 4.10. Çizelge 3.4. deney koşullarında üretilen 5GP1-5PS-1 kodlu lifin dijital (a,g) optik (b) ve polarize (c) mikroskop ile SEM analizi (d,e,f), 210°C'de oksitlenen lifin optik (h) ve polarize (i) mikroskop ile ve bu örnekten üretilen seramiklerin dijital (j) optik (k) ve polarize (l) mikroskop ile SEM analizi (m,n) sonuçları.....	50
Şekil 4.11. 5GP1-5PS-4 kodlu Çizelge 3.5 deney koşullarında üretilen liflerin dijital (a) ile SEM analizi (b,c,f), 210 °C 'de oksitlenen lifin optik (d) ve polarize (e) mikroskop ile bu örnekten üretilen seramiklerin dijital (g) ile optik (h) ve polarize (i) mikroskop ile SEM analizi (j,k) sonuçları.....	51
Şekil 4.12. 5GP1-5PS-1; 5GP1-5PS-4; 5GP1-5PS-7 kodlu liflerin dijital (a,b,c) ile SEM analizi (d, e, f) ve bu örneklerden üretilen seramiklerin optik (g,h,i) ve polarize (j, k) mikroskop ile SEM analizi (l, m, n) sonuçları.....	52
Şekil 4.13. Kütlece %2, %5, %7 GP1 (Çizelge 3.7 ve Çizelge 3.8) ile yapılan EE çalışmasında uygulanan akış hızının etkisi SEM (x500) görüntüleme sonuçları.	53
Şekil 4.14. Kütlece %7 GP1 (Çizelge 3.9 ve Çizelge 3.10) ile yapılan EE çalışmasında uygulanan akış hızının belli aralıkta gerilim artırılarak SEM (x500) görüntüleme sonuçları	53
Şekil 4.15. %5 GP1 ile Al-folyo üzerinde EE üretilen liflerin dijital fotoğraf görüntüleri: ilk gün (a) üçüncü gün (b) 1 ay sonra (c), %7 GP1 EE üretilen liflerin üçüncü gün (d) bir hafta sonra (e) 3 ay sonra (f)	54
Şekil 4.16. Kütlece %7 GP1 ve farklı %PS derişimleri (Çizelge 3.11 ve akış hızı 0,10 ml/sa) ile yapılan EE çalışmasının görüntüleme sonuçları: a ₁ , b ₁ , c ₁ , d ₁ ve e ₁ GP1 liflerinin dijital fotoğraf görüntüleri; a ₂ , b ₂ , c ₂ , d ₂ ve e ₂ GP1 liflerinin optik mikroskop görüntüleri; a ₃ , b ₃ , c ₃ , d ₃ ve e ₃ GP1 liflerinin polarize ışık optik mikroskop görüntüleri; a ₄ , b ₄ , c ₄ , d ₄ ve e ₄ ise GP1 liflerinin SEM görüntüleri	56
Şekil 4.17. Kütlece %7 GP1 ve farklı %PS derişimleri (Çizelge 3.1 ve akış hızı 0,10 ml/sa) ile yapılan EE çalışması ile üretilen seramiklerin görüntüleme sonuçları: a ₁ , b ₁ , c ₁ , d ₁ ve e ₁ GP1 liflerinden üretilen seramik liflerin dijital fotoğraf görüntüleri; a ₂ , b ₂ , c ₂ , d ₂ ve e ₂ GP1 liflerinden üretilen seramik liflerinin optik mikroskop görüntüleri; a ₃ , b ₃ , c ₃ , d ₃ ve e ₃ GP1 liflerinden üretilen seramik liflerinin polarize ışık optik mikroskop görüntüleri; a ₄ , b ₄ , c ₄ , d ₄ ve e ₄ GP1 liflerinden üretilen seramik liflerinin SEM görüntüleri.....	57
Şekil 4.18. Kütlece %7 GP1 ve farklı %PS derişimleri (Çizelge 3.12 ve akış hızı 0,15 ml/sa) ile yapılan EE çalışmasının görüntüleme sonuçları: a ₁ , b ₁ , c ₁ , d ₁ ve e ₁ GP1 liflerinin dijital fotoğraf görüntüleri; a ₂ , b ₂ , c ₂ , d ₂ ve e ₂ GP1 liflerinin optik mikroskop görüntüleri; a ₃ , b ₃ , c ₃ , d ₃ ve e ₃ GP1 liflerinin polarize ışık optik mikroskop görüntüleri; a ₄ , b ₄ , c ₄ , d ₄ ve e ₄ ise GP1 liflerinin SEM görüntüleri	58
Şekil 4.19. Kütlece %7 GP1 ve farklı %PS derişimleri (Çizelge 3.12 ve akış hızı 0,15 ml/sa) ile yapılan EE çalışması ile üretilen seramiklerin görüntüleme sonuçları. a ₁ , b ₁ , c ₁ , d ₁ ve e ₁ : GP1 liflerinin dijital fotoğraf görüntüleri; a ₂ , b ₂ , c ₂ , d ₂ ve e ₂ GP1 liflerinden üretilen seramik liflerinin optik mikroskop görüntüleri; a ₃ , b ₃ , c ₃ , d ₃ ve e ₃ GP1 liflerinden üretilen seramik liflerinin	

	polarize ışık optik mikroskop görüntüleri; a ₄ , b ₄ , c ₄ , d ₄ ve e ₄ ise GP1 liflerinden üretilen seramik liflerinin SEM görüntüleri	59
Şekil 4.20.	Düşük PS derişimine sahip 7GP1-0,8PS-1 (Çizelge 3.11, akış hızı: 0,10 ml/sa) kodlu örnekle yapılan EE sırasında oluşan jetin ve oluşan lifin dijital fotoğraf görüntüsü (a,b); Düşük PS derişimine sahip 7GP1-0,8PS-4 (Çizelge 3.12. akış hızı: 0,15 ml/sa) kodlu örnekle yapılan EE sırasında oluşan jetin ve oluşan lifin dijital fotoğraf görüntüsü (c,d)	60
Şekil 4.21.	Düşük PS derişimine sahip 7GP1-0,8PS-1 (Çizelge 3.11, akış hızı: 0,10ml/sa) kodlu örnekle yapılan EE çalışmasında üretilen lifin dijital fotoğraf görüntüsü (a), polimer liflerin polarize ışık optik mikroskop görüntüleri (b,c), düşük PS derişimine sahip 7GP1-0,8PS-4 (Çizelge 3.12, akış hızı: 0,10 ml/sa) kodlu örnekle yapılan EE çalışmasında üretilen lifin dijital fotoğraf görüntüsü (d), polimer liflerin polarize ışık optik mikroskop görüntüleri (e,f)	61
Şekil 4.22.	Kütlece %7 GP1 (Çizelge 3.9 akış hızı 0,10 ml/sa) 7GP1-1 kodlu örneğe yapılan EE çalışmasında üretilen lifin SEM (a,b) görüntüleme sonuçları ve kütlece %7 GP1 içeren düşük PS derişimine sahip 7GP1-0,8PS-1 (Çizelge 3.11 akış hızı 0,10 ml/sa) kodlu örneğe yapılan EE çalışmasında üretilen lifin SEM (c,d) görüntüleme sonuçları ve karşılaştırılması; Kütlece %7 GP1 (Çizelge 3.10 akış hızı 0,15 ml/sa) 7GP1-4 örneğe yapılan EE çalışmasında üretilen lifin SEM (e,f) görüntüleme sonuçları ve kütlece %7GP1 içeren düşük PS derişimine sahip 7GP1-0,8PS-4 (Çizelge 3.12 akış hızı 0,15 ml/sa) kodlu örneğe yapılan EE çalışmasında üretilen lifin SEM (g,h) görüntüleme sonuçları ve karşılaştırılması.....	62
Şekil 4.23.	Düşük PS derişimine sahip 7GP1-0,8PS-1 (Çizelge 3.11 akış hızı: 0,10ml/sa) kodlu örnekle yapılan EE çalışmasında üretilen lifden elde edilen (S7GP1-0,8PS-1) kodlu seramik liflerin polarize ışık optik mikroskop görüntüleri (a,b) ve seramik lifin SEM görüntüleri (c,d); Düşük PS derişimine sahip 7GP1-0,8PS-4 (Çizelge 3.12, akış hızı: 0,10 ml/sa) kodlu örnekle yapılan EE çalışmasında üretilen lifden elde edilen (S7GP1-0,8PS-1) kodlu seramiğin polarize ışık optik mikroskop görüntüleri (e,f) ve seramiğin SEM görüntüleri (g,h)	64
Şekil 4.24.	Kütlece %7 GP1, %3PS ve %1,5 Tween karışımı (Çizelge 3.13 ve akış hızı 0,10 ml/sa) EE çalışması ile üretilen liflerin optik ve polarize ışık optik mikroskop ile SEM görüntüleme sonuçları: Tween eklenmeyen 7GP1-3PS-1 polimer liflerin optik (a) ve polarize ışık optik mikroskop (b) ile SEM görüntüleri (c,d) sonuçları ile derişimi kütlece %1,5 Tween ilaveli 7GP1-3PST-1kodlu örneğin EE ile üretilen polimer liflerin optik (e) ve polarize ışık optik mikroskop (f) ile SEM görüntüleri(g,h) sonuçları karşılaştırması	65
Şekil 4.25.	Kütlece %7 GP1, %3PS ve %1,5 Tween karışımı (Çizelge 3.13 ve akış hızı 0,10 ml/sa) EE çalışması ile üretilen liflerden elde edilen seramik liflerin optik ve polarize ışık optik mikroskop ile SEM görüntüleme sonuçları: Tween eklenmeyen S7GP1-3PS-1 seramik liflerin optik (a) ve polarize ışık optik mikroskop (d) ile SEM görüntüleri (b,c,e,f) sonuçları ile derişimi kütlece %1,5 Tween ilaveli S7GP1-3PST-1 seramik liflerin optik (g) ve polarize ışık optik mikroskop (i) ile SEM görüntüleri (h,i,j,k) sonuçları karşılaştırması.....	66

- Şekil 4.26. Kütlece %7 GP1, %3PS ve %1,5 Tween karışımı (Çizelge 3.14 ve akış hızı 0,15 ml/sa) EE çalışması ile üretilen liflerin optik ve polarize ışık optik mikroskop ile SEM görüntüleme sonuçları: Tween eklenmeyen 7GP1-3PS-4 polimer liflerin optik (a) ve polarize ışık optik mikroskop (b) ile SEM görüntüleri (c,d) sonuçları ile derişimi kütlece %1,5 Tween ilaveli 7GP1-3PST-4 kodlu örneğin EE ile üretilen polimer liflerin optik (e) ve polarize ışık optik mikroskop (f) ile SEM görüntüleri (g,h) sonuçları karşılaştırması 67
- Şekil 4.27. Kütlece %7 GP1, %3PS ve %1,5 Tween karışımı (Çizelge 3.14 ve akış hızı 0,15 ml/sa) EE çalışması ile üretilen liflerden elde edilen seramik liflerin optik ve polarize ışık optik mikroskop ile SEM görüntüleme sonuçları: Tween eklenmeyen S7GP1-3PS-4 seramik liflerin optik (a) ve polarize ışık optik mikroskop (b) ile SEM görüntüleri (c,d) sonuçları ile derişimi kütlece %1,5 Tween ilaveli S7GP1-3PST-4 seramik liflerin optik (e) ve polarize ışık optik mikroskop (f) ile SEM görüntüleri (g,h) sonuçları karşılaştırması 68
- Şekil 4.28. Kütlece %7 GP1, %3PS ve %1,5 Tween karışımı (Çizelge 3.15 ve akış hızı 0,15 ml/sa) gerilim 13 kV'dan 15 kV'a artırılması ile yapılan EE çalışması ile üretilen liflerden ve bu liflerden elde edilen seramik liflerin optik ve polarize ışık optik mikroskop ile SEM görüntüleme sonuçları: derişimi kütlece %1,5 Tween ilaveli 7GP1-3PS-4 polimer liflerin optik (a) ve polarize ışık optik mikroskop (e) ile SEM görüntüleri (b,f) sonuçları ve bu liflerden elde edilen S7GP1-3PST-4 seramik liflerin optik (c) ve polarize ışık optik mikroskop (g) ile SEM görüntüleri (d,h) sonuçları ile derişimi kütlece %1,5 Tween ilaveli S7GP1-3PST-7 kodlu polimer liflerin optik (ı) ve polarize ışık optik mikroskop (l) ile SEM görüntüleri (i,m) ve bu liflerden elde edilen S7GP1-3PST-7 seramik liflerin optik (j) ve polarize ışık optik mikroskop (n) ile SEM görüntüleri (k,o) sonuçları karşılaştırması 69
- Şekil 4.29. Kütlece %5 GP2 ve %5PS çözeltisi (Çizelge 3.17 deney koşulları) ile yapılan EE çalışmasında uygulanan gerilimin etkisinin dijital ve SEM görüntüleme sonuçları ve bu örneklerden elde edilen seramiklerin optik ve polarize ışık optik mikroskop ve SEM görüntüleme sonuçları: 5GP2-5PS-4 için dijital ve SEM görüntüleri (a, b) ile elde edilen seramiklerin optik (c), polarize ışık optik mikroskop (d) ve SEM görüntüleri (e); 5GP2-5PS-7 için dijital ve SEM görüntüleri (f, g) ile elde edilen seramiklerin optik (h), polarize ışık optik mikroskop (ı) ve SEM görüntüleri (i); 5GP1-5PS-8 için dijital ve SEM görüntüleri (j, k) ile elde edilen seramiklerin optik (l), polarize ışık optik mikroskop (m) ve SEM görüntüleri (n); 5GP1-5PS-9 için dijital ve SEM görüntüleri (o, p) ile elde edilen seramiklerin optik (r), polarize ışık optik mikroskop (s) ve SEM görüntüleri (t) 71
- Şekil 4.30. 5GP2-5PS-1 ve 5GP2-GPS-4 kodlu polimer lif örnekleri ile farklı akış hızlarında üretilen liflerin (Çizelge 3.16 ve Çizelge. 3.17) ve bu liflerden üretilen seramiklerin dijital, optik ve polarize ışık optik mikroskop ve SEM görüntüleme sonuçları ile optik, polarize ışık optik mikroskop ve SEM görüntüleri sonuçları 72
- Şekil 4.31. Kütlece %5 GP2 ve %5PS karışımı (Çizelge 3.16) ile yapılan EE çalışmasında uygulanan gerilimin etkisi üzerine yapılan çalışmanın dijital fotoğraf ve SEM görüntüleme sonuçları 73

Şekil 4.32. Kütlece %2, %5, %7 GP2 (Çizelge 3.18 ve Çizelge 3.19) ile yapılan EE çalışmasında akış hızının etkisi üzerine yapılan çalışmanın SEM (x500) görüntüleme sonuçları	74
Şekil 4.33. Kütlece %7 GP2 (Çizelge 3.20 ve Çizelge 3.21) ile yapılan EE çalışmasında uygulanan akış hızının belli aralıkta gerilim artırılarak SEM (x500) görüntüleme sonuçları	74
Şekil 4.34. Kütlece %7 GP2 (Çizelge 3.22 ve Çizelge 3.23) ile yapılan EE çalışmasında uygulanan akış hızının belli aralıkta gerilim artırılarak SEM (x500) görüntüleme sonuçları	75
Şekil 4.35. %2,%5 ve %7 GP2 ile Al-folyo üzerinde EE üretilen liflerin dijital fotoğraf görüntüleri: 1. gün, 3. gün ve 7.gün	75
Şekil 4.36. Kütlece %7 GP2 ve farklı %PS derişimleri sırasıyla PS derişimi ise %7, %5, %3, %1,5 ve %0,8 hazırlanan çözeltiler (Çizelge 3.24 ve akış hızı 0,10 ml/sa) ile yapılan EE çalışması ile üretilen polimer liflerin görüntüleme sonuçları. a ₁ , b ₁ , c ₁ , d ₁ ve e ₁ : GP2 liflerinin dijital fotoğraf görüntüleri; a ₂ , b ₂ , c ₂ , d ₂ ve e ₂ : GP2 liflerinin optik mikroskop görüntüleri; a ₃ , b ₃ , c ₃ , d ₃ ve e ₃ : GP2 liflerinin polarize ışık optik mikroskop görüntüleri; a ₄ , b ₄ , c ₄ , d ₄ ve e ₄ : GP2 liflerinin SEM görüntüleri.....	77
Şekil 4.37. Kütlece %7 GP2 ve farklı %PS derişimleri sırasıyla PS derişimi ise %7, %5, %3, %1,5 ve %0,8 hazırlanan çözeltiler (Çizelge 3.24 ve akış hızı 0,10 ml/sa) ile yapılan EE çalışması ile üretilen polimer liflerden elde edilen seramiklerin görüntüleme sonuçları. a ₁ , b ₁ , c ₁ , d ₁ ve e ₁ : GP1 liflerinin dijital fotoğraf görüntüleri; a ₂ , b ₂ , c ₂ , d ₂ ve e ₂ : GP1 liflerinden üretilen seramik liflerinin optik mikroskop görüntüleri; a ₃ , b ₃ , c ₃ , d ₃ ve e ₃ : GP1 liflerinden üretilen seramik liflerinin polarize ışık optik mikroskop görüntüleri; a ₄ , b ₄ , c ₄ , d ₄ ve e ₄ : GP1 liflerinden üretilen seramik liflerinin SEM görüntüleri ...	78
Şekil 4.38. Kütlece %7 GP2 ve farklı %PS derişimleri sırasıyla PS derişimi ise %7, %5, %3, %1,5 ve %0,8 hazırlanan çözeltiler (Çizelge 3.25 ve akış hızı 0,15 ml/sa) ile yapılan EE çalışması ile üretilen polimer liflerin görüntüleme sonuçları. a ₁ , b ₁ , c ₁ , d ₁ ve e ₁ : GP2 liflerinin dijital fotoğraf görüntüleri; a ₂ , b ₂ , c ₂ , d ₂ ve e ₂ : GP2 liflerinin optik mikroskop görüntüleri; a ₃ , b ₃ , c ₃ , d ₃ ve e ₃ : GP2 liflerinin polarize ışık optik mikroskop görüntüleri; a ₄ , b ₄ , c ₄ , d ₄ ve e ₄ : GP2 liflerinin SEM görüntüleri.....	79
Şekil 4.39. Kütlece %7 GP2 ve farklı %PS derişimleri sırasıyla PS derişimi ise %7, %5, %3, %1,5 ve %0,8 hazırlanan çözeltiler (Çizelge 3.25 ve akış hızı 0,15 ml/sa) ile yapılan EE çalışması ile üretilen polimer liflerden elde edilen seramiklerin görüntüleme sonuçları. a ₁ , b ₁ , c ₁ , d ₁ ve e ₁ : GP1 liflerinin dijital fotoğraf görüntüleri; a ₂ , b ₂ , c ₂ , d ₂ ve e ₂ : GP1 liflerinden üretilen seramik liflerinin optik mikroskop görüntüleri; a ₃ , b ₃ , c ₃ , d ₃ ve e ₃ : GP1 liflerinden üretilen seramik liflerinin polarize ışık optik mikroskop görüntüleri; a ₄ , b ₄ , c ₄ , d ₄ ve e ₄ GP1 liflerinden üretilen seramik liflerinin SEM görüntüleri.....	80

SİMGELER ve KISALTMALAR DİZİNİ

SİMGELER

°C	: Derece Celsius
µg	: Mikrogram
mg	: Miligram
g	: Gram
Kg	: Kilogram
ml	: Mililitre
Min	: Dakika
µm	: Mikrometre
kV	: Kilovolt
V	: Volt
M	: Molarite
da	: dakika
sa	: Saat

KISALTMALAR

AN	: Asetonitril
Ar	: Argon gazı
a-SiNW'ler	: Amorf silisyum nanotelleri
CVD	: Kimyasal Buhar Biriktirme
β-CD	: β-Siklodekstrin
CMC	: Uzay yapılarındaki seramik matrisler
CD-IC	: Siklodekstrine bağlı nanolifler
Cu	: Bakır
DSC	: Diferansiyel Taramalı Kalorimetri
DMSO	: Dimetoksi sülfoksit
DME	: Dimetoksi etan
DMF	: N,N-dimetilformamid
DP-MS	: Proliz kütle srekroskopisi
EE	: Elektroeğirme
ECNF	: Elektroeğirme ile yapılmış karbon nanolifler
FT-IR	: Fourier Transform İnfrared Spektroskopisi
FE-SEM	: Alan Emisyon Taramalı Elektron Mikroskobu

GPC	: Jel Geçirgenlik Kromatografisi
LiAlH ₄	: Lityum alüminyumhidrür
LPS	: Sıvı Polisilan
MeLi	: Metil lityum
NF	: Nanolif
PSK	: Poli(silin-ko-karbin)
PHC	: Poli(hidridokarbin)
PPC	: Poli(fenil karbin)
PMSi	: Poli(metil silin)
PPSi	: Poli(fenil silin)
PS	: Polistiren
PVP	: Poli(vinil pörolidon)
PMMA	: Poli(metil metakrilat)
PAN	: Poliakrilonitril
PKS	: Polikarbosilan
SiC	: Silisyum karbür
SiO ₂	: Silisyum dioksit
SEM	: Taramalı elektron mikroskobu
TEM	: Geçirimli Elektron Mikroskobu
THF	: Tetrahidro furan
TBAFB	: Tetrabütilamonyum tetraflorborat
TMSi	: Trimetilsilan
TGA	: Termal Gravimetrik Analiz
ToF-SIMS	: Uçuş süresi ikincil iyon kütle spektrometrisi
UV-Vis	: Ultraviyole-Görünür Bölge Spektroskopisi
VLS	: Buhar- sıvı-katı
Vi-PCS	: Vinil modifiyeli polikarbosilan
XRD	: X-ışını kırınımı
XPS	: X-ışını fotoelektron spektroskopisi
¹ H-NMR	: Proton Nükleer Magnetik Rezonans
¹³ C-NMR	: Karbon Nükleer Magnetik Rezonans

1. GİRİŞ

Seramik sözcüğü Yunanca’ da çömlekçi çamuru, çanak çömlek anlamına gelen keramikos kelimesinden türemiştir. Ancak seramik kelimesi sanatsal amaçlar için kullanılan seramiklerin dışında kalan teknik seramikleri tanımlamak için kullanılmaktadır. Teknik seramikler 3 ana grup altında sınıflandırılırlar:

- Oksitler: alumina, zirkonya (Reed, 1995).
- Oksit olmayanlar: karbürler, borürler, nitrürler, silisitler (Noviyanto ve Yoon, 2012).
- Kompozitler: oksit ve oksit olmayan seramiklerin bazı özel maddelerle katkılanması ile elde edilen kombinasyonları (Toy ve Baykara, 1994).

Seramikler sertlik, yüksek oksidasyon ve ısıl kararlılık, korozyon direnci, ısıl şok ve sürünme (creep) direnci ve düşük ısıl genleşme katsayısına sahip malzemelerdir. Silisyum karbür, silisyum nitrür, bor karbür ve bor nitrür gibi seramik malzemeler sahip oldukları fiziksel ve kimyasal özelliklerden dolayı endüstride, elektronik, savunma ve enerji alanlarında geniş bir teknolojik uygulama sahası vardır (Vermeulen ve ark., 1999; Jaschke ve ark., 2000; Vermeulen ve Huang, 2000; Pitcher ve ark., 2004).

Bunların yanında seramikler üstün fiziksel ve kimyasal özellikleri nedeni ile yüksek sıcaklık uygulamalarında yaygın olarak kullanılırlar (Vermeulen ve ark., 1999; Andrievski, 2009; Bianconi ve ark., 2004; Lu ve ark., 2010; Nur ve Toppare, 2013; Pitcher ve ark., 2004). Bu seramiklerin bazı kullanım alanları aşağıdaki Çizelge 1.1’ de örnek olarak verildi.

Çizelge 1.1. İleri mühendislik seramikleri ve uygulama alanları

Seramik	Uygulama Alanları
Silisyum karbür (SiC)	Motor parçaları, kesici aletler, metalurjik çalışmalar (Jaschke ve ark., 2000).
Bor karbür, B ₄ C	Malzemelerin yorulma ve yıpranmalarını geciktirici, yüksek sıcaklık ısı sensörleri (B ₄ C/C) (Colombo ve ark.,
Bor nitrür, BN	Yüksek sıcaklık kayganlaştırıcıları (h-BN), kesici aletler (c-BN) (Krenkel, 2008).
Silisyum Nitrür, Si ₃ N ₄	Isı motorlarının parçaları, otomotiv bujileri, döner miller, valf ve pistonlar, türbülans odaları (Sung ve ark., 2002).

1.1. Temel Bilgiler

Yüksek saflıkta silisyum tabanlı seramik üretimi toz teknolojisi olan Acheson prosesi, kimyasal buhar biriktirme (CVD), sol-jel teknolojisi ve bazı özel polimerlerin pirolizi ile üretilmektedir (Jaschke ve ark., 2000; Pitcher, 2001; Pitcher ve ark., 2004; Dumitru ve ark., 2005; Nur, 2013; Nur ve Bayol, 2017). Acheson prosesi ile sadece yüksek verimde toz üretimi mümkün iken CVD ile tek kristal ve film üretimi mümkündür. Bu seramik üretim yöntemlerinin arasında seramik ön polimerleri adı verilen özel bir polimer grubu vardır. Bunlar organik çözücülerde (THF, kloroform, diklormetan vs.) çözünebilir polimerlerdir. Polimerlerden seramik üretim hem toz hem de film olarak seramik üretimine olanak vermektedirler. Ayrıca bu özel polimer grubu çözünür olmaları nedeni ile liflerinin üretimine de olanak sağlamaktadır (Pitcher ve ark. 2004; Bianconi ve Weidman., 1988; Bianconi ve ark., 1989). SiC gibi oksit olmayan seramikler inert atmosferde bu polimerlerin pirolizleri ile üretilmektedir (Ma ve ark., 2005; Gudapati ve ark., 2006;).

Seramik ön polimerlerin sentezi ilk olarak 1921 yılında Kipping tarafından yapıldı. Kipping, (1921), difenil diklorsilanın sodyum metali ile kondenzasyon tepkimesi ile polisilan üretmiştir. Ancak üretilen bu polimer yüksek bir kristallığe sahip olduğu için başka maddelerle karışımları yapılamadığı ve hiçbir çözücüde çözünmediği için o zamanlarda çok ilgi çekici olmadı. Ayrıca üretilen bu polimerin analizi o dönemdeki tekniklerden dolayı sınırlı olması nedeni ile yapılan araştırmalar sınırlı düzeyde kaldı. Yaklaşık 25 yıl sonra polisilan polimerleri tekrar ilgi odağı olmaya başladı. 1975 yılında polisilanlar için patent alındı (Yajima, 1975). Polimerlerden seramik üretimi, Yajima ve ark., (1975; 1976; 1978)' nin oksit olmayan polimerler üzerine yaptığı ve yayımladığı çalışmalardan sonra, yaygın olarak çalışılmaya başlandı. Seramik ön polimerleri diğer üretim yöntemlerine göre daha düşük sıcaklık pirolizi ile seramik malzemeye dönüşme gibi önemli bir avantaja sahiptir. Ayrıca polimerlerin viskozitesi ve diğer fiziksel özellikleri, kimyasal yapılarının modifikasyonu ile veya işleme koşullarının optimizasyonu ile ayarlanabildiği için, bu polimerlerden seramik film ve elyaf üretimi daha kolaydır (Jaschke, 2000). Seramik ön polimerleri aynı zamanda

Karbon fiberlerin korozyona dayanıklı seramik kaplamalarının hazırlanmasında, belli gözeneklere sahip seramik köpüklerin üretiminde ve dökme malzemelerin

sentezinde de seramik ön polimerleri kullanılırlar (Jaschke, 2000). Ayrıca, seramik tozları için bağlayıcı ve termoplastik polimerler için alev geciktirici katkı olarak kullanılabilirler (Jaschke, 2000).

Seramik üretiminde kullanılacak polimerlerin dönüştürüleceği seramiğin kimyasal yapısına benzerlik göstermesi gerekmektedir. Poliborazinler, poliboranlar ve poliborazenler kimyasal yapılarından dolayı bor bazlı seramiklere dönüştürülebilirler. Polikarbosilanlar, polisilazenler, polisilanlar, polisilokzanlar ve polisilinler silisyum tabanlı polimerlere örnektirler (Şekil 1.1.) ve bunlar pirolizle silisyum tabanlı seramiklere dönüştürülürler (Verbeek, 1974; Riedel ve ark., 2006; Nur ve ark., 2008). Örneğin poli(hidridokarbin) polimerinin pirolizi sonucunda elmas ve elmas benzer karbon (DLC) üretilebilmektedir (Bianconi ve ark., 1988; 1989; 2004; Pitcher, 2001; Pitcher ve Toppare; 2007; 2010; 2011; Nur ve ark., 2008; Nur ve Toppare., 2013).



Şekil 1.1. Polikarbin ve polisilin polimerlerinin genel yapısı

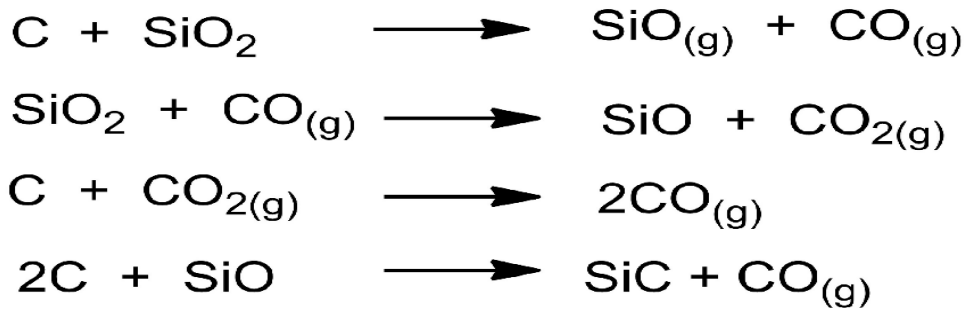
SiC yaygın olarak iki kristal yapıda bulunur. “β” formundaki kübik yapı 1400-1800°C’ de oluşurken “α” formundaki hegzogonal kristal yapı yaklaşık 2000°C’ de oluşmaktadır (Zawrah ve Shaw, 2004). SiC saflık seviyelerine göre; metalürjik, abrasif ve sinter amaçlı olmak üzere, üç ana grupta sınıflandırılmaktadırlar (Palicka ve Taylor 1974). SiC toz olarak, çelik üretiminde ve diğer birçok metalürjik işlemlerde oksitlenme önleyici olarak, zımparalama ve kumlama işlemlerinde aşındırıcı olarak ve bazı özel çimentolarda katkı malzemesi olarak kullanılmaktadır.

SiC kaplama malzemesi olarak nükleer atık depoları duvarlarında, füzyon reaktörü uygulamalarında ve mavi LED’ lerde kullanılmaktadır (Shaffer, 1991; Ault ve Crowe, 1991).

SiC seramiğinin ticari uygulamalarında, sahip olduğu sertlik, kimyasal saflık ve aşınma dirençli karakteristiğinden dolayı kullanılır. Bu nedenle, yüksek performans seramiklerin üretiminde, en çok kullanılan ve üretilen SiC' dir. (Palicka ve Taylor 1974). Ayrıca, türbin motor aksamalarının korunmasında kullanımları gün geçtikçe artmaktadır. SiC'nin bilgisayar ciplerinde de uygulaması bulunmaktadır (Adams, 1974). SiC sahip olduğu yüksek ısıl iletkenliğinden dolayı uzay teknolojisinde lazer aynaları olarak kullanılmakta ve savunma sanayinde de kullanım alanları mevcuttur. SiC'nin balistik etki dayanımı düşüktür ancak seramik zırh malzemesi olarak geniş bir uygulama alanına sahiptir (Palicka ve Taylor, 1974; Weimer, 1997). SiC seramiği birçok yöntemle üretilmektedir. Bunlardan en yaygın olanları aşağıda özet halinde ayrı başlıklar olarak verilmiştir.

1.1.1. Acheson Yöntemi

SiC ilk olarak 1891 yılında Edward Acheson tarafından üretildi. Tuz, silis kumu, kok kömürü ve talaş karışımı bir fırında yaklaşık olarak 3000°C sıcaklığa ısıtılarak SiC üretimi yapılmaktadır. Mohs ölçeğinde sertliği 9,5'e kadar olan SiC, sertliği elmasa en yakın seramiktir. Yapısı, pürüzlendirmeye ve aşındırıcı olarak kullanıma uygun ve kırılgan bir mineraldir (Mann, 2014; McMullen, 1957; Acheson, 1893; 1896; 1902; 1903; 1909). SiC üretimi, Acheson tarafından tasarlanan 'Karborundum Fırını' nda yapılmaktadır. Başlangıç hammaddeleri olarak kum ve karbondur. %98-99,5 SiO₂ içeren kum ve karbon kaynağı olarak kok, antrasit, zift koku veya petrol koku kullanılmaktadır. SiC oluşumu buhar fazındaki kütle transferine dayanan dört alt tepkime gerçekleşir (Şekil 1.2). (Wesch, 1996; McMullen; 1957)



Şekil 1.2. Acheson üretim yönteminde SiC üretim tepkimeleri

1.1.2. Kimyasal Buhar Biriktirme

Yöntem temel olarak gaz fazına geçen maddenin ısı parçalanması ile parçacık dönüşümüne dayanmaktadır. Yöntemde başlangıç malzemesi gaz fazına geçirilir ve o bölgeye gaz akışı verilerek oluşan gaz reaktör olarak da adlandırılan fırın içine taşınarak ısı parçalanması gerçekleştirilir. He, Ar veya N₂ gibi inert gazlar taşıyıcı gaz olarak kullanılır ve bileşiğin indirgenmesi için H₂, CO veya CH₄ gibi gazlar kullanılabilir.

1.1.3. Seramik Ön Polimerlerden Üretim

SiC üretimi proseslerinde karşılaşılan ve aşılması gereken bazı temel problemler vardır. Bunlar kısaca;

- 1- Birçok üretim prosesinde karmaşık kontrol ünitelere sahip pahalı cihazlara gerek duyulmaktadır. Örneğin; üretimde cihazların vakum veya basınç ve sıcaklık kontrollü, olması gerekmektedir. Ayrıca bu proseslerde film üretimi için kullanılacak yüzey küçük boyutta olmalıdır, büyük yüzeyler için uygun değildir (Bianconi ve ark., 2004; Lu ve ark., 2010; Nur ve Toppare, 2013; Pitcher ve ark., 2004).
- 2- Birçok proseste bir karbon kaynağına (grafit, CH₄, SiH₂Cl₂/i-C₄H₁₀/HCl/H₂ karışımı vs) ve bir silisyum kaynağına ihtiyaç duyulmaktadır (Bianconi ve ark., 2004; Lu ve ark., 2010; Nur ve Toppare, 2013; Pitcher ve ark., 2004).
- 3- Bahsedilen birçok yöntemde SiC üretimi 1600 ile 2600°C sıcaklık aralığında yapılmaktadır (Bianconi ve ark., 2004; Lu ve ark., 2010; Nur ve Toppare, 2013; Pitcher ve ark., 2004).
- 4- SiC üretiminde yan ürün olarak Si, Si₂C, SiC₂ ve C ayrı fazlar olarak oluşmaktadır. Bu, SiC malzemesinin kalitesini veya verimini azaltmaktadır (Yoo ve Ruderman., 1992).

Proseslerin bu eksiklerini aşmak veya geliştirmek için çok sayıda çalışma yapılmaktadır. Ancak bunlardan en dikkat çekici olanı aşağıda verilen nedenlerden dolayı seramik ön polimerlerden seramik üretim metodu olmaktadır. Bu polimerler

-Yaygın organik çözücülerde iyi çözünürler

-750 ile 1000°C gibi orta sıcaklıkta atmosferik basınçta inert atmosferde kolaylıkla seramiğe dönüşebilmektedirler.

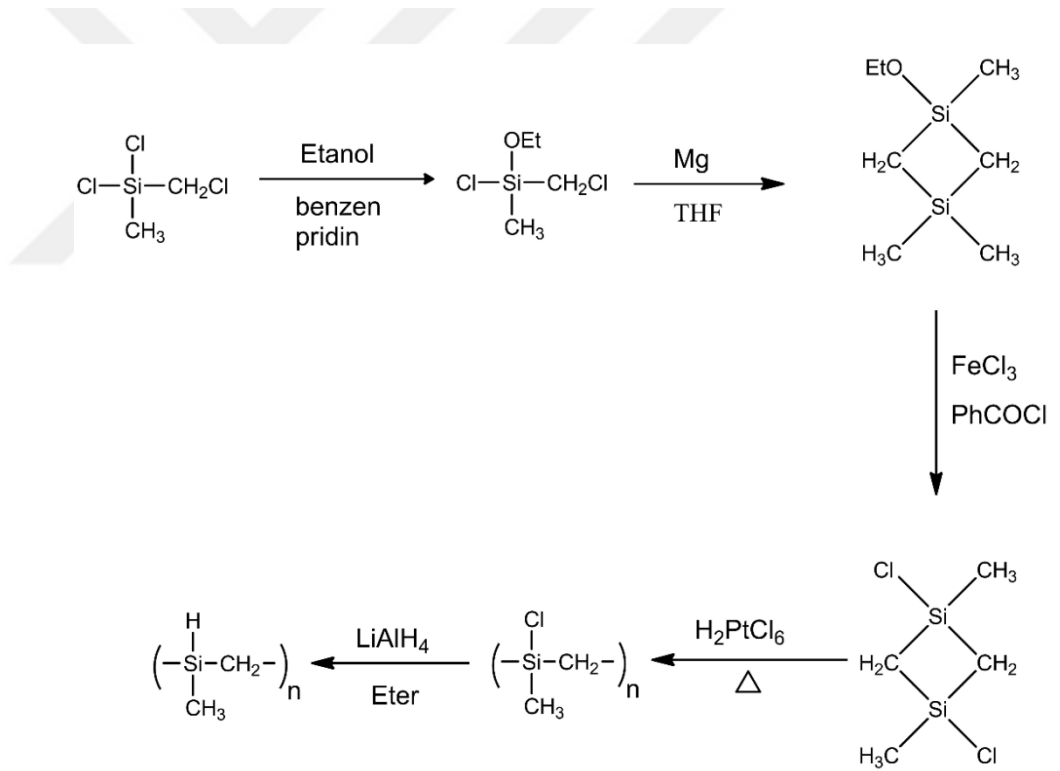
-Polimer olmaları nedeni ile raf ömürleri monomerlerine göre çok daha iyidir.

SiC seramiğinin toz veya film olarak üretiminde polisilan, polisilokzan, poli(karbosilan) ve polisilin gibi ön polimerlerden elde edilirler.



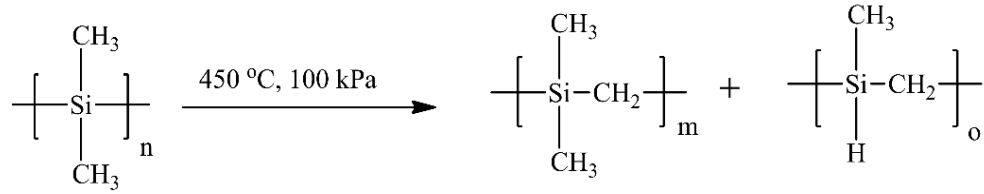
2. ÖNCEKİ ÇALIŞMALAR

Wu ve Interrante (1989), 1,3-diklor-1,3-dimetil-1,3-disilasiklo bütan' ın halka açılma polimerleşmesi ile ortalama molekül kütlesi yüksek doğrusal zincir yapısına sahip polikarbosilan ve poli(metil klorsililen) metilen $[-(\text{CH}_3)\text{SiClCH}_2-]_n$ sentezlemeyi başarmışlardır. Sonrasında polimerin LAH ile indirgenme tepkimesi vererek poli(silan propilen) $[-(\text{CH}_3)\text{SiHCH}_2-]$ sentezlenebildiğini göstermişlerdir (Şekil 2.1). Polimerlerin analizlerini FTIR, ^1H , ^{13}C ve ^{29}Si NMR Spektroskopisi, kütle spektrumu ve GPC ile yapmışlardır. Bu çalışmaların sonuçlarında, sentezledikleri düz zincirli polimerin ataktik zincir konfigürasyonuna sahip olduğunu kanıtlamışlardır. Ayrıca poli(silan propilen)' in ısı davranışlarını TGA ile araştırmışlar ve 400°C ' de ısı işlem sonucunda %66 verimle seramik oluştuğunu söylemişlerdir.



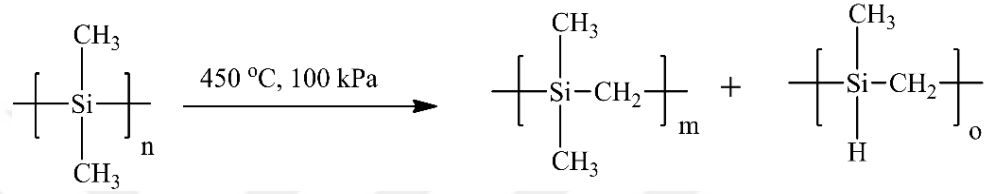
Şekil 2.1. 1,3-diklor-1,3-dimetil-1,3-disilasiklobütanın halka açılma polimerleşmesi ile liner polikarbosilan ve poli(metil klorsililen)metilen sentezi

Kumada ve Shiina, (1958) polisilan bileşiklerinin yüksek basınç altında 450°C sıcaklıkta "Kumada düzenlenmesi" (Kumada rearrangement) olarak anılan kondenzasyon tepkimesi vererek polikarbosilan polimerine dönüştüklerini buldular (Şekil 2.2).



Şekil 2.2. Poli(dimetil silan) için Kumada tepkimesi

Yajima ve ark. 1975; 1976; 1978 tarafından diklorsilan bileşiklerinden yola çıkarak polikarbosilan polimerine kadar olan sentez basamakları önerilmiştir (Şekil 2.3).

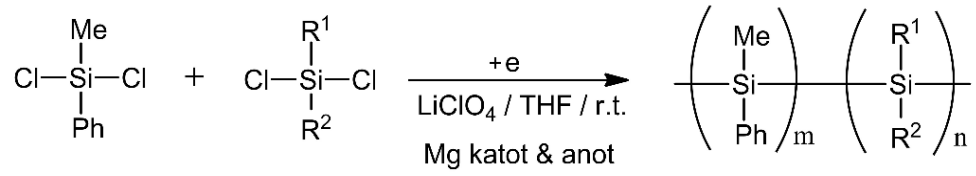


Şekil 2.3. Yajima tarafından önerilen Kumada tepkimesi

Colombo ve ark., 2010, polimerdeki en büyük kütle kaybının genelde $\sim 300\text{--}800^\circ\text{C}$ sıcaklık aralığında gözlemlendiğini bildirmişlerdir. Bu kütle kaybı seramik oluşumu sırasında çapraz bağlanma sonucunda açığa çıkan CH_4 ve H_2 gibi uçucu gazlardan kaynaklandığını söylemişlerdir. Organik yapıdan inorganik yapıya geçiş 280°C 'nin üzerinde bir dizi radikal tepkimeyle başladığı, Si-C ve C-H gibi kimyasal bağlar kırıldığı ve CH_4 , C_2H_6 vb. hidrokarbonlar yapıdan ayrılıp yeniden düzenlenme sonucunda çapraz bağlı inorganik yapı oluştuğunu rapor etmişlerdir.

Corriu ve ark., 1997 ile Soraru ve ark., 2002, ayrı ayrı yaptıkları çalışmalarda 280 ile 800°C sıcaklık aralığında Si-C ve C-H bağları arasındaki Si atomları etrafında atomlar arasında yeni bir dağılım oluşturmak üzere uçucu organo-silisyum bileşiklerini açığa çıktığını bildirmişlerdir. Seramiklerin inert atmosfer altında 750 ile 1000°C arasında %50 kütle kaybı ile oluştuğunu göstermişlerdir.

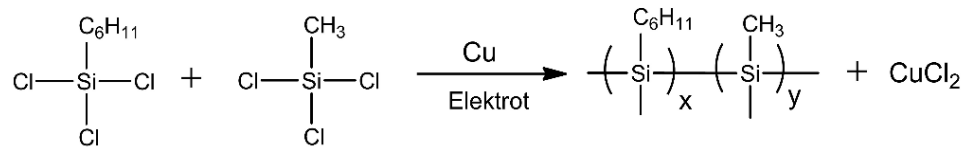
Kashimura ve ark. (1997), polisilanları bazı fonksiyonel gruplara sahip diklorosilanlardan elektrokimyasal yöntemle sentezlemişlerdir (Şekil 2.4). Elektrolizde Mg elektrot kullanarak oligosilan yan zincirlere sahip vinil polimerler sentezlemişlerdir.



Şekil 2.4. Diklorsilanların Mg elektrodu ile elektrokimyasal sentezi

Greil (2000), seramik ön polimer için bir Si-O-C-N-B sistemi tanımlamıştır. Mühendislik seramikleri Si-O-C-N-B sistemi içinde olan poli(karbosilan), poli(silazan), poli(siloksan) veya poli(borosilazan) gibi seramik ön polimerlerin sentezlenmesi ile önem kazandığını bildirmiştir. Yüksek sıcaklık dirençli Si-C ve Si-N seramik elyaflarının, hava ve uzay yapılarındaki seramik matrislerinde (CMC) kullanılırken, daha düşük sıcaklıkta üretilmesi gereken kaplamalar, bantlar ve köpükler gibi malzemelerin üretimi de bu polimerlerin sentezlenmesi ile önem kazandığını bildirmiştir. Bunların yanında organik polimerin organik/inorganik hibrit malzemeler haline dönüştürülmesi sonucunda polimerler ile seramikler arasında özelliklere sahip ürünlerin ortaya çıkabileceğini bildirmiştir.

Vermeulen ve Huang (2000), ilk defa elektroliz ile polialkil silanları sentezlemişlerdir (Şekil.2.5). Tek bölmeli bir hücrede yaptıkları sentezde metiltriklorsilan ve sikloheksiltriklorosilan bileşiklerini monomer olarak kullanmışlardır. Elektrolizi bakır elektrotlar kullanarak yapmışlardır. Poli(metilsilan) polimerini SiC film üretimi için potansiyel bir ön polimer olarak önermişlerdir.



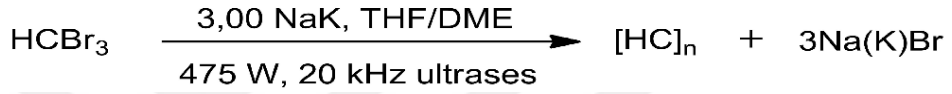
Şekil 2.5. Bir poli(alkil silan) polimerinin elektrokimyasal sentezinin şematik gösterimi

Bianconi ve ark. (2003), ultrases dalgaları kullanarak poli(hidridokarbin) sentezini gerçekleştirmişlerdir (Şekil 2.6). Ağ yapılı bu polimer her karbona bir hidrojen bağlı ve tetrahedral olarak sp^3 hibrit yapan karbon atomlarından oluştuğunu modellemişlerdir. Bu özel ön polimeri atmosfer basıncı altında ve inert atmosferde elmas veya elmas benzeri karbona dönüştürdüler.



Şekil 2.6. Poli(hidridokarbin)' nin ultrasases (sonokimyasal) sentezi

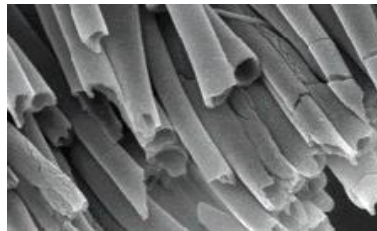
Nur ve ark. (2008), bu çalışmalarında poli(hidridokarbin)' i ilk defa elektrolizle üretmek üzere bir metot geliştirmişlerdir (Şekil 2.7). Elektroliz çözeltisinde çözücü olarak asetonitril, monomer olarak kloroform ve destek elektrolit olarak TBAFB kullanmışlardır. Elektrot olarak 2 tane çelik elektrot seçerek üretim maliyetini düşürmeyi hedeflemişlerdir.



Şekil 2.7. Poli(hidridokarbin) polimerinin elektrokimyasal sentezinin şematik gösterimi

Li ve Xia (2004), elektroğirme ile ilgili olarak ilk patentin 1934 yılında alındığını ve elektroğirme (electrospinning) isminin 1993 yılına kadar elektrostatik eğirme (electrostatic spinning) olarak kullanıldığını bildirmişlerdir. Üretilmiş liflerin morfolojilerinin ve çaplarının viskozite, zincirlerin elastik özellikleri, iletkenlik, polarite, uygulanan elektriksel potansiyel, toplayıcı plakanın uzaklığı ve polimer çözeltisinin akış hızı gibi birçok parametreye bağlı olduğunu söylemişlerdir.

Li ve Xia (2004), yaptıkları çalışmada kontrol edilebilir boyutlara sahip çekirdek/kılıf (core/sheath) ve içi boş silindir yapıda nanolif üretmek için bir metot geliştirmişlerdir. Bunun için birbiri içinde karışmayan iki çözücü ve ortak eksenli (coaxial) ve iki kapiler iğne uçlu cihaz (spinneret) kullanmışlardır. Bu sistemi kullanarak ortak eksenli ve içi boş silindir lifler üretmişlerdir (Şekil 2. 8).



Şekil 2.8 Ortak eksenli eğrilmiş liflerin SEM görüntülerinden bir kesit

Ramaseshan ve.ark. (2007), elektroęirme metodu ile nanoyapılı seramik üzerine yayımladıkları derlemede seramik nanoliflerin, temel kuantum mekanięi kavramlarını test etme ve fotonik, nanoelektronik ve veri depolama gibi çeşitli uygulamalarda hayati bir rol oynama potansiyeline sahip olduklarını bildirmişlerdir. Ayrıca, üstün mekanik dayanıklılık, daha yüksek lüminesans verimlilięi ve termoelektrik değerin arttırılması dahil olmak üzere bu malzeme sınıfı için birçok benzersiz ve büyüleyici özellięin önerildięi ve gösterildięi bildirilmiştir. Elektroęirme yöntemi nanolifleri imal etmek için kullanılan gelişmiş bir teknik olduğunu söylemişlerdir.

Yajima ve.ark. (1975; 1976; 1978), SiC, bir oksit olmayan seramik türü olup yapısındaki karbon yüzdesinden kristal yapısı etkilenen bir seramik grup olduğunu bildirmişlerdir. 200’ den fazla SiC seramik türü olduğunu ve bunların karbon bileşimleri ile kristal yapıdaki yerleşimleri farklılık gösterdiğini söylemişlerdir.

Xue ve ark. (2019), elektroęirmenin ultra ince lifler üretmek için kullanılabilen çok yönlü ve uygulanabilir bir teknik olduğunu söylemişlerdir. Prensip, yöntemler, malzemeler ve uygulamalar dahil olmak üzere elektroęirme hakkında kapsamlı bir genel bakış sunmayı amaçlamışlardır. Yayımladıkları derlemede elektroęirmenin uygulanma tarihine kısa bir girişle başlayarak çalıřma prensibi ve yaygın aparatları hakkında bilgi verilmişlerdir. Türevlendirilmiş bileşikler ve yapılar ile nanoliflerin elektroęirme ile üretimi için güçlü bir teknoloji olarak son yirmi yıldaki gelişimini tartışmışlardır. Daha sonra, enerji toplama/dönüřtürme/depolama bileşenleri ve fotonik ve elektronik cihazların yanı sıra biyomedikal iskeleler ,“akıllı” matlar, filtrasyon membranları, katalitik destekler olarak kullanımları da dahil edilerek nanofiberlerin uygulamalarını tartışmışlardır. Ayrıca gelecekteki teknięin gelişimi için zorluklar, fırsatlar ve yeni yönler hakkında perspektifler sunmuşlardır. Sonunda, elektrospun nanoliflerin ölçekli üretimine yönelik yaklaşımları hakkında bahsetmişlerdir ve günlük hayatımızda yaygın olarak kullanılan bu yöntemle üretilmiş nanoliflere dayalı çeşitli ticari ürünleri kısaca tartışmışlardır.

Esfahani ve ark.(2017), seramik nanoliflerin (NF) sahip olduęu benzersiz özelliklerinden dolayı son zamanlarda ileri uygulamalar için birçok metodun geliştirildiğini ve çalışmaların yapıldığını bildirmişlerdir. Bu çalışmalarında, elektroęirme ile üretilmiş seramik NF'lerdeki gelişmeleri üretim süreçleri, özellikleri

ve uygulamaları incelemişlerdir. Elektroeğirme ile üretilmiş seramik NF'lerin yüzey aktivitesinin piroliz sonrası, hidrotermal ve karbotermal işlemlerle iyileştirildiğini gözlemlemişlerdir. Ayrıca, başka yüzey modifikasyon yöntemleri ile birleştirildiğinde, elektroeğirme ile üretilmiş seramik NF'ler, özelliklerin iyileşmesine ve uygulama alanlarının genişlemesine yardımcı olduğunu bildirmişlerdir. Bir lifin çapının ve uzunluğunun azalmasıyla lifli malzemelerin birçok özelliği değiştiğini; bu tür seramik NF'lerin birçok özelliğinin, geniş ve uzun (dökme) olan muadillerinden farklı olduğu görmüşlerdir. Bu makalede, elektroeğirme ile üretilmiş seramik NF'lerin katalizör, membran, sensör, biyomalzeme, yakıt hücresi, piller, süper kapasitör, enerji hasat sistemi, elektrik ve manyetik parça, iletken tel ve giyilebilir elektronik tekstil olarak uygulamalarına vurgu yapılarak gözden geçirmişlerdir. Seramik NF'lerin birçok yöntemle sentezlenebildiğini ancak, elektroeğirme yönteminin basit, uygun maliyetli ve çok yönlü olduğunu ve nanometre ile mikrometre aralığında seramik lifler üretilmesine olanak sağlaması nedeniyle diğerlerine göre önemli avantajlara sahip olduğunu bildirmişlerdir. Elektroeğirme ile üretilmiş seramik NF'lerdeki son gelişmeleri gözden geçirmişler, Al_2O_3 , MgO , SiO_2 , TiO_2 , ZnO ve ZrO_2 gibi basit oksit seramik liflerin elektroeğirme yöntemiyle üretilmesi yanında $CaCu_3Ti_4O_{12}$ ve $Li_{1.6}Al_{0.6}MnO_4$ bileşiklerin de bu yöntem yardımı ile kolayca sentezlenebileceğini bildirmişlerdir.

Tian ve ark. (2019), içi boş silisyum karbür (SiC) liflerin, katalizör taşıyıcılar, dalga emici malzemeler ve termal yalıtım kompozit malzemeler için umut verici adaylar olduğunu bildirmişlerdir. Yaptıkları çalışmada, eğrilmiş polistiren ve polikarbosilan çekirdek-kabuk lifleri ilk olarak tek enjektörlü elektroeğirme teknolojisi ile üretilmiştir. Daha sonra, ön oksidasyon ve pirolizden sonra SiC lifleri başarıyla elde edildiğini göstermişlerdir. Elde edilen SiC lif mat, $2350 \text{ m}^2 \text{ kg}^{-1}$ efektif sönüm katsayısı (e^*) ve 800°C 'de $104,9 \text{ mW (m K)}^{-1}$ düşük ısı iletkenliği ile mükemmel ısı yalıtım performansı sergilediğini rapor etmişlerdir. Çalışmada, PS çekirdeğinin ayrıştırılmasından sonra içi boş yapı gerçekleştirilmiştir. İçi boş yapı ve uygun çap, çoğunlukla SiC liflerin mükemmel ısı yalıtım performansına katkıda bulunduğunu bildirmişlerdir.

Uyar ve ark. (2010), fonksiyonel nanolifli ağlar geliştirmek amacıyla beta-siklodekstrin (β -CD) içeren poli(metil metakrilat) (PMMA) nanolifleri elektroeğirme yoluyla başarılı bir şekilde ürettiklerini rapor etmişlerdir. Farklı β -CD yüklemeleri (%10, %25 ve %50 (w/w)) içeren homojen PMMA nanoliflerinin elektro-eğirmesi

gerçekleştirmişlerdir. Bu nanoliflerin organik buhar atık arıtımı için kullanılabileceğini göstermişlerdir. Yüzeye duyarlı spektroskopik teknikler; X-ışını fotoelektron spektroskopisi (XPS) ve ToF-SIMS analizleri ile β -CD moleküllerinin PMMA nanoliflerinin yüzeyinde mevcut olduğunu gösterdiler. Fiber yüzeyinde bulunan β -CD anilin, stiren ve toluen buharlarının adsorplandığını doğrudan piroliz kütle spektrometrisi (DP-MS) çalışmaları ile ispatlamışlardır. Bu çalışma ile bu tür liflerin havanın filtrelenmesinde kullanılabileceğini bildirmişlerdir.

Uyar ve ark. (2009), yaptıkları çalışmada (β -CD) içeren polistiren (PS) nanolifleri, fonksiyonel lifli nanoağlar geliştirmek amacı ile elektroğirme yöntemini kullanarak başarılı bir şekilde üretilbildiğini göstermişlerdir. PS ve β -CD çözeltilerdeki derişimin değiştirilmesini içeren bir dizi parametrenin optimizasyonu ile boncuksuz lifler üretmeyi başarmışlardır. β -CD ve PS'nin N,N-dimetilformamid (DMF) içindeki homojen çözeltilerini, PS konsantrasyonları %10 ila %25 (m/v) olacak şekilde ve β -CD konsantrasyonları %1 ila %50 (m/m) arasında olacak şekilde hazırlamışlardır. β -CD'nin varlığı, PS/CD çözeltilerinin daha yüksek iletkenliğinin bir sonucu olarak daha düşük polimer konsantrasyonlarından bile boncuksuz PS liflerinin üretimini kolaylaştırdığını görmüşlerdir. Boncuksuz PS/CD liflerinin morfolojisi ve üretimi, büyük ölçüde β -CD içeriğine bağlı olduğu sonucuna varmışlardır. TEM ve atomik kuvvet mikroskobu (AFM) görüntüleri, β -CD'nin dahil edilmesi ile daha pürüzlü yüzeylere sahip PS liflerinin oluştuğunu göstermiştir. Çalışmalarında termogravimetrik analiz (TGA) ve DP-MS analiz yöntemlerini kullanarak PS liflerinde β -CD'nin varlığını doğrulamışlardır. Fiberlerin X-ışını kırınımı (XRD) spektrumları, β -CD moleküllerinin, % 40 (m/m) β -CD yüklemesine kadar herhangi bir fazla ayrılmış kristalin kümeler olmaksızın PS matrisi içinde dağıldığını göstermiştir. Ayrıca, Fourier transform kızılötesi (FT-IR) spektroskopi çalışmaları ile yapılan kimyasal analizler, β -CD moleküllerinin PS fiber matrisi içinde bulunduğunu doğrulamıştır. Son olarak, X-ışını fotoelektron spektroskopisi (XPS), TOF-SIMS ve termogravimetrik analiz (TGA) kullanarak PS liflerinde β -CD'nin varlığını yanı PS fiber yüzeylerinde CD moleküllerinin varlığını ispat etmişlerdir.

Uyar ve ark. (2009), elektroğirme tekniği ile siklodekstrin bağlı nanolifler (CD-IC'ler) üreterek fonksiyonel nanolif üretmeyi başarmışlardır. Bu çalışmada, siklodekstrin-mentol (CD-mentol-IC'ler) içeren poli(metil metakrilat) (PMMA)

komplekslerin elektroegirme ile üretimini rapor etmişlerdir. Bu CD-mentol-IC fonksiyonelleştirilmiş nanolifler, yüksek sıcaklık kararlılığına sahip kokular/tatlar içeren fonksiyonel nanolifler üretmek amacıyla geliştirilmiştir ve mentol model koku/tat malzemesi olarak kullanılmıştır. PMMA nanofiberleri, üç tip CD: α -CD, β -CD ve γ -CD kullanılarak CD-mentol-IC'ler ile üretilmek üzere elektroegirmede çalışmışlardır. Doğrudan piroliz kütle spektrometrisi (DP-MS) çalışmaları, mentolün termal buharlaşmasının PMMA/CDmentol-IC nanoağ için çok yüksek ve geniş bir sıcaklık aralığında (100–355°C) meydana geldiğini göstererek ve mentolün CD ile kompleksleştğini ispat etmişlerdir. Ayrıca, CD'lerin iç boşluğunun boyutu α -CD < β -CD < γ -CD sırasına göre arttıkça, mentolün termal evrimi daha yüksek sıcaklıklara kaydığını, bu da mentol ile CD boşluğu arasındaki etkileşimin gücünün bu sırayla olduğunu bildirmişlerdir.

Zhang ve ark. (2009), elektroegirme tekniği ile kontrol edilebilir nanogözenekli yapılara sahip poliakrilonitril (PAN) ve karbon nanolifleri başarılı bir şekilde hazırlamıştır. Gözenekli PAN nanoliflerinin hazırlanması için öncü malzemeleri olarak iki tür PAN ve poli(vinil pirolidon) (PVP) polimeri kullanmışlardır. Çalışmada PAN ve PVP'nin iki bileşenli nanolifleri hazırladıktan sonra PVP su ile ekstrakte edilmiştir. Çalışmada PAN/PVP oranını değiştirilerek gözenekli PAN nanoliflerinin gözenek boyutu ve gözenek dağılımı kontrol edilmesi amaçlanmıştır. Gözenekli PAN nanolifleri ısıtılma işlemiyle nanogözenekli yapılara sahip karbon nanoliflerin elde edilmesinde kullanmışlardır. Gözenekli nanolifleri SEM ile karakterize etmişlerdir.

Shawon ve Sung (2004), yaptıkları çalışmada nanometre ölçekte lifler elde etmek için tetrahidrofuran (THF) ve dimetilformamid (DMF) çözücü karışımlarında çözünmüş polikarbonatı elektroegirmede kullanmışlardır. Çözücü karışımlarının liflerin morfolojisi üzerinde önemli bir rol olduğunu bildirmişlerdir. Çözücü karışımlarda THF oranı arttıkça (THF:DMF'nin 60:40, 70:30 oranlarında olduğu gibi) lifler birbirleriyle daha güçlü ağ oluşturma eğilimlerinin olduğunu gözlemlemişlerdir. Elektrostatik voltaj, viskozite ve yüzey gerilimi de lif morfolojisi ve boncuk oluşumu üzerinde önemli etkileri olduğunu bildirmişlerdir.

Ma ve ark. (2008), gözenekli ultra ince nanoliflerin hazırlanması için kolay bir yöntem önermişlerdir. PAN/NaHCO₃ kompozit nanoelyaflar hazırlamışlardır. NaHCO₃'ü hidroklorik asit (kütlece % 10) çözeltisi ile seçici bir çözünme ve reaksiyon yoluyla

uzaklaştırmışlardır. Elde edilen PAN liflerinin NaHCO_3 ekstraksiyonundan sonra yüksek ölçüde gözenekli yüzeylere sahip olduğunu göstermişlerdir. Ultra ince PAN nanofiberlerin yapısı ve özelliklerini FT-IR, XRD ve TGA ile karakterize etmişlerdir.

Greiner ve Wendorff, (2007), elektroegirme yönteminin çoğunlukla polimerlerden oluşan çözeltileri veya eriyikleri, çapları birkaç mikrometre ile birkaç nanometre arasında değişen sürekli lifler halinde işlemek için kullanılan çok yönlü bir yöntem olduğunu bildirmişlerdir. Bu tekniğin, hemen hemen her çözünür veya eriyebilir polimere uygulanabilir olduğunu söylemişlerdir. Elektroegirme yönteminin, basit görünse de, çok sayıda moleküler süreç ve teknik parametreye bağlı olan oldukça karmaşık bir süreç olduğunu bildirmişlerdir. Yöntem, karmaşık kimyasal yapılara sahip olabilen tamamen yeni malzemelerin üretimine olanak sağlar. Elektroegirmenin, yalnızca yoğun akademik araştırmaların odak noktası olmadığını ayrıca birçok teknolojik alanda uygulandığını söylemişlerdir. Yöntemin, sentetik ve doğal polimerlere, polimer alaşımlarına ve kromoforlar, nanopartiküller veya aktif maddelerle yüklü polimerlerin yanı sıra metallere ve seramiklere uygulanabilir olduğunu bildirmişlerdir. Derlemelerini elektroegirmenin optoelektronik, sensör teknolojisi, kataliz, filtreleme ve tıp gibi çeşitli alanlardaki uygulamalarından bahsederek örneklendirmişlerdir.

Qin, Yang ve ark (2006), elektroegirmenin, farklı polimerlerin ve polimer karışımlarının çözeltilerinden mikron altı lifler üretmek için kullanılabilecek nispeten basit bir yöntem olduğunu bildirmişlerdir. Çözeltinin iletkenliği veya uygulanan voltaj ile elektrostatik kuvvet yüzey gerilimini yenemeyecek kadar yüksek değilse, elektroegirme ile fiber üretilmeyeceğini söylemişlerdir. Ancak, çözeltinin iletkenliğinin artırılması ile bu sorunun aşılabileceğinden bahsetmişlerdir. Bu çalışmalarında, farklı tuzların PAN polimerinden elektroegirme ile lif üretimine etkisini araştırmışlardır araştırılmıştır. Bu çalışmada LiCl , NaNO_3 , NaCl ve CaCl_2 gibi inorganik tuzlar kullanmışlardır. Sonuçlar, tuzlar PAN çözeltisinin farklı konsantrasyonları hazırlandığında, iletken sırasının $\text{LiCl} > \text{NaNO}_3 > \text{CaCl}_2 > \text{NaCl} > (\text{tuz yok})$ olduğunu göstermişlerdir. Üretilen nanoliflerin çaplarının $\text{LiCl} > \text{NaNO}_3 > \text{CaCl}_2 > \text{NaCl}$ olduğunu bulmuşlardır.

Subbiah ve ark.(2005), nanoteknolojiyi, malzemelerin nanometre ölçekte incelenmesi ve geliştirilmesi olarak tanımlamışlardır. Gelişmiş uygulamalara sahip yeni

materyaller yaratmadaki potansiyeli nedeniyle hızla büyüyen bilimsel disiplinlerden biri olduğunu bildirmişlerdir. Bu teknoloji, elektronik, malzeme bilimi ve polimer mühendisliği gibi birçok farklı bilim ve mühendislik disiplinini büyük ölçüde etkilediğini söylemişlerdir. Nanoliflerin, yüksek yüzey alanları ve gözeneklilikleri nedeniyle filtre ortamı, koruyucu giysilerde adsorpsiyon katmanları vb. gibi uygulamalar bulunabileceğini bildirmişlerdir. Elektroeğirmenin nanolifleri üretmek için uygun bir teknik olduğunu söylemişlerdir. Bu makalelerinde, nanoliflerin geliştirilmesi, elektro-eğirme işleminin temel anlayışı ve nanoyapılı lifli malzemelerin özellikleri ve uygulamalarına ilişkin araştırma faaliyetlerinin derinlemesine bir incelemesi sunmuşlardır.

Li ve Xia (2004), elektroeğirme, polimerleri, kompozitleri ve seramikleri içeren zengin çeşitlilikteki malzemelerden ultra ince lifler üretmek için basit ve çok yönlü bir yöntem sağladığını bildirmişlerdir. Bu derleme, son üç yılda kaydedilen ilerlemeye odaklanarak bu tekniğe genel bir bakış sunmaktadır. Derlemede, elektroeğirme setinin kurulumunun kısa bir açıklamasından sonra, elektroeğirme için geliştirilmiş mekanizmalar ve teorik modellerin yanı sıra nanoliflerin çapını, morfolojisini, bileşimini, ikincil yapısını ve uzamsal hizalamasını kontrol etme gibi avantajlarından bahsedilmiştir. Ek olarak, elektroeğirme ile üretilmiş nanofiberlerin dikkat çekici özellikleri ile ilgili bazı potansiyel uygulamaları vurgulanmaktadır.

Shin ve ark. (2001), elektroeğirme işleminde, bir sıvı jetinin yüksek bir elektrik alanına maruz bırakılmasıyla mikron altı çaplara sahip polimer lifler oluşturulduğunu bildirmişlerdir. Sonuçları, elektrikli akışkan jetleri için yakın zamanda geliştirilen bir teori çerçevesinde yorumlanmışlardır. Prosesin elektrik alanı ile akış hızının optimizasyonu olarak özetlenebileceğini söylemişlerdir. Ek olarak, jet akımının net yük yoğunluğu ile ilişkili olduğunu ve akışkan özelliklerine, uygulanan elektrik alana ve ekipman konfigürasyonuna bağlı olduğunu bildirmişlerdir.

Tiwari ve ark.(2021), süper kapasitörlerde kullanım için yüksek kapasitanslı akıllı negatif elektrot malzemelerinin geliştirilmesi gerektiğini bildirmişlerdir. Enerji depolamada yüksek kapasitanslı çeşitli elektrot malzemelerinin bildirilmiş olmasına rağmen, karbon bazlı malzemeler yüksek iletkenlikleri, yüksek güç yoğunluğu ve mükemmel kararlılıkları nedeniyle en güvenilir elektrotlardır. Genel karbon malzemeleriyle ilgili en yaygın sorun, bu elektrot malzemelerinin neredeyse hiç serbest

duran elektrotlar olarak kullanılamamasıdır. Serbest duran karbon bazlı elektrotlar yüksek talep görmekte ve enerji depolama araştırmalarının tutkulu bir konusu olmaya devam etmektedir. Elektroegirme ile üretilmiş nanoliflerin bu boşluğu doldurmak için potansiyel bir aday olduğu bildirilmiştir. Bununla birlikte, karbon nanolifler (ECNF'ler) kendi başlarına düşük kapasitansa ve düşük enerji yoğunluğuna sahiptir. Saf CNF'lerin sınırlamalarının üstesinden gelmek için, yüzey alanı artırılması, heteroatom katkılamanın ve metal katkılama yapılması yoluna gidilmiştir. Bu derleme, yeni nesil akıllı cihazların taleplerini karşılamak için bu sınırlamaların nasıl aşılabileceğine dair bir gelecek perspektifi ortaya koymaktadır.

Wang ve ark.(2020), yaptıkları çalışmada seramik öncülerinin piroliz sırasında şekillerini korumaları için kürlleme işlemi gerekli olduğu sonucuna vardılar. Bu çalışmada, polikarbosilanın (PKS) kısmi Si-H gruplarının Cl₂ ile klorlanması ve ardından hidroksietil akrilat ile reaksiyona sokulmasıyla ışığa duyarlı bir SiC seramik öncüsü sentezi yapmışlardır. ¹H-NMR ve element analizine göre, PKS' nin yaklaşık %10 yapısal birimi akrilat grubu ile aşılandığı tespit edilmiştir. Foto-başlatıcı ile karıştırıldıktan sonra, akrilat aşılı PKS, UV ışığı altında çözünür ve eriyebilir halden çözünmez ve eriyebilir olmayan duruma dönüştüğü görülmüştür. Çalışmada ilgili seramik verimi ve oksijen içeriği ile kürlleme hızı, geleneksel hava oksidasyonu ve elektronik radyasyon ile kürlenen PKS'lerle karşılaştırılmıştır. UV aydınlatma ile senkronize elektroegirme yapılmış ve akrilat aşılı PKS pirolize edilerek, tek boyutlu ve sürekli SiC lifleri hazırlanmıştır. Piroliz sıcaklığının morfoloji, kristalografik yapı ve element bileşimi üzerindeki etkileri de araştırılıp ve tartışılmıştır.

Hu ve ark.(2020), SiC benzersiz özelliklere sahip ve ev ve askeri kullanımlarda yaygın olarak kullanılan seramik olduğunu bildirmişlerdir. Bu çalışmada, SiC elyaflarının üretim süreci araştırılmıştır. Yapılan bu çalışmada, polikarbosilan (PKS), bir çözelti oluşturmak üzere C₈H₁₀ ve N,N-dimetilformamid (DMF) çözücülerinden oluşan bir çözücü içinde çözünmüş ve PKS liflerini üretmek için elektroegirme kullanılmıştır. PKS liflerini β-SiC seramik life dönüştürmek üzere bir kürlleme işlemine ve ardından N₂ atmosferinde 1200°C'de 2 saatlik kalsinasyona tabi tutulmuştur. Çalışmada, çözünen maddenin derişimi, çözücü karıştırma oranı ve voltaj, her parametrenin elektroegirme üzerindeki etkisini incelemek için süreç parametreleri olarak tanımlanmıştır. PKS liflerinin verilen koşullar altında en eşit boyutu sergilediğini

bulmuşlardır: 1,0 g/ml PKS alımı, çözücü hacminin %30' unu oluşturan DMF, 25 kV voltaj, 1,0 ml/sa püskürtme hızı ve 15 cm döndürme mesafesi. SEM analizleri yaparak her bir PKS fiberinin çapı 1,0 μm ve her β -SiC fiberinin çapı 0,8 μm olarak belirlemişlerdir.

Yao ve ark.(2019), SiC ultra ince liflerinin yüksek sıcaklık kararlılığının oksidatif kürleme işlemi sırasında verilen büyük miktarda oksijen ile sınırlı olduğunu bildirmişlerdir. Bu çalışmada, PKS ve divinildimetilsilanın 320°C'de hidrosililasyon reaksiyonu ile vinil modifiye polikarbosilan (Vi-PCS) sentezlenmişlerdir. Elektroegirme ile üretilmiş ultra ince Vi-PCS lifleri, normal atmosferde 320°C' ye ısıtılarak kürleyip sonrasında bir hidrosililasyon reaksiyonu başlatmışlardır. 1200°C' de piroliz devam ederek tek tip çaplara (1,6-2,5 μm) ve düşük oksijen içeriğine (ağırlıkça %4,64) sahip ultra ince SiC lifler üretmişlerdir. Lifler, SiC_xO_y fazındaki önemli azalma nedeniyle pürüzsüz yüzey morfolojilerini ve 1700°C' ye kadar esnekliklerini koruduğunu görmüşlerdir. Ortaya çıkan SiC ultra ince lifli matlar, yüksek sıcaklık kararlılıkları nedeniyle zorlu ortamlardaki uygulamalar için umut verici malzemeler olduğunu bildirmişlerdir.

Homaeigohar ve ark.(2017), içi boş nanolifler, sensör, enerji, sağlık ve çevre alanlarındaki çeşitli uygulamalar için bilim camiasından büyük ölçüde ilgi gördüğünü bildirmişlerdir. Ana nedenler olarak mühendislik olanaklarını artıran geniş yüzey alanları, daha geniş erişilebilir aktif alanları ve gözeneklilik olarak göstermişlerdir. Özellikle, yarı iletken seramik içi boş nanolifler daha yüksek elektronik taşıma özellikleri ve daha kısa iyon veya elektron difüzyon uzunluğu (örneğin, gelişmiş bir şarj-deşarj oranı için) göstermektedir. Bu derlemede, seramik içi boş nanolif malzemelerin en son gelişmelerini vesentez yaklaşımları açısından tartışmaktadırlar. Elektroegirme ile üretilmiş içi boş seramik nanolifler, en yaygın olarak çalışılan bileşenleri, yani metal oksitleri açısından gözden geçirilmiştir. Bu nanoyapılar temel olarak enerji ve çevresel iyileştirme için önerilmiştir. Bu tür tek boyutlu (1D) nanoyapıların çeşitli avantajlarına rağmen, pratik kullanımlarını artırmak için üretim stratejilerinin iyileştirilmesi gerektiği bildirilmiştir.

Masripah ve ark.(2018), SiC yüksek ısı iletkenliğe, mekanik ve kimyasallara karşı kararlı özelliklere ve ayrıca radyasyona karşı direnç yüksek olan bir seramik olduğunu bildirmişlerdir. Bu araştırmada polikarbosilan N, N - dimetilformamid (DMF)

ve toluen çözücü ile elektroegirme yöntemiyle SiC lif sentezi için kullanılmıştır. Bu elektroegirme yöntemi, kontrollü çaplara sahip ve 10 µm'den küçük lifler üretmede kullanılmıştır. Lif oluşma sonuçlarını etkileyen bazı parametreler olan voltaj ve sıcaklık incelenmiştir. Elde edilen SiC lifleri optik mikroskop, FTIR, XRD ve SEM ile karakterize edilmiştir. SiC lifleri, matris olarak kullanılan poli(vinil alkol)' ün (PVA) kompozitleri haline getirilmiştir. Elde edilen kompozitler daha sonra bir yarı iletken olarak betavoltaik hücreye uygulanabilme yeteneğini göstermek için LCR metre kullanılarak elektriksel iletkenlik ve dielektrik sabiti açısından test edilmiştir. FTIR, XRD ve SEM-EDS' den elde edilen sonuçlar, SiC liflerinin bu yöntemle başarıyla sentezlendiğini gösterdiği rapor edilmiştir. Elektroegirme işlemi sırasında uygulanan voltajın artmasıyla elde edilen ortalama lif çapı azaldığı görülmüştür. 10 kV için uygulanan voltajdan elde edilen ortalama lif çapı 10,4 µm olduğu tespit edilmiştir. 1200, 1300 ve 1400 °C'de sıcaklıklardaki piroliz sonrası ortalama fiber çapı, uygulanan tüm voltajlarda sıcaklık artışı ile küçülme eğiliminde olduğu gözlemlenmiştir.

Esfahani, ve.ark. (2017), yayımladıkları makalede seramik nanolifler (NF'ler) benzersiz özelliklerinden dolayı ileri uygulamalar için çalışmalar yapıldığını bildirmişlerdir. Bu makalede, elektroegirme ile üretilmiş seramik NF'lerdeki gelişmeler, üretim süreçleri, özellikleri ve uygulamaları açısından gözden geçirilmiştir. Elektroegirme ile üretilmiş seramik NF'lerin yüzey aktivitesinin piroliz sonrası, hidrotermal ve karbotermal işlemlerle iyileştirildiğini buldular. Ayrıca, başka yüzey modifikasyon yöntemleri ile birleştirildiğinde, elektroegirme ile üretilmiş seramik NF'ler, özelliklerinin iyileştirilmesine ve uygulama alanlarının genişlemesine katkıda bulunmuştur. Bir lifin çapının ve uzunluğunun azalmasıyla lifli malzemelerin birçok özelliği değişir; bu tür seramik NF'lerin özellikleri, geniş ve uzun (dökme) muadillerinden farklı olduğu bildirilmiştir. Bu derlemede, elektroegirme ile üretilmiş seramik NF'lerin, katalizör olarak uygulamalarına vurgu yapılarak gözden geçirilmektedir. Membranlar, sensörler, biyomalzemeler, yakıt hücreleri, piller, süper kapasitörler, enerji toplama sistemleri, elektrik ve manyetik parçalar, iletken teller ve giyilebilir elektronik tekstiller ile ilgili araştırmalar özetlenmiştir.

Satiawan ve ark. (2015), Yaptıkları çalışmada PKS liflerini elektroegirme ile başarılı bir şekilde üretilen bir termal kürlleme ve elektron ışını kürlmesi ile işlemişlerdir. PKS egirme işleminde; çözelti bileşimi %30 N,N-dimetilformamid (DMF)/%70 toluen,

uygulanan voltaj 10 kV ve 1,2 g/ml PKS derişimi olarak belirlenmiştir. Ortalama çapı ~8 µm olan PkS lifler, 200°C'de çeşitli sürelerde (1, 1.5 ve 2 saat) termal olarak kürlenmiş, çeşitli absorbe dozlar (yaklaşık 23, 139, 231, 324, 509 ve 787 kGy) uygulanmıştır. PkS liflerinin kürleme işleminden sonraki yapısal değişiklikleri FT-IR ile analiz edilmiştir. Termal işlemle kürlenen liflerin tümü oksidasyon kürleme gösterir ve elektron ışını ile kürlenen liflerin tümü oksidasyonsuz kürlenme gösterdiği bildirilmiştir. 1 saat tutma süresi ile termal işlemle kürlenen ve 231 kGy'de absorbe edilen dozlarla elektron ışını ile kürlenen lifler daha yüksek çapraz bağlanma derecesi gösterdiği tespit edilmiştir. Elektron ışını ile kürlenen liflerin, ısıl işlemle kürlenen liflere göre daha kırılğan olduğu bildirilmiştir.

Satiawan ve ark. (2014), çalışmalarında polikarbosilan (PKS) lifleri, toluen içinde N,N-dimetilformamid (DMF) karışımı olan bir çözücü kullanılarak yapmışlardır. Toluene ve N,N-dimetilformamid (DMF) çözeltisi içinde çözülmüş 1,2 g/ml konsantrasyonlu PKS polimerleri, ortam sıcaklığında 24 saat hafifçe karıştırıldı. Çözücü karışımı olan DMF ile toluen %22, %24, %26, %28 ve %30 oranlarında hazırlanmıştır. Dikey bir elektroegirme düzeneğinde, bir cam şırınga içindeki çözelti, 6-gauge (0,5 mm iç çap) paslanmaz çelik iğnenin ucuna iletilmektedir. Uçtan kollektöre mesafe 100 mm'ye ve uygulanan yüksek voltaj 10kV' olarak ayarlanmıştır. Kolektör olarak alüminyum folyo ile sarılmış 100 mm x 100 mm boyutlarında paslanmaz çelik levha kullanılmıştır. Elektroegirme ile dokunmuş elyaf, 200°C sıcaklıkta (2°C/dk), 1 saat, 1.5 saat ve 2 saat süreyle kürlenmiş ve %30 DMF konsantrasyonuna sahip lifler de inert atmosferde 1000°C'de 3 saat boyunca pirolizlenmiştir. Numuneler FT-IR spektroskopisi ve SEM-EDS cihazı ile test edilmiş ve gözlemlenmiştir. Sonuçlar, PKS liflerinin, çözücünün polaritesini arttırmak için DMF ilavesi ile toluen ile PKS'nin çözülmesinden yapılabileceğini ve lif oluşumunun, dışarıdan voltaj varlığı ile desteklenen elektroegirme kullanılarak yapıldığını göstermiştir. Tolueni, DMF'yi buharlaştırmak ve öncekinden daha güçlü lifler elde etmek için lif kürleme 200°C'de yapılmıştır. Toluene içindeki DMF ilave konsantrasyonu ve kürleme süresi, elde edilen PKS elyafının bileşimini etkilemiştir. En küçük PKS lif ortalama çapı 4,81 µm, 2 saat kürlenme süresi ile %28 DMF'den ve kürleme süresi 1 saat yaklaşık 14,22 µm ile en büyük lif %22 DMF'den elde edilmiştir.

Ye ve ark. (2014), SiC/ZrC/C ultra-ince kompozit lifler, polikarbosilan ve polizirkonoksan çözeltisinden elde edilen elektrospun liflerin yüksek sıcaklıkta piroliz işlemiyle üretilmiştir. Piroliz işlemi sırasında faz geçişi araştırılmış ve sonuçlar polikarbosilanın amorf SiC ve ekstra karbona, polizirkonoksanın 1200 °C'de t- ZrO₂'ye dönüştüğünü ortaya çıkarmıştır. Daha sonra, amorf SiC kübik SiC'ye ve 1600°C 'de kübik ZrC'nin karbotermal oluşumu için karbon kaynağı olarak kullanılan polikarbosilandan ekstra karbona dönüştürülmüştür. Bu arada, karbotermal indirgeme işlemi sırasında üretilen karbon oksit, seramik liflerin mezogözenekli yapı oluşturmaya neden oldu. Elde edilen mezo gözenekli lifler, oldukça kristalli SiC/ZrC/C üçlü kompozit liflerin oluşu görülmüştür.

Guo ve ark. (2013), yaptıkları çalışmalarında hiyerarşik olarak yapılandırılmış polimerden türetilen seramik lifler, kobalt bazlı bir katalizör öncüsünün eklendiği, ticari olarak temin edilebilen bir seramik öncesi polimerin elektroğirmesi ve ardından 1250 ila 1400°C arasında değişen sıcaklıklarda nitrojen içinde piroliz yoluyla başarılı bir şekilde üretmişlerdir. SiO ve CO gazlarının reaksiyonunu içeren buhar-sıvı-katı (VLS) mekanizması yoluyla oluşturulan nanoteller, polimer türevi seramiğin yüksek sıcaklıkta ayrışmasından elde edilmiştir. Nanoteller için ana kristal faz, 1350°C'nin altında Si₃N₄ ve Si₂N₂ olduğunu bulmuşlardır. 1400°C'de ve artan ısıtma sıcaklığı ile nanotellerin miktarı arttığını görmüşlerdir.

Wu ve ark. (2012), çalışmalarında inorganik nanoliflerin elektroğirme ile sentezi ve kontrollü eğilmelerine, elektriksel, optik ve manyetik özelliklerine ve ayrıca sensörler, katalizörler, piller, filtreler ve ayırıcılar dahil olmak üzere çeşitli alanlardaki uygulamalarına odaklanan mevcut araştırma faaliyetlerinin kısa bir incelemesini sunmaktadırlar. Elektroğirme teknolojisine kısa bir girişle ve elektroğirme ile seramik nanolifler üretmek için kısa bir sunuş yapmaktadırlar. Daha sonra elektroğirme ile üretilmiş seramik nanoliflerin kontrollü montajı ve modellenmesine yönelik yaklaşımları tartışmışlardır. Fonksiyonel seramik nanoliflerin fiziksel özelliklerinin yanı sıra bunların enerji ve çevre teknolojilerindeki uygulamalarına odaklanıp, elektroğirme ile üretilmiş seramik nanoliflerin sağladığı bazı son uygulamalara vurgu yapmışlardır. Sonunda, Bu incelemeyi, bu yeni fonksiyonel nanomalzeme sınıfı için gelecekteki yönler ve çıkarımlar hakkında bazı bakış açıları ile sonuçlandırmışlardır.

Rose ve ark. (2010), çalışmalarında son derece gözenekli karbür türevli karbon lifleri polikarbosilanın elektroğrılması ve ardından piroliz ve klorlama ile sentezlemişlerdir. Elde edilen ultra ince liflerin, $3116 \text{ m}^2\text{g}^{-1}$ e kadar spesifik yüzey alanları ve 17 bar ve 77 K' de ağırlıkça % 3,86' ya kadar hidrojen için çok yüksek depolama kapasiteleri olduğunu bildirmişlerdir. Bir diğer uygulama olarak, esnek elektrot malzemesi süper kapasitörler düşünülebileceğini bildirmişlerdir.

Schulz ve ark. (2010), yaptıkları çalışmada amorf silisyum nanotelleri (a-SiNW'ler), toluen içinde PMMA ile karıştırılmış siklohekzasilanın (Si_6H_{12}) elektroğrılması ile hazırlamışlardır. Bu tellerin çaplarının yaklaşık 50-2000 nm arasında değiştiğini bildirmişlerdir. a-SiNW'lerin karakterizasyonunu Raman spektroskopisi ile yapmışlardır. Gözenekli a-SiNW'leri uçucu bir polimer kullanılarak elde ettiklerini bildirmişlerdir.

Tolosa ve ark. (2016), bu çalışmada, silisyum oksikarbür öncüsünden karbür türevli karbon lifleri, elektroğirme işlemi için bir taşıyıcı polimer eklenmeden ticari olarak temin edilebilen bir silisyum reçinesinin elektroğrılması ile sentezlemişlerdir. Elektroğirme ile hazırlanmış lifleri piroliz ederek SiOC elde etmişlerdir. Sentez prosedürünü değiştirerek, lifler yerine elektrospreylenmiş SiOC boncukları da elde ettiklerini bildirmişlerdir. Klor muamelesinden sonra, $2394 \text{ m}^2\text{g}^{-1}$ e kadar ($3089 \text{ m}^2\text{g}^{-1}$ BET) spesifik yüzey alanına sahip nano gözenekli karbon elde etmişlerdir.

Eick ve Youngblood (2009), 20 nm kadar düşük çaplarda silisyum karbür (SiC) nanolifleri ürettiklerini rapor etmişlerdir. Elyafları, seramik ön polimerlerinden poli(karbometilsilan)' ın piroliz ile seramiğe elektrostatik olarak döndürülmesi yoluyla üretmişlerdir. Seramik ön polimerlerin PS ile karıştırıldığı ve elektroğirmenin ardından PS' yi çapraz bağlamak ve piroliz sırasında lif akışını önlemek için UV'ye maruz bırakıldığı yeni bir teknik kullanıldığını bildirmişlerdir. SiC fiberleri FT-IR, TGA-DTA, SEM, TEM ve XRD ile karakterize etmişlerdir. Liflerin polikristalin olduğunu ve ticari yöntemlerin α -SiC 3C ürettiği β -SiC 4H politipinin baskın olduğu nanotaneler olduğu göstermişlerdir. Dökme polimer karışımının ise SiC' ye pirolizi, daha büyük tanelere sahip baskın politip olarak a-SiC 15R'yi ürettiğini ve elektroğirme ile üretilen nanoliflerinin sonuçtaki kristallliği etkilediğini bildirmişlerdir. Üretilen liflerin, piroliz koşullarıyla değişken olan bir oksit ölçeğinin çekirdek-kabuk yapısına sahip olduğunu göstermişlerdir.

Liu ve Balkus Jr (2009), silisyum karbürü birçok uygulama için çekici kılan mekanik sağlamlığı, kimyasal eylemsizliği ve termal kararlılığı gibi benzersiz özellik sergilediğini bildirmişlerdir. Bu uygulamalardan bazıları, nanokompozitler için bir destek veya yüksek sıcaklık filtre malzemesi olarak kullanımını içerdiğini söylemişlerdir. SiC'nin nanofiberlerinin üretilmesinin, bu uygulamadaki faydasını artırabileceğini bildirmişlerdir. Mevcut çalışmada, β -SiC'nin nanofiberlerini eş merkezli elektroegirme tekniği kullanarak ile üretilmiştir. Bu yöntemin bugüne kadarki en küçük değer olan 1 ile 2 nm arasında değişen bir çapa sahip tek tip SiC nanofiberleri üretme yeteneğini gösterdiğini bildirmişlerdir.

Shin ve ark. (2008), silisyum karbür lifli ağı, polikarbosilan (PKS) çözeltisinin elektroegilmesi ve ardından bir termal kurlleme işlemi sonrası 1000-1400°C'de ağın pirolizi ile hazırlamışlardır. Homojen bir SiC ağı elde etmek için optimum egirme koşulları önermişlerdir. Bu optimum koşulların %30 DMF/%70 toluen bileşimi ve 20 kV'dan yüksek bir egirme voltajı ile 1,3 g/ml derişiminde PKS çözeltisi olduğunu bildirmişlerdir. 1 ila 3 nm arasında çapları olan liflere sahip tek tip bir SiC ağı elde edildiğini bildirmişlerdir. Bunu, FE-SEM, FT-IR, XRD ve SEM ile karakterize etmişlerdir. Geniş spesifik yüzey alanı nedeniyle eğrilmiş ağın termal kurlenmesi sırasında büyük miktarda oksijenin ağı katıldığını bildirmişlerdir. Bunun amorf oksikarbür, SiC nanokristaller ve amorf silikanın karışık fazları olduğunu tespit etmişlerdir. Piroliz sıcaklığı artıldığında bu karışık fazın nano gözenekli liflere dönüştüğünü göstermişlerdir.

Dan Li ve ark. (2006), elektroegirme yönteminin polimerlerin nanoliflerini üretmek için oldukça basit bir yöntem olduğunu bildirmişlerdir. Geleneksel sol-jel işleme ile birleştirildiğinde, katı, gözenekli veya içi boş bir yapıya sahip seramik nanoliflerin üretilmesi için çok yönlü bir teknik olduğunu söylemişlerdir. Yaptıkları derlemede, başarılı bir elektroegirme deneyi için hayati önem taşıyan çeşitli teknik konulara, analizlere ve deneysel prosedürlerine odaklanmışlardır. Elektroegirme ile seramik nanoliflerin hazırlanmasındaki son gelişmelere kısa bir genel bakış sunmuşlardır. Ayrıca, bu tekniğin seramik malzemelerin nanoyapılara işlenmesindeki benzersiz yeteneklerini vurgulayıp ve bu nanoyapıların bazı potansiyel uygulamalarını göstermişlerdir.

Cheng ve ark. (2005), poli(dimetilsilan)' ın termal ayrışmasıyla elde edilen sıvı polisilandan (LPS) yüksek basınç altında ve yüksek sıcaklıkta SiC lifinin bir polikarbosilan öncüsünü sentezlemişlerdir. Çalışmalarında reaksiyon sıcaklığının, Si-H bağ içeriğinin, Si-Si bağ içeriği, moleküler ağırlık dağılımının, element bileşiminin, yumuşama noktasının polikarbosilanın (PKS) verimi üzerindeki etkisini spektroskopik olarak incelemişlerdir. Bunu için FTIR, UV/Vis spektroskopisi, ^1H -NMR ve ^{29}Si -NMR spektroskopileri ile jel geçirgenlik kromatografisi (GPC) analiz teknikleri kullanılmıştır. Sonuçlar, reaksiyon sıcaklığı arttıkça PKS'nin moleküler ağırlığının, veriminin ve yumuşama noktasının arttığını, moleküler ağırlık dağılımının genişlediğini ve Si-Si bağ içeriğinin ve doğrusallık derecesinin azaldığını göstermiştir. Si-H bağ içeriğinin, termoliz reaksiyon sıcaklığı 450°C 'nin altında olduğunda arttığını ve sıcaklık 460°C 'nin üzerinde olduğunda azaldığını göstermişlerdir. Reaksiyon sıcaklığının artması ile ürünlerdeki karbon, hidrojen ve oksijen miktarında genel bir azalma gözlemlenmiştir. Sentetik olarak, dönüştürme işlemi, başlangıçta, LPS' nin termal ayrışmasıyla PKS' nin oluşturulması sonrası bunu PKS moleküllerinin yoğunlaşması yoluyla moleküler ağırlıkta bir artış izlemesi olarak bildirmişlerdir.

3. MATERYAL ve YÖNTEM

3.1. Materyal

Tez kapsamında kullanılan monomerlerin, çözücülerin ve diğer kimyasalların kimyasal yapısı aşağıda Çizelge 3.1’de verilmiştir.

Çizelge 3.1. Kullanılan Kimyasal maddeler

Kimyasal Madde Adı	Formülü
Allil triklorsilan	$C_3H_5Cl_3Si$
Diklormetil vinilsilan	$C_3H_6Cl_2Si$
Tetrabütilamonyum tetraflorborat (TBAFB)	$C_{16}H_{36}N^+BF_4^-$
1,2-Dimetoksietan	$C_4H_{10}O_2$
Lityum alüminyumhidrür	$LiAlH_4$
Metillityum	CH_3Li
Metanol	CH_3OH
n- Hekzan	$CH_3(CH_2)_4CH_3$
Ksilen	C_8H_{10}
N,N-DimetilFormamid (DMF)	C_3H_7NO
Potasyum Karbonat	K_2CO_3
Ter- bütıl Magnezyum Klorür	$[(CH_3)_3C]_2C_6H_2(CH_3)OH$
Polistiren (PS)	$(C_8H_8)_n$

3.2. Malzemeler:

Doğru akım güç kaynağı (DC), tek bölmeli elektroliz hücresi, çelik ve bakır elektrot, 250 ml cam balon, geri soğutucu, syringe pump.com NE-1000 programlanabilir tek şırınga pompası, gamma high voltage power supply marka güç kaynağı, 5 ml cam şırınga, paslanmaz çelik iğne (21G x 1 ½’’0,80x38mm).

3.3. Yöntem

3.3.1. GP1 ve GP2 polimer Üretimi



Şekil 3.1. Tez kapsamında kapsamında polikarbosilin sentezinde kullanılan monomerlerin kimyasal yapısı

Çizelge 3.2. GP1 ve GP2 polimerlerinin elektrokimyasal üretiminde uygulanan deneysel koşullar

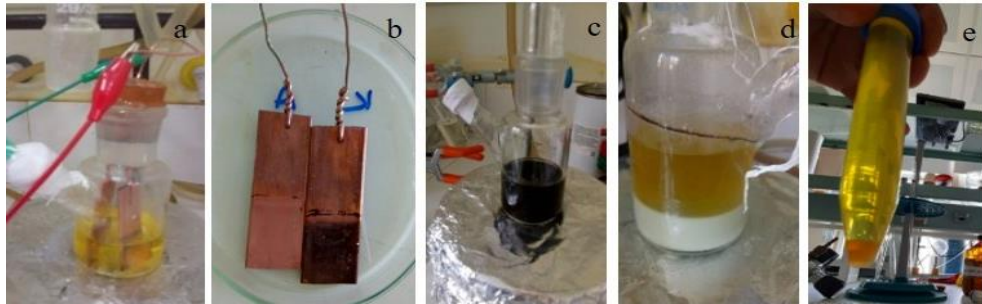
Parametreler	Değerler
Bakır elektrot	Anot (1 cm x 2 cm), Katot (1 cm x 2 cm)
Tetrabütilamonyum tetraflorborat (TBAFB) (Destek elektrolit)	250 mg
Çözücü	Susuz (DME)
Monomer/Çözücü	1 mL monomer/ 30 mL çözücü
Elektroliz süresi	8 saat
Lityum alüminyumhidrür (LiAlH ₄) (0,1 M THF içinde)	4 ml
Metillityum (MeLi) (3,1 M Dimetoksietan içinde)	4 ml
terbütilMgCl	4 ml

Tez kapsamında PSK polimerleri 2 ayrı monomerden yola çıkılarak üretildi. GP1 polimeri allil triklorasilan monomerinden ve GP2 polimeri ise diklormetil vinilsilan monomerinden MKÜ-BAP 14421, E. Gizem Bayol'a ait tez çalışmasından yararlanılarak sentezlendi (Şekil 3.2).

3.3.1.1 GP1 Polimerinin Elektrokimyasal Sentezi

GP1 polimeri bir PSK polimeri olup allil triklorasilan monomerden yola çıkılarak MKÜ-BAP 14421, E. Gizem Bayol'a ait tez çalışmasından yararlanılarak üretildi. GP1

olarak kodlanan bu polimer elektrokimyasal olarak, 100 ml'lik tek bölmeli bir hücre içinde sentezlendi. Hem anot hem de katot olarak bakır elektrotlar kullanıldı. Sentezden önce 250 mg TBAFB ve elektrotlar elektroliz hücresine yerleştirildi (Çizelge 3.2). Ortama Ar gazı verildi ve bu işlem kesintisiz olarak bütün sentez aşamalarında uygulandı. 30 ml susuz DME Ar ile doyurulmuş elektroliz hücresine konuldu. Ortamdan Ar gazı geçirildiği esnada hücreye 1 ml (0,007 mol; 1228,64 mg) allil triklorsilan monomeri konuldu ve bir doğru akım güç kaynağı kullanılarak 8 saat süreyle 8V'luk sabit bir gerilim uygulandı. 25°C'de 5 ml (5 mmol, 189,8 mg) LiAlH₄ (0,1 M THF içinde) eklendi ve 1 gece çözelti geri soğutucu altında kaynama sıcaklığında tutuldu. Sistemden Ar gazı geçerken oda sıcaklığına soğutulmuş çözeltiye 5 ml (15,5 mmol; 340,69 mg) MeLi (3,1 M DME) eklendi. Çözelti 1 gece geri soğutucu altında kaynama sıcaklığında tutuldu. Oda sıcaklığına gelen çözeltiye 0,2 ml metanol eklendi ve 1 saat daha karıştırıldı ve 10 ml pentan eklendi ve 1 saat daha oda koşullarında karıştı ve Ar kesildi. Çözelti 110 mm çapa sahip mavi bantlı süzgeç kağıdı kullanılarak süzüldü. Süzüntüde katı ve sıvı-jel şeklinde iki faz elde edildi. Süzüntü santrifüjlenerek bu iki kısım ayrıldı. Üst sıvı kısım dekanate edilerek bir balona aktarıldı. 1 saat doğrudan vakum motoruna bağlanarak eser miktarda kalmış çözücü uçuruldu. Sentezlenen polimerler vakum etüvünde tutuldular. Polimerler ¹H-NMR, FT-IR, UV/Vis spektroskopisi ve GPC ile karakterize edildi.



Şekil 3.2. GP1 polimerinin sentezinin deney aşamalarından bazı dijital fotoğraf görüntüleri **a.** elektroliz, **b.** Elektroliz sonrası elektrotlar **c.** kaynatma, **d.** kaynatma sonrası **e.** süzüntüde katı ve sıvı-jel şeklinde iki faz görüntüsü

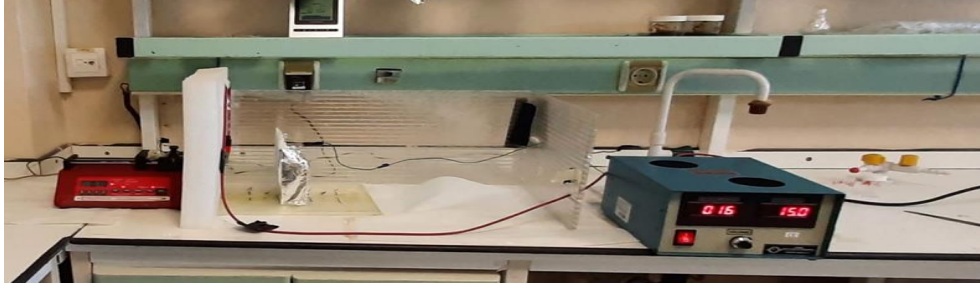
3.3.1.2 GP2 Polimerinin Elektrokimyasal Sentezi

GP2 polimeri de bir PSK polimeri olup diklormetil vinilsilan monomerinden yola çıkılarak MKÜ-BAP 14421, E. Gizem Bayol'a ait tez çalışmasından yararlanılarak

üretildi. GP2 olarak kodlanan bu polimer elektrokimyasal olarak, 100 ml' lik tek bölmeli bir hücre içinde sentezlendi. Hem anot hem de katot olarak bakır elektrotlar kullanıldı. Sentezden önce 250 mg TBAFB ve elektrotlar elektroliz hücresine yerleştirildi (Çizelge 3.2). Ortama Ar gazı verildi ve bu işlem kesintisiz olarak bütün sentez aşamalarında uygulandı. 30 ml susuz DME Ar ile doyurulmuş elektroliz hücresine konuldu. Ortamdan Ar gazı geçirildiği esnada hücreye 1 ml diklormetil vinilsilan monomeri konuldu ve bir doğru akım güç kaynağı kullanılarak 8 saat süreyle 8V'luk sabit bir gerilim uygulandı. 25°C'de 5 ml (5 mmol, 189,8 mg) LiAlH_4 (0,1 M THF içinde) eklendi ve 1 gece çözelti geri soğutucu altında kaynama sıcaklığında tutuldu. Sistemden Ar gazı geçerken oda sıcaklığına soğutulmuş çözeltiye 5 ml (15,5 mmol; 340,69 mg) MeLi (3,1 M DME) eklendi. Çözelti 1 gece geri soğutucu altında kaynama sıcaklığında tutuldu. Oda sıcaklığına gelen çözeltiye 0,2 ml metanol eklendi ve 1 saat daha karıştırıldı ve 10 ml pentan eklendi ve 1 saat daha oda koşullarında karıştı ve Ar kesildi. Çözelti 110 mm çapa sahip mavi bantlı süzgeç kağıdı kullanılarak süzüldü. Süzüntüde katı ve sıvı-jel şeklinde iki faz elde edildi. Süzüntü santrifüjlenerek bu iki kısım ayrıldı. Üst sıvı kısım dekante edilerek bir balona aktarıldı. 1 saat doğrudan vakum motoruna bağlanarak eser miktarda kalmış çözücü uçuruldu. Sentezlenen polimerler vakum etüvünde tutuldular. Polimerler $^1\text{H-NMR}$, FT-IR, UV/Vis spektroskopisi ve GPC ile karakterize edildi.

3.3.2. GP1 ve GP2 Polimerlerden Lif Eldesi ve Seramik Lif Üretimi

GP1 ve GP2 polimerleri sentezlenip karakterize edildikten sonra bu polimerleri çözen uygun bir çözücü karışımı bulmak için çalışmalar yapıldı. Wang Y ve ark., 2019 tarafından polisilan polimerlerini DMF ve ksileni belli oranlarda karıştırarak çözerek bir koloidal çözelti elde etmişlerdir. Bu çözeltiye 10 kV potansiyel uygulayarak EE yöntemi ile bu tür polimerlerin liflerini üretmişlerdir. Bu tez kapsamında EE işlemlerinde kullanılmak üzere Şekil 3.3' te verilen sistem kullanılmıştır.

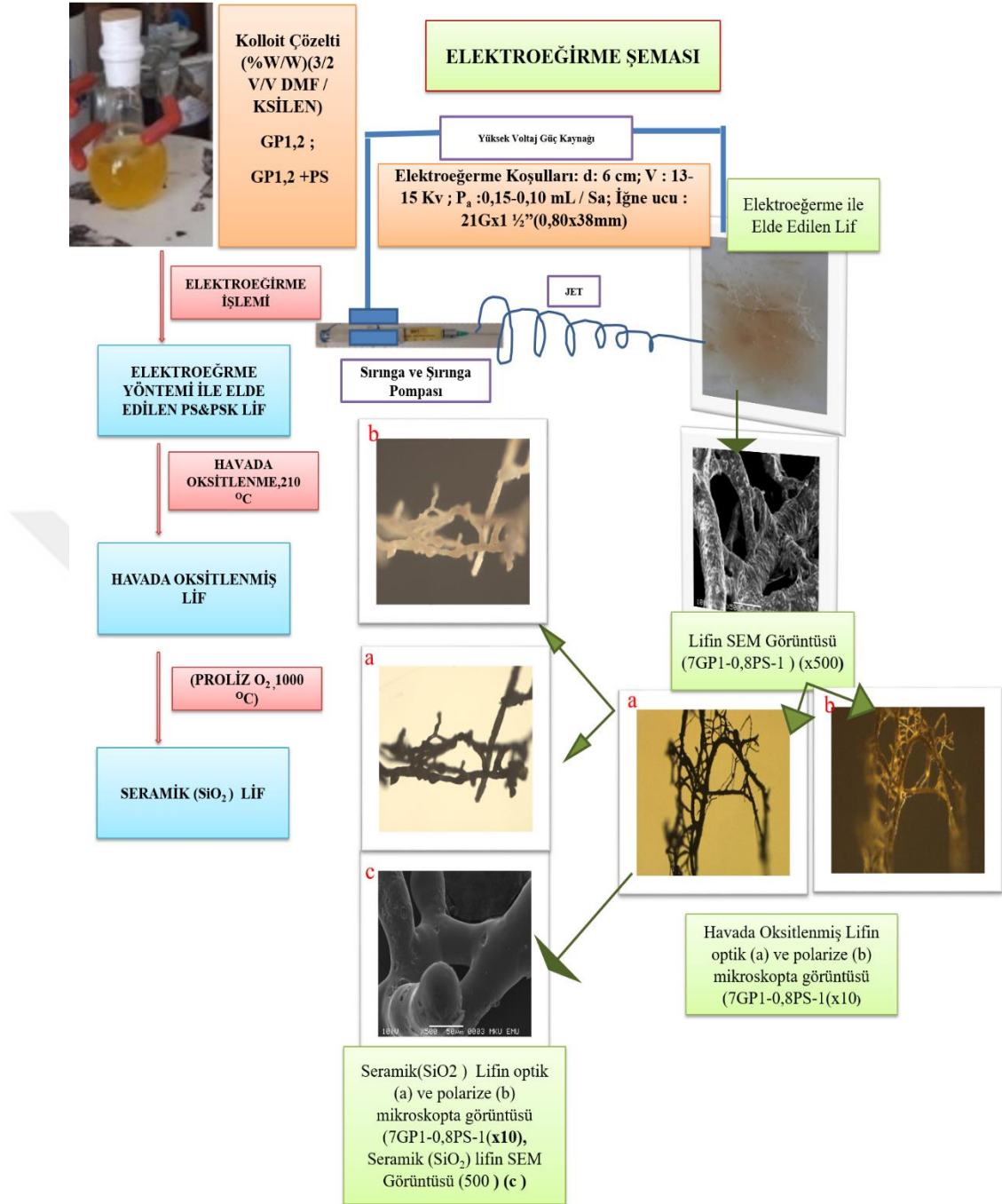


Şekil 3.3. Projede kullanılan elektroğirme düzeneği

Tez kapsamında GP1 ve GP2 polimerlerinden lif üretimini ve bunlardan seramik lif üretimini özetleyen deney akış şeması Şekil 3.4’de verilmiştir.

EE ile lif üretimi için öncelikle bir optimizasyon çalışmaları yapıldı. Optimize edilen deney parametreleri şunlardır:

- Uygulanan potansiyeli
- Polimer çözeltisinin püskürtülme hızı için pompa hızı,
- Toplayıcı plaka ile enjektör ucu arasındaki mesafe,
- Çözücü türü,
- Polimer derişim



Şekil 3.4. GP1 ve GP2 polimerlerinden lif üretimi ve seramik lif üretiminin akış şeması

3.3.2.1 GP1 Polimerlerden Lif Üretimi ve EE Prosesinin Optimizasyonu

GP1 polimerinden üretilen polikarbosilan (GP1; Mw = 8807) polimeri doğrudan EE yöntemi ile lif yapısında elde edilemedi. Bu nedenle Wang Y ve ark., 2019 uyguladığı benzer yöntem uygulanarak lif üretimi yapıldı. Bunun için GP1 ile birlikte lifleri üretilebilen polistiren (PS, Mw = 100000) ve/veya Tween-80 emülgator olarak

kullanıldı. DMF ve ksilen karışımı ise ortamın çözücüsü olarak kullanıldı. Wang Y ve ark., (2019) yaptıkları çalışmadan farklı olarak ksilen ve DMF 2/3 (V/V oranı) hacim oranlarında karıştırıldı. Polimerlerin çözeltisi kütlece % (w/w) derişim oranlarında hazırlandı (Çizelge 3.3 – 3.15). Hazırlanan polimer kolloit karışımları ile Şekil 3.3'te verilen EE düzeneği kullanılarak lif üretme çalışmaları yapıldı. PCS ve PS polimer karışımlarının liflerini hazırlamak için EE deney parametrelerinin optimizasyonu yapıldı. EE düzeneğine syringe pump.com NE-1000 programlanabilir tek şırınga pompası bağlanarak karışımların akış hızının kontrollü olması sağlandı. Toplayıcı plaka ve tek iğne ucu arasındaki mesafe 10, 15 ve 20 cm olacak şekilde ve uygulanan potansiyel (gamma high voltage power supply marka güç kaynağı ile) 13, 15, 17 ve 20 kV olacak şekilde EE deney optimizasyon parametreleri belirlendi. Ayrıca çözeltinin optimum akış hızı 0,10 ve 0,15 ml. sa⁻¹ olarak deneysel veriler takip edilerek belirlendi.

3.3.2.1.1 GP1 ve PS Karışımlarından Lif Üretmek için EE Deneysel Parametreler

EE ile GP1 polimerinde lif üretmek üzere birçok deneysel parametre çalışılmıştır. Bunlar optimum EE koşullarını belirlemek amacı ile çalışılmış olup elde edilen lifli yapılan dijital ve SEM görüntüleme ile karakterize edilmiştir. Aşağıda ayrı tablo ve başlıklar halinde bu optimizasyon deney koşulları sunulmuştur.

Çizelge 3.3. Kütlece %5 GP1ve %5PS karışımı ile toplayıcı plaka ile iğne ucu arasındaki mesafesinin etkisi incelemek için EE deneysel çalışmada parametreleri (Akış hızı: 0,10 ml. sa⁻¹)

KOD	GP1 %w/ w	PS % w/ w	Akış hızı (ml. sa ⁻¹)	Mesafe (cm)	Gerilim (kV)
5GP1 5PS-1	5,00	5,00	0,10	6	13
5GP1-5PS-2	5,00	5,00	0,10	11	13
5GP1-5PS-3	5,00	5,00	0,10	16	13

Çizelge 3.4. Kütlece %5 GP1ve %5PS karışımı ile uygulanan gerilimin etkisi incelemek için EE deneysel çalışmada parametreleri (Akış hızı: 0,10 ml. sa⁻¹)

KOD	GP1 %w/w	PS % w/w	Akış hızı (ml. sa ⁻¹)	Mesafe (cm)	Gerilim (kV)
5GP1-5PS-1	5,00	5,00	0,10	6	13
5GP1-5PS-10	5,00	5,00	0,10	6	15
5GP1-5PS-11	5,00	5,00	0,10	6	17
5GP1-5PS-12	5,00	5,00	0,10	6	20

Çizelge 3.5. Kütlece %5 GP1ve %5PS karışımı ile toplayıcı plaka ile iğne ucu arasındaki mesafesinin etkisi incelemek için EE deneysel çalışmada parametreleri (Akış hızı:0,15 ml. sa⁻¹)

KOD	GP1 %w/ w	PS % w/ w	Akış hızı (ml. sa ⁻¹)	Mesafe (cm)	Gerilim (k V)
5GP1-5PS-4	5,00	5,00	0,15	6	13
5GP1-5PS-5	5,00	5,00	0,15	11	13
5GP1-5PS-6	5,00	5,00	0,15	16	13

Çizelge 3.6. Kütlece %5 GP1ve %5PS karışımı ile farklı potansiyel uygulanarak yapılan EE deneysel çalışmada parametreleri (Akış hızı: 0,15 ml. sa⁻¹)

KOD	GP1 %w/ w	PS % w/ w	Akış hızı (ml. sa ⁻¹)	Mesafe (cm)	Gerilim (k V)
5GP1-5PS-4	5,00	5,00	0,15	6	13
5GP1-5PS-7	5,00	5,00	0,15	6	15
5GP1-5PS-8	5,00	5,00	0,15	6	17
5GP1-5PS-9	5,00	5,00	0,15	6	20

3.3.2.1.2 GP1' in Farklı Derişimlerde Hazırlanan Çözeltilerinden Lif Üretimi için Optimum Parametre Çalışmaları

Çizelge 3.7. Kütlece %2, %5 ve %7 GP1 örneklerinin EE çalışma parametreleri (Akış hızı: 0,10 ml. sa⁻¹)

KOD	GP1 %w/ w	PS % w/ w	Akış hızı (ml. sa ⁻¹)	Mesafe (cm)	Gerilim (k V)
2GP1-1	2,00	0,00	0,10	6	13
5GP1-1	5,00	0,00	0,10	6	13
7GP1-1	7,00	0,00	0,10	6	13

Çizelge 3.8. Kütlece %2, %5 ve %7 GP1örneklerinin EE çalışma parametreleri (Akış hızı: 0,15 ml. sa⁻¹)

KOD	GP1 % w/w	PS % w/w	Akış hızı (ml. sa ⁻¹)	Mesafe (cm)	Gerilim (k V)
2GP1-4	2,00	0,00	0,15	6	13
5GP1-4	5,00	0,00	0,15	6	13
7GP1-4	7,00	0,00	0,15	6	13

Çizelge 3.9. Çizelge 3.9 Kütlece %7 GP1 ile farklı potansiyel uygulanarak yapılan EE çalışma parametreleri (Akış hızı: 0,10 ml. sa⁻¹)

KOD	GP1 % w/w	PS % w/w	Akış hızı (ml. sa ⁻¹)	Mesafe (cm)	Gerilim (k V)
7GP1-1	7,00	0,00	0,10	6	13
5GP1-10	7,00	0,00	0,10	6	15

Çizelge 3.10. Kütlece %7 GP1 ile farklı potansiyel uygulanarak yapılan EE çalışma parametreleri (Akış hızı: 0,15 ml. sa⁻¹)

KOD	GP1 % w/w	PS % w/w	Akış hızı (ml. sa ⁻¹)	Mesafe (cm)	Gerilim (k V)
7GP1-4	7,00	0,00	0,15	6	13
7GP1-7	5,00	0,00	0,15	6	15
7GP1-8	7,00	0,00	0,15	6	17

3.3.2.1.3 %7 GP1 (w/w) ve Eklenen PS Polimer Derişiminin Etkisinin Araştırılması Üzerine Tasarlanan Deneysel Parametreler

Çizelge 3.11. %7 GP1 ile eklenen PS derişiminin lif üretimine etkisi üzerine yapılan EE çalışma deney parametreleri (Akış hızı: 0,10 ml. sa⁻¹)

KOD	GP1 %w/ w	PS % w/ w	Akış Hızı (ml. sa ⁻¹)	Mesafe (cm)	Gerilim (kV)
7GP1-7PS-1	7,00	7,00	0,10	6	13
7GP1-5PS-1	7,00	5,00	0,10	6	13
7GP1-3PS-1	7,00	3,00	0,10	6	13
7GP1-1,5PS-1	7,00	1,50	0,10	6	13
7GP1-0,8PS-1	7,00	0,80	0,10	6	13

Çizelge 3.12. %7 GP1 ile eklenen PS derişiminin lif üretimine etkisi üzerine yapılan EE çalışma deney parametreleri (Akış hızı: 0,15 mL. sa⁻¹)

KOD	GP1 %w/ w	PS % w/ w	Akış Hızı (mL. sa ⁻¹)	Mesafe (cm)	Gerilim (kV)
7GP1-7PS-4	7,00	7,00	0,15	6	13
7GP1-5PS-4	7,00	5,00	0,15	6	13
7GP1-3PS-4	7,00	3,00	0,15	6	13
7GP1-1,5PS-4	7,00	1,50	0,15	6	13
7GP1-0,8PS-4	7,00	0,80	0,15	6	13

3.3.2.1.4 Kütlece %7 GP1 ile %3 PS Karışımına yüzey gerilimi arttırmak için Tween ekleyerek Lif Üretmek İçin Çalışılan Deneysel Parametreler

Çizelge 3.13. Kütlece %7 GP1, %3 PS ve Tween eklenerek yapılan EE çalışma parametreleri (Akış hızı: 0,10 mL. sa⁻¹)

KOD	GP1 % w/w	PS % w/w	Tween %w /w	Akış hızı (mL. sa ⁻¹)	Mesafe (cm)	Gerilim (kV)
7GP1-3PS-1	7,00	3,00	0,00	0,10	6	13
7GP1-3PST-1	7,00	3,00	1,50	0,10	6	13

Çizelge 3.14. Kütlece %7 GP1, %3 PS ve Tween eklenerek yapılan EE çalışma parametreleri (Akış hızı: 0,15 mL. sa⁻¹)

KOD	GP1 % w/w	PS % w/w	Tween %w /w	Akış hızı (mL. sa ⁻¹)	Mesafe (cm)	Gerilim (kV)
7GP1-3PS-4	7,00	3,00	0,00	0,15	6	13
7GP1-3PST-4	7,00	3,00	1,50	0,15	6	13

Çizelge 3.15. Kütlece %7 GP1 ve %3 PS % 1,5 Tween ile uygulanan gerilimin etkisini incelemek için EE çalışma parametreleri (Akış hızı 0,15 mL. sa⁻¹)

KOD	GP1 % w/w	PS % w/w	Tween %w /w	Akış hızı (mL. sa ⁻¹)	Mesafe (cm)	Gerilim (kV)
7GP1-3PST-4	7,00	3,00	0,00	0,15	6	13
7GP1-3PST-7	7,00	3,00	1,50	0,15	6	15

3.3.2.2 GP1 Polimeri Liflerinden Seramik Lif Üretimi

Eğrilmiş PS ve GP1 lifleri bir tüp fırın içerisinde ısıtma işlemi tabi tutularak seramik malzemeye dönüştürülüp karakterize edildiler. Isıl işlem için uygulanan ısıtma programı şu şekilde uygulanmıştır: Fırın 25°C'den 210°C sıcaklığa 2°/dak hızında olacak şekilde ısıtılmaya başlandı ve 210°C'de 2 saat tutuldu. Daha sonra 210°C'den 1000°C sıcaklığa 5°/dak hızla ısıtılıp ve 1000°C'de 2 saat tutularak aynı hızla soğumaya bırakıldı. Isıl işlem hava ortamında yapıldı. Wang Y ve ark., 2019, uyguladıkları ısıtma işlemi benzer bir yol izlendi. Isıl işleme başlar başlamaz 50 ml/sa hızında Ar gazı verildi. Böylece fırının sıcaklığı 210°C'ye ulaşana kadar polimer lifler, ortamda var olan oksijen dolayısı ile çapraz bağlanmaktadır. Elde edilen seramikler dijital, optik mikroskop ve SEM görüntüleme ile karakterize edildiler.

3.3.2.3 GP2 Polimerinden Lif Üretimi ve Elektroegirme (EE) Prosesinin Optimizasyonu

GP2 polimerinden üretilen polikarbosilan (GP2; Mw=23653) polimeri doğrudan EE yöntemi ile lif yapısında elde edilemedi. Bu nedenle Wang Y ve ark., 2019 uyguladığı benzer yöntem uygulanarak lif üretimi yapıldı. Bunun için GP1 ile birlikte lifleri üretilen polistiren (PS, Mw = 100000) ve/veya Tween-80 emülgator olarak kullanıldı. DMF ve ksilen karışımı ise ortamın çözücüsü olarak kullanıldı. Wang Y ve ark., 2019, yaptıkları çalışmadan farklı olarak ksilen ve DMF 2/3 (V/V oranı) hacim oranlarında karıştırıldı. Polimerlerin çözeltisi kütlece % (w/w) derişim oranlarında hazırlandı (Çizelge 3.3 – 3.15). Hazırlanan polimer kolloit karışımları ile Şekil 3.3'te verilen EE düzeneği kullanılarak lif üretme çalışmaları yapıldı. PCS ve PS polimer karışımlarının liflerini hazırlamak için EE deney parametrelerinin optimizasyonu yapıldı. EE düzeneğine syringe pump.com NE-1000 programlanabilir tek şırınga pompası bağlanarak karışımların akış hızının kontrollü olması sağlandı. Toplayıcı plaka ve tek iğne ucu arasındaki mesafe 10, 15 ve 20 cm olacak şekilde ve uygulanan potansiyel (gamma high voltage power supply marka güç kaynağı ile) 13, 15, 17 ve 20 kV olacak şekilde elektroegirme deney optimizasyon parametreleri belirlendi. Ayrıca çözeltinin optimum akış hızı 0,10 ve 0,15 ml.sa⁻¹ olarak deneysel veriler takip edilerek belirlendi.

3.3.2.3.1 GP2 ve PS Karışımlarından Lif Üretmek İçin EE Deneysel Parametre Çalışmaları

EE ile GP2 polimerinde lif üretmek üzere birçok deneysel parametre çalışılmıştır. Bunlar optimum EE koşullarını belirlemek amacı ile çalışılmış olup elde edilen lifli yapılan dijital ve SEM görüntüleme ile karakterize edilmiştir. Aşağıda ayrı tablo ve başlıklar halinde bu optimizasyon deney koşulları sunulmuştur.

Çizelge 3.16. Kütlece %5 GP2 ve %5 PS karışımı ile farklı potansiyel uygulanarak yapılan EE deneysel çalışmada parametreleri (Akış hızı: 0,10 ml. sa⁻¹)

KOD	GP2 %w/w	PS %w/w	Akış hızı (ml. sa ⁻¹)	Mesafe (cm)	Gerilim (kV)
5GP2-5PS-1	5,00	5,00	0,10	6	13
5GP2-5PS-10	5,00	5,00	0,10	6	15
5GP2-5PS-11	5,00	5,00	0,10	6	17
5GP2-5PS-12	5,00	5,00	0,10	6	20

Çizelge 3.17. Kütlece %5 GP2 ve %5 PS karışımı ile farklı potansiyel uygulanarak yapılan EE deneysel çalışmada parametreleri (Akış hızı: 0,10 ml. sa⁻¹)

KOD	GP2 %w/w	PS %w/w	Akış hızı (ml. sa ⁻¹)	Mesafe (cm)	Gerilim (kV)
5GP2-5PS-4	5,00	5,00	0,15	6	13
5GP2-5PS-7	5,00	5,00	0,15	6	15
5GP2-5PS-8	5,00	5,00	0,15	6	17
5GP2-5PS-9	5,00	5,00	0,15	6	20

3.3.2.3.2 GP2' in Farklı Derişimlerde Hazırlanan Çözeltilerinden Lif Üretimi İçin Optimum Parametre Çalışmaları

Çizelge 3.18. Kütlece %2, %5, %7 GP2 çözeltileri ile yapılan EE deneysel çalışma parametreler (Akış hızı: 0,10 ml. sa⁻¹)

KOD	GP2 %w/w	PS %w/w	Akış hızı (ml. sa ⁻¹)	Mesafe (cm)	Gerilim (kV)
2GP2-1	2,00	0,00	0,10	6	13
5GP2-1	5,00	0,00	0,10	6	13
7GP2-1	7,00	0,00	0,10	6	13

Çizelge 3.19. Kütlece %2, %5, %7 GP2 çözeltileri ile yapılan EE deneysel çalışma parametreler (Akış hızı: 0,15 ml. sa⁻¹)

KOD	GP2 %w/w	PS %w/w	Akış hızı (ml. sa ⁻¹)	Mesafe (cm)	Gerilim (kV)
2GP2-4	2,00	0,00	0,15	6	13
5GP2-4	5,00	0,00	0,15	6	13
7GP2-4	7,00	0,00	0,15	6	13

Çizelge 3.20. Kütlece %7 GP2 ile farklı potansiyel uygulanarak yapılan EE çalışması (Akış hızı: 0,10 ml. sa⁻¹)

KOD	GP2 %w/w	PS %w/w	Akış hızı (ml. sa ⁻¹)	Mesafe (cm)	Gerilim (kV)
7GP2-1	7,00	0,00	0,10	6	13
7GP2-10	7,00	0,00	0,10	6	15

Çizelge 3.21. Kütlece %7 GP2 ile farklı potansiyel uygulanarak yapılan EE çalışması (Akış hızı: 0,15 ml. sa⁻¹)

KOD	GP2 %w/w	PS %w/w	Akış hızı (ml. sa ⁻¹)	Mesafe (cm)	Gerilim (kV)
7GP2-4	7,00	0,00	0,15	6	13
7GP2-7	7,00	0,00	0,15	6	15

Çizelge 3.22. Kütlece %5 GP2 ile farklı potansiyel uygulanarak yapılan EE çalışması (Akış hızı: 0,10 ml. sa⁻¹)

KOD	GP2 %w/w	PS %w/w	Akış hızı (ml. sa ⁻¹)	Mesafe (cm)	Gerilim (kV)
5GP2-1	5,00	0,00	0,10	6	13
5GP2-10	5,00	0,00	0,10	6	15

Çizelge 3.23. Kütlece %7 GP1 ile farklı potansiyel uygulanarak yapılan EE çalışması (Akış hızı: 0,15 ml. sa⁻¹)

KOD	GP2 %w/w	PS %w/w	Akış hızı (ml. sa ⁻¹)	Mesafe (cm)	Gerilim (kV)
5GP2-4	5,00	0,00	0,15	6	13
5GP2-7	5,00	0,00	0,15	6	15

3.3.2.3.3 %7 GP2 (w/w) ile PS'nin Farklı Derişimlerinde Hazırlanan Karışımlardan Lif Üretimi Üzerine Tasarlanan DeneySEL Parametreler

Çizelge 3.24. Kütlece %7 GP2 ve farklı derişimlerde PS ile hazırlanan karışımların EE deneySEL çalışma parametreleri

KOD	GP2 %w/w	PS %w/w	Akış hızı (ml. sa ⁻¹)	Mesafe (cm)	Gerilim (kV)
7GP2-7PS-1	7,00	7,00	0,10	6	13
7GP2-5PS-1	7,00	5,00	0,10	6	13
7GP2-3PS-1	7,00	3,00	0,10	6	13
7GP2-1,5PS-1	7,00	1,50	0,10	6	13
7GP2-0,8PS-1	7,00	0,80	0,10	6	13

Çizelge 3.25. Kütlece %7 GP2 ve farklı derişimlerde PS ile hazırlanan karışımların 0,15 ml.sa⁻¹ akış hızında lif üretimi için çalışılan deney parametreleri

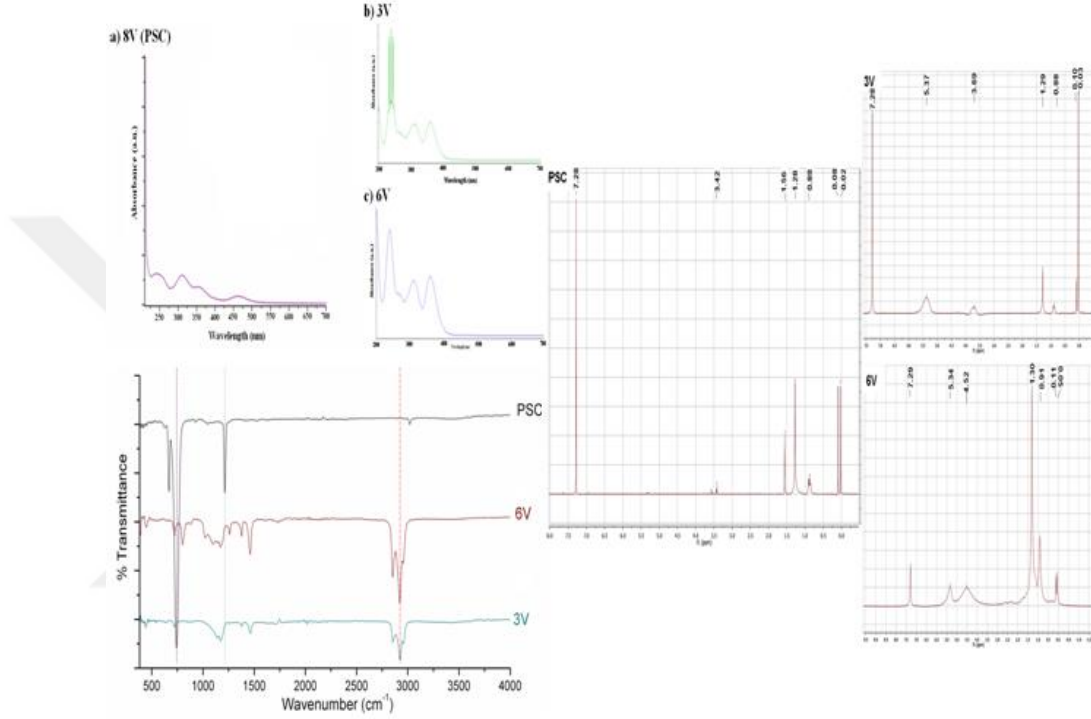
KOD	GP2 %w/w	PS %w/w	Akış hızı (ml. sa ⁻¹)	Mesafe (cm)	Gerilim (kV)
7GP2-7PS-4	7,00	7,00	0,15	6	13
7GP2-5PS-4	7,00	5,00	0,15	6	13
7GP2-3PS-4	7,00	3,00	0,15	6	13
7GP2-1,5PS-4	7,00	1,50	0,15	6	13
7GP2-0,8PS-4	7,00	0,80	0,15	6	13

3.3.2.4 GP2 Polimerinin Liflerinden Seramik Lif Üretimi

Eğrilmiş PS ve GP2 lifleri bir tüp fırın içerisinde ısıtma işlemi tabi tutularak seramik malzemeye dönüştürülüp karakterize edildiler. Isıl işlem için uygulanan ısıtma programı şu şekilde uygulanmıştır: 25°C'den 210°C sıcaklığa 2°/dak hızında olacak şekilde ısıtmaya başlandı ve 210°C'de 2 saat tutuldu. Daha sonra 210°C'den 1000°C sıcaklığa 5°/dak hızla ısıtıldılar ve 1000°C'de 2 saat tutularak aynı hızla soğumaya bırakıldılar. Isıl işlem hava ortamında yapıldı. Wang Y ve ark., 2019 ; Peng C., Hwang C., 2020 uyguladığı ısıtma işlemi benzer bir yol izlendi. Isıl işlem hava ortamında yapıldı. Wang Y ve ark., 2019 uyguladığı ısıtma işlemi benzer bir yol izlendi. Elde edilen seramikler dijital, optik mikroskop ve SEM görüntüleme ile karakterize edildiler.

4. ARAŞTIRMA BULGULARI ve TARTIŞMA

PSK polimerleri, UV/Vis, FTIR, NMR ve TGA spektroskopi yöntemleri ile analiz edildiler. Bu analizler polimerlerin hava ortamında kararlılıklarının düşük olması nedeni ile mutlaka yapılması gerekmektedir. Bu çalışmada fiber çalışmalarına başlanmadan polimerlerin bu analizler yapıldı. Aşağıda ayrı başlıklar altında verilen analizler polimerlerin başarı ile sentezlendiğini göstermiştir.

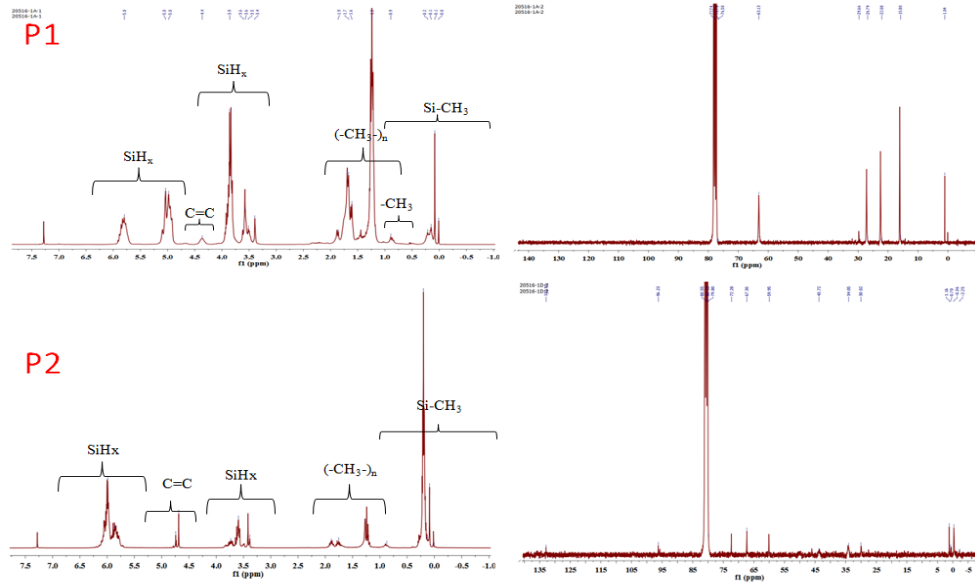


Şekil 4.1. Polimerlerin spektroskopik yapı analizleri

8V potansiyel uygulanarak sentezlenen ağ örgülü polikarbosilan polimerinin UV/Vis spektrumları Şekil 4.1’de verildi. Bu tür polimerlerin ağ yapılı olduklarını anlamak için ilk yapılması gereken analizdir. Bu analiz, üretimin doğru koşullarda gerçekleştiğini göstermektedir.

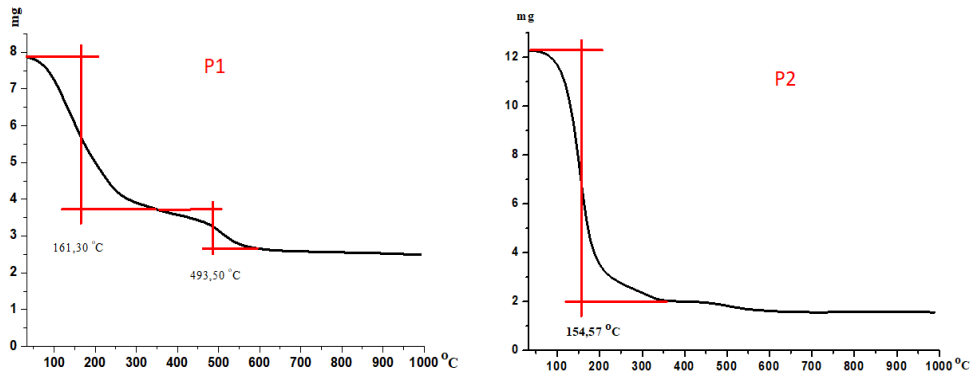
Şekil 4.1’de verilen FTIR analizi de polimerin yapı analizini doğrulamaktadır. Polimerin FTIR spektrumundan anlaşıldığı üzere polimerik yapının Si-C bağlarından kaynaklı titreşimlerin çoğunlukta olduğu açıkça $\nu\text{Si-C} : \sim 1077 \sim 885$ (antisym), 772 cm^{-1} (antisym), 665 cm^{-1} (sym) pik değerlerinden anlaşılmaktadır. Ayrıca polimerik yapıda olan C-H pik gerilmeleri de $\nu\text{C-H} : \sim 1390 \text{ cm}^{-1}$ ile şiddetli olmayan $\nu\text{C-H} : 2970$ (asym) alifatik titreşimler açıkça görülmektedir. FTIR spektrumunda $\nu\text{C=C} : \sim 1635 \text{ cm}^{-1}$ (C=C

gerilmeleri) $\nu\text{CH}_2=\text{CHSi}$: $\sim 3076\text{ cm}^{-1}$ de $\text{CH}_2=\text{CH-Si}$ son grubunun yapısındaki C-H titreşimleri de görüldü.



Şekil 4.2. Polimerlerin NMR analizleri

Bu tür polimerlerde gözlenmesi gereken ^1H -NMR kaymaları şu şekildedir: -0,1 ile 0,1 ppm arası Si-CH₃' ten; 0,9 ppm' deki küçük ve geniş pik -CH₃' ten 1,1 ve 2,1 ppm' de arasında gözlenen pikler ise polimerlerde bulunan $(-\text{CH}-)_n$ polikarbin kısmından; 3,5 ile 4,5 ve 5,0 ile 6,1 ppm arasındaki kaymalar SiH_x (x=1-2) gruplarından dolayı olur. LiAlH₄ eklenmesi ile klor atomları ile hidrojen atomları yer değiştirmektedir ve SiH_x (x=1, 2, 3) oluşmaktadır. Şekil 4.2'de verilen spektrumda bu pikler beklendiği üzere görüldü. Polimerin kimyasal yapısı ile bire bir uyumlu bir sonuç elde edildi.



Şekil 4.3. Polimerlerin ısı analiz sonuçları (TGA)

4.1. Polimerlerden Üretilen Liflerin Analizleri

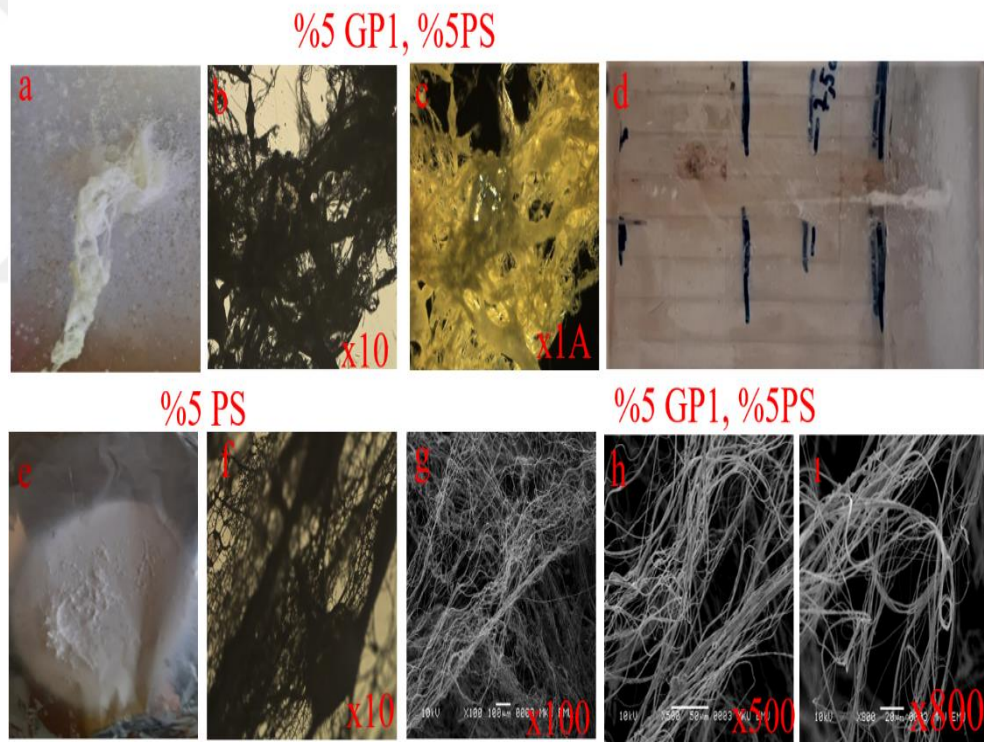
4.1.1. Optimum Parametre Çalışmaları

EE çalışmaları için lif üretimi için en uygun çözücünün belirlenmesi için öncelikle PS ile çalışma yapıldı. Uyar T. ve ark.,2008; Pattamaprom C. ve ark.,2006; Jarusuwannapoom T. ve ark.,2005; Wannatong L. Ve ark., 2004 makaleleri incelendi. Bu amaçla, kütlece %0,8, %5 ve %7 PS çözeltileri kloroform, DMF, THF, ksilen, tolüen çeşitli çözücülerde hazırlandı ve EE ile lif üretilmesi için çalışmalar yapıldı. PS'nin lif olarak üretilbildiği en uygun çözücü karışımı belirlendi. 13, 15, 17 ve 20 kV gerilimlerin hepsinde PS lif oluşumu gözlemlendi. EE sırasında toplama plakasında iyi bir lif oluşması için çözücünün lif oluştuktan sonra hızlıca uzaklaşması gerekmektedir. Yani toplayıcı levhanın yüzeyinin lif oluşumu esnasında çözücü ile ıslanmaması gerekmektedir. Bu ancak uygun çözücünün ve akış hızının tespiti ile mümkündür. Yapılan bu çalışmada çözücünün plakada birikmemesi için çözelti akış hızı 0,10 ve 0,15 ml.sa⁻¹ olarak belirlendi. Bu akış hızlarında lifler plakada birikmekte ve birikme hızı yavaş olması nedeni ile çözücü EE sırasında yüksek gerilim nedeni ile buharlaşıp uzaklaşmaktadır. Wang Y ve ark., 2019 ile Peng C., Hwang C., 2020, yaptıkları çalışmalarda polikarbosilan polimerlerinin lif oluşturabilmeleri için EE ile lif oluşturabilen başka bir polimerin de kullanılması gerektiğini bildirmişlerdir. Çalışmalarında polikarbosilan polimerlerini PS polimeri ile birlikte kullanılarak EE çalışmaları yapmışlardır. Ayrıca, polikarbosilan ve PS karışımı için en uygun çözücünün DMF/ksilen karışımı (Wang Y ve ark., 2019 tarafından yapılan çalışmada ise DMF/ksilen (3:7;v/v oranı)) olduğunu bildirmişlerdir. Bu çalışmalarda kullanılan deneysel yaklaşımlar incelenerek bu tez için bir lif üretme deney serisi tasarlandı. Tez kapsamında yapılan çalışmalar GP1 ve GP2 polimerlerinin de lif halinde elde edilmeleri için bir polimere ihtiyaç olduğunu göstermiştir. Bunun için, polistiren (PS) polimeri seçilmiş olup öncelikle uygun çözücü/çözücü karışımı seçimi deneysel çalışmalar sonucunda belirlendi. GP1 ve GP2' nin PS ile olan karışımları için en uygun çözücünün DMF/ksilen (v/v;3/2) karışımı olarak belirlendi. Diğer çalışmalardan farklı olarak DMF'nin hacimce oranın ksilenden daha fazla alınması ile polimer çözücü karışımının iletkenliği ve polaritesi artmakta ve ayrıca polimer liflerin toplayıcı plakalarda oluştuğu görüldü. Sonrasında optimum EE koşulları için akış hızı, gerilim ve toplayıcı plaka

mesafesi belirlendi. Optimum koşullar üzerine yapılan çalışmalar ayrı başlıklar halinde tezin ilerleyen bölümlerinde verilmiştir.

4.1.2. GP1 ve PS ile Yapılan Optimum EE Lif Üretme Çalışmalarının Sonuçları

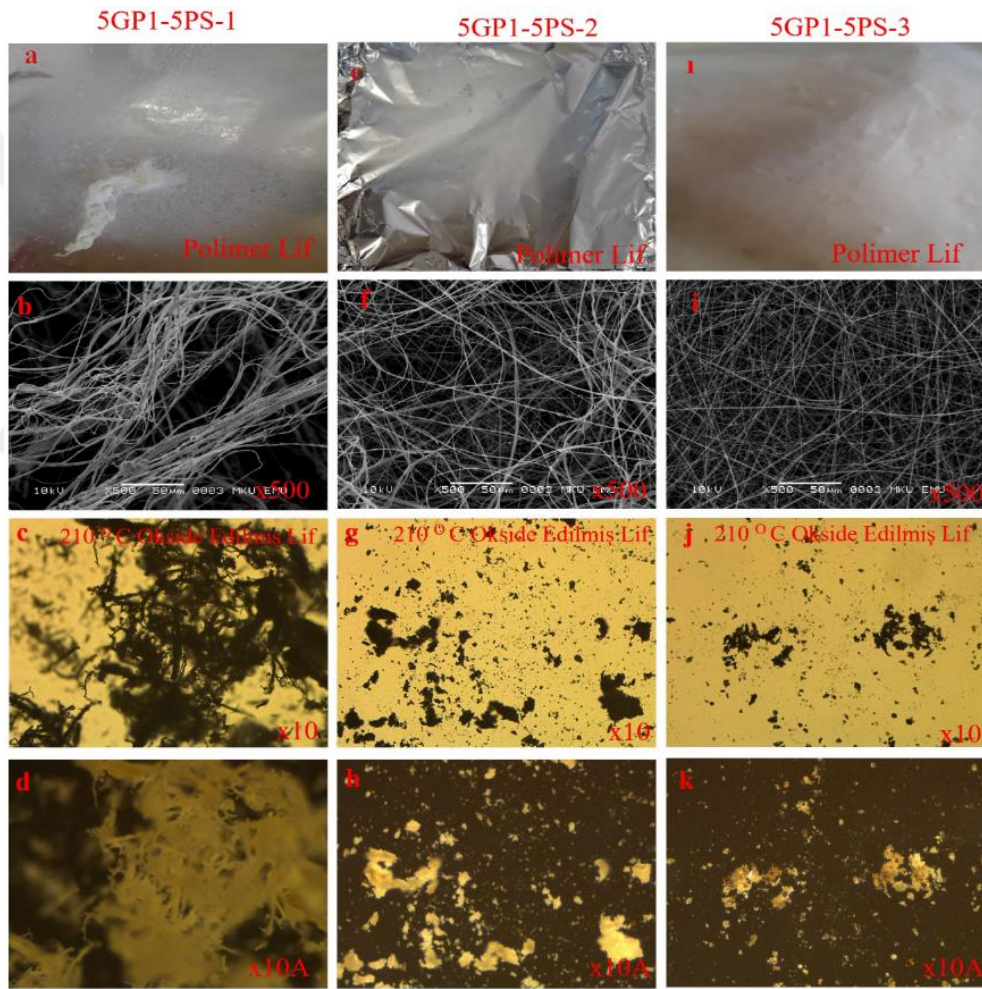
Tezin “Materyal ve Yöntem (3. Bölüm)” başlığı altında verildiği üzere GP1 polimeri ile birçok deneysel çalışmalar çizelgelerde sunulan koşullarda yapıldı. GP1 ve PS polimer karışımından üretilen liflerin analizleri yapılarak optimum EE koşulları belirlendi. Analiz sonuçları Şekil 4.4 – 4.14’te verilmiştir. Şekil 4.4 – 4.11’de eşit derişimlerde hazırlanmış GP1/PS karışımının sonuçları verilmiştir. Şekil 4.12 – 4.14’te farklı derişimlerde hazırlanmış GP1/PS karışımlarının analiz sonuçları verilmiştir



Şekil 4.4. 5GP1-5PS kodlu örnekle yapılan EE çalışmalarının dijital, optik ve SEM görüntüleme sonuçları; EE sırasında jet oluşumu (d), Al folyo üzerinde 5GP1-5PS-1 kodlu örneğin lifleri(a), optik (b) ve polarize (c) mikroskop altında lif görüntüsü, SEM görüntüleri (g,h,i); Al folyo üzerine %5 PS içeren çözelti ile üretilen lifler (d), optik (e)mikroskop altında lif görüntüsü

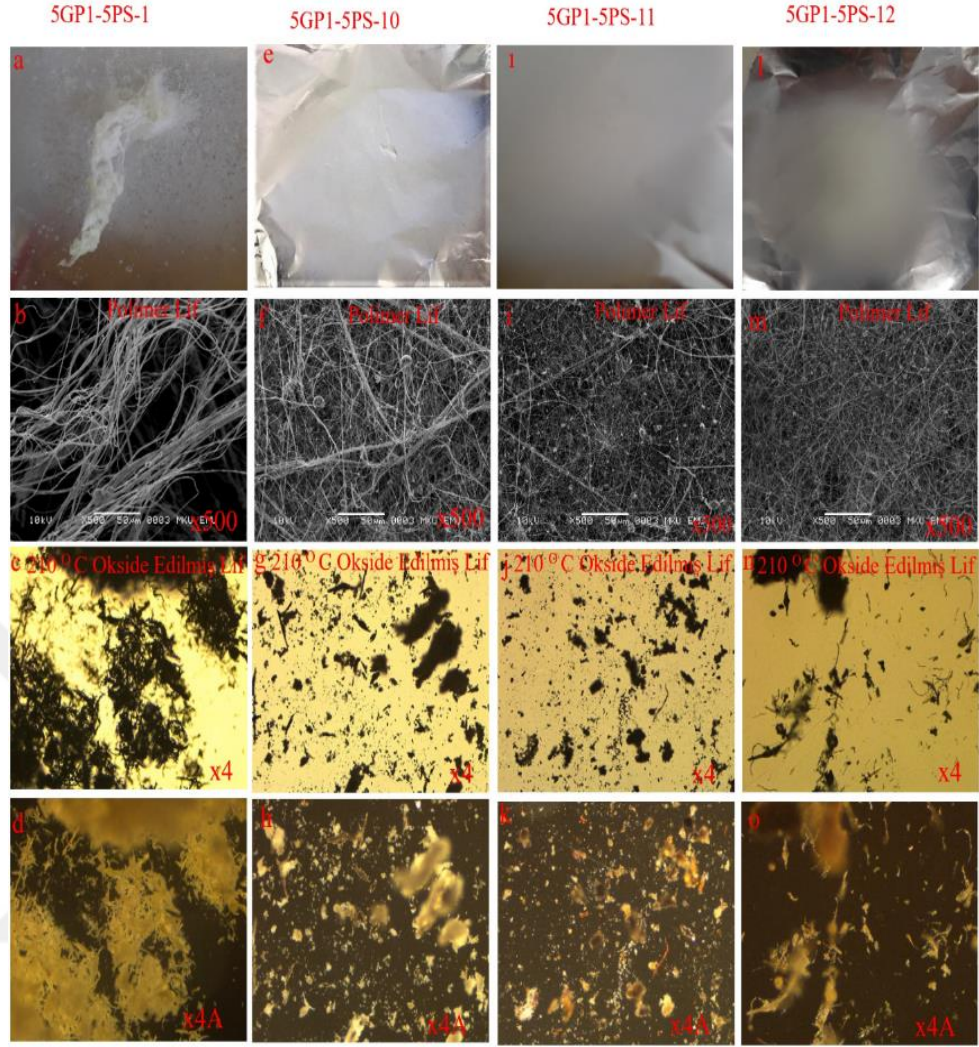
EE çalışmalarında lif üretim parametrelerinden biri olan toplayıcı plaka mesafesinin belirlenmesi gerekmektedir. Çizelge 3.3’te verilen deneysel koşullarda

GP1/PS karışımından EE ile lif üretme çalışmaları yapılmıştır. Toplayıcı plaka mesafesi olarak 6, 11 ve 16 cm olacak şekilde çalışma yapılmıştır. Toplayıcı plaka mesafesi 11 ve 16 cm olması halinde EE sırasında oluşan jet plakanın bütün yüzeyine düzensiz olarak birikmekte ve biriktirme süresi de çok uzamaktadır. Ancak liflerin plaka mesafesi 6 cm olduğunda başarı ile biriktirilebildiği gözlenmiş olup analiz sonuçları Şekil 4.5 ve Şekil 4.7’te verilmiştir. SEM ve dijital görüntülerden anlaşıldığı üzere GP1/PS karışımından toplayıcı plakanın 6 cm mesafede olması halinde liflerin başarılı bir şekilde toplanabildiği görülmektedir.

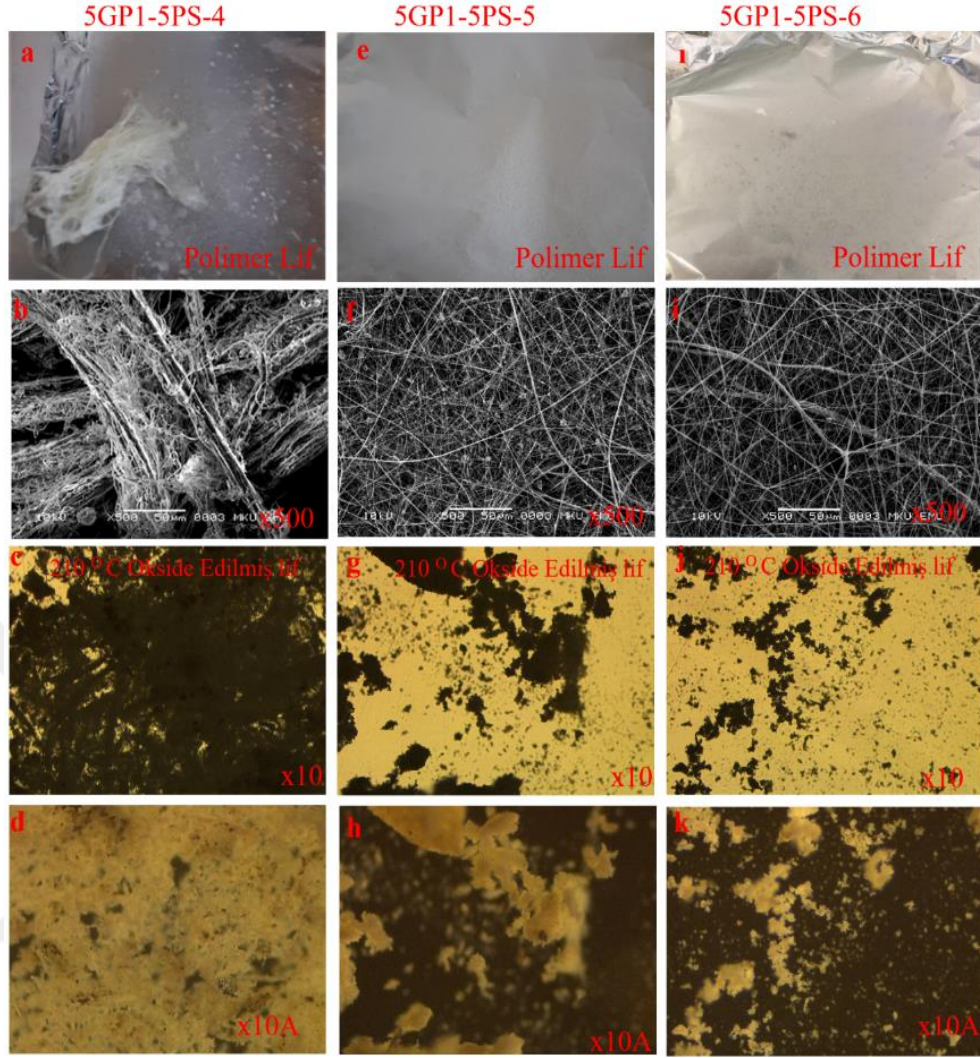


Şekil 4.5. Kütlece %5 GP1 ve %5 PS çözeltisi (Çizelge 3.3 deney koşulları) ile yapılan EE çalışmasında toplayıcı plaka mesafesinin lif yapısına etkisinin görüntüleme sonuçları ve oksidasyon işlemi sonrası mikroskop yardımıyla görüntülenen liflerin yapısı: 5GP1-5PS-1 için dijital ve SEM görüntüleri (a,c), 5GP1-5PS-2 için dijital ve SEM görüntüleri (b,e) ve 5GP1-5PS-3 için dijital ve SEM görüntüleri (c,f)

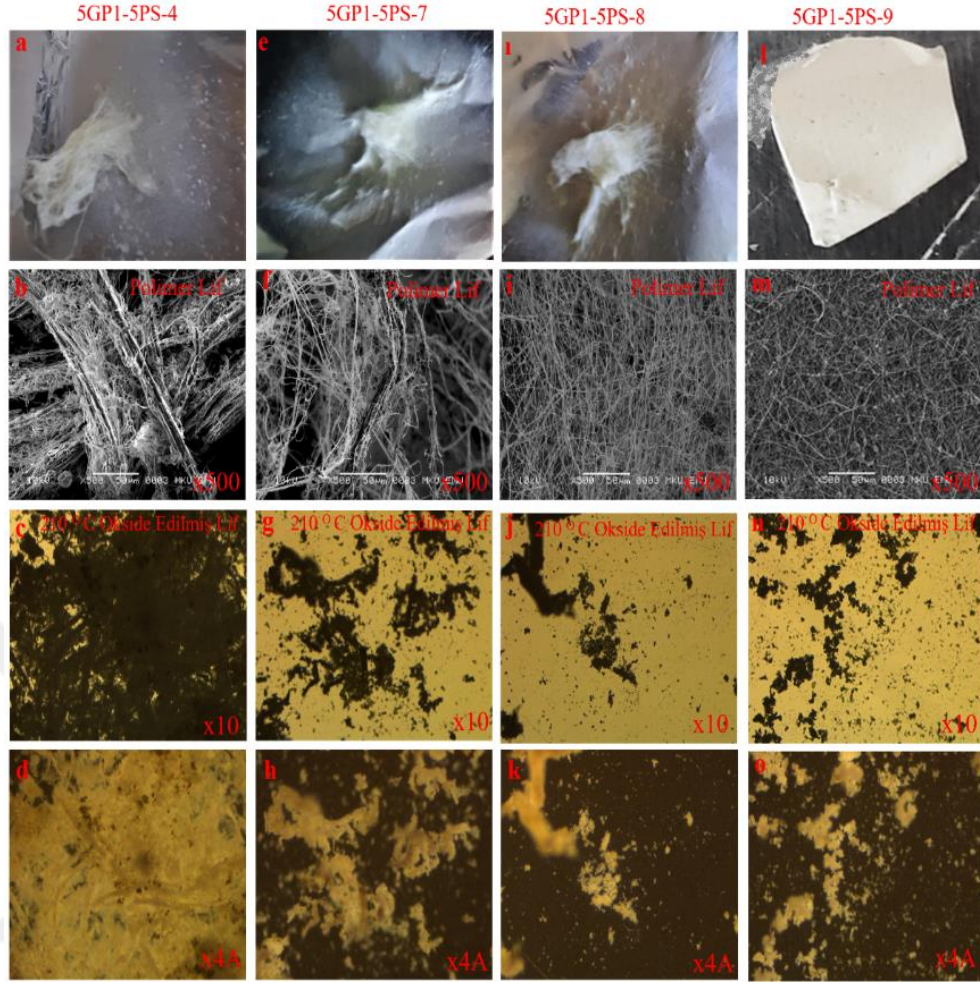
Uygulanan potansiyel veya gerilim EE ile lif üretim çalışmalarında belirlenmesi gereken önemli bir parametredir. Çizelge 3.4 ve Çizelge 3.4'te verilen deneysel koşullarda GP1/PS karışımından EE ile lif üretme çalışmaları yapılmıştır. Yapılan birçok deneme sonunda uygulanan gerilim 13, 15, 17 ve 20 kV olarak tasarlandı ve bu parametre çalışıldı. 15, 17 ve 20 kV potansiyellerinde çalışıldığında EE sırasında oluşan jet plakanın bütün yüzeyine ince bir film gibi olarak birikmektedir. Potansiyel değeri arttıkça saçılma artmaktadır. Ancak plaka mesafesi 6 cm ve uygulanan potansiyel 13 kV olduğunda liflerin başarı ile biriktirilebildiği gözlenmiş olup SEM ve dijital görüntüleri Şekil 4.6'da verilmiştir.(Şekil 4.6-f,-i,-m'den anlaşıldığı üzere 15,17 ve 20 kV değerlerine gittikçe lif yapısı bozulmaktadır. Ayrıca, Şekil 4.7' da bu deneysel çalışmada elde edilen lifler için birkaç SEM görüntüsü daha verilmiştir. Şekil 4.6 ve Şekil 4.7 birbirini destekleyen iki sonuç olarak görülmektedir



Şekil 4.6. Kütlece %5 GP1 ve % 5PS çözeltisi (Çizelge 3.4 deney koşulları) ile yapılan EE çalışmasında uygulanan potansiyelin lif oluşumuna etkisinin ve liflerin oksidasyonu sonrası oluşan materyalin görüntüleme sonuçları: 5GP1-5PS-1 için dijital ve SEM görüntüleri (a,e), 5GP1-5PS-10 için dijital ve SEM görüntüleri (b,f), 5GP1-5PS-11 için dijital ve SEM görüntüleri (c,g), 5GP1-5PS-12 için dijital ve SEM görüntüleri (d,h)



Şekil 4.7. Kütlece %5 GP1 ve %5 PS çözeltisi (Çizelge 3.5 deney koşulları) ile yapılan EE çalışmasında akış hızı artışı ile toplayıcı plakanın mesafesinin etkisinin ve liflerin oksidasyonu sonrası oluşan materyalin görüntüleme sonuçları: 5GP1-5PS-4 için dijital ve SEM görüntüleri (a,d), 5GP1-5PS-5 için dijital ve SEM görüntüleri (b,e), 5GP1-5PS-6 için dijital ve SEM görüntüleri (c,f)

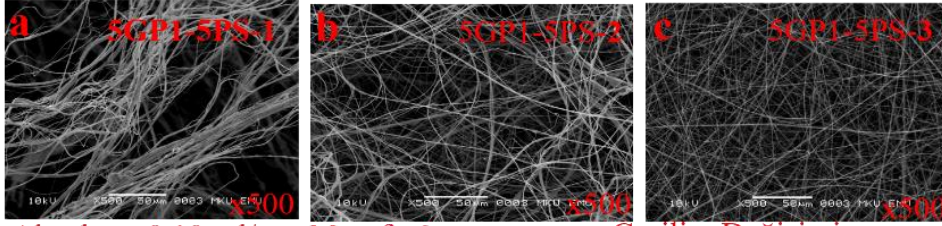


Şekil 4.8. Kütlece %5 GP1 ve %5 PS çözeltisi (Çizelge 3.6 deney koşulları) ile yapılan EE çalışmasında uygulanan gerilimin etkisinin görüntüleme sonuçları: 5GP1-5PS-4 için dijital ve SEM görüntüleri (a,b), 5GP1-5PS-7 için dijital ve SEM görüntüleri (c,d), 5GP1-5PS-8 için dijital ve SEM görüntüleri (e,f), 5GP1-5PS-9 için dijital ve SEM görüntüleri (g,h)

Uygulanan gerilim 13 kV ancak akış hızı $0,15 \text{ ml.s}^{-1}$ olarak Çizelge 3.5'e göre yapılan deneylerin sonuçları Şekil 4.7'de verilmiştir. Şekil 4.9 –g, -h ve -ı'den anlaşıldığı üzere akış hızı artırılıp mesafe de arttırılırsa aynı şekilde lif oluşumu gözlenmektedir. Ancak, Şekil 4.9 –a ve –g'den de anlaşıldığı üzere akış hızı $0,15 \text{ ml.s}^{-1}$ olacak şekilde arttırıldığında aynı şekilde toplayıcı plaka mesafesi 6 cm olarak konumlandırıldığında hem toplanan lif miktarı çok daha fazla hem de lif çapı daha belirgin bir şekilde daha küçüktür. Aynı yaklaşımla Çizelge 3.6'da verilen deneysel koşullarda lif üretimi yapıldı ve analizleri yapılarak Şekil 4.8.'da sunuldu. Çizelge 3.6'da akış hızı $0,15 \text{ ml.s}^{-1}$ ve toplayıcı plaka mesafesi 6 cm olarak belirlenerek 13, 15, 17 ve 20 kV gerilimlerinde lif üretme çalışmaları yapıldı.

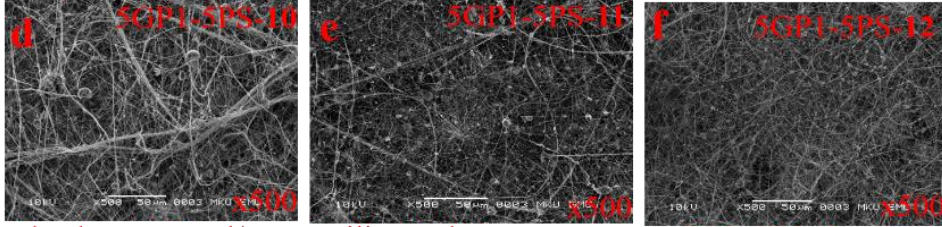
Akış hızı: 0,10 ml/sa; Gerilim:13 kV

Mesafe Değişimi



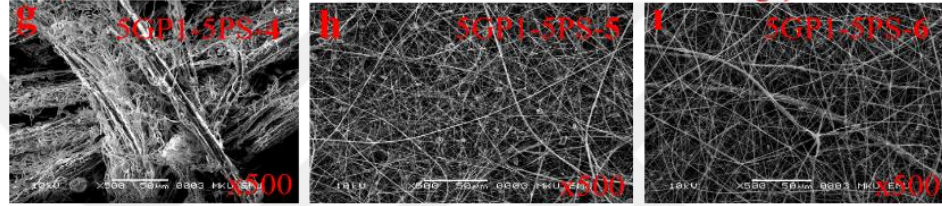
Akış hızı: 0,10 ml/ sa; Mesafe:6 cm

Gerilim Değişimi



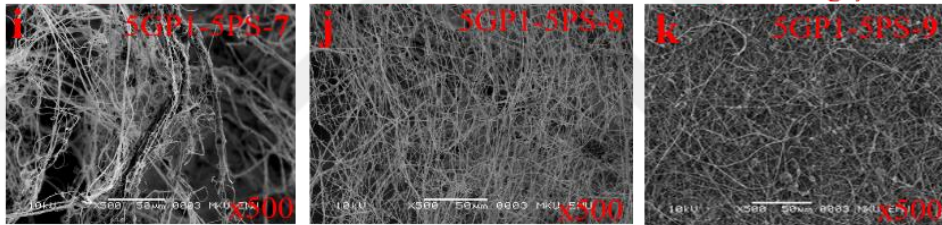
Akış hızı:0,15 ml/ sa; Gerilim:13 kV

Mesafe Değişimi



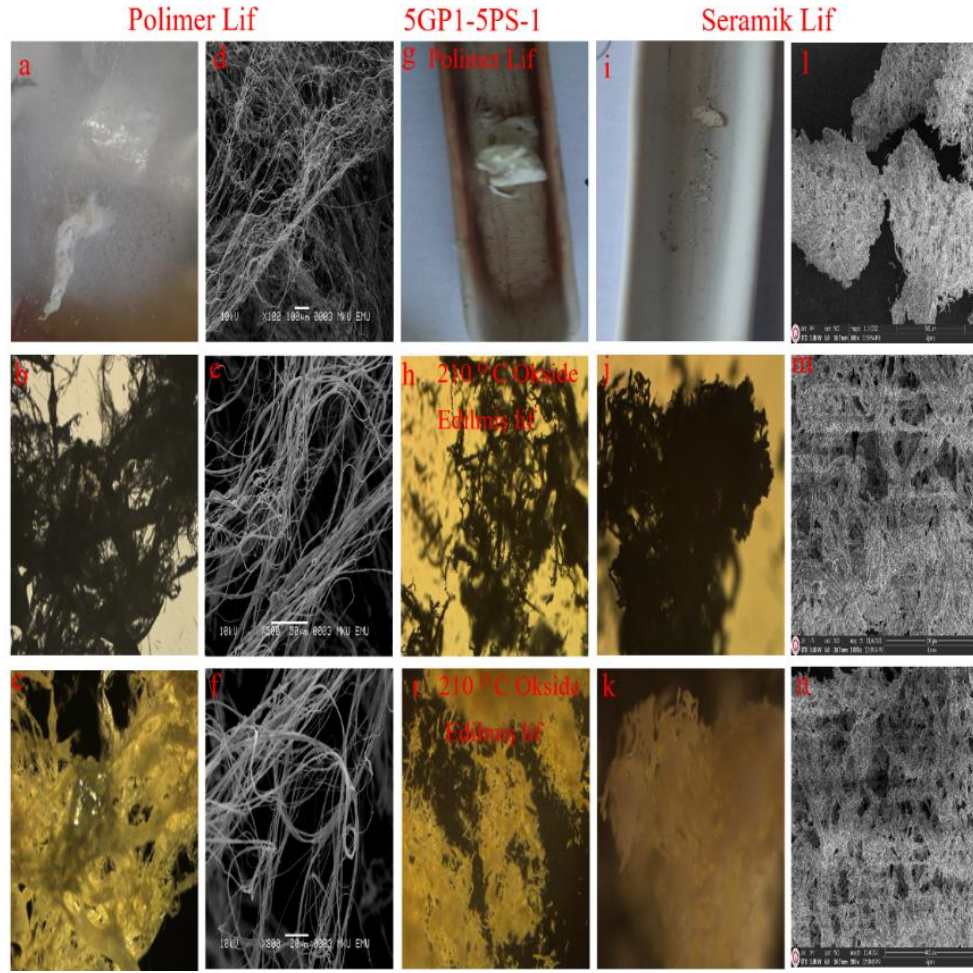
Akış hızı:0,15 ml/ sa; Mesafe:6 cm

Gerilim Değişimi



Şekil 4.9. Kütlece %5 GP1 ve %5PS çözeltisi (Çizelge 3.3; 3.4; 3.5; 3.6 deney koşulları) ile yapılan EE çalışmasında farklı akış hızlarında uygulanan gerilimin etkisinin görüntüleme sonuçları

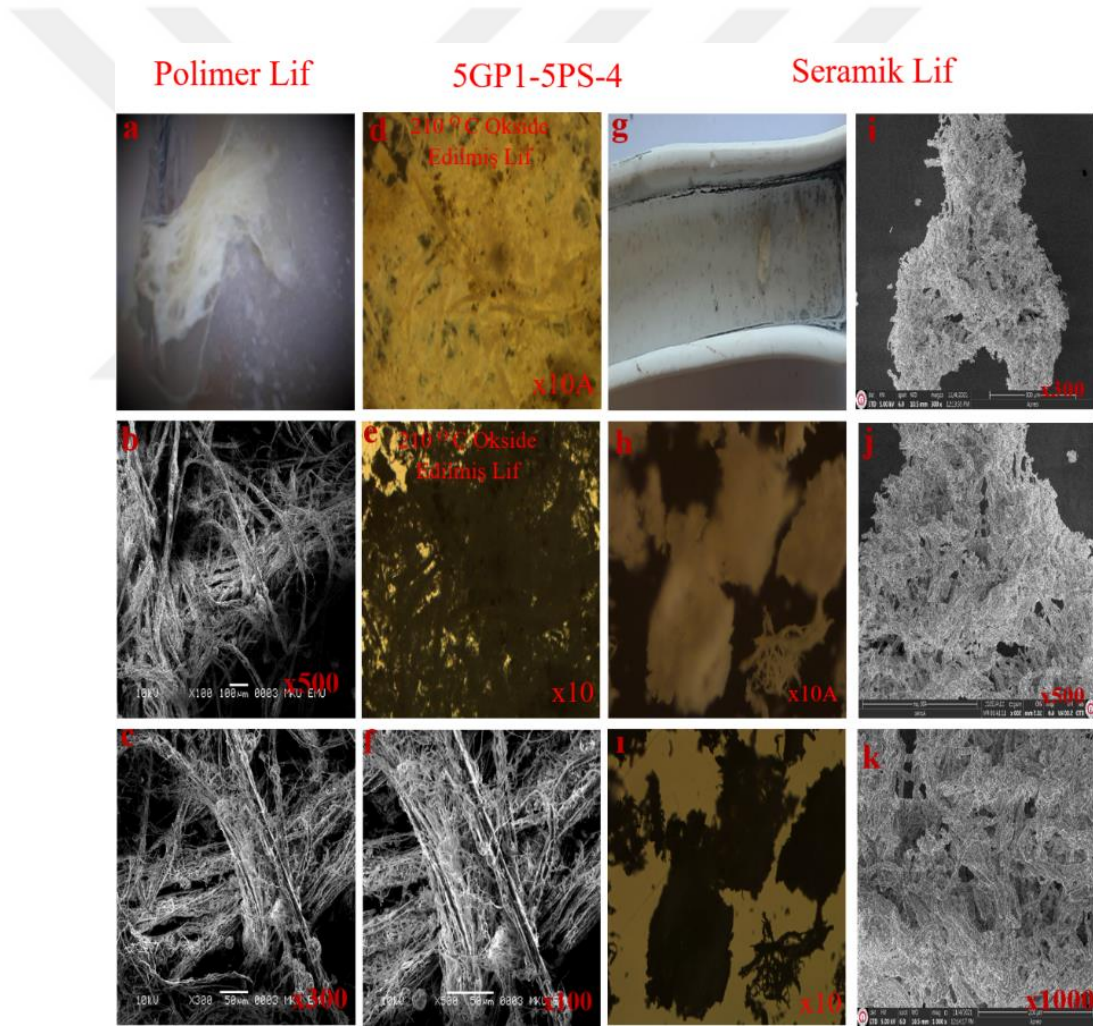
Şekil 4.8 ve Şekil 4.9'dan anlaşıldığı üzere akış hızı $0,15 \text{ ml.s}^{-1}$ olarak arttırıldığında toplayıcı plaka mesafesinin $0,10 \text{ ml.s}^{-1}$ akış hızında olduğu gibi 6 cm olması halinde daha fazla lif toplanmaktadır. Ayrıca daha yüksek akış hızında uygulanan gerilimin arttırılması ile toplayıcı plakanın bütün yüzeyine saçılma olmakta ve lif toplayıcı plakanın bütün yüzeyini kaplamaktadır. Uygulanan gerilimin etkisi Şekil 4.6 ve Şekil 4.8 SEM görüntülerinden açıkça görülmektedir.



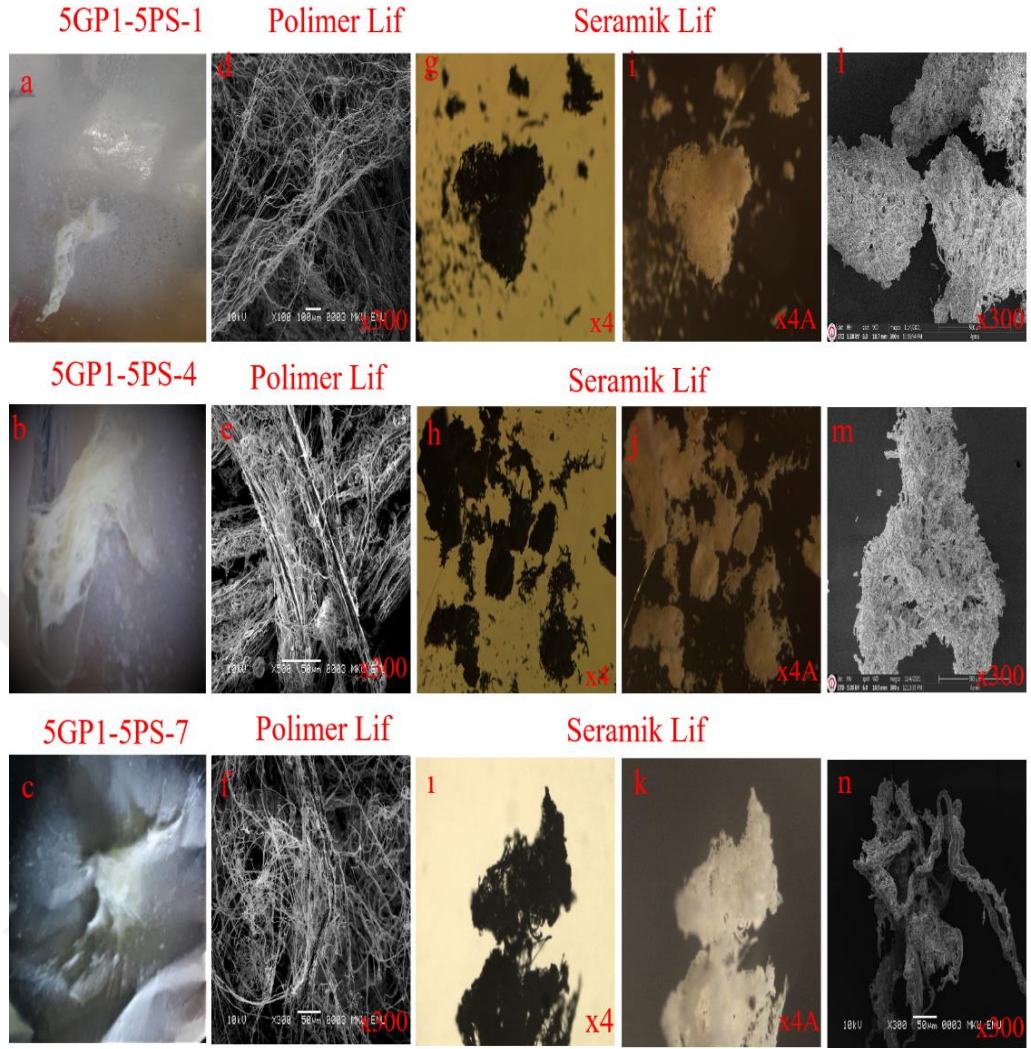
Şekil 4.10. Çizelge 3.4. deney koşullarında üretilen 5GP1-5PS-1 kodlu lifin dijitali (a,g) optik (b) ve polarize (c) mikroskop ile SEM analizi (d,e,f), 210° C’de oksitlenen lifin optik (h) ve polarize (i) mikroskop ile ve bu örnekten üretilen seramiklerin dijitsli (i) optik (j) ve polarize (k) mikroskop ile SEM analizi (l,m,n) sonuçları

Kütlece %5 eşit derişimlerde hazırlanan GP1 ve PS polimerleri ile yapılan bu çalışmada EE ile lif üretmek için optimum koşullar yapılan analizler (Şekil 4.4 – 4.9) ışığında belirlendi. Buna göre kütlece %5 GP1 ve %5 PS karışımından lif üretmek için uygulanacak gerilimin 13 kV, akış hızının 0,10 ml.sa⁻¹ ve toplayıcı plaka uzaklığının 6 cm olarak alınması halinde tekrar edilebilir bir lif üretimi sağlanabilecektir. Bu nedenle, 13 kV gerilimde ve 6 cm toplayıcı plaka mesafesinde olmak üzere farklı akış hızlarında üretilen lifleri görüntüleme sonuçları Şekil 4.10 ve Şekil 4.11’te verilmiştir. Şekil 4.12 ‘te 5GP1-5PS-1 ve 5GP1-5PS-4 örnekleri gerilimin 13 kV toplayıcı plaka uzaklığının 6 cm sırasıyla akış hızının 0,10 ml.sa⁻¹’ten 0,15 ml.sa⁻¹’e arttırılması sonuçları

polimerlerin, oksitlenmiş polimer liflerin ve hava ortamında fırınlanarak üretilmiş seramiklerin optik ve polarize mikroskop görüntüleri ile SEM görüntüleri karşılaştırılmıştır. Aynı zamanda yine Şekil 4.12 'te 5GP1-5PS-4 ve 5GP1-5PS-7 örnekleri toplayıcı plaka uzaklığının 6 cm akış hızının 0,15 ml.sa⁻¹'e gerilimin sırasıyla 13 kV , 15 kV arttırılması sonuçları polimerlerin, oksitlenmiş polimer liflerin ve hava ortamında fırınlanarak üretilmiş seramiklerin optik ve polarize mikroskop görüntüleri ile SEM görüntüleri karşılaştırılmıştır. Verilen analiz sonuçları incelendiğinde polimerlerin, oksitlenmiş polimer liflerin ve hava ortamında fırınlanarak üretilmiş seramiklerin optik ve polarize mikroskop görüntüleri ile SEM görüntüleri 2 ayrı şekil içerisinde ve ayrıca Şekil 4.12 'te derlenmiştir.



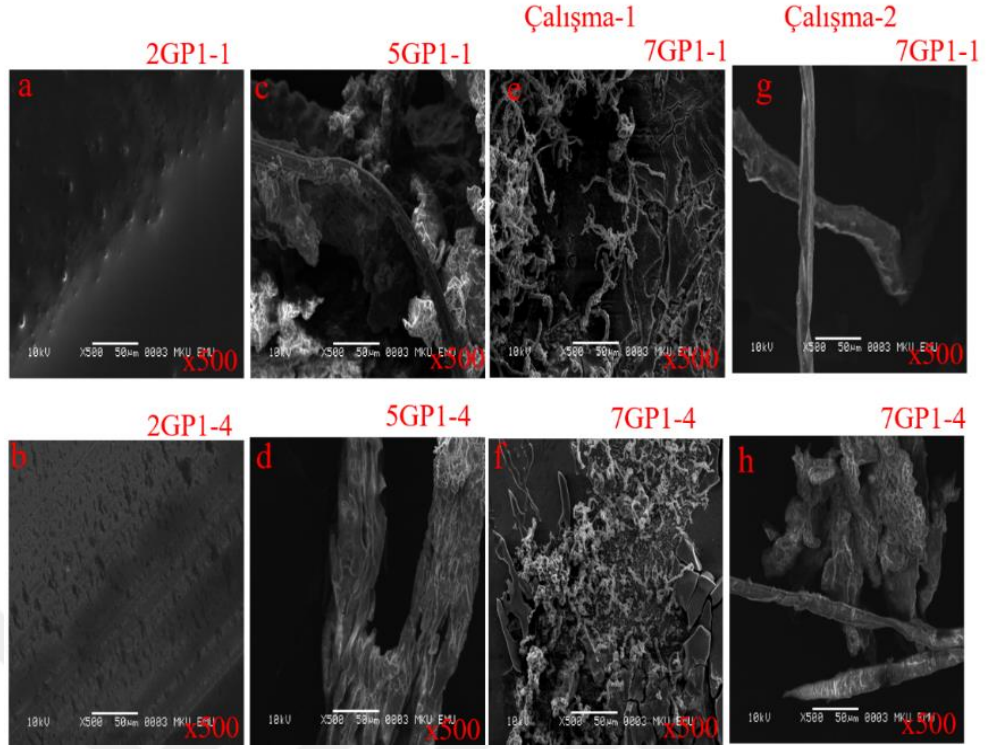
Şekil 4.11. 5GP1-5PS-4 kodlu Çizelge 3.5 deney koşullarında üretilen liflerin dijital (a) ile SEM analizi (b,c,f), 210 °C 'de oksitlenen lifin optik (d) ve polarize (e) mikroskop ile bu örnekten üretilen seramiklerin dijital (g) ile optik (h) ve polarize (i) mikroskop ile SEM analizi (i,j,k) sonuçları



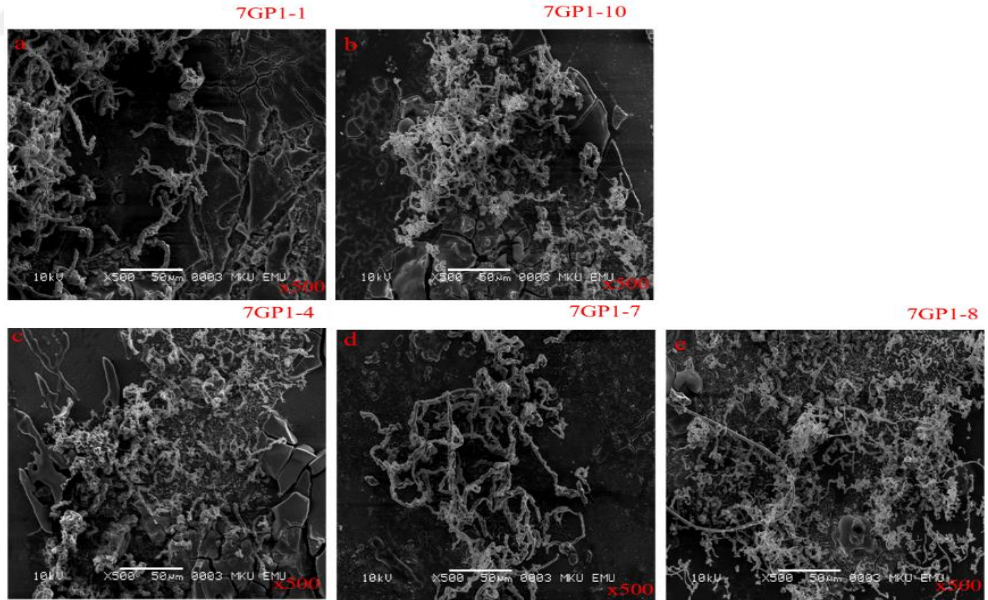
Şekil 4.12. 5GP1-5PS-1; 5GP1-5PS-4; 5GP1-5PS-7 kodlu liflerin dijital (a,b,c) ile SEM analizi (d, e, f) ve bu örneklerden üretilen seramiklerin optik (g,h,i) ve polarize (j, k) mikroskop ile SEM analizi (l, m, n) sonuçları

4.1.3. Sadece GP1 Polimeri İle Lif Üretimi

Bu çalışmada, PS polimeri kullanılmadan yani sadece GP1 polimeri kullanılarak lif üretimi çalışıldı. GP1 polimerinin çözeltileri kütlece %2, %5 ve %7 derişimlerinde olacak şekilde hazırlandı (Çizelge 3.7, Çizelge 3.8, Çizelge 3.9 ve Çizelge 3.10). Derişimin, uygulanan gerilimin, toplayıcı plaka mesafesinin ve akış hızının lif oluşumuna etkisi incelendi.



Şekil 4.13. Kütlece %2, %5, %7 GP1 (Çizelge 3.7 ve Çizelge 3.8) ile yapılan EE çalışmasında uygulanan akış hızının etkisi SEM (x500) görüntüleme sonuçları.



Şekil 4.14. Kütlece %7 GP1 (Çizelge 3.9 ve Çizelge 3.10) ile yapılan EE çalışmasında uygulanan akış hızının belli aralıkta gerilim artırılarak SEM (x500) görüntüleme sonuçları



Şekil 4.15. %5 GP1 ile Al-folyo üzerinde EE üretilen liflerin dijital fotoğraf görüntüleri: ilk gün (a) üçüncü gün(b) 1 ay sonra (c), %7 GP1 EE üretilen liflerin üçüncü gün (d) bir hafta sonra (e) 3 ay sonra (f)

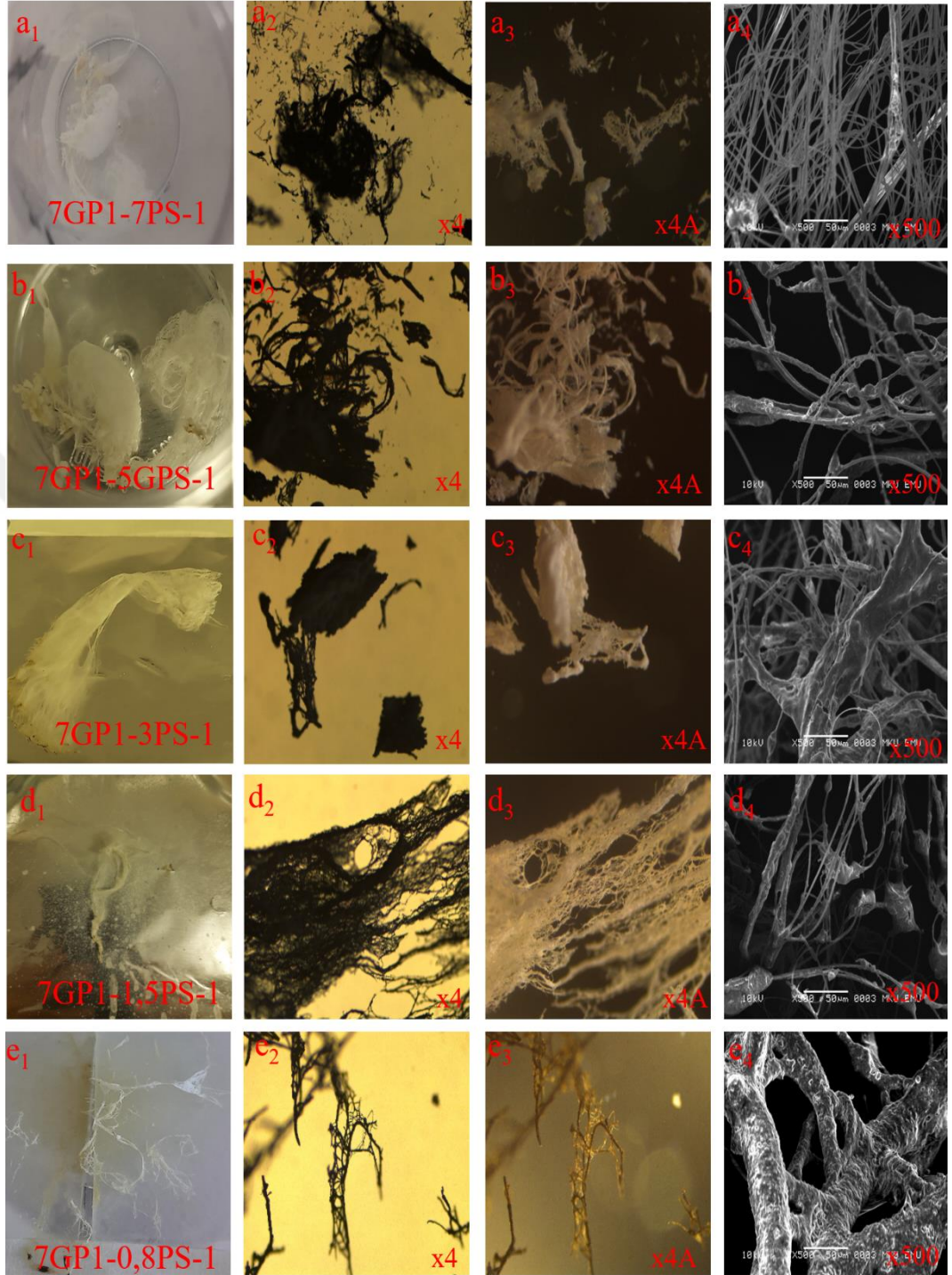
Şekil 4.13 ve Şekil 4.14 incelendiğinde GP1 polimerinden Çizelge 3.7, Çizelge 3.8, Çizelge 3.9 ve Çizelge 3.10’da verilen koşullarda lif üretimi yapılamamaktadır. Bununla birlikte, Şekil 4.15 incelendiğinde GP1 polimeri Al-folyo üzerinde biriktirildiğinde Al-folyoyu korozyona uğratmakta ve zamanla folyonun oksitlenmesine

neden olmaktadır. Bu ayrıca polimerin bozunması ile sonuçlanmaktadır. Bu nedenlerden dolayı GP1 polimeri lif oluşturabilen ve Al-folyo ile doğrudan veya temasını engelleyecek bir polimer olan PS ile kullanıldı. Çizelge 3.3, Çizelge 3.4, Çizelge 3.5 ve Çizelge 3.6’da verilen koşullarında ve ortamda PS polimeri varlığında lif üretimi yapılabildiği Şekil 4.4. – 4.9’ten anlaşılmaktadır.

4.1.4. %7 GP1 (w/w) ve Farklı % Derişimlerde PS Polimeri İle Lif Üretme

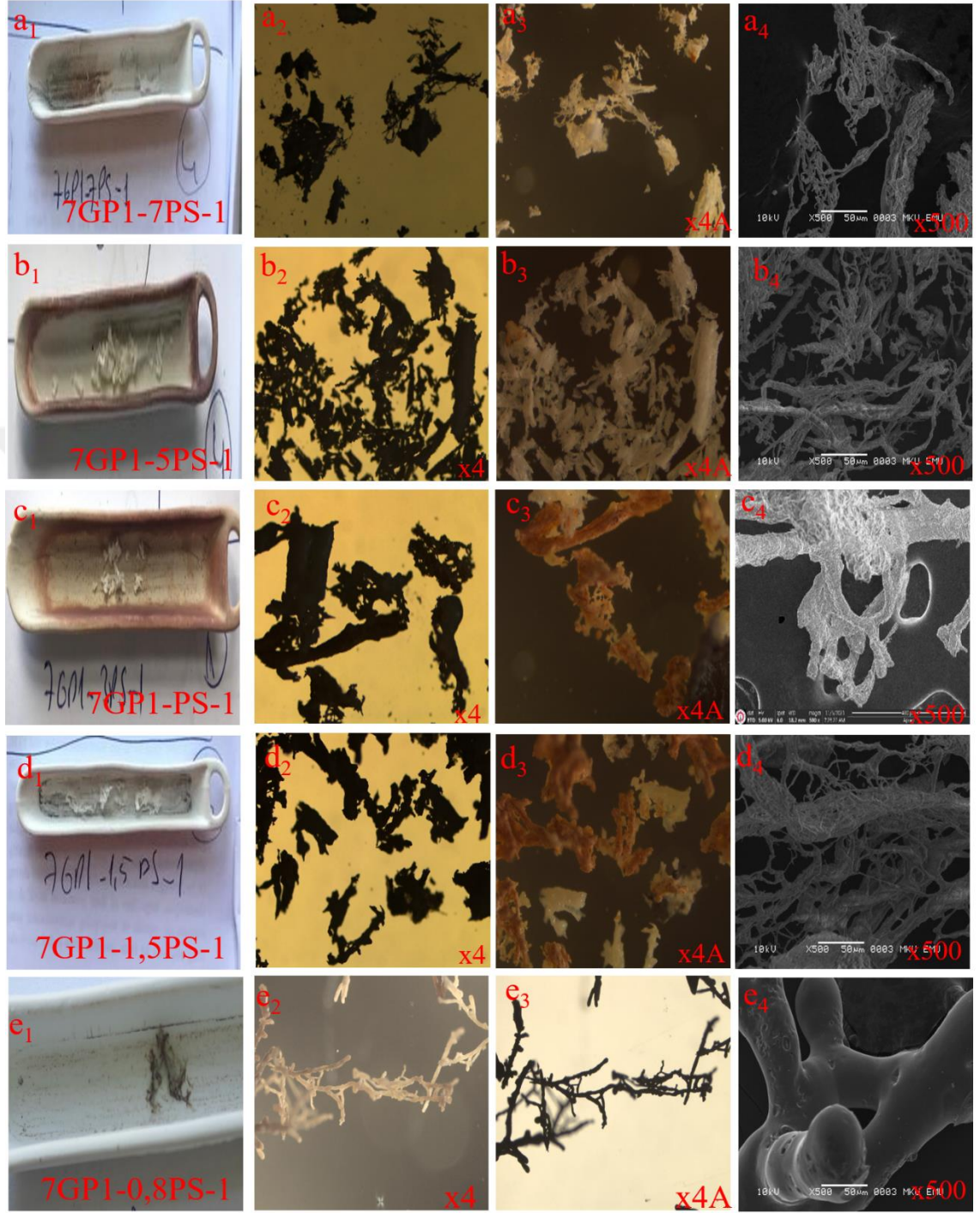
Tez kapsamında GP1 polimeri ve PS ile eşit ve farklı derişimlerde örnekler hazırlanarak EE ile lif üretimi çalışıldı. Çalışma sonucunda sadece GP1 polimeri kullanıldığında lif oluşumunun gözlenmediği sonucu varıldı. Farklı derişimlerde PS ile karışımlarından ise 13 kV potansiyelde, 0,10 ve 0,15 ml.sa⁻¹ akış hızlarında ve 6 cm toplayıcı plaka mesafesinde polimerlerden lif üretimi başarılı bir şekilde yapıldığı görüldü. Belirlenen EE koşullarında PS derişiminin azaltılmasının lif oluşumuna veya lif morfolojisine etkisi de incelendi. Bu amaçla GP1 derişimi %7 olarak sabitlendi ve PS derişimi ise %7, %5, %3, %1,5 ve %0,8 olarak hazırlanarak EE ile lif üretimi çalışıldı. EE koşulları Çizelge 3.11 – 3.15’te verildi. Bu koşullarda üretilen lifleri ve seramik liflerin analiz sonuçları Şekil 4.16 – 4.23’da verilerek bu koşullarda da polimer liflerinin üretilbildiği ve bazı koşullarda da seramik liflerin oluştuğu gösterildi.

Polimer Lif



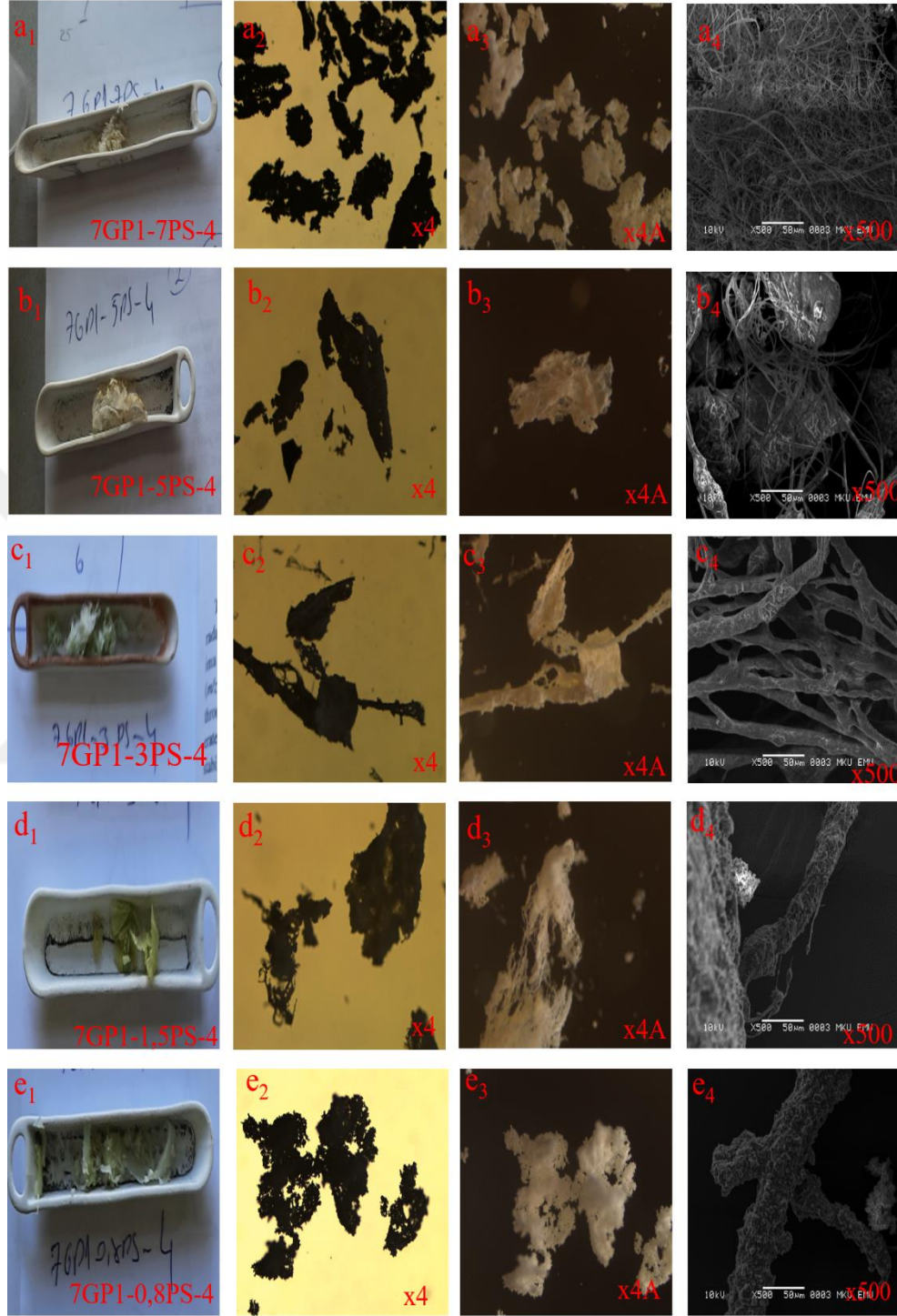
Şekil 4.16. Kütlece %7 GP1 ve farklı %PS derişimleri (Çizelge 3.11 ve akış hızı 0,10 ml/sa) ile yapılan EE çalışmasının görüntüleme sonuçları: a₁, b₁, c₁, d₁ ve e₁ GP1 liflerinin dijital fotoğraf görüntüleri; a₂, b₂, c₂, d₂ ve e₂ GP1 liflerinin optik mikroskop görüntüleri; a₃, b₃, c₃, d₃ ve e₃ GP1 liflerinin polarize ışık optik mikroskop görüntüleri; a₄, b₄, c₄, d₄ ve e₄ ise GP1 liflerinin SEM görüntüleri

Seramik Lif



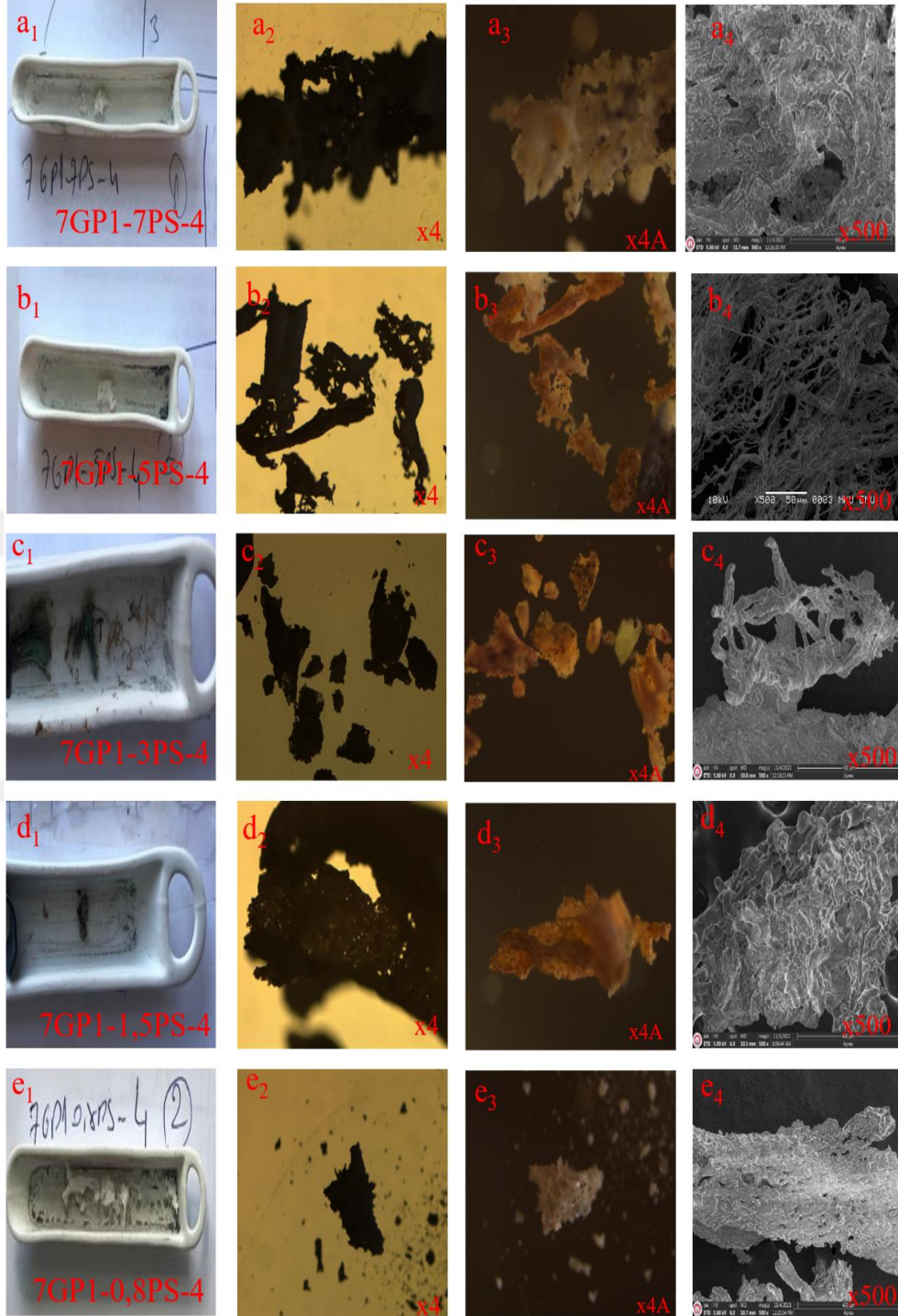
Şekil 4.17. Kütlece %7 GP1 ve farklı %PS derişimleri (Çizelge 3.1 ve akış hızı 0,10 ml/sa) ile yapılan EE çalışması ile üretilen seramiklerin görüntüleme sonuçları: a₁, b₁, c₁, d₁ ve e₁ GP1 liflerinden üretilen seramik liflerin dijital fotoğraf görüntüleri; a₂, b₂, c₂, d₂ ve e₂ GP1 liflerinden üretilen seramik liflerinin optik mikroskop görüntüleri; a₃, b₃, c₃, d₃ ve e₃ GP1 liflerinden üretilen seramik liflerinin polarize ışık optik mikroskop görüntüleri; a₄, b₄, c₄, d₄ ve e₄ GP1 liflerinden üretilen seramik liflerinin SEM görüntüleri

Polimer Lif



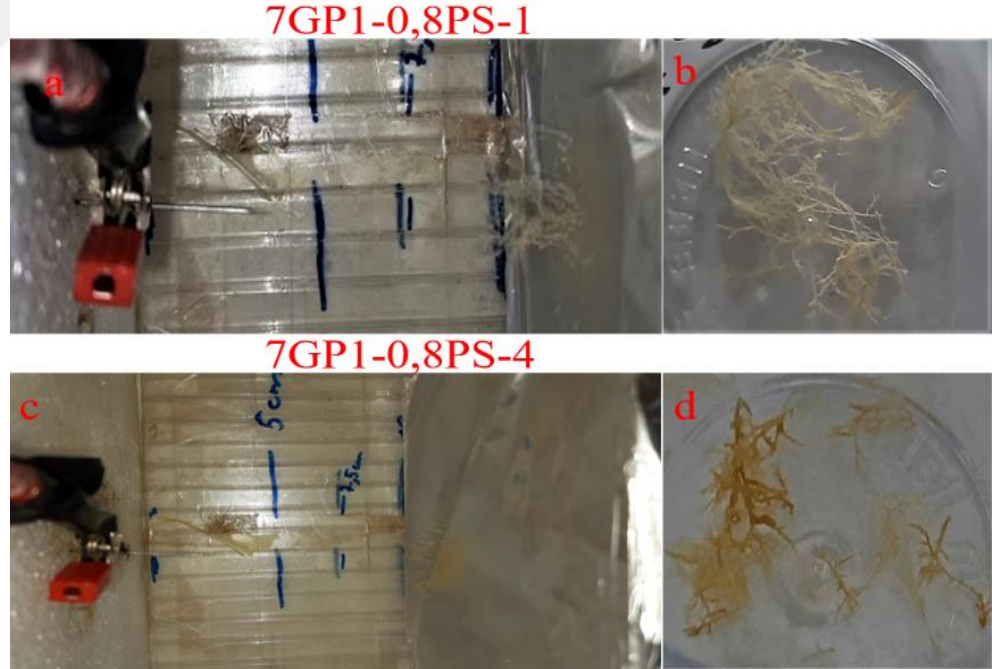
Şekil 4.18. Kütlece %7 GP1 ve farklı %PS derişimleri (Çizelge 3.12 ve akış hızı 0,15 ml/sa) ile yapılan EE çalışmasının görüntüleme sonuçları: a₁, b₁, c₁, d₁ ve e₁ GP1 liflerinin dijital fotoğraf görüntüleri; a₂, b₂, c₂, d₂ ve e₂ GP1 liflerinin optik mikroskop görüntüleri; a₃, b₃, c₃, d₃ ve e₃ GP1 liflerinin polarize ışık optik mikroskop görüntüleri; a₄, b₄, c₄, d₄ ve e₄ ise GP1 liflerinin SEM görüntüleri

Seramik Lif



Şekil 4.19. Kütlece %7 GP1 ve farklı %PS derişimleri (Çizelge 3.12 ve akış hızı 0,15 ml/sa) ile yapılan EE çalışması ile üretilen seramiklerin görüntüleme sonuçları. a₁, b₁, c₁, d₁ ve e₁: GP1 liflerinin dijital fotoğraf görüntüleri; a₂, b₂, c₂, d₂ ve e₂ GP1 liflerinden üretilen seramik liflerinin optik mikroskop görüntüleri; a₃, b₃, c₃, d₃ ve e₃ GP1 liflerinden üretilen seramik liflerinin polarize ışık optik mikroskop görüntüleri; a₄, b₄, c₄, d₄ ve e₄ ise GP1 liflerinden üretilen seramik liflerinin SEM görüntüleri

Kütlece %7 GP1 polimerinin %7, %5, %3, %1,5 ve %0,8 PS ile hazırlanan karışımlarının EE ile hazırlanmış liflerinin görüntüleme sonuçları Şekil 4.16 Şekil 4.18’da verildi. PS derişimi azaldıkça lifin kalınlığı arttığı gözlemlendi. Sonuçlar, bütün bu derişim aralıklarında polimer karışımlarından lif üretilebildiğini göstermiştir. Bunun yanında bu liflerden üretilen seramiklerin de görüntüleme sonuçları Şekil 4.17 ve Şekil 4.19’da verilerek polimer lif morfolojisi ile karşılaştırıldı. Polimer karışımında PS derişiminin seramik morfolojisini etkilediği sonucuna varıldı. Farklı akış hızlarında üretilen polimer liflerden elde edilen seramiklerin morfolojisinin bu EE akış hızına bağlı olarak değıştiği sonucuna varılmıştır. EE ile sadece GP1 polimeri kullanılarak lif üretimi yapılamadığı için PS eklenerek GP1 liflerinin dolaylı üretimi yapılabildi. Yapılan bu çalışmada en düşük derişimlerde PS katkısı ile GP1 lif üretimi için çalışmalar yapıldı ve kütlece %0,8 PS karışımın da bile lif üretmenin mümkün olduğu tespit edildi. Bu nedenle GP1 polimeri en az %0,8 PS ile karışımı hazırlanması halinde liflerinin üretilebileceği gösterildi. Bu lifler hava ortamında ısıtılma tabi tutularak seramik malzemeye dönüştürüldü (Şekil 4.20 – 4.23).

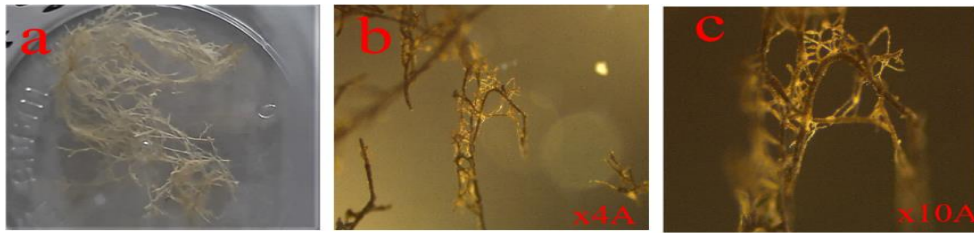


Şekil 4.20. Düşük PS derişimine sahip 7GP1-0,8PS-1 (Çizelge 3.11, akış hızı: 0,10 ml/sa) kodlu örnekle yapılan EE sırasında oluşan jetin ve oluşan lifin dijital fotoğraf görüntüsü (a,b); Düşük PS derişimine sahip 7GP1-0,8PS-4 (Çizelge 3.12, akış hızı: 0,15 ml/sa) kodlu örnekle yapılan EE sırasında oluşan jetin ve oluşan lifin dijital fotoğraf görüntüsü (c,d)

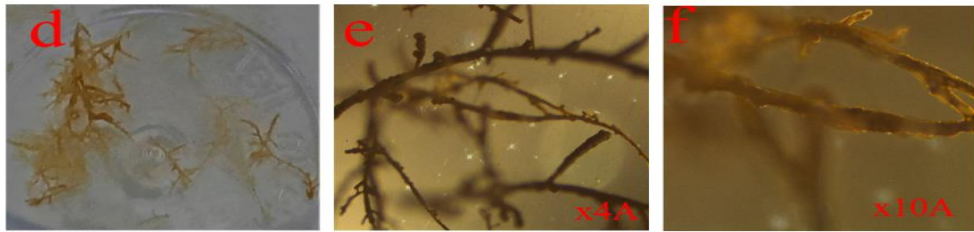
Choi S-H., Youn D-Y. ve ark, 2011 tarafından PVP derişimi sabit tutulup, düşük molekül ağırlıklı PKS derişimi (kütlece %10-30) arttırılarak yapılan çalışmada PSK derişimi arttıkça lif çapının arttığı yani kalınlaştığı gözlenmiş olduğunu bildirmişlerdir. Bu tez kapsamında yapılan çalışmada PSK derişimi (%7 GP1) sabit tutulup PS derişimi (kütlece %7, %5, %3, %1,5 ve %0,8) azaltılmıştır. Sonuç olarak PS derişimi azaldıkça polimer liflerin kalınlığının arttığı görülmüştür (Şekil 4.16 ve Şekil 4.18). Ayrıca akış hızı artışı 0,10 ml/sa'den 0,15 ml/sa'e arttırıldığında polimer liflerde kalınlaşma olduğu görüntüleme sonuçları ile gösterilmiştir. Ayrıca akış hızı artışı 0,10 ml/sa ile yapılan EE çalışması ile üretilen SiO₂ seramik lif kalınlığının PS derişimi azaldıkça arttığı görülmüştür (Şekil 4.17.). Ancak, akış hızı 0,15 ml/sa olan EE çalışmalarından üretilen seramiklerde lif yapıları gözleendiği halde PS derişimi azaldıkça seramik lif morfolojisi bozulmaktadır (Şekil 4.19.). En düşük PS ile yapılan çalışmalar 7GP1-0,8PS-1 ve -4; seramikler ise S7GP1-0,8PS-1 ve -4 kodlu çalışmalar Şekil 4.20, Şekil 4.21, Şekil 4.22, Şekil 4.23 incelenmiştir.

Polimer Lif

7GP1-0,8PS-1



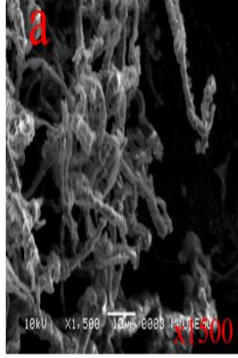
7GP1-0,8PS-4



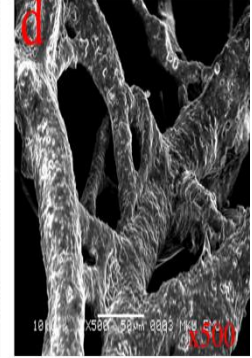
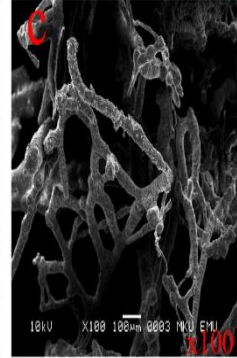
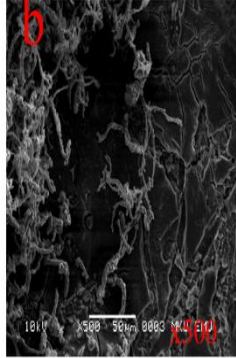
Şekil 4.21. Düşük PS derişimine sahip 7GP1-0,8PS-1 (Çizelge 3.11, akış hızı: 0,10ml/sa) kodlu örnekle yapılan EE çalışmasında üretilen lifin dijital fotoğraf görüntüsü (a), polimer liflerin polarize ışık optik mikroskop görüntüleri (b,c), düşük PS derişimine sahip 7GP1-0,8PS-4 (Çizelge 3.12, akış hızı: 0,10 ml/sa) kodlu örnekle yapılan EE çalışmasında üretilen lifin dijital fotoğraf görüntüsü (d), polimer liflerin polarize ışık optik mikroskop görüntüleri (e,f)

Polimer Lif

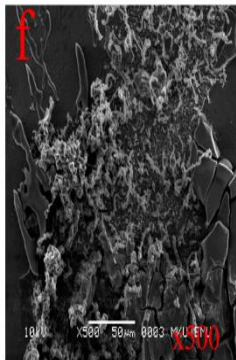
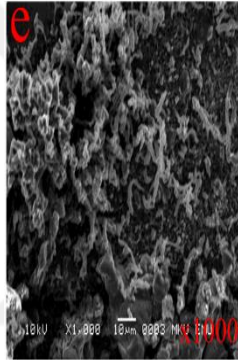
7GP1-1



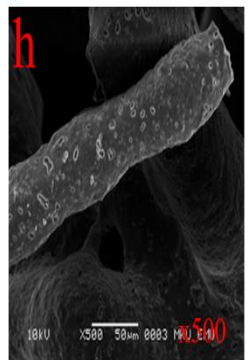
7GP1-0,8PS-1



7GP1-4



7GP1-0,8PS-4



Şekil 4.22. Kütlece %7 GP1 (Çizelge 3.9 akış hızı 0,10 ml/sa) 7GP1-1 kodlu örneğe yapılan EE çalışmasında üretilen lifin SEM (a,b) görüntüleme sonuçları ve kütlece %7 GP1 içeren düşük PS derişimine sahip 7GP1-0,8PS-1 (Çizelge 3.11 akış hızı 0,10 ml/sa) kodlu örneğe yapılan EE çalışmasında üretilen lifin SEM (c,d) görüntüleme sonuçları ve karşılaştırılması; Kütlece %7 GP1 (Çizelge 3.10 akış hızı 0,15 ml/sa) 7GP1-4 örneğe yapılan EE çalışmasında üretilen lifin SEM (e,f) görüntüleme sonuçları ve kütlece %7GP1 içeren düşük PS derişimine sahip 7GP1-0,8PS-4 (Çizelge 3.12 akış hızı 0,15 ml/sa) kodlu örneğe yapılan EE çalışmasında üretilen lifin SEM (g,h) görüntüleme sonuçları ve karşılaştırılması

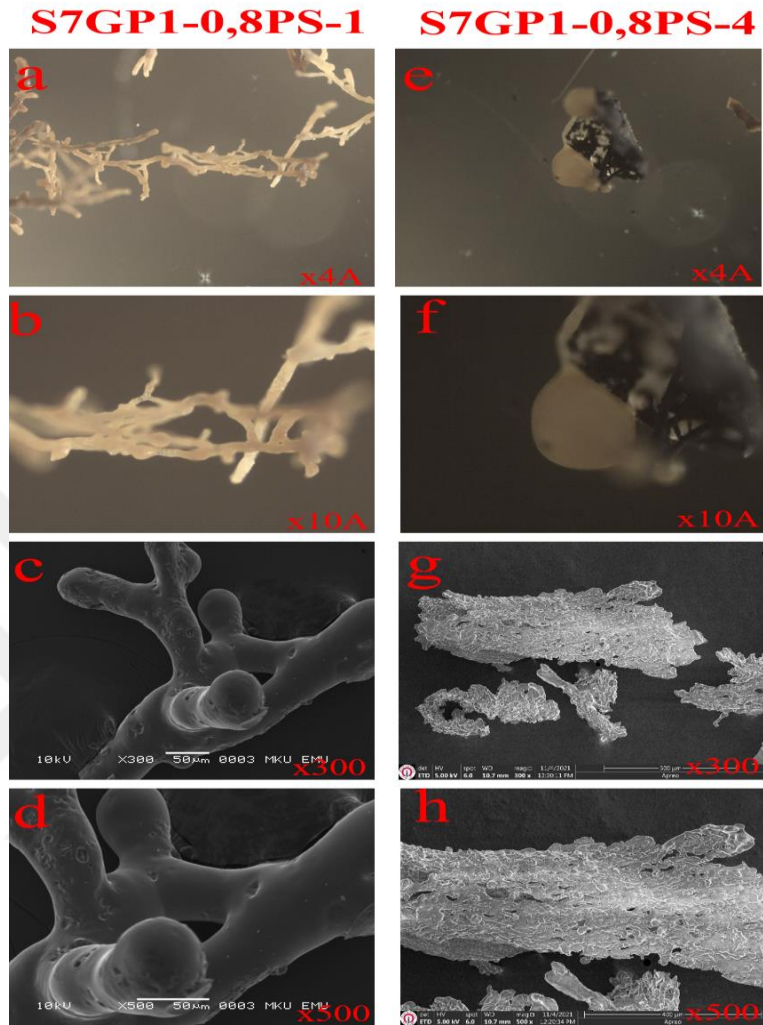
%5 PS çözeltisinden EE ile üretilen liflerin görüntüleme sonuçları Şekil 4.5'te verilmişti. Bu sonuçlar ile %5 GP1 ve %5 PS karışımından EE ile Al folyo üzerinde toplanan liflerin karşılaştırılması yapıldığında, lif desenlerinde bir benzerlik olduğu görülmüştür. Her ikiside örümcek ağına benzemektedir. Fakat %5 GP1 ve %5 PS karışımından elde edilen liflerin morfolojisi sade %5 PS bulunan liflerin morfolojisinden (deseninden) farklı olmaktadır. Yani, %5 GP1 ve %5 PS karışımından örümcek ağını andıran sarmal yapı oluşturmuştur. PS ile yapılan EE çalışmalarında

olulan jet esnek bir jettir yani toplayıcı plakada lif olarak uzayabilmektedir. Ancak, PS ve GP1 polimerleri aynı çözeltide iken PS’de gözlemlenen esnek jet oluşmamak daha gergin bir jet oluşmaktadır. Bu nedenle karışımın EE sırasında Al Plaka üzerinde bir lif toplanmasından çok oluşan jetin kıvrıla kıvrıla sarmal ağ örgülü olarak ve pamuk benzeri bir yapıda toplanmaktadır. 5GP1-5PS-1 kodlu örnekten üretilen liflerin yapısı örümcek ağına benzer ve sarmal lif olarak görülmektedir.

%7 GP1 ve farklı derişimlerde PS kullanılarak üretilen liflerin dijital, optik mikroskop ve SEM görüntüleme sonuçları Şekil 4.16’de verildi. Görüntüleme analizleri liflerin Al plaka üzerine toplanmasından çok 5GP1-5PS-1 kodlu örnekte olduğu sarmal ağ örgülü olarak ve pamuk benzeri bir morfoloji elde edilmiştir. 7GP1-7PS-1, 7GP1-5PS-1, 7GP1-3PS-1, 7GP1-1,5PS-1, 7GP1-0,8 PS-1 kodlu örneklerde de liflerin örümcek ağı gibi yayıldığı ve sarmal yapıda oluştukları görülmektedir. Choi S-H., Youn D-Y. ve ark, 2011, tarafından yapılan çalışmalarda hareli desenlerden bahsetti. Hareli desenler lif çevresinde inceli kalınlı lif yapılarının bulunması durumudur (Şekil 4.16 – .19). En düşük PS derişimli 7GP1-0,8PS-1 ve -4 kodlu örneklerin polarize optik mikroskop ve SEM görüntüleme sonuçları liflerin hareli desenli morfolojiye sahip olduğu farkedilmiştir (Şekil 4.20 – 4.23).

Şekil 4.22’de sade GP1 ile GP1 ve düşük PS karışımları ile üretilen polimer liflerin SEM görüntülerindeki benzerliğin nedeni olarak GP1 polimerlerinin lif oluşturmak üzere yeterince esneyememesi ve kısa mesafeli jet oluşturmamasından kaynaklandığı düşünülmektedir.

Seramik Lif



Şekil 4.23. Düşük PS derişimine sahip 7GP1-0,8PS-1 (Çizelge 3.11 akış hızı: 0,10ml/sa) kodlu örnekle yapılan EE çalışmasında üretilen lifden elde edilen (S7GP1-0,8PS-1) kodlu seramik liflerin polarize ışık optik mikroskop görüntüleri (a,b) ve seramik lifin SEM görüntüleri (c,d); Düşük PS derişimine sahip 7GP1-0,8PS-4 (Çizelge 3.12, akış hızı: 0,10 ml/sa) kodlu örnekle yapılan EE çalışmasında üretilen lifden elde edilen (S7GP1-0,8PS-1) kodlu seramiğin polarize ışık optik mikroskop görüntüleri (e,f) ve seramiğin SEM görüntüleri (g,h)

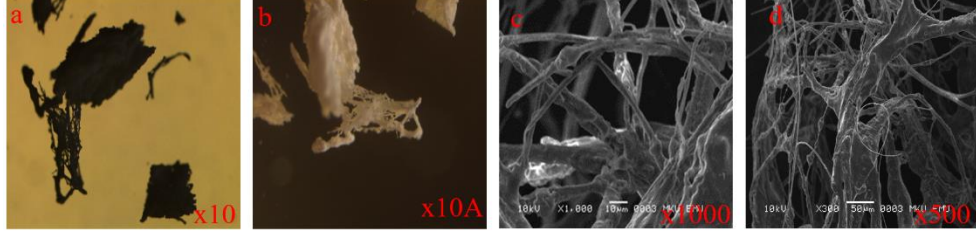
4.1.5. %7 GP1 (w/w), %3 PS Çözeltisine %1,5 Tween Polimeri Eklenmesi İle Yapılan Lif Üretme Çalışmaları

GP1 polimerinden EE ile lif üretiminde PS yanında Tween eklenerek lif ve seramik morfolojisi incelendi. Tween eklenmesi ile hem polimer hem de seramik lif morfolojisi

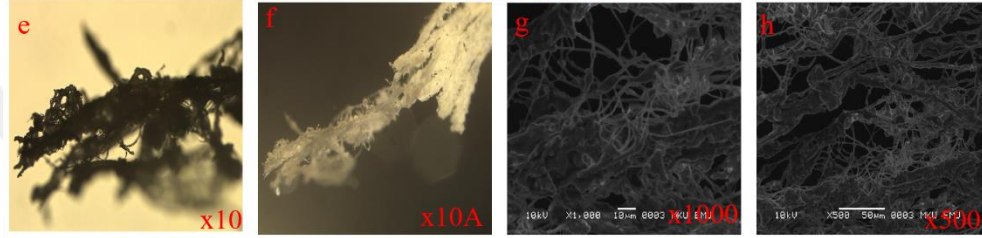
değişti. Tween hem PS yerine GP1 polimerinden lif üretimi için hem de seramik morfolojisinin kontrolü için kullanılabileceği anlaşıldı (Şekil 4.24 – 4.26).

Polimer Lif

7GP1-3PS-1



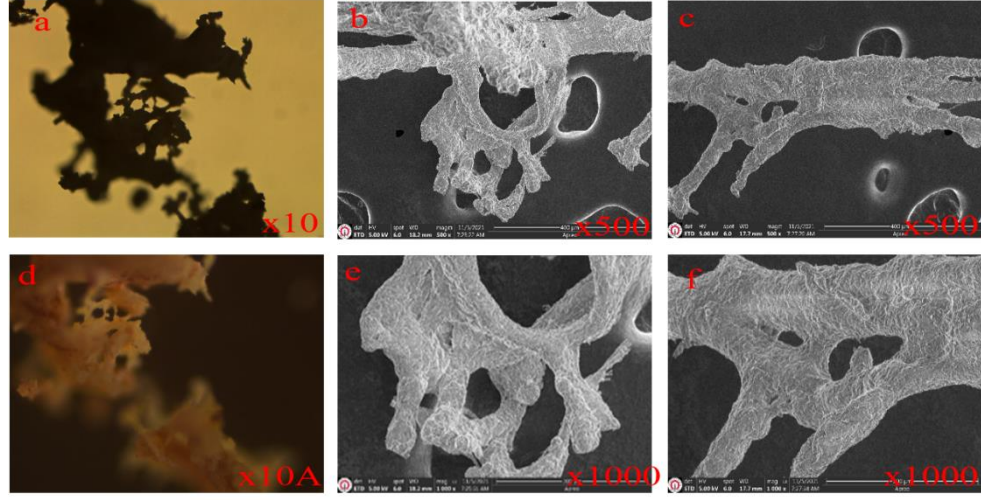
7GP1-3PST-1



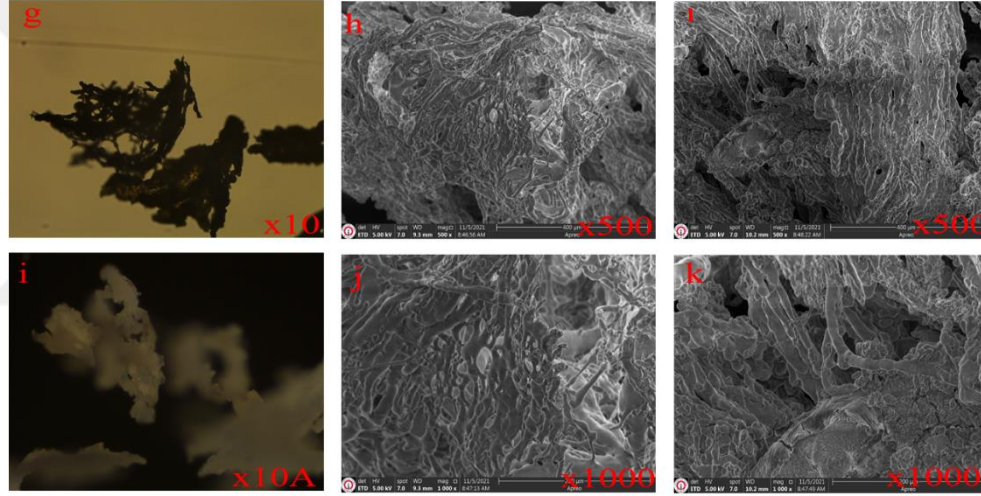
Şekil 4.24. Kütlece %7 GP1, %3PS ve %1,5 Tween karışımı (Çizelge 3.13 ve akış hızı 0,10 ml/sa) EE çalışması ile üretilen liflerin optik ve polarize ışık optik mikroskop ile SEM görüntüleme sonuçları: Tween eklenmeyen 7GP1-3PS-1 polimer liflerin optik (a) ve polarize ışık optik mikroskop (b) ile SEM görüntüleri (c,d) sonuçları ile derişimi kütlece %1,5 Tween ilaveli 7GP1-3PST-1kodlu örneğin EE ile üretilen polimer liflerin optik (e) ve polarize ışık optik mikroskop (f) ile SEM görüntüleri(g,h) sonuçları karşılaştırması

Seramik Lif

S7GP1-3PS-1



S7GP1-3PST-1



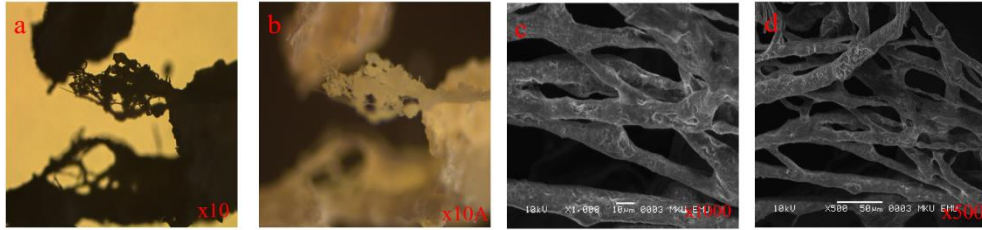
Şekil 4.25. Kütlece %7 GP1, %3PS ve %1,5 Tween karışımı (Çizelge 3.13 ve akış hızı 0,10 ml/sa) EE çalışması ile üretilen liflerden elde edilen seramik liflerin optik ve polarize ışık optik mikroskop ile SEM görüntüleme sonuçları: Tween eklenmeyen S7GP1-3PS-1 seramik liflerin optik (a) ve polarize ışık optik mikroskop (d) ile SEM görüntüleri (b,c,e,f) sonuçları ile derişimi kütlece %1,5 Tween ilaveli S7GP1-3PST-1 seramik liflerin optik (g) ve polarize ışık optik mikroskop (i) ile SEM görüntüleri (h,i,j,k) sonuçları karşılaştırması

Tween-80 (Emülgatör) ilave edilmesi ile karışımın yüzey gerilimi düşürülmektedir. Şekil 4.24'te 7GP1-3PS-1 kodlu ve Tween katılmış 7GP1-3PST-1 kodlu örneklerin akış hızı 0,10 ml/sa olan EE ile elde edilen liflerinin optik mikroskop, polarize ışık optik mikroskop ve SEM görüntüleri verilmiştir. Bu görüntüler incelendiğinde liflerin daha ince harelî desenli olduğu görüldü. Bu polimer liflerden üretilmiş S7GP1-3PS-1 ve S7GP1-3PST-1 kodlu seramik liflerin görüntüleme analizleri

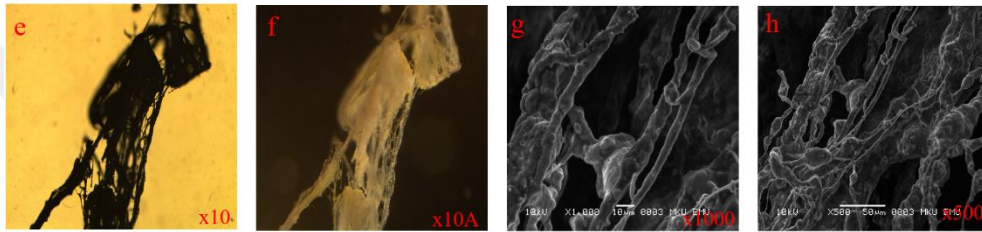
Şekil 4.25'te verilmiş olup görüldüğü üzere emülgatör ilavelisi ile lif çapı azalmaktadır. Tween-80 katılmış polimer liflerden üretilmiş olan S7GP1-3PST-1 kodlu seramiğin lif çapının 7GP1-3PST-1 kodlu polimer liflerin çaplarından daha büyük olduğu görüldü.

Polimer Lif

7GP1-3PS-4



7GP1-3PST-4



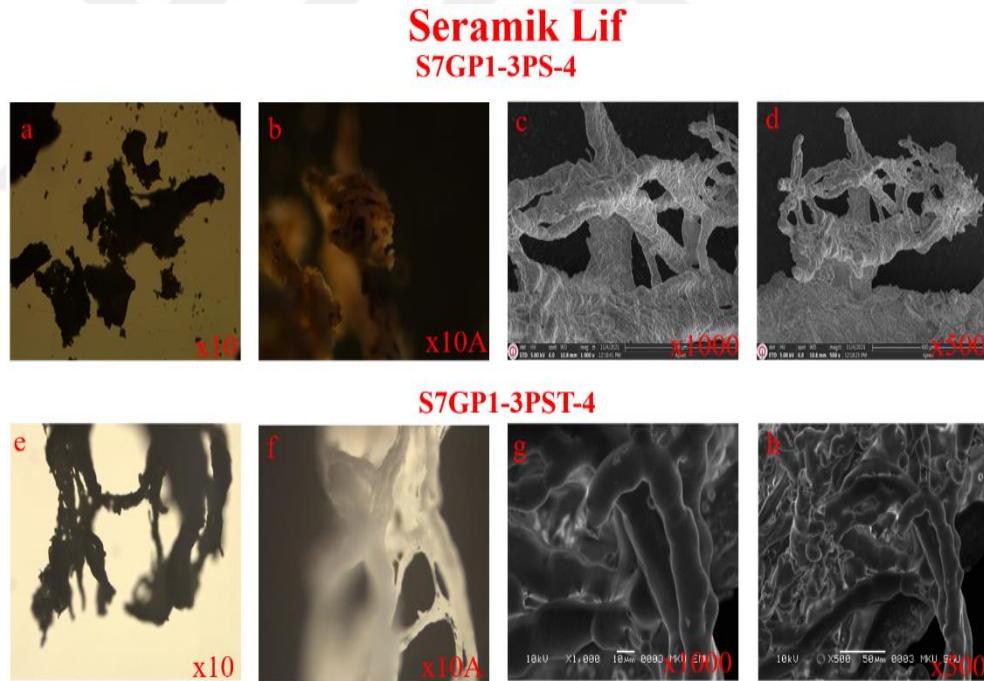
Şekil 4.26. Kütlece %7 GP1, %3PS ve %1,5 Tween karışımı (Çizelge 3.14 ve akış hızı 0,15 ml/sa) EE çalışması ile üretilen liflerin optik ve polarize ışık optik mikroskop ile SEM görüntüleme sonuçları: Tween eklenmeyen 7GP1-3PS-4 polimer liflerin optik (a) ve polarize ışık optik mikroskop (b) ile SEM görüntüleri (c,d) sonuçları ile derişimi kütlece %1,5 Tween ilaveli 7GP1-3PST-4 kodlu örneğin EE ile üretilen polimer liflerin optik (e) ve polarize ışık optik mikroskop (f) ile SEM görüntüleri (g,h) sonuçları karşılaştırması

Şekil 4.26'te 7GP1-3PS-4 kodlu ve Tween katılmış 7GP1-3PST-4 kodlu örneklerden akış hızı 0,15 ml/sa olan EE ile elde edilen liflerin optik mikroskop, polarize ışık optik mikroskop ve SEM görüntüleri verilmiştir. Görüntüleme sonuçları Tween katılmış karışımdan üretilen liflerin daha ince harelî desenli olduğu görüldü. Şekil 4.27'de verilen S7GP1-3PS-4 ve S7GP1-3PST-4 seramiklerinin görüntüleme sonuçlarına göre Tween-80 ilavesi seramik lif çapını azaltmaktadır. Ayrıca Tween-80 katılmış polimer liflerden (7GP1-3PST-4 kodlu örnekten) üretilmiş S7GP1-3PST-4 kodlu seramik liflerin 7GP1-3PST-4 kodlu polimer life göre lif çaplarının arttığı görüldü. Ayrıca S7GP1-3PST-4 ve S7GP1-0,8PS-1 kodlu seramik liflerin görüntüleme sonuçlarına göre liflerin morfolojilerinin benzediği görülmüştür (Şekil 4.23). Şekil 4.27'te Tween ekli 7GP1-3PST-4 ve 7GP1-3PST-7 kodlu örnekler için görüntüleme sonuçları verilmiştir. Bu örneklerle EE yapılan çalışmada akış hızı 0,15 ml/sa olarak

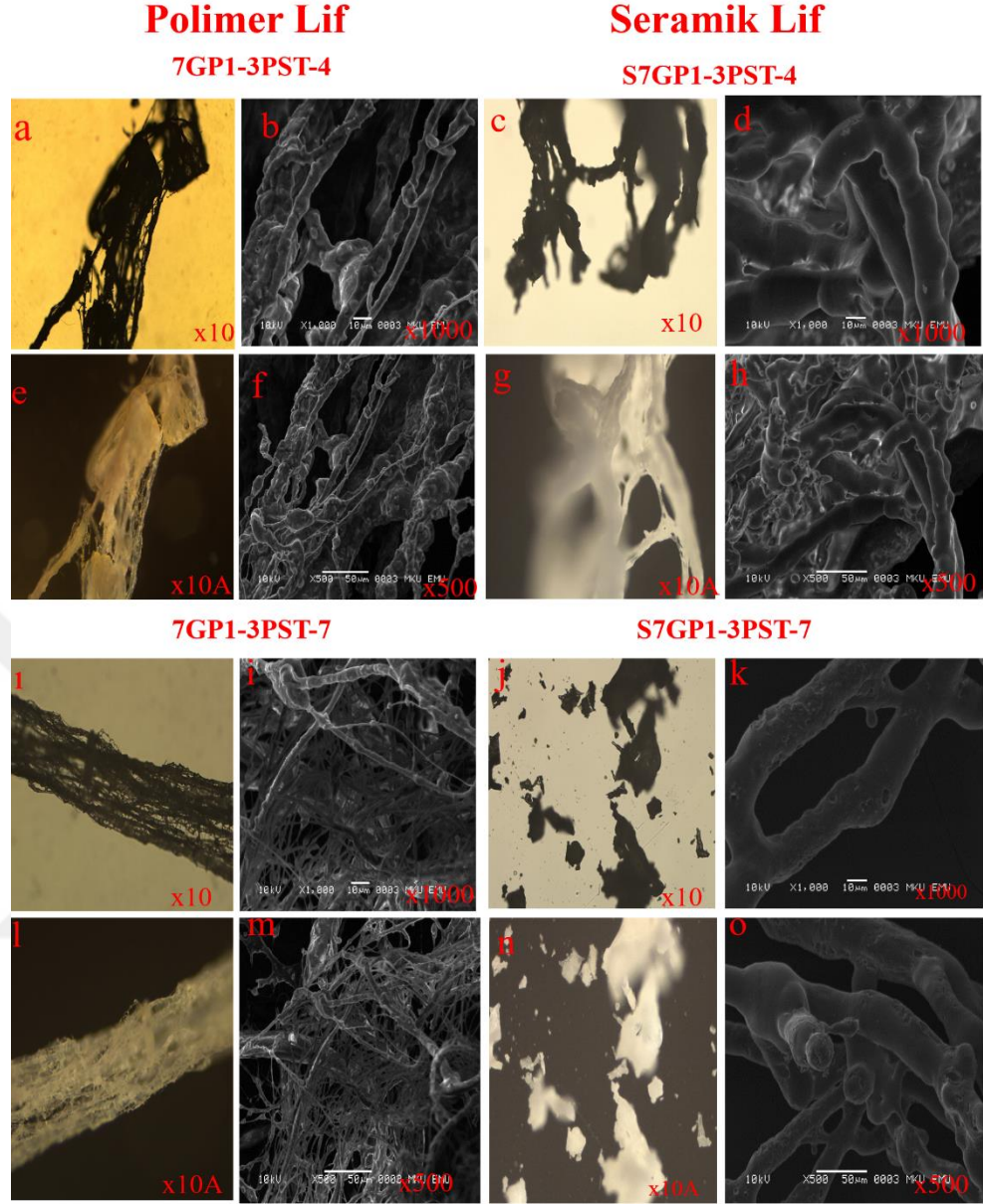
alınmış olup gerilim 13 kV'dan (7GP1-3PST-4) 15 kV'a (7GP1-3PST-7) arttırıldığında liflerin daha ince yapıda olduğu görüldü.

Gerilim 13 kV (7GP1-3PST-4)'dan 15 kV (7GP1-3PST-7)'a arttırılması ile birlikte SEM görüntülerinin 7GP1-0,8PS-4 kodlu polimer life ait desene benzediği gözlemlendi (Şekil 4.21 – 4.22).

Şekil 4.27'de S7GP1-3PST-4 kodlu örneğin görüntüleme sonuçları incelendiğinde çapraz bağlardan dolayı dallanmaların olduğu ve ağ örgülü seramik liflerin olduğu görülmektedir. Ancak, S7GP1-0,8PS-4 kodlu örneğin analizinde (Şekil 4.23) seramik lif görülmemesine rağmen S7GP1-0,8PS-1 kodlu örnekte seramik lif gözlemlenmiştir. Fakat akış hızı artarken seramik lif morfolojilerinde bir değişme olduğu gözlemlendi (Şekil 4.19). 7GP1-3PST-7 kodlu örnekten üretilen S7GP1-3PST-7 örneğinin dallanmış ağ örgülü seramik lif olup 15 kV gerilimde üretilmiştir. Bu nedenle gerilimin arttırılması ile lif çapının arttığı görülmüştür (Şekil 4.28).



Şekil 4.27. Kütlece %7 GP1, %3PS ve %1,5 Tween karışımı (Çizelge 3.14 ve akış hızı 0,15 ml/sa) EE çalışması ile üretilen liflerden elde edilen seramik liflerin optik ve polarize ışık optik mikroskop ile SEM görüntüleme sonuçları: Tween eklenmeyen S7GP1-3PS-4 seramik liflerin optik (a) ve polarize ışık optik mikroskop (b) ile SEM görüntüleri (c,d) sonuçları ile derişimi kütlece %1,5 Tween ilaveli S7GP1-3PST-4 seramik liflerin optik (e) ve polarize ışık optik mikroskop (f) ile SEM görüntüleri (g,h) sonuçları karşılaştırması



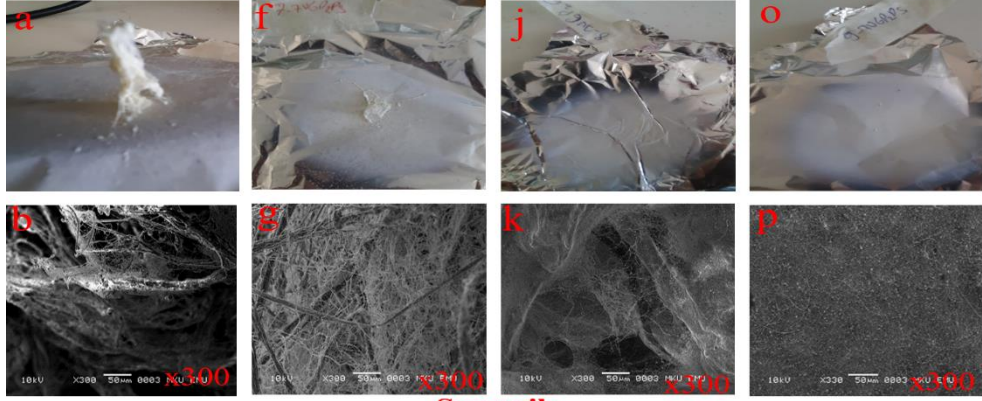
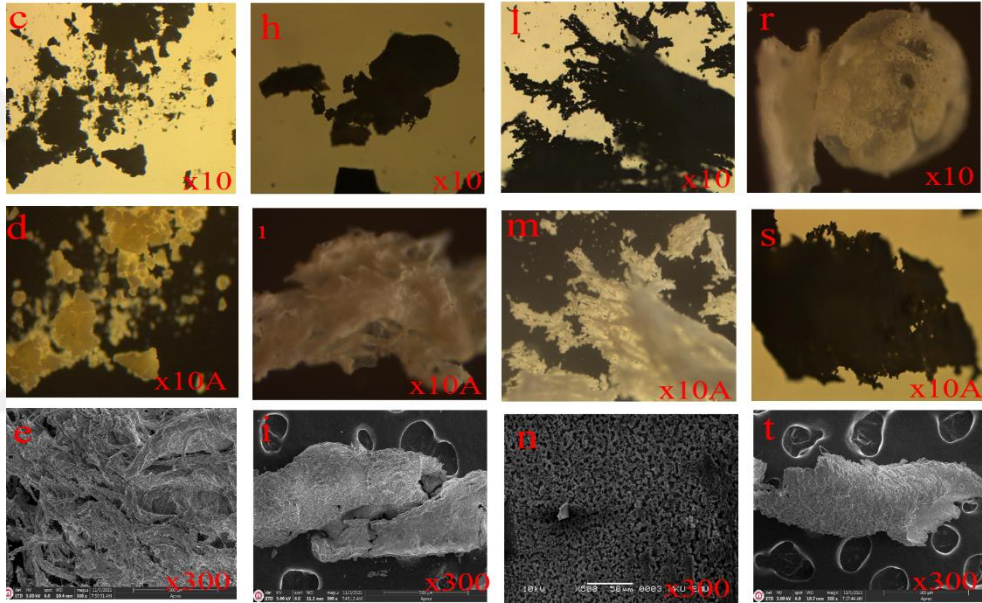
Şekil 4.28. Kütlece %7 GP1, %3PS ve %1,5 Tween karışımı (Çizelge 3.15 ve akış hızı 0,15 ml/sa) gerilim 13 kV'dan 15 kV'a artırılması ile yapılan EE çalışması ile üretilen liflerden ve bu liflerden elde edilen seramik liflerin optik ve polarize ışık optik mikroskop ile SEM görüntüleme sonuçları: derişimi kütlece %1,5 Tween ilaveli 7GP1-3PS-4 polimer liflerin optik (a) ve polarize ışık optik mikroskop (e) ile SEM görüntüleri (b,f) sonuçları ve bu liflerden elde edilen S7GP1-3PST-4 seramik liflerin optik (c) ve polarize ışık optik mikroskop (g) ile SEM görüntüleri (d,h) sonuçları ile derişimi kütlece %1,5 Tween ilaveli S7GP1-3PST-7 kodlu polimer liflerin optik (i) ve polarize ışık optik mikroskop (l) ile SEM görüntüleri (i,m) ve bu liflerden elde edilen S7GP1-3PST-7 seramik liflerin optik (j) ve polarize ışık optik mikroskop (n) ile SEM görüntüleri (k,o) sonuçları karşılaştırması

4.1.6. GP2 ve PS ile Yapılan EE Lif Üretme Çalışmalarının Sonuçları

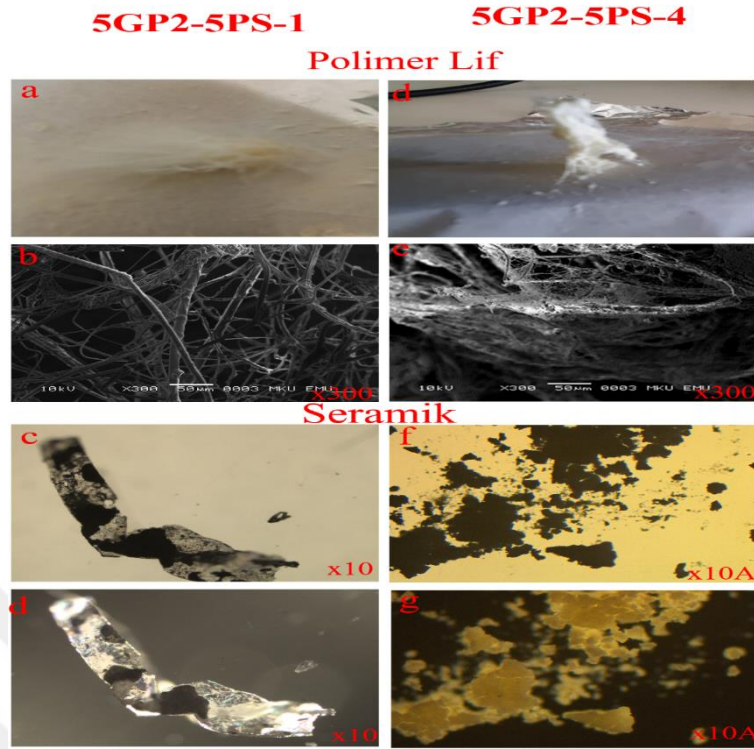
Tezin “Materyal ve Yöntem (3. Bölüm)” başlığı altında verildiği üzere GP2 polimeri ile birçok deneysel çalışmalar çizelgelerde (Çizelge 3.16 – 3.25) sunulan koşullarda yapıldı. GP2 ve PS polimer karışımından üretilen liflerin analizleri yapılarak optimum EE koşulları belirlendi. Analiz sonuçları Şekil 4.29 – 4.39’te verilmiştir. Şekil 4.29 – 4.31’da eşit derişimlerde hazırlanmış GP2/PS karışımının sonuçları verilmiştir. Şekil 4.36 – 4.39’te farklı derişimlerde hazırlanmış GP2/PS karışımlarının analiz sonuçları verilmiştir.

EE çalışmalarında lif üretim parametrelerinden biri olan toplayıcı plaka mesafesi GP1 polimeri ile yapılan çalışmalarda 6 cm olarak uygulandığında liflerin yüzeyde toplanabildiği anlaşılmıştı. Bu nedenle GP2’den EE ile lif üretme çalışmalarında toplayıcı plaka mesafesi 6 cm olarak alınmıştır. Çizelge 3.16’da uygulanan gerilimin etkisinin Çizelge 3.17’de farklı akış hızındaki gerilim etkisini, Çizelge 3.18’de farklı derişimlerde hazırlanmış GP2 derişiminin 0,10 ml/sa akış hızın da ve Çizelge 3.19’da farklı derişimlerde hazırlanmış GP2 polimer çözeltilerinin 0,15 ml/sa akış hızında etkisini ve Çizelge 3.20 ve Çizelge 3.21’da %7 GP2 derişinide farklı akış hızlarında gerilim etkisi, Çizelge 3.22 ve Çizelge 3.23’da %5 GP2 derişinide farklı akış hızlarında gerilim etkisi ve Çizelge 3.24 – 3.25’da eklenen farklı PS derişiminin lif üretimine etkisinin araştırılması için hazırlanmış deney parametrelerini göstermektedir.

Tez kapsamında yapılan çalışmalarda sadece GP2 polimerinden lif üretilmediği görülmüş ve en düşük derişimde PS katkısı ile lif üretimi ve morfolojisi incelenmiştir. Bu amaçla Çizelge 3.24.–3.25’te GP2 ile düşük derişimde hazırlanmış PS karışımı için deney parametreleri sunulmuştur. Üretilen liflerin analizleri dijital fotoğraf, optik ve polarize ışık optik mikroskop ile SEM kullanılarak yapılmıştır. Lif oluşumu bu analizlerle takip edilmiştir. Analiz sonuçları da Şekil 36 – 39’da sunulmuştur. Sonuçların karşılaştırılması amacı ile birçok şekilde polimer liflerinin görüntüleme sonuçları Şekil 4.36 ve Şekil 4.38’da ile seramiklerin görüntüleme sonuçları Şekil 4.37 ve Şekil 4.39 birlikte verilmiştir.

5GP2-5PS-4**5GP2-5PS-7****5GP2-5PS-8****5GP2-5PS-9****Polimer Lif****Seramik**

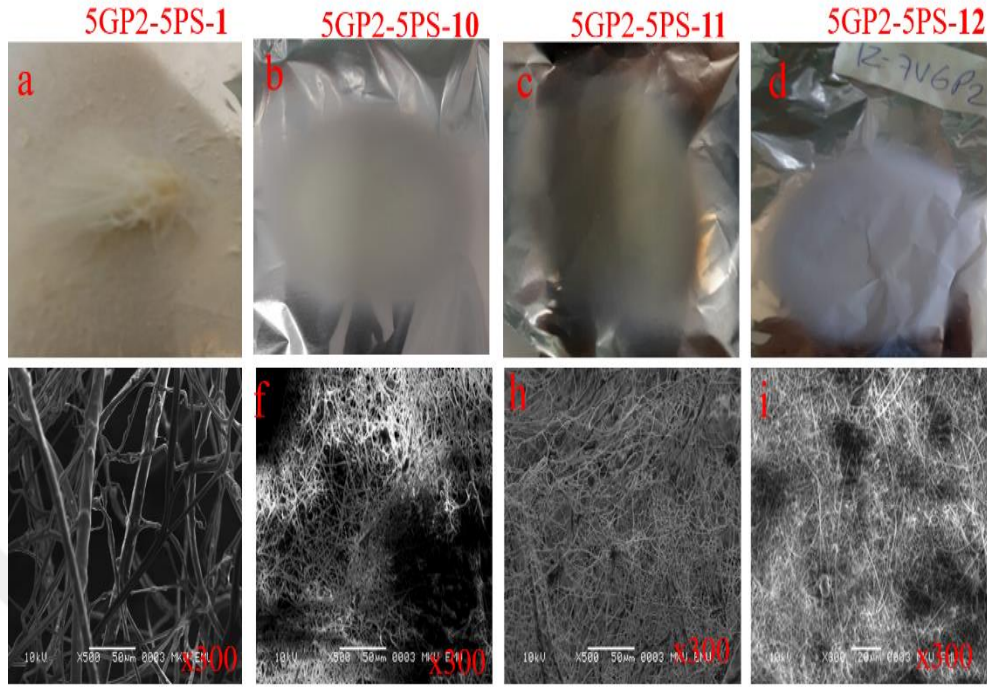
Şekil 4.29. Kütlece %5 GP2ve %5PS çözeltisi (Çizelge 3.17 deney koşulları) ile yapılan EE çalışmasında uygulanan gerilimin etkisinin dijital ve SEM görüntüleme sonuçları ve bu örneklerden elde edilen seramiklerin optik ve polarize ışık optik mikroskop ve SEM görüntüleme sonuçları: 5GP2-5PS-4 için dijital ve SEM görüntüleri (a, b) ile elde edilen seramiklerin optik (c),polarize ışık optik mikroskop (d) ve SEM görüntüleri (e); 5GP2-5PS-7 için dijital ve SEM görüntüleri (f, g) ile elde edilen seramiklerin optik (h),polarize ışık optik mikroskop (ı) ve SEM görüntüleri (i); 5GP1-5PS-8 için dijital ve SEM görüntüleri (j, k) ile elde edilen seramiklerin optik (l), polarize ışık optik mikroskop (m) ve SEM görüntüleri (n); 5GP1-5PS-9 için dijital ve SEM görüntüleri (o, p) ile elde edilen seramiklerin optik (r), polarize ışık optik mikroskop (s) ve SEM görüntüleri (t)



Şekil 4.30. 5GP2-5PS-1 ve 5GP2-GPS-4 kodlu polimer lif örnekleri ile farklı akış hızlarında üretilen liflerin (Çizelge 3.16 ve Çizelge. 3.17) ve bu liflerden üretilen seramiklerin dijital, optik ve polarize ışık optik mikroskop ve SEM görüntüleme sonuçları ile optik, polarize ışık optik mikroskop ve SEM görüntüleri sonuçları

Şekil 4.29 – 4.31 eşit derişimlerde (%5) hazırlanan GP2/PS karışımının 13, 15, 17 ve 20 kV potansiyellerde 0,10 ve 0,15 ml^sa⁻¹ akış hızında EE ile üretilmiş liflerin analizlerini göstermektedir. Yapılan bu çalışmada Şekil 4.29 – 4.21’den anlaşıldığı üzere uygulanan potansiyelin 13, 15 veya 17 kV, toplayıcı plaka mesafesinin 6 cm ve akış hızının 0,10 veya 0,15 ml^sa⁻¹ olması halinde lif üretimi başarı ile yapılabilmektedir. Optimum üretim koşulları olarak sürekli ve tekrar edilebilir sonuçlar 0,10 ml^sa⁻¹, toplayıcı plaka mesafesi 6 cm ve 13 kV potansiyel uygulanması halinde alınabildiği anlaşılmıştır.

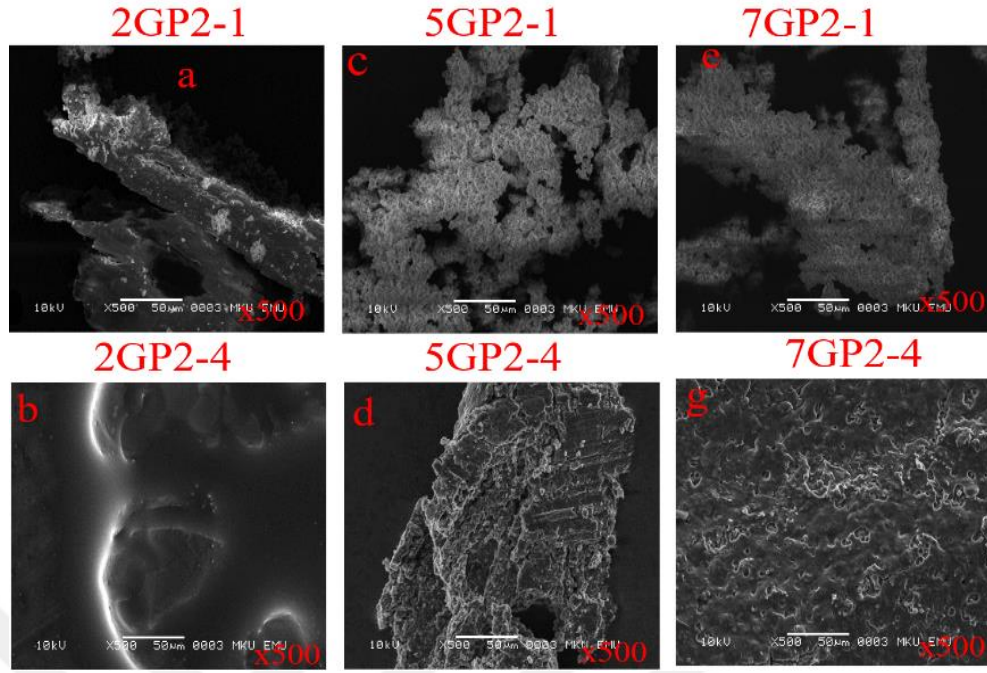
Polimer Lif



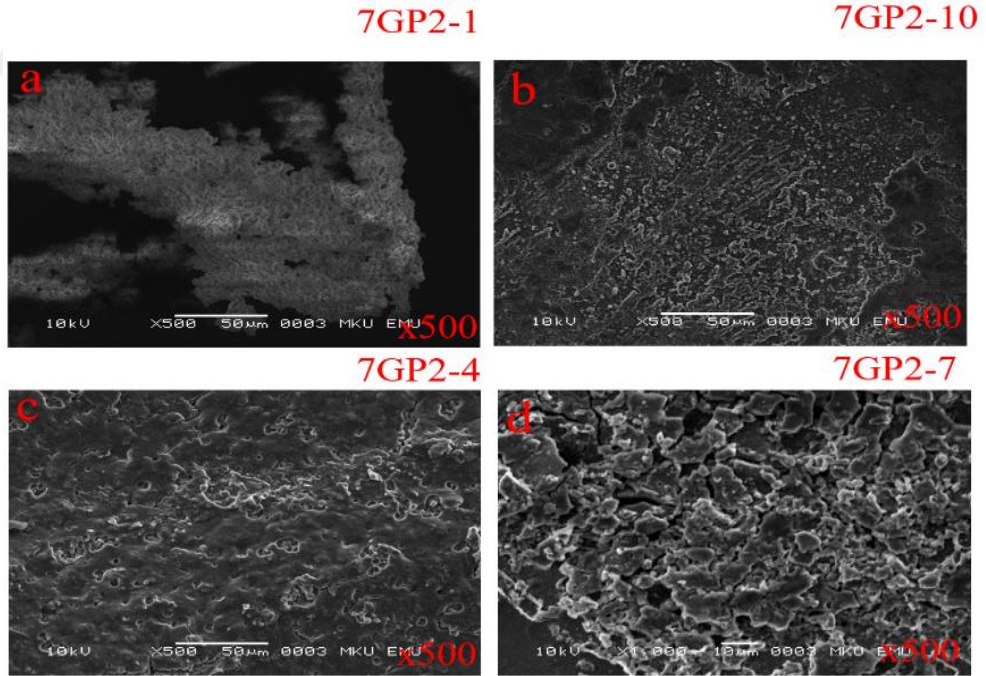
Şekil 4.31. Kütlece %5 GP2 ve %5PS karışımı (Çizelge 3.16) ile yapılan EE çalışmasında uygulanan gerilimin etkisi üzerine yapılan çalışmanın dijital fotoğraf ve SEM görüntüleme sonuçları

4.1.7. Sadece GP2 Polimeri ile Lif Üretimi

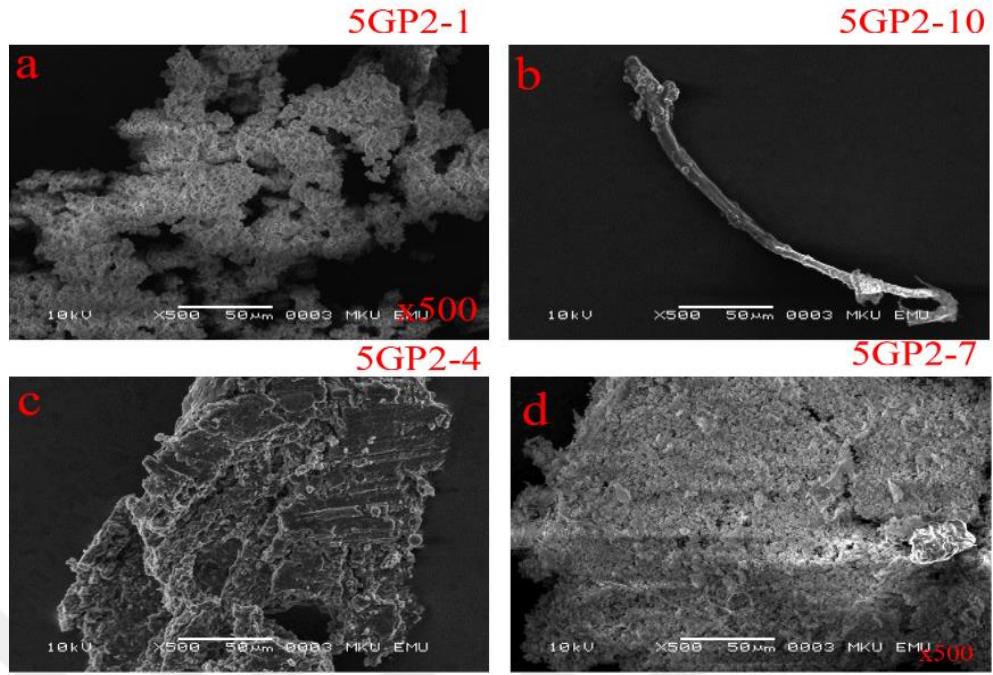
Bu çalışmada, PS polimeri kullanılmadan yani sadece GP2 polimeri kullanılarak lif üretimi çalışıldı. GP2 polimerinin çözeltileri kütlece %2, %5 ve %7 derişimlerinde olacak şekilde hazırlandı (Çizelge 3.18 – 3.23). 13 kV gerilim altında ve toplayıcı plaka mesafesi 6 cm olduğunda GP2 derişiminin ve akış hızının lif oluşumuna etkisi incelendi. GP2'nin derişimi %7 olması halinde çoğunlukla lif yapısına yakın bir morfoloji olduğu gözlemlendi. Bu nedenle GP2'nin kütlece derişimi en fazla %7 alınabileceği anlaşıldı (Şekil 4.32 – 4.35).



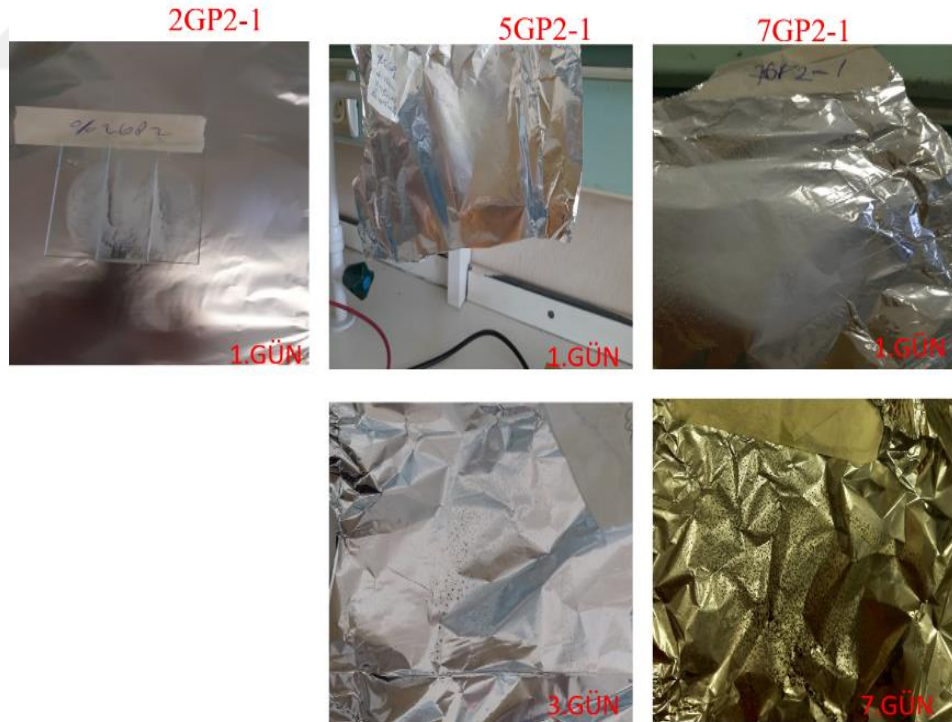
Şekil 4.32. Kütlece %2, %5, %7 GP2 (Çizelge 3.18 ve Çizelge 3.19) ile yapılan EE çalışmasında akış hızının etkisi üzerine yapılan çalışmanın SEM (x500) görüntüleme sonuçları



Şekil 4.33. Kütlece %7 GP2 (Çizelge 3.20 ve Çizelge 3.21) ile yapılan EE çalışmasında uygulanan akış hızının belli aralıktaki gerilim artırılarak SEM (x500) görüntüleme sonuçları



Şekil 4.34. Kütlece %7 GP2 (Çizelge 3.22 ve Çizelge 3.23) ile yapılan EE çalışmasında uygulanan akış hızının belli aralıkta gerilim artırılarak SEM (x500) görüntüleme sonuçları



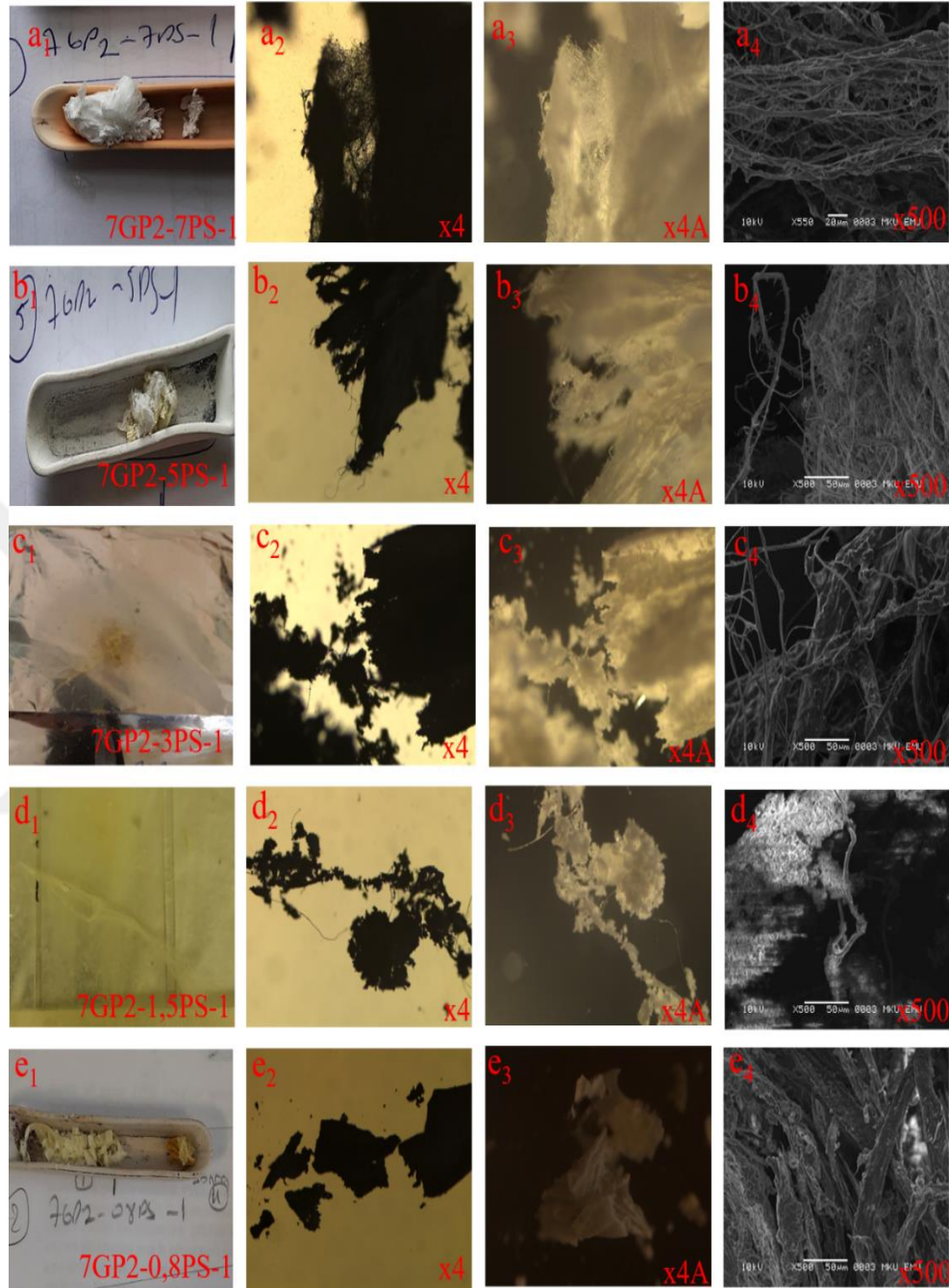
Şekil 4.35. %2,%5 ve %7 GP2 ile Al-folyo üzerinde EE üretilen liflerin dijital fotoğraf görüntüleri: 1. gün, 3. gün ve 7.gün

Şekil 4.35 incelendiğinde GP2 polimeri Al-folyo üzerinde biriktirildiğinde Al-folyoyu korozyona uğratmakta ve zamanla folyonun oksitlenmesine neden olmaktadır. Bu ayrıca polimerin bozunması ile sonuçlanmaktadır. Bu nedenlerden dolayı GP2 polimeri lif oluşturabilen ve Al-folyo ile doğrudan veya temasını engelleyecek bir polimer olan PS ile kullanıldı.

4.2. %7 GP2 (w/w) ve Farklı Derişimlerde PS Polimeri İle Lif Üretme

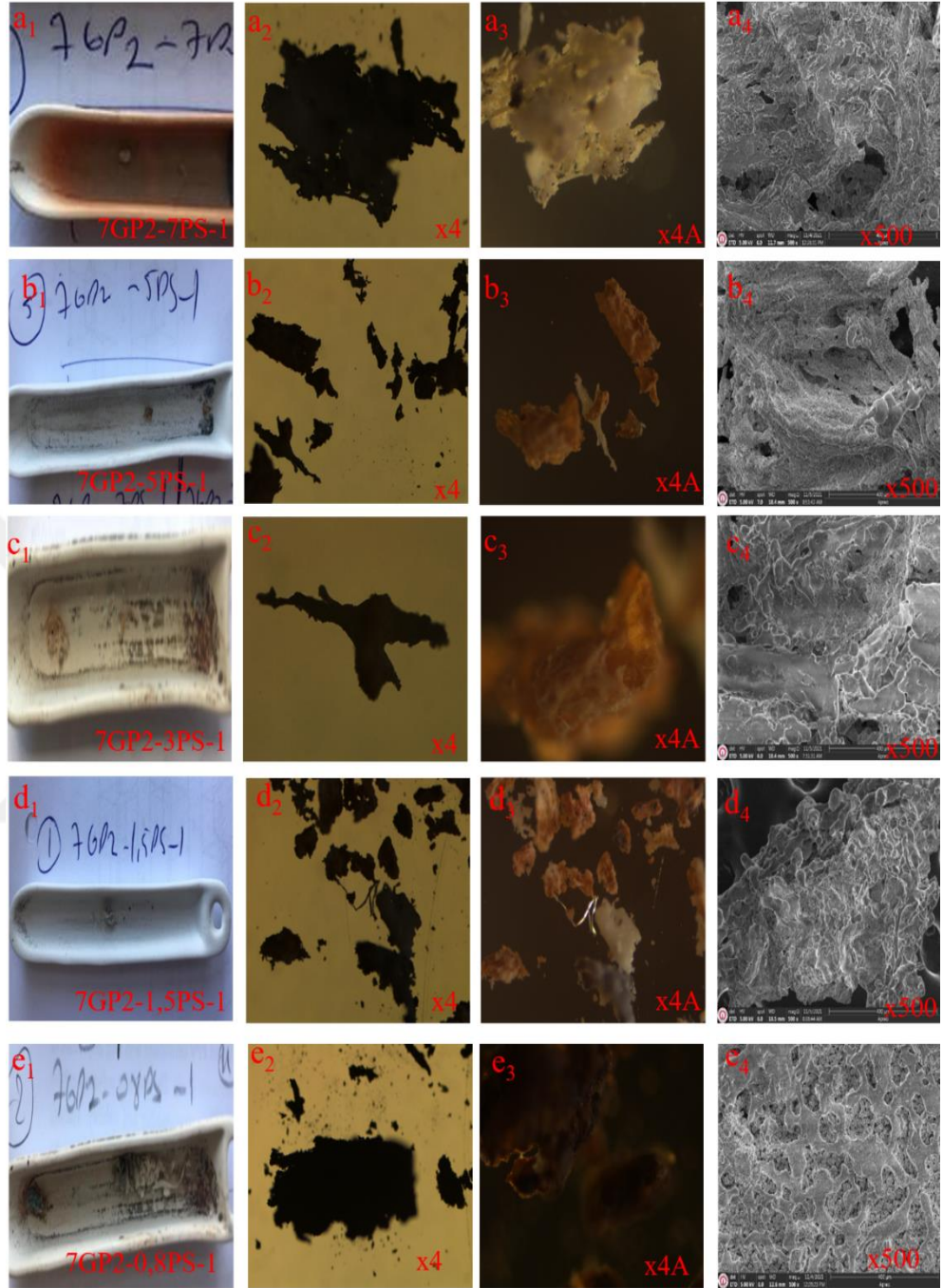
Tez kapsamında sadece GP2 polimeri ve PS ile eşit veya farklı derişimlerde örnekler hazırlanarak EE ile lif üretimi üzerine deneysel çalışmalar yapıldı. Sadece GP2 kullanılarak lif üretilmediği halde GP2/PS karışımından lif üretilabilmektedir. Sadece GP2 kullanılarak lif üretilmediği için PS derişimi en az olan bir optimum EE ile lif üretme koşulu aranması neticesinde bu çalışma tasarlanmıştır. Farklı derişimlerde PS ile karışımlarından 13 kV potansiyelde, 0,10 ve 0,15 ml.sa⁻¹ akış hızlarında ve 6 cm toplayıcı plaka mesafesinde polimerlerden lif üretiminin başarılı bir şekilde yapıldığı görüldü. Bu EE koşullarında PS derişiminin azaltılmasının lif oluşumu veya lif morfolojisine etkisi de incelendi. Bu amaçla GP2 derişimi %7 olarak sabitlendi ve PS derişimi ise %7, %5, %3, %1,5 ve %0,8 olarak hazırlanarak EE ile lif üretimi çalışıldı. EE lif üretim koşulları Çizelge 3.24 – 3.25’te verildi. Bu koşullarda üretilen lifleri ve seramik liflerin analiz sonuçları Şekil 4.36 – 4.39’da verilerek bu koşullarda da polimer liflerinin üretilbildiği ve bazı koşullarda da seramik liflerin oluştuğu gösterildi. Yapılan çalışma ve sonuçlar %7 GP2 ile %0,8 PS karışımından lif üretimini başarılı bir şekilde yapılabilmektedir.

Polimer Lif



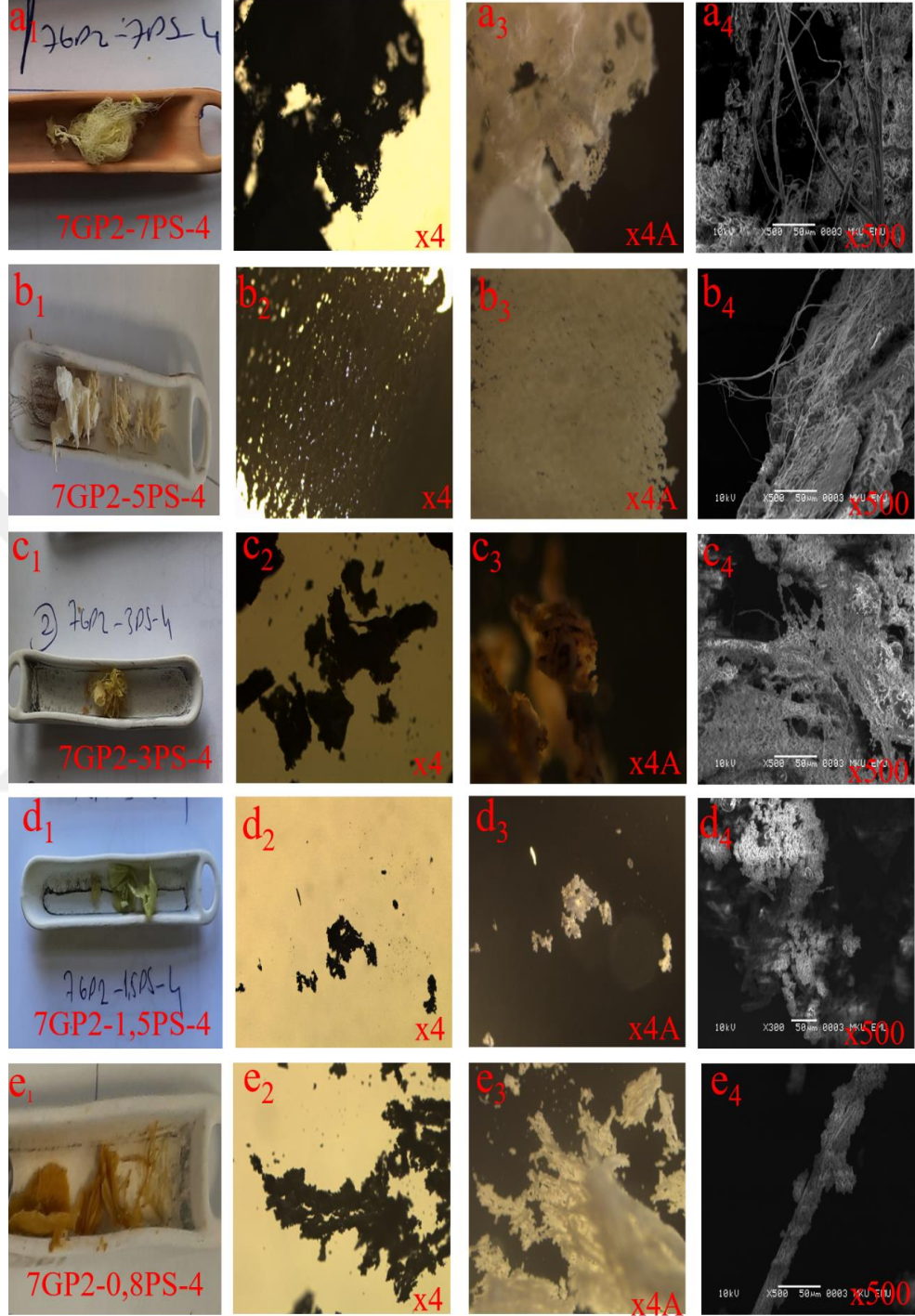
Şekil 4.36. Kütlece %7 GP2 ve farklı %PS derişimleri sırasıyla PS derişimi ise %7, %5, %3, %1,5 ve %0,8 hazırlanan çözeltiler (Çizelge 3.24 ve akış hızı 0,10 ml/sa) ile yapılan EE çalışması ile üretilen polimer liflerin görüntüleme sonuçları. a₁, b₁, c₁, d₁ ve e₁: GP2 liflerinin dijital fotoğraf görüntüleri; a₂, b₂, c₂, d₂ ve e₂: GP2 liflerinin optik mikroskop görüntüleri; a₃, b₃, c₃, d₃ ve e₃: GP2 liflerinin polarize ışık optik mikroskop görüntüleri; a₄, b₄, c₄, d₄ ve e₄: GP2 liflerinin SEM görüntüleri

Seramik



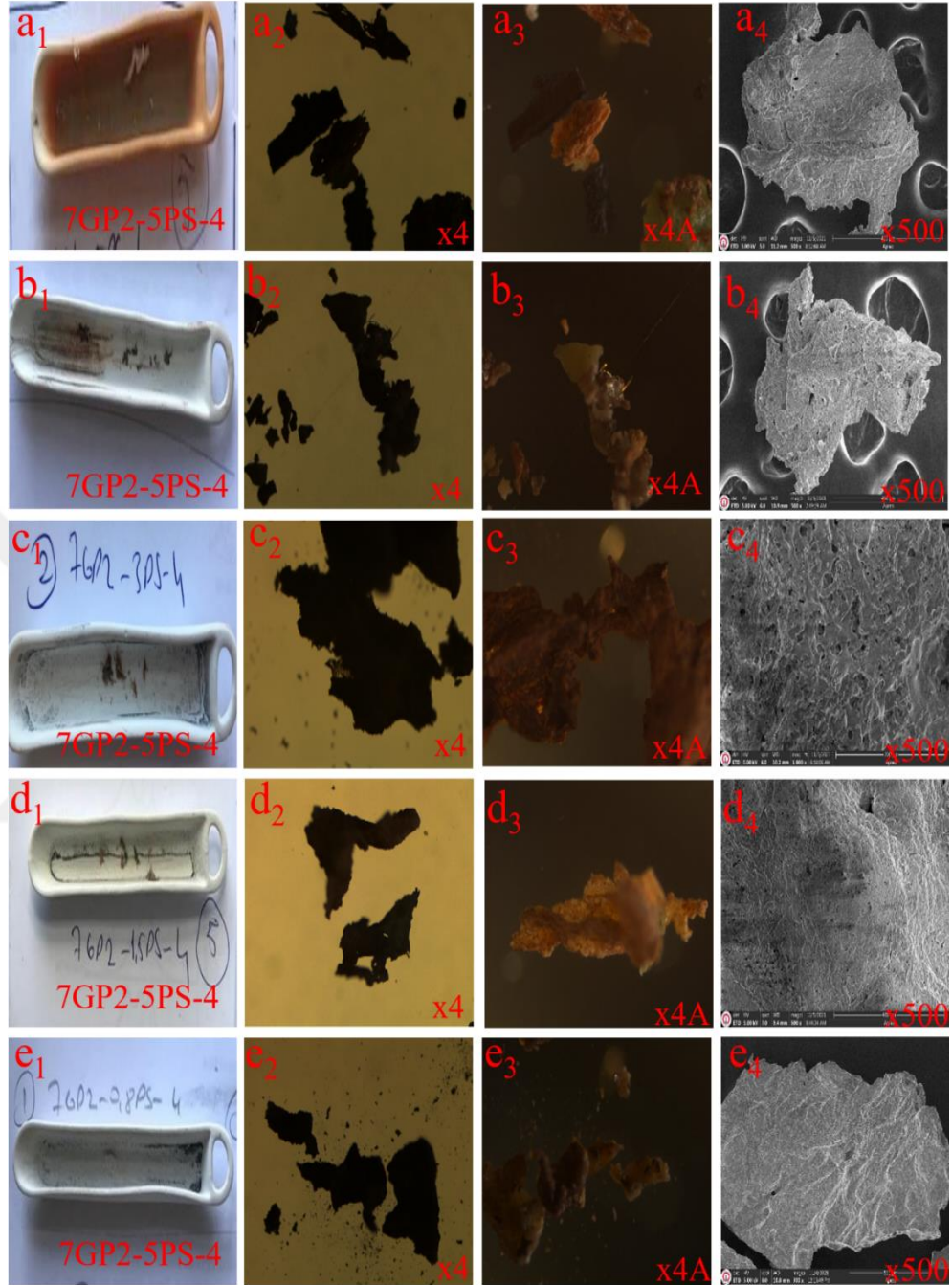
Şekil 4.37. Kütlece %7 GP2 ve farklı %PS derişimleri sırasıyla PS derişimi ise %7, %5, %3, %1,5 ve %0,8 hazırlanan çözelti (Çizelge 3.24 ve akış hızı 0,10 ml/sa) ile yapılan EE çalışması ile üretilen polimer liflerden elde edilen seramiklerin görüntüleme sonuçları. a₁, b₁, c₁, d₁ ve e₁: GP1 liflerinin dijital fotoğraf görüntüleri; a₂, b₂, c₂, d₂ ve e₂: GP1 liflerinden üretilen seramik liflerinin optik mikroskop görüntüleri; a₃, b₃, c₃, d₃ ve e₃: GP1 liflerinden üretilen seramik liflerinin polarize ışık optik mikroskop görüntüleri; a₄, b₄, c₄, d₄ ve e₄: GP1 liflerinden üretilen seramik liflerinin SEM görüntüleri

Polimer Lif



Şekil 4.38. Kütlece %7 GP2 ve farklı %PS derişimleri sırasıyla PS derişimi ise %7, %5, %3, %1,5 ve %0,8 hazırlanan çözeltiler (Çizelge 3.25 ve akış hızı 0,15 ml/sa) ile yapılan EE çalışması ile üretilen polimer liflerin görüntüleme sonuçları. a₁, b₁, c₁, d₁ ve e₁: GP2 liflerinin dijital fotoğraf görüntüleri; a₂, b₂, c₂, d₂ ve e₂: GP2 liflerinin optik mikroskop görüntüleri; a₃, b₃, c₃, d₃ ve e₃: GP2 liflerinin polarize ışık optik mikroskop görüntüleri; a₄, b₄, c₄, d₄ ve e₄: GP2 liflerinin SEM görüntüleri

Seramik



Şekil 4.39. Kütlece %7 GP2 ve farklı %PS derişimleri sırasıyla PS derişimi ise %7, %5, %3, %1,5 ve %0,8 hazırlanan çözelti (Çizelge 3.25 ve akış hızı 0,15 ml/sa) ile yapılan EE çalışması ile üretilen polimer liflerden elde edilen seramiklerin görüntüleme sonuçları. a₁, b₁, c₁, d₁ ve e₁: GP1 liflerinin dijital fotoğraf görüntüleri; a₂, b₂, c₂, d₂ ve e₂: GP1 liflerinden üretilen seramik liflerinin optik mikroskop görüntüleri; a₃, b₃, c₃, d₃ ve e₃: GP1 liflerinden üretilen seramik liflerinin polarize ışık optik mikroskop görüntüleri; a₄, b₄, c₄, d₄ ve e₄ GP1 liflerinden üretilen seramik liflerinin SEM görüntüleri

5. SONUÇ ve ÖNERİLER

Bu tez çalışmasında ilk defa 2 farklı monomerden üretilmiş olan polikarbosilan (PCS) polimerlerinin EE ile liflerinin üretimi ve bu liflerden farklı morfolojilere sahip seramiklerinin üretimi çalışılmıştır. Bunun için çok sayıda deney tasarlandı ve bu deneysel parametrelerden elde edilen lifler dijital fotoğraf, optik ve polarize ışık optik mikroskop ile SEM görüntüleme teknikleri kullanılarak analiz edildiler. Çalışmanın önemli bölümü olan EE lif üretim parametrelerinin belirlenmesi oldu. EE çalışmalarında optimum uygulanan potansiyelinin, toplayıcı plaka mesafesinin ve akış hızının belirlenmesi gerekmektedir. Bunlar öncelikle hem literatür hem de laboratuvar çalışmaları ile belirlendi. Sadece PKS kullanılarak (GP1 ve GP2 polimerleri) lif üretimi başarılı olmayınca lif oluşturabilen PS polimeri ile karışımlarının EE ile lif üretme çalışmaları yapıldı. Bunun için öncelikle PS için bunlar belirlendi. Daha sonra PS ile birlikte PCS polimerleri ile yapılan karışımlar için optimum EE koşulları belirlendi. PCS ve PS eşit veya farklı derişimlerde alındığında en az 13 kV potansiyel uygulandığı takdirde bir lif oluşumu gözlenmektedir. 20 kV ve daha yüksek potansiyelerde deney setinde yüksek potansiyelden kaynaklı hasarlar oluşmaktadır. Yani en az 13 kV en fazla 17 kV potansiyel uygulandığında PKS polimerinden PS varlığında lif üretimi mümkündür. Toplayıcı plaka mesafesi 6 cm'den fazla olduğunda ise polimer çözeltisi plakaya ya ulaşamamakta ya da plakaya gelişi güzel saçılmaktadır. Daha yakın toplama mesafelerinde oluşan lif şırınganın iğnesine kadar toplanmakta ve iğnenin tıkanmasına neden olmaktadır. Bu nedenle toplayıcı plaka mesafesinin 6 cm'den fazla veya az olmaması gerekmektedir. Akış hızı bir diğer önemli parametredir. Akış hızı 0,10 veya 0,15 ml.sa⁻¹'den yüksek alındığında toplayıcı plaka üzerinde biriken lif yapısı çözücünün buharlaşmaması nedeni ile bozulmaktadır. Yani daha yüksek akış hızlarında bir lif oluşumu gözlenmekte ancak çözücünün de yüzeyde birikmesinden dolayı lif yapısı hemen bozulmaktadır.

Tezin bir diğer çalışması ise seramik lif üretimidir. PKS polimerleri hem inert (Ar gazı) hem de hava ortamında seramik yapısına dönüşebilen polimerlerdir. Tez çalışmasında Ar gazı ile denemeler yapıldı ancak PS'nin düşük sıcaklıklarda erimesi nedeni ile lif yapısı bozulmaktadır. Bu nedenle PKS lifleri hava ortamında ısıl işleme tabi tutuldular. PCS polimerleri hava ortamında oksitlenerek SiO₂ seramiğine dönüşmektedir. Böylece PKS'nin PS ile olan lifleri hava ortamında ısıl işleme tabi

tutulduklarında PS erimeden önce seramikleşmekte ve farklı morfolojilerde seramikler elde edilebilmektedir. Bu çalışma ile ilk defa PKS polimerlerinden farklı morfolojilerde seramikler de üretilmiş oldu.



KAYNAKLAR

- Abe, Y. and Gunji, T., 2004. Oligo-and Polysiloxanes. **Progress in Polymer Science**, 29(3): 149-182.
- Acheson, E. G., 1893. Carborundum: It's History, Manufacture and Uses. **Journal of the Franklin Institute**, 136(4): 279-289.
- Acheson, E. G., 1902. Process of Making Graphite. U.S. Patent No. 711,031. Washington, DC: U.S. Patent and Trademark Office.
- Acheson, E. G., 1903. Method of Producing Compounds Containing Silicon, Oxygen, And Carbon. U.S. Patent No. 722,792. Washington, DC: U.S. Patent and Trademark Office.
- Acheson, E. G., 1909. Process of Deflocculating Non-Metallic Amorphous Bodies. U.S. Patent No. 931,832. Washington, DC: U.S. Patent and Trademark Office.
- Ault, N. N. and Crowe, J. T., 1993. Silicon Carbide. **American Ceramic Society Bulletin**, 72(6): 114-116.
- Bayol, E. G., 2017. Allil Triklorosilan ve Diklorometil Vinilsilan Monomerlerinden Polikarbosilin Polimer Türlerinin Sentezi, **MKU BAP 14421**.
- Bianconi, P. A., Joray, S. J., Aldrich, B. L., Sumranjit, J., Duffy, D. J., Long, D. P., Jason L. L., Raboin, L., Kearns, J. K, Smulligan, S. L. and Babyak, J. M., 2004. Diamond and Diamond-Like Carbon From a Preceramic Polymer. **Journal of the American Chemical Society**, 126(10): 3191-3202.
- Bianconi, P. A., Patricia, A. and Weidman, T. W., 1988. Poly(n-hexylsilylene): Synthesis and Properties of The First Alkyl Silicon [RSi] Network Polymer. **Journal of the American Chemical Society**, 110(7): 2342-2344.
- Bianconi, P. A., Schilling, F. C. and Weidman, T. W., 1989. Ultrasound-Mediated Reductive Condensation Synthesis of Silicon-Silicon-Bonded Network Polymers. **Macromolecules**, 22(4): 1697-1704.
- Cheng, X., Xie Z., Xiao J., Song Y., 2005, Influence of Temperature on The Properties of Polycarbosilane. **J Inorg Organomet Polym** 15, 253–259 (2005).
- Colombo, P., Mera, G., Riedel, R., and Soraru, G. D., 2010. Polymer-Derived Ceramics: 40 Years of Research and Innovation In Advanced Ceramics. **Journal of the American Ceramic Society**, 93(7): 1805-1837.
- Dai, Y., Liu, W., Formo, E., Sun, Y., Xia, Y., 2011. Ceramic Nanofibers Fabricated by Electrospinning and Their Applications in Catalysis, Environmental Science, and Energy Technology. **Polymers for Advanced Technologies**, 3(22), 326-338.
- Eda, G., Shivkumar, S., 2006. Bead Structure Variations During Electrospinning of Polystyrene. **J Mater Sci** 41:5704-5708
- Eick, B.M., Youngblood, J.P., 2009. SiC Nanofibers by Pyrolysis of Electrospun Preceramic Polymers. **J Mater Sci**, 44, 160–165 (2009).
- Esfahani, H., Jose, R., Ramakrishna, S., 2017. Electrospun Ceramic Nanofiber Mats Today: Synthesis, Properties, and Applications. **Materials**, 27;10(11):1238
- Greiner, A., Wendorff, J.H., 2007. Electrospinning: A Fascinating Method for the Preparation of Ultrathin Fibers. **Angew. Chem. Int. Ed.** 46, 5670-5703
- Gudapati, V. M., Veedu, V. P., Ghasemi-Nejhad, M. N., 2006. Polymeric Precursor Pyrolysis for Flexural Property Evaluation of Continuous Fiber Ceramic Nanocomposites With Nanoparticles, **Composites Science and Technology**, 66(16): 3230-3240.

- Homaieghar, S, Davudpour, Y, Habibi, Y, Elbahri, M.,2017 The Electrospun Ceramic Hollow Nanofibers. **Nanomaterials**,7(11):383.
- Hu, S.-H.,Dai, H.,Ai, Y.-Z. 2020. Application of Electrospinning to SiC Fiber Synthesis. **Research Square**, Attribution 4.0 International (CC BY 4.0)
- Jarusuwannapoom T.,Hongrojjanawiwant W.,Jitjaicham S.,Wannatong I.,Nithitanakul M.,Kombhongse P.,Rangkupan R.,Supaphol P.,2005. Effect of Solvents on Electro-Spinnability of Polystyrene Solutions and Morphological Appearance of Resulting Electrospun Polystyrene Fibers. **European polymer journal**, 41,409-421
- Jaschke, B., Klingebiel, U., Riedel, R., Doslik, N., and Gadow, R., 2000. Cyclosilazanes and Borazines: Polymer Precursors To Silicon-And Boron-Containing Ceramics. **Applied Organometallic Chemistry**, 14(11): 671-685.
- Xue J., Wu TT., Dai Y., and Younan X.,2019. Electrospinning and Electrospun Nanofibers: Methods, Materials, and Applications. **Chem. Rev.**, 119 , 8 , 5298–5415
- Krenkel, W. (Ed.), 2008. Ceramic Matrix Composites: Fiber Reinforced Ceramics and Their Applications. **John Wiley & Sons**.
- Li, D., McCann, J., Xia, Y., Marquez, M., 2006. Electrospinning: A Simple and Versatile Technique for Producing Ceramic Nanofibers and Nanotubes. **Journal of the American Ceramic Society**. 89. 1861 - 1869.
- Li, D., Xia, Y., 2004. Elektrospinning of Nanofibers:Reinventing the Wheel?. **Advanced Materials**, 16(14): 1151-1170.
- Li, D.ve Xia Y., 2004. Direct Fabrication of Composite and Ceramic Hollow Nanofibers by Electrospinning. **Nano Letters**, 4(5): 933-938.
- Liu, H. A., Balkus, Jr, K. J.,2009. Electrospinning of beta silicon carbide nanofibers. **Materials Letters** 63, 27, 2361-2364
- Lu, P., Huang, Q., Mukherjee, A., and Hsieh, Y. L., 2011. Effects Of Polymer Matrices To The Formation of Silicon Carbide (SiC) Nanoporous Fibers and Nanowires Under Carbothermal Reduction. **Journal of Materials Chemistry**, 21(4): 1005-1012.
- Ma, G.,Yang, D.,Nie, J.,2008. Preparation of Porous Ultrafine Polyacrylonitrile(PAN) Fibers by Electrospinning. **Polym. Adv. Technol.** 2009, 20 147–150
- Masripah, M., Zulys, A.,Setiawan, J.,2020. Influence of Pyrolyzed Temperature on The Formation of Silicon Carbide Fiber From Polycarbosilane in Electrospinning Method, **Materials Science and Engineering** 763,012023
- Masripah, M., Zulys, A.,Setiawan, J.,2018. Synthesis of Silicon Carbide Fiber as Semiconductor Substrate Bor Betavoltaic Cell, **Journal of Physic: Conf. Series** 1025,012129.
- Mann, I., 1958. Bonded Abrasives. **Transactions of the Indian Ceramic Society**, 17(2): 80-84.
- Ma, Q. S., Chen, Z. H., Zheng, W. W., and Hu, H. F., 2005. Effects of Pyrolysis Processes On Microstructure and Mechanical Properties of C f/Si O C Composites Fabricated By Pre ceramic Polymer Pyrolysis. **Ceramics international**, 31(2): 305-314.
- McMullen, J. C., 1957. A Review of Patents On Silicon Carbide Furnacing. **Journal of The Electrochemical Society**, 104(7): 462-465.

- Nur, Y., Bayol, G. E., 2017. Facile Synthesis of SiO₂ From Poly(silyne-co-hydridocarbyne) Pre ceramic Precursor. **Journal of Sol-Gel Science and Technology**, 83, 223–228 (2017)
- Palicka, R., and Taylor, K., 1974. Dense Carbide Composite Bodies and Method of Making Same. U.S. Patent No. 3,796,564. Washington, DC: U.S. Patent and Trademark Office.
- Pattamaprom, C., Jarusuwannapoom, T., Hongrojjanawiwant, W., M., Kombhongse, P., Rangkupan, R., Supaphol, P., 2006. The influence of solvent properties and functionality on the electrospinnability of polystyrene Nanofibers., **Macromol. Mater. Eng.**, 291, 840-847
- Peng, C-H., Hwang, C-C., 2020. Synthesis and characteristics of polycarbomethylsilane via a one-pot approach. **Journal of Materials Research and Technology** 2020, 9(6):15838-15848
- Pitcher, M. W., 2001. Advanced Materials: The Fabrication, Characterization and Study Of Novel Ceramics and Composites.
- Pitcher, M. W., Joray, S. J., and Bianconi, P. A., 2004. Smooth Continuous Films of Stoichiometric Silicon Carbide From Poly(Methylsilyne). **Advanced Materials**, 16(8): 706-709.
- Qin, X.-H., Yang, E.-L., Li, N. and Wang, S.-Y. (2007), Effect of Different Salts on Electrospinning of Polyacrylonitrile (PAN) Polymer Solution. **J. Appl. Polym. Sci.**, 103: 3865-3870.
- Ramaseshan, R., Sundarrajan, S., Jose, R. ve Ramakrishna, S., 2007, Nanostructured Ceramics By Electrospinning. **Journal of Applied Physics**, 102(111101): 111101-1-111101-17.
- Rose, M., Kockrick, E., Senkovska, I., Kaskel, S., 2010. High Surface Area Carbide-Derived Carbon Fibers Produced by Electrospinning of Polycarbosilane Precursors. **Carbon** 48 (2010), 2, 403-407
- Schulz, D. L., Hoey, J., Smith J., Elangovan A., Wu X., Akhatov I, Payne S., Moore J., Boudjouk P., Pederson L., 2010. Si₆H₁₂/Polymer Inks for Electrospinning a-Si Nanowire Lithium Ion Battery Anodes. **Electrochem. Solid-State Lett.** 13 A143
- Setiawan, J., Fatimah, S., Poertadji, S., Sudjadi, U. Sigit., 2014. Characterization of Electrospinning Polycarbosilane Fiber with The Concentration of N,N-dimethylformamide 22%, 24%, 26%, 28% and 30%. **Appl Mech Mater**, 621 (2014), 44-49
- Setiawan, J., Pranjono, S.R., Saptaaji, R., 2014. Study on Polycarbosilane Fibers Cured by Thermal Process and Electron Beam Irradiation. **In 7th International Conference on Physics and Its Applications (ICOPIA 2014)**, 613-621
- Shaffer, P. T., 1991. Engineering Properties of Carbides. ASM International, **Engineered Materials Handbook**, 4, 804-811.
- Shawon, J., Sung C., 2004. Electrospinning of Polycarbonate Nanofibers With Solvent Mixtures THF and DMF. **Journal of materials science** 39:4605-4613
- Shiina, K., and Kumada, M., 1958. Thermal Rearrangement of Hexamethyldisilane To Trimethyl(Dimethylsilylmethyl) Silane. **The Journal of Organic Chemistry**, 23(1): 139-139.
- Shin, D., Riua, D., Cho, K.Y., Jin, E.J., Riu, D.H., 2011. Processes and Applications of Silicon Carbide Nanocomposite Fibers. **Materials Science and Engineering** 18, 082007

- Shin, D.-G., Riu, D.-H., Kim, H.-E., 2008. Web-Type Silicon Carbide Fibers Prepared by The Electrospinning of Polycarbosilanes. **Journal of Ceramic Processing Research** 9(2): 209-214
- Soraru, G.D., et al., Pyrolysis Kinetics For The Conversion of A Polymer Into An Amorphous Silicon Oxycarbide Ceramic. **Journal of the American Ceramic Society**, 2002, 85(9): 2181-2187.
- Sosman, R. B., 1927. Properties of Silica. **Chemical Catalog Company, Inc.**; New York.
- Sung, I. K., Yoon, S. B., Yu, J. S., and Kim, D. P., 2002. Fabrication of Macroporous Sic From Templated Preceramic Polymers. **Chemical Communications**, (14): 1480-1481.
- Subbiah, T., Bhat, G. S., Tock, R. W., Parameswaran S., Ramkumar S. S., 2005. Electrospinning of Nanofibers. **Journal of Applied Polymer Science**, 96, 557–569 (2005)
- Tian, Q., Wu, N., Wang, B., Wang, Y., 2019. Fabrication of Hollow SiC Ultrafine Fibers by Single-Nozzle Electrospinning for High-Temperature Thermal Insulation Application. **Materials Letters**, 239, 109-112.
- Tiwari, A.P., Mukhiya, T., Muthurasu, A., Chhetri K., Lee M., Dahal B., Lohani P.C., Kim, H.-Y., 2021. A Review of Electrospun Carbon Nanofiber-Based Negative Electrode Materials for Supercapacitors. **Electrochem** 2021,2, 236-250.
- Tolosa, A., Krüner, B., Jäckel N., Aslan, M., Vakifahmetoglu, C., Presser, V., 2016. Electrospinning and electrospraying of silicon oxycarbide-derived nanoporous carbon for supercapacitor electrodes. **Journal of Power Sources**, 313 (2016), 178-188
- Toppare, L. K., and Pitcher, M. W., 2007. A New Industrially Viable Method For The Production of Polycarbines, Polymeric Precursors To Diamond and Diamond Like Ceramics. U.S. Patent Application No. 12/280,173.
- Toppare, L. K., and Pitcher, M. W., 2011. Industrially Viable Method For The Production of Polycarbines, Polymeric Precursors To Diamond and Diamond Like Ceramics. U.S. Patent No. 8,013,109. Washington, DC: U.S. Patent and Trademark Office.
- Toppare, L. K. and Pitcher, M. W., 2010. A New Industrially Viable Method For The Production Of Polycarbines, Polymeric Precursors To Diamond And Diamond Like Ceramics. U.S. Patent No. 20,100,063,248. Washington, DC: U.S. Patent And Trademark Office.
- Toppare, L. K., and Pitcher, M. W., 2011. Industrially Viable Method For The Production of Polycarbines, Polymeric Precursors To Diamond and Diamond Like Ceramics. U.S. Patent No. 8,013,109. Washington, DC: U.S. Patent and Trademark Office.
- Toy, Ç., and Baykara, T., 1994. Advanced Ceramics Research and Markets In Turkey. **British Ceramic Transactions**, 93(5): 202-206.
- Mischungen Von Siliciumcarbid Und Siliciumnitrid Und Verfahren Zu Ihrer Herstellung. **Ger. Offen**, 2243527.
- Uyar, T., Havelund R., Nur Y., Balan A., Hacaloglu J., Toppare L., Besenbacher F., Kingshott P., 2009. Molecular Filters Based on Cyclodextrin Functionalized Electrospun Fibers. **Journal of Membrane Science** 332: 129–137
- Uyar, T., Besenbacher F., 2008. Electrospinning of Uniform Polystyrene Fibers: The Effect of Solvent Conductivity. **Polymer** 49: 5336–5343.

- Uyar, T., Havelund R., Nur Y., Balan A., Hacaloglu J., Toppare L., Besenbacher F., Kingshott P., 2010 Cyclodextrin Functionalized Poly (methyl methacrylate)(PMMA) Electrospun Nanofibers for Organic Vapors Waste Treatment. **Journal of Membrane Science** 365 (1-2), 409-417
- Uyar, T., Nur Y., Hacaloglu J., Besenbacher F., 2009. Electrospinning of Functional Poly (methyl methacrylate) Nanofibers Containing Cyclodextrin-Menthol Inclusion Complexes. **Nanotechnology** 20 (12), 125703
- Vermeulen, L. A., Smith, K., and Wang, J., 1999. Electrochemical Polymerization of Alkyltrichlorosilane Monomers To Form Branched Si Backbone Polymers. **Electrochimica Acta**, 45(7): 1007-1014.
- Vermeulen, L. A., Huang, K., 2000. Electrosynthesis of New Polysilynes: Poly(Methylsilyne) and Poly(Cyclohexylsilyne-Co-Methylsilyne). **Polymer**, 41(2): 441-444.
- Visscher, G. T., Nesting, D. C., Badding, J. V., and Bianconi, P. A., 1993. Poly (Phenylcarbyne): A Polymer Precursor To Diamond-Like Carbon. **Science**, 260(5113): 1496-1499.
- Visscher, G. T., and Bianconi, P. A., 1994. Synthesis and Characterization of Polycarbynes, A New Class of Carbon-Based Network Polymers. **Journal of the American Chemical Society**, 116(5), 1805-1811.
- Wang, Z. H., Choi, C. J., Kim, B. K., Kim, J. C., and Zhang, Z. D., 2003. Microstructure and Magnetic Property of Fe-Co Nanoparticles Prepared By Chemical Vapor Condensation Process. **Journal of Alloys and Compounds**, 351(1): 319-323.
- Wang, Y., Li, H., Fu, Q., Wu, H., Yao, D., and Li, H., 2012. SiC/HfC/SiC Ablation Resistant Coating For Carbon/Carbon Composites. **Surface and Coatings Technology**, 206(19): 3883-3887.
- Watanabe, A., Komatsubara, T., Ito, O., and Matsuda, M., 1995. SiC/SiO₂ Micropatterning By Ultraviolet Irradiation and Heat Treatment of A Poly(Phenylsilyne) Film. **Journal of Applied Physics**, 77(6): 2796-2800.
- Wannatong, L., Sirivat, A. and Supaphol, P. (2004), Effects of solvents on electrospun polymeric fibers: preliminary study on polystyrene. **Polym. Int.**, 53: 1851-1859
- Weimer, A. W., Nilsen, K. J., Cochran, G. A., and Roach, R. P., 1993. Kinetics of Carbothermal Reduction Synthesis of Beta Silicon Carbide. **AIChE Journal**, 39(3): 493-503.
- Weimer, A. W., 1997. Thermochemistry and kinetics. In Carbide, Nitride and Boride Materials Synthesis And Processing. **Springer Netherlands**. pp. 79-113.
- Wesch, W., 1996. Silicon Carbide: Synthesis and Processing. Nuclear Instruments and Methods In Physics Research Section B: Beam Interactions With Materials and Atoms, 116(1-4): 305-321.
- Winnacker, K., Weingaertner, E., 1950. Anorganische Technologie II.
- Wu, H., Pan, W., Lin, D., Li, H., 2012. Electrospinning of Ceramic Nanofibers: Fabrication, Assembly and Applications. **J Adv Ceram** 1, 2-23 (2012).
- Yoo, K. C., Ruderman, W., 1992. Growth of Single Crystal Beta Silicon Carbide, Phase I, Final Report For The Period Jul. 1992 through Dec. 1992, Office of Naval Research, Washington, DC. Contract, (00014).
- Yajima, S., Hayashi, J., and Omori, M., 1975. Continuous Silicon Carbide Fiber of High Tensile Strength. **Chemistry Letters**, 4(9): 931-934.

- Yajima, S., Hayashi, J., Omori, M., and Okamura, K., 1976. Development of A Silicon Carbide Fibre With High Tensile Strength. **Nature**, 261(5562): 683-685.
- Yajima, S., Hasegawa, Y., Okamura, K., and Matsuzawa, T., 1978. Development of High Tensile Strength Silicon Carbide Fibre Using An Organosilicon Polymer Precursor. **Nature**, 273(5663): 525-527.
- Yajima, S., Hasegawa, Y., Hayashi, J., and Iimura, M., 1978. Synthesis of Continuous Silicon Carbide Fibre With High Tensile Strength and High Young's Modulus. **Journal of Materials Science**, 13(12): 2569-2576.
- Yao, B., Lu B., Huang, Q., Huang Z.-R., Yuan Q., 2020. The Preparation of SiC Ultrafine Fibers Containing Low Amount of Oxygen by The Electrospinning and Pyrolysis of Vinyl-Modified Polycarbosilane. **Ceramics International** 46,7, 9894-9900.
- Ye, Li & Ge, Kaikai & Qiu, Wenfeng & Han, Weijian & Zhao, Tong. (2015). Fabrication and characterization of SiC/ZrC/C ultra-thin composite fibers. **Materials Letters**. 141. 210-213.
- Zhang, Z., Li X., Wang C., Fu, S., Liu Y., Shao C., 2009. Polyacrylonitrile and Carbon Nanofibers with Controllable Nanoporous Structures by Electrospinning. **Macromol. Mater. Eng.**, 294, 673–678