

**ELEKTROSPİNNİNG CİHAZININ İŞLEM
PARAMETRELERİNİN OPTİMİZASYONU VE
ARADAKİ İLİŞKİLERİN DENEYSEL MODELLENMESİ**

Fatma Yıldız ÇAVDAR



T.C.
BURSA ULUDAĞ ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

**ELEKTROSPİNNİNG CİHAZININ İŞLEM PARAMETRELERİNİN
OPTİMİZASYONU VE ARADAKİ İLİŞKİLERİN DENEYSSEL
MODELLENMESİ**

Fatma Yıldız ÇAVDAR

ORCID No: 0000-0002-2957-824X

Prof. Dr. Agah UĞUZ
(Danışman)

DOKTORA TEZİ
MAKİNE MÜHENDİSLİĞİ ANABİLİM DALI

BURSA – 2020

TEZ ONAYI

Fatma Yıldız ÇAVDAR tarafından hazırlanan “ELEKTROSPİNNİNG CİHAZININ İŞLEM PARAMETRELERİNİN OPTİMİZASYONU VE ARADAKİ İLİŞKİLERİN DENEYSEL MODELLENMESİ” adlı tez çalışması aşağıdaki jüri tarafından oy birliği ile Bursa Uludağ Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Makine Mühendisliği Anabilim Dalı’nda **DOKTORA TEZİ** olarak kabul edilmiştir.

Danışman : Prof. Dr. Agah UĞUZ

Başkan : Prof. Dr. Agah UĞUZ
Bursa Uludağ Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi,
Makine Mühendisliği Anabilim Dalı

İmza

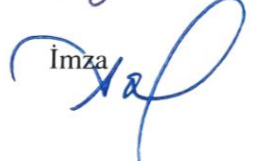

Üye : Prof. Dr. M. Cemal ÇAKIR
Bursa Uludağ Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi,
Makine Mühendisliği Anabilim Dalı

İmza


Üye : Dr. Öğr. Üyesi Betül GÜLÇİMEN ÇAKAN
Bursa Uludağ Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi,
Makine Mühendisliği Anabilim Dalı

İmza


Üye : Prof. Dr. Ali ORAL
Balıkesir Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi,
Makine Mühendisliği Anabilim Dalı

İmza


Üye : Dr. Öğr. Üyesi Alaaddin TOKTAŞ
Balıkesir Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi,
Makine Mühendisliği Anabilim Dalı

İmza


Yukarıdaki sonucu onaylaırım

Prof. Dr. Hüseyin Aksel EREN
Enstitü Müdürü

.....


U.Ü. Fen Bilimleri Enstitüsü, tez yazım kurallarına uygun olarak hazırladığım bu tez çalışmada;

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

beyan ederim.

21/21.2020

Fatma Yıldız ÇAVDAR

ÖZET

Doktora Tezi

ELEKTROSPİNNİNG CİHAZININ İŞLEM PARAMETRELERİNİN OPTİMİZASYONU VE ARADAKİ İLİŞKİLERİN DENEYSEL MODELLENMESİ

Fatma Yıldız ÇAVDAR

Bursa Uludağ Üniversitesi
Fen Bilimleri Enstitüsü
Makine Mühendisliği Anabilim Dalı

Danışman: Prof. Dr. Agah UĞUZ

Bu tez çalışmasında elektrospinning sürecine etki eden işlem parametrelerinin deneysel olarak araştırılması amaçlanmıştır. Parametre etkileşimlerinin ve optimum parametrelerin tespiti silindir toplayıcı ve plaka toplayıcı için ayrı ayrı gerçekleştirilmiştir. Nano lif yüzeylerin üretiminde polivinil alkol (PVA) ve çözücü sistem olarak da saf su kullanılmıştır. Deneysel tasarım metodu olarak Taguchi metodu uygulanmıştır. Girdi parametreleri çözelti konsantrasyonu, uygulanan voltaj, düze - toplayıcı mesafesi, akış hızı ve silindir dönme hızı olarak belirlenmiştir. Çıktı parametreleri olarak lif çapı ve gözenek boyutu ele alınmıştır. Silindir toplayıcı beş parametre üç seviye L18 ortogonal dizisiyle, plaka toplayıcı ise dört parametre üç seviye L9 ortogonal dizisiyle araştırılmıştır. Üretilen yüzeylerin karakterizasyonu taramalı elektron mikroskopuyla (SEM) yapılmıştır. Nano lif çapları ve gözenek boyutları SEM görüntüleri üzerinden ölçülmüştür. Çap ölçümleri üzerinden standart sapma değerleri ve gözenek boyutu ölçümleri üzerinden % gözeneklilik değerleri hesaplanmıştır. Parametrelerin süreç çıktıları üzerindeki etkileri aralık analizi ve varyans analiziyle değerlendirilmiştir. Parametreler arasındaki etkileşimler kontur grafikleriyle analiz edilmiştir. Optimizasyonda amaç fonksiyonu olarak S/N oranlarından yararlanılmış ve minimum nano lif çapı için girdi parametreleri belirlenmiştir. Çıktı parametrelerinin modellenmesinde regresyon analizi kullanılmış ve nano lif çapına yönelik modellerde silindir ve plaka toplayıcı için sırasıyla %95,3 ve %92,9 belirleme katsayılarına ulaşılmıştır.

Anahtar Kelimeler: Nano lif üretimi, elektrospinning, proses optimizasyonu, deney tasarımı

2020, xi + 172 sayfa.

ABSTRACT

PhD Thesis

PROCESS OPTIMIZATION and EXPERIMENTAL MODELING of the
PARAMETERS of the ELECTROSPINNING MACHINE

Fatma Yıldız ÇAVDAR

Bursa Uludağ University
Graduate School of Natural and Applied Sciences
Department of Mechanical Engineering

Supervisor: Prof. Dr. Agah UĞUZ

In this thesis, it is aimed to investigate the process parameters affecting the electrospinning process experimentally. Determination of parameter interactions and optimum parameters are carried out for cylinder and plate collectors, respectively. Polyvinyl alcohol (PVA) and distilled water as the solvent system are used in the production of nanofiber surfaces. The Taguchi method is applied as the experimental design method. Input parameters are determined as solution concentration, applied voltage, needle-to-collector distance, flow rate, and rotational speed of the cylinder collector. Nanofiber diameter and pore size are considered as output parameters. The cylinder collector is investigated with five parameters, three levels L18 orthogonal array and the plate collector with four settings, three levels L9 orthogonal array. The characterization of the produced surfaces is performed by the scanning electron microscope (SEM). Nanofiber diameters and pore sizes are measured on SEM images. Standard deviation values over the diameter measurements and % porosity values over the pore size measurements are calculated. The effects of the parameters on the process outputs are evaluated by ranking analysis and variance analysis. Interactions between parameters are analyzed by contour graphics. S/N ratios are used as the objective function in optimization, and input parameters are determined for the minimum nanofiber diameter. Regression analysis is used for modeling the output parameters, and 95.3% and 92.9% determination coefficients are achieved for the cylinder and plate collector in nanofiber diameter models, respectively.

Key words: Nanofiber production, electrospinning, process optimization, design of experiment

2020, xi + 172 pages.

ÖNSÖZ VE TEŞEKKÜR

Tez çalışması kapsamında yapılan kaynak arařtırmalarında birçok yayında elektrospinning, basit bir süreç olarak tanımlanmakla birlikte kontrol edilmesinin zor olduğuna da vurgu yapılmaktadır. Buradaki zorluk birbirine zıt etkilerde bulunan faktörlerden kaynaklanmaktadır. Bu çalışmada elektrospinning sürecine etki eden parametreler araştırılarak optimize edilmiş ve aradaki ilişkilerin deneysel modellemesi yapılmıştır. Parametreler arasındaki etkileşimlerden dolayı optimizasyon çalışmasının hassas dengeler üzerinden yapılması ihtiyacı vardır. Deneysel çalışmalarda belirlenen modeller ve optimum değerler, temel alınan girdi uzayı dahilinde geçerli olmaktadır.

Süreçle ilgili parametre etkilerinin incelendiği çalışmaların tamamına yakını, çözelti konsantrasyonunun süreç üzerinde en etkili parametre olduğu konusunda fikir birliği içindedir. Ancak bu durum tez kapsamında incelenen diğer parametreler olan voltaj, düze – toplayıcı mesafesi, akış hızı ve silindir toplayıcı dönme hızı parametreleri için geçerli değildir. Arařtırmalar birbiriyle çelişkili sonuçlar sunmaktadır.

Bu tez çalışması, konuyla ilgili kaynaklardaki çelişkileri ortadan kaldırma iddiası taşımamakla birlikte, sonuç bölümünde bu tutarsızlıklara bir açıklama getirme çabasını içermektedir.

Deneysel çalışmalarda laboratuvar imkânlarının ve elektrospinning cihazının kullanımını sağlayan Prof. Dr. Aslı HOCKENBERGER'e ve cihazın kullanımını konusundaki bilgileri paylaşan Dr. Öğr. Üyesi Şebnem DÜZYER GEBİZLİ'ye teşekkürlerimi sunarım.

Deneylerde üretilen yüzeylerin karakterizasyon çalışmalarının kısmi finansal desteği Bursa Uludağ Üniversitesi Rektörlüğü Bilimsel Arařtırma Projeleri Birimi HDP (M2013/8) numaralı Hızlı Destek Programı'ndan sağlanmıştır. Taramalı elektron mikroskobu görüntülemeleri Bursa Uludağ Üniversitesi Fen – Edebiyat Fakültesi Fizik Bölümü SEM Laboratuvarı'nda gerçekleştirilmiştir. Bu çalışmalarda vermiş oldukları aktif destekten dolayı Prof. Dr. Z. Gökay KAYNAK ve Prof. Dr. S. Kemal AKAY'a teşekkürlerimi sunarım.

Tez çalışmasının tüm aşamalarında desteğini esirgemeyen danışman hocam Prof. Dr. Agah UĞUZ'a teşekkürlerimi sunarım.

Bu uzun soluklu ve zorlu süreçte beni sabırla destekleyen eşim Prof. Dr. Kadir ÇAVDAR'a ve biricik kızım İlke Yağmur ÇAVDAR'a teşekkürlerimi sunarım.

Fatma Yıldız ÇAVDAR

.../.../.....

İÇİNDEKİLER

	Sayfa
ÖZET.....	i
ABSTRACT.....	ii
ÖNSÖZ VE TEŞEKKÜR.....	iii
KISALTMALAR DİZİNİ.....	v
ŞEKİLLER DİZİNİ.....	vi
ÇİZELGELER DİZİNİ.....	x
1. GİRİŞ.....	1
2. KAYNAK ARAŞTIRMASI.....	3
2.1. Elektrospinning Süreci.....	3
2.2. Malzeme.....	25
2.3. Süreç Olgusu ve Çıktıları.....	39
2.4. Karakterizasyon.....	49
2.5. Deney Tasarımı.....	59
3. MATERYAL ve YÖNTEM.....	84
3.1. Polivinil Alkol Çözeltisi.....	84
3.2. Elektrospinning Cihazı.....	85
3.3. Deneysel Tasarım.....	89
3.4. Nano Lif Morfolojisi.....	94
3.5. Çıktıların Ölçümü.....	94
3.6. İstatistiksel Yöntemler.....	98
4. BULGULAR ve TARTIŞMA.....	102
4.1. Deney Sonuçları.....	102
4.2. Parametre Etkilerinin Değerlendirilmesi.....	113
4.3. Parametreler Arasındaki İlişkiler.....	131
4.4. Optimum Parametre Seviyelerinin Belirlenmesi.....	143
4.5. Çıktılara Ait Deneysel Modeller.....	147
5. SONUÇ.....	152
KAYNAKLAR.....	156
ÖZGEÇMİŞ.....	172

KISALTMALAR DİZİNİ

Kısaltmalar	Açıklama
AFM	Atomik kuvvet misroskobu
D	Nano lif çapı
Po	Gözeneklilik
PS	Gözenek boyutu
PVA	Polivinil alkol
SEM	Taramalı elektron mikroskobu
Sig.	İstatistiksel anlamlılık değeri
S/N	Sinyal gürültü oranı
St. Sp.	Standart sapma

ŞEKİLLER DİZİNİ

	Sayfa
Şekil 2.1. Elektrospinning sürecinin şematik gösterimi.....	5
Şekil 2.2. Çift bileşenli liflerin elektrospinning işlemine ilişkin şematik tasarım (Gupta ve Wilkes 2003).....	5
Şekil 2.3. Deney düzeneğinin şematik gösterimi: (a) Manyetik sıvı katmanı, (b) polimer çözeltilisi katmanı, (c) polimerin serbest yüzeyinden H mesafesine yerleştirilmiş olan karşı elektrot, (d) manyetik sıvı içerisine daldırılmış olan elektrot, (e) yüksek gerilim kaynağı ve (f) güçlü sabit mıknatıs veya elektro mıknatıs (Yarin ve Zussman 2004)	6
Şekil 2.4. Nano liflerin tek eksenli hizalanmış diziler şeklinde elde edilmesi için kullanılan deney düzeneğinin şematik gösterimi. Toplayıcı bir boş aralık ile ayrılmış iki iletken yüzeyden oluşmaktadır (Li ve ark. 2004'ten değiştirilerek alınmıştır)	7
Şekil 2.5. Özel elektrospinning sistemi. Cihaz bir polimer haznesi (a), elektrotlar (b, c), koruma kasası (d), toplama yüzeyi (e) ve üç eksenli çevirme zemininden (f) oluşmaktadır (Mitchell ve Sanders 2006).....	8
Şekil 2.6. Tekil lif durumuna yönelik mikro pipet bazlı asılı polimer lif çekme metodunun şematik adımları (Nain ve ark. 2006'dan değiştirilerek alınmıştır)	9
Şekil 2.7. Delikli tüp ve Alüminyum folyo kaplı toplayıcıyı tutan iskele yapı (sol). Elektrospinning esnasında tüp deliklerinden oluşan konik damlalar (sağ) (Varabhas ve ark. 2008'den derlenerek alınmıştır)	10
Şekil 2.8. Polivinilpirolidon (PVP) çözeltilisinden çıkan çoklu jetler (Liu ve ark. 2008) 11	
Şekil 2.9. Jirsak metodu (sol) ve Yarin&Zussman metodunun (sağ) şematik gösterimleri (Cengiz ve ark. 2009)	12
Şekil 2.10. Modifiye edilmiş elektrospinning süreci temel prensibi: 1- Metal silindir (pozitif yüklü); 2- Polimer çözeltili haznesi; 3- Lif oluşum yönü; 4- Dokuma olmayan (nonwoven) yüzey (nano lif oluşturmak için destek malzemesi); 5- Topraklanmış toplayıcı (Kostakova ve ark. 2009)	12
Şekil 2.11. Sistemin krokisi (sol), nano lif ağları (orta), örnek bir düze (sağ) (Sarkar ve ark. 2010'dan değiştirilerek alınmıştır)	13
Şekil 2.12. Plaka kenar geometrisi konfigürasyonu, d çalışma mesafesi, θ plaka açısı, F_g yerçekimi kuvveti yönü (sol), R6G ile renklendirilmiş PEO çözeltilisinin plakadan akışı ve takip eden jet oluşum süreci (sağ) (Thoppey ve ark. 2010'dan değiştirilerek alınmıştır)	14
Şekil 2.13. Sol: Tel elektrottan serbest yüzey elektrospinning işlemi için aparat. Sağ: Birbirine göre 180° yerleştirilmiş iki tel elektrotlu milin fotoğrafı (Forward ve Rutledge 2012'den derlenerek alınmıştır)	16
Şekil 2.14. a) Çok ince içi boş lif membranlarının ek delikli düze aracılığıyla faz değişimi eğrilmesi metodunun şematik gösterimi, b) İçi boş lif membranının faz ayırma süreciyle oluşumu (Yao ve ark. 2012).....	18
Şekil 2.15. Pozitif ve negatif gerilim elektrospinning tekniklerini simultane kullanan özel tasarlanmış cihazın şematik gösterimi (Tong ve Wang 2013)	19

Şekil 2.16.Çekirdek-kabuk yapısına sahip PCL/PEG liflerin üretim sürecinin şematik gösterimi: (a) İlacın bulunduğu PCL çekirdek liflerinin karışım elektrospinning yöntemi, (b) PCL lif yüzeyinin benzofenon kaplanması, (c) PEG kabuğun oluşturulması için UV uyarımlı nakil polimerizasyonu (Yu ve ark. 2014).....	21
Şekil 2.17.AJS sürecinin şematik gösterimi (Abdal-hay ve ark. 2015'ten değiştirilerek alınmıştır)	22
Şekil 2.18.Hava sızdırmaz santrifüj eğirme sisteminin şematik gösterimi (a), dönen tahrik mili (A), şeffaf plaka (B), dönen silindirik hazne (C), dönen metalik silindirik toplayıcı D), hareketli şeffaf kapı, santrifüj eğirme sisteminin şematik gösterimi (b) (Valipouri ve ark. 2015'ten değiştirilerek alınmıştır) .	22
Şekil 2.19.(a) Kademeli piramit şeklindeki püskürtme düzesinin kullanıldığı elektrospinning aparatının şeması (b) Çözelti sistemi fotoğrafları: (b-1) Klasik çözelti sistemi, (b-2) Mikro kabarcık çözelti sistemi, resim üzerindeki ek, sistemin büyütülmüş görüntüsü. (c) Serbest yüzey elektrospinning sürecindeki çoklu jetlerin fotoğrafları: (c-1) Klasik çözelti sistemi, (c-2) Mikro kabarcık çözelti sistemi (Jiang ve ark. 2015)	23
Şekil 2.20.Yeni geliştirilen düze sistemi ve konik bölümün farklı devir hızlarında elde edilen lif çapları (LeCorre-Bordes ve ark. 2016)	24
Şekil 2.21.Polimer çözeltisinden çoklu polimer jetlerinin görselleştirildiği kabarcık elektrospinning tekniğinin şematik gösterimi (Gule ve ark. 2013)	37
Şekil 2.22.Farklı iç gözenek yapılarına sahip TiO ₂ /SiO ₂ hibrit liflerin oluşumuna ilişkin şematik gösterim (Hou ve ark. 2014)	38
Şekil 2.23.Boncuklu liflerin çözelti viskozitesine göre morfolojisi, sol: viskozite 75 cP, sağ: viskozite 160 cP (Fong ve ark. 1999'dan değiştirilerek alınmıştır).....	40
Şekil 2.24.PLLA ve DCM çözeltisinden elektrospinning yoluyla elde edilen gözenekli PLLA liflerinin SEM mikrografları a) genel görünüm b) büyütülmüş görünüm (Bognitzki ve ark. 2001)	41
Şekil 2.25.Balsa ağacından bir çerçeveye toplanmış olan uzun nano lifler üzerindeki tekil döngülerin optik görüntüsü. Tekil, çift ve daha karmaşık türdeki döngüler gösterilmiştir (Reneker ve ark. 2002).....	42
Şekil 2.26.Ağırlıkça %6 PEO ve %0,75 PASA'nın sulu çözeltisiyle (a), %8,5 PEO ve %0,75 PASA'nın sulu çözeltisiyle (b) üretilen lifler (Kessick ve Tepper 2004'ten değiştirilerek alınmıştır)	42
Şekil 2.27.Elektriksel işlemlerle elde edilen yapılar (a) akrilonitril içerisinde ağırlıkça %8 PMMA (b, c ve d) nitrometan içerisinde ağırlıkça %8 PMMA, (d) kupanın jilette kesilmiş duvar kesiti görüntüsü (Liu ve Kumar 2005).....	43
Şekil 2.28.Statik su yüzeyinde toplanan burkulmuş polistiren desenlerinin optik mikrografları (Han ve ark. 2007).....	44
Şekil 2.29.Poli (3-hidroksibutirat-ko-3-hidroksivalerat) lif ipinin SEM görüntüsü (C), ipin daha yüksek büyütmeyle alınmış SEM görüntüsü (Wang ve ark. 2008'den değiştirilerek alınmıştır)	44
Şekil 2.30.Ağırlıkça %4,5 sulu PVA çözeltisinden elektrospinning yoluyla elde edilmiş dikenli nano teller (Holzmeister ve ark. 2010)	45
Şekil 2.31.Ağırlıkça %15 PVDF-DMF çözeltisinin 42°C ve 90 bar CO ₂ içine elektrospinning işlemi yoluyla oluşturulan PVDF liflerinin SEM görüntüsü (Liu ve ark. 2010)	46

Şekil 2.32. Ağırlıkça a) %10 b) %15 c) %20 ve d) %25 konsantrasyonlara sahip SPS-DMF çözeltilerinin elektrospinningi yoluyla elde edilen çıktıkların SEM görüntüleri (Subramanian ve ark. 2010).....	46
Şekil 2.33. Farklı bağıl nem ortamlarında üretilmiş PVP liflerinin kesit ve yandan görüşlerine ait SEM görüntüleri: A) %28, B) %23, C) %22, D) %16 (Du ve ark. 2013).....	47
Şekil 2.34. a) Katkısız PA6 nano lifli membranın SEM görüntüsü d) PA6-MG(OH)2 nano lifli membranın 3 saat hidrotermal işlemden geçirilmiş halinin SEM görüntüsü g) Aynı görüntünün yüksek çözünürlüklü detayı (Jia ve ark. 2014'ten değiştirilerek alınmıştır)	48
Şekil 2.35. Üst sol: PA liflerinin TEM görüntüsü, üst sağ: PLA liflerinin SEM görüntüsü, alt: PLA liflerinin TEM görüntüsü (Hou ve ark. 2002'den değiştirilerek alınmıştır)	50
Şekil 2.36. (a) Poli (L-laktik asit) lifinin AFM faz görüntüsü (b) nano lif yüzeyinin yakın çekim görüntüsü “şiş-kebab” morfolojisini göstermektedir (Tan ve Lim 2004a)	50
Şekil 2.37. 120 dakika toplama süresinde elde edilen yüzeyin SEM görüntüsü (Khil ve ark. 2004'den değiştirilerek alınmıştır)	51
Şekil 2.38. Farklı çaplardaki PCL elektrospinning mikro lifleri için çekme testi sonuçları (Tan ve ark. 2005)	52
Şekil 2.39. Çok tabakalı doku çatıları, mevcut mikro lif tabakanın üzerine nano liflerin kapsam dağılımı açısından karakterize edilmiştir (Pham ve ark. 2006).....	53
Şekil 2.40. Nano liflerin testi için test platformu uygulaması. Resimdeki lifin uzunluğu 50 µm'dir. (Naraghi ve ark. 2007).....	54
Şekil 2.41. (a) Deforme olmamış PAN nano lifinin, (b) çekme sırasında oluşan birden fazla yüzey dalgasına sahip deforme olmuş PAN nano lifinin SEM görüntüleri (Naraghi ve ark. 2007).....	55
Şekil 2.42. Görüntü düzleminde saptırılmış bir elektrospinning polimer nano lifin şeması: Lifin başlangıçtaki pozisyonu turuncu, hava akımıyla saptırılmış haldeki pozisyonu sarı ile gösterilmiştir (Lin ve ark. 2012).....	58
Şekil 3.1 Ağırlıkça %10'luk PVA - saf su çözeltisinin elde edilmesi için gereken aşamalar	85
Şekil 3.2 Çalışmada kullanılmış olan dikey elektrospinning cihazının silindir toplayıcı montajlı görüntüsü.....	86
Şekil 3.3 Montajlı haldeki plaka toplayıcı (1) ile silindir toplayıcının (2) alt yüzeyi arasında ihmal edilen mesafe.....	87
Şekil 3.4 Elektrospinning cihazından alınan Alüminyum folyo numuneleri (sol, silindir toplayıcı, sağ, plaka toplayıcı).....	88
Şekil 3.5 Silindir toplayıcıdan alınmış bir deney numunesine ait SEM görüntüleme örnekleri (S-1 deney no 1).....	94
Şekil 3.6 Soldan sağa doğru sırasıyla 4, 7 ve 8 numaralı ikinci aşama ön deneylerden elde edilen numunelerle SEM incelemesi ve çap ölçümü denemeleri	95
Şekil 3.7 Sol S-7/deney no 43 ve sağ P-9/deney no 21 resimleri üzerinden ImageJ ile çap ölçümü.....	95
Şekil 3.8 Sol, genel eşik uygulaması sonrası SEM görüntüleri, sağ, arka planın temizlenmesi sonrası ImageJ ile gözenek ölçümü (üst S-7/deney no 43, alt P-9/deney no 21)	97

Şekil 4.1	Silindir (sol) ve plaka (sağ) toplayıcılar için nano lif çapı standart sapma histogramları.....	116
Şekil 4.2	Silindir (sol) ve plaka (sağ) toplayıcılar için nano lif çapı histogramları.....	117
Şekil 4.3	Silindir (sol) ve plaka (sağ) toplayıcılar için voltaj (P2) ve akış hızı (P4) parametrelerinin ortalama lif çapına olan temel etki diyagramları.....	124
Şekil 4.4	Silindir (sol) ve plaka (sağ) toplayıcıda lif çapı için konsantrasyonun (P1) diğer parametrelerle etkileşimini gösteren kontur grafikleri (P2 voltaj-üst, P3 düze – toplayıcı mesafesi-orta, P4 akış hızı-alt).....	132
Şekil 4.5	Silindir toplayıcıda lif çapı için dönme hızının (P5) diğer parametrelerle etkileşimini gösteren kontur grafikleri (P1 konsantrasyon-üst sol, P2 voltaj-üst sağ, P3 düze – toplayıcı mesafesi-alt sol, P4 akış hızı-alt sağ).....	134
Şekil 4.6	Silindir (sol) ve plaka (sağ) toplayıcıda lif çapı için diğer parametre etkileşimlerini gösteren kontur grafikleri (P2 voltaj - P3 düze – toplayıcı mesafesi-üst, P2 voltaj - P4 akış hızı-orta, P3 düze – toplayıcı mesafesi - P4 akış hızı-alt).....	136
Şekil 4.7	Silindir (sol) ve plaka (sağ) toplayıcıda lif çapı standart sapması için konsantrasyonun (P1) diğer parametrelerle etkileşimini gösteren kontur grafikleri (P2 voltaj-üst, P3 düze – toplayıcı mesafesi-orta, P4 akış hızı-alt).....	138
Şekil 4.8	Silindir toplayıcıda lif çapı standart sapması için dönme hızının (P5) diğer parametrelerle etkileşimini gösteren kontur grafikleri (P1 konsantrasyon-üst sol, P2 voltaj-üst sağ, P3 düze – toplayıcı mesafesi-alt sol, P4 akış hızı-alt sağ).....	141
Şekil 4.9	Silindir (sol) ve plaka (sağ) toplayıcıda lif çapı standart sapması için diğer parametre etkileşimlerini gösteren kontur grafikleri (P2 voltaj - P3 düze – toplayıcı mesafesi-üst, P2 voltaj - P4 akış hızı-orta, P3 düze – toplayıcı mesafesi - P4 akış hızı-alt).....	142
Şekil 4.10	Silindir toplayıcı nano lif çapı için temel etki diyagramları.....	143
Şekil 4.11	Silindir toplayıcı nano lif çapı S/N oranları için temel etki diyagramları	144
Şekil 4.12	Plaka toplayıcı nano lif çapı için temel etki diyagramları.....	145
Şekil 4.13	Plaka toplayıcı nano lif çapı S/N oranları için temel etki diyagramları	145
Şekil 4.14	Silindir toplayıcı nano lif çapı standart sapması S/N oranları için temel etki diyagramları.....	146
Şekil 4.15	Plaka toplayıcı nano lif çapı standart sapması S/N oranları için temel etki diyagramları.....	147

ÇİZELGELER DİZİNİ

Sayfa

Çizelge 2.1. Yapılan farklı çalışmalarda incelenen polimerler, çözücüler, deneysel yöntemler ve gözlenen morfolojik özellikler (m: mevcut, md: mevcut değil)	81
Çizelge 2.2. Elektrosponning süreç değişkenlerinin gözlenen morfolojik özellikler üzerindeki etkileri (++) önemli etki, + daha az önemli etki, - ikincil etki, -- önemsiz etki, md: mevcut değil, * standart sapma üzerindeki etki)	82
Çizelge 3.1. Ön deneylerin ilk aşamasında öngörülen seviye değerleri ve sonuçlar	91
Çizelge 3.2. Ön deneylerin ikinci aşamasında öngörülen seviye değerleri ve sonuçlar	91
Çizelge 3.3. Deneysel tasarımı temel alınan parametre seviyeleri ve ortogonal diziler	92
Çizelge 3.4. Silindirik toplayıcı için belirlenen Taguchi L18 (35) ortogonal dizisi ve gerçek parametre değerleriyle oluşturulan deneysel tasarımı	93
Çizelge 3.5. Plaka toplayıcı için belirlenen Taguchi L9 (34) ortogonal dizisi ve gerçek parametre değerleriyle oluşturulan deneysel tasarımı	93
Çizelge 4.1. Silindirik toplayıcı kullanılarak üretilen nano lif yüzeylerin lif çapı (D), standart sapma (St. Sp.) sonuçları ve morfolojik gözlemleri	102
Çizelge 4.2. Plaka toplayıcı kullanılarak üretilen nano lif yüzeylerin lif çapı (D), standart sapma (St. Sp.) sonuçları ve morfolojik gözlemleri	107
Çizelge 4.3. Silindirik toplayıcı kullanılarak üretilen nano lif yüzeylerin gözenek boyutu (PS) ve gözeneklilik (Po) sonuçları	109
Çizelge 4.4. Plaka toplayıcı kullanılarak üretilen nano lif yüzeylerin gözenek boyutu (PS) ve gözeneklilik (Po) sonuçları	111
Çizelge 4.5. Silindirik toplayıcı için parametre gruplarına ait çıktı ortalamaları	112
Çizelge 4.6. Plaka toplayıcı için parametre gruplarına ait çıktı ortalamaları	112
Çizelge 4.7. Silindirik toplayıcı için parametre seviyeleri bazında ortalama çıktı değerleri	113
Çizelge 4.8. Plaka toplayıcı için parametre seviyeleri bazında ortalama çıktı değerleri	114
Çizelge 4.9. Silindirik toplayıcı için nano lif çapına göre aralık analizi sonuçları	114
Çizelge 4.10. Plaka toplayıcı için nano lif çapına göre aralık analizi sonuçları	115
Çizelge 4.11. Silindirik toplayıcı çıktılarına konsantrasyon etkisi için ANOVA sonuçları	125
Çizelge 4.12. Plaka toplayıcı çıktılarına konsantrasyon etkisi için ANOVA sonuçları	126
Çizelge 4.13. Silindirik ve plaka toplayıcı için lif çapı, gözenek boyutu ve gözeneklilik arasındaki ilişkiler	126
Çizelge 4.14. Silindirik toplayıcı çıktılarına voltaj etkisi için ANOVA sonuçları	127
Çizelge 4.15. Plaka toplayıcı çıktılarına voltaj etkisi için ANOVA sonuçları	127
Çizelge 4.16. Silindirik toplayıcı çıktılarına düze – toplayıcı arası mesafenin etkisi için ANOVA sonuçları	128
Çizelge 4.17. Plaka toplayıcı çıktılarına düze – toplayıcı arası mesafenin etkisi için ANOVA sonuçları	128
Çizelge 4.18. Silindirik toplayıcı çıktılarına akış hızının etkisi için ANOVA sonuçları	129
Çizelge 4.19. Plaka toplayıcı çıktılarına akış hızının etkisi için ANOVA sonuçları	130
Çizelge 4.20. Silindirik toplayıcı çıktılarına silindirik dönme hızının etkisi için ANOVA sonuçları	130

Çizelge 4.21 Silindir ve plaka toplayıcı minimum lif çapına yönelik optimum parametre değerleri	146
Çizelge 4.22 Silindir ve plaka toplayıcı minimum lif çapı standart sapmasına yönelik optimum parametre değerleri.....	147
Çizelge 4.23 Silindir toplayıcı nano lif çapı deneysel modeli için regresyon belirleme katsayısı sonuç tablosu.....	148
Çizelge 4.24 Silindir toplayıcı nano lif çapı deneysel modeline ilişkin varyans analizi sonuçları.....	149
Çizelge 4.25 Silindir toplayıcı nano lif çapı modeli katsayılarının varyans analizi sonuçları.....	149

1. GİRİŞ

1600 yılında, bir sıvının elektrostatik olarak çekimine ilişkin ilk gözlem William Gilbert tarafından kayda alınmıştır. 1887 yılında Charles Vernon Boys süreci, nano lif üretimi konusunda bir yayında tanımlamıştır. John Francis Cooley'in 1900 yılında ilk elektrospinning patenti kayda geçmiştir. 1914 yılında John Zeleny, metal kapillerlerin ucundaki sıvı damlacığının davranışı üzerine bir çalışma yayınlamıştır. Kendisinin bu çabası; elektrostatik kuvvetler altında sıvı davranışının matematiksel modelinin oluşturulması girişimlerini başlatmıştır. 1931 ila 1944 yılları arasında Anton Formhals elektrospinning konusunda en az 22 patent almıştır. 1938 yılında N.D. Rozenblum ve I.V. Petryanov-Sokolov filtre malzemesine dönüştürülen elektrospinning lifler üretmişlerdir. Sir Geoffrey Ingram Taylor 1964 ila 1969 yılları arasında, bir elektriksel alanın etkisi altındaki sıvı damlasının oluşturduğu koninin şeklini matematiksel modelleyerek, elektrospinning işleminin teorik dayanağına başlangıç yapmıştır (Tucker ve ark. 2012).

Fark edilme tarihi oldukça eskilere dayanan bu fenomen, özellikle doksanlı yılların başından itibaren çok sayıda araştırmacı tarafından ele alınmıştır. Elektrospinning sürecinin oldukça farklı türleri ortaya konulmuş ve çok sayıda türde malzeme üzerinde çalışmalar yapılmıştır. Bu çalışmalarda sürecin farklı çıktıklarına (lif, boncuk, diken, kupa vb.) tanık olan araştırmacılar elde ettikleri numuneleri çeşitli yöntemler kullanarak karakterize etmişlerdir. Tezin ilk bölümünü oluşturan Kaynak Özetleri bölümünde alt başlıklar halinde sürece ilişkin farklı yorumlamalar, elektrospinning sürecine tabi tutulmuş malzemeler, farklı süreç olgularına ilişkin bulgular ve karakterizasyonda kullanılan metotlar detaylı olarak verilmiştir.

Çalışmanın konusu deneysel tasarım gerektirdiğinden, Kaynak Özetleri bölümünde süreç üzerindeki çalışmalarda sistematik deneysel yöntemlerin kullanıldığı yayınlar ve bulgularının da detaylı paylaşıldığı bir kısım mevcuttur.

Materyal ve Yöntem bölümünde, kullanılmış olan elektrospinning cihazı, üzerinde çalışılmış olan polivinil alkol polimeri, çözelti hazırlama yöntemi, hassas tartı, ısıtıcı

veya manyetik karıştırıcı gibi diğer laboratuvar cihaz ve gereçleri, karakterizasyon ve sonrasında yapılmış olan ölçümlerle ilgili metotlar, çalışma kapsamında kullanılmış olan yazılımlar, Taguchi deneysel tasarımı, yapılan hesaplamalar ve istatistiksel metotlar gibi tüm yöntemler detaylı şekilde açıklanmış ve bu açıklamalar görsellerle desteklenmiştir.

Bulgular ve Tartışma bölümünde öncelikle yapılan deney, karakterizasyon ve ölçümlerin sonuçları sunulmuştur. Ardından etken parametreler öncelikle aralık analiziyle derecelendirilmiş ardından da varyans analiziyle çıktılar üzerindeki etkileri detaylı olarak tartışılmıştır. Girdi parametrelerinin etkileşimlerine ilişkin olgular kontur diyagramları üzerinden analiz edilmiştir. Optimum parametrelerin belirlenmesinde S/N oranı objektif fonksiyon olarak alınmış ve temel etki diyagramları üzerinden nano lif çapını minimize eden, başka bir deyişle S/N oranını maksimize eden süreç parametreleri belirlenmiştir. Son kısımda regresyon analizi yoluyla sürecin deneysel modelleri oluşturulmuştur. Lif çapı için oluşturulan regresyon modellerinin belirleme katsayıları oldukça yüksektir.

Tezin Sonuç bölümünde, çalışma süresince elde edilen ve Bulgular ve Tartışma bölümünde çeşitli kaynaklarla kıyaslanarak tartışılan sonuçlar yorumlanmış ve geleceğe dönük perspektiflerle ilişkilendirilmiştir.

2. KAYNAK ARAŞTIRMASI

Bursa Uludağ Üniversitesi çevrimiçi kaynaklarının ağırlıklı olarak kullanıldığı kaynak araştırması sürecinde yaklaşık otuz bin yayın taranmış, iki bin beş yüzün üzerinde akademik yayın detaylı olarak incelenmiş ve beş yüzün üzerinde yayın kaydedilmiştir. Dolaylı ilişkili bulunan, kısmen elektrospinning sürecinin farklı uygulamalarını içeren kısmen de çeşitli çözelti özelliklerini inceleyen otuz kadar yayın da ayrıca kayıt altına alınmıştır.

Kaydedilen yayınlardan tez çalışmasıyla ilişkilendirilenler aşağıdaki şekilde kategorilere ayrılmış ve kaynak araştırması bölümü bu alt başlıklarla detaylandırılmıştır:

- Elektrospinning süreci: Bu kısımda özellikle sürecin tarihsel gelişimi, tanımı ve çeşitli şekillerdeki modifikasyonlarına ilişkin yayınlar bir araya getirilmiştir.
- Malzeme: Bu kısımda elektrospinning işlemine tabi tutulmuş farklı sentetik ve doğal polimerler ve kompozit çalışmalarına yer verilmiştir. Yapılan deneysel çalışmalarda kullanılmış olmasından dolayı polivinil alkol (PVA) ile yapılan çalışmalara ayrıca ağırlık verilmiştir.
- Süreç olgu ve çıktıları: Elektrospinning süreci esnasında jet oluşumu, lif oluşum mekanizması, farklı lif türlerinin oluşumu ve çok farklı geometrilerdeki morfolojik oluşumlara (boncuk, diken, kupa vb.) ilişkin yayınlar bu başlık altında toplanmıştır.
- Karakterizasyon: Süreç çıktılarının araştırılmasında uygulanan farklı karakterizasyon ve ölçüm metotlarına ilişkin yayınlar bu kısımda ele alınmıştır.
- Deneysel tasarım: Bu kısımda çeşitli deneysel tasarımı yaklaşımlarının kullanıldığı akademik çalışmalar bir araya getirilmiştir.

2.1. Elektrospinning Süreci

Teknolojik süreçlerin anlaşılmasında ilgili sürecin tarihsel gelişiminin incelenmesi, aşamalarının ve temellerinin kavranması açısından faydalı olmaktadır. Tucker ve ark. (2012) elektrospinning sürecinin 1600'lerden 1995 yılına kadar olan bilimsel ve teknolojik tarihçesini yayınlamışlardır. Çalışmalarında liflerin elektrostatik üretim ve

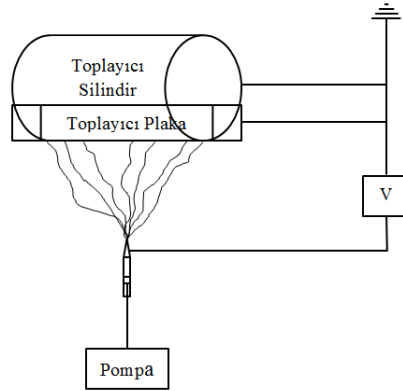
çekimlerinin, diğere bir deęişle elektrospinning işleminin doğuşu ve gelişimi ile ilgili icat ve buluşların hikâyesi özetlenmektedir. Yayında, 1600 yılında bir sıvının elektrostatik olarak çekimine ilişkin ilk kaydın William Gilbert tarafından gözlenmesiyle başlayan ve 1990'ların başında çeşitli araştırma gruplarının birçok organik polimerin elektrospinning işlemiyle nano life dönüştürülebileceğini göstermelerine kadar geçen süre içindeki önemli gelişmeler kronolojik şekilde ele alınmıştır.

Elektrospinning işleminde polimer sıvısına, sıvı içindeki yükler indüklenerek şekilde yüksek gerilim uygulanır. Sıvı içindeki yükler kritik bir miktara ulaştığında düzenin ucundaki damladan Taylor konisi oluşumu ile sonuçlanan bir sıvı jeti çıkar. Elektrospinning jeti daha düşük potansiyele sahip bölgeye doğru yol alır, bu genellikle topraklanmış bir toplayıcıdır (Ramakrishna ve ark. 2005). Toplayıcılar disk, silindir, plaka gibi çeşitli türlerde kullanılmaktadır. Silindir veya plakanın toplayıcı olarak kullanılabilirdiği konvansiyonel bir elektrospinning sürecinin şematik gösterimi Şekil 2.1'de verilmiştir.

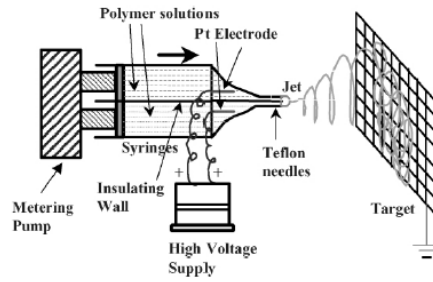
Elektrospinning süreci farklı araştırmacılar tarafından çeşitli şekillerde değiştirilmiş ve kullanılmıştır. Dolayısıyla sürecin çok farklı sürümleri mevcuttur. Kameoka ve Craighead (2003) elektrospinning için bütünleştirilmiş bir mikro akışkan cihazı kullanarak yönlendirilmiş polimerik nano lif oluşumuna yönelik bir yöntem sunmuşlardır. Burada yönlendirilmiş nano liflerin polimerik çözeltinin elektrospinningi yoluyla, hareketli ve düzlemsel bir silikon yüzey üzerine uygulanan üretim metodu ve mikro fabrikasyon yapılarla nano liflerin entegrasyonu anlatılmaktadır. Çalışmada elektrospinning kaynağı olarak mikro akışkan ile uyumlu üçgen şeklindeki bir mikro fabrikasyon tip (uç) kullanılmıştır. Mikro akışkan bağlantının, yongalar üzerinde malzemelerin işlenmesi ve fonksiyonel nano yapıların oluşumu için yeni olanaklar sağladığı ifade edilmiştir.

Gupta ve Wilkes (2003) polivinil klorid/parçalanmış poliüretan (PVC/Estane®) ve polivinil klorid/poliviniliden florid (PVC/PVDF) kullandıkları çift bileşenli polimer sistemleri için, iki polimer çözeltisinin yan yana şekilde eş zamanlı elektrospinning

işlemini gerçekleştirmişlerdir. Yayında yeni deneysel cihaz (Şekil 2.2) ve çift bileşenli liflerin elektrosinning işlemi için uygun süreç koşulları açıklanmıştır.



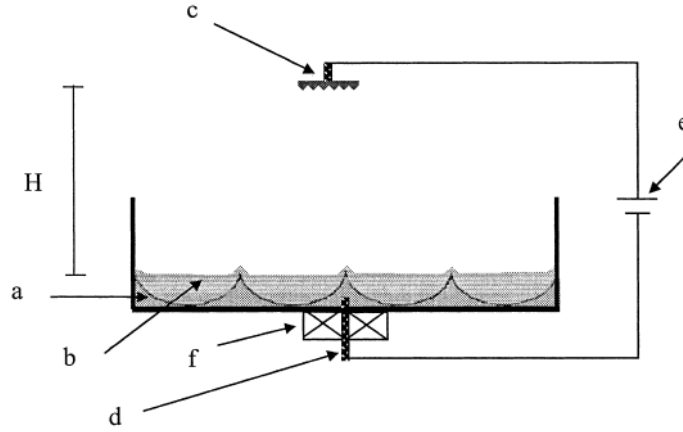
Şekil 2.1. Elektrosinning sürecinin şematik gösterimi



Şekil 2.2. Çift bileşenli liflerin elektrosinning işlemine ilişkin şematik tasarım (Gupta ve Wilkes 2003)

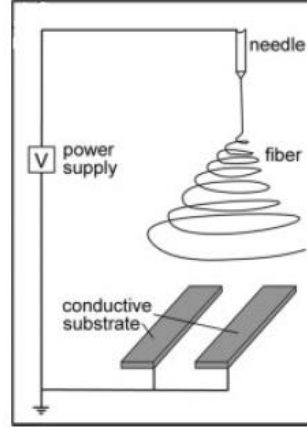
Yarin ve Zussman (2004) polimer nano liflerin elektrosinning işlemi için yeni bir yaklaşım önermişlerdir. Alt katmanı ferro-manyetik süspansiyon ve üst katmanı polimer çözeltisi olan iki katmanlı bir sistemi, sabit bir mıknatıs ya da bir bobin tarafından sağlanan dikey bir manyetik alana maruz bırakmışlardır. Sonuç olarak manyetik süspansiyonun düzenli dikey sivri uçlarının, katmanlar arasındaki ara yüzü ve en üstteki polimer tabakasının serbest yüzeyini bozduğu gözlenmiştir. Sisteme ek olarak dik bir elektriksel alan uygulandığında serbest yüzeyin düzensizliklerinin yukarıya doğru yönelmiş sıvı jeti bölgelerine dönüştüğü görülmüştür. Çalışmada elektriklenmiş olan çoklu jetlerin bilinen elektrosinning sürecinde olduğu gibi güçlü elektriksel alan sayesinde uzama ve bükülme kararsızlığına geçtiği, çözücünün buharlaştığı ve katılan nano liflerin üst kısımdaki karşı elektrot üzerinde biriktiği açıklanmaktadır (Şekil 2.3).

Ayrıca üretim hızının alışlagelmiş sürece göre daha yüksek olduğu gösterilmiştir. Yazarlar çalışmanın temel amacının polimer çözeltileriyle serbest yüzeyden yukarı yönlü çoklu jet oluşumunu gerçekleştirmek olduğunu, böyle bir hedefe ulaşıldığı takdirde çoklu jet elektrospinning işleminin herhangi bir iğne kullanmadan yapılabileceğini ve bunun tıkanma/pıhtılaşma problemi olmaksızın nano liflerin seri üretimine yönelik önemli bir yaklaşım olacağını ifade etmişlerdir.



Şekil 2.3. Deney düzeneğinin şematik gösterimi: (a) Manyetik sıvı katmanı, (b) polimer çözeltisi katmanı, (c) polimerin serbest yüzeyinden H mesafesine yerleştirilmiş olan karşı elektrot, (d) manyetik sıvı içerisine daldırılmış olan elektrot, (e) yüksek gerilim kaynağı ve (f) güçlü sabit mıknatıs veya elektro mıknatıs (Yarin ve Zussman 2004)

Li ve ark. (2004) konvansiyonel elektrospinning sürecini, geniş alanlar üzerine tek eksenli olarak hizalanmış diziler şeklinde nano lifler üretmek amacıyla değiştirmişlerdir. Değişken genişlikte bir izolasyon boşluğuyla ayrılmış iki iletken şeritten oluşan bir toplayıcının kullanıldığı çalışmada, elektrostatik etkileşimler tarafından yönetilen yüklü nano liflerin, boşluk üzerinden yayılacak şekilde gerildiği ve tek eksenli hizalanmış diziler halini aldığı ifade edilmiştir (Şekil 2.4). Çalışmada boş aralıklar ve yüksek ölçüde yalıtkan malzemeden yapılmış boşluklar olmak üzere iki farklı tür toplayıcı üzerinden deneyler gerçekleştirilmiştir. Boş aralıklar kullanıldığında nano liflerin çeşitli uygulamalara yönelik olarak kolayca diğer tabakaların yüzeyleri üzerine aktarılabildiği gösterilmiştir. Yanı sıra sürece bir izolasyon yüzeyi dahil edildiğinde elektrotların katı yalıtkan üzerine çeşitli tasarımlara sahip desenlerde dizilebildiği ifade edilmiştir. Araştırmacılar her iki durumda da, nano liflerin kontrol edilebilir hiyerarşik yapıya sahip çok katmanlı mimarilere uygun şekilde istiflendiğini göstermişlerdir.

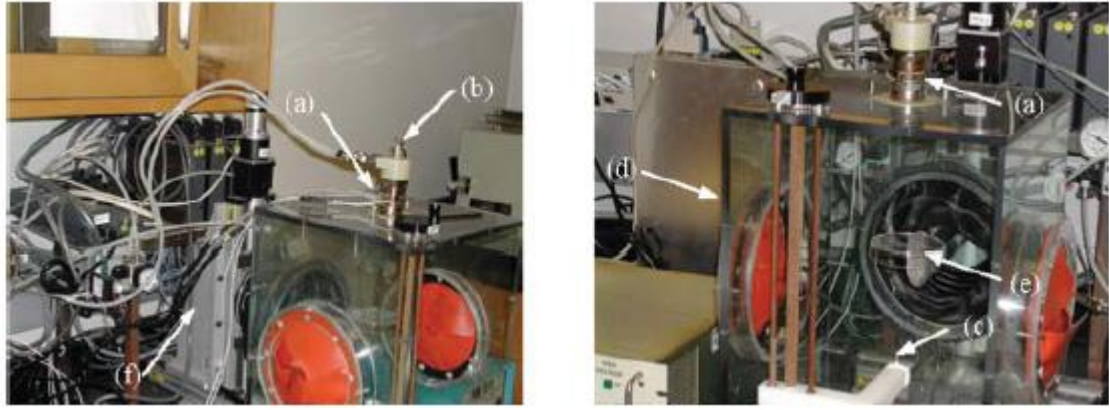


Şekil 2.4. Nano liflerin tek eksenli hizalanmış diziler şeklinde elde edilmesi için kullanılan deney düzeneğinin şematik gösterimi. Toplayıcı bir boş aralık ile ayrılmış iki iletken yüzeyden oluşmaktadır (Li ve ark. 2004'ten değiştirilerek alınmıştır)

Ding ve ark. (2004) yaptıkları araştırmada polivinil alkol (PVA) ve selüloz asetat (CA) karışımı içeren bir dizi biyo bozunur nano lifli yüzeyi, çoklu jet elektrospinning tekniğiyle hazırlamışlardır. Çoklu jet oluşumunda görece yüksek bir gerilim (20 kV) kullanılmıştır. Elde edilen yüzeylerdeki PVA/CA ağırlık oranını, jet sayısını değiştirerek kontrol ettikleri çalışmada araştırmacılar ayrıca gerçek bileşimi, yüzeyi suya daldırıp PVA bileşeninin çözülmesini sağlayarak belirlemişlerdir. Karışım nano lif yüzeylerin morfoloji, dağılım ve mekanik özelliklerinin incelendiği çalışmanın sonucunda mekanik özelliklerin PVA/CA ağırlık oranından büyük ölçüde etkilendiği belirlenmiştir.

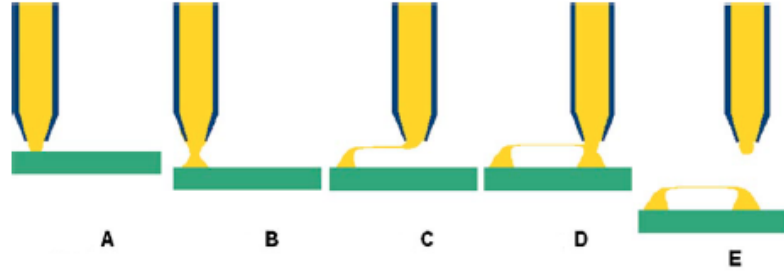
Theron ve ark. (2005) elektrospinning işleminde jet yörünge karakteristikleri ve gerilmeleri konusunda temel faktörün elektriksel kuvvetler olduğuna dikkat çekerek polimer çözeltilerin elektrospinning işlemi esnasında çoklu jetlerin modelleme ve deneysel araştırma sonuçlarını açıklamışlardır. Elektrotlar arasındaki dış elektriksel alanda gerçek konfigürasyonların kullanıldığı çalışmada polimer jetlerinin viskoelastik davranışını tanımlamak için lineer, lineer olmayan ve üst konveksiyon Maxwell modelleri kullanılmıştır. Araştırmanın sonucunda elektrospinning esnasında dış elektriksel alanın ve yüklenmiş çoklu jetlerin karşılıklı elektriksel etkileşiminin, jetlerin yörünge ve gelişimine nasıl etki ettiği gösterilmiştir.

Mitchell ve Sanders (2006) doku mühendisliği uygulamalarına yönelik gözenekli doku çatılarının kontrollü elektrospinning işlemi için bir sistem geliştirmek, iyi kontrol edilmiş lif çapları ve lifler arası mesafe dâhilinde doku çatıları elde etmek ve bu sistemi üretim parametrelerinin gözenekli mimari hassasiyetini değerlendirmek yönünde kullanmak amacıyla özel kapalı-çevrim kontrollü bir elektrospinning sistemi oluşturmuşlardır. Sistem, elektrotlardan bağımsız bir toplama yüzeyine sahiptir ve elektrotlar arası mesafe, düze ile toplama yüzeyi arasındaki mesafe, voltaj, eriyik sıcaklığı, toplama yüzeyinin yalıtkanlık dayanımı, toplama yüzeyi alanı gibi çok sayıda üretim parametresinin bağımsız manipülasyon ve analizine izin vermektedir (Şekil 2.5).



Şekil 2.5. Özel elektrospinning sistemi. Cihaz bir polimer haznesi (a), elektrotlar (b, c), koruma kasası (d), toplama yüzeyi (e) ve üç eksenli çevirme zemininden (f) oluşmaktadır (Mitchell ve Sanders 2006)

Nain ve ark. (2006) mikro veya nano ölçekli sürekli polimer liflerin asılı şekilde üretimine yönelik bir yöntem önermişlerdir. Bu yöntemde polimer lifler, bir mikro pipetle pompalanan sıvı viskoz polimer çözeltisinin çekilmesi ve katılaşması yoluyla oluşmaktadır. Yayında bu metot kullanılarak çekme parametrelerinin kontrolü yoluyla ksilen içinde çözülmüş polistirenin farklı molekül ağırlıkları için amorf içyapı ve mikrometre seviyelerinden 50 nm'nin altına kadar değişen homojen çaplara sahip asılı lif ağları meydana getirilebileceği ortaya konulmaktadır (Şekil 2.6).

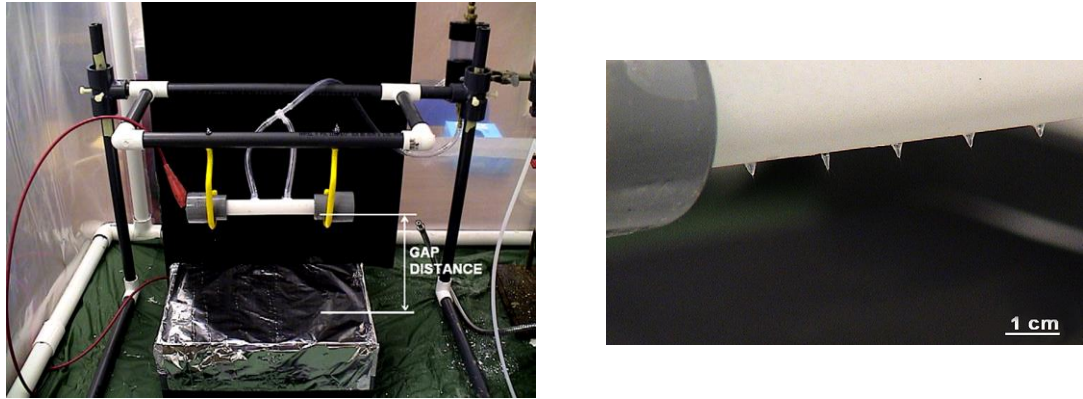


Şekil 2.6. Tekil lif durumuna yönelik mikro pipet bazlı asılı polimer lif çekme metodunun şematik adımları (Nain ve ark. 2006'dan değiştirilerek alınmıştır)

Kim ve ark. (2006) elektrospinning sürecinde başlangıçtaki bükülmüş jetleri kararlı hale getirmek için tek veya çoklu düzelerle bağlı ekstra silindirik bir elektrot kullanarak nano boyutta lifler üretmişlerdir. Çalışmada jetlerin kararlılığının tahminine yönelik olarak, jetlerin spinning eksenine yaklaşma derecesi şeklinde tanımlanabilecek bir elektriksel alan konsantrasyon faktörü (EFCF) ortaya koyulmuştur. Önerilen EFCF faktörü tek ve çoklu düzeli elektrospinning süreçleriyle elde edilen deneysel sonuçların karşılaştırılmasında kullanılmıştır. Yardımcı elektrotla desteklenen çoklu düzeli elektrospinning sürecinin verimliliğini dikkate almak için, 40 dakika süreyle dikdörtgen şekilli karşı plakada toplanan nano liflerin ağırlığı ölçülmüştür. Sonuçta, değiştirilmiş elektrospinning tekniğinin nano lif üretiminde verimliliğin artışına yönelik uygun bir metot imkânı sunduğu gösterilmiştir.

Pan ve ark. (2006) mikrometrenin altında çaplara sahip tek eksenli hizalanmış lifler üretmek için yeni ve basit bir teknik tanımlamıştır. Sistem, klasik elektrospinning tekniğiyle kıyaslandığında karşılıklı olarak yerleştirilmiş, sırasıyla pozitif ve negatif voltajlara bağlı iki metalik düze içermektedir. İki düzeden oluşturulan lifler yüksek hızda dönen bir toplayıcı silindire sarılarak dokuma ipliği şeklinde birleştirilmektedir. Bu metotla üretilen liflerin sürekli, iyi hizalanmış, geniş bir alan üzerinde toplanabilecek şekilde olduğuna dikkat çeken araştırmacılar, çalışmalarında polivinil alkol (PVA) ve polivinil pirolidon (PVP) kullanmışlardır. Yayında lif hizalanmasına ilişkin olası mekanizma konusunda bir analize de yer verilmiş, çözelti konsantrasyonu ve sarma hızının lif hizalanması üzerindeki etkileri araştırılmıştır.

Varabhas ve ark. (2008) delikli duvar yapısına sahip bir tüp yüzeyinden çok sayıda eş zamanlı elektrospinning jetleri elde ederek yaptıkları deneylerin sonuçlarını paylaşmışlardır. Duvar üzerindeki delikler küçüktür ve polimerin akışına karşı koymaktadır. Tüp duvarının yarısına kadar delinmiş olan bu delikler azaltılmış akış direnci noktaları sağlamaktadır. Çalışmada ağırlıkça %15 polivinil pirolidon (PVP) - etanol çözeltisi, tüp duvarından açılmış deliklerdeki 1-2 kPa düşük hava basıncıyla basılmış ve tüpün dış yüzeyi üzerinde açılan delik yerlerinde polimer damlaları oluşmuştur. Polimerin elektrospinning işleminin gerçekleştirilebilmesi için çözelti 40 ila 60 kV ile yüklenmiştir. Tüp yüzeyinden çoklu polimer jetleri çıkarak lif oluşturmuştur (Şekil 2.7). Araştırmacılar 20 deliğe sahip 13 cm uzunluğundaki bir tüp ile saatte 0,3-0,5 gram nano lif oluşturulabileceğini iddia etmişlerdir. Önerilen yöntemde üretim hızı, tüp uzunluğu ve delik sayısı artırılarak kolaylıkla yükseltilebilir.



Şekil 2.7. Delikli tüp ve Alüminyum folyo kaplı toplayıcıyı tutan iskele yapısı (sol). Elektrospinning esnasında tüp deliklerinden oluşan konik damlalar (sağ) (Varabhas ve ark. 2008'den derlenerek alınmıştır)

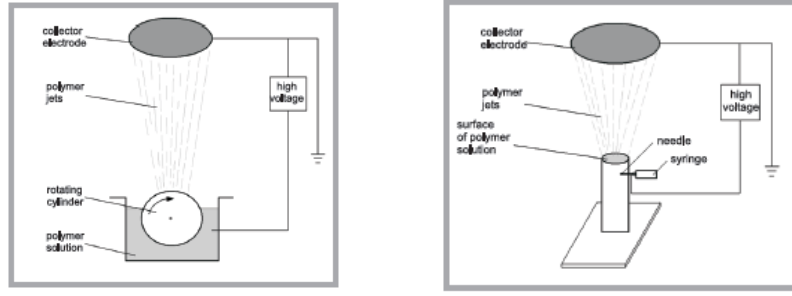
Liu ve ark. (2008) elektrospinning yoluyla üretilen nano liflerin birçok endüstride geniş bir ürün yelpazesinde kullanıldığına ancak üretim hacminin uygulamaları kısıtladığına dikkat çekerek, elektriksel alanda hava/gaz verilen polimerik çözelti kullanılarak seri ve homojen nano liflerin üretimine yönelik yeni bir yöntem üzerinde çalışmışlardır. Bu elektrospinning sürecinde üretim hacminin artırılmasına yönelik ön koşul olan çoklu jet oluşumu söz konusudur (Şekil 2.8). Lif morfolojisi taramalı elektron mikroskobu ve optik mikroskopla düz, sarmal ve helisel olarak gözlenmiştir. Sonuçlar bu süreçle üretilen ürünün klasik yöntemle üretilenlere benzer olduğunu göstermiş ve uygulama açısından umut vadettiği belirtilmiştir.



Şekil 2.8. Polivinilpirolidon (PVP) çözeltisinden çıkan çoklu jetler (Liu ve ark. 2008)

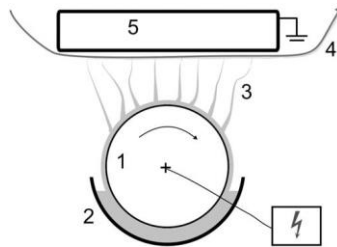
Benzer yöntem konusundaki diğer bir çalışmada Varabhas ve ark. (2009) uygulanan elektriksel gerilimden dolayı, etanolla çözülmüş polivinilpirolidon (PVP) çözeltisinin yüzeyindeki gaz kabarcıklarının tepe noktalarından sıvı polimer jetlerinin başlatılmasını araştırmışlardır. Kabarcıklardan başlatılan polimer jetlerinin, polimerik nano liflerin üretimi için alternatif bir metot olduğu ve ticari üretim için ölçeklendirilebilir olduğu belirtilmiştir. Çalışmada kabarcıklar, polimer çözeltisinin içine bir şırınga aracılığıyla hava basılarak oluşturulmuş ve jetlerin başlatılması için çözeltiliye elektriksel gerilim uygulanmıştır. Araştırmacılar, en uygun konsantrasyonu belirlemek için farklı çözelti konsantrasyonlarıyla çalışmışlar ayrıca jetin başlatılmasından hemen önce kabarcık tepesindeki yarı açığı, asılı bir damla için 49,3 derecelik teorik değerine yakın olarak gözlemlemişlerdir. Çalışmada jetin başlatılması için gerekli elektriksel alan şiddeti kabarcık çapı, viskozite ve yüzey geriliminin fonksiyonu olarak incelenmiştir.

Cengiz ve ark. (2009) nano lif oluşumu için kullanılan 3 farklı elektrospinning yöntemini; tek kılcal borulu klasik yöntem, Jirsak metodu ve Yarin&Zussman metodu (Şekil 2.9), PAN/DMSO çözeltisi kullanarak yaptıkları nano lif üretim çalışmasıyla kıyaslamışlardır. Üretilen nano liflerin özelliklerinin yanı sıra proses koşullarının da karşılaştırıldığı çalışmada, çoklu jet oluşturan son iki metodun kullanımıyla üretim hızını arttırmanın mümkün olacağı gözlenmiştir.



Şekil 2.9. Jirsak metodu (sol) ve Yarin&Zussman metodunun (sağ) şematik gösterimleri (Cengiz ve ark. 2009)

Kostakova ve ark. (2009) tek duvarlı ve çok duvarlı nano tüp içeren polivinil alkol nano liflerini hazırlamak için iğnesiz bir elektrospinning metodu (Şekil 2.10) kullanmışlardır. Polimerik çözeltinin serbest yüzeyinden iğnesiz elektrospinning sürecinin mükemmel bir polimer ve katkı maddeleri çözeltisi gerektirdiğine dikkati çeken araştırmacılar çözeltiyi yüksek frekanslı ses dalgalarının kullanıldığı sonikasyon yöntemiyle hazırlamış ve yüzeyi modifiye edilmiş karbon nano tüpler kullanmışlardır. Araştırmalarının sonucunda prosesin farklı polimer çözeltileri için nano kompozit lifli yapıların büyük ölçekte üretimine uyarlanabileceğini öne sürmüşlerdir.

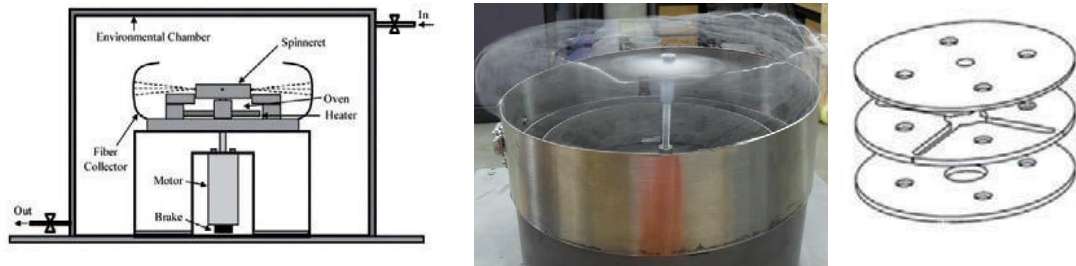


Şekil 2.10. Modifiye edilmiş elektrospinning süreci temel prensibi: 1- Metal silindir (pozitif yüklü); 2- Polimer çözelti haznesi; 3- Lif oluşum yönü; 4- Dokuma olmayan (nonwoven) yüzey (nano lif oluşturmak için destek malzemesi); 5- Topraklanmış toplayıcı (Kostakova ve ark. 2009)

Munir ve ark. (2009) büyük oranda homojen polimer nano liflerin üretimine yönelik bir yüksek performans elektrospinning sistemini başarıyla geliştirmişlerdir. Elektrospinning sisteminde, üretim esnasında sabit bir akım sağlamak için oransal-integral-türev kontrol aksiyonu kullanmışlardır. Polivinil asetat tozunu dimetil formamid içinde çözerek hazırladıkları çözeltilerden polivinil asetat nano lifler üretmek amacıyla geliştirdikleri sistemi kullanan araştırmacılar nano liflerde yüksek oranda homojenlik sağladıklarını

öne sürmüşlerdir. Q akış hızı ve I elektrospinning sistemi üzerinden akan akım olmak üzere Q/I oranının düşmesiyle, çözeltinin enjeksiyonu esnasında iğne ucunda gözlemlenen jetin konisinin uzunluğunun ve nano liflerin ortalama çapının azaldığı bulgularan çalışmada, teorik modele uygun olarak ortalama çap ve Q/I arasındaki ilişkiden bir enerji yasası elde edilmiştir.

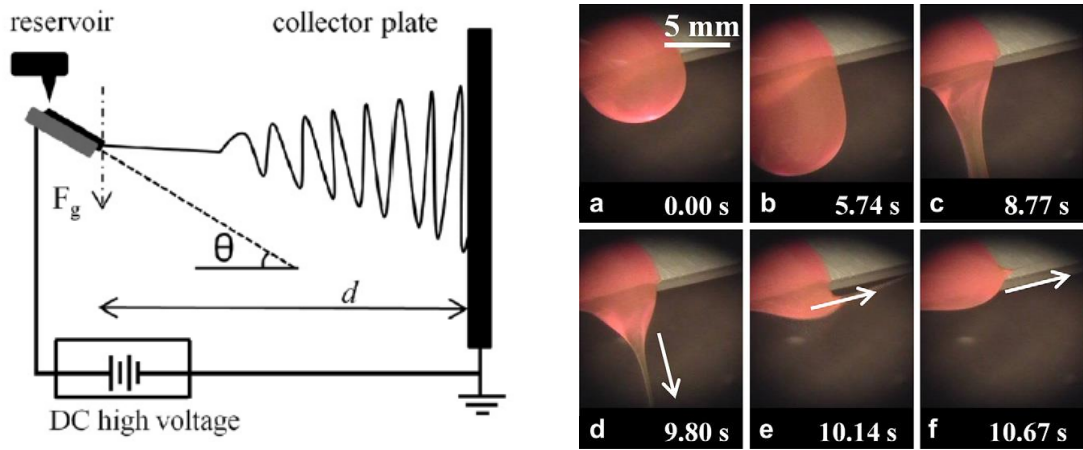
Sarkar ve ark. (2010) geniş bir malzeme yelpazesinden nano lif üretmek amacıyla geliştirilen ForcespinningTM prosesini tanıtmışlardır. Bu yeni yöntem, elektrospinning sürecinde kullanılan elektrostatik kuvvet yerine merkezkaç kuvvetini kullanmaktadır (Şekil 2.11). Metotta nano lif üretimi için çözeltiler veya çözelti veya eriyik haldeki katı maddeler kullanılabilir. Nano liflerin morfoloji ve geometrisini kontrol etmek için kilit parametreler düzenin dönme hızı, toplayıcı sistem ve sıcaklıktır. Nano liflerin ilgili enine kesitini sağlamak için düzdeki ağızlar isteğe bağlı bir geometriye sahip olabilmektedir. Araştırmacılar tarafından bu metot diğerlerinin yanı sıra polietilen oksit, polilaktik asit, bizmut, polipropilen, akrilonitril-butadin-stiren, polivinil pirolidon ve polistiren malzemelerinden nano lifler elde etmek için başarıyla uygulanmıştır.



Şekil 2.11. Sistemin krokisi (sol), nano lif ağları (orta), örnek bir düze (sağ) (Sarkar ve ark. 2010'dan değiştirilerek alınmıştır)

Thoppey ve ark. (2010) serbest sıvı polimerden yüksek kalitede nano lifler üretmek üzere elektrospinning işlemine yönelik kolay uygulanabilir plaka-kenar geometrisi uygulamasını tanıtmışlardır (Şekil 2.12). Çalışmada elektrospinning için genel olarak jetin kendiliğinden başarılı şekilde oluşmasında sadece elektriksel alan genişliğinin değil gradyanının da kritik bir parametre olduğu gösterilmiştir. Araştırmacılara göre, tekli eğirme yerleşimi göz önüne alındığında plaka-kenar konfigürasyonu, klasik iğneli elektrospinning metoduna göre benzer kalitede (çap, çap dağılımı, oluşan yüzeyin gözenekliliği) nano lifler üretirken aynı veya daha yüksek bir üretim oranına ulaşmıştır,

ayrıca bu yeni konfigürasyon tıkanma olasılığı olmaksızın çalışmasının yanında seriye uyarlamayla ilgili yüksek potansiyele sahiptir. Çalışmada elektriksel alan, çalışma mesafesi, besleme hızı bağımlılığı ve bunun doğrusal ve kırbaç kararsızlık bölgelerinde ve lif çapında gözlenen sonuçları da dâhil olmak üzere, plaka-kenar elektrospinning yönteminin altında yatan temel fiziksel süreçler analiz edilmiş ve plaka-kenar konfigürasyonunun klasik iğneli elektrospinning yöntemine son derece benzer şekilde çalıştığı sonucuna varılmıştır.



Şekil 2.12. Plaka kenar geometrisi konfigürasyonu, d çalışma mesafesi, θ plaka açısı, F_g yerçekimi kuvveti yönü (sol), R6G ile renklendirilmiş PEO çözeltisinin plakadan akışı ve takip eden jet oluşum süreci (sağ) (Thoppey ve ark. 2010'dan değiştirilerek alınmıştır)

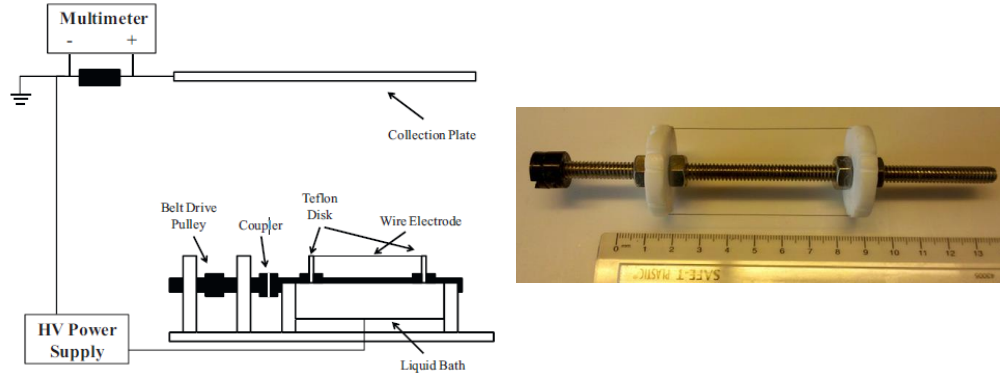
Pokorny ve Velebny (2011) nano malzemelerin, bugün ve gelecekteki uygulamalarında esasen kusursuz düzenli yapılara ihtiyaç duyacağı ve hatta mekanik, elektronik, optik gibi malzeme özelliklerinin önemli ölçüde geliştirilmesini sağladığından, hassas şekilde belirlenmiş anizotropik özellikler gerektirebileceğine dikkati çekmiş ve sürgülü pano mekanizması dâhil olmak üzere yeni ve gelişmiş bir toplayıcı önermişlerdir. Deneyleerde elde edilen nano lifli malzeme son derece yüksek yönelim düzen parametresine sahiptir. Teo ve ark. (2011) nano liflerin elektrospinning işlemine ilişkin teknolojik gelişmelerle ilgili bir derleme yayınlamıştır. Çalışmada katı ve sıvı yüzeylerin kullanıldığı veya yüzey kullanılmayan toplama yöntemlerine ilişkin çok çeşitli iplik eğirme teknikleri açıklanmış ve karşılaştırılmıştır. Son gelişmelerin, istenilen mikro yapıya sahip üç boyutlu doku çatısı üretimini mümkün kıldığına vurgu yapan araştırmacılar, doku yenileme ve biyo mühendislik alanlarında üç boyutlu doku çatılarının nano lif

teknolojisini klinik uygulamalara daha da yaklaştırdığı belirtmişlerdir. Çalışmada elektrospinning prosesinin ve deneysel sonuçların, hassas işleme imkânlarını gerçek bir olanak olarak değerlendirecek kadar kavrandığına dikkat çekilmiştir.

Zhang ve ark. (2011) ilk olarak çift düzeli elektrospinning yoluyla mekanik bütünlüğe sahip pH'a duyarlı yeni bir hassas membran sentezlemişlerdir. İlgili çalışmalarında %9 PAN çözeltisinden elde edilen gösterge özelliğine sahip nano liflerle, %20 PA-66 çözeltisinden elde edilen mikro ölçekli lifleri homojen bir şekilde tek bir elektrospinning cihazında birleştirmek için bir yaklaşım önermişlerdir. Elde edilen yüzeyde PAN nano lifleri pH göstergesini sağlarken PA-66 lifleri elastik ve esnek yapıları sayesinde membranın mekanik özelliklerini iyileştirmektedir. Çalışmada kompozit membranlar SEM, FTIR ve UV kuvvet spektroskopisiyle tanımlanmıştır. Araştırma sonucunda membranların açık sarı ile mor renk arasındaki belirgin renk değişikliklerinin geniş bir yelpazedeki alkali çözeltilerde gözlemlendiği ve reaksiyon süresinin 100 s içerisinde olduğu belirlenmiştir. Mikro lifler eklendikten sonra çekme dayanımının 1,3 MPa'dan 6,90 MPa'a yükseldiği ve membranın uygulamaya dönük kullanımı açısından mekanik özelliklerin geliştirilmesinin faydalı olacağı da ayrıca belirtilmiştir.

Forward ve Rutledge (2012) bir telin polimerik çözeltinin bulunduğu bir kaptan sürekli dönme hareketleriyle geçirilmesi, yüksek gerilim teması esnasında sıvı sürüklenmesi ve damlacık oluşumu, ardından da her bir damlacıktan jet şeklinde oluşumların kullanıldığı bir elektrospinning sistemini analiz etmişlerdir (Şekil 2.13). Prosesin her aşamasının değerlendirilmesinde etanol içinde çözülmüş polivinil pirolidon çözeltisi kullanılmıştır. Çalışmada her bir damlacığın hacmi fotoğraf metoduyla ölçülmüş ve sonuçlar sıvının viskozite, yoğunluk ve yüzey gerilimiyle, ayrıca elektrod dönüş hızı ve tel çapı gibi sistem parametreleriyle ilişkilendirilmiştir. Yerel elektriksel alan sıvı sürüklenmesi olmadığı durumda klasik elektrostatik kullanılarak modellenmiştir. Burada jet tetiklenmesinin dönüş hızından bağımsız, sürekli ve kararlı olarak, elektriksel alanın 34 kV/cm kritik değerini aştığı açısız pozisyonda oluştuğu bulunmuştur. Araştırmacılar iki işletim rejimi belirlemiştir. Bunlardan ilki sürüklenmiş olan tüm sıvının tel elektrottan jet oluşumuyla tüketildiği sürüklenme-sınırlı rejimdir. İkincisi kritik değerini aşan bir

elektriksel alanda tel elektrotun kalma süresinin, tel üzerindeki sıvının tüketilmesi açısından çok kısa olduğu alan-sınırlı rejimdir. Sistem verimliliği ölçülerek sıvı sürüklenmesinin teorik değeriyle karşılaştırılmıştır. Sonuçta beklendiği şekilde daha yüksek gerilim ve yüksek dönme hızında en yüksek verimliliğin olduğu gözlenmiştir.



Şekil 2.13. Sol: Tel elektrottan serbest yüzey elektrospinning işlemi için aparat. Sağ: Birbirine göre 180° yerleştirilmiş iki tel elektrotlu milin fotoğrafı (Forward ve Rutledge 2012'den derlenerek alınmıştır)

Yu ve ark. (2012) yüksek kalitede poliakrilonitril (PAN) nano lifler için sodyum dodesilbenzen sülfonat (SDBS) çözeltisiyle eş eksenli (koaksiyel) elektrospinning yöntemini uygulamışlardır. Burada çekirdek polimer çözeltisini çevrelemek üzere N, N-Dimetilformamid (DMF) içinde çözdükleri SDBS çözeltisini dış kabuk sıvısı olarak kullanmış ve düşük çaplara, dar bir çap dağılımına, pürüzsüz yüzeylere ve homojen yapıya sahip bir dizi PAN nano liflerini başarıyla üretmişlerdir. Çalışmada dış kabuk olan SDBS çözeltisinin DMF'in buharlaşması ve çekirdek polimer jetlerinin katılması üzerindeki etki mekanizması tartışılmıştır. Tek akışkanlı klasik elektrospinning işleminde SDBS çözeltilerinin kullanılması durumunda, çekirdek çözücünün buharlaştırma oranının ayarlanması yoluyla sürecin yumuşatılmasının sağlanabileceğine dikkat çeken araştırmacılar, bir iyonik yüzey aktif madde çözeltisiyle yapılan eş eksenli elektrospinning işleminin, yüksek kaliteli polimer nano liflerin üretimi konusunda basit bir yöntem oluşturabileceği sonucuna varmışlardır.

Tong ve ark. (2012) eş eksenli (koaksiyel) elektrospinning metodunu temel alan inovatif bir nano lif üretim tekniği geliştirilmesi konusunda araştırmalar yapmış ve nano lif elde edilmesi konusunda örnek olarak poli(hidroksibutirat-ko-hidroksivalerat) (PHBV)

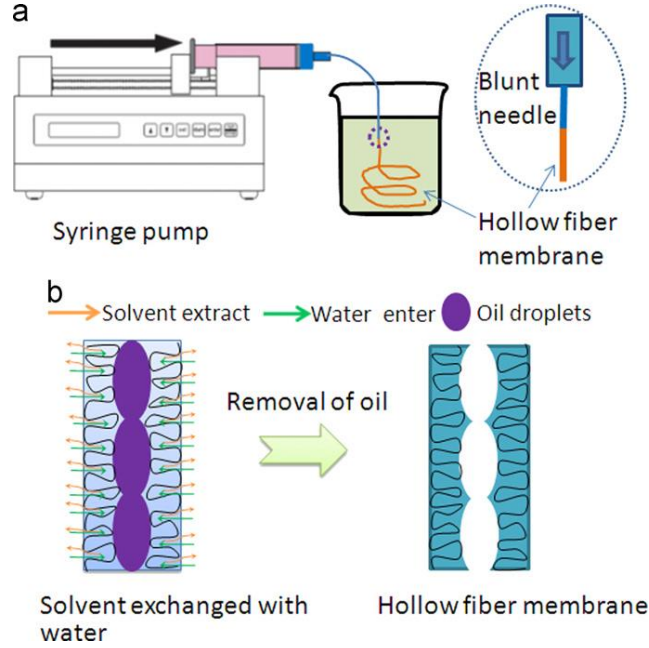
kullanmışlardır. Çalışmada PHBV nano liflerini üretmek için önce PHBV çekirdek ve kitosan kabuk olmak üzere eş eksenli elektrospinning yöntemiyle çekirdek-kabuk yapılı lifler üretilmiştir. Elde edilen yüzeyin suyla yıkanmasıyla kitosan kabuk ortadan kaldırılmış ve nano lifli PHBV doku çatısı oluşumu sağlanmıştır. Çalışmada polimer nano liflerin üretiminde polimer çözeltilisine iletkenlik artırıcı tuz eklenmesi yaklaşımıyla karşılaştırıldığında yeni tekniğin, sadece biyolojik uyumluluk endişelerini ortadan kaldırmakla kalmayıp nano boyut aralığındaki lif çaplarına ulaşma konusunda çok daha etkili bir metot sağladığı belirtilmiştir.

Luo ve ark. (2012) yayınladıkları derleme çalışmasında elektrospinning ve nano lif eğirme metotlarındaki önemli parametrelerin, endüstriyel lif işleme süreçlerinde kapsamlı olarak araştırılan parametrelerle büyük ölçüde örtüştüğüne dikkat çekerek, teknolojik yakınsamayı kolaylaştırmak ve elektrospinning ve nano lif üretiminin seriye uyarlanması konusunda fikir vermek amacıyla akademik ve endüstriyel çalışmaların disiplinler arası bilgi birikimini kombine etmişlerdir. Çalışmada büyük ölçekli lif üretimi çerçevesinde elektrospinning konusundaki gelişmeler ve alternatif lif oluşum metotları incelenirken geleneksel ve modern lif şekillendirme teknolojilerinin kapsamlı bir karşılaştırması sunulmuştur.

Yao ve ark. (2012) çok ince içi boş lif membranlarının hazırlanması için tek delikli düze aracılığıyla yeni bir faz değişimi eğrilmesi metodu üzerinde çalışmışlardır. Yağlı bir katkı maddesini delik oluşturucu ajan olarak polimer macunu çözeltisi içine önceden ilave eden araştırmacılar, hızlı çözücü tahliyesi ve faz ayırma işlemleri sırasında yağ harici çözeltili (pıhtılaştırıcı) olarak lifin merkezine doğru itmiş böylece içi boş lif membranını yağ uzaklaştırarak elde etmişlerdir (Şekil 2.14).

Na ve ark. (2012) poli(viniliden florid) (PVDF) / poli(vinil alkol) (PVA) mikro borucuklarının eş eksenli elektrospinning yöntemiyle üretimine yönelik özgün bir yaklaşım önermişlerdir. Metodolojinin mikro borucukların oluşumu ve ikincil aşınmaların azaltılması şeklinde iki amacı bulunmaktadır. İlk adımda PVDF ve etanol karıştırılmış PVA çözeltileri PVDF/PVA mikro borucukları şeklinde elektrospinning süreciyle oluşturulmuş ardından kalıntı çözücülerin uzaklaştırılması ve ikincil

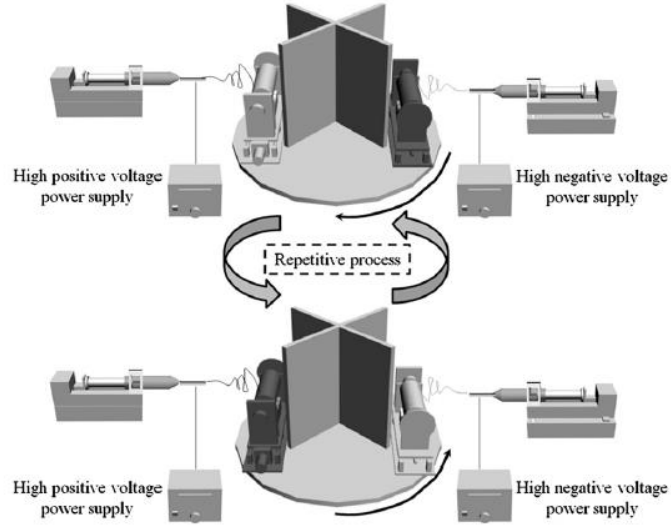
aşınmaların azaltılması amacıyla sudan geçirilmiştir. Çözücü aşındırması olmadığında elde edilen borucukların hem iç hem de dış yüzeyleri pürüzsüz bir yapı sergilemiştir. Araştırmacılar önerdikleri teknikte boru çapı ve et kalınlığının PVA akış hızı üzerinden kontrol edilebildiğini göstermişlerdir. Daha ince borucuklar daha yüksek akış hızında elde edilmiştir.



Şekil 2.14. a) Çok ince içi boş lif membranlarının ek delikli düze aracılığıyla faz değişimi eğrilmesi metodunun şematik gösterimi, b) İçi boş lif membranının faz ayırma süreciyle oluşumu (Yao ve ark. 2012)

Tong ve Wang (2013) klasik elektrospinning tekniğinin sadece iki boyutlu nano lif yüzeyleri sınırlı kalınlıkta üretebildiğine dikkat çekerek doku mühendisliği uygulama potansiyeli için üç boyutlu ve daha yüksek kalınlıkta yüzeylere ihtiyaç olduğunu vurgulamışlardır. Çalışmada büyük oranda gelişmiş kalınlığa sahip üç boyutlu nano lif doku çatısı konstrüksiyonu için, pozitif ve negatif voltaj elektrospinning işlemlerinin eşzamanlı olarak kullanıldığı, yeni geliştirilen bir teknik incelenmiştir. Bu işlemde eşzamanlı pozitif ve negatif voltaj elektrospinning esnasında karşıt yüklü liflerin havada birbirlerine doğru çekim veya yığılmalarına ilişkin problem, özel olarak tasarlanmış elektrospinning cihazı kullanımıyla (Şekil 2.15) önlenmiştir. Araştırmada polivinil alkol ve poli (D,L-laktik asit) malzemelerinden, hem yeni hem de klasik elektrospinning yöntemleri kullanılarak lifli doku çatıları üretilmiş ve karşılaştırılmıştır. Yeni teknikle her bir polimer için üç boyutlu doku çatılarının oluşturulması mümkün olurken aynı

sonuç klasik yöntemle elde edilememiştir. Araştırmacılar, nano lifli doku çatısının kalınlığına etkiyen kritik faktörleri polimer tipi, uygulanan gerilim ve doku çatısı üretim tekniği şeklinde vurgulamışlar ve üç boyutlu doku çatısı oluşumu için bir mekanizma önermişlerdir.



Şekil 2.15. Pozitif ve negatif gerilim elektrospinning tekniklerini simultane kullanan özel tasarlanmış cihazın şematik gösterimi (Tong ve Wang 2013)

Wang ve ark. (2013) yüksek kalitede nano liflerin büyük miktarda üretimine yönelik şerit dağıtımlı çözelti iletimi metodundan faydalanarak gelişmiş bir iğnesiz elektrospinning yöntemi uygulamışlardır. Burada polietilen oksit çözeltisi birkaç ayrı halka formunda alt alanlara dağıtılacak şekilde metal bir silindire kaplanmıştır. Bu dar polimer şerit kaplamalar Taylor konisinin yerini sınırlandırmakta ve elektriksel alanı uzunlamasına yönde düzenlemektedir. Araştırmacılar, bu konumsal sınırlandırmanın homojen nano lif oluşumunu sağladığını ve ipe dizili boncuk şeklindeki düzensizlik yapılarını azalttığını gözlemlemişlerdir. Ayrıca daraltılmış şerit kaplamaların, her şerit kaplama yüzeyinde yerel elektriksel alanı radyal yönde yoğunlaştırdığını ve sonuç olarak elektrospinning için gereken kritik gerilimi azalttığını bulmuşlardır.

Persano ve ark. (2013) polimer nano liflerin elektrospinning işlemi ve uygulamalarının endüstriyel olarak ölçeklendirilmesi ve seriye uyarlanması konusundaki çalışmaları ilişkin bir derleme yayınlamıştır. Elektrospinning süreciyle elde edilen nano lifler ve potansiyel uygulamalarla ilgili kapsamlı çalışmaları dikkat çeken araştırmacılar,

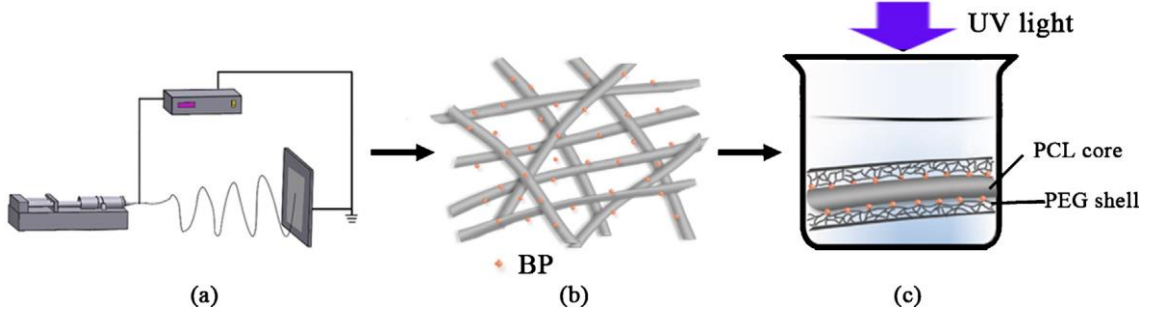
günümüzde elektrospinning ekipman ve teknolojik çözümlerinin yanı sıra elde edilen malzemelerin de ticarileşme konusunda hızla yol aldıklarını vurgulamışlardır. Çalışmada araştırmalar aracılığıyla geliştirilmiş, endüstriyel ölçekteki üretimde gerçekleştirilen nano liflerin verimliliği, doğruluğu ve işlevselliği açısından beklentileri karşılama ve seriye uyarılama konusunda perspektifler sunan önemli teknolojik yaklaşımlara odaklanılmıştır. Bu yaklaşımların piyasa tarafındaki önemli zorluklarıyla birlikte, teknolojik zayıflıkları ve güçlü yönleri hakkında eleştirel bir analiz de sunulmuştur.

Jiang ve ark. (2014) suda çözünen hassas biyo aktif ajanların kapsüllenmesi ve kontrollü salınımına yönelik eş eksenli elektrospinning yöntemlerine ilişkin bir derleme yayınlamışlardır. Bu kapsamda doku içinde kolajen üreten büyüme faktörü hücreleri, DNA ve canlı organizmaların çekirdek-kabuk yapısına sahip nano lifler içerisindeki çalışmaları temel almışlardır. Çalışmada eş eksenli elektrospinning metodunun kökenleri, güncel durumu ve hassas suda çözünen biyo aktif ajanların kontrollü salınımına ilişkin gelecekteki gelişim potansiyeli gözden geçirilmiştir.

Yu ve ark. (2014) kontrollü ilaç salınımına yönelik çekirdek-kabuk yapısına sahip poli(ϵ -kaprolakton) (PCL) / polietilen glikol (PEG) lifleri yeni bir kombine teknik yoluyla üretmişlerdir. Farklı kabuk kalınlıkları ile belirlenmiş lifler elde etmek amacıyla, çekirdek lifin üretimi için karışım elektrospinning, dış polimerik kabuğun üretimi için UV uyarımlı nakil (aşılama) polimerizasyonu süreçlerini kapsayan yeni bir metot (Şekil 2.16) kullanılan araştırmada hidrofilik bir ilaç olan salisilik asit, üretilen PCL/PEG çekirdek-kabuk liflere yüklenmiştir. Tipik bir çift fazlı salınım mekanizmasının gözlemlendiği liflerde sürekli salınım hızlarının PEG kabuk kalınlığı yoluyla doğrusal bir korelasyonla kontrol edildiği belirtilmiştir.

Krogstad ve Woodrow (2014) elektrospinning yoluyla elde edilmiş HIV-1'e karşı lokal vajinal ilaç iletimine yönelik tenofovir (TFV) içeren poli(vinil alkol) lif üretiminin seriye uyarılama potansiyelini değerlendirmişlerdir. Çalışmada TFV içeren liflerin seri üretimi için serbest yüzeyden tel kullanılan bir yaklaşıma sahip elektrospinning süreci

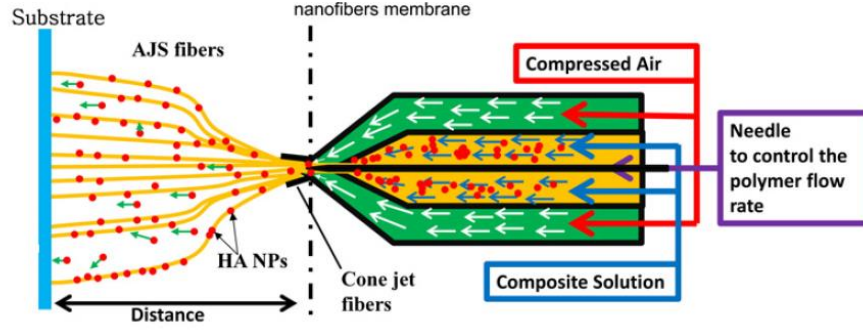
tanımlanmış ve çıktı olan bitmiş ürünlerin lif morfolojisi, ilacın kristallliği, ilaç yüklenmesi ve salınım kinetikleri gibi temel nitelikleri değerlendirilmiştir.



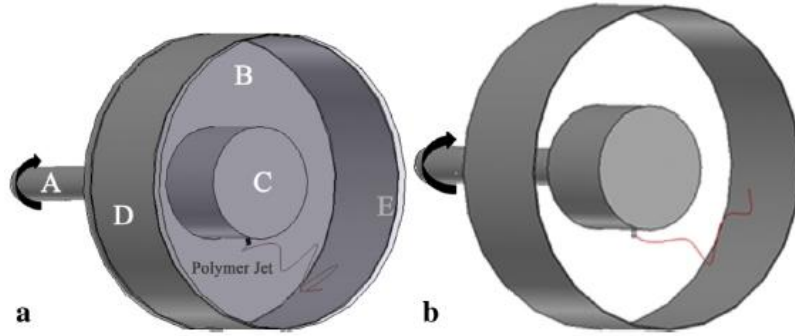
Şekil 2.16. Çekirdek-kabuk yapısına sahip PCL/PEG liflerin üretim sürecinin şematik gösterimi: (a) İlacın bulunduğu PCL çekirdek liflerinin karışım elektrospinning yöntemi, (b) PCL lif yüzeyinin benzofenon kaplanması, (c) PEG kabuğunun oluşturulması için UV uyarımlı nakil polimerizasyonu (Yu ve ark. 2014)

Virovska ve ark. (2014) biyolojik olarak uyumlu ve biyo bozunur bir polyester olan poli(L-laktit) (PLA) ve saf veya yüzeyi işlevsel hale getirilmiş nano boyutlu çinko oksitten (ZnO) dokuma olmayan tekstillerin tasarımı üzerine gerçekleştirdikleri bir çalışmada elektrospinning ve elektrospinning / elektro spreyleme süreçlerini karşılaştırmışlardır. Uyguladıkları yöntemlerin ilki PLA çözeltisi içine ZnO süspansiyonu katılarak elektrospinning işlemi, ikincisi ise PLA çözeltisinin elektrospinning işlemiyle eş zamanlı olarak ZnO süspansiyonunun düşük konsantrasyondaki PLA çözeltisine elektro spreyleme yöntemiyle uygulanmasıdır. Bu şekilde lif yüzeyi üzerinde toplanmış ZnO bulunan ve direkt olarak lif içeriğine yerleşmiş ZnO görülen farklı tasarımlara sahip hibrit malzemelerin üretiminin mümkün olduğu gösterilmiştir.

Abdal-hay ve ark. (2015) Titanyum implantların üzerine poli (vinil asetat) (PVAc) / hidroksiapatit (HA) kompozit nano liflerin birikimi için yeni, basit, tek adımlı hava jetli eğirme (air jet spinning, AJS) yaklaşımı (Şekil 2.17) uygulamışlardır. Sonuç olarak HA nano partiküllerinin (NPs) kinetik enerjileri arasındaki farklılıktan dolayı iki faz arasında güçlü kimyasal bağlarla sonuçlanacak şekilde tekil lif yüzeyi üzerinde gömülü oldukları belirtilmiştir. Çalışmada AJS membran kaplamasının Titanyum yüzeyinin korozyon dayanımını önemli ölçüde arttırdığı ispatlanmıştır.



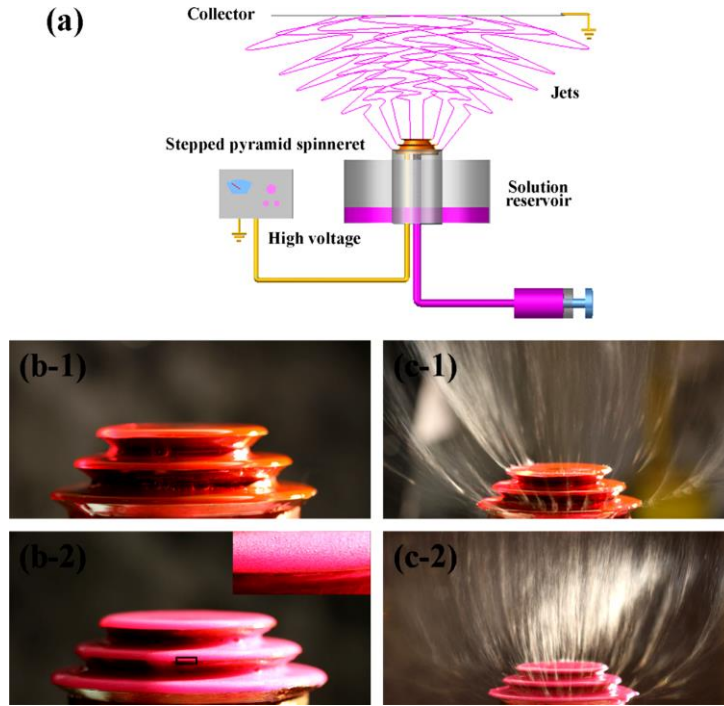
Şekil 2.17. AJS sürecinin şematik gösterimi (Abdal-hay ve ark. 2015'ten değiştirilerek alınmıştır)



Şekil 2.18. Hava sızdırmaz santrifüj eğirme sisteminin şematik gösterimi (a), dönen tahrik mili (A), şeffaf plaka (B), dönen silindirik hazne (C), dönen metalik silindirik toplayıcı (D), hareketli şeffaf kapı, santrifüj eğirme sisteminin şematik gösterimi (b) (Valipouri ve ark. 2015'ten değiştirilerek alınmıştır)

Valipouri ve ark. (2015) santrifüj eğirme sistemi vasıtasıyla döner bir düzeden çıkan izole edilmiş ve izole edilmemiş kıvrımlı sıvı jetleri arasında bir karşılaştırma sunmuşlardır. Santrifüj eğirme işleminde bir polimer çözeltisi, hızla dönen silindirik bir tamburun küçük düzesinden merkezkaç kuvveti yardımıyla itilmektedir. Bu şekilde ince lifler oluşmakta ve bir ağ-yapı biçiminde toplayıcı üzerinde birikmektedir. Santrifüj eğirme işleminin daha fazla saptırılmış jetlere sebep olan güçlü hava direnci ve çözücüyü hızlı buharlaştırması dolayısıyla daha kalın nano lifler oluşturması sorunlarına dikkat çeken araştırmacılar, santrifüj eğirmeyi dönen bir toplayıcıyla donatmış ve üretim sürecini başarıyla ortam hava akışından etkilenmeyecek şekilde düzenlemişlerdir (Şekil 2.18). Çalışmada santrifüj eğirme ve hava sızdırmaz santrifüj eğirme kullanılarak üretilmiş sıvı jetlerinin yörüngeleri arasında bir karşılaştırma yapılmış ve hava direnci sebebiyle izole edilmemiş sıvı jetlerinin izole sıvı jetlerine göre daha kıvrımlı olduğu belirtilmiştir. Navier-Stokes denklemlerinin önceden sunulan doğrusal olmayan bir

analizi gerçekleştirilmiş ve nümerik çözümler deneysel sonuçlarla karşılaştırılarak izole jetlerle modelin öngördüğü arasında oldukça iyi bir uyumun gözleendiği vurgulanmıştır.

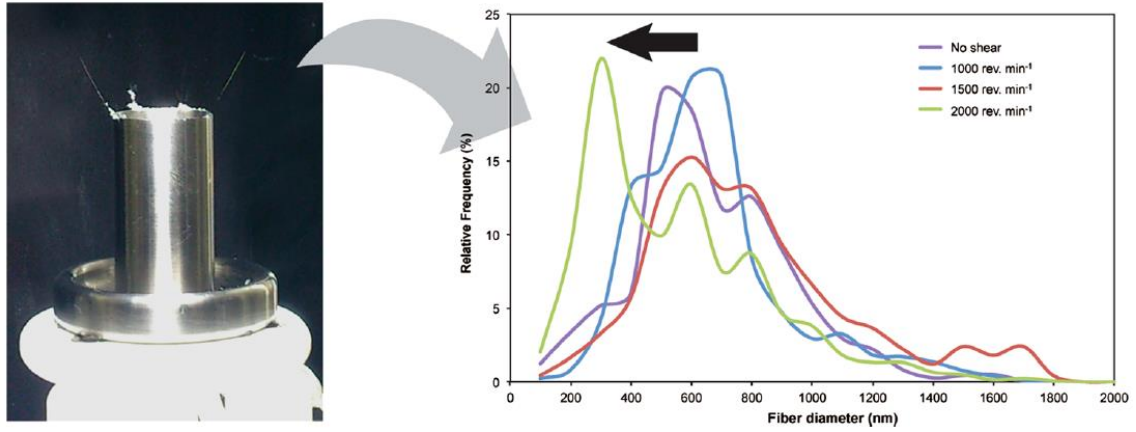


Şekil 2.19. (a) Kademeli piramit şeklindeki püskürtme düzesinin kullanıldığı elektrospinning aparatının şeması (b) Çözelti sistemi fotoğrafları: (b-1) Klasik çözelti sistemi, (b-2) Mikro kabarcık çözelti sistemi, resim üzerindeki ek, sistemin büyütülmüş görüntüsü. (c) Serbest yüzey elektrospinning sürecindeki çoklu jetlerin fotoğrafları: (c-1) Klasik çözelti sistemi, (c-2) Mikro kabarcık çözelti sistemi (Jiang ve ark. 2015)

Jiang ve ark. (2015) nano liflerin seri üretimi için, mikro kabarcık çözelti sistemine sahip, geliştirilmiş bir serbest yüzey elektrospinning süreci geliştirmişlerdir (Şekil 2.19). Serbest yüzeyden elektrospinningin klasik çözelti sistemiyle karşılaştırıldığında, kademeli piramit şeklindeki püskürtme düzesinin kenarlarında eş zamanlı olarak daha fazla jet oluştuğunu gözlemleyen araştırmacılar çap ve çap dağılımı olarak benzer kalitede nano lifler ürettiklerini belirtmişlerdir. Ayrıca kabarcık boyutunun nano liflerin çapına etkisinin deneysel olarak araştırıldığı çalışmada, daha küçük çaplı kabarcıkların daha düşük çaplarda nano lifler oluşturduğu sonucuna varılmıştır.

Biyolojik olarak türetilmiş malzemelerin yüksek viskozitesi sebebiyle elektrospinning işleminin problemlili olduğuna dikkat çeken LeCorre-Bordes ve ark. (2016), cihazın düze kısmını, 24 mm dış çapa sahip bir düze içinde dönen 20 mm uzunluğunda bir koniden

oluşturmuşlardır (Şekil 2.20). İşlem öncesinde çözeltiliye kesme kuvvetleri uygulayan bu parça, dakikada 2000 devire kadar ayarlanabilir dönme hızına sahiptir. Yerçekimine dayalı olan besleme sistemi, yüksek konsantrasyonlardaki PVA çözeltisiyle çalışılacağından bir pompa ile değiştirilmiştir. Konvansiyonel cihazlarda ağırlıkça %16,8 konsantrasyona sahip PVA çözeltisinden şerit benzeri lifler elde edilebilirken, yeni düze tasarımıyla %30 konsantrasyondaki PVA çözeltisinden yuvarlak kesitli ince lifler elde edilebilmiştir.



Şekil 2.20. Yeni geliştirilen düze sistemi ve konik bölümün farklı devir hızlarında elde edilen lif çapları (LeCorre-Bordes ve ark. 2016)

Rasel ve Rizvi (2017) liflerin üretimi için elektrik bağlantısı açılıp kapatılabilen çoklu elektrotların kullanıldığı yenilikçi bir kurulum üzerinde çalışmışlardır. Geliştirdikleri cihazda bitişik elektrotlar arasındaki aktivasyon süresini ve geçiş sırasını kontrol ederek, elektriksel alanı ve dolayısıyla yük taşıyan lifleri farklı konumlara yönlendirebilmişlerdir. Lifler rastgele, hizalanmış veya çok yönlü şablonlar içerecek şekilde kontrollü olarak toplanabilmiştir.

Shepherd ve ark. (2017) konvansiyonel elektrospinning cihazlarında oluşan çözelti jetinin hız ve kararlılığının kontrol edilemediğine dikkat çekerek daldırma elektrospinning cihazı önermişlerdir. Çalışmada toplayıcı yerine düze topraklanarak, kloroform / mineral yağ karışımı bir sıvı içerisine daldırılmış olan toplayıcı elektrotlara kontrollü şekilde yüksek voltaj uygulanmıştır. Oluşan çözelti jeti, toplayıcı elektrotlara

uygulanan gerilim değeriyle de bağlantılı olarak, içerisinden geçtiği sıvının sürtünme kuvveti dolayısıyla kararsızlık bölgelerine girmeden toplayıcılara ulaşabilmiştir.

2.2. Malzeme

Elektrospinning süreci kullanılarak çok çeşitli sentetik ve doğal polimer türleriyle, ipek gibi doğal malzemelerle, farklı amaçlar doğrultusunda araştırmalar yapılmıştır. Buchko ve ark. (1999) biyolojik fibronektin işlevselliğine sahip -fibronektinin görevi hücrelerin matrise bağlanmasını sağlamaktır- ipek benzeri polimerden implante edilebilir biyolojik uyumlu ince filmler oluşturmak için elektrospinning sürecini kullanmıştır. Bu ince filmlerin merkezi sinir sistemine yerleştirilmek üzere tasarlanmış olan protez cihazların üzerine, elektrospinning süreci yardımıyla kaplanmasını sağlayan araştırmacılar cihazların insan vücuduna entegrasyonunu hedeflemiştir. Araştırmada elektrospinning süreciyle gözenekli ince filmlerin yapısal değişiminin ve morfolojisinin kontrol edilebileceği ve bu şekilde biyolojik uyumluluğun arttırılabileceği sonucuna varılmıştır.

Huang ve ark. (2000) elastin taklidi (elastin-mimetik) peptid polimerleri sentezlemiş ve elektrospinning yöntemiyle ürettikleri düşük çaplı liflerin ve yüzeylerin morfolojik özelliklerini karakterize etmişlerdir. Çalışmalarının sonucunda 200-3000 nm arasında değişen çaplara ve boncuklu lifler, ince ipler ve geniş şerit benzeri morfolojik yapılar sahip lif ağlarını proses parametrelerini değiştirerek elde etmişlerdir. Fennessey ve Farris (2004) tek yönlü hizalanmış, yapısal olarak yönelimli ve mekanik açıdan kullanışlı nano ölçekte çaplara sahip karbon prekürsör lifler hazırlamak amacıyla elektrospinning tekniğini optimize etmişlerdir. Uyguladıkları teknikle hizalanmış ve moleküler yönelimli poliakrilonitril (PAN) nano lif üretmiş ve bu liflerle hazırladıkları bükülmüş iplerin mekanik davranışlarını incelemişlerdir. Araştırmacılar 1,1 – 16,8° arasında değişen büküm açılarıyla oluşturdukları bükülmüş iplerde, artan büküm açısının mekanik dayanımı arttırdığı sonucuna ulaşmışlardır.

Zarkoob ve ark. (2004) *Bombyx mori* (ipek böceği) ve *Nephila clavipes* (kuzey ve güney Amerika kıtalarına özgü bir örümcek türü) doğal ipeklerinin heksafloro 2 propanol çözeltilerinden nano boyutta lifler üretmişlerdir. Elektrospinning yoluyla elde

ettikleri lifleri optik, taramalı elektron ve geçişli elektron mikroskoplarıyla gözlemleyen araştırmacılar liflerin optik geciktirme etkisi gösterdiğini, dairesel bir kesite sahip olduğunu ve 280°C (N. clavipes) ve 245°C (B. mori) azot ortamda termal açıdan kararlı olduklarını bulgulamışlardır. Ürettikleri liflerin çapları yaklaşık 6,5-200 nm aralığıyla birçok ipek böceği ve örümcek türünün eğirdiği ipeklere göre daha düşük bir boyuttadır. Tavlanmış liflerin elektron kırınım desenleri, doğal olarak eğrilmiş ipeklerle karşılaştırılabilir yönelim ve kristalin düzeni gösteren difraksiyon pikleri sergilemiştir.

Zhang ve ark. (2005) elektrospinning polivinil alkol (PVA) matların morfolojisi üzerinde çalışmışlardır. %6-8 konsantrasyona sahip sulu PVA çözeltilerinden elektrospinning yöntemiyle hazırladıkları matların lif morfolojilerini taramalı elektron mikroskobu altında gözlemiş ve elektriksel voltaj, tip-toplayıcı mesafesi ve akış hızı dahil olmak üzere cihaz parametrelerinin ve konsantrasyon gibi çözelti parametrelerinin elektrospinning PVA liflerinin morfolojisi üzerindeki etkilerini değerlendirmişlerdir. Sonuçlar, %98 gibi yüksek hidroliz derecesine (DH) sahip PVA kullanıldığında tip-toplayıcı mesafesinin lif morfolojisi üzerinde önemli bir etki sergilemediğini, ancak çözelti akış hızının değiştirilmesiyle morfolojik yapının biraz değiştirilebileceğini göstermiştir. 10kV'un üzerindeki yüksek voltajlarda elektrospinning PVA liflerinin geniş bir çap dağılımı sergilediği, artan çözelti konsantrasyonu ile morfolojinin boncuklu liflerden düzgün liflere doğru değiştiği ve ortalama lif çapının $87 \pm 14\text{nm}$ 'den $246 \pm 50\text{nm}$ 'ye arttırılabildiği elde edilen diğer bulgulardır. Aynı zamanda sodyum klorür ve etanol ilavelerinin, farklı çözelti iletkenliği, yüzey gerilimi ve viskoziteden dolayı elektrospinning PVA liflerinin morfolojisi ve lif çapı üzerinde önemli etkileri olduğu belirtilmiştir.

Son ve ark. (2005) pH'nın poli(vinil alkol) (PVA) liflerin çapı ve morfolojisine olan etkisini incelemek amacıyla 2,0'dan 12,9'a kadar değişen pH değerlerine sahip, ağırlıkça %7'lik PVA çözeltisini elektrospinning işlemine tabi tutmuşlardır. Çalışmada 7,2 pH değerinde elektrospinning yapılan PVA liflerinin ortalama çapı 290 nm olarak elde edilmiştir. Çalışmanın sonucunda PVA çözeltisinin elektrospinning işleminin sürekli halde olmamasına ve PVA'nın asidik koşullar altında protonlanması sebebiyle boncuk dizisi yapılarına sahip PVA lifler elde edilmesine karşın, temel koşullar altında

PH deęerinin arttırılmasıyla elektrospinning PVA liflerinin daha döz ve daha ince olduęu belirtilmiřtir.

Shenoy ve ark. (2005) fiziksel jelleřme yeteneęine sahip polimer çözeltileri için elektrospinning yoluyla lif oluřunu arařtırmıřlardır. Çalıřmada termik-tersinir kavřakların ve zincir dolařıklıęı birleřiminin jelleřme eřięi yakınında, sıvı jeti kararlılıęına ve mikro/nano lifleri oluřturan kılcal (kapiler) kuvvetlerin üstesinden gelmeye yardımcı olduęu gösterilmiřtir. Polivinil alkol/su ve polivinil klorid/THF (tetrahidrofuran) çözeltileri için polimer konsantrasyonu ve moleküler aęırlıęın yanında soęutma süresi ve çözünme sıcaklıęının etkisi net bir řekilde ortaya konulmuřtur. Son olarak çözücü kalitesi, zincir dolařıklıęı ve polivinil klorid lif oluřumu arasındaki iliřkiler kesin olarak açıklanmıřtır.

Piperno ve ark. (2006) farklı konsantrasyonlardaki polimetil metakrilat (PMMA) / aseton çözeltilerinden bir dizi nano lif üretimi gerçekleřtirerek morfoloji ve kimyasal kompozisyonlarını elektron mikroskobu, atomik kuvvet mikroskobu ve X-ıřını foto-elektron spektroskopisi kullanarak incelemiřlerdir. Çalıřmalarının sonucunda PMMA konsantrasyonunun nano lif morfolojisinde belirleyici olduęunu ve artan konsantrasyonun boncuk řeklindeki yapıların yok olmasına ve homojenlięin artmasına yol açtıęını, ancak bunun yanında lif çapının da artmasına sebep olduęunu belirtmiřlerdir.

Hong ve ark. (2006) poli(vinil alkol) (PVA)'den tek tabaka makro gözenekli filmler ve lifli aęlar hazırlamak için kullanılabilecek bir elektrospinning teknięi önermiřlerdir. Arařtırmacılar bu teknikle elde edilmiř yapıların elektrospinning süreci kullanılarak geliřtirilmesinde önemli bir unsur olarak düze ucu ile toplayıcı arasındaki mesafenin (L) kısaltılmasının önemine dikkat çekmiř ve bunun, toplayıcı üzerinde biriken ıslak liflerin keřiřim noktalarında (kavřak bölgelerinde) baę oluřturmasıyla sonuçlandıęını vurgulamıřlardır. Çalıřmada elektrospinning PVA yapılarının morfolojisi ve ortalama gözenek boyutu aęırlıklı olarak L ve ıslak liflerin toplayıcı üzerine toplanma süresi aracılıęıyla kontrol edilmiřtir. Ek olarak deneysel sonuçlar, PVA konsantrasyonunun arttırılması veya uygulanan gerilimin düşürülmesinin ortalama gözenek boyutunu az miktarda azalttıęını göstermiřtir. Bundan bařka, PVA elektrospinning yüzeyine 60°C'de

saf etanol emdirilmesiyle ürünün 1 ay boyunca suda çözünmeye karşı stabilize olması sağlanmıştır. Diferansiyel tarama kalorimetrisi (differential scanning calorimetry, DSC) yoluyla 60°C’de etanol emdirilmesinin PVA yüzeyinin kristallik derecesini geliştirmiş olduğu gösterilmiştir.

Guimard ve ark. (2007) iletken polimerlerin biyo tıp alanındaki kullanımlarına ilişkin bir derleme çalışması yayınlamışlardır. Çalışmada biyo medikal uygulamalara özgü ihtiyaç duyulan iletken polimer özellikleri ve bu özellikleri sağlaması için nasıl optimize edildikleri konularında bilgiler verilmiştir. Öncelikle iletken polimerlerin türleri, belirgin özellikleri ve sentezleme yöntemlerinin derlendiği yayında biyosensör, doku mühendisliği ve sinir problemleri gibi uygulamalarda kullanımlarına yönelik modifikasyon yöntemleriyle ilgili özel bilgiler sunulmuştur. Özellikle iletken polimerlerin elektriksel iletiminin hücreleri etkileyen mekanizmalarıyla ilgili pek çok yanıtlanmamış soru olduğuna dikkat çeken araştırmacılar, bu tür polimerlerin biyomedikal alanda önemli bir etki göstermesine yönelik hâlihazırda ilgi çekici kanıtların var olduğunu belirtmişlerdir.

Diğer bir derleme çalışmasında Kuchibhatla ve ark. (2007) nano lifleri de kapsayan tek boyutlu nano yapıların (ODNS, one dimensional nanostructures) sentez ve özelliklerinin ardındaki bilimsel odak noktası olarak almışlardır. Üretim cihazlarının sadece ilgili alandaki bazı zorlukların açıklanmasında kısmen ele alındığı çalışmada, ODNS’lerin oluşturulmasına yönelik buhar sıvı katı (VLS; vapor liquid solid), şablon temelli ve elektrokimyasal kaynaklı büyüme gibi çeşitli yöntemlerinin olası mekanizmaları detaylı olarak tartışılmıştır. Elektron mikroskobu analizinin benzersiz yapısal özelliklerin belirlenmesinde özel odak noktası olarak alındığı derleme, hızla gelişen bu alandaki güncel araştırmaları ve çevre ve toksikoloji etkilerini tartışarak sonuçlandırılmıştır.

Kenawy ve ark. (2007) steroid olmayan anti-enflamatuar ilaç (NSAID) olarak ketoprofenin iletimi için yeni sistemler geliştirmişlerdir. Çalışmada ilaç iletim sistemi olarak, kısmen veya tamamen hidrolize poli(vinil alkol)’den (PVA) yapılmış ketoprofen içeren yeni elektrospinning lifler geliştirilmiştir. Ayrıca elektrospinning PVA lifler, bir alkol türü olan metanol ile işlenerek suda dağılmaya karşı stabilize edilmişlerdir. Elektrospinning liflerden ketoprofenin serbest bırakılması oda sıcaklığında (20°C) ve

vücut sıcaklığında (37°C) UV spektrofotometre ile belirlenmiştir. Çalışmada elde edilen sonuçlarla PVA'nın alkol ile işlenmesinden sonra patlama (burst) şeklindeki ilaç salınımının elimine olduğu gösterilmiştir.

Zhang ve ark. (2007) poli(fenilen vinilen) (PPV) nano liflerin, 180°C'de N₂ atmosferi altında tavllanmış PPV öncül alkol çözeltisinin elektrospinning işlemi yoluyla hazırlanmasına yönelik basit bir metot bulmuşlardır. Araştırmacıların elde ettiği nano lifler, optik ve elektronik cihazlarda potansiyel uygulamalara sahip olacak şekilde çap olarak standart ve desimetre büyüklüğünde uzundurlar ve bozunma direncine sahiptirler. Morfolojinin, PPV öncül çözeltisinin sulu poli(vinil alkol) (PVA) çözeltisiyle karışımı yoluyla daha iyi kontrol edilebildiği belirtilen çalışmada PPV/PVA nano liflerin floresan spektrumunun kayda değer bir mavi kayma sergilediği gösterilmiştir.

Wang ve Hsieh (2008) polivinil alkol nano lifli membran içinde lipaz enziminin durağanlaştırılması (immobilizasyonu) konusunda çalışmışlardır. Bir maya türü olan candida rugosadan elde edilen lipaz enzimini, sulu lipaz ve polivinil alkol karışımlarının elektrospinning işleminden elde ettikleri 100-500 nm çaplı lifler içinde başarılı bir şekilde immobilize etmişlerdir. Life bağlanmış lipazın katalitik aktivitesinin ham enzimle aynı olduğunu gözlemleyen araştırmacılar, termal davranışlar ve enzim aktiviteleri açısından lipaz protein moleküllerinin yarı-kristal PVA matrisi arasında dağılmış olduğunu göstermişlerdir. Araştırmada lipaz yüklenmiş çift bileşenli lifler, artan sıcaklıklar ve neme maruz kalma sonrasında ham enzimden çok daha üstün aktivite gösterdiği belirtilmiştir.

Pillai ve ark. (2009) yayınladıkları derleme çalışmasında kitin ve kitosan polimerlerinin kimyasal yapısı, çözünme özellikleri ve lif oluşumu konusundaki çalışmaları özetlemişlerdir. Kitin ve kitosan biyolojik polimerlerinin kimyasal ve mekanik bazı değişikliklerle yeni özellikler geliştirmek için mükemmel yapısal imkânları olduğunu vurgulayan araştırmacılar, çözünme ve izlenebilirlik konusundaki problemlerin çözümüne yönelik farklı çalışmaları, kimyasal ve polimer yapısı açısından avantaj ve dezavantajlarını vurgulayarak ele almışlardır.

Bir diğerk derleme alıřmasında Bolto ve ark. (2009) apraz baėlanmıř poli(vinil alkol) membranlar konusundaki literatürü gözden geirmişlerdir. ok sayıda reaktifin araştırılmıř olduėuna dikkat eken arařtırmacılar, glutaraldehitin formaldehit veya glisidil akrilattan daha efektif bir apraz baėlama ajanı olduėunu ve ısıtma yoluyla kristallinitenin arttırılmasına göre daha etkin sonuç verdiėini belirtmişlerdir. Diėer apraz baėlama ajanlarının da gözden geirildiėi alıřmada mevcut ve potansiyel uygulamalardan söz edilmektedir.

Woodruff ve Hutmacher (2010) yetmişli ve seksenli yıllarda biyolojik malzeme ve ila iletim uygulamalarında yoğun olarak kullanılan, fakat daha hızlı emilebilir polimerler tarafından popülerliėi azaltılmıř olan polikaprolaktonun (PCL) biyolojik malzeme alanına geri dönüşüne iliřkin bir derleme alıřması yayınlamışlardır. Muadillerine göre daha kolay üretilebilen ve implant ve cihazların üretimine yönelik daha kolay deėiřtirebilen yapısına dikkat eken arařtırmacılar, tıbbi cihazlar, ila iletimi ve doku mühendisliėi konularında yeniden dikkati eken PCL'nin uygulamaları ve avantajlarını özetlemişlerdir.

Puppi ve ark. (2010) yayınladıkları derleme alıřmasıyla disiplinler arası bir alan olan doku mühendisliėindeki son gelişmeleri özellikle kemik ve kıkırdak dokularıyla ilgili arařtırmaları, yeni doku büyümesini destekleyen ve kılavuzluk eden doku atısı yapılarının tasarımı, sentezi, deėerlendirilmesi ve karakterizasyonuna yönelik olarak özetlemişlerdir. Doku atısı destekli doku mühendisliėi yaklaşımını, biyo bozunur polimerlerin yaygın olarak kullanılan ve dikkate deėer sonuçlar veren doėal veya sentetik türlerini kapsayacak řekilde ele alan arařtırmacılar, malzeme yapısı ve özellikleri arasındaki iliřkileri, doku atısı mimarisinde oynadıkları rolleri vurgulayarak deėerlendirmişlerdir.

Islam ve Karim (2010) 100/0, 80/20 ve 60/40 hacim oranlarındaki sulu poli(vinil alkol) (PVA) (aėırlıka %10) / alginat (Alg) (aėırlıka %2) özeltilerinin karıřım sisteminden, elektrospinning metodu kullanarak PVA / Alg nano lifleri hazırlamışlardır. PVA ve Alg arasında muhtemelen hidrojen baėlarının neden olduėu iyi etkileşimler bulunduėunu gözlemleyen arařtırmacılar, karıřım liflerinde daha yüksek Alg yüzdesi ile 350°C'nin

üzerinde bozulma başlangıç sıcaklığı belirleyerek yüksek bir termal kararlılık elde etmişlerdir. Ayrıca karışım lifleri PVA lifleriyle kıyaslayarak Alg ilavesinin mekanik özelliklerin iyileşmesine olan katkılarını ortaya koymuşlardır.

Asran ve ark. (2010) polivinil alkol (PVA) nano lifleri, PVA/tip I kolajen (Col) ve bunların hidroksiapatit nano partiküllerle (n-HAp) kompozitlerini elektrospinning tekniğiyle hazırlamışlardır. Kompozit nano lifli membranların detaylı analize tabi tutulduğu çalışmada morfolojik araştırmalar, oluşturulan nano liflerin (NFs) sadece PVA için ~160 nm, PVA/n-Hap için ~176 nm, PVA/Col için ~245 nm ve PVA/Col/n-HAp için ~320 nm ortalama çaplara sahip homojen bir morfolojisi olduğunu göstermiştir. Çok sayıda HAp nano çubuğun elektrospinning PVA ve/veya PVA/Col nano liflerin uzunlamasına yönüne göre tercihen paralel yönlendirildikleri gözlemlenen çalışmada, FTIR ve termal analiz PVA/Col/n-Hap molekülleri arasında güçlü moleküller arası hidrojen bağları olduğunu göstermiştir. Mekanik karakterizasyonları PVA/Col nano lif matrisindeki ağırlıkça %5 n-HAp içeriğinin, elde edilen biyo kompozit nano lifli doku çatısının rijitliğini önemli ölçüde geliştirebileceğini ortaya koymuştur.

Yun ve ark. (2011) elektro-duyarlı bir transdermal ilaç iletim sistemini poli(vinil alkol) / poli(akrilik asit) / çok cidarlı karbon nano tüp (multi-walled carbon nanotubes (MWCNTs)) nano kompozitlerinin elektrospinning işlemi yoluyla hazırlamışlardır. MWCNT'lerin yüzey modifikasyonunu, hidrofobik MWCNT'lerin üzerine fonksiyonel gruplar eklenmesi için oksiflorinasyon yoluyla gerçekleştirmişlerdir. Oksiflorinasyon ile MWCNT'lerin dağılımı ve polimer matrisler ile uyumluluğu iyileştirilmiştir. Nano liflerin şişme ve ilaç serbest bırakma karakteristiklerinde MWCNT içeriği ve oksiflorinasyon koşullarının önemli rol oynadığını belirten araştırmacılar, nano liflerin iletkenliğini, MWCNT içeriğini arttırarak ve oksiflorinasyon işleminde daha yüksek miktarda oksijen kullanarak arttırmışlardır. Çalışmanın sonucunda oksiflorine edilmiş MWCNT'lerin nano lifler içindeki düzgün dağılımının, nano liflerin elektro-duyarlı şişme ve ilaç serbest bırakma davranışı açısından çok önemli olduğu sonucuna varılmıştır.

Nirmala ve ark. (2011) elektrospinning prosesi yoluyla baicalein karışımı poli(vinil alkol) (PVA) kompozit çok fonksiyonlu nano liflerinin hazırlanması ve karakterizasyonları konusunda çalışmışlardır. PVA içine, biyolojik uyumluluk özelliklerinin geliştirilmesi amacıyla kompozit nano lifler hazırlamak üzere baicalein karıştıran araştırmacılar PVA/baicalein kompozit nano liflerin morfoloji, yapı ve termal özelliklerini incelemişlerdir. SEM görüntüleri kompozit nano liflerin iyi yönelimli olduğunu ve baicaleinin iyi şekilde birleştiğini ortaya koymuştur. Karakterizasyon çalışmalarıyla istikrarlı yapıya sahip PVA/baicalein kompozit nano liflerin çeşitli bağ gruplarını gözlemleyen araştırmacılar, kompozit nano liflerin içindeki baicalein içeriğinin artmasıyla başlangıç bozunma sıcaklığının azaldığını ortaya çıkarmışlardır. PVA/baicalein kompozit nano liflerin bakterisit aktivitesinin de araştırıldığı çalışmada bu liflerin birçok teknolojik uygulama için umut verici aday malzemeler olarak kullanılabileceği gösterilmiştir.

Moreno ve ark. (2011) eş eksenli elektrospinning tekniği kullanarak elde ettikleri poli(vinil alkol) (PVA) nano liflerinden laktat dehidrogenazın (LDH, EC 1.1.1.27) sürekli salınımını başarıyla sağlamışlardır. Nano liflerde kapsüllenmiş enzimin varlığını kızılötesi spektroskopisi (FTIR) ve X-ışını foto elektron spektroskopisi yoluyla doğrulayan araştırmacılar, nano liflerin morfoloji ve çaplarının değerlendirilmesi için taramalı elektron mikroskobu (SEM) kullanmışlardır. Çalışmanın sonucunda elde edilen yapıda, kapsüllenmiş LDH enzimlerinin çoğu 1 aylık bir süre içinde PVA nano liflerden sürekli bir şekilde serbest bırakılmıştır.

Nataraj ve ark. (2012) iyi seviyedeki kararlılık ve mekanik özellikleriyle tanınan ve karbon nano liflerin (CNFs) üretiminde yaygın olarak kullanılan poliakrilonitril (PAN) temelli nano liflerle ilgili bir derleme çalışması yaparak tekniğin mevcut seviyesini ortaya koymuşlardır. Çalışmada, PAN homo polimer veya bunun modifiye edilmiş öncüllerinin, kopolimerler, karışımlar ve çeşitli kompozitlerinin CNFs üretiminde kullanılan farklı kombinasyonları sunulmaktadır. Yayında ayrıca PAN'ın çeşitli modifikasyonları ve farklı bilimsel ve teknolojik alanlardaki uygulama perspektifleri üzerinde durulmaktadır.

Benzer şekilde Elsabee ve ark. (2012) kitosan tabanlı nano liflerle ilgili bir derleme çalışması sunmuşlardır. Kitin ve kitosanın doğal polimerler olup biyo medikal, biyolojik ve çok sayıda endüstriyel alanda kullanılabilme potansiyeline dikkati çeken araştırmacılar, elektrospinning ile eğrilebilirliği düşük olan bu polimerlerden farklı araştırmacılar tarafından çeşitli çözücüler kullanılarak nano lif üretildiğini vurgulamışlardır. Özellikle bu polimerlerin farklı polimerlerle karışımları ve çözünebilir türevleri olan dibutiril ve karboksimetil kitinin elektrospinning işlemi konusuna odaklanılan çalışmada kitosanın da türevlerine ve karışımlarına ilişkin araştırmalara yer verilmiştir.

Won ve ark. (2012) elektrospinning prosesi kullanarak sığır serum albümini (bovine serum albumin, BSA) karıştırılmış poli(vinil alkol) (PVA) kompozit nano liflerinin çekirdek-kabuk yapısının hazırlanması ve karakterizasyonu konusunda çalışmışlardır. Çekirdek-kabuk yapıdaki nano lifler homojen BSA (kabuk) ve PVA (çekirdek) çözeltisinden elektrospinning yoluyla elde edilmiştir. Araştırmada sonuç ürünün morfolojisi, kimyasal kompozisyonu, yapısı ve termal özellikleri karakterize edilmiştir. PVA ve BSA'nın karışım oranı, BSA'nın moleküler ağırlığı ve elektrospinning prosesinde uygulanan voltaj, çekirdek-kabuk nano lif yapısının oluşumunda kilit etki faktörleri olarak gözlenmiştir. Araştırmacılar tarafından deneysel bulgulara dayanılarak PVA-BSA karışım kompozitlerin çekirdek-kabuk nano lif yapısı oluşumu için olası fiziksel bir mekanizma önerilmiştir.

Cho ve ark. (2012) çapları 100-300 nm aralığındaki iletken polivinil alkol (PVA) nano liflerini sulu poli(3,4-etilendioksitiyofen) poli(stiren sülfonat) (PEDOT:PSS) dispersiyonu içerisinde çözülmüş PVA polimerinin elektrospinningi yoluyla üretmişlerdir. Çalışmada suda çözünmeyen iletken PVA nano lifleri, elektrospinning esnasında PVA polimerinin kimyasal bir çapraz bağlama ajanı olan glutaraldehit (GA) kullanılarak yerinde çapraz bağlanması sayesinde elde edilmiştir. Çapraz bağlanmış iletken nano lifler, su içinde ıslatıldıktan sonra lif morfolojisini korumuş ve yüksek iletkenlik sergilemiştir ($4-8 \text{ S m}^{-1}$). Hem iletken hem de sürekli negatif yüzey yüküne sahip PVA nano lifleri oluşturmak için çözeltiye poli(metil vinil eter-alt-maleik anhidrid) (PVMA) polimeri eklenmiştir. Araştırmacılar, negatif yüklenmiş yüzeyleri

olan veya olmayan organik iletken PVA nano liflerinin potansiyel olarak biyolojik ve kimyasal numunelere yönelik yüksek hassasiyetli, gerçek zamanlı, elektriksel tabanlı sensörlerin oluşturulmasında ve radyasyon tespitine yönelik kullanılabilceğini belirtmişlerdir.

Elektrospinning prosesi kullanılarak poli (vinil alkol)den (PVA) hazırlanan nano liflerin olağanüstü özellikleri ve biyotıp alanına uygulanabilirliği sebebiyle yenilikçi hazırlama ile birleştiğinde son on yılda büyük ilgi topladığına dikkati çeken Rošic ve ark. (2013) ancak elektrospinning sürecinin başarısının kaynak polimer çözeltisinin parametrelerine kuvvetle bağlı olduğunu belirtmişlerdir. Yaptıkları araştırmada ağırlık, yığının geniş kapsamlı incelemesi ve PVA çözeltilerinin yüzeyler arası reolojisinin yanı sıra küçük açılı X-ışını saçılması (the small-angle X-ray scattering, SAXS) üzerinde çalışmışlardır. Ayrıntılı bir analizin ortaya koyduğu polimer konsantrasyonuna bağlı olarak çözeltilerde moleküllerin yeniden düzenlenmeleri; ölçülen yüzey gerilimi, belirlenmiş görünür özgül hacim ve dönme yarıçapı yoluyla kanıtlanmıştır. Çalışmada ayrıca düzgün liflerin sadece uygulanan elektriksel alanın yönünde yönlendirilebilen, elektrospinning sırasında polimerin tümüyle uzamasını sağlayan sağlam ve uygun iç polimer yapılarının bulunduğu PVA çözeltilerinden oluşturulduğu bulunmuştur. Bulguların elektrospinning için çözeltilerin fiziksel özelliklerinin yanı sıra bunların nano liflerin oluşumundaki belirleyici etkileri konusunda daha iyi bir bakış sağladığı vurgulanmıştır.

Farklı malzeme ve uygulama alanları konusunda çok sayıda derleme çalışması yayınlanmıştır: Selüloz asetatın (CA) emici çocuk bezlerinden membran filtrelerine kadar oldukça geniş spektrumda tercih edilen bir malzeme olduğunu vurgulayan Konwarh ve ark. (2013a) elektrospinningin CA da dahil olmak üzere polimerik malzemelere sayısız uygulama alanı kattığını belirterek CA nano liflerinin son beş yıl içerisindeki mevcut durumunu ve biyo teknolojik uygulamalar yelpazesini gözden geçirmişlerdir. Bosworth ve ark. (2013) ise hidrojeller le eşleştirilmiş elektrospinning lifler içeren kompozitlerin son teknolojik durumunu gözden geçirdikleri bir derleme yayınlamışlardır. Spesifik doku mühendisliğine yönelik uyarlanmış doku çatıları ve biyolojik malzeme uygulamaları konusundaki araştırmaların genellikle kendi

sınırlamaları tarafından engellendiğine dikkat çeken araştırmacılar, elektrospinning lif ve hidrojellerin ihmal edilebilir hücresel sızıntı ve zayıf mekanik özelliklerinden dolayı klinik kullanımının sınırlı kaldığını belirtmişlerdir. Bu eksikliklerin üstesinden gelmek amacıyla kompozit yapıların araştırıldığı farklı çalışmaların, çeşitli metodolojilerin, kompozit yapılarla ilgili mevcut yaklaşımların ve hedeflenen uygulamaların derlendiği yayında elektrospinning lif ve hidrojellerden oluşturulan yapıların tedavi edici kullanım potansiyelleri üzerinde durulmuştur. Diğer bir derleme çalışmasında Feng ve ark. (2013) içi boş polimerik lif membranlarının hazırlanması, karakterizasyonu ve uygulamalarında son on iki yılda yaşanan gelişmeleri gözden geçirmişlerdir. Yayında özellikle membranların karakterizasyonunda atomik kuvvet mikroskobu kullanımı, gaz ayrımı için yeni geliştirilmiş içi boş lif membranları, yüksek performanslı içi boş liflerin üretimi için ortaya koyulan yeni polimer ve teknikleri, çok sayıda poliviniliden florid (PVDF) bazlı membranlar, elektrospinning esnasında polimer moleküllerinin yönlenmesi ile ilgili araştırmalar özetlenmiştir. Yine bir derleme çalışmasında Agarwal ve ark. (2013) polimerlerin elektrospinning işlemiyle fonksiyonel malzemelere dönüşümüne yönelik, sadece hazırlık aşamalarını değil aynı zamanda nano liflerin özellikleri, fonksiyonları ve potansiyel uygulamalarını ele almışlardır. Teknik uygulamalarda ihtiyaç duyulduğu şekliyle bu tür malzemelerden oluşan nano liflerin günümüzde özel yapısal özellikler göstermesi için son derece kontrollü bir şekilde tasarlanabildiği belirtilmiştir. Bu özellikler arasında morfoloji, yüzey topolojisi, tek boyutlu yapılara uygun ve özgün manyetik, optik, elektronik, sensorik ve katalitik fonksiyonlar mevcuttur. Araştırmacılar diğer uygulama alanlarının yanında yakıt hücreleri, lityum iyon piller, güneş pili, elektronik sensörler ve fotokatalizörler gibi alanlarda bu tür fonksiyonel nano liflerden yararlanılması ile önemli gelişmeler elde edildiğini belirtmişlerdir. Yayında halen önemli bir hedefin mikrometre boyutundaki elektronik cihazlara fonksiyonel nano liflerin dâhil edilmesi ve hatta bu tür cihazların tamamen nano liflerden yapılması olduğu vurgulanmıştır.

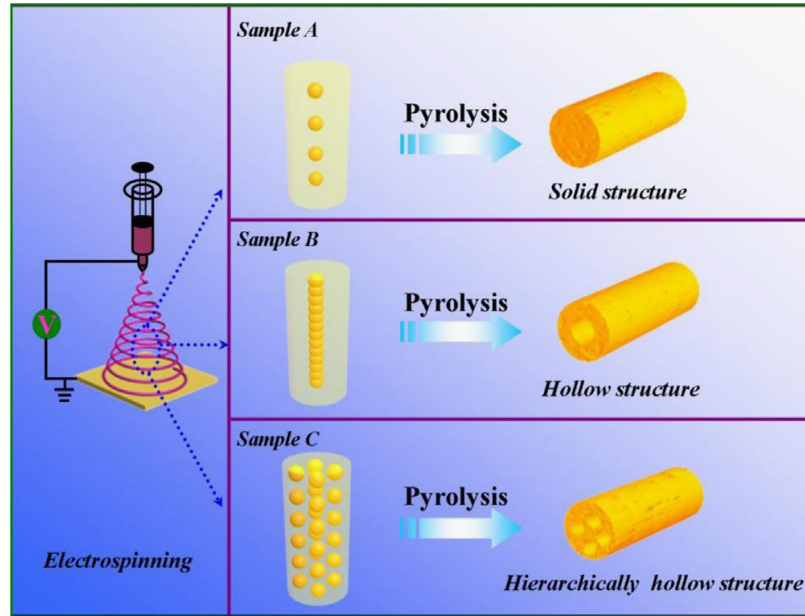
Gao ve ark. (2013) tamamen hidrolize edilmiş poli(vinil alkol) (PVA) nano lifleri asetik asit varlığında PVA sulu çözeltilerinden elektrospinning yoluyla başarılı olarak elde etmişlerdir. Düzgün PVA nano liflerin sürekli elektrospinning işlemi, asetik asit ilave edilmesi ile PVA sulu çözeltisinin elektronik iletkenlik değişimleri ve yüzey gerilimi

sayesinde ilerlemiştir. Yapılan çalışmada PVA sulu çözeltisine çapraz bağlama ajanı eklendiğinde ve elektrospinning sonrasında nano lifler daha sonraki ısıl işleme tabi tutulduğunda, sıcak suyla temas halinde parçalanmayı önlemeye yönelik kimyasal olarak çapraz bağlı PVA nano lifleri elde edilmiştir ve çapraz bağ noktalarının oluşumu aracılığıyla yüzeyin mekanik özellikleri büyük ölçüde iyileşmiştir. Manyetit çapraz bağlı hidrofilik PVA nano lif yüzeyi üzerinde homojen olarak birikmiş ve sonuçta elde edilen manyetitle donanmış nano lifler manyetik duyarlılık göstermiştir. Araştırmacılar PVA nano lifleri üzerine manyetit birikiminin, kendiliğinden manyetik yüzeyler oluşturabileceğini belirtmişlerdir.

Li ve ark. (2013) lif oluşturucu polimer ve ilaç taşıyıcı olarak polivinil alkol (PVA) kullanmış ve elektrospinning yoluyla hızlı çözünen ilaç taşıyıcı sistemler hazırlanmışlardır. Çalışmada kafein ve riboflavin örnek ilaç olarak kullanılmıştır. Elektrospinning nano liflerin fiziksel ve kimyasal özelliklerini incelemek için taramalı elektron mikroskobu (SEM), Fourier dönüşümü kızıl ötesi (FTIR) ve X-ışını kırınımı uygulamışlardır. SEM görüntüleri, PVA/ilaç sulu çözeltisinden elektrospinning işlemiyle hazırlanan nano liflerin ortalama 260-370 nm çap aralığıyla ultra ince bir morfolojiye sahip olduğunu göstermiştir. Çalışmanın sonucundaki farmako-teknik testler, PVA/kafein ve PVA/riboflavin nano lifli matların hemen hemen aynı çözünme süresi (yaklaşık 1,5s) ve ıslatma süresine (yaklaşık 4,5s) sahip olduğunu sergilemiştir. Serbest bırakma ölçümleri, ilaçların PVA nano lifli matrislerden patlama şeklinde (60 s içinde kafein %100'lük bir oranda ve riboflavin %40'luk bir oranda) serbest bırakılabileceğine işaret etmektedir.

Phong ve ark. (2013) yaklaşık 40-80 nm çapında nano polivinil alkol lifleri (nPVA) elektrospinning tekniği kullanarak üretmişlerdir. nPVA tamamen kurutulduktan sonra karbon kumaş (CF) kompozitleri için kullanılan epoksi (EP) matris içine iyi şekilde dağılmıştır. Çalışmada ağırlıkça %0,03; 0,05 ve 0,1 nPVA içeren CF/EP kompozitler farklı mekanik testlerle karakterize edilmiştir. Test sonuçları, ağırlıkça %0,1 nPVA içeriğinde tabakalar arası kırılma tokluğunun hem çatlak oluşumu hem de çatlak ilerlemesi için sırasıyla %65 ve %73 oranlarında önemli ölçüde geliştirildiğini göstermiştir. Çekme mukavemeti hafifçe yükselirken, yorulma ömrü yüksek çevrimli

Hou ve ark. (2014) iç gözenek yapısı ayarlanabilir hibrit TiO_2/SiO_2 liflerini, yüksek sıcaklık piroliz işlemiyle kombine edilmiş elektrospinning tekniği yoluyla üretmişlerdir. Çalışmada polisilazan (PSN), polivinilpirolidon (PVP) ve tetrabütül titanat (TBOT) hibrid liflerini oluşturduktan sonra pota içerisinde konvansiyonel bir tüp fırının merkezine yerleştirmişlerdir. Isınma hızı $5^{\circ}C/dak$ olarak oda sıcaklığından $1000^{\circ}C$ 'ye ısıtılan lifler bu sıcaklıkta 2 saat tutularak pirolize edilmiştir. Ardından lifler oda sıcaklığına kadar fırında soğutulmuştur. Araştırmacılar bu işlemle, gözenekli SiO_2 liflerinin TiO_2 nano partikülleri için homojen konumsal dağılım sağlayan bir platform oluşturulabileceğini belirtmişlerdir (Şekil 2.22). Farklı konsantrasyonlarda oluşturulan liflerin karakterize edilmesiyle TBOT konsantrasyonunun hibrit lif oluşumunda büyük bir etkiye sahip olduğu bulunmuştur.



Şekil 2.22. Farklı iç gözenek yapılarına sahip TiO_2/SiO_2 hibrit liflerin oluşumuna ilişkin şematik gösterim (Hou ve ark. 2014)

Sundarrajan ve ark. (2014) poli(vinil alkol) (PVA) ile nikel ve zirkonyum iyonlarının uygun sulu öncüllerini içeren bir çözeltilerden tek boyutlu inorganik-organik kompozit nano liflerin üretimi için elektrospinning tekniğini kullanmışlardır. Kalsinasyon sonrasında nikel oksit/zirkon nano lifleri, eğrilmiş haldeki nano liflerin düzgün ve silindirik şeklindeki orijinal morfolojik özelliklerini korumuşlardır. Çalışmanın

sonucunda arařtırmacılar lif biçimindeki bu malzemenin diř kompozitleri ve kemik doku mühendisliđi gibi alanlarda uygulama potansiyeli bulacađını belirtmişlerdir.

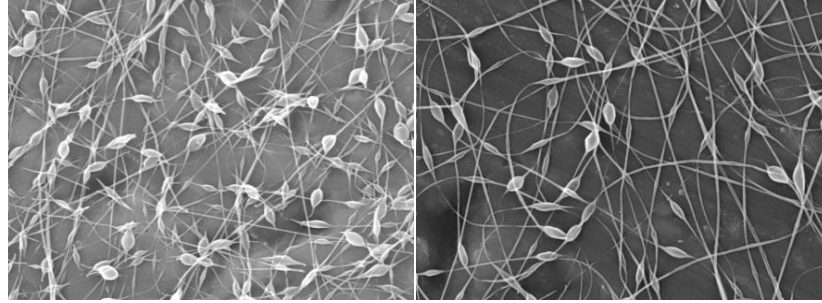
Singh ve ark. (2015) PVA/PLZT (kurřun lantan zirkonyum titanat) kompozit liflerinin elektrospinning yoluyla oluřumu ve ardından tek fazlı PLZT liflere dönüşümü konusunda çalışmışlardır. Başlangıç bileşenleri olarak yüksek viskoziteli polimer çözeltisi ve stabilize edilmiş seramik oksit süspansiyonu kullanan arařtırmacılar, PVA ve diđer kompozit çözeltilerin viskozitesini oda sıcaklığında ölçmüşlerdir. Ardından farklı elektrospinning parametre kombinasyonları kullanarak kompozit çözeltilerini lifli yapıya dönüřtürmüşlerdir. Yaptıkları incelemelerde kompozit çözeltilerin viskozitelerindeki deđişimlerin PVA/PLZT kompozit liflerinin morfolojisinde önemli deđişikliklere yol açtıđını gözlemlemişlerdir. 650°C’de kompozit liflere uyguladıkları kalsinasyon işleminde PVA’dan bađımsız tek fazlı PLZT lifler elde eden arařtırmacılar, kalsine edilmiş PLZT lif çaplarının %40 azaldıđını tespit etmişlerdir.

2.3. Süreç Olgu ve Çıktıları

Elektrospinning süreciyle elde edilen çok farklı kesitlere ve yapılaraya sahip lif türlerinin yanı sıra farklı geometrilerdeki morfolojik oluřumlara (boncuk, diken, kupa vb.) ilişkin çalışmalar da mevcuttur. Farklı türlerdeki süreç çıktılarının yanında jet oluřumu ve hareketleri de çeşitli arařtırmalara konu olmuřtur.

Fong ve ark. (1999) elektrospinning metodunun polimer çözeltilerinden 100 nm aralıđı içinde lifler üretmek için basit bir yöntem olduđunu vurgulayarak eğrilmiş liflerin genellikle düzenli diziler halinde boncuk yapısı içerdiđini belirtmişlerdir. Deney için polietilen oksit (PEO) çözeltilerini saf su, saf su ve sodyum klorür, saf su ve etanol karışımlarıyla hazırlamışlardır. Çözeltilerin viskozite, yüzey gerilimi ve öz direnç ölçümlerinin yapıldıđı çalışmada SEM görüntüleri üzerinden lif eksenine boyunca boncuk uzunluđu, lif eksenine dik boncuk genişliđi, ortalama lif çapı, boncuklar arasındaki ortalama lif uzunluđu, lif hacminin boncuk hacmine yaklařık oranı deđerleri ölçülmüřtür (Şekil 2.23). Sonuçları analiz eden arařtırmacılar, çözeltinin

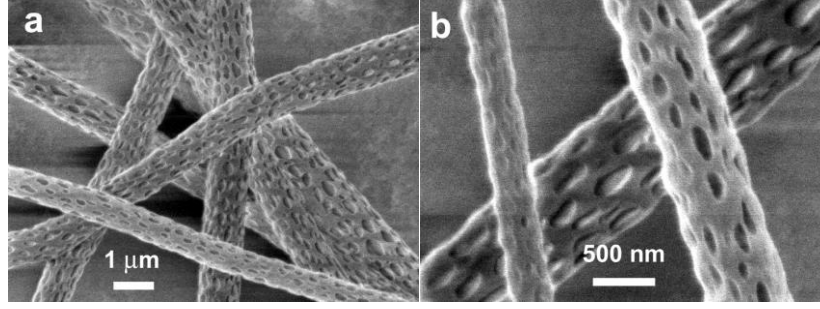
viskoelastisitesi, jet ile taşınan yük yoğunluğu ve çözeltinin yüzey geriliminin boncuklu liflerin oluşumuna etki eden kilit faktörler olduğunu tespit etmişlerdir.



Şekil 2.23. Boncuklu liflerin çözelti viskozitesine göre morfolojisi, sol: viskozite 75 cP, sağ: viskozite 160 cP (Fong ve ark. 1999'dan değiştirilerek alınmıştır)

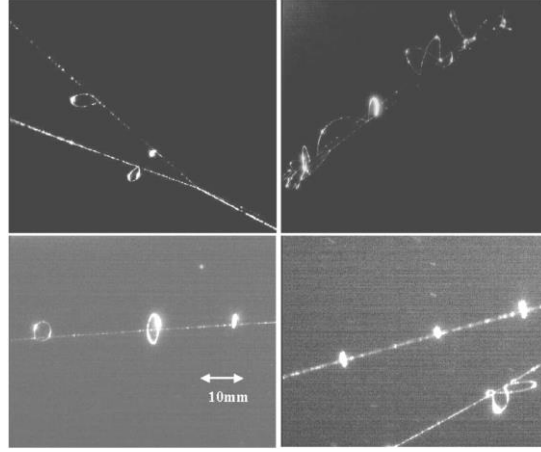
Bognitzki ve ark. (2001) üç farklı polimer türünden elektrospinning yoluyla nano yapılı liflerin üretimi konusunda çalışmışlardır. Kullandıkları polimerler kısmen kristalli poli-L-laktid (PLLA) ile amorf polimerler polikarbonat (PC) ve polivinilkarbozoldür. Tüm çözeltilerinde çözücü olarak oda sıcaklığında elektrospinning esnasında hızla buharlaşan diklormetanı (DCM) tercih eden araştırmacılar ağırlıkça %5 PLLA, %15 PC ve %7,5 polivinilkarbozol çözeltileriyle çalışmışlardır. Deneyler sonucunda her üç polimer türünün de birkaç mikrometreden 100 nm'ye kadar değişen çaplarda lifler şeklinde sorunsuz şekilde eğrilebildiği gözlemlenmiştir. PLLA liflerinde, genişliği 100 nm, uzunluğu ise 250 nm civarında gözenekler olduğunu belirleyen araştırmacılar, bulguyu düzenli faz morfolojisinin elektrospinning süreci esnasındaki hızlı faz ayrılması sebebine bağlayarak yorumlamışlar ve çözücünün yoğun olduğu bölgelerin gözeneklere dönüştüğünü belirtmişlerdir (Şekil 2.24).

Koombhongse ve ark. (2001) polimer çözeltilerinin elektrospinning işleminde yuvarlak kesitli nano liflerin yanı sıra çok çeşitli kesitlere sahip ince lifler elde edilebileceğine dikkati çekerek yaptıkları araştırmada dallanmış lifler, düz şeritler, farklı şekillerdeki şeritler ve daha uzun liflerden uzunlamasına ayrılmış lifler gözlemlediklerini belirtmişlerdir. Farklı polimer ve çözücülerle yaptıkları deneylerin ardından araştırmacılar bu farklı kesitlere sahip lif oluşumlarına; akışkanın mekanik tesirleri, jetle taşınan elektriksel yük ve çözücünün buharlaşmasının önemli etkileri olduğunu ortaya koymuşlardır.



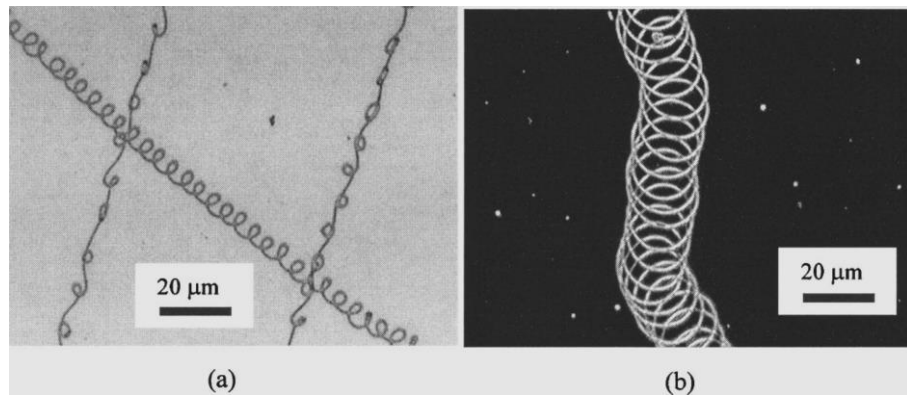
Şekil 2.24. PLLA ve DCM çözeltisinden elektrospinning yoluyla elde edilen gözenekli PLLA liflerinin SEM mikrografları a) genel görünüm b) büyütülmüş görünüm (Bognitzki ve ark. 2001)

Reneker ve ark. (2002) elektrospinning sürecinde polimer çözeltisi tekil jetinin, düze ucundan belli bir mesafeye gelene kadar neredeyse düz elektriksel alan çizgilerini takip etmesinin ardından, elektrikle tahrik edilen bir dizi bükülme (bending) kararsızlıkları geliştirdiğini ve uzayarak nano lifler haline dönüşürken konik şekilli bir yol sergilediğini belirtmişlerdir. Sürecin sonunda kuru nano lifler şeklinde toplanana kadar, oluşan açık döngü yığınlarının birbirleri ile temas etmesinin nadiren gözlemlendiğini vurgulayan araştırmacılar, aseton içinde çözülmüş polikaprolakton çözeltisinin elektrospinning işleminde, büyük döngüler ve uzun eğriler şeklinde yavaşça hareket eden liflerin kabarık, sütunlu (columnar) ağının etkileyici görünümü şeklindeki olguyu ortaya koymuşlardır. Bu sütunlu ağ yapısına “çelenk” adı verilmiştir (Şekil 2.25). Gözlemlerde tekil jetin açık döngüsü bükülme kararsızlığı başlangıcından hemen sonra temasa geçmiş ve çelengi oluşturarak koruyan çapraz bağlanmış bir ağ ile birleşmiştir. Döngüler arasındaki temas, jetin önde gelen döngülerinden bazılarının düzlemi, döngünün yarıçapı etrafında döndürüldüğü zaman meydana gelmektedir. Ardından farklı bir düzlemde genişleyen küçük bir döngü öncü döngülerden biriyle kesişmektedir. Mekanik kuvvetlerin jet tarafından taşınan elektriksel yükten gelen itme kuvvetlerini yenmesiyle uçmakta olan açık döngü temas kurmakta ve temas noktasında birleşerek bir kapalı döngü oluşturmaktadır. Kapalı döngüler, gerilen ve çapı birkaç milimetrelilik kabaca silindirik uzun bir kolon şeklini alan kabarık bir ağ oluşturmak için hareketi kısıtlamaktadır. Elektriksel olarak yüklü olan bu çelenk, geniş ölçekli elektriksel tahrik edilen bükme kararsızlığının karakteristiği olan büyük açık döngülerin yolunu geliştirmektedir. Uzun süre boyunca bu kabarık çelenk, tekil jetin bükme kararsızlığıyla ilişkili konik yapıya benzer şekilde değil, daha geniş şekilde hareket etmiştir.



Şekil 2.25. Balsa ağacından bir çerçeveye toplanmış olan uzun nano lifler üzerindeki tekil döngülerin optik görüntüsü. Tekil, çift ve daha karmaşık türdeki döngüler gösterilmiştir (Reneker ve ark. 2002)

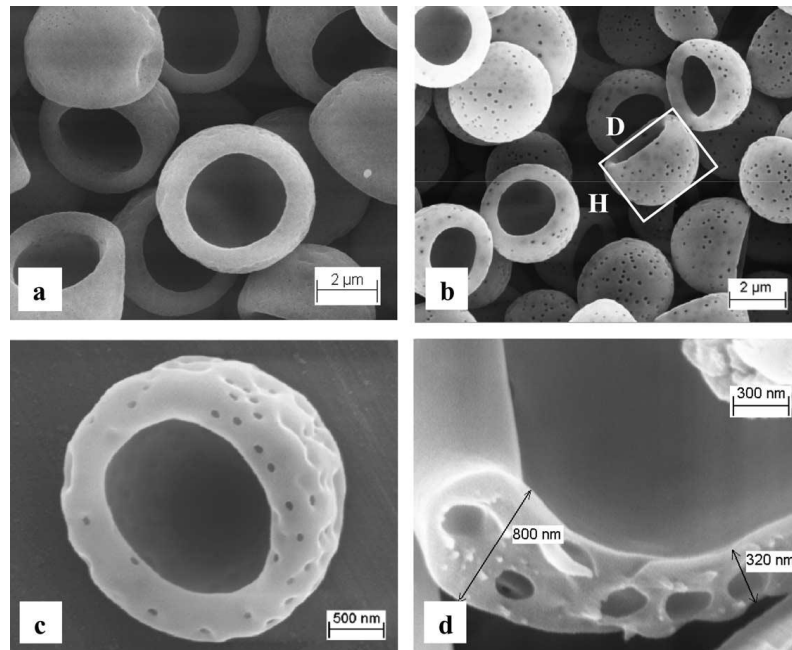
Kessick ve Tepper (2004) bir iletken bir de iletken olmayan polimerin kompozit yapısını içeren mikro ölçekli helisel yayları elektrospinning tekniğini kullanarak üretmişlerdir (Şekil 2.26). Çalışmada iletken polimer olarak poli(anilin sülfonik asit) (PASA) ve iletken olmayan polimer olarak da poli(etilen oksit) (PEO) kullanılmıştır. Araştırmada yay yapıları, süreç koşulları ve lif kompozisyonlarının belirli bir aralığı boyunca çalışılmıştır. Elde edilen veriler helisel yapıların yüklü liflerin kısmi nötralizasyonu sırasındaki viskoelastik daralmadan dolayı oluştuğuna işaret etmektedir.



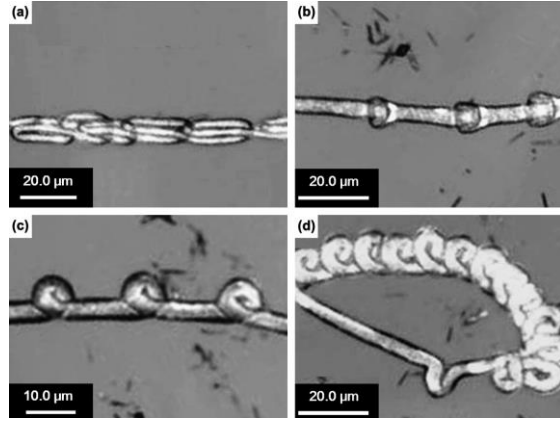
Şekil 2.26. Ağırlıkça %6 PEO ve %0,75 PASA'nın sulu çözeltisiyle (a), %8,5 PEO ve %0,75 PASA'nın sulu çözeltisiyle (b) üretilen lifler (Kessick ve Tepper 2004'ten değiştirilerek alınmıştır)

Elektrospinning işlemiyle değişmeyen çapta nano lifler üretmek için genellikle kritik bir konsantrasyonun üzerindeki polimer çözeltilerinin gerekli olduğunu ve bu kritik konsantrasyonun altında nano liflere boncuk oluşumu eşlik ettiğinden bu konsantrasyon bölgesinin çok fazla ilgi çekmediğini vurgulayan Liu ve Kumar (2005), bu düşük konsantrasyon aralığında özgün parçacık şekillerinin elektriksel işleme yoluyla elde edilebileceğini sistematik incelemeyle ortaya koymuşlardır. Çalışmada et kalınlığı 200-800 nm, gözenek boyutu 50-300 nm aralığında değişen birkaç mikro metre çaplı poli(metil metakrilat) (PMMA) kupaları, yüksek dielektrik sabitine sahip çözücüler içerisinde elektriksel işleme yoluyla elde edilmiştir (Şekil 2.27).

Han ve ark. (2007) elektrospinning jetlerinin çeşitli burkulma (buckling) kararsızlıklarını gözlemlemiş ve bunları yüklü olmayan sıvı jetlerinin burkulma kararsızlıklarıyla karşılaştırmışlardır. Burkulma kararsızlığı jetin bir toplayıcı yüzeyine çarpması esnasındaki bası nedeniyle ortaya çıkmakta ve elektriksel bükülme kararsızlığından bağımsız bir şekilde gerçekleşmektedir. Araştırmacılar elektrospinning jetinin hızı, çapı, yoğunluğu ve viskozitesinin burkulma frekansını belirleyen kilit faktörler olduğunu belirtmişlerdir (Şekil 2.28).

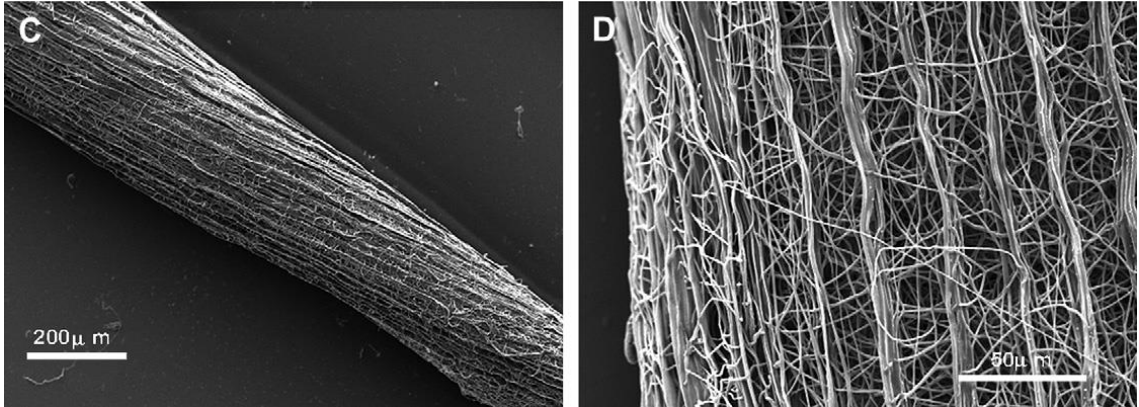


Şekil 2.27. Elektriksel işlemlerle elde edilen yapılar (a) akrilonitril içerisinde ağırlıkça %8 PMMA (b, c ve d) nitrometan içerisinde ağırlıkça %8 PMMA, (d) kupanın jiletle kesilmiş duvar kesiti görüntüsü (Liu ve Kumar 2005)



Şekil 2.28. Statik su yüzeyinde toplanan burkulmuş polistiren desenlerinin optik mikrografları (Han ve ark. 2007)

Wang ve ark. (2008) kendiliğinden birleşme sağlayan bir elektrospinning metoduyla polimer nano liflerden sürekli ipler üretmişlerdir. Tipik bir elektrospinning süreciyle kıyaslandığında bu metotta en önemli fark, sürecin başında polimer nano liflerinin kendiliğinden bir araya gelmelerini sağlamak üzere topraklanmış bir iğne ucu kullanılmış olmasıdır. Dört farklı polimer türüyle çalışan araştırmacılar tümünden olumlu sonuç almışlardır. Oluşturdukları iplerde polimer nano liflerinin iyi seviyede hizalanmış olduğunu SEM gözlemleriyle doğrulamışlardır (Şekil 2.29).

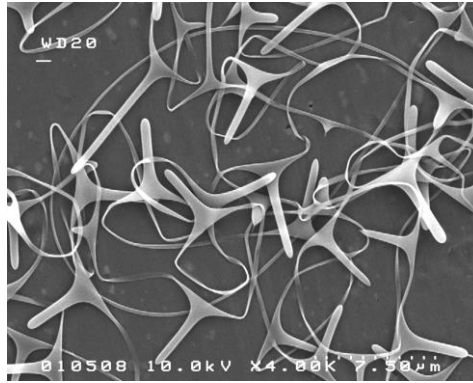


Şekil 2.29. Poli (3-hidroksibutirat-ko-3-hidroksivalerat) lif ipinin SEM görüntüsü (C), ipin daha yüksek büyütmeyle alınmış SEM görüntüsü (Wang ve ark. 2008'den değiştirilerek alınmıştır)

Reneker ve Yarin (2008) viskoelastik akışkanların şeklinin, daha sonra nano lifler şeklinde katılacak olan jetler haline değişimi ile ilgili yüzey gerilimi ve elektriksel

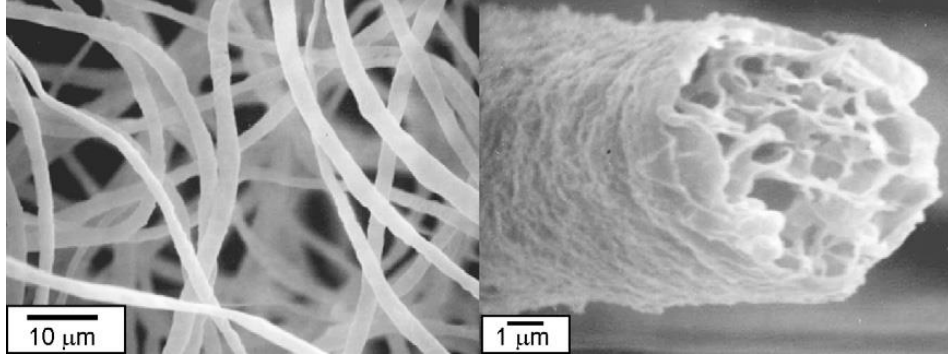
güçlerin etkileşimini temel konu olarak alan oldukça kapsamlı bir derleme çalışması yayınlamışlardır. Reneker elektrospinning sürecini gözleme dayalı bir bakış açısıyla tanımlarken, Yarin çalışmanın kapsamlı ve ayrıntılı teorik bakış açılarıyla yönlendirilerek sınırlanmasını sağlamıştır.

Holzmeister ve ark. (2010) PVA nano liflerini, ağırlıkça %8'in altında nispeten düşük konsantrasyonlardaki çözeltilerden elektrospinning yoluyla üretmiş ve nano lif boyunca düzenli aralıklarla oluşan diken benzeri yapılar gözlemlemiştir (Şekil 2.30). Diken oluşumundan sorumlu mekanizmayı aydınlatmak amacıyla hem deneysel hem de teorik çalışmalar yapan araştırmacılar diken oluşumunun, jet yüzeyini lokal şekilde deforme eden elektrik tahrikli ikincil kararsızlıkların gelişimi ile karşılaştırıldığında, jet içindeki nispeten yavaş yük gevşemesi açısından teorik olarak açıklanabileceğini bulmuşlardır. Çalışmada deneylerde kaydedilen temel morfolojik eğilimlerin benzetimini yapabilecek lineer olmayan teorik bir model önerilmiştir.



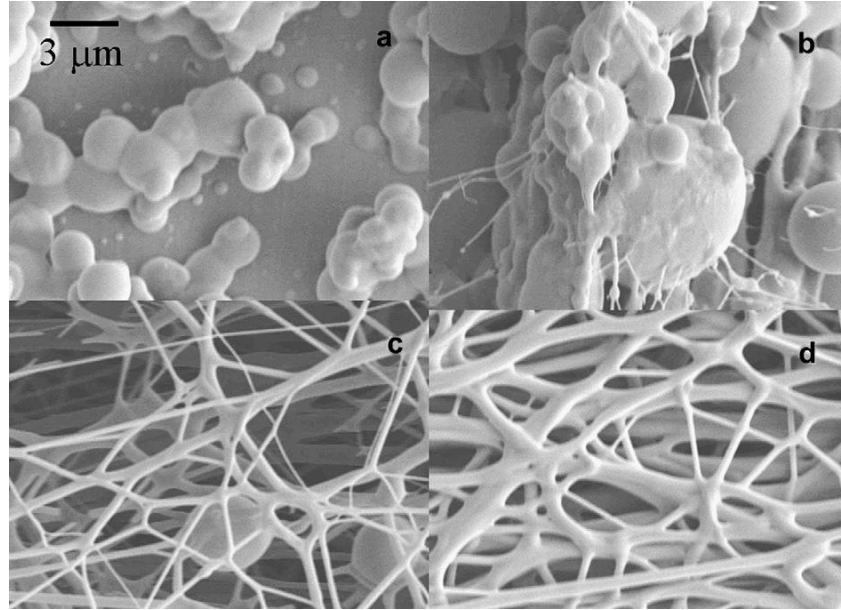
Şekil 2.30. Ağırlıkça %4,5 sulu PVA çözeltisinden elektrospinning yoluyla elde edilmiş dikenli nano teller (Holzmeister ve ark. 2010)

Liu ve ark. (2010) açık hücreli veya içi boş çekirdek morfolojisine sahip mikron ve mikron altı polimerik lifleri üretmek amacıyla, sıkıştırılmış sıvı antisolvent ile çökeltme (PCA) sürecini elektrospinning ile kombine etmişlerdir. Basınçlı gaz olarak CO₂ kullanılan çalışmada gaz basıncının lif morfolojisi üzerindeki etkileri poli(vinil piroolidon) (PVP)-diklorometan, PVP-etanol, poli(viniliden florid) (PVDF)-dimetil asetamid ve PVDF-dimetil formamid (DMF) (Şekil 2.31) sistemlerine yönelik olarak gösterilmiştir.



Şekil 2.31. Ağırlıkça %15 PVDF-DMF çözeltisinin 42°C ve 90 bar CO₂ içine elektrospinning işlemi yoluyla oluşturulan PVDF liflerinin SEM görüntüsü (Liu ve ark. 2010)

Subramanian ve ark. (2010) eğilmesi güç bir malzeme olan yüksek sülfonatlı polistiren (SPS) nano liflerini elektrospinning işlemiyle başarılı şekilde üretmiş ve karakterizasyonunu gerçekleştirmişlerdir. Sürekli boncuksuz lifler üretmek için lif kalitesi, süreç ve çözelti değişkenlerinin manipülasyonu yoluyla optimize edilmiştir (Şekil 2.32).

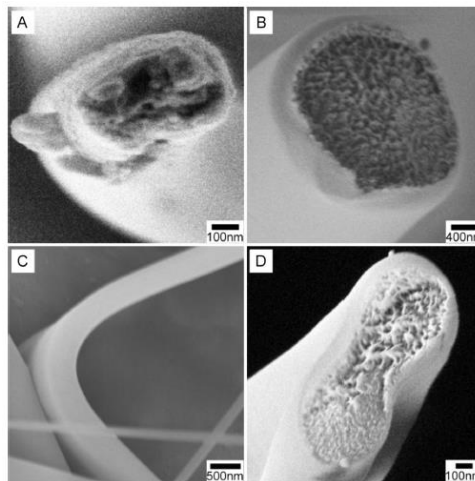


Şekil 2.32. Ağırlıkça a) %10 b) %15 c) %20 ve d) %25 konsantrasyonlara sahip SPS-DMF çözeltilerinin elektrospinningi yoluyla elde edilen çıktılarının SEM görüntüleri (Subramanian ve ark. 2010)

Rošic ve ark. (2012) elektrospinning yoluyla nano liflerin oluşumunun tahmin edilmesinde polimer çözelti reolojisinin rolünü incelemiştir. Araştırmacılar, elde

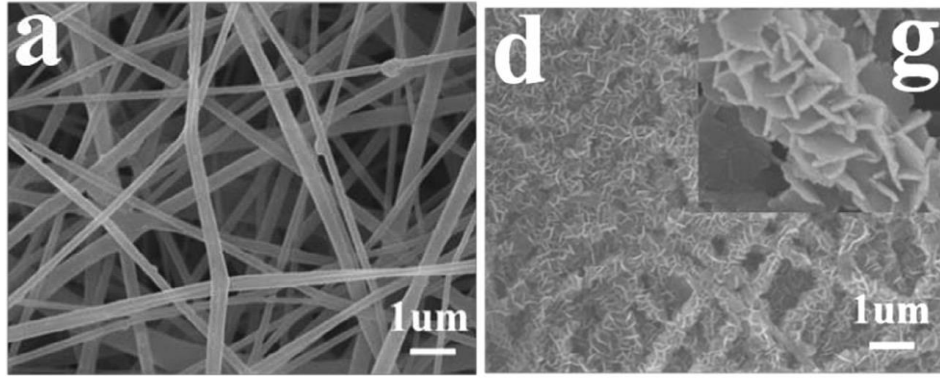
edilecek olan nano liflerin morfolojisi, elektrostatik eğrilebilirlik ve bu özellikler arasındaki korelasyonu belirlemek için, polimer çözeltilerine yönelik kapsamlı bir reolojik çalışma ortaya koymuşlardır. Elde ettikleri sonuçlar yapısal olmayan sıvılar iletken durum oluşturduklarında hem yığın hem de ara yüzeyde elastisiteden çok plastisite sergilediklerinden, poli(etilen oksit) (PEO) ile kitosan veya alginatın karıştırılmış çözeltilerinin elektrospinning için uygun olduğuna işaret etmektedir. Çalışmada ara yüzey reolojik parametrelerinin yığına göre defalarca kat daha düşük olduğuna dikkat çekilirken, ara yüzey reolojik parametrelerinin gelişmiş bir korelasyon gösterdiği ve elektrospinning süreç başarısının tahmininde kullanılabileceği gösterilmiştir.

Du ve ark. (2013) manyetik alan destekli bir elektrospinning metoduyla poli(vinil pirolidon) (PVP) helisel yer fıstığı şekilli şeritlerin hazırlanması ve anlaşılması üzerinde çalışmışlardır. Yaptıkları deneylerde bağıl nemin PVP liflerinin morfolojisi üzerinde önemli etkileri olduğunu, bağıl nemin azalmasıyla liflerin düz çubuklardan helisel şeritlere dönüştüğünü ve bu esnada helisel şerit yüzdesinin de belirgin şekilde arttığını, lif kesitlerinin daireselden, eliptiğe ve sonrasında da yer fıstığı şekline (Şekil 2.33) dönüştüğünü gözlemlemişlerdir. Araştırmacılar helisel şeritlerin oluşumunu elektrospinning süreci esnasında bükülme kararsızlığının sinerjik etkileşimine ve polimerin rijitliğine bağlamışlardır.



Şekil 2.33. Farklı bağıl nem ortamlarında üretilmiş PVP liflerinin kesit ve yandan görüşlerine ait SEM görüntüleri: A) %28, B) %23, C) %22, D) %16 (Du ve ark. 2013)

Jia ve ark. (2014) hegzavalent (+6 değerlikli) krom (Cr(VI)) temizleme kapasitesine sahip çiçek benzeri polyamid 6 (PA6)-magnezyum hidroksit (Mg(OH)₂) kompozit nano lif membranlarını, hidrotermal stratejiyle kombine edilmiş elektrosinning tekniğiyle üretmişlerdir. Hazırlanmış olan nano lifli membran, sadece yeni bir morfoloji ile donatılmış olmakla kalmayıp aynı zamanda spesifik yüzey alanını da arttıran, çiçek benzeri bir yapıya sahiptir (Şekil 2.34). Bu özel yapıya sahip nano liflerin Cr(VI) konsantrasyonu 110 mg/g iken sudan Cr(VI) emme kapasitesinin, membranın gramı başına 296,4 mg kadar yüksek bir seviyeye gelebildiğine dikkat çeken araştırmacılar bu sonucun yayınlanmış olan tüm araştırma sonuçlarından oldukça yüksek olduğunu belirtmişlerdir.



Şekil 2.34. a) Katkısız PA6 nano lifli membranın SEM görüntüsü d) PA6-MG(OH)₂ nano lifli membranın 3 saat hidrotermal işlemden geçirilmiş halinin SEM görüntüsü g) Aynı görüntünün yüksek çözünürlüklü detayı (Jia ve ark. 2014'ten değiştirilerek alınmıştır)

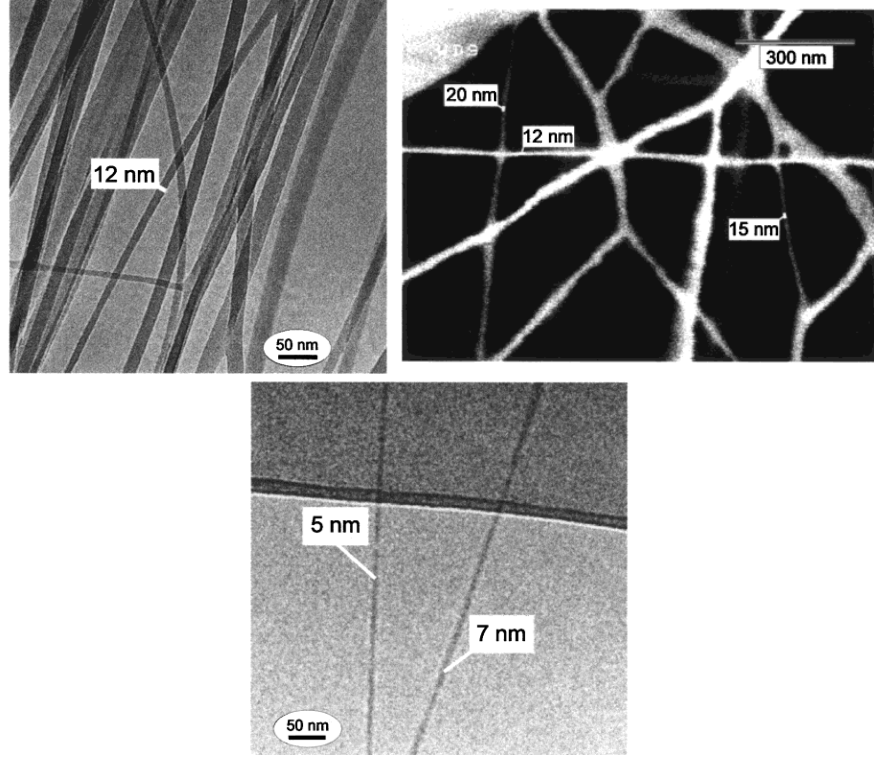
Palangetic ve ark. (2014) yüksek moleküler ağırlık ve farklı heterojen dağılıma sahip seyreltik ve yarı-seyreltik esnek polimer çözeltilerinin eğrilebilirliğinin kontrolüne yönelik minimum konsantrasyon sınırlarını tanımlayan yeni bir kriter geliştirmişlerdir. Çözeltinin sonlu ve sınırlı yayılma viskozitesinin eğirme sırasında lifin kararlılığını belirleyen temel malzeme özelliği olduğunu iddia eden araştırmacılar, gereken minimum polimer konsantrasyonu ile ilgili moleküler ağırlık ve çözücü kalitesinin yer aldığı bir ölçekleme önermişlerdir. Ardından öneri ve tahminlerini deneysel gözlemler ve yayınlanmış literatürden elde ettikleri verilerle kıyaslayarak doğrulamışlardır.

2.4. Karakterizasyon

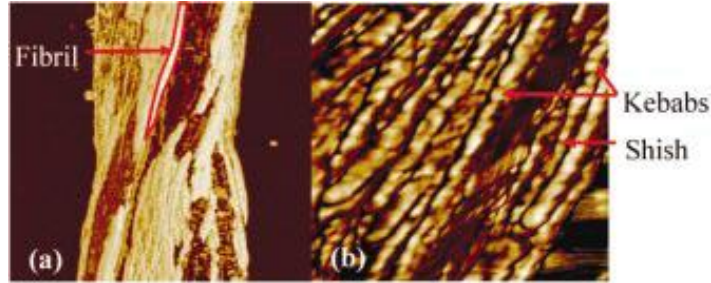
Elektrospinning sürecine ilişkin teorik veya deneysel tüm çalışmalarda süreç çıktıları çeşitli yöntemlerle karakterize edilmiştir. Süreç çıktılarının araştırılmasında uygulanan farklı karakterizasyon ve ölçüm metotlarına ilişkin yayınlar bu kısımda ele alınmıştır.

Hou ve ark. (2002) kaplama ve ultra ince polimer şablon liflerin kaldırılması yoluyla bir kaç nanometre gibi düşük iç çaplara sahip nano tüplerle ilgili bir yaklaşım sunmuşlardır. Lif çapını düşürmek amacıyla düşük polimer konsantrasyonuna sahip çözeltiler kullanan araştırmacılar, boncuk oluşumunu önlemek için çözeltilerin iletkenliğinin artmasını sağlayan özellikli katkı maddeleri kullanmışlardır. Bu katkı maddeleriyle viskozite ve yüzey gerilimi sadece kademeli olarak değiştirilmiştir. Bu yaklaşımla oldukça düşük çaplara sahip poli(tetrametilen adipamid) (PA) lifleri, düşük konsantrasyonlu (ağırlıkça %8) PA/formik asit çözeltisinden, PA ağırlığına göre %2 piridin eşliğinde elektrospinning yoluyla üretilmiştir. Benzer şekilde poli(L-laktid) (PLA) lifleri ağırlıkça %1,5 PLA/diklorometan çözeltisinden ağırlıkça %0,75 paladyum (II) diasetat eşliğinde oluşturulmuştur. Liflerin karakterizasyonunda hem SEM hem de TEM yöntemini kullanan araştırmacılar, SEM yönteminde altın kaplanmış PLA liflerinin 10 nm'den yukarıdaki çaplarda gözlemlendiğini, TEM karakterizasyonunda ise altın kaplama olmayan liflerin bazılarının 5 nm'den düşük çaplarda olduğunu belirlemişlerdir (Şekil 2.35).

Tan ve Lim (2004a) atomik kuvvet mikroskobu (AFM) kullanarak nano lifsi doku çatısından alınan tekil polimerik bir nano lifin nano yapısal ve elastik özelliklerini araştırmışlardır. Lifin AFM görüntüsü “şiş-kebab” yapısını ortaya çıkarmıştır (Şekil 2.36). Nano lifin bir kısmını, silikon plaka üzerine oyulmuş bir mikro ölçekli yiv üzerinde askıya alan araştırmacılar, esneklik katsayısını belirlemek için nano boyutta üç noktalı eğilme testi uygulamışlardır. 350 nm'nin altındaki lifler için esneklik katsayısı $1,0 \pm 0,2$ GPa olarak belirlenen çalışmada 350 nm'nin üzerindeki liflerde artan uzunluk çap oranıyla bu değer, kesme deformasyonunun önemine bağlanarak azaldığı belirtilmiştir.

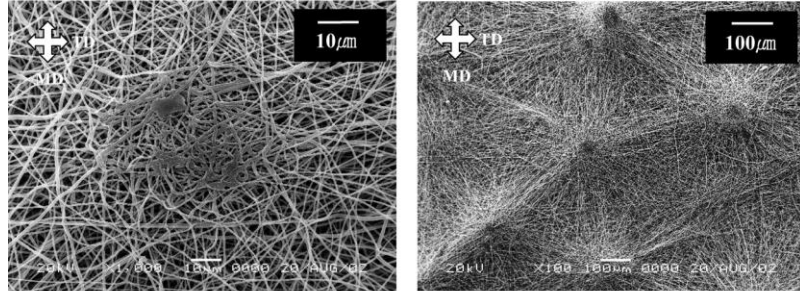


Şekil 2.35. Üst sol: PA liflerinin TEM görüntüsü, üst sağ: PLA liflerinin SEM görüntüsü, alt: PLA liflerinin TEM görüntüsü (Hou ve ark. 2002'den değiştirilerek alınmıştır)



Şekil 2.36. (a) Poli (L-laktik asit) lifinin AFM faz görüntüsü (b) nano lif yüzeyinin yakın çekim görüntüsü “şiş-kebab” morfolojisini göstermektedir (Tan ve Lim 2004a)

Khil ve ark. (2004) 200-600 nm aralığında çaplara sahip poli(trimetilen tereftalat) (PTT) nano liflerinden oluşan yüzeyleri elektrospinning yoluyla hazırlamışlardır. Nano lif morfolojisi çözelti konsantrasyonu ve toplama süresi gibi süreç parametreleri değiştirilerek elde edilmiş ve SEM ile incelenmiştir. Elmas şeklindeki yapılara benzer periyodik yüzey pürüzlülüğü özelliği toplama süresinin artmasıyla ortaya çıkmıştır (Şekil 2.37).

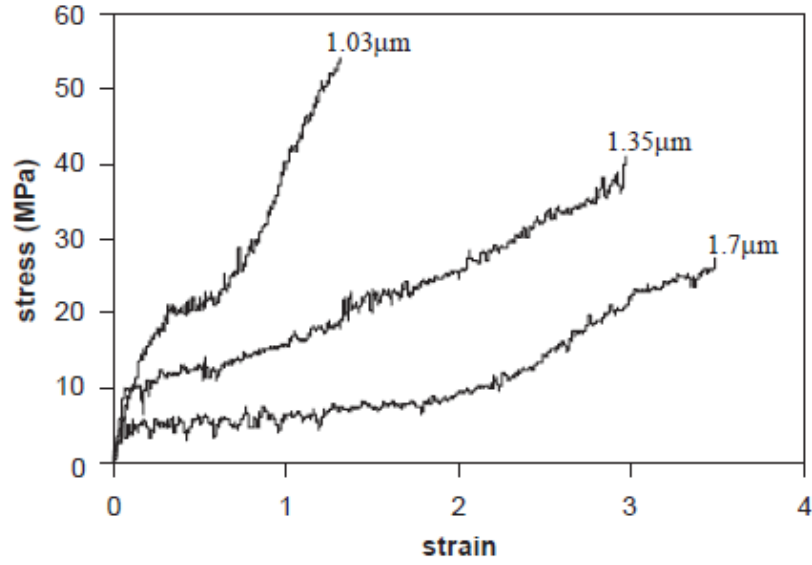


Şekil 2.37. 120 dakika toplama süresinde elde edilen yüzeyin SEM görüntüsü (Khil ve ark. 2004'den değiştirilerek alınmıştır)

Tan ve Lim (2004b) mikro ölçekli veya demetlenmiş nano boyutlu liflerin çekme testi için, mevcut bir atomik kuvvet mikroskobu (AFM) tabanlı nano çentik sistemi kullanan yeni bir metot önermişlerdir. Tekniği göstermek için yaklaşık 25 µm çapında poli(L-laktik-ko-glikolik asit) liflerini örnek olarak kullanmışlardır. Gergin ve dikey olarak hizalanmış olduğunu garanti altına almak amacıyla mikro lif, özel yapım bir tutucuyla nano çentik ucuna ve tabana bağlanmıştır. Araştırmacılar nano çentik ucunun kuvvet dönüştürücüsünü mikro lifin gerilmesi için gerekli çekme kuvvetinin ölçümü için kullanmışlardır. Lif, AFM sisteminin adım motoru aracılığıyla gerilmiştir. Lif uzaması, dönüştürücü yay ve mikro lifin toplam uzamasından, dönüştürücü yayın uzamasının çıkarılması yoluyla ölçülmüştür. Önerilen sistemin yük çözünürlüğü 80 nN, yer değiştirme çözünürlüğü 0,5 nm olmakla birlikte, maksimum yük ve numune uzaması sınırlı olup numunenin elle montajı sorun teşkil etmektedir.

Kalayci ve ark. (2005) polimer çözeltilerinin elektriksel olarak yüklenmesiyle ilgili, elde edilen liflerin yük ölçümü ve farklı yükleme tasarımları konularını ele almışlardır. Liflerin yük yoğunluğunun uygulanan voltaj ve çözelti karakteristiklerine bağlı olduğunu vurgulayan araştırmacılar, yük taşıyıcıların geliştirilmiş hareketliliğinin lif oluşumu sürecinde önemli olmadığını belirtmişlerdir. Yaptıkları deneylerde poliakrilonitril (PAN) nano liflerini elektrospinning aracılığıyla polietilen film üzerine üreterek elde ettikleri ağların yüklerini nanocoulomb-metre ile ölçmüşlerdir. Numune ağırlıklarının da belirlendiği deneylerin sonucunda kütle başına yük; toplama zamanı, voltaj ve çözelti karakteristiklerinin bir fonksiyonu olarak belirlenmiştir. Ardından bu sonuçları teorik yük yoğunluğu hesaplamalarıyla karşılaştıran araştırmacılar sonuçların uyumlu olduğunu belirtmişlerdir.

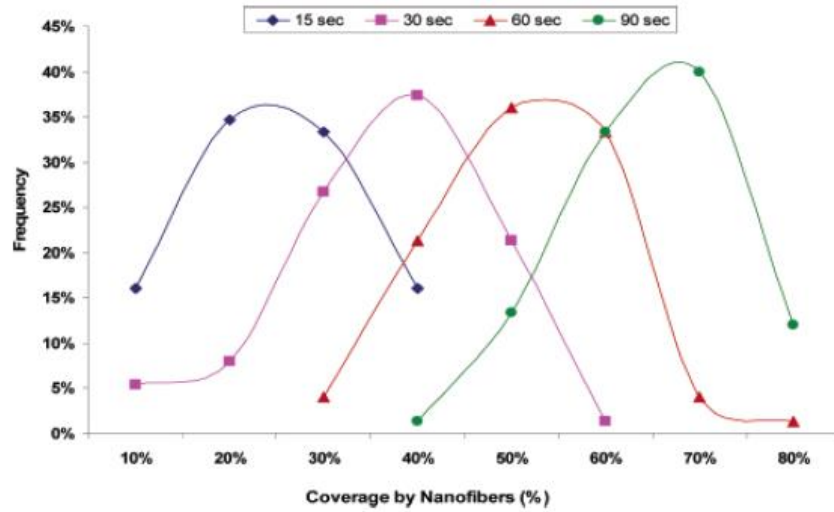
Tan ve ark. (2005) mikro ve nano boyutlu liflerin ele alınma güçlükleri ve deformasyon için gerekli yüklerin çok küçük oluşları dolayısıyla mekanik özelliklerinin geniş şekilde karakterize edilemediğine vurgu yaparak, tek telli bir polikaprolakton (PCL) lifine nano çekme test cihazı kullanarak çekme testi uygulamışlardır. Test edilen lif oda sıcaklığında karakteristik düşük güç ve düşük modül, ancak buna karşılık yüksek uzayabilirlik sergilemiştir. Mekanik özelliklerinin lif çapına bağlı olduğunu da bulgulayan araştırmacılar, daha küçük çaplı liflerin elektrospinning süreci esnasında uygulanan daha büyük çekilme oranından dolayı, daha yüksek mukavemete ve daha düşük süneklığe sahip olduğunu belirtmişlerdir (Şekil 2.38).



Şekil 2.38. Farklı çaplardaki PCL elektrospinning mikro lifleri için çekme testi sonuçları (Tan ve ark. 2005)

Pham ve ark. (2006) elektrospinning doku çatılarının fiziksel ve mekânsal mimar geometrilerinin, doku mühendisliği stratejilerindeki uygulamalar için önemli olduğuna dikkat çekmiş ve tekrarlanabilir üretim açısından gerekli parametreleri belirlemek amacıyla ortalama lif çapı 2-10 μm olan poly(ϵ -caprolactone) mikro lif doku çatılarını ayrı ayrı elektrospinning işlemine tabi tutmuşlardır. Lif çapı arttıkça, cıva porozimetrisi ile belirledikleri ortalama gözenek boyutunun (20 - 45 μm) da arttığını gözlemleyen araştırmacılar bu esnada elde edilen gözeneklilik değerinin sabit kaldığını belirlemişlerdir. Çalışmada mikro lif tabakanın daha büyük olan gözenek boyutundan ve

nano lif tabakanın da nano ölçekli boyutlarından faydalanmak için ardışık elektrospinning işlemiyle katmanlı bir doku çatısı oluşturulmuştur. Nano lif tabakanın elektrospinningi esnasında süre farklılaştırılarak katman kalınlığı kontrol edilebilmiştir. Üzerinde farklı kalınlıklarda nano lif katman bulunan çift katmanlı mikro lif doku çatıları üretilerek, fare kemik iliği stromal hücre (herhangi bir organın bağ dokusu hücreleridir) bağlanması, yayılması ve geçişini etkileme potansiyeli açısından değerlendirilmiştir. Nano liflerin sayısının artmasıyla hücre bağlanmasında 24 saat sonra artış görülmemiş, ancak nano lif varlığının hücre yayılımını arttırdığı gözlenmiştir. Çalışmada çift katmanlı doku çatısının karakterizasyonu için mikro lif tabaka üzerinde nano liflerin birikim kapsamı, nitelik ve nicelik olarak elektrospinning süresinin fonksiyonu şeklinde incelenmiştir. Süre uzadıkça lif toplanması ve dolayısıyla nano lif tabakanın kalınlığı artmıştır. Nicel analiz nano liflerin kapsama yüzdesini süreç zamanının bir fonksiyonu olarak ortaya koymuştur (Şekil 2.39).

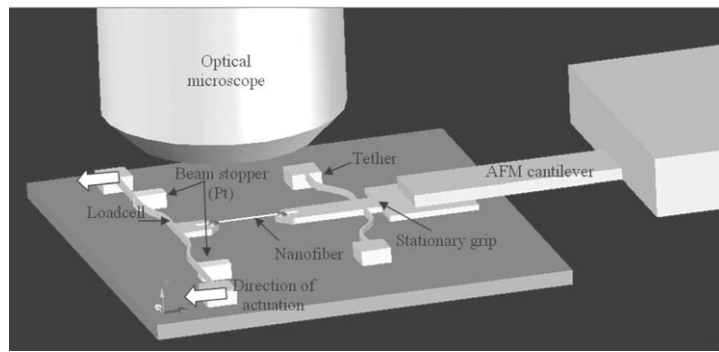


Şekil 2.39. Çok tabakalı doku çatıları, mevcut mikro lif tabakanın üzerine nano liflerin kapsam dağılımı açısından karakterize edilmiştir (Pham ve ark. 2006)

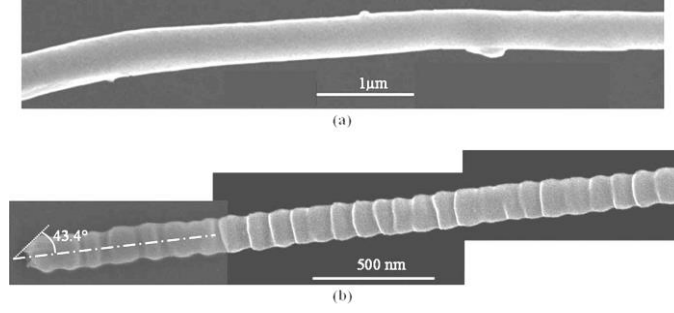
Tan ve Lim (2006) nano liflerin kullanıldığı uygulamaların büyük çoğunluğunda, kullanım ömrü boyunca çevresel ortamdan gerilmelere ve uzamalara tabi tutulduklarını vurgulayarak, bu tür gerilmelerin kalıcı deformasyona ve hatta bozulmalara yol açabileceğini belirtmişlerdir. Dolayısıyla nano liflerin mekanik özelliklerinin karakterize edilmesine ilişkin ihtiyaca dikkati çeken araştırmacılar, mekanik

karakterizasyona ilişkin nano ölçekteki çekme testi, eğilme testi ve çentik testlerine ilişkin deneysel teknikleri derlemişlerdir.

Naraghi ve ark. (2007) son derece deforme olabilen nano liflerin mekanik karakterizasyonunu nano boyutta gerçekleştirebilecek yeni bir metot geliştirmişlerdir. Bu metotta lifin kavranması ve yük ölçümü için, odaklanmış iyon demeti yardımıyla ayarlanmış, yonga-üzeri yaprak-yay yük hücresi ile donatılmış bir mikro elektromekanik sistem (MEMS) test platformu yapılmış ve harici bir piezoelektrik dönüştürücü ile harekete geçirilmiştir (Şekil 2.40). Mikron altı ölçekteki çekme testleri ortam koşullarında bir optik mikroskop eşliğinde gerçekleştirilmiştir. Mühendislik gerilme ve uzamaları MEMS platformunun resimlerinden, aygıt bileşenlerin bağlı katı cisim yer değiştirmeleri çıkartılarak dijital görüntü korelasyonu ile direkt olarak elde edilmiştir. Bu optik yöntemle, yer değiştirmeleri belirlenme hassasiyetinin 50 nm'den daha iyi olduğu gösterilmiştir. Metodun uygulamasında 300-600 nm aralığında çaplara sahip elektrospinning poliakrilonitril (PAN) nano liflerinin mekanik davranışı inceleyen araştırmacılar, gerilme-uzama eğrisinden $7,6 \pm 1,5$ GPa elastisite modülüyle belirgin şekilde mükemmel-elastik plastik davranışı ve %220'yi aşan geri dönüşsüz büyük uzama değerleri yani süneklik gözlemlemişlerdir. Bu büyük lif germe oranları, nano liflerin soğuk çekilmeleri esnasında oluşan periyodik boyunlarının kademeli dizisinin bir sonucu olarak yorumlanmıştır (Şekil 2.41).



Şekil 2.40. Nano liflerin testi için test platformu uygulaması. Resimdeki lifin uzunluğu 50 μm 'dir. (Naraghi ve ark. 2007)



Şekil 2.41. (a) Deforme olmamış PAN nano lifinin, (b) çekme sırasında oluşan birden fazla yüzey dalgasına sahip deforme olmuş PAN nano lifinin SEM görüntüleri (Naraghi ve ark. 2007)

Wu ve ark. (2008) elektrospinning süper ince lifli poli(vinil alkol) (PVA) filmlerinin TiO_2 nano partiküllü ve partikül içermeyen haldeki termal ışıınım özelliklerini deneysel olarak araştırmışlardır. Fourier dönüşümü kızılötesi spektroskopisi (Fourier transform infrared spectroscopy; FTIR) kullanarak filmlerin tayfsal aktarımını ölçen araştırmacılar termal ışıınım iletkenliğini hesaplamışlardır. Klasik polimer köpüklere göre daha düşük termal ışıınım iletkenliği elde edilen çalışmada PVA liflerinin çapı, alan emisyonu taramalı elektron mikroskopisi (field emission scanning electron microscopy; FE-SEM) yoluyla 150-300 nm aralığında belirlenmiştir. Bu süper ince liflerin termal ışıınım iletkenliğinin düşüşüne sebep olduğu yorumu yapılan araştırmada, ayrıca TiO_2 nano partikül ilavesinin termal yalıtım performansını arttırdığı da gözlenmiştir.

Ziabari ve ark. (2008) elektrospinning metoduyla üretilen nano liflerin spesifik gözenek özellikleri gerektiren ilaç iletimi, doku mühendisliği ve filtrasyon konularında yaygın şekilde kullanım alanı bulduğunu vurgulayarak, bu alanlarda ilerleme kaydetmek ve hataları önlemek açısından nano liflerin uygun tasarlanmasının kritik olduğunu belirtmişlerdir. Mevcut metotların çoğunun gözenek yapı parametrelerini endirekt olarak belirlemeyi sağlayan ve karakteristik dezavantajlar içeren yollar sağladığına dikkat çekilen çalışmada, gözenek karakteristiklerinin ölçümüne yönelik yeni bir görüntü analiz metodu geliştirilmiştir. Farklı gözenek karakteristiklerine sahip beş nano lif ağını bu metotla analiz eden araştırmacılar, metodun gözenek yapı parametreleriyle ilgili direkt, hızlı, değerli ve kapsamlı bilgiler sunduğunu teyit etmiş; ağ yoğunluğu, lif çapı ve değişiminin gözenek karakteristikleri üzerindeki etkilerini incelemek için iki set simülasyon görüntüsü oluşturmuşlardır. Araştırmanın sonucunda, ağ yoğunluğu ve lif

çapının gözenek karakteristikleri üzerinde önemli etkileri olduğu, lif çapı değişimlerinin ise önemsiz olduğu sonucuna varılmıştır.

Bazargan ve ark. (2009) yüzeysel bir sentez yöntemi kullanarak 50-60 nm çap aralığına sahip kadmiyum oksit (CdO) nano liflerini, sulu polivinil alkol çözeltisi (PVA) ve kadmiyum asetat dihidrattan elektrospinning tekniği ve ardından tek adımlı kalsinasyon yoluyla hazırlamışlardır. Karakterizasyon için morfolojiye yönelik elektron mikroskopi tekniklerinin yanı sıra kızılötesi emme spektroskopisi ve X-ışını toz kırınımı yöntemleriyle liflerin kimyasal kompozisyonu ve kristalografik yapısı incelenmiştir. Optik özelliklere yönelik fotoluminesans spektrum incelemesi yapan araştırmacılar CdO nano liflerindeki emisyon piklerinin 493 ve 528 nm'de merkezlendiğini gözlemlemişlerdir.

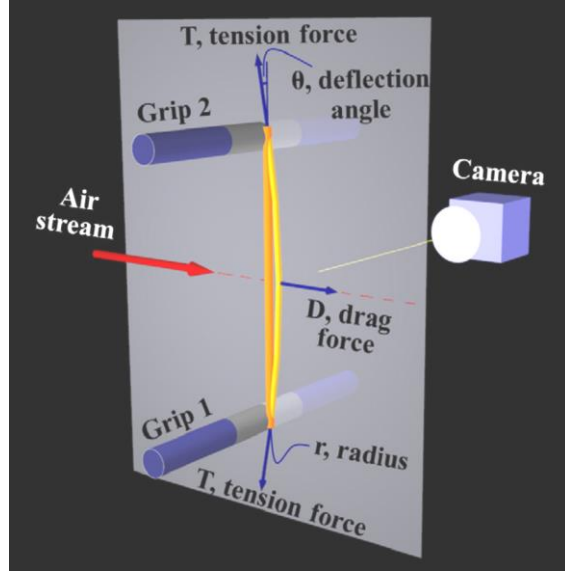
Paipitak ve ark. (2011) ağırlık oranını 80:20 olarak sabitledikleri PVA:kitosan malzemelerini %2 asetik asit içerisinde çözerek PVA/kitosan nano kompozit liflerini elektrospinning yoluyla üretmişlerdir. Çözelti konsantrasyonlarını ağırlıkça %3-5 arasında kullanan araştırmacılar, çözeltilerin viskozitesini Ubbelohde viskozimetresiyle (yüksek viskoziteye sahip selülozik polimer çözeltilerinin viskozitelerinin belirlendiği bir ölçme cihazı) belirlemiş ve çözelti karışımı viskozitesinin konsantrasyonla doğru orantılı olduğunu gözlemlemişlerdir. Nano kompozit liflerinin morfolojik özellikleri ve çapları taramalı elektron mikroskobu ve atomik kuvvet mikroskobuyla incelenmiş ve lif çaplarının yaklaşık 100 nm olduğu tespit edilmiştir. Fourier dönüşümü kızılötesi spektroskopisi ile yapılan ölçümler, hem PVA hem de kitosanın ilgili fonksiyonel gruplarının varlığını sergilemiştir.

Hadjizadeh ve ark. (2011) 400 nm – 2 µm aralığındaki nano ve mikro ölçekte çaplara sahip polietilen tereftalat (PET) elektrospinning liflerini, polimer çözeltisi konsantrasyonu ve akış hızı parametrelerinde değişiklikler yaparak üretmişlerdir. Yüzeylerdeki lif yönelimini, toplayıcının dönme ve ilerleme hızlarında yaptıkları değişikliklerle farklılaştıran araştırmacılar morfolojik inceleme için SEM, mekanik inceleme için mikro mekanik testler, termal inceleme için diferansiyel tarama kalorimetrisi (differential scanning calorimetry; DSC) ve yapısal inceleme için de X-

ışını kırınımı (X-ray diffraction; XRD) yöntemlerini kullanmışlardır. Deneylein sonucunda, farklı toplayıcı hızı ve çaplara sahip liflerin çekme özelliklerinin deęiştii, elektrospinning PET liflerinin pelet haldeki ham PET'e göre farklı termal özelliklere sahip olduđu, farklı koşullarla üretilen PET liflerinin kristalin ve termal özelliklerinde önemli bir fark oluşturmadığı gözlenmiştir.

Bazargan ve ark. (2011) 165±16 nm ortalama çapa sahip poliakrilonitril (PAN) nano lif yüzey üreterek, kimyasal ve termal kararlılığının yanı sıra suyla iyi ıslanabilirlik özelliklerinden dolayı su filtrasyonuna yönelik membran malzemesi olarak kullanmışlardır. Membran az sayıdaki yapısal kusur ve iyi seviyedeki kararlılığın sonucu olarak, yüksek su geçirgenliği ve mekanik mukavemet sergilemiştir. Optik parçacık sayacının yardımıyla filtrasyon davranışının değerlendirilmesi sonucunda, membranın 1-20 µm aralığındaki mikro parçacıkların %90'ından fazlasını sudan uzaklaştırmak için yüksek derecede yeterliliğe sahip olduğu kanıtlanmıştır.

Lin ve ark. (2012) polimer nano lifler ve düşük dayanımlı mikro liflerin minyatür mekanik test cihazları üzerinde yapılan ve zor olan mekanik ölçümlerini tamamlamak üzere, hava akımı etkileşimleri yoluyla polimer nano liflerin mekanik özelliklerinin belirlenmesine yönelik bir metot üzerinde çalışmışlardır. Bu yöntemde nano lifler çekme test aparatının çene şeklinde işlev gören iki çelik çubuğunun arasına direkt olarak sabitlenmiştir. Çekme gerilimi çubuklardan birinin kontrollü bir hızda veya adımda hareket ettirilmesiyle uygulanmıştır. Nano lifin, bilinen bir hızda life dik olarak akan geniş hava akımından kaynaklı sürüklenme kuvvetinin sebep olduğu sapmasıyla, gerilme açığa çıkmaktadır (Şekil 2.42). Parlak ışıltı oluşturmak için ışık düzenlemesiyle optimize edilen nano lifin sapsmış olan pozisyonu ve şekli, bir video kamera ile fotoğraflanarak gözlenmiştir. Mekanik özelliklerin değerlendirilmesi için, iki uçtan asılı nano liflerin eğrisel şekillerinin görüntü analizi, test edilen liflerin uç kısımlarının taramalı elektron mikroskopuyla yapılan çap ölçümleriyle kombine edilmiştir.



Şekil 2.42. Görüntü düzleminde saptırılmış bir elektrospinning polimer nano lifin şeması: Lifin başlangıçtaki pozisyonu turuncu, hava akımıyla saptırılmış haldeki pozisyonu sarı ile gösterilmiştir (Lin ve ark. 2012)

Fashandi ve Karimi (2012) polistiren (PS)/dimetilformamid (DMF) çözeltisinden 40°C ve %60 bağıl nem oranlarındaki ortam koşullarında elektrospinning işlemine tabi tutarak elde ettikleri liflerin yüzeysel ve içyapısal gözenekliliğini termoporometri, azot emme/çıkarma ve yoğunluk ölçümü metotlarıyla karakterize etmişlerdir. Ortalama gözenek yarıçapı, spesifik yüzey alanı ve toplam gözenek hacmi olmak üzere gözenekliliğin farklı yönlerini değerlendirilen araştırmacılar, bu özelliklerden her birinin en iyi şekilde incelenen tekniklerden biri ile tanımlanabileceği sonucuna ulaşmışlardır. Çalışmada söz konusu yöntemlerin, gözenekli electrospinning liflerin özelliklerini belirlemek için tamamlayıcı yaklaşımlar şeklinde hareket ettikleri belirtilmiştir.

Stanger ve ark. (2014) elektrospinning yoluyla elde edilmiş liflerin en önemli özelliklerinden biri olan lif çapının ölçümü işlemini, manuel ve iki farklı otomatik ölçüm yöntemiyle (FibreQuant™ ve SEMAnalyser™) karşılaştırmalı olarak ele almışlardır. Çalışmada ayrıca iridyum, altın ve karbon kaplama yoluyla taramalı elektron mikroskopuyla görüntüleme hazırlığının lif çapına olan etkileri de incelenmiştir. Manuel ölçümde 150 adet ölçüm için 2,2 saat gerekirken otomatik analiz programlarının 5 dakikadan daha kısa sürede 9000 adet ölçüm yaptığına dikkat

çekilirken, bu metotların yüksek tutarlılıkta ve arařtırmacı eęilimlerinden arınmıř sonular verdikleri, ancak basit sezgisel taramalar kullanıldıęından zaman zaman yanlış lümlerin söz konusu olduęu belirtilmiřtir. Operatrlerce kullanılan manuel metotla bildirilen ortalama deęerlerin daha byk deęiřimler ierdięini ve emek yoęun iřlemler olduęunu vurgulayan arařtırmacılar, yaptıkları incelemelerde SEM ncesi hazırlıklar iinde lif apına en az etki eden yntemin iridyum kaplama olduęunu da belirlemiřlerdir.

Barzegar ve ark. (2015) poli(vinil alkol) (PVA)/grafen elektrospinning nano liflerinin sentezi ve karakterizasyonu konusunda alıřmıřlardır. rettikleri numuneleri yapı ve hata yoęunluęu analizi iin Raman spektroskopisi, morfolojik analiz iin taramalı elektron mikroskopu ve termal analiz iin termo gravimetrik analiz (TGA) kullanarak karakterize etmiřlerdir. SEM lümlerinde ii boř PVA lif oluřumu ve mkemmel grafen daęılımını gzlemleyen arařtırmacılar, TGA lümlerinde grafen varlıęının PVA'nın termal kararlılıęını arttırdıęı sonucuna varmıřlardır.

2.5. Deney Tasarımı

Elektrospinning srecini ve etkiyen parametreleri anlamaya iliřkin alıřmalar nceki blmlerde ele alınmıřtır. Bu blmde ele alınacak olan alıřmalar; srecin deneysel olarak modellenmesi, parametre etkilerinin nem sıralarının ve belirlenen ıktı zerindeki etki derecelerinin tespiti, parametreler arasındaki iliřkilerin anlařılması ve srece iliřkin eřitli optimizasyonların uygulanması amalarıyla sistematik deneysel yaklařımların kullanıldıęı arařtırmalardır. Ortak zellik olarak bu alıřmalarda deney tasarım yntemleriyle veriler toplanmakta ve sonuların ortaya koyulmasında istatistiksel teknikler uygulanmaktadır.

Gu ve ark. (2005) karbon nano liflerin ncl olarak kullandıkları poliakrilonitril (PAN)/N,N-dimetil formamid (DMF) zeltisinden, kendi yapımları olan bir elektrospinning cihazıyla ultra ince lifler retmiřlerdir. 200-1200 nm aralıęında aplara sahip lifler reten arařtırmacılar, farklı konsantrasyon ve voltaj deęerlerinde rettikleri liflerin morfoloji ve ap daęılımını taramalı elektron mikroskopuyla (SEM)

incelemişlerdir. Çalışmada süreç parametrelerinin daha sistematik bir yolla anlaşılması ve ortalama lif çapıyla elektrospinning parametreleri arasında nicel ilişkiler kurulması için cevap yüzeyi metodolojisi (response surface methodology; RSM) kullanılmıştır. Yapılan analizler sonucunda çözelti konsantrasyonunun liflerin çapı ve lif çapı standart sapması üzerinde önemli bir rol oynadığı, uygulanan voltajın ise önemli bir etkisi olmadığı sonucuna varılmıştır.

Gu ve Ren (2005) poli(D,L-laktit) (PDLA) çözeltisinden yine kendi yapımları olan bir elektrospinning cihazıyla ultra ince lifler üretmişlerdir. 350-1900 nm aralığında çaplara sahip lifler üreten araştırmacılar, Gu ve ark. (2005a) yayınıyla aynı yöntemleri farklı bir polimerle çalışmışlardır. Düşük konsantrasyonlarda dizili boncuk yapısı oluşumu gözlemlenen çalışmada konsantrasyonun artmasıyla lif çapının arttığı, voltajın artmasıyla lif çapının azaldığı belirtilmiştir. Liflerin daha az değişkenlik gösteren çaplarda üretimi için, uygulanan voltajdan bağımsız olarak konsantrasyonun düşük tutulması gerektiği vurgulanan çalışmada, yüksek konsantrasyonlarda yüksek voltaj değerleriyle homojen çap dağılımına sahip lif üretiminin mümkün olduğu sonucuna varılmıştır. Cevap yüzeyi metoduyla (RSM) deneysel verilerinden cevap fonksiyonunu modelleyen araştırmacılar, PDLA'nın elektrospinning süreç koşulları belirlenirken bu çalışmada ortaya koyulan modele uygun seçim yapılabileceğini belirtmişlerdir.

Tan ve ark. (2005) elektrospinning polimer nano liflerin lif çapı ve değişimleri gibi morfolojisine etkileyen proses parametrelerini incelemişlerdir. Çalışmada nano lif morfolojisine etki eden çözelti özellikleri ve süreç koşullarını özetleyen bir süreç haritası elde edilmiştir. Polimer konsantrasyonu, moleküler ağırlığı, çözücünün elektriksel iletkenliği morfolojinin kontrolünde baskın faktörler olarak tespit edilmiştir. Araştırmacılar, sistematik parametre çalışmasına dayanarak 9 nm'ye kadar düşük çaplarda poli(L-laktik asit) elektrospinning liflerini başarıyla üretmişlerdir.

Cui ve ark. (2007) PDLA lif karakteristikleri (çap ve morfoloji) ile süreç ve malzeme parametreleri arasındaki niteliksel ve niceliksel bağıntıları araştırmak için ortogonal deney metodunu kullanmışlardır. İstatistiksel analizlerin sonucunda lif çapı üzerinde polimerin moleküler ağırlığı ve çözelti konsantrasyonunun önemli etkileri olduğu, lif

morfolojisi üzerinde ise polimer moleküler ağırlığı, çözelti konsantrasyonu ve çözücü sisteminin etkili olduğu görülmüştür. Çözelti konsantrasyonu ile polimerin moleküler ağırlığı ve polimerin moleküler ağırlığı ile çözücü sisteminin belirgin etkileşimleri olduğu da gözlenmiştir. Regresyon analiziyle sayısal ilişkileri ortaya çıkaran araştırmacılar yaptıkları doğrulama testinde, lif büyüklüğü ve boncuk yüzdesinin deneysel değerleriyle hesaplanmış olanların iyi bir uyum içinde olduğunu belirtmişlerdir. Bu sonuçlara göre elektrospinning lifler için önceden tespit edilmiş belirli çap ve morfolojilere yönelik en uygun şartlar elde edilebilecektir.

Heikkilä ve Harlin (2008) polyamid-6'nın çoklu düzeli elektrospinning işleminde farklı çözelti ve proses parametrelerinin önemini araştırmışlardır. Bu parametrelerin öncelikle lif çapı ve çap dağılımına, ikinci olarak da üretim hızı ve süreç düzensizliklerine olan etkilerine odaklanan araştırmacılar ortogonal deney tasarımı kullanarak bir dizi deneyler gerçekleştirmişlerdir. Çalışma için her biri iki veya üç seviyeye sahip sekiz parametre belirlenmiştir. Seçilen çözelti parametreleri polimer kalitesi, çözeltinin viskozitesi, tuz içeriği ve çözücü kalitesi; süreç parametreleri ise voltaj, mesafe, düze boyutu ve çözelti besleme basıncıdır. Çalışmalar çoklu düzelere ve yatay elektriksel alana sahip kesintisiz elektrospinning donanımında gerçekleştirilmiştir. Bazı değişkenlerin etkileri ile ilgili literatür bulgularının genellikle çelişkili olduğuna dikkat çeken araştırmacılar, bu çelişkiler ve olası sebeplerini de yayında tartışmışlardır.

Yördem ve ark. (2008) poliakrilonitril elektrospinning liflerinin çapı üzerinde malzeme ve süreç parametrelerinin etkilerini deneysel olarak incelemişlerdir. Çözelti konsantrasyonu, voltaj ve toplayıcı mesafesi ayarlarına yönelik deneylerin tasarımında cevap yüzeyi metodolojisi (response surface methodology; RSM) kullanılan çalışmada, ayrıca elde edilen lif çapı üzerinde her bir parametrenin önem değerlendirmesi de açıklanmıştır. Araştırmalar, voltaj ve çözelti konsantrasyonu sabit bir moleküler polimer ağırlığında değiştirilirken, çeşitli toplayıcı mesafelerinin iki değişkenli süreç alanlarında uygulanmıştır. Ortalama çap ve değişim katsayısı, her bir toplayıcı mesafesinde çözelti konsantrasyonu ve voltajın fonksiyonları olarak cevap yüzeyleri polinomu yoluyla modellenmiştir. Çözelti konsantrasyonu ve toplayıcı mesafesi yüksek olduğunda, uygulanan voltajın mikron boyutlu lif çapı üzerindeki etkilerinin ihmal edilebilir olduğu

gözlenmiştir. Ancak her üç faktörün de nano boyutlu liflerin üretiminde istatistiksel olarak önemli oldukları bulunmuştur. Cevap yüzeyi tahminleri, elde edilen lif çapı için parametre etkileşimlerini ortaya çıkarmış ve ortalama lif çapı ile değişim katsayısı arasında negatif korelasyon olduğunu göstermiştir. Çalışmanın sonucunda nano boyutta lif üretimine yönelik çözelti konsantrasyonu, voltaj ve toplayıcı mesafesini içeren parametre uzayının bir alt etki alanı önerilmiştir.

Nottelet ve ark. (2008) kalp damar hastalıkları sebebiyle ölümlerde ciddi artış olduğuna ve doku mühendisliği alanında küçük boyutlu damar değişimlerine olan ilginin arttığına dikkat çekerek, elektrospinning yoluyla üretilmiş yavaş bozunan poli(ϵ -kaprolakton) nano liflerinden yapılan düşük çaplı damar greftleri (cerrahi olarak nakledilen canlı dokusunun bir parçası) üzerinde çalışmışlardır. Araştırmacılar süreci faktöriyel tasarım yaklaşımıyla optimize ederek 2 ve 4 mm iç çaplara sahip yeniden üretilebilir greftler elde etmişlerdir. Çalışmada polimer konsantrasyonu, çözücü, düze-toplayıcı mesafesi, voltaj, akış hızı ve proses süresinin etkileri araştırılmıştır.

Yeoh (2009) elektrospinning sürecinin, kâğıt hamurundan mikron altı ve mikron boyutlu selülozik liflerin üretimi için uygulanabilir bir süreç olduğunu göstermiştir. Çalışmada polimer konsantrasyonu, düze sıcaklığı, voltaj ve akış hızının lif çapına etkileri konusunda sistematik bir çalışma yapmak amacıyla Taguchi deneysel tasarımı kullanılmıştır. Çalışmanın sonucunda daha düşük konsantrasyon, daha yüksek düze sıcaklığı ve daha yüksek voltaj değerinin daha düşük lif çapına neden olduğu, akış hızının ise lif çapı üzerinde kesin bir etkiye sahip görünmediği belirtilmiştir.

Chen ve ark. (2009) poli(metil metakrilat) nano liflerinin ortalama çaplarını modellemek amacıyla beş seviyeli, beş-değişkenli merkezi bileşik dönele tasarımı dayanan cevap yüzeyi metodolojisi kullanmış ve polimer konsantrasyonu, mesafe, sıcaklık, akış hızı ve voltajın etkilerini araştırmışlardır. Lif çapı bu değişkenlerle, %95 güvenilirlik düzeyine sahip ikinci dereceden bir polinom fonksiyonu kullanılarak ilişkilendirilmiştir. Yaptıkları analizde polimer konsantrasyonu, sıcaklık ve akış hızının çapı etkileyen en önemli parametreler olduğu, akış hızının ilk iki parametreye göre daha az olmak üzere etkili bir parametre olduğu ve önemli etkisi olan karşılıklı etkileşim

terimi bulunmadığı sonucuna varmışlardır. Model kullanılarak hesaplanan çap değerlerinin deneysel sonuçlarla uyumlu olduğu belirtilen çalışmada modelin yeterliliği, modelde kullanılmayan ilave bağımsız deneyler yapılarak teyit edilmiştir.

Patra ve ark. (2009) poli(L-laktik asit) nano lif yüzeyinin elektrospinning yoluyla oluşturulması esnasında proses kontrol parametrelerinin seçimine yönelik deney tasarımı yoluyla sistematik bir çalışma gerçekleştirmişlerdir. Çalışmada, minimum sayıda deneyle ürün kalitesi üzerindeki değişkenliklerin azaltılmasını sağlayacak güvenilir bir parametre grubunun elde edilmesi hedef olarak alınmıştır. Dolayısıyla ilgili malzemenin elektrospinning sürecinde arzu edilen işlem parametrelerinin seçimi için Taguchi metodu uygulanmıştır. Metodun avantajı deney sayısını, dolayısıyla zaman ve maliyeti azaltması olarak bildirilmiştir. Deneylerin ardından uygulanan S/N oranı ve ANOVA yaklaşımlarının, aynı türde bir parametrik seçime yakınsadığı açıklanmıştır.

Amiraliyan ve ark. (2009) yeniden oluşturulmuş ipek fibroin (ipek ve örümcek ağlarının başlıca bileşeni olan bir protein) / formik asit çözeltisinden elektrospinning yoluyla ultra ince lifler elde etmişlerdir. Bazı proses parametrelerinin lif morfolojisi, çapı ve çap değişimi üzerindeki etkilerinin deneysel olarak araştırıldığı çalışmada lif çapı ölçümleri için taramalı elektron mikroskobu kullanılmıştır. Çözelti konsantrasyonu ve uygulanan voltaja bağlı olarak 80-210 nm aralığında lifler üretilmiştir. Seçilen proses parametreleri ile ortalama lif çapı ve çap değişimi arasındaki sayısal ilişkilerin elde edilmesi amacıyla cevap yüzeyi metodolojisi uygulanmıştır. Araştırmacılar yaptıkları analizlerin sonucunda ipek fibroin çözelti konsantrasyonunun lif çapı ve standart sapması üzerinde önemli etkileri olduğunu ve uygulanan voltajın önemli bir etkiye sahip olmadığını göstermişlerdir.

Coles ve ark. (2010) poli(vinil alkol) (PVOH) ve polilaktik asit (PLA) polimer çözeltileri geliştirmiş ve faktörlerin değişiminin lif çıktısı üzerinde önemli etkilere neden olup olmadığını belirlemek için bir deney tasarım yaklaşımı (DoE) uygulamışlardır. Değiştirilen parametreler iletkenlik, konsantrasyon (ağırlıkça %), elektrostatik potansiyel ve lifin elde edildiği toplama mesafesidir. Elde edilen sonuçlar olarak lif çapı, malzeme birikim oranı (hızı), toplama noktasında elde edilen akım,

malzemenin elektrospinning işleminin mümkün olup olmadığı ve polimer lifinin gözle görülür şekilde üretilip üretilmediği dikkate alınmıştır. Araştırmanın sonuçları, toplama parametrelerinin, lif çıktısı ve daha sonraki malzeme özelliklerinin değişmesine yol açan etkileşimlerin varlığını göstermektedir. Araştırmacılar bu etkileşimlerin ilgili malzemeler için mikro ve nano liflerin istenen çap ve birikim hızına ayarlanması için kullanılabileceğini belirtmişlerdir.

Tehrani ve ark. (2010) doku yenilenmesi için lifli doku çatılarının maksimum uygulanabilirliğini belirgin şekilde artıracak güvenilir bir kriter üzerine elektrospinning parametrelerinin etkisini belirlemeyi amaçlanmışlardır. Çalışmada elektrospinning doku çatılarının oluşumu modellenerek ağ geçirgenlik indeksinin (web permeability index; WPI) açıklanması için bir görüntü analiz tekniği kullanılmıştır. Poli(3-hidroksibütirat) (P3HB) doku çatıları bir Taguchi ortogonal tasarımında önceden belirlenmiş seviyelerin koşullarına göre üretilmiştir. Malzeme parametreleri olarak polimer konsantrasyonu, iletkenlik ve çözeltinin uçuculuğu alınmıştır. İşlem parametreleri ise uygulanan voltaj ve düze-toplayıcı mesafesidir. WPI değerlerinin izlenmesine yönelik bir yasa ile polimer konsantrasyonu veya uygulanan voltaj yükseldiğinde gözenek bağlantısallığı azalmıştır. Jet kararsızlığının kalitesi; gözenek sayıları ve alanlarının yanında doku çatısı gözenekliliği ve açıklık bağlantısallığı ile ilgili tanımlı tüm diğer yapısal karakteristikleri de değiştirmiştir. Ağırlıkça %6'nın üzerindeki P3HB içeriği durumunda zincir dolaşıklığı fenomeni nedeniyle WPI değerlerinde başlangıçta şiddetli bir artış gözlenmiştir. Çözelti karışımı, çözelti viskozitesi ve yüzey geriliminin bir fonksiyonu olarak doku çatısının mimari özelliklerini önemli ölçüde ($p < 0.05$) değiştirmiş olmasına rağmen WPI değerleri üzerinde küçük bir etkisi olmuştur. Çalışmanın sonucunda çözelti karışımı önem konusunda üçüncü sırayı almış ve mesafe en önemli faktör olarak kabul edilmiştir.

Gómez-Tejedor ve ark. (2011) elektrospinning yöntemiyle elde edilen poli(etil metakrilat) (PEMA) membranların lif çaplarının ortalaması ve standart sapması şeklindeki lif karakteristiklerine etki eden süreç parametrelerini değerlendirmişlerdir. Çalışmada işlem koşulları Taguchi istatistiksel metodu kullanılarak seçilmiştir. Yapılan istatistiksel analizler sonucunda polimer konsantrasyonunun lif kalınlığı üzerinde en

büyük etkiye sahip olduğunu, elektriksel alanın ise standart sapma üzerinde etkili olduğunu ortaya koymuştur. Her parametre setiyle bir mikrondan daha büyük çaplara ve iyi mekanik özelliklere sahip yönelimli ve yönelimli olmayan elektrospinning yüzeyler üretilmiş ve çekme gerilmesi-uzama diyagramları verilmiştir. Diferansiyel tarama kalorimetrisi deneylerinde araştırmacılar, elektrospinning sebebiyle polimer zincirlerinin dengesizlik durumuna zorlandıklarını gözlemlemişlerdir. Yaptıkları çeşitli incelemeler sonucunda, numunelerin camsı geçiş davranışları ile proses parametreleri arasında herhangi bir bağlantı bulamamışlardır. Kısa süreli hücre ekimi gözlemlerinin de yapıldığı çalışmada, yönelimli liflerin olduğu membranlarda hücrelerin de lif yönünde yönlendiği tespit edilmiştir.

Ledolter (2011) nano teknoloji süreçlerinin geliştirilmesinde deney tasarımı tekniklerinin kullanıldığı yayınlardan beş tanesini seçerek detaylı olarak incelemiş, yayınlarda raporlanan veri analizlerini yenilemiş ve yayınlanmış olan analizlerin doğruluğu üzerine yorumlamalar yapmıştır. Yorumladığı yayınlardan biri de Yördem ve ark. (2008) tarafından yapılan ve elektrospinning liflerinin çapı üzerinde malzeme ve süreç parametrelerinin etkilerinin deneysel olarak incelendiği çalışmadır. Araştırmacı verileri ele alarak farklı bir model önermiş ve bu modelin daha düzgün kontürlerle sonuçların yorumlanmasını kolaylaştıracağını belirtmiştir. Yördem ve ark. (2008) cevap kriterleri olarak ortalama çap ve varyasyon katsayısını alırken, Ledolter (2011) ortalama çap yanında standart sapmayı temel almıştır. İnceleme sonucunda çap ve standart sapma bazında önerilen kontür grafiğinin, bilgilerin daha efektif şekilde sağlanmasını garantilerken, belirli çap ve mümkün olan en düşük standart sapma ile üretim hedeflendiğinde, daha kolay yorumlanabilir bir durum ortaya koyduğu belirtilmiştir.

Ray ve Lalman (2011) elektrospinning yoluyla elde edilen titanyum dioksit (TiO_2) nano liflerinin çap tahmini ve minimizasyonu için Box-Behnken deneysel tasarım (BBD) tekniği kullanmışlardır. Ele alınan proses parametreleri potansiyel fark (kV), akış hızı (ml/sa) ve elektrotlar arasındaki mesafedir (cm). Modeli kalıntı analizi yoluyla doğrulayan araştırmacılar ardından model üzerinden, minimum TiO_2 lif çapını sağlayacak olan optimum deneysel değerleri belirlemişlerdir. Modele göre potansiyel farkı 40 kV, elektrotlar arası mesafe 32,5 cm ve akış hızı 0,6 ml/sa olduğunda minimum

çap 43,3 nm olarak öngörülmüştür. Deneysel olarak gözlenen lif çapı ortalaması $47,8 \pm 8,7$ nm şeklinde gerçekleşerek model tahminine göre %9,5 daha büyük bir değer elde edilmiştir. Nano lif çapının elektrospinning çözeltisindeki ağırlıkça Ti yüzdesinden etkilenmesinden dolayı araştırmacılar final analizde modele çözelti içerisindeki Ti yüzdesini de içeren bir terim ekleyerek revizyona gitmişlerdir. Bu şekilde $39,0 \pm 6,6$ nm çapında lifler %1,3 Ti içeren çözelti ile üretilmiş ve modelin araştırmacılar için iyi bir araç olabileceği belirtilmiştir.

Kanafchian ve ark. (2011) ince lif kullanımının filtre malzemelerine yönelik önemli bir tasarım aracı haline geldiğini, nano lif tabanlı filtre malzemelerinin diğer filtre malzemelerine göre daha az enerji tüketimi, daha uzun filtre ömrü, yüksek filtreleme kapasitesi, daha kolay bakım ve düşük ağırlık gibi avantajları olduğuna dikkat çekmişlerdir. Genel olarak filtre malzemelerinin çoğunun, malzemenin üst veya emme tarafını oluşturan bir ince lif tabakasıyla hazırlandığına dikkat çeken araştırmacılar bu ince liflerin küçük parçacıkların yakalanmasını sağlayarak filtrasyon verimini arttırdığını belirtmişlerdir. Araştırmada iyileştirilmiş ince lif yapıları geliştirerek filtre malzemesinin her iki tarafına da kontrollü miktarlarda uygulamış ve bu şekilde filtrasyon verimini artırırken filtre ömründe de artış hedeflemişlerdir. Çalışmanın ilk kısmında elektrospinning nano liflerin üretimi incelenmiş ve ikinci kısmında da bu liflerin filtre malzemesi olarak kullanımına yönelik nasıl lamine edilebilecekleri sunulmuştur. Seçilen elektrospinning parametreleri ile ortalama lif çapı ve çap dağılımı arasındaki nicel ilişkileri elde etmek için cevap yüzeyi metodu kullanılmıştır. İpek öncülün morfolojisi konsantrasyon, sıcaklık ve voltajın değiştirilmesiyle incelenmiştir. Üç değişken için ikinci dereceden bir modelin uydurulması amacıyla bir merkezi kompozit tasarımı uygulanmıştır. Parametrelerin ortalama lif çapı üzerindeki etkilerini çift yönlü varyans analizi ile inceleyen araştırmacılar, çözelti konsantrasyonu ve elektrospinning sıcaklığının en önemli etki faktörleri olduğu ve uygulanan voltajın ortalama lif çapı üzerinde önemli bir etkiye sahip olmadığı sonucuna varmışlardır.

Roso ve ark. (2011) aktif filtre malzemesi üretimi için polimetilmetakrilat-ko-metakrilik asit (PMMA-ko-MAA) ultra ince lif ve TiO_2 nano partiküllerine dayanan çoklu yapılandırılmış membranları elektro-hidro-dinamik (EHD) teknolojisiyle elde

etmişlerdir. Çalışmada nano lif bazlı tabakaların proses optimizasyonu, en küçük lif çapının elde edilebileceği parametre etki alanının tahmin edilmesi amacıyla cevap yüzeyi metodu kullanılarak araştırılmıştır. Elektrospinning parametreleriyle cevaplar (ortalama çap ve standart sapma) arasındaki nicel ilişkiler kurulmuş ve ardından kontrollü ve güçlü bir süreç için nano lifler ve nanopartiküllerin nihai çok katlı yapısı elde edilmiştir. Deneysel modelin istatistiksel analizi sonucunda polimer konsantrasyonunun ortalama lif çapına ağırlıklı olarak etki ettiği belirlenmiştir. Viskoelastik kuvvetlerin büyük ölçüde arttığı ve diğer kuvvetlerin güçlü şekilde üstesinden gelineceği bir eşik değerinin belirlenmesinin mümkün olduğu öne sürülen çalışmada, parametreler arası etkileşimlerin de viskoelastik kuvvetlerin cevap üzerindeki beklenen ana etkisini ortaya çıkardığı belirtilmiştir. Düşük voltaj için akış hızının artırılmasının daha düşük lif çaplarıyla sonuçlandığı ve bu davranışın belirli bir noktadan sonra tersine döndüğü tespit edilmiştir. Çözeltideki tuz içeriğinin belirli bir eşik değeri olduğu, bu değer üzerinde tuz içeriklerinde uygulanan voltaj artırılarak daha büyük çaplı lifler elde edildiği gözlenmiştir. Bu eşik değerinin altında akış hızındaki bir artışın sıvı jeti gerilmelerini büyük ölçüde uyardığı ve eş zamanlı olarak jet çapını düşürdüğü belirlenmiştir.

Padmanabhan ve ark. (2011) konvansiyonel elektrospinning yöntemiyle mikron altı ve nano lif üretiminin nispeten ucuz olduğunu, buna karşın karışık ve rastgele yönlendirilmiş liflerle sonuçlandığını vurgulayarak elektrospinning sürecinin modifiye bir formuyla poli(kaprolakton) (PCL) polimerik liflerini kontrollü desen yönelimlerinde toplayacak şekilde bir “yakın-alan” süreci kullanmışlardır. Proses değişkenlerinin bağımsız ve nihai lif çapı üzerinde etkili olduğunu belirten araştırmacılar, yakın-alan toplanma sürecinin ve proses parametreleriyle ilişkilerinin nicel ve sistematik şekilde anlaşılması için cevap yüzeyi metodunu (RSM) kullanmışlardır. Burada toplanma parametreleri değişkenler ve lif çapı da gözlenen cevap şeklinde tanımlanmış ve deneysel bir cevap yüzeyi fonksiyonu belirlenmiştir. Temel alınan süreç parametreleri polimer konsantrasyonu, düze ile toplayıcı arasındaki mesafe ve elektrostatik alan şiddetidir. Çalışmada 500-1500 nm arasında çaplara sahip lifler makul bir R^2 değeri olan 0,74 ile üretilmiştir. Bu değer cevap değişkeni varyasyonunun yaklaşık yüzde yetmiş beşinin değişkenler yoluyla, kalan kısmının ise doğal süreç değişkenliği ile açıklanabileceği anlamına

gelmektedir. Çalışmanın sonucunda ANOVA analiziyle, alan şiddeti ve konsantrasyonun nihai lif çapı üzerinde önemli etkilere sahip olduğu ortaya koyulmuştur.

Nasouri ve ark. (2012) elektrospinning yoluyla elde edilmiş poliakrilonitril (PAN) nano liflerinin ortalama çapının modellenmesine yönelik üç seviyeli üç değişkenli Box-Behnken tasarımına (BBD) dayalı cevap yüzeyi metodolojisi (RSM) ile yapay sinir ağı (artificial neural network; ANN) tekniklerini karşılaştırmışlardır. Çok katmanlı algılayıcı (MLP) sinir ağları, ölçekli bir eşlenik gradyan geri yayılım algoritması kullanılarak giriş-çıkış desen setleri ile eğitilmiştir. Polimer konsantrasyonu (ağırlık/hacim %), uygulanan voltaj (kV) ve düze-toplayıcı mesafesi (cm) olmak üzere üç önemli elektrospinning faktörü üzerinde çalışılmıştır. Hem ANN hem de RSM yoluyla tahmin edilen lif çapları deneysel sonuçlarla uyumludur. RSM analizi polimer konsantrasyonu ve uygulanan voltajın ortalama lif çapını etkileyen en önemli faktörler olduğunu doğrulamıştır. Ayrıca tüm etkileşim terimleri de önemli olarak bulunmuştur. RSM modeli ANN modelinden çok daha düşük mutlak yüzde hata gösterdiğinden araştırmacılar, RSM performansının ANN'den çok daha iyi olduğunu belirtmişlerdir. Değişkenlerle cevap arasındaki yüksek regresyon katsayısı ($R^2=0,998$) deneysel verilerin, ikinci dereceden polinomlu regresyon modeli ile değerlendirilmesinin mükemmel sonuca götürdüğünü göstermektedir.

Neo ve ark. (2012) işlem ve çözelti parametrelerinin gıda sınıfı elektrospinning liflerin morfolojisi üzerindeki etkilerini araştırmışlardır. Lif morfolojisiyle çözelti reolojisinin ilişkisini belirlemek amacıyla zein (mısırın başlıca proteini) çözeltisi dolaşıklık konsantrasyonu (C_e) ile eğrilebilirliği arasındaki ilişkiyi inceleyen araştırmacılar, zein çözeltisi elektrospinning parametrelerinin daha sistematik bir şekilde anlaşılmasını kolaylaştırmak için cevap yüzeyi metodu (RSM) kullanmışlardır. Üzerinde çalışılan elektrospinning parametreleri zein çözeltisi konsantrasyonu, çözelti akış hızı, uygulanan voltaj ve düze ucu ile toplayıcı arasındaki mesafedir. Tekil ve parametreler arasındaki etkileşimlerin liflerin ortalama çapına olan etkileri Box Behnken faktöriyel tasarım kullanılarak belirlenmiştir. Çalışmada, mikron altı liflerin üretiminde akış hızı ile voltaj arasındaki etkileşim etkisi ve uygulanan voltajın ikinci derece katsayılarının yanı sıra

çözelti konsantrasyonu, voltaj ve akış hızının lineer katsayıları istatistiksel olarak önemli bulunmuştur.

Sarlak ve ark. (2012) polivinilpirolidon (PVP) ve titanyum tetraizopropoksit (TTIP) öncülleri kullanarak TiO₂ nano liflerini elektrospinning yoluyla üretmişlerdir. Metoda etki eden PVP içeriği, TTIP içeriği, düze ile toplayıcı arasındaki mesafe, uygulanan voltaj, akış hızı ve pH değerleri gibi parametreler Box-Wilson merkezi kompozit tasarımı (central composite design; CCD) ve istatistiksel yazılım paketi Minitab versiyon 14 kullanarak optimize eden araştırmacılar, lif çapıyla PVP ve TTIP konsantrasyonlarının direkt, pH'ın ise endirekt ilişkili olduğunu bulmuşlardır. Sonuçlar, elektrospinning TiO₂ nano liflerinin çapı üzerinde PVP konsantrasyonunun en önemli parametre olduğunu ve sırasıyla TTIP içeriği ve pH değerinin de bir sonraki önemli parametreler olduklarını göstermiştir. Örneğin deneylerde pH değerinin 2,3'ten 4,6'ya yükseltilmesinin lif çapının 718 ± 76 nanometreden 256 ± 39 nanometreye düşmesini sağlarken boncuk yüzdesinde de %4'ten %18'e yükselmesine sebep olduğu belirlenmiştir. Cevap yüzeyi grafiğine dayanarak minimum çap ve boncuk yüzdesine sahip TiO₂ nano liflerini üretmek için optimum proses parametreleri elde edilmiştir. Cevap yüzeyi metodu kullanılarak elde edilen ikinci dereceden polinomun R² değeri 0,831 olarak hesaplanmış ve model güvenilirliği teyit edilmiştir.

Agarwal ve ark. (2012) kitosan / polilaktit (CP) karışım çözeltilerini ortak çözücü olarak trifloroasetik asidiyle farklı karışım oranlarında elektrospinning işlemine tabi tutmuşlardır. Farklı CP oranları ve proses parametrelerinin nano liflerin çapı üzerindeki etkilerini deneysel olarak inceleyen araştırmacılar, lif morfolojisi ve lif çapı dağılımını taramalı elektron mikroskobu kullanarak belirlemişlerdir. Her bir kitosan – polilaktit oranı için, elektrospinning parametreleri ile ortalama lif çapı ve dağılımı arasındaki nicel ilişkileri tanımlamak ve değerlendirmek amacıyla cevap yüzeyi metodu (RSM) kullanılan çalışmada, sabit düze–toplayıcı mesafesinde (15 cm), uygulanan voltaj ve polimer çözeltisi akış hızının lif çapını kontrol eden süreç değişkenleri olduğu tespit edilmiştir. Lif çapı ikinci dereceden bir polinom fonksiyonu kullanılarak bu değişkenlerle ilişkilendirilmiştir. Üretilen lif çaplarının 94 – 389 nm arasında olduğu belirlenen çalışmada, tahmin edilen lif çaplarının deneysel sonuçlarla iyi bir uyum

içerisinde olduğu belirtilmiştir. Polimer karışımındaki polilaktit ve kitosan oranının lif çapı ve çap dağılımı üzerinde önemli rol oynadığı sonucuna varılmış, nano lif üretiminde süreç faktörlerinin istatistiksel olarak önemli olduğu bulunmuştur.

Abuzade ve ark. (2012) kendilerinin oluşturduğu bir elektrospinning düzeneğini kullanarak, poliakrilonitril (PAN) - N,N-dimetilformamid çözeltisinden 80-340 nm aralığında çaplara sahip ultra ince lifler üretmişlerdir. Lif çapı ve çap dağılımı resim analizi kullanılarak farklı konsantrasyon, voltaj ve düze-toplayıcı mesafeleri için araştırılmıştır. Lif çapları artan çözelti konsantrasyonu ile artmış ve voltaj ve düze-toplayıcı mesafesi arttırıldığında az oranda düşmüştür. Gözeneklilik ve hava geçirgenliğinin nano lif uygulamalarında önemli özellikler olduğuna dikkat çeken araştırmacılar proses parametrelerinin, nano yüzey gözeneklilik ve hava geçirgenliğine olan etkilerini de incelemişlerdir. Lineer regresyon ve varyans analizi kullanılarak yapılan istatistiksel analiz sonuçları, çözelti konsantrasyonu ve uygulanan voltajın gözenek çapı üzerinde önemli etkileri olduğunu göstermiş; nano lif çapının, nano liflerin kesişimi yoluyla oluşan gözeneklerin çapı üzerinde önemli bir rol oynadığı sonucuna varılmıştır. Gözenekliliğin daha gerçekçi şekilde anlaşılmasının sağlandığı belirtilen çalışmada nano yüzey parametreleri ile nano yüzeyin hava geçirgenliği arasındaki nicel ilişkiler regresyon analiziyle oluşturulmuştur. Süreç parametreleriyle hava geçirgenliğinin tahminine yönelik iki farklı model oluşturulmuş ve bu modeller kullanılarak, istenilen hava geçirgenliğine sahip nano yüzey üretimi için elektrospinning süreci optimize edilebilmiştir. Çalışmada sunulan modellerin, PAN nano yüzey hava geçirgenliğinin hem süreç hem de yapısal parametreler kullanılarak tahmin edilmesini sağlamaları dolayısıyla oldukça önemli oldukları belirtilmiştir.

Konwarh ve ark. (2013b) biyo tıp ve endüstriyel uygulamalarda önemli kullanım alanlarına sahip olan elektrospinning selüloz asetat (CA) matlarının şekil ve boyut optimizasyonunda istatistiksel yaklaşım kullanmışlardır. Çalışmada potansiyel fark, düze-toplayıcı mesafesi ve akış hızı olmak üzere üç proses parametresinin modülasyonu; boncuklu, boncuksuz, dallanmış ve şerit şeklinde farklı boyut spektrumuna sahip çeşitli lif morfolojilerine sebep olmuştur. Box-Behnken tasarım tekniğinin kullanıldığı cevap yüzeyi metodolojisi, seçilen parametrelerin doğrusal ve

ikinci dereceden önemli etkilerine işaret etmiştir. 0,5192 tutarlılık katsayısıyla yaklaşık 139 nm minimum çapa sahip lifler; 30 kV voltaj, 15 cm düze-toplayıcı mesafesi ve 2 ml/sa besleme hızı için tahmin edilmiştir. Tüm faktör uzayı üzerinde deneysel ve model değerleri için benzer gözlemlerle tahmin edilen R^2 değeri (0,9565) ile düzeltilmiş R^2 değeri (0,9824) arasında makul bir uyum olduğunu vurgulayan araştırmacılar, geliştirilen modelin CA ve benzer polimerlerin elektrospinning işlemi üzerindeki proses-parametre etkilerinin anlaşılması için temel bir model şeklinde alınabileceği belirtmişlerdir.

Kong ve Ziegler (2013) elektrospinning yoluyla üretilen nişasta lifi çaplarının birçok potansiyel uygulamada kritik parametre olduğuna dikkat çekerek; nişasta konsantrasyonu, voltaj, eğirme mesafesi ve besleme hızı gibi belirli süreç parametreleriyle lif çapı arasındaki nicel ilişkileri, kısıtlı bir bölgede kısmi faktöriyel deney tasarımı kullanarak deneysel modelleme yoluyla belirlemişlerdir. Çalışmada, elektrospinning parametrelerinin etkileşimlerini analiz etmek ve lif çapını en aza indirmek veya en üst seviyeye çıkarmak konusundaki yönü tahmin etmek amacıyla cevap yüzeyi metodolojisi kullanılmıştır. Regresyon analizi ve modelin doğrulanması için kontrol noktalarının kullanıldığı çalışma sonucunda, konsantrasyon, voltaj ve eğirme mesafesini içeren ikinci dereceden deneysel bir model oluşturulmuştur. Tekil parametre etkileşimlerinin ve temel etkilerin görselleştirilmesi amacıyla cevap yüzeyi analizi yapılarak eş yükselti eğrileri oluşturulmuştur. Burada lif çapının voltaj veya mesafeden çok konsantrasyona tepki verdiği bulunmuştur. Ayrıca voltaj-mesafe oranı ve konsantrasyon-mesafe oranlarının da lif çapı eğiliminin tahmininde önemli değişkenler oldukları belirlenmiştir.

Moghadam ve Hasanzadeh (2013), çözelti konsantrasyonu (ağırlıkça %), voltaj (kV), düze-toplayıcı mesafesi (cm) ve hacimsel akış hızı (ml/sa) şeklindeki elektrospinning parametrelerinin poliakrilonitril (PAN) nano lif matlarının temas açısı üzerindeki eş zamanlı etkilerini araştırmışlardır. Matın temas açısının tahmini ve optimizasyonu amacıyla cevap yüzeyi metodu (RSM) ve yapay sinir ağı (ANN) kullanılmış ve liflerin temas açısı ile süreç parametreleri arasındaki nicel ilişkiler belirlenmiştir. Lif matının temas açısına etkiyen en önemli faktörün çözelti konsantrasyonu olduğu bulunmuştur.

Elde edilen sonuçlar her iki modelin de temas açısının tahmininde oldukça etkili olduklarını göstermiştir. Ancak RSM modeliyle kıyaslandığında ANN modeliyle daha doğru sonuçlar elde edilmiştir. ANN modelinde tayin katsayısı (R^2) 0,965 ve mevcut ile tahmin edilen değerler arasındaki izafi hata %5,94 olarak bulunmuştur.

Hakkak ve Rafizadeh (2013) poliakrilonitril/poli(viniliden florür) (PAN/PVdF) çözeltisinin elektrospinning işlemine Box-Behnken deneysel tasarımını uygulamış ve nano lif çapları ve standart sapmaları ile uygulanan voltaj, çözelti konsantrasyonu ve PVdF kompozisyonu olarak belirledikleri süreç parametreleri arasındaki nicel ilişkileri belirlemeyi amaçlamışlardır. Modeldeki önemli parametreleri değişken analizi (ANOVA) yoluyla inceleyen araştırmacılar, modeli en düşük PAN/PVdF nano lif çapını verecek optimum koşulları bulmak için kullanmışlardır. Çalışmada nano liflerin çap ve morfolojisi alan emisyonlu taramalı elektron mikroskopuyla incelenmiş ve üretilen nano lif çaplarının 116-379 nm arasında olduğu tespit edilmiştir. Nano lif çapının artan çözelti konsantrasyonu ile artma, artan PVdF kompozisyonu ile azalma eğiliminde olduğu sonucuna ulaşılmıştır. Uygulanan voltajın nano lif çapı üzerinde önemli bir etkiye sahip olmadığı belirlenen çalışmada düşük çap standart sapmasına sahip nano liflerin düşük çözelti konsantrasyonu ve yüksek PVdF kompozisyonu ile elde edilebileceği belirtilmiştir.

Ali ve ark. (2014) karbon nano liflerin öncülü olarak kullanılmak üzere poliakrilonitril ile N,N-dimetilformamid çözeltisinden 104-434 nm aralığında çaplara sahip liflerin toplanması için elektrospinning donanımı kullanmışlardır. Araştırmacılar liflerin morfolojisi ve dağılımını, Berry numarası (çözünenin çözeltiye katkısına ilişkin birimsiz büyüklük; $[\text{çözelti viskozitesi} - \text{çözücü viskozitesi}] / \text{çözücü viskozitesi}$) formülüyle hesaplanır), yük yoğunluğu (uygulanan voltajın düze-toplayıcı arasındaki doğrusal mesafeye oranı), eğirme açısı (düze merkezi ile toplayıcı merkezi arasındaki bağlantının düzey eksene olan eğim açısı), düze çapı ve toplama alanını değiştirerek incelemiştir. Çalışmada süreç parametrelerinin daha sistematik şekilde anlaşılması sağlanmış ve elektrospinning parametreleriyle ortalama lif çapı arasındaki nicel ilişkiler cevap yüzeyi metodolojisi kullanılarak elde edilmiştir. Yapılan analizlerde, nano liflerin çapı ve standart sapması konusunda Berry numarası, yük yoğunluğu ve düze çapının önemli rol

oynadığı, eğirme açısı ve toplama yüzeyinin ise önemli bir etkisi olmadığı sonucuna varılmış, ayrıca optimum lif çapı için süreç parametrelerinin değerleri belirlenmiştir.

Ahmadipourrouposht ve ark. (2015) manyetik nano parçacıkların organik bir malzeme boyunca iyi şekilde dağılım oluşturduğuna ve manyetik nano liflerin potansiyel olarak kompozit takviye, biyo tıp ve doku mühendisliği uygulamaları için kullanılabileceğine dikkat çekerek, daha düşük çaplı nano liflerin, lif eksenine boyunca lamellerin daha iyi hizalanmaları sebebiyle daha yüksek rijitlik ve gerilme mukavemetine sahip olduğunu belirtmişlerdir. Çalışmada elektrospinning süreç performansı, (γ -Fe₂O₃) nano parçacıklarının korunağı olarak polivinil alkol (PVA) kullanılan manyetik nano liflerinin üretimi esnasında cevap yüzeyi metodu kullanılarak açıklanmıştır. İncelenen süreç parametreleri akış hızı, uygulanan voltaj, düze - toplayıcı arası mesafe ve toplayıcı dönüş hızı; cevap değişkeni ise çap dağılımıdır. İlk değerlendirmede akış hızı ve voltaj önemli faktörler olarak ayırt edilmiştir. Çap dağılımı değişkeninin optimizasyonu için merkezi kompozit tasarımı uygulanmıştır. Çap dağılımı için geliştirdikleri ikinci dereceden model üzerinden optimum koşulları sağlayan süreç parametrelerini elde eden araştırmacılar, teyit amaçlı deneyler yaparak modeli doğrulamışlardır.

Khanlou ve ark. (2015b) poli(metil metakrilat)-dimetil formamid (PMMA-DMF) çözeltisinden elektrospinning sürecini kullanarak nano boyutta lifler üretmiş ve ortalama çapı 95 (\pm 32) nm ve boncuk sayısı 11 (\pm 2) olan lif membranlarını başarılı şekilde elde etmişlerdir. Lif çapı dağılımı ve boncuk oluşumunun kapsamlı analizi; farklı düze boyutları, toplayıcı mesafeleri, voltaj, konsantrasyon, akış hızı ve moleküler ağırlık kullanılan regresyon açıklanması sonrasında FESEM görüntüleri gözlemlenerek gerçekleştirilmiştir. Cevaplar üzerindeki baskın faktörleri kavramak amacıyla bir regresyon modeli uygulanmış ve daha az deney sayısı ile nihai hedefe ulaşabilmek için moleküler ağırlık modelden çıkarılmıştır. Yapılan çalışmalarla ortalama lif çapı üzerinde konsantrasyon ve akış hızının önemli etkileri olduğu, boncuk oluşumunun ise polimer konsantrasyonu ile son derece bağlantılı olduğu sonucuna varılmıştır. Çoklu cevap optimizasyonlarından geliştirilen model kullanılarak optimum elektrospinning koşulları tanımlanmıştır. Modelin doğrulanması amacıyla optimum koşullara uygun

üretim yapılarak tahmini sonuçlarla gözlenen sonuçlar arasındaki hata miktarları ortaya koyulmuş ve sonuçların iyi bir uyum içerisinde oldukları gösterilmiştir.

Senthil ve Anandhan (2015a) poli(stiren-ko-akrilonitril) nano lifli ultra filtrasyon membranlarını n-bütanon çözeltisinden elektrospinning yoluyla elde etmişlerdir. Liflerin çap değişimi ve morfolojisi üzerinde temel parametrelerin etkilerini ortogonal deney tasarımıyla araştırmışlardır. Süreç parametrelerini Taguchi metoduyla seçen araştırmacılar seçilen parametrelerle ortalama lif çapı arasındaki nicel ilişkileri belirlemek amacıyla çoklu regresyon analizi kullanmışlardır. İstatistiksel açıdan önemli parametreleri belirlemek ve her parametrenin optimum seviyesini tanımlamak amacıyla ANOVA'dan yararlanılan çalışmada doğrulama deneyleri sonucunda tahmin değerleriyle gözlenen deneysel değerler arasında uyum olduğu belirtilmiştir.

Maleki ve ark. (2015) poli(L-laktit) (PLLA) lifli ipliklerini polimerin 2,2,2-trifloroetanol içindeki çözeltisinden elektrospinning yoluyla üretmişlerdir. Karşıt yüklenmiş iki şırınga ve topraklanmış toplayıcı silindir arasında oluşan lif üçgeni, alıcı ünitesi (kendi eksenini etrafında dönen düşük çaplı bir silindirin tutturulduğu eksene dik dönen bir disk) kullanılarak lifli iplik şeklinde elde edilebilmiştir. Proses parametrelerinin PLLA ipliğinin morfolojisi, çapı ve mekanik özellikleri üzerindeki etkileri ve nicel ilişkileri cevap yüzeyi yöntemi kullanılarak araştırılmıştır. Ağırlıkça %9'a kadar artan konsantrasyonun, artan ortalama çapa sahip düzgün lifler elde edilmesini sağladığı ve gerilim arttırıldığında ise lif çapının hafifçe düştüğü gözlenen çalışmada, polimer konsantrasyonunun ipliğin mekanik özellikleri üzerinde en büyük etkiye sahip olduğu belirlenmiştir.

Albetran ve ark. (2015) sol-jel ve elektrospinning tekniklerini kombine ederek polivinil pirolidon (PVP) polimeri içerisinde TiO_2 nano lifleri hazırlamışlardır. Çalışmada Taguchi deneysel tasarım yöntemiyle sol-jel ve elektrospinning işlemlerinin TiO_2 /PVP nano liflerinin çapına olan etkileri, titanyum isopropoksid (TiP) konsantrasyonu, akış hızı, düze-toplayıcı mesafesi ve uygulanan voltaj parametreleri üzerinden araştırılmıştır. Yapılan istatistiksel analiz sonucunda TiP konsantrasyonunun en etkili parametre olduğu tespit edilmiş, en düşük lif çapını sağlayacak olan optimum parametre değerleri

belirlenmiştir. Optimum parametre değerleri kullanılarak iki farklı düze çapı denenen araştırmada, düze çapının nano lif çapı üzerinde etkili bir parametre olmadığı gözlemlenmiştir.

Seramik metal oksit nano liflerin üretiminde öncül olarak kullanılacak olan polivinil alkol / zirkonyum asetat (PVA/Zrace) nano liflerini elektrospinning yoluyla hazırlayan Saligheh ve ark. (2015), Taguchi deneysel tasarım yöntemiyle konsantrasyon, toplayıcı mesafesi, uygulanan voltaj ve Zrace miktarının nano lif çapı üzerindeki etkilerini incelemişlerdir. Çalışmada istatistiksel analiz (ANOVA) yöntemiyle deneysel koşulların çıktı seviyelerine olan bağlantıları belirlenmiş ve dar bir çap dağılımı elde etmek için gerekli parametre seviyeleri paylaşılmıştır. Tanımlanan optimum koşullar altında 86 – 381 nm aralığında ortalama 193 nm çapa sahip nano lifler üretilmiştir. ANOVA sonuçlarına göre tüm parametreler çap üzerinde etkili olmakla birlikte en yüksek etkiye sahip olanlar PVA konsantrasyonu ve Zrace miktarıdır.

Hakkak ve ark. (2015) poliakrilonitril / poliviniliden florid (PAN/PVdF) lifli polimer elektrolit membranlarını, PAN ve PVdF çözeltilerinin elektrospinning işlemine tabi tutulması yoluyla üretmiş ve ağırlıkça 1:1 oranındaki etilen karbonat (EC) / dietilen karbonat (DEC) çözeltisinde 1 M lityum perklorat (LiClO₄) içerisine batırmışlardır. Araştırmada voltaj, çözelti konsantrasyonu ve PVdF içeriği olarak seçilen elektrospinning parametreleri arasındaki nicel bağıntıları elde etmek amacıyla cevap yüzeyi metodu (RSM) kullanılmıştır. Çıktı parametresi olarak elektrolit membranın iyonik iletkenliği seçilmiştir. Deneysel tasarımlarda Box-Behnken metodu uygulanmıştır. Modelde yer alan parametrelerin önem seviyeleri varyans analizi (ANOVA) yoluyla belirlenmiştir. Model, elektrolit membranın maksimum iyonik iletkenlik seviyesinin bulunmasında kullanılmıştır. Lif morfolojisi FESEM kullanılarak incelenmiştir. Bu inceleme sonucunda PAN/PVdF membranında, yüksek iyonik iletkenlik ve etkili bir lityum iyonu transferi sağlayan ultra ince gözenekli yapıya sahip birbirine bağlı çok lifli tabakalar bulunduğu ve morfolojinin genel olarak tekdüze olduğu gözlenmiştir. Ortalama lif çapı 116-379 nm aralığında, gözeneklilik yüzdesi %48-90 aralığında ve elektrolit alım kapasitesi %303-493 aralığında tespit edilmiştir. Polimer elektrolit membran, ortam sıcaklığında 10⁻³ S cm⁻¹ seviyesinde bir iyonik

iletkenliğe sahiptir. İletkenlik, artan konsantrasyonla düşerken artan PVdF kompozisyonuyla artmaktadır. Uygulanan voltajın membranın iyonik iletkenliği üzerinde önemli bir etkisi olmadığı tespit edilmiştir.

Tane formundaki Nafion® NR 40 ile eğrilebilirliği sağlayan taşıyıcı polimer polietilen oksidi (PEO), çözücü olarak kullandıkları etanol (EtOH) ve saf su karışımı ile çözelti haline getiren Song ve ark. (2015) elektrospinning yoluyla nano lif membran üretmişlerdir. Nano liflerde en yüksek %98,04 Nafion® içeriği elde eden araştırmacılar, süreç esnasında lif çapına etkiyen faktörleri belirlemek amacıyla ortogonal deney tasarımı kullanmışlardır. Çalışmada temel alınan faktörler taşıyıcı polimer içeriği, iğne ile silindir toplayıcı arasındaki mesafe, çözelti akış hızı ve toplayıcı dönme hızı olarak belirlenmiştir. Önemli faktörler ve optimum test seviyeleri tespit edildikten sonra en iyi koşullar altında ilave optimizasyon deneyleri yapılmıştır. Ortalama 150 nm nano lif çapı elde edilmiştir.

Su ve ark. (2015) farklı kalite karakteristiklerinin elektrospinning nano lif ipinin kesintisiz sürecine yönelik optimum parametre tasarımı amacıyla Taguchi metodu $L_9(3^4)$ ortogonal dizisi, varyans analizi (ANOVA) ve temel bileşen analizi (PCA) kullanmışlardır. Kontrol faktörleri çözelti konsantrasyonu, düze boyutu, akış hızı ve toplama hızı olarak temel alınmıştır. Kalite karakteristikleri ise lif çapı, lif kararlılığı ve lif düzeni olarak belirlenmiştir. Farklı kalite karakteristiklerine ait optimum parametreler sinyal-gürültü oranlarının (S/N oranı) ana etki grafikleri aracılığıyla elde edilmiş ve ardından sonuçların uygunluğunun kanıtlanmasında ANOVA ve güven aralıkları uygulanmıştır. Çoklu kalite karakteristikleri, normalize edilmiş S/N oranları ve temel bileşen puanları kullanılarak PCA yoluyla analiz edilmiş ve optimum parametre seviyeleri belirlenmiştir.

Dehghan ve ark. (2015) yüksek performanslı hava filtrelerindeki uygulamalara yönelik elektrospinning PAN (poliakrilonitril) filtre maddesinin deneysel araştırmalar yoluyla geliştirilmesini amaçlamışlardır. Bu amaçla, çözelti konsantrasyonu, voltaj ve düze toplayıcı mesafesi olarak temel alınan elektrospinning süreç parametrelerinin, lif çapı, gözeneklilik yüzdesi ve boncuk sayısı şeklinde tanımlanan filtre ortamının yapısal

özellikleri üzerindeki etkisini değerlendirmek için deneysel bir tasarım önermişlerdir. Filtre değişkenlerinin istenen değerlerini elde etmek amacıyla elektrospinning parametrelerinin optimizasyonu, cevap yüzeyi metodu (RSM) yoluyla gerçekleştirilmiştir. Elde edilen bulgular, lif çapı ve boncuk sayısına en fazla etki eden faktörün konsantrasyon olduğunu ortaya koymuştur. Düşük konsantrasyon daha düşük çaplı lif elde edilmesini sağlarken daha yüksek boncuk sayısına sebep olmaktadır. Elektrospinning parametreleri arasında en yüksek korelasyon katsayısı, PAN ortamının gözeneklilik değeri ile uygulanan voltaj arasında elde edilmiştir. Lif çapıyla gözeneklilik ve boncuk sayısı arasında negatif ilişki olduğunu tespit eden araştırmacılar, filtre kalite kriterlerine her üç parametrenin de farklı etkileri olmasından dolayı elektrospinning koşullarının doğru belirlenmesinin filtre karakteristikleri konusunda büyük öneme sahip olduğunu vurgulamışlardır.

Benzer bir araştırmada hava filtrasyonu uygulaması yapan Denghan ve ark. (2016) bu kez MgO nano partikülleri içeren PAN (poliakrilonitril) nano lifleri üzerinde çalışmışlar ve elektrospinning süreç parametreleri olan voltaj, çözelti konsantrasyonu ve eğirme mesafesini yine cevap yüzeyi metodu kullanarak optimize etmişlerdir. Çalışmada düşük konsantrasyon seviyeleri daha ince lifler üretmeyi sağlarken, çapı daha yüksek lifler daha yüksek gözeneklilik elde edilmesini sağlamıştır. Belirli bir eğirme mesafesinde lif çapıyla voltaj arasında negatif ilişki söz konusudur. Ayrıca, gözeneklilik ile eğirme mesafesi ve uygulanan voltaj arasında herhangi bir konsantrasyonda eğrisel ilişkiler olduğu tespit edilmiştir. Araştırmacılar hava filtrasyon testi için optimum elektrospinning koşullarında ürettikleri nano lif matı kullanmışlardır. Geliştirilen filtrenin yüksek performanslı partikül filtreleriyle (HEPA) kıyaslanabilir toplama verimi ve basınç düşüşü sağladığı tespit edilmiştir.

Nano lif çapına yönelik diğer bir çalışmada Gönen ve ark. (2016) elektrospinning jelatin / sodyum aljinat nano liflerinin çapını ve standart sapmasını etkileyen çözelti özelliklerini (jelatin konsantrasyonu, aljinat konsantrasyonu, çözelti karışımındaki aljinat miktarı, jelatin çözeltisi içindeki çözücü asedik asit miktarı) Box-Behnken deney tasarımı yoluyla incelemişlerdir. Bu amaçla iki doğal polimer olan jelatin ve sodyum aljinat karışım çözeltisini etanollü ve etanolsüz olarak hazırlamışlardır. Üç seviyeli ve

dört deęişkenli Box-Behnken tasarımına dayanan cevap yüzeyi metodu uygulayan arařtırmacılar çözeltili özellikleriyle nano lif çapı arasındaki ikinci dereceden ilişkileri belirlemişler ve çözeltili özelliklerinin tekil ve interaktif etkilerini tanımlamışlardır. Ayrıca modelin doğrulanması amacıyla doğrulama deneyleri yapılan çalışmada tahmin edilen deęerlerle gerçek deęerlerin uyumlu olduęu tespit edilmiştir.

Elektrospinning liflerinin en temel morfolojik özellięi olan nano lif çapının piezo elektriksel özellikler üzerindeki etkisini arařtıran Ico ve ark. (2016) poli(viniliden florid-trifloroetilen) (P(VdF-TrFE)) nano liflerinin çapını 1000 nm'den 100 nm ve altında kalan bir aralıkta üretmeyi hedeflemişlerdir. Arařtırmada iki ayrı deneysel tasarım yoluyla lif çapının minimize edilmesine çalışılmıştır. Bu şekildeki bir boyutsal indirgeme, piezo elektriksel tepkiyi saęlayan elektro aktif faz içerięinde ve kristalin seviyesinde artışa yol açmıştır. Kristal yapıda elde edilen bu deęişlikle tipik P(VDF-TrFE) ince filmlerine oranla piezo elektrik sabitinin iki kata kadar arttıęı belirlenmiştir. Ayrıca nano liflerin Young modülü de 80 kata kadar yükselmiştir. Piezo elektrik sabiti ve Young modülündeki artış birlikte ele alındığında, lif çapları 860 nm'den 90 nm seviyelerine indirildięi andan itibaren elektriksel çıktıda üstel formda bir yükselme olduęu tespit edilmiştir.

Yönlenmiş nano liflerin üretiminde etkili metotlardan biri olan döner jet elektrospinning işlemleri, Khamforoush ve Agha-Moalapur (2016) tarafından cevap yüzeyi metodolojisi ve dönebilen (rotatable) merkezi kompozit tasarım kullanılarak optimize edilmiştir. Çalışmada lif yönlenme derecesi (DFA), lif üretim hızı ve lif çapı üzerine, toplayıcı çapı (CD), voltaj, polimer konsantrasyonu (PC) ve düzenin izolatör uzunluęu (IL) parametrelerinin etkisi arařtırılmıştır. Çözeltili poliakrilonitril ve N,N-dimetilformamid karışımından elde edilmiştir. Tasarlanan 30 deney sonucunda çıktılar ölçülerek bir yazılım yardımıyla sonuçlara ait polinomial korelasyonlar belirlenmiş, her bir bağımsız deęişkenin etkileri irdelenmiş ve çıktılara yönelik optimum deęerler tespit edilmiştir.

Doustgani (2016) nano boyutta poli(vinil alkol) (PVA) liflerini elektrospinning yoluyla üretmiş ve farklı süreç parametrelerinin lif çapı ve çekme dayanımına etkilerini arařtırmıştır. Çalışmada çözeltili konsantrasyonu, uygulanan voltaj ve eğirme

mesafesinin, hazırlanan nano liflerin çapı ve çekme dayanımı arasında nicel bir temel oluşturmak ve çıktıları optimize eden süreç parametrelerini tahmin etmek için cevap yüzeyi metodu uygulanmıştır. Nano lif çapına etkiyen en önemli faktör konsantrasyon olarak belirlenmiştir. Süreç parametrelerinin çekme dayanımına etkileri arasında önemli bir fark gözlenmemiştir. Çözelti konsantrasyonu arttığında lif çapı artarken çekme dayanımı düşmüştür. Modele dayanarak tahmin edilen lif çapları ve çekme dayanımları deneysel sonuçlarla uyumlu olarak elde edilmiştir.

Polimerlerin dışındaki bir çalışmada Miri ve ark. (2016) mısır bitkisinin temel proteini olan zein liflerini biyobozunur ve yenilebilir formda mikron altı boyuttaki liflere dönüştürmek için asetik asitle çözerek elektrospinning işlemi uygulamışlardır. Konsantrasyon, voltaj, akış hızı ve düze – toplayıcı mesafesi için üçer seviye belirleyen araştırmacılar parametrelerin ortalama lif çapına etkilerini modellemek amacıyla deneylerinde merkezi kompozit tasarımı kullanmış ve verileri cevap yüzeyi metodolojisi ile analiz etmişlerdir. Elde ettikleri regresyon modeli, girdi verileri uzayında çıktı üzerindeki değişkenliğin %90'ından fazlasını açıklamaktadır. Sonuçlar, liflerin morfolojisi ve çapı üzerindeki en etkili parametrenin konsantrasyon olduğunu ortaya koymuştur. Çözelti konsantrasyonunun artmasıyla düzgün ve boncuksuz lifler elde edilmekle birlikte lif çapında da artış gözlenmiştir. Diğer yandan voltaj da etkili bir parametre olarak tespit edilmiştir. Artan voltaj ortalama lif çapını da yükseltmiştir. Çözelti akış hızı ve düze – toplayıcı mesafesinin ortalama lif çapı üzerinde önemli bir Araştırmada minimum ortalama lif çapını veren süreç parametreleri modelin optimizasyonu ile hesaplanmıştır.

Thirugnanasambandham ve Sivakumar (2016) doğal bir polimer olan kitosan nano liflerini elektrospinning yoluyla üretmiş ve süreci cevap yüzeyi metodu (RSM) kullanarak modellemişlerdir. Çalışmada toplayıcı mesafesi, polimer çözelti konsantrasyonu ve uygulanan voltaj, üç-değişken-üç-seviye Box-Behnken tasarımı (BBD) kullanılarak optimize edilmiştir. RSM analizine dayanarak ikinci dereceden bir polinom denklemi elde edilmiş ve tahmin değerleriyle deneysel sonuçlar arasında uyumluluk gözlenmiştir. Süreç değişkenlerinin kitosan temelli nano lif çapına olan tekil ve interaktif etkilerinin araştırılmasında 3D cevap yüzeyi grafikleri kullanılmıştır.

Hücre dışı matrisin (ECM) simülasyonu konusunda en iyi adaylar arasında olan jelatin / CA elektrospinning nano lifleri üzerinde çalışan Khalili ve ark. (2016), uygulanan voltaj, mesafe, çözücü kompozisyonu, polimer kompozisyonu ve çözelti konsantrasyonunun tekil ve interaktif olarak pH, elektrik iletkenliği (EC) ve çözelti viskozitesi ile liflerin çap ve kalitesi üzerine olan etkilerini araştırmışlardır. Çıktıların modellenmesi ve optimizasyonunda cevap yüzeyi metodu (RSM) ve yapay sinir ağları (ANNs) kullanılmıştır. EC, pH ve viskozite çözelti parametrelerine bağlıdır. Sonuçlar çözücü kompozisyonu ve çözelti konsantrasyonunun lif çapı ve kalitesi üzerinde etkili olduğuna işaret etmektedir. Çalışmada minimum çapa sahip kaliteli (düzgün ve boncuksuz) liflerin üretimi için optimum koşullar belirlenmiştir.

Önceden belirlenmiş çap değerindeki nano liflerin üretiminin, nano boyutun kritik olduğu tüm uygulamalardaki önemine dikkat çeken Svinterikos ve Zuburtikudis (2017) biyolojik lignin atıklarıyla geri dönüştürülmüş poli(etilen tereftalat) (PET) karışımından elektrospinning yoluyla nano lif üretmişlerdir. Çalışmada eğirme mesafesi, çözelti konsantrasyonu, voltaj, lignin oranı ve akış hızı olmak üzere ele alınan beş elektrospinning değişkeninin, ortalama lif çapı ve standart sapmasına olan etkilerini belirlemek amacıyla bir kısmî faktöriyel tasarım uygulanmıştır. Verilerin istatistiksel analiz sonuçları, iki çıktı üzerinde sadece eğirme mesafesi ve çözelti konsantrasyonunun önemli etkileri olduğunu açığa çıkarmıştır. Ortalama lif çapının minimize edilmesi amacıyla iki farklı deneysel alanda optimizasyon algoritması (dik iniş, steepest descent) uygulanmıştır. Boncuk oluşum sınırına kadar konsantrasyon ve eğirme mesafesinin indirgenmesiyle minimum lif çapı elde edilmiştir.

Bu bölümde ele alınan çalışmaların çoğunu kapsayan ve araştırmalarda ele alınan parametreleri özetleyen bir liste Çizelge 2.1’de sunulmuştur. İlgili parametrelerin çıktı üzerindeki etkilerine yönelik bulgular ise Çizelge 2.2’de özetlenmiştir. Burada dikkat çekici önemli unsur tutarsız bulguların çokluğudur. Konsantrasyonun çıktı üzerindeki etkisi konusunda genel bir uyumdan bahsedilmesi mümkün olmakla birlikte diğer parametre etkileri konusunda çelişkili bulgular çoğunluktadır.

Çizelge 2.1. Yapılan farklı çalışmalarda incelenen polimerler, çözücüler, deneysel yöntemler ve gözlenen morfolojik özellikler (m: mevcut, md: mevcut değil)

Polimer	Çözücü	Deneysel Tasarım Metodu	Ortalama Lif Çapı	Lif Çapı Standart Sapması	Ortalama Gözenek Boyutu	Gözenek Boyutu Standart Sapması	% Gözeneklilik	Boncuk Yüzdesi/Boncuk Sayısı	İlgili Kaynak
			m	m	md	md	md	md	
PAN	<i>N,N</i> -dimetilformamid (DMF)	Faktöriyel	m	m	md	md	md	md	Gu ve ark. (2005)
PDLA	Kloroform ve aseton karışımı	Faktöriyel	m	m	md	md	md	md	Gu ve Ren (2005)
Poli(L-laktit- <i>ko</i> -kaprolakton) ve PLLA	Diklorometan (DCM), DMF, piridin	md	m	md	md	md	md	md	Tan S. H. ve ark. (2005)
PDLA	Aseton, aseton ve kloroform karışımı	Ortogonal	m	md	md	md	md	m	Cui ve ark. (2007)
Poliamid-6	Formik asit	Ortogonal	m	md	md	md	md	md	Heikkilä ve Harlin (2008)
PAN	DMF	Faktöriyel, yüzey merkezli merkezi kompozit (FCCD)	m	m	md	md	md	md	Yördem ve ark. (2008)
Poli(ϵ -kaprolakton)	Aseton, etanol ve kloroform karışımları	Faktöriyel, randomize döndürülebilir merkezi kompozit	m	m	md	md	md	m	Nottelet ve ark. (2008)
PMMA	Formik asit	Merkezi kompozit döndürülebilir (CCRD), Box Behnken (BBD)	m	md	md	md	md	md	Chen ve ark. (2009)
PLLA	DCM, DMF	Taguchi	m	m	md	md	md	m	Patra ve ark. (2009)
PVA ve PLA	Saf su, kloroform	Tam faktöriyel	m	m	md	md	md	md	Coles ve ark. (2010)
Poli(3-hidroksibutirat)	Kloroform, DMF	Taguchi	md	md	m	md	m	md	Tehrani ve ark. (2010)
PEMA	Metilen klorür ve DMF karışımı	Taguchi	m	m	md	md	md	md	Gómez-Tejedor ve ark. (2011)
Polivinil asetat	DMF ve tetrahidrofuran karışımı	BBD	m	m	md	md	md	md	Ray ve Lalman (2011)
PMMA - <i>ko</i> -MAA)	DMF, aseton, metanol	Modifiye BBD	m	m	md	md	md	md	Roso ve ark. (2011)
PCL	Glasiyal asetik asit	Merkezi kompozit (CCD)	m	md	md	md	md	md	Padmanabhan ve ark. (2011)
PAN	DMF	BBD	m	m	md	md	md	md	Nasouri ve ark. (2012)
PVP	Asetik asit ve etanol karışımı	Box–Wilson CCD	m	m	md	md	md	m	Sarлак ve ark. (2012)
Kitosan /poli-L-laktit karışım	Trifloroasetik asit (TFA)	Tam faktöriyel CCD	m	m	md	md	md	md	Agarwal ve ark. (2012)
PAN	DMF	Kesirli (kademeli) faktöriyel	m	m	m	m	m	md	Abuzade ve ark. (2012)
CA	Asetik asit ve Millipore (deiyonize) su	BBD	m	md	md	md	md	md	Konwarh ve ark. (2013b)
PAN	DMF	CCD	m	m	md	md	md	md	Moghadam ve Hasanzadeh (2013)
PAN / PVdF	DMF	BBD	m	m	md	md	md	md	Hakkak ve Rafizadeh (2013)
PAN	DMF	İkinci dereceden döndürülebilir merkezi kompozit	m	m	md	md	md	md	Ali ve ark. (2014)
PVA	Nitrik asit, amonyak çözeltisi, hidroklorik asit, aseton	CCD	m	m	md	md	md	md	Ahmadipourroudpshet ve ark. (2015)
PMMA	DMF	Taguchi karma seviye parametre tasarımı	m	m	md	md	md	md	Khanlou ve ark. (2015a)

Çizelge 2.1. Yapılan farklı çalışmalarda incelenen polimerler, çözücüler, deneysel yöntemler ve gözlenen morfolojik özellikler (m: mevcut, md: mevcut değil) (devam)

Polimer	Çözücü	Deneysel Tasarım Metodu	Ortalama Lif Çapı	Lif Çapı Standart Sapması	Ortalama Gözenek Boyutu	Gözenek Boyutu Standart Sapması	% Gözeneklilik	Boncuk Yüzdesi/Boncuk Sayısı	İlgili Kaynak
			m	m	md	md	md	m	
PMMA	DMF	Faktöriyel FCCD	m	m	md	md	md	m	Khanlou ve ark. (2015b)
Poli(stiren -ko-akrilonitril)	n-Bütanon(metil etil keton)	Taguchi	m	m	md	md	md	md	Senthil ve Anandhan (2015a)
Poli(stiren -ko-akrilonitril)	DMF	Çoklu regresyon analizi için deneysel model (MRA)	m	m	md	md	md	md	Senthil ve Anandhan (2015b)
PLLA	2,2,2-Trifloroetanol	CCD	m	md	md	md	md	md	Maleki ve ark. (2015)
PVP	Asetik asit ve etanol	Taguchi	m	m	md	md	md	md	Albetran ve ark. (2015)
PVA + Zracc	Saf su	Taguchi	m	md	md	md	md	md	Saligheh ve ark. (2015)
PAN / PVdF	DMF	BBD	m	md	md	md	m	md	Hakkak ve ark. (2015)
PEO, Nafion® NR 40	Etanol, saf su	Ortogonal	m	md	md	md	md	md	Song ve ark. (2015)
PLA	DCM, DMF	Taguchi	m	m	md	md	md	md	Su ve ark. (2015)
PAN	DMF	CCD	m	md	md	md	m	m	Dehghan ve ark. (2015)
PAN	DMF	CCD	m	md	md	md	m	md	Dehghan ve ark. (2016)
Sodyum alginat (lineer polisakkarit kopolimeri) + jelatin	Etanol ve glasiyal asetik asit	BBD	m	m	md	md	md	md	Gönen ve ark. (2016)
PAN	DMF	CCRD	m	md	md	md	md	md	Khamforoush ve Agha-Moalapur (2016)
PVA	Saf su	CCD	m	md	md	md	md	md	Doustgani (2016)
Kitosan, PEO	Asetik asit	BBD	m	md	md	md	md	md	Thirugnanasambandham ve Sivakumar (2016)
Jelatin, CA	Su içinde asetik asit	İki yüz merkezli noktaya sahip merkezi kompozit	m	m	md	md	md	md	Khalili ve ark. (2016)
Lignin/ PET	TFA	Kesirli (kademeli) faktöriyel	m	m	md	md	md	md	Svinterikos ve Zuburtikudis (2017)
PVA	Saf su	Taguchi	m	m	md	md	md	md	Çavdar ve Uğuz (2019)

Çizelge 2.2. Elektrosinning süreç değişkenlerinin gözlenen morfolojik özellikler üzerindeki etkileri (++) önemli etki, + daha az önemli etki, - ikincil etki, -- önemsiz etki, md: mevcut değil, * standart sapma üzerindeki etki)

Viskozite	Çözücü Sistem	Katkı Maddesi	Çözelti Konsantrasyonu	Polimer Moleküler Ağırlığı	Çözeltinin Elektriksel İletkenliği	Uygulanan Voltaj	Çözeltinin Akış Hızı / Besleme Basıncı	Düze-Toplayıcı Mesafesi	Toplayıcı Dönüş Hızı	Toplayıcı Boyutu (Alan, Çap vb.)	Düze Çapı / Düze Boyutu	İlgili Kaynak
md	md	md	++	md	md	:	md	md	md	md	md	Gu et al. (2005)
md	md	md	++	md	md	++	md	md	md	md	md	Gu and Ren (2005)
md	md	md	++	++	++	.	.	md	md	md	md	Tan at al. (2005)
md	md	md	++	++	++	:	:	md	md	md	md	Cui at al. (2007)

Çizelge 2.2. Elektrosinning süreç değişkenlerinin gözlenen morfolojik özellikler üzerindeki etkileri (++ önemli etki, + daha az önemli etki, - ikincil etki, -- önemsiz etki, md: mevcut değil, * standart sapma üzerindeki etki) (devam)

Viskozite	Çözücü Sistem	Katkı Maddesi	Çözelti Konsantrasyonu	Polimer Moleküller Ağırlığı	Çözeltinin Elektriksel İletkenliği	Uygulanan Voltaj	Çözeltinin Akış Hızı / Besleme Basıncı	Düze-Toplayıcı Mesafesi	Toplayıcı Dönüş Hızı	Toplayıcı Boyutu (Alan, Çap vb.)	Düze Çapı / Düze Boyutu	İlgili Kaynak
++	++	++	++	-	++	++	++*	++	md	md	++	Heikkilä and Harlin (2008)
md	md	md	++	++	md	+	md	++	md	md	md	Yördem at al. (2008)
md	md	md	++	md	md	++	-	++	md	md	md	Nottelet at al. (2008)
md	md	md	++	md	md	++	++	-	md	md	md	Chen at al. (2009)
md	md	md	++	md	md	++	-	-	md	md	md	Patra at al. (2009)
md	md	-	++	md	--	+	md	+	md	md	md	Coles at al. (2010)
md	+	md	++	md	+	++	md	--	md	md	md	Tehrani at al. (2010)
md	md	md	++	md	md	++	--	--	md	md	--	Gómez-Tejedor et al. (2011)
md	md	++	md	md	md	++	++	++	md	md	md	Ray and Lalman (2011)
++	md	++	++	md	++	+	+	md	md	md	md	Roso et al. (2011)
md	md	md	++	md	md	++	md	md	md	md	--	Padmanabhan et al. (2011)
md	md	md	++	md	md	++	md	--	md	md	md	Nasouri et al. (2012)
++	md	++	++	md	md	--	--	--	md	md	md	Sarlak at al. (2012)
md	md	md	++	md	md	++	+	md	md	md	md	Agarwal et al. (2012)
md	md	md	++	md	md	+	md	--	md	md	md	Abuzade et al. (2012)
md	md	md	md	md	md	++	++	++	md	md	md	Konwarh et al. (2013)
md	md	md	++	md	md	++	++	++	md	md	md	Moghadam and Hasanazadeh (2013)
md	md	++	++	md	md	--	md	md	md	md	md	Hakkak and Rafizadeh (2013)
++	md	md	++	++	md	++	md	++	md	--	++	Ali et al. (2014)
md	md	md	md	md	md	++	++	--	--	md	md	Ahmadipourrouposht et al. (2015)
md	md	md	++	md	md	--	++	+	md	md	+	Khanlou et al. (2015a)
md	md	md	++	md	md	--	+	+	md	md	--	Khanlou et al. (2015b)
md	md	md	++	md	md	--	--	md	md	md	md	Senthil and Anandhan (2015a)
md	md	md	++	md	md	+*	++	md	md	md	md	Senthil and Anandhan (2015b)
md	md	md	++	md	md	+	md	--	md	md	md	Maleki et al. (2015)
++	md	++	++	md	md	--	--	+	md	md	md	Albetran et al. (2015)
md	md	++	++	md	md	+	md	+	md	md	md	Saligheh et al. (2015)
md	md	++	++	md	md	--	md	md	md	md	md	Hakkak et al. (2015)
md	md	md	+	md	md	md	++	+	--	md	md	Song et al. (2015)
md	md	md	++	md	md	md	++	md	md	md	--	Su et al. (2015)
md	md	md	++	md	md	--	md	--	md	md	md	Dehghan et al. (2015-1)
md	md	md	++	md	md	--	md	--	md	md	md	Dehghan et al. (2015-2)
md	+	md	++	md	md	md	md	md	md	md	md	Gönen et al. (2016)
md	md	--	++	md	md	--	--	++	md	md	md	Svinterikos and Zuburtikudis (2016)
md	md	md	+	md	md	++	md	md	md	++	+	Khamforoush and Agha-Moalapour (2016)
md	md	md	++	md	md	+	md	+	md	md	md	Doustgani (2016)
md	md	md	++	md	md	++	--	--	md	md	md	Miri et al. (2016)
md	md	md	++	md	md	++	md	++	md	md	md	Thirugnanasambandham and Sivakumar (2016)
md	++	--	++	md	md	--	md	--	md	md	md	Khalili et al. (2016)
md	md	md	++	md	md	+*	-*	++*	+	md	md	Çavdar ve Uğuz (2019)

3. MATERYAL ve YÖNTEM

Çalışma kapsamında, nano lif üretiminde kullanılan ve konuya yönelik araştırmalara yoğun olarak konu edildiği kaynak araştırmaları esnasında da tespit edilen elektrospinning süreci ele alınmıştır. Süreç olgularının gözlenmesi, sürecin çıktıları üzerinde etkili olan parametrelerin ve etki düzeylerinin belirlenmesi, parametreler arası ilişkilerin yorumlanması ve sürecin optimizasyonu çalışmalarının yürütülmesinde deneysel çalışmalar yapılmış ve istatistiksel yaklaşımlar uygulanmıştır. Nano lif üretimi amacıyla, çeşitli uygulama alanlarına yönelik araştırmaların kaynak özetlerinde irdelendiği PVA (polivinil alkol) polimeri ve çözücü sistem olarak saf su kullanılmıştır. Bu bölümde, çalışmada kullanılan materyaller ve yöntemler alt başlıklar halinde detaylandırılmıştır.

3.1. Polivinil Alkol Çözeltisi

Çalışmada nano lif üretimi için polivinil alkol (PVA) polimeri kullanılmış ve granül olarak (PVA BP17, ZAG Endüstri Kimyasalları, Türkiye) temin edilmiştir. Granül haldeki PVA, ilave herhangi bir işlemten geçirilmeksizin çözelti haline getirilmiştir. Çözücü sistem olarak saf su kullanılmıştır.

Çözeltinin elde edilmesi için kullanılan malzemeler: Hassas elektronik tartı (KD-TBC-300, Dikomsan, Türkiye), ısıtıcılı manyetik karıştırıcı (MSH-20A, WiseStir, Almanya), PTFE (politetrafloretilen, teflon) manyetik balık, termometre, kapaklı ve kapaksız ölçekli ısıya dayanıklı cam kaplar, kaşık, not kâğıdı, kalem ve yapıştırıcı bant.

Çözelti konsantrasyonu, literatürde yer alan örneklerle kıyaslanabilirliğin korunması amacıyla ağırlıkça % temelinde oluşturulmuştur. Saf su öncelikle ısıya dayanıklı bir cam kaba alınarak içine termometre daldırılmıştır. Ardından bu kap ısıtıcılı manyetik karıştırıcı üzerinde ısıtma (heating) konumunda, içine daldırılmış olan termometrenin gözlenmesi yoluyla 85°C sıcaklığa kadar ısıtılmıştır. Elde edilmesi gereken çözelti konsantrasyonuna uygun miktardaki PVA granülü, diğer bir ısıya dayanıklı cam kap içinde hassas tartı ile tartılmıştır. Ardından bu kaba 85°C sıcaklığa ulaştırılmış olan saf

su eklenmiştir. Gereken konsantrasyonun sağlanması amacıyla bu ekleme işlemi de hassas tartı üzerinde yapılmış ve kap ısıtıcılı manyetik karıştırıcı üzerine alınmıştır. Kabın içerisine manyetik balık konulduktan sonra cihaz açılarak karıştırma (stirring) konumuna getirilmiştir (Şekil 3.1). Cihazın ısıtma fonksiyonu çalıştırılmadan çözelti oda sıcaklığında 5-7 saat karıştırılmaya bırakılmıştır. Farklı konsantrasyon değerleri için farklı karıştırma sürelerine ihtiyaç duyulmuştur. Çözeltinin görsel kontrolü yapılarak granüllerin tümüyle çözünmüş olduğunun görülmesi ve kabarcıksız homojen bir sıvının elde edilmesi gerekmektedir.



Şekil 3.1. Ağırlıkça %10'luk PVA - saf su çözeltisinin elde edilmesi için gereken aşamalar

Homojen şekilde elde edilmiş olan çözelti kapaklı bir cam kap içine alınarak etiketlenmiştir. Çözelti deneylerde kullanılmadan önce, kapağı kapalı haldeki cam kap 25°C'nin altındaki oda sıcaklığında, laboratuvarında bulunan bir dolap içinde, karanlık ortamda en az 12 saat beklemeye bırakılmıştır.

3.2. Elektrospinning Cihazı

Çalışmada laboratuvar ölçeğinde dikey yapıda bir elektrospinning cihazı (NanoSpinner NS24, Inovenso, Türkiye) kullanılmıştır. Cihaz (Şekil 3.2) Bursa Uludağ Üniversitesi Mühendislik Fakültesi Tekstil Mühendisliği Bölümü Fizik Laboratuvarı'na aittir.

Cihazın hem silindir hem de plaka toplayıcı ile çalıştırılma imkânı mevcuttur. Silindir toplayıcının monte edildiği bölgede bulunan kızaklara sürülerek monte edilen plaka toplayıcı, silindirin sökülmesine gerek kalmaksızın devreye alınabilmektedir. Montajlı halde bulunan plaka ile silindirin alt noktası arasındaki mesafe ihmal edilebilecek

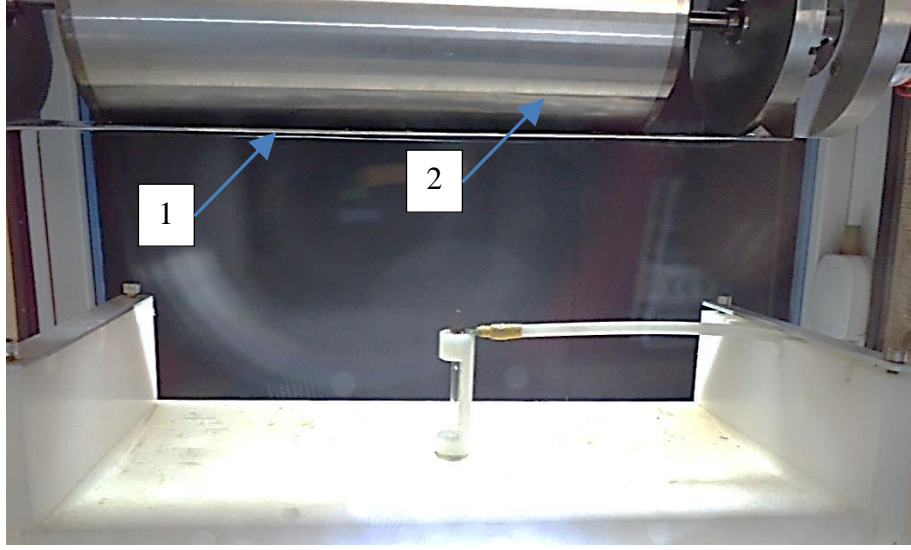
düzydedir (Şekil 3.3). Dolayısıyla aşığıda detayları verilecek olan iğne – toplayıcı mesafesi ayar işlemleri cihazda toplayıcı türünden bağımsız olarak aynı yöntemle gerçekleştirilmektedir.



Şekil 3.2. Çalışmada kullanılmış olan dikey elektrospinning cihazının silindir toplayıcı montajlı görüntüsü (1 silindir toplayıcı, 2 taşınabilir şırınga pompası, 3 iğne, 4 kontrol ünitesi ve güç kaynağı, 5 cihaza bütünleşik şırınga pompası)

Cihazda kontrol ünitesi üzerinden değiştirilebilen parametreler voltaj, iğne-toplayıcı mesafesi, silindir toplayıcı dönme hızı, toplayıcının lineer hareketini sağlayan sürücünün strok mesafesi ve sürme hızıdır. Ayrıca cihaza bütünleşik olan şırınga pompasının debi ayarlarının da kontrol ünitesi üzerinden yapılması mümkündür. Ancak çalışma esnasında bu pompanın arızalı olmasından dolayı cihaza bütünleşik olmayan bir şırınga pompası kullanılmıştır (Şekil 3.2).

Cihazın kontrol ünitesi Şekil 3.2’de görülmektedir. Çalışma öncesinde silindirin dönme hızı ayar noktalarının bir takometre aracılığıyla tespit edilmesi gerekmiştir. Bu amaçla silindir toplayıcı siyah bir kumaşla kaplanarak takometrenin devir sayısını tespit edebilmesini sağlamak için üzerinde 2 mm genişliğinde bir bölge açıkta bırakılmıştır (Şekil 3.2). Ayar noktalarına karşılık gelen devir hızları tespit edilmiştir.



Şekil 3.3. Montajlı haldeki plaka toplayıcı (1) ile silindir toplayıcının (2) alt yüzeyi arasında ihmal edilen mesafe

Elektrospinning cihazıyla nano lif üretimi esnasında kullanılan malzemeler şunlardır: Araştırma yapılacak malzemeden hazırlanmış olan çözelti, düze (iğne), ince boru, çalışılacak olan çözelti miktarıyla uyumlu hacme sahip şırınga, olası tıkanıklıkların giderilmesinde kullanılmak üzere şırınga iğnesi, üretilen nano lif yüzeylerin cihazdan alınmasını sağlamak amacıyla toplayıcılar üzerine kaplanacak Alüminyum folyo, folyoyu toplayıcıya sabitlemek için yapıştırıcı bant, makas ve maket bıçağı gibi kesiciler, kâğıt havlu, çeşitli cam veya plastik kaplar, not defteri ve kalem. Ayrıca gözlük, eldiven gibi kişisel koruyucuların yanında eğer çözelti, solunması tehlikeli bir malzeme içeriyorsa maske de kullanılmaktadır.

Prosesin başlatılması öncesinde, silindir veya plaka toplayıcı Alüminyum folyo ile kaplanmış, pompadan iğnenin konumlandırılacağı bölgeye kadar olan mesafeyle uyumlu miktarda ince boru kesilerek bir ucuna iğne (düze) monte edilmiş ve hazırlanmış olan çözelti bir şırıngaya alınmıştır. Düze boruyla birlikte cihaza yerleştirildikten sonra açıkta kalan ucu şırıngaya takılarak pompa üzerine konumlandırılmıştır.

Şırınga pompasının istenen debi değerine ayarı yapıldıktan sonra istenirse pompa, çözeltinin iğneye doğru yüksek debiyle basılarak ince borudaki boşluğun alınmasına

imkân vermektedir. Yarı şeffaf borudan kolayca gözlemlenebilen çözelti, iğneye yaklaştırıldıktan sonra pompa normal debi ile çalışacak şekilde ayarlanarak elektrospinning cihazının kapağı kapatılmıştır. Bu kapağın, gerilim değeri sıfıra indirilip güç düğmesi “0” konumuna getirilmeden veya acil durum butonuna basılmadan kesinlikle açılmaması gerekmektedir. Cihazın güç düğmesi “1” konumuna alınarak istenen mesafe, silindir hızı ve gerilim ayarları yapılmıştır.

Çalışmada silindir ve plaka şeklindeki her iki toplayıcı türüyle de deneyler gerçekleştirilmiştir. Nano liflerin taramalı elektron mikroskopuyla görüntülenebilecek miktarda toplanmasını sağlamak amacıyla, deney tasarımında yer alan her bir ayar grubu için silindir toplayıcı ile bir saat, plaka toplayıcı ile 30 dakika çalışılmıştır.

Süre sonunda cihaz güvenli hale getirilerek kapağı açılmış ve Alüminyum folyo toplayıcıdan sökülerek yeni bir folyo ile kaplanmıştır. Cihazdan alınan folyo üzerine deneye ilişkin parametrelerin yazılı olduğu bir kâğıt iliştirilerek fotoğraflanmıştır. Bir silindir toplayıcı ve bir plaka toplayıcı numune örneği Şekil 3.4’te görülmektedir.



Şekil 3.4. Elektrospinning cihazından alınan Alüminyum folyo numuneleri (sol, silindir toplayıcı, sağ, plaka toplayıcı)

3.3. Deneysel Tasarım

Literatürde mevcut çalışmalar içerisinde, sürecin deneysel olarak modellenmesi, parametre etkilerinin önem sıralarının ve belirlenen çıktı üzerindeki etki derecelerinin belirlenmesi, parametreler arasındaki ilişkilerin anlaşılması ve sürece ilişkin çeşitli optimizasyonların uygulanması amaçlarıyla sistematik deneysel yaklaşımların kullanıldığı araştırmalara Kaynak Özetleri bölümünde değinilmiştir. Bu çalışmalarda ortak özellik, verilerin deney tasarımı yöntemleriyle toplanması ve sonuçların ortaya koyulmasında istatistiksel tekniklerin uygulanmasıdır. Tez çalışması kapsamında yapılan deneyler için Taguchi deneysel tasarım yöntemi seçilmiştir. Bu seçimde en önemli etken, tam faktöriyel deney tasarımıyla kıyaslandığında sonuca ulaşmak için daha az sayıda deney yapılmasıdır (Yeoh ve ark. 2009, Tehrani ve ark. 2010, Gómez-Tejedor ve ark. 2011, Senthil ve Anandhan 2015a, Albetran ve ark. 2015). Örneğin 5 adet girdi parametresinin her birinde 3'er seviye içeren tam faktöriyel bir deney tasarımı 243 adet (3^5) deney yapılmasını gerektirmektedir. Oysa aynı sayıda parametre ve seviye için Taguchi deney tasarımı L_{18} (3^5) ortogonal dizisi, 18 adet deneyin üç tekrarı sonucunda toplam 54 adet deney içermektedir.

Taguchi yaklaşımı, güçlü bir tasarımın ortaya konulması için iki temel araç kullanmaktadır. Bu araçlardan ilki, aynı anda birçok tasarım faktörünü kapsayabilen deneylerin düzenlenmesi için ortogonal diziler, diğeri ise çıktıların niteliklerini belirlemek için kullanılan sinyal-gürültü (S/N) oranıdır. Taguchi yaklaşımı deney matrisleri için girdi etkilerinin analizinde S/N oranını, çıktı özelliklerinin hem ortalamasını hem de değişimini yansıtabileceğinden objektif fonksiyon olarak önermektedir. Ortogonal dizi, her bir faktör için optimum seviyeyi belirlemek ve her bir girdi parametresinin çıktı üzerindeki ana etkileri bakımından göreceli önemini tespit etmek amacıyla kullanılmaktadır (Patra ve ark. 2009).

Çözelti özellikleri ve süreç parametrelerinin lif çapı ve morfolojisine etkilerinin ve kendi aralarındaki etkileşimlerin ortaya çıkarılması için öncelikle ele alınacak olan parametreler belirlenmiştir. Elde edilmek istenen sonuç parametreleri, uygulamalar bazında değişkenlik göstermektedir. Ancak uygulamaların büyük çoğunluğu için lif çapı

en önemli sonuç parametresidir. Bunun yanı sıra özellikle doku çatısı çalışmaları gibi doku mühendisliği uygulamalarında gözenek boyutu, kontrol altına alınması gereken bir çıktıdır. Uygulamada yapının yüksek gözeneklilik oranına sahip olması önemlidir. Gözeneklerin, hücre tutunması ve doku oluşturacak şekilde gelişmesi için hücrelere gerekli olan besini sağlayacak olan kan damarlarının nüfuz etmesi açısından belirli boyut aralığında olması beklenmektedir (Patra ve ark. 2009). Çalışma kapsamında sonuç parametreleri olarak lif çapı ve gözenek boyutu ele alınmış ve yapılan deneylerin ardından elde edilen yüzeylerde bu iki parametrenin değerleri ölçülmüştür.

Filtre, yara örtüsü, doku çatısı, ilaç iletimi, membran gibi birçok uygulamada üretilen nano lif yüzeylerinin verimli şekilde kullanılabilir olması için yüzey alanı – hacim oranının yüksek olması, dolayısıyla lif çaplarının ve çap değişim miktarının minimum olması istenmektedir (Albetran ve ark. 2015, Doustgani 2016, Dehghan ve ark. 2016). Bu çalışmada da nano lif çapının *en düşük (minimum) olmasının en iyi olduğu durum (lower is better)* ele alındığından S/N oranı

$$S/N = -10 \log \left(\frac{1}{n} \sum_{i=1}^n D_i^2 \right)$$

denklemleriyle hesaplanmıştır. Burada D_i i . deney numarasına sahip numunenin ortalama çap değerini, n ise ortalama çapı oluşturan ölçümlerin sayısını göstermektedir. Matematiksel olarak S/N oranı ne kadar büyük olursa üretilen nano liflerin varyansı o kadar küçük olacaktır (Albetran ve ark. 2015).

Deneysel çalışmalarla elektrospinning süreci, silindir ve düz plaka şeklinde olmak üzere iki ayrı toplayıcı türü için incelenmiştir. Sürece ilişkin ele alınan girdi parametreleri literatür araştırmaları sonucunda PVA konsantrasyonu (ağırlıkça %), voltaj (kV), düze ile toplayıcı arasındaki mesafe (cm), akış hızı (mL/sa) ve silindir toplayıcı dönme hızı (rpm) olarak belirlenmiştir. Plaka toplayıcı için dönme hızı uygulanabilir olmadığından sonuçlar dört girdi parametresi üzerinden araştırılmıştır.

Gerekli olacak deney sayısı da dikkate alınarak sürece girdi oluşturan parametrelerin her biri için minimum, maksimum ve orta değer olmak üzere üçer seviye tespit edilmesine

karar verilmiştir. Bu seviyelerin belirlenmesi amacıyla elektrospinning cihazında iki aşamalı ön deneyler yapılmıştır. İlk aşamada ağırlıkça %10 ve %20 konsantrasyon değerlerine sahip PVA çözeltisi kullanılmış ve cihaz Çizelge 3.1’de görülen parametre değerlerine ayarlanarak silindir toplayıcıyla nano lif üretim denemeleri gerçekleştirilmiştir.

Çizelge 3.1. Ön deneylerin ilk aşamasında öngörülen seviye değerleri ve sonuçlar

Deney no	Konsantrasyon (%)	Voltaj (kV)	Mesafe (cm)	Akış hızı (mL/sa)	Sarım hızı (rpm)	Sonuç
1	10	10	10	1	250	Başarısız
2	10	10	10	3	750	Başarılı
3	20	20	20	1	250	Başarısız
4	20	20	20	3	750	Başarısız
5	20	10	10	1	250	Başarılı
6	20	10	20	3	750	Başarısız
7	10	20	10	1	250	Başarılı
8	10	20	20	3	750	Başarısız

Çizelge 3.1’de görüldüğü gibi 1, 3, 4, 6 ve 8 numaralı deneylerde lif üretimi gerçekleşmediğinden ilk aşama ön deneylerde gözlenen sınır değerleri revize edilerek ikinci aşama ön deneylere geçilmiştir (Çizelge 3.2).

Çizelge 3.2. Ön deneylerin ikinci aşamasında öngörülen seviye değerleri ve sonuçlar

Deney no	Konsantrasyon (%)	Voltaj (kV)	Mesafe (cm)	Akış hızı (mL/sa)	Sarım hızı (rpm)	Sonuç
1	10	15	10	1	250	Başarılı
2	10	15	10	3	750	Başarılı
3	15	20	12,5	1	250	Başarılı
4	15	20	10	1,5	750	Başarılı
5	15	15	10	1	250	Başarılı
6	15	15	12,5	3	750	Başarılı
7	10	20	10	1	250	Başarılı
8	10	20	15	3	750	Başarılı
9	8	15	12,5	1	750	Başarılı
10	5	10	10	1	750	Başarısız

Ağırlıkça %20 konsantrasyondaki çözeltide yoğunluk çok yüksek olduğundan ağırlıkça %15 değeri konsantrasyon üst sınırı olarak tanımlanmıştır. İkinci aşamada alt sınırı belirlemeye yönelik ağırlıkça %8 ve %5 konsantrasyona sahip çözeltilerle de denemeler

yapılmıştır. %5'lik çözeltide belirlenen parametrelerle lif oluşumu gözlenmemiştir. %8'lik çözeltide ise lif oluşumunun verimli olmadığı ve toplayıcı üzerindeki birikimin ölçümler açısından yetersiz kalabileceği gözlenmiştir. Dolayısıyla konsantrasyon seviyesi için alt sınır %10 olarak belirlenmiştir.

Düze-toplayıcı mesafesi 20 cm'ye ayarlandığında, yapılan deneylerin hiç birinde lif üretimi gerçekleşmemiştir. Deneylerde lif çapı ve gözenek ölçümlerinin yapılabilmesi açısından, sınırlı sürede toplanan lif miktarının önemli olması dolayısıyla mesafeye yönelik üst sınır 15 cm yerine 12,5 cm'ye çekilmiş, alt sınır 7,5 cm olarak tanımlanmıştır. Voltaj 10 kV'a ayarlandığında lif üretimi gözlenmediğinden alt sınır 15 kV, üst sınır 20 kV olarak belirlenmiştir. Akış hızında 3 mL/sa değerinin çok miktarda çözelti kaybına yol açtığı gözlemlendiğinden üst sınır 2 mL/sa, alt sınır ise 1 mL/sa olarak saptanmıştır. Sarım hızında ise enerji verimliliği, gürültü ve titreşim unsurları da dikkate alınarak üst sınır 500 rpm, alt sınır 250 rpm olarak tanımlanmıştır.

İki aşamalı olarak yapılan ön deneyler sonucunda belirlenmiş olan alt ve üst parametre seviyeleri sonucunda, orta noktalar da ayrı bir seviye olarak tanımlanmıştır. Parametrelere ait seviye değerleri Çizelge 3.3'te verilmiştir. Parametre ve seviye sayısı doğrultusunda seçilmiş olan (Gökçe ve Taşgetiren 2009) Taguchi ortogonal dizileri aynı çizelge üzerinde belirtilmiştir.

Çizelge 3.3. Deney tasarımında temel alınan parametre seviyeleri ve ortogonal diziler

No	Parametre	S1	S2	S3	Ortogonal Dizi	
					Plaka	Silindir
1	P1: Konsantrasyon (ağırlıkça %)	10,0	12,5	15,0	L ₉ (3 ⁴)	L ₁₈ (3 ⁵)
2	P2: Voltaj (kV)	15,0	17,5	20,0		
3	P3: Düze-toplayıcı arası mesafe (cm)	7,5	10,0	12,5		
4	P4: Akış hızı (mL/sa)	1,0	1,5	2,0		
5	P5: Silindir dönme hızı (rpm)	250	375	500	-	

Deneysel tasarım çalışmalarında temel alınan Taguchi ortogonal dizileri silindir toplayıcı için Çizelge 3.4'te ve plaka toplayıcı için Çizelge 3.5'te verilmiştir.

Çizelge 3.4. Silindir toplayıcı için belirlenen Taguchi $L_{18}(3^5)$ ortogonal dizisi ve gerçek parametre değerleriyle oluşturulan deney tasarımı

Deney No	P1	P2	P3	P4	P5	P1	P2	P3	P4	P5
S-1	1	1	1	1	1	10,0	15,0	7,5	1,0	250
S-2	1	2	2	2	2	10,0	17,5	10,0	1,5	375
S-3	1	3	3	3	3	10,0	20,0	12,5	2,0	500
S-4	2	1	1	2	2	12,5	15,0	7,5	1,5	375
S-5	2	2	2	3	3	12,5	17,5	10,0	2,0	500
S-6	2	3	3	1	1	12,5	20,0	12,5	1,0	250
S-7	3	1	2	1	3	15,0	15,0	10,0	1,0	500
S-8	3	2	3	2	1	15,0	17,5	12,5	1,5	250
S-9	3	3	1	3	2	15,0	20,0	7,5	2,0	375
S-10	1	1	3	3	2	10,0	15,0	12,5	2,0	375
S-11	1	2	1	1	3	10,0	17,5	7,5	1,0	500
S-12	1	3	2	2	1	10,0	20,0	10,0	1,5	250
S-13	2	1	2	3	1	12,5	15,0	10,0	2,0	250
S-14	2	2	3	1	2	12,5	17,5	12,5	1,0	375
S-15	2	3	1	2	3	12,5	20,0	7,5	1,5	500
S-16	3	1	3	2	3	15,0	15,0	12,5	1,5	500
S-17	3	2	1	3	1	15,0	17,5	7,5	2,0	250
S-18	3	3	2	1	2	15,0	20,0	10,0	1,0	375

Çizelge 3.5. Plaka toplayıcı için belirlenen Taguchi $L_9(3^4)$ ortogonal dizisi ve gerçek parametre değerleriyle oluşturulan deney tasarımı

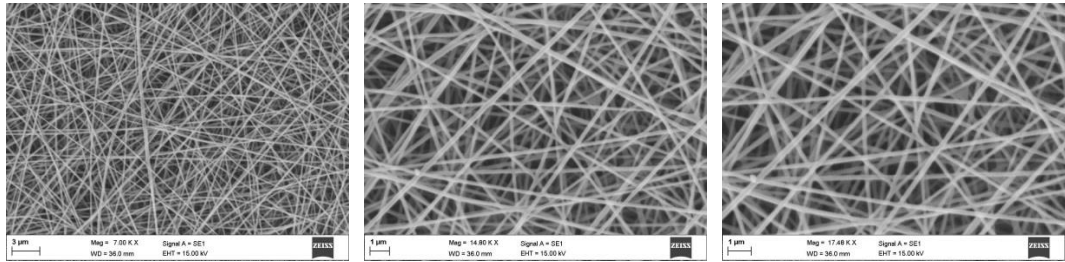
Deney No	P1	P2	P3	P4	P1	P2	P3	P4
P-1	1	1	1	1	10,0	15,0	7,5	1,0
P-2	1	2	2	2	10,0	17,5	10,0	1,5
P-3	1	3	3	3	10,0	20,0	12,5	2,0
P-4	2	1	2	3	12,5	15,0	10,0	2,0
P-5	2	2	3	1	12,5	17,5	12,5	1,0
P-6	2	3	1	2	12,5	20,0	7,5	1,5
P-7	3	1	3	2	15,0	15,0	12,5	1,5
P-8	3	2	1	3	15,0	17,5	7,5	2,0
P-9	3	3	2	1	15,0	20,0	10,0	1,0

Deneyler üçer tekrarlı olarak gerçekleştirilmiş, dolayısıyla silindir toplayıcı ile 54, plaka toplayıcı ile 27 adet deney yapılmış, her deneye bir sıra numarası verilmiş ve 81 adet farklı numune üretimi hedeflenmiştir. Önce silindir toplayıcı ile deneyler tamamlanmış, ardından plaka toplayıcı deneylerine geçilmiştir. Aynı ayarlarla ardışık çalışılmaması ve rastlantısallığın korunması için deney sırası çaprazlama yoluyla belirlenmiştir. Burada zar atma veya kura çekme gibi yöntemlerin de kullanılması mümkündür.

Deneyleerde, öncelikle kullanılacak olan konsantrasyon değeriinde çözeltili hazırlığı yapılmıştır. Çözeltili, ilgili konsantrasyonda çalışılacak olan deneyleere yetecek miktarda hazırlanmıştır. Hazırlanan çözeltili olası bozulmaların önüne geçmek için en fazla 3 gün içinde tamamen tüketilmiştir.

3.4. Nano Lif Morfolojisi

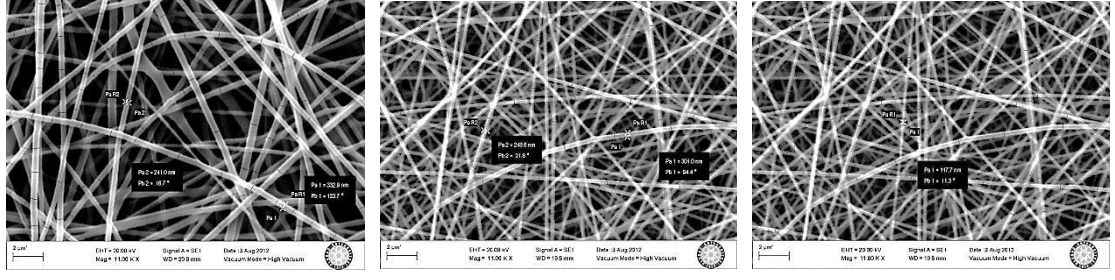
Deneyleerde üretilen yüzeylerin nano lif morfolojisinin araştırılması amacıyla her bir Alüminyum folyonun merkez bölgesinden makasla 1 cm x 1,5 cm boyutlarında dikdörtgen bir numune kesilmiştir. Bu numuneler Bursa Uludağ Üniversitesi, Fen-Edebiyat Fakültesi, Fizik Bölümü, SEM Laboratuvarı'nda incelenmiştir. Öncelikle iletken olmayan bu numuneler bir Altın-Paladyum ince film kaplayıcı cihaz (BAL-TEC SCD005) yardımıyla Altın kaplanmış, ardından taramalı elektron mikroskobu (SEM, Carl Zeiss Evo 40) ile görüntülenmiş ve farklı büyütme oranlarındaki görüntüleri kayda alınmıştır. Yapılmış olan görüntülemelerden örnekler Şekil 3.5'te gösterilmiştir.



Şekil 3.5. Silindir toplayıcıdan alınmış bir deney numunesine ait SEM görüntüleme örnekleri (S-1.1 deney no 1)

3.5. Çıktıların Ölçümü

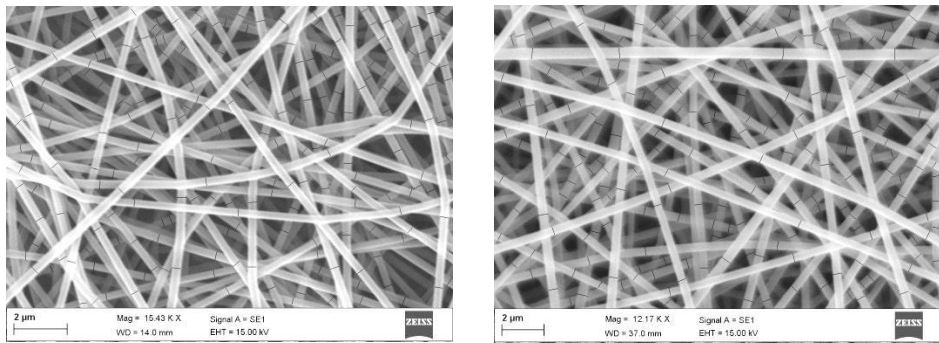
Deneyleerde çıktı parametreleri olarak belirlenen nano lif çapı ve gözenek boyutu parametrelerinin ölçülmesi için taramalı elektron mikroskobu (SEM) görüntüleri kullanılmıştır. Lif çapının ölçümü için ilk olarak ön deneyleer esnasında üretilen yüzeylerden alınan numunelerle yapılan SEM incelemeleri esnasında çap ölçümü denenmiştir. Ancak cihaz kapasitesinin de bloke edildiği bu yöntemle Şekil 3.6'da görüldüğü gibi çapların tam olarak belirlenemeyeceği anlaşılmıştır.



Şekil 3.6. Soldan sağa doğru sırasıyla 4, 7 ve 8 numaralı ikinci aşama ön deneylerden elde edilen numunelerle SEM incelemesi ve çap ölçümü denemeleri

Ardından literatürde çok sayıda araştırmada kullanıldığı tespit edilen (Albetran ve ark. 2015, Gönen ve ark. 2016, Khalili ve ark. 2016, Miri ve ark. 2016, Svinterikos ve Zuburtikudis 2017) ve kullanıma açık olarak sunulan görüntü analiz programı ImageJ (sürüm 1.46r, National Institutes of Health, ABD), ilgili internet sitesinden indirilerek temin edilmiştir. Bu program SEM görüntüleri üzerinden hem lif çaplarının hem de gözenek boyutlarının ölçümünde kullanılmıştır.

Lif çapının belirlenmesi için ImageJ programıyla her bir numuneye ait SEM görüntüsü üzerinden ölçme işlemi yapılmıştır. Öncelikle SEM görüntüsündeki ölçek çubuğunun üzerine çizilen çizginin piksel sayısı, karşılık gelen görüntüdeki ölçek çubuğunun verilen uzunluğu ile kalibre edilmiştir. Her numune için resimde cidarları en net seçilen 50 adet lif belirlenerek, lif eksenine dik şekilde çapı ölçülmüştür. Her lifin dört farklı noktasından ölçüm yapılmıştır. Bu şekilde her numunenin ortalama nano lif çapı değeri, toplamda ölçülen 200 çap değerinin ortalaması olarak belirlenmiştir (Şekil 3.7).



Şekil 3.7. Sol S-7.2/deney no 43 ve sağ P-9.1/deney no 21 resimleri üzerinden ImageJ ile çap ölçümü

Dolayısıyla i . deney numarasına sahip numunenin ortalama ap deęeri D_i

$$D_i = \frac{1}{200} \sum_{j=1}^{200} D_{ij}$$

denklemiyle hesaplanmıřtır. Burada D_{ij} i . numune grntsnden alınan her bir ap lmnn ifade etmektedir. i . numuneye ynelik hesaplanan ortalama ap (D_i) iin standart sapma deęeri ise

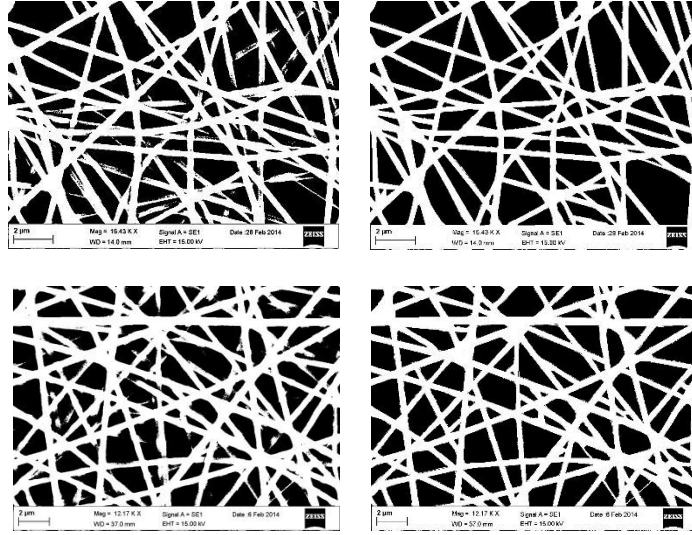
$$St. Sp_{D_i} = \sqrt{\frac{\sum_{j=1}^{200} (D_{ij} - D_i)^2}{200}}$$

denklemi yardımıyla belirlenmiřtir.

Numunelerin gzenek boyutları SEM grntlerinin girdi olarak kullanıldıęı ImageJ programındaki grnt analiz algoritmaları yardımıyla yapılan alan lmleriyle belirlenmiřtir. SEM grntleri tek bir sabit eřięin kullanıldıęı gri tonlamalı grntlerdir. Grnty blmlere ayırmak amacıyla SEM grntsnn “binary image” denilen ikili grntsnn oluřturulması gerekmektedir. ImageJ programı bu amala varsayılan olarak genel bir otomatik eřik oluřturma algoritması kullanmaktadır. İlgili algoritma, her resim iin belirledięi eřik deęerine kadar ve bu deęere eřit olan tm pikselleri resim üzerinde nesneye, kalan dięer pikselleri ise arka plana ait olarak deęerlendirmektedir. Resimler üzerinde farklı eřik deęeri uygulamak da mmkndr, ancak kıyaslanabilirlięin korunması amacıyla bu alıřmada tm numuneler iin gzenek lmlerinde otomatik eřik (threshold, default) seeneęi tercih edilmiřtir.

ImageJ programında SEM grntsne otomatik eřik uygulandıęında, elde edilen resim üzerinde arka plana ait bazı dzensizlikler oluřmaktadır. Bu uygulama nesne ve arka plan piksellerinin gri seviye daęılımında homojen olmayan herhangi bir duruma olduka duyarlıdır. lmde kolaylık saęlamak ve olası hatalı lmleri nlemek amacıyla bu dzensizlikler MS Paint (srm 6.1, Microsoft Corporation, ABD) programı kullanılarak temizlenmiřtir (řekil 3.8). Resim üzerinde kalan kk ya da

büyük tüm gözeneklerin alan olarak boyutları tek tek ölçülmüştür. Gözeneklilik yüzdesi değerinin hesaplanması açısından, ölçümün yapıldığı toplam ölçüm alanı da ayrıca ölçülerek kaydedilmiştir.



Şekil 3.8. Sol, genel eşik uygulaması sonrası SEM görüntüleri, sağ, arka planın temizlenmesi sonrası ImageJ ile gözenek ölçümü (üst S-7.2/deney no 43, alt P-9.1/deney no 21)

i. numuneye ait ortalama gözenek boyutu PS_i

$$PS_i = \frac{1}{n} \sum_{j=1}^n PS_{ij}$$

denklemleriyle hesaplanmıştır. Burada n genel eşik uygulaması sonrasında görüntü üzerinde kalan ve ölçümü yapılan gözeneklerin sayısını, PS_{ij} ise $i.$ numunenin görüntüsünden alınan her bir gözenek boyutunu ifade etmektedir. $i.$ numunenin gözeneklilik yüzdesi PO_i ise

$$PO_i = \frac{\sum_{j=1}^n PS_{ij}}{\text{Toplam Ölçüm Alanı}} \times 100$$

denklemleri kullanılarak hesaplanmıştır.

3.6. İstatistiksel Yöntemler

Bu çalışmada deneysel olarak elektrospinning cihazının işlem parametrelerinin nano lif çapı ve gözenek boyutu üzerindeki etkilerinin belirlenmesi, parametreler arasındaki ilişkilerin araştırılması ve işlem parametrelerinin optimizasyonu amaçlanmaktadır. İstatistiksel yöntemlerle çeşitli değerlendirmelerin yapıldığı bu çalışmalarda SPSS (IBM Corporation, New York, SPSS Statistics v22, Bursa Uludağ Üniversitesi) ve Minitab (Minitab Inc., Pennsylvania, Student Version) yazılımları kullanılmıştır.

Girdi parametrelerinin çıktı üzerindeki etkisinin önem düzeylerinin belirlenmesi amacıyla aralık analizi ve grafiksel değerlendirmeler yapılmıştır. Aralık analizi, en etkili parametrenin, farklı seviyelerinin, çıktı üzerinde en büyük değişkenliğe sebep olacağı temeline dayanmaktadır. Çalışmada ortalama çıktı değerlerinin yanında S/N oranları üzerinden de aralık değerlendirmeleri yapılarak sonuçlar tartışılmıştır.

Öncelikle 3 tekrarlı yapılmış olan deneylerden her bir parametre grubu için ortalama çıktı değerlerinin hesaplanması gerekmektedir. Tez içinde verilen deney numarası kodlamasında silindir toplayıcı için S, plaka toplayıcı için P harfleri kullanılmıştır. $S-i,j$ şeklindeki bir kodlamada silindir toplayıcı ile yapılmış olan i numaralı deneyin j . tekrarı anlatılmıştır. Örneğin Çizelge 3.4'te görülen 7 numaralı deneyin 2. tekrarına ait deney no kodlaması S-7.2 şeklindedir. Silindir toplayıcı için i , 1-18 arasında değerler alırken plaka toplayıcı için 1-9 arasında, j ise her iki toplayıcı türü için 1-3 arasında değerler almaktadır. Her bir parametre grubu için ortalama çıktı değeri silindir toplayıcıda

$$y_{S-i} = \frac{\sum_{j=1}^3 y_{S-i,j}}{3}$$

denkleminde, plaka toplayıcıda ise

$$y_{P-i} = \frac{\sum_{j=1}^3 y_{P-i,j}}{3}$$

denkleminde hesaplanmıştır. Bu denklemlerde S silindir, P ise plaka toplayıcıyı, y çıktı özelliğini (nano lif çapı, gözenek boyutu veya gözeneklilik değeri), i deney numarasını, j ise deneyin tekrar sayısını ifade etmektedir.

Aralık analizi için her bir parametre seviyesindeki çıktı ortalamalarının hesaplanması gerekmektedir. Bu hesaplamalarda

$$\bar{y}_j^{P_i} = \frac{\sum \bar{y}^{P_{ij}}}{n_j^{P_i}}$$

denklemini kullanılmıştır. Burada $\bar{y}_j^{P_i}$, y çıktısının ilgili P_i parametresi j . seviyesine karşılık tespit edilen değerlerinin genel ortalamasını ifade etmektedir. $\bar{y}^{P_{ij}}$, ilgili P_i parametresi j . seviyesine karşılık tespit edilen ve 3 tekrarlı deneylerden elde edilen sonuçların ortalama değerleridir. $n_j^{P_i}$ ise ilgili P_i parametresi j . seviyesi için yapılmış olan deney sayısıdır. Silindir toplayıcı için 18 deney üçer kez tekrarlanmıştır. Her bir deney numarasına karşılık tespit edilen sonuçlar ($\bar{y}^{P_{ij}}$), 3 deneyin ortalamasıyla bulunmuştur. Ortalama değerlerin oluşturduğu tabloda örneğin P1 parametresi olan çözelti konsantrasyonunun 1. seviye değeri ağırlıkça %10'dur. %10'luk konsantrasyona sahip çözelti ile elde edilmiş olan 6 adet ($n_j^{P_i}$) ortalama sonuç mevcuttur.

Her bir parametrenin her bir seviyesine karşılık gelen $\bar{y}_j^{P_i}$ değerleri hesaplandıktan sonra parametre bazında en büyük ve en küçük değer farkı tespit edilmiştir. Tespit edilen bu fark değerlerinin birbiriyle kıyaslanması sonucunda parametrelerin etki derecelendirilmesi edilmiştir.

Hangi süreç parametrelerinin çıktılar üzerindeki etkisinin istatistiksel olarak önemli olduğunu belirlemek için tek yönlü varyans analizi (ANOVA) yöntemi kullanılmıştır. Tek yönlü ANOVA yöntemiyle, her bir parametre bazında çıktı değerlerinin ortalamaları karşılaştırılmış ve bu ortalamaları oluşturan gruplar arasında istatistiksel olarak diğerlerine göre önemli bir fark olup olmadığı belirlenmiştir. Burada alt gruplar, deneysel tasarımda kullanılan parametrelerin seviye gruplarıdır.

Tek yönlü varyans analizinde her grubun verilerinin normal dağılıma sahip olduğu ve göreceli olarak grupların varyanslarının homojen olduğu varsayımları söz konusudur. Bu varsayımların analiz öncesinde test edilmesi için SPSS programında "Analyze > Descriptive Statistics > Explore → Plots" yoluyla normallik testi, "Analyze > Compare Means > One-Way ANOVA → Options" yoluyla da varyansların homojenliği testi yapılmıştır. Her iki testin sonucunda da *Sig.* > 0,05 değerleri elde edildiğinden sıfır hipotezi kabul edilmiştir, gruplara ait veriler normal dağılımlıdır ve varyansları homojendir. Bu testlerin sonuçlarına ilişkin tablolar, tez kapsamı açısından önemli bir veri teşkil etmediği için tez içeriğinde verilmeyecektir.

Varyans analizinde sıfır hipotezi belirtilen faktör doğrultusunda oluşan ortalamalar arasında fark olmadığı kabulüne dayanmakta olup eğer analiz sonucunda hesaplanan *Sig.* değeri 0,05 değerinden küçük ise sıfır hipotezi reddedilerek ilgili faktörün etkisiyle oluşan ortalamalar arasında istatistiksel olarak önemli bir fark olduğu kabul edilmektedir. Çalışmada süreç parametrelerinin, tüm çıktılarda ortalamaları üzerindeki etkilerinin istatistiksel olarak önemli olup olmadığı tek yönlü varyans analizi ile araştırılmasında test edilen sıfır hipotezleri, örneğin faktör olarak konsantrasyon ele alındığında "P1 [%] parametresini oluşturan seviye değerleri, lif çapı, çap standart sapması, gözenek boyutu ve gözeneklilik ortalamaları üzerinde istatistiksel açıdan önemli bir fark oluşturmamaktadır" şeklinde kurulmuştur.

İşlem parametreleri arasındaki ilişkiler ile etkileşimler ve optimum parametreler sırasıyla kontur diyagramları ve temel etki diyagramları kullanılarak belirlenmiştir.

Kontur diyagramlarında analiz edilmek istenen çıktının, iki parametrenin etkileşimi altındaki değişimi görselleştirilmektedir. Dolayısıyla parametreler arasındaki ilişkilerin deneylerle elde edilmiş olan sonuçlar üzerinden analiz edilerek yorumlanması bu diyagramlar üzerinden yapılmıştır.

Temel etki diyagramları aralık analizi için hesaplanan çıktılara ait genel ortalama değerlerin parametrelerin seviye değerlerine göre değişiminin görselleştirildiği diyagramlardır. Bu diyagramlarda, çıktı için istenen minimum veya maksimum

değerlerin, ilgili parametrenin hangi seviye değerine karşılık geldiği görülmektedir. Varyansları da dikkate almasından dolayı S/N oranları için de temel etki diyagramları oluşturularak çıktılara ait diyagramların doğrulaması yapılmıştır. Çalışmanın temel hedeflerinden olan parametre optimizasyonu işlemi bu diyagramların analiz edilmesi yoluyla gerçekleştirilmiştir.

Çıktılara yönelik modellerin elde edilmesinde regresyon analizi yöntemi kullanılmıştır. İlk aşamada tekil parametreler, parametrelerin birbirleriyle çarpımı ve parametre karelerinin tamamı modele dâhil edilerek (R^2) belirleme katsayısı tespit edilmiştir. Model, çıktı ile yüksek ilgileşime sahip parametre veya terimleri otomatik olarak elemektedir. Kalan terimlerin önem düzeyleri varyans analiziyle tespit edilmiştir. Önem düzeyi düşük ($>0,05$) olan terimler model dışına alınarak yeniden regresyon analizi yapılmıştır. Bu iki model arasında belirleme katsayısı daha yüksek olan çıktının deneysel modeli olarak önerilmiştir.

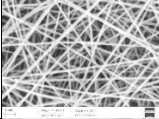
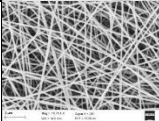
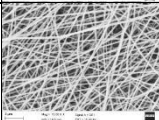
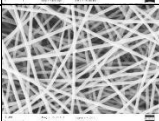
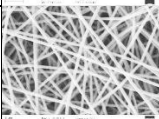
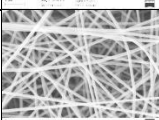
4. BULGULAR ve TARTIŞMA

Elektrospinning sürecinin işlem parametrelerinin optimizasyonu ve parametreler arasındaki ilişkilerin deneysel olarak araştırılmasını hedefleyen tez çalışması kapsamında kullanılmış olan materyaller ve yöntemler bir önceki bölümde detaylı olarak anlatılmıştır. Bu bölümde yapılan deneysel çalışmaların sonuçları verilmiş ve elde edilen bulgular çeşitli kaynaklardaki araştırma sonuçlarıyla karşılaştırılarak tartışılmıştır.

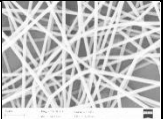
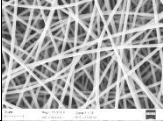
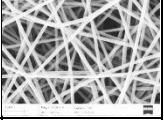
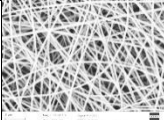
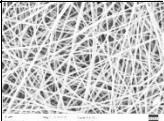
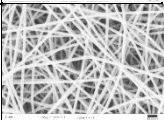
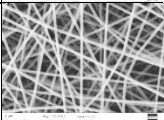
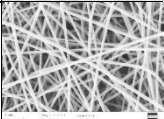
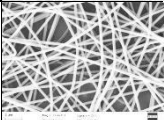
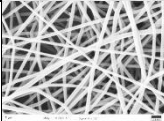
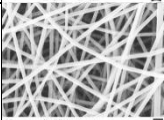
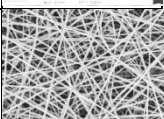
4.1. Deney Sonuçları

Taguchi deneysel tasarımının kullanıldığı deneylerde elde edilen nano lif çapı sonuçları silindir toplayıcı için Çizelge 4.1 ve plaka toplayıcı için Çizelge 4.2’de verilmiştir.


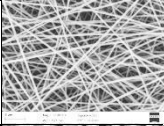
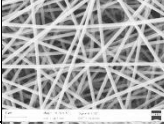
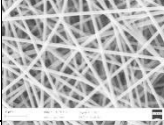
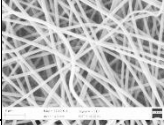
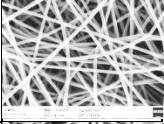
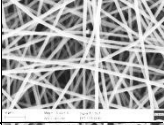
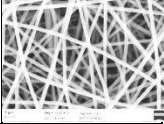

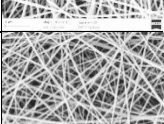
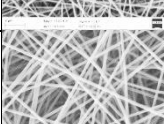
Çizelge 4.1. Silindir toplayıcı kullanılarak üretilen nano lif yüzeylerin lif çapı (D), standart sapma (St. Sp.) sonuçları ve morfolojik gözlemleri

Deney No	Girdiler					Nano Lif Çapı Sonuçları [nm]				Morfoloji
	P1 [%]	P2 [kV]	P3 [cm]	P4 [ml/sa]	P5 [rpm]	D	St. Sp.	S/N D	S/N St. Sp.	
S-1.1	10,0	15,0	7,5	1,0	250	187,41	32,80	-45,59	-23,63	
S-2.1	10,0	17,5	10,0	1,5	375	162,76	30,48	-44,38	-24,43	
S-3.1	10,0	20,0	12,5	2,0	500	149,28	24,00	-43,59	-25,50	
S-4.1	12,5	15,0	7,5	1,5	375	289,81	24,61	-49,27	-21,01	
S-5.1	12,5	17,5	10,0	2,0	500	261,58	21,59	-48,38	-20,81	
S-6.1	12,5	20,0	12,5	1,0	250	263,30	24,14	-48,45	-20,92	

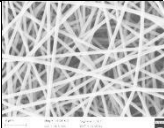


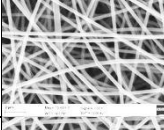
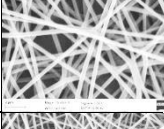
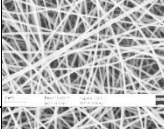
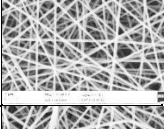
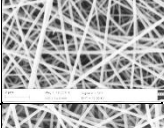
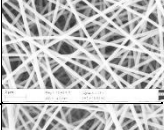
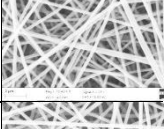
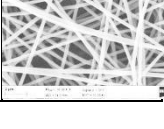
Çizelge 4.1. Silindir toplayıcı kullanılarak üretilen nano lif yüzeylerin lif çapı (D), standart sapma (St. Sp.) sonuçları ve morfolojik gözlemleri (devam)

Deney No	Girdiler					Nano Lif Çapı Sonuçları [nm]				Morfoloji
	P1 [%]	P2 [kV]	P3 [cm]	P4 [ml/sa]	P5 [rpm]	D	St. Sp.	S/N D	S/N St. Sp.	
S-7.1	15,0	15,0	10,0	1,0	500	291,78	26,46	-49,34	-20,86	
S-8.1	15,0	17,5	12,5	1,5	250	282,37	20,07	-49,04	-21,36	
S-9.1	15,0	20,0	7,5	2,0	375	316,40	28,62	-50,04	-20,66	
S-10.1	10,0	15,0	12,5	2,0	375	-	-	-	-	Başarısız
S-11.1	10,0	17,5	7,5	1,0	500	140,23	23,94	-43,06	-22,67	
S-12.1	10,0	20,0	10,0	1,5	250	159,21	32,44	-44,22	-26,51	
S-13.1	12,5	15,0	10,0	2,0	250	254,65	20,88	-48,15	-21,93	
S-14.1	12,5	17,5	12,5	1,0	375	256,62	19,93	-48,21	-21,19	
S-15.1	12,5	20,0	7,5	1,5	500	265,68	33,13	-48,55	-21,31	
S-16.1	15,0	15,0	12,5	1,5	500	277,17	19,35	-48,88	-22,55	
S-17.1	15,0	17,5	7,5	2,0	250	292,62	40,35	-49,41	-21,06	
S-18.1	15,0	20,0	10,0	1,0	375	317,95	26,46	-50,08	-20,25	
S-1.2	10,0	15,0	7,5	1,0	250	172,59	40,40	-44,97	-25,29	

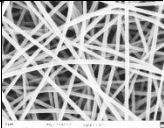
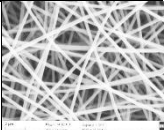
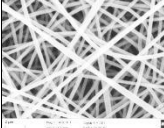

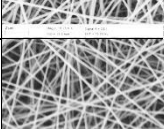
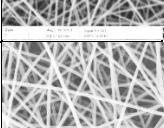
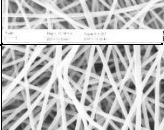
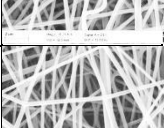
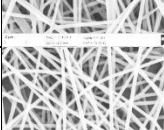
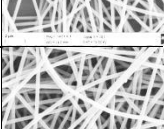
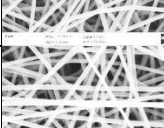
Çizelge 4.1. Silindir toplayıcı kullanılarak üretilen nano lif yüzeylerin lif çapı (D), standart sapma (St. Sp.) sonuçları ve morfolojik gözlemleri (devam)

Deney No	Girdiler					Nano Lif Çapı Sonuçları [nm]				Morfoloji
	P1 [%]	P2 [kV]	P3 [cm]	P4 [ml/sa]	P5 [rpm]	D	St. Sp.	S/N D	S/N St. Sp.	
S-2.2	10,0	17,5	10,0	1,5	375	153,34	24,21	-43,82	-24,34	
S-3.2	10,0	20,0	12,5	2,0	500	167,07	24,51	-44,55	-23,10	
S-4.2	12,5	15,0	7,5	1,5	375	277,02	22,05	-48,88	-20,75	
S-5.2	12,5	17,5	10,0	2,0	500	271,34	21,01	-48,70	-20,23	
S-6.2	12,5	20,0	12,5	1,0	250	274,45	27,37	-48,81	-18,88	
S-7.2	15,0	15,0	10,0	1,0	500	286,81	21,75	-49,18	-20,90	
S-8.2	15,0	17,5	12,5	1,5	250	274,46	16,72	-48,79	-20,34	
S-9.2	15,0	20,0	7,5	2,0	375	312,23	29,89	-49,93	-20,38	
S-10.2	10,0	15,0	12,5	2,0	375	-	-	-	-	Başarısız
S-11.2	10,0	17,5	7,5	1,0	500	171,91	34,16	-44,87	-25,54	
S-12.2	10,0	20,0	10,0	1,5	250	155,03	21,65	-43,89	-21,62	
S-13.2	12,5	15,0	10,0	2,0	250	253,79	15,61	-48,11	-18,79	

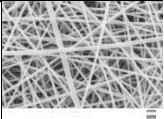
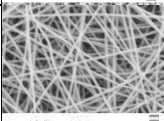
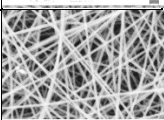
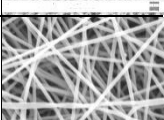
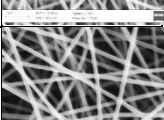
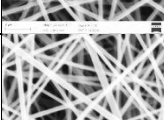
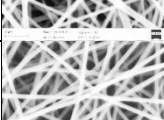

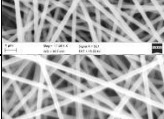
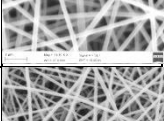
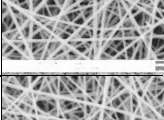
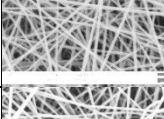
Çizelge 4.1. Silindir toplayıcı kullanılarak üretilen nano lif yüzeylerin lif çapı (D), standart sapma (St. Sp.) sonuçları ve morfolojik gözlemleri (devam)

Deney No	Girdiler					Nano Lif Çapı Sonuçları [nm]				Morfoloji
	P1 [%]	P2 [kV]	P3 [cm]	P4 [ml/sa]	P5 [rpm]	D	St. Sp.	S/N D	S/N St. Sp.	
S-14.2	12,5	17,5	12,5	1,0	375	273,08	22,23	-48,75	-20,13	
S-15.2	12,5	20,0	7,5	1,5	500	270,57	31,09	-48,70	-21,67	
S-16.2	15,0	15,0	12,5	1,5	500	265,85	24,30	-48,53	-21,56	
S-17.2	15,0	17,5	7,5	2,0	250	297,09	19,16	-49,48	-20,17	
S-18.2	15,0	20,0	10,0	1,0	375	357,00	50,97	-51,14	-19,96	
S-1.3	10,0	15,0	7,5	1,0	250	204,90	33,73	-46,35	-22,82	
S-2.3	10,0	17,5	10,0	1,5	375	187,37	18,66	-45,50	-23,10	
S-3.3	10,0	20,0	12,5	2,0	500	190,27	26,84	-45,67	-22,73	
S-4.3	12,5	15,0	7,5	1,5	375	267,67	22,62	-48,58	-20,75	
S-5.3	12,5	17,5	10,0	2,0	500	260,40	25,16	-48,35	-19,00	
S-6.3	12,5	20,0	12,5	1,0	250	294,99	26,92	-49,43	-20,09	

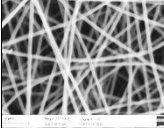

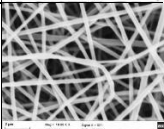
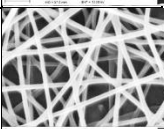
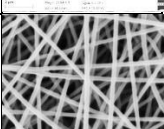
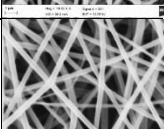
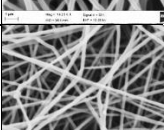
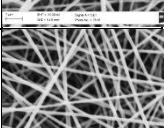
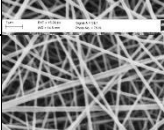
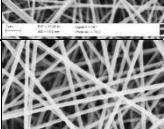
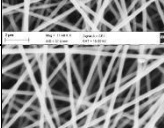
Çizelge 4.1. Silindir toplayıcı kullanılarak üretilen nano lif yüzeylerin lif çapı (D), standart sapma (St. Sp.) sonuçları ve morfolojik gözlemleri (devam)

Deney No	Girdiler					Nano Lif Çapı Sonuçları [nm]				
	P1 [%]	P2 [kV]	P3 [cm]	P4 [ml/sa]	P5 [rpm]	D	St. Sp.	S/N D	S/N St. Sp.	Morfoloji
S-7.3	15,0	15,0	10,0	1,0	500	321,60	44,31	-50,23	-20,94	
S-8.3	15,0	17,5	12,5	1,5	250	281,18	20,92	-49,00	-19,96	
S-9.3	15,0	20,0	7,5	2,0	375	303,18	28,37	-49,67	-18,88	
S-10.3	10,0	15,0	12,5	2,0	375	-	-	-	-	Başarısız
S-11.3	10,0	17,5	7,5	1,0	500	183,39	29,17	-45,38	-20,98	
S-12.3	10,0	20,0	10,0	1,5	250	183,45	18,82	-45,32	-21,91	
S-13.3	12,5	15,0	10,0	2,0	250	256,44	21,45	-48,21	-19,05	
S-14.3	12,5	17,5	12,5	1,0	375	290,89	28,03	-49,31	-19,96	
S-15.3	12,5	20,0	7,5	1,5	500	280,20	52,56	-49,10	-19,26	
S-16.3	15,0	15,0	12,5	1,5	500	295,77	26,78	-49,45	-20,20	
S-17.3	15,0	17,5	7,5	2,0	250	307,74	30,12	-49,80	-19,92	
S-18.3	15,0	20,0	10,0	1,0	375	352,68	43,41	-51,01	-19,89	

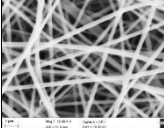
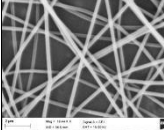
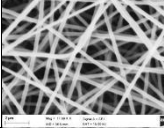
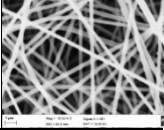
Çizelge 4.2. Plaka toplayıcı kullanılarak üretilen nano lif yüzeylerin lif çapı (D), standart sapma (St. Sp.) sonuçları ve morfolojik gözlemleri

Deney No	Girdiler				Nano Lif Çapı Sonuçları [nm]				Morfoloji
	P1 [%]	P2 [kV]	P3 [cm]	P4 [ml/sa]	D	St. Sp.	S/N D	S/N St. Sp.	
P-1.1	10,0	15,0	7,5	1,0	210,47	51,04	-46,71	-19,59	
P-2.1	10,0	17,5	10,0	1,5	198,96	19,83	-46,02	-21,17	
P-3.1	10,0	20,0	12,5	2,0	194,27	22,50	-45,83	-21,23	
P-4.1	12,5	15,0	10,0	2,0	272,92	26,13	-48,76	-22,91	
P-5.1	12,5	17,5	12,5	1,0	330,90	33,82	-50,44	-22,72	
P-6.1	12,5	20,0	7,5	1,5	345,56	101,39	-51,13	-23,85	
P-7.1	15,0	15,0	12,5	1,5	289,81	24,47	-49,27	-22,49	
P-8.1	15,0	17,5	7,5	2,0	347,09	38,81	-50,86	-22,08	
P-9.1	15,0	20,0	10,0	1,0	390,78	45,89	-51,90	-20,99	
P-1.2	10,0	15,0	7,5	1,0	205,84	32,45	-46,38	-19,69	
P-2.2	10,0	17,5	10,0	1,5	220,48	32,72	-46,96	-21,00	
P-3.2	10,0	20,0	12,5	2,0	194,00	26,31	-45,84	-24,70	

Çizelge 4.2. Plaka toplayıcı kullanılarak üretilen nano lif yüzeylerin lif çapı (D), standart sapma (St. Sp.) sonuçları ve morfolojik gözlemleri (devam)

No	Girdiler				Nano Lif Çapı Sonuçları [nm]				Morfoloji
	P1 [%]	P2 [kV]	P3 [cm]	P4 [ml/sa]	D	St. Sp.	S/N D	S/N St. Sp.	
P-4.2	12,5	15,0	10,0	2,0	295,79	32,81	-49,47	-23,20	
P-5.2	12,5	17,5	12,5	1,0	332,62	37,59	-50,49	-23,21	
P-6.2	12,5	20,0	7,5	1,5	322,64	63,43	-50,34	-24,29	
P-7.2	15,0	15,0	12,5	1,5	323,50	38,98	-50,26	-23,52	
P-8.2	15,0	17,5	7,5	2,0	346,67	78,61	-51,02	-23,61	
P-9.2	15,0	20,0	10,0	1,0	401,64	66,88	-52,20	-26,13	
P-1.3	10,0	15,0	7,5	1,0	210,53	46,12	-46,67	-24,85	
P-2.3	10,0	17,5	10,0	1,5	203,58	32,26	-46,28	-24,87	
P-3.3	10,0	20,0	12,5	2,0	211,43	58,50	-46,82	-25,00	
P-4.3	12,5	15,0	10,0	2,0	298,22	31,58	-49,54	-22,95	
P-5.3	12,5	17,5	12,5	1,0	296,85	31,22	-49,50	-23,97	

Çizelge 4.2. Plaka toplayıcı kullanılarak üretilen nano lif yüzeylerin lif çapı (D), standart sapma (St. Sp.) sonuçları ve morfolojik gözlemleri (devam)

Deney No	Girdiler				Nano Lif Çapı Sonuçları [nm]				Morfoloji
	P1 [%]	P2 [kV]	P3 [cm]	P4 [ml/sa]	D	St. Sp.	S/N D	S/N St. Sp.	
P-6.3	12,5	20,0	7,5	1,5	293,71	42,44	-49,45	-23,69	
P-7.3	15,0	15,0	12,5	1,5	277,20	23,96	-48,89	-23,39	
P-8.3	15,0	17,5	7,5	2,0	329,14	38,15	-50,41	-24,53	
P-9.3	15,0	20,0	10,0	1,0	328,41	39,66	-50,39	-24,38	

Silindir toplayıcı ile yapılan deneylerde bir parametre grubunda nano lif üretimi gerçekleşmemiştir (Çizelge 4.1). Konsantrasyon %10, voltaj 15 kV, düze-toplayıcı mesafesi 12,5 cm, akış hızı 2 mL/sa ve silindir toplayıcı dönme hızı 375 rpm olan S-10 numaralı deney dışındaki tüm deneylerde nano lif üretimi başarılı şekilde gözlenmiştir. S-10 parametre grubunda konsantrasyon ve voltaj minimum seviyedeysen mesafe maksimum seviyededir. Potansiyel farkı düze ucundaki çözelti damlacıklarına etki eden karşıt kuvvetlerden daha az olduğu için lif oluşumu gözlenmemiştir. Elektrotlar arasındaki potansiyel fark aradaki uzun mesafede, aralık boyunca bir sıvı jetini çekmek için yetersiz kalmış ve lif oluşumu gerçekleşmemiştir (Ray ve Lalman 2011).

Çizelge 4.3. Silindir toplayıcı kullanılarak üretilen nano lif yüzeylerin gözenek boyutu (PS) ve gözeneklilik (Po) sonuçları

Deney No	Girdiler					Çıktılar	
	P1 [%]	P2 [kV]	P3 [cm]	P4 [ml/sa]	P5 [rpm]	PS [nm ²]	Po [%]
S-1.1	10,0	15,0	7,5	1,0	250	417 081,41	57,74
S-2.1	10,0	17,5	10,0	1,5	375	199 147,37	53,57
S-3.1	10,0	20,0	12,5	2,0	500	168 637,76	53,29
S-4.1	12,5	15,0	7,5	1,5	375	838 435,10	55,71
S-5.1	12,5	17,5	10,0	2,0	500	624 964,51	54,16

Çizelge 4.3. Silindir toplayıcı kullanılarak üretilen nano lif yüzeylerin gözenek boyutu (PS) ve gözeneklilik (Po) sonuçları (devam)

Deney No	Girdiler					Çıktılar	
	P1 [%]	P2 [kV]	P3 [cm]	P4 [ml/sa]	P5 [rpm]	PS [nm ²]	Po [%]
S-6.1	12,5	20,0	12,5	1,0	250	605 896,63	51,82
S-7.1	15,0	15,0	10,0	1,0	500	735 059,80	53,22
S-8.1	15,0	17,5	12,5	1,5	250	752 545,23	52,23
S-9.1	15,0	20,0	7,5	2,0	375	1 044 212,61	56,56
S-10.1	10,0	15,0	12,5	2,0	375	-	-
S-11.1	10,0	17,5	7,5	1,0	500	216 364,84	54,30
S-12.1	10,0	20,0	10,0	1,5	250	212 504,52	53,23
S-13.1	12,5	15,0	10,0	2,0	250	447 312,43	49,13
S-14.1	12,5	17,5	12,5	1,0	375	881 455,10	61,07
S-15.1	12,5	20,0	7,5	1,5	500	809 697,31	56,59
S-16.1	15,0	15,0	12,5	1,5	500	648 050,04	52,51
S-17.1	15,0	17,5	7,5	2,0	250	698 035,73	51,32
S-18.1	15,0	20,0	10,0	1,0	375	979 545,56	53,89
S-1.2	10,0	15,0	7,5	1,0	250	130 674,92	43,90
S-2.2	10,0	17,5	10,0	1,5	375	247 503,25	59,70
S-3.2	10,0	20,0	12,5	2,0	500	283 534,25	57,88
S-4.2	12,5	15,0	7,5	1,5	375	785 957,87	56,64
S-5.2	12,5	17,5	10,0	2,0	500	897 166,11	59,68
S-6.2	12,5	20,0	12,5	1,0	250	848 675,09	55,81
S-7.2	15,0	15,0	10,0	1,0	500	826 059,66	54,33
S-8.2	15,0	17,5	12,5	1,5	250	599 637,19	49,22
S-9.2	15,0	20,0	7,5	2,0	375	1 209 288,91	56,63
S-10.2	10,0	15,0	12,5	2,0	375	-	-
S-11.2	10,0	17,5	7,5	1,0	500	263 180,88	53,27
S-12.2	10,0	20,0	10,0	1,5	250	225 962,08	57,05
S-13.2	12,5	15,0	10,0	2,0	250	735 382,13	58,28
S-14.2	12,5	17,5	12,5	1,0	375	705 461,84	53,09
S-15.2	12,5	20,0	7,5	1,5	500	655 344,96	50,81
S-16.2	15,0	15,0	12,5	1,5	500	809 850,72	56,22
S-17.2	15,0	17,5	7,5	2,0	250	1 096 756,25	57,70
S-18.2	15,0	20,0	10,0	1,0	375	815 046,39	48,55
S-1.3	10,0	15,0	7,5	1,0	250	473 220,52	59,52
S-2.3	10,0	17,5	10,0	1,5	375	364 827,89	58,70
S-3.3	10,0	20,0	12,5	2,0	500	279 405,55	53,09
S-4.3	12,5	15,0	7,5	1,5	375	582 431,48	51,17
S-5.3	12,5	17,5	10,0	2,0	500	714 704,99	52,27
S-6.3	12,5	20,0	12,5	1,0	250	1 035 882,41	56,11
S-7.3	15,0	15,0	10,0	1,0	500	769 373,48	50,19
S-8.3	15,0	17,5	12,5	1,5	250	892 527,97	56,16
S-9.3	15,0	20,0	7,5	2,0	375	928 394,06	52,56
S-10.3	10,0	15,0	12,5	2,0	375	-	-

Çizelge 4.3. Silindir toplayıcı kullanılarak üretilen nano lif yüzeylerin gözenek boyutu (PS) ve gözeneklilik (Po) sonuçları (devam)

Deney No	Girdiler					Çıktılar	
	P1 [%]	P2 [kV]	P3 [cm]	P4 [ml/sa]	P5 [rpm]	PS [nm ²]	Po [%]
S-11.3	10,0	17,5	7,5	1,0	500	365 018,51	57,03
S-12.3	10,0	20,0	10,0	1,5	250	283 556,82	56,96
S-13.3	12,5	15,0	10,0	2,0	250	791 176,90	56,40
S-14.3	12,5	17,5	12,5	1,0	375	736 421,45	48,99
S-15.3	12,5	20,0	7,5	1,5	500	1 063 896,24	53,18
S-16.3	15,0	15,0	12,5	1,5	500	683 690,47	49,54
S-17.3	15,0	17,5	7,5	2,0	250	690 133,66	49,73
S-18.3	15,0	20,0	10,0	1,0	375	900 052,97	48,77

Çizelge 4.4. Plaka toplayıcı kullanılarak üretilen nano lif yüzeylerin gözenek boyutu (PS) ve gözeneklilik (Po) sonuçları

Deney No	Girdiler				Çıktılar	
	P1 [%]	P2 [kV]	P3 [cm]	P4 [ml/sa]	PS [nm ²]	Po [%]
P-1.1	10,0	15,0	7,5	1,0	361 676,91	53,37
P-2.1	10,0	17,5	10,0	1,5	299 295,86	54,02
P-3.1	10,0	20,0	12,5	2,0	329 857,36	55,24
P-4.1	12,5	15,0	10,0	2,0	499 624,48	49,29
P-5.1	12,5	17,5	12,5	1,0	933 820,13	57,63
P-6.1	12,5	20,0	7,5	1,5	641 747,74	48,56
P-7.1	15,0	15,0	12,5	1,5	688 388,67	53,00
P-8.1	15,0	17,5	7,5	2,0	516 317,79	44,11
P-9.1	15,0	20,0	10,0	1,0	1 085 825,20	50,58
P-1.2	10,0	15,0	7,5	1,0	271 082,76	53,49
P-2.2	10,0	17,5	10,0	1,5	275 532,16	50,85
P-3.2	10,0	20,0	12,5	2,0	366 366,18	57,03
P-4.2	12,5	15,0	10,0	2,0	1 085 237,24	60,17
P-5.2	12,5	17,5	12,5	1,0	1 187 760,37	54,10
P-6.2	12,5	20,0	7,5	1,5	473 083,09	44,09
P-7.2	15,0	15,0	12,5	1,5	769 067,41	51,28
P-8.2	15,0	17,5	7,5	2,0	624 567,86	45,85
P-9.2	15,0	20,0	10,0	1,0	1 311 198,06	52,40
P-1.3	10,0	15,0	7,5	1,0	317 296,89	52,18
P-2.3	10,0	17,5	10,0	1,5	320 256,34	54,88
P-3.3	10,0	20,0	12,5	2,0	345 100,63	55,57
P-4.3	12,5	15,0	10,0	2,0	578 067,39	47,84
P-5.3	12,5	17,5	12,5	1,0	734 488,31	53,35
P-6.3	12,5	20,0	7,5	1,5	584 179,38	51,55
P-7.3	15,0	15,0	12,5	1,5	955 648,23	60,33
P-8.3	15,0	17,5	7,5	2,0	599 797,55	49,98
P-9.3	15,0	20,0	10,0	1,0	673 837,99	46,70

Üretilen numunelerden yapılan ölçümler sonucunda belirlenen ortalama gözenek boyutu ve gözeneklilik değerleri silindir toplayıcı için Çizelge 4.3 ve plaka toplayıcı için Çizelge 4.4'te verilmiştir. Yapılmış olan üçer adet tekrar deneyleri sonucunda elde edilen çıktılardan, parametre grubu temelinde ortalamaları silindir ve plaka toplayıcı için sırasıyla Çizelge 4.5 ve Çizelge 4.6'da verilmiştir.

Çizelge 4.5. Silindir toplayıcı için parametre gruplarına ait çıktı ortalamaları

Deney No	Girdiler					Çıktılar			
	P1 [%]	P2 [kV]	P3 [cm]	P4 [ml/sa]	P5 [rpm]	D [nm]	St. Sp. [nm]	PS [nm ²]	Po [%]
S-1	10,0	15,0	7,5	1,0	250	188,30	35,65	340 325,62	53,72
S-2	10,0	17,5	10,0	1,5	375	167,83	24,45	270 492,84	57,32
S-3	10,0	20,0	12,5	2,0	500	168,87	25,12	243 859,19	54,75
S-4	12,5	15,0	7,5	1,5	375	278,16	23,09	735 608,15	54,51
S-5	12,5	17,5	10,0	2,0	500	264,44	22,59	745 611,87	55,37
S-6	12,5	20,0	12,5	1,0	250	277,58	26,14	830 151,37	54,58
S-7	15,0	15,0	10,0	1,0	500	300,06	30,84	776 830,98	52,58
S-8	15,0	17,5	12,5	1,5	250	279,34	19,24	748 236,80	52,53
S-9	15,0	20,0	7,5	2,0	375	310,60	28,96	1 060 631,86	55,25
S-10	10,0	15,0	12,5	2,0	375	-	-	-	-
S-11	10,0	17,5	7,5	1,0	500	165,18	29,09	281 521,41	54,86
S-12	10,0	20,0	10,0	1,5	250	165,90	24,31	240 674,47	55,75
S-13	12,5	15,0	10,0	2,0	250	254,96	19,32	657 957,15	54,60
S-14	12,5	17,5	12,5	1,0	375	273,53	23,40	774 446,13	54,38
S-15	12,5	20,0	7,5	1,5	500	272,15	38,93	842 979,50	53,53
S-16	15,0	15,0	12,5	1,5	500	279,59	23,48	713 863,74	52,75
S-17	15,0	17,5	7,5	2,0	250	299,15	29,88	828 308,55	52,92
S-18	15,0	20,0	10,0	1,0	375	342,54	40,28	898 214,97	50,40

Çizelge 4.6. Plaka toplayıcı için parametre gruplarına ait çıktı ortalamaları

Deney No	Girdiler				Çıktılar			
	P1 [%]	P2 [kV]	P3 [cm]	P4 [ml/sa]	D [nm]	St. Sp. [nm]	PS [nm ²]	Po [%]
P-1	10,0	15,0	7,5	1,0	208,946	43,204	316 685,52	53,013
P-2	10,0	17,5	10,0	1,5	207,671	28,269	298 361,46	53,251
P-3	10,0	20,0	12,5	2,0	199,898	35,769	347 108,06	55,946
P-4	12,5	15,0	10,0	2,0	288,973	30,170	720 976,37	52,431
P-5	12,5	17,5	12,5	1,0	320,124	34,210	952 022,94	55,026
P-6	12,5	20,0	7,5	1,5	320,638	69,088	566 336,74	48,066
P-7	15,0	15,0	12,5	1,5	296,836	29,138	804 368,11	54,872
P-8	15,0	17,5	7,5	2,0	340,969	51,857	580 227,73	46,646
P-9	15,0	20,0	10,0	1,0	373,614	50,812	1 023 620,42	49,894

4.2. Parametre Etkilerinin Değerlendirilmesi

Çalışmanın temel amaçlarından olan elektrosinning cihazının işlem parametrelerinin optimizasyonu ve aradaki ilişkilerin araştırılması amacıyla öncelikle her bir parametre seviyesi bazında ortalama çıktı değerleri, Çizelge 4.5 ve Çizelge 4.6’da verilen parametre gruplarına ait çıktı ortalamaları kullanılarak hesaplanmıştır. Elde edilen değerler silindir toplayıcı için Çizelge 4.7, plaka toplayıcı için Çizelge 4.8’de verilmiştir.

Çizelge 4.7. Silindir toplayıcı için parametre seviyeleri bazında ortalama çıktı değerleri

Girdiler		Çıktılar					
Parametre - Seviye	Değer	D [nm]	S/N D	St. Sp. [nm]	S/N St. Sp.	PS [nm ²]	Po [%]
P1 – S1 [%]	10,0	171,21	-44,74	27,72	-23,61	275 374,70	55,28
P1 – S2 [%]	12,5	270,14	-48,66	25,58	-20,32	764 459,03	54,49
P1 – S3 [%]	15,0	301,88	-49,61	28,78	-20,55	837 681,15	52,74
P2 – S1 [kV]	15,0	260,22	-48,25	26,47	-21,40	644 917,13	53,63
P2 – S2 [kV]	17,5	241,58	-47,46	24,77	-21,40	608 102,93	54,56
P2 – S3 [kV]	20,0	256,28	-47,90	30,62	-21,31	686 085,23	54,04
P3 – S1 [cm]	7,5	252,26	-47,87	30,93	-21,49	681 562,51	54,13
P3 – S2 [cm]	10,0	249,29	-47,67	26,96	-21,36	598 297,05	54,34
P3 – S3 [cm]	12,5	255,78	-48,03	23,47	-21,23	662 111,45	53,80
P4 – S1 [ml/sa]	1,0	257,87	-48,01	30,90	-21,38	650 248,41	53,42
P4 – S2 [ml/sa]	1,5	240,49	-47,44	25,58	-21,81	591 975,92	54,40
P4 – S3 [ml/sa]	2,0	259,60	-48,14	25,17	-20,81	707 273,72	54,58
P5 – S1 [rpm]	250	244,20	-47,61	25,75	-21,35	607 608,99	54,02
P5 – S2 [rpm]	375	274,53	-48,57	28,04	-21,05	747 878,79	54,37
P5 – S3 [rpm]	500	241,72	-47,47	28,34	-21,66	600 777,78	53,97

Çizelgelerde görülen S/N oranı hesaplamalarında nano lif çapı ve standart sapması için en düşük (minimum) olmasının en iyi olduğu durum temel alınmıştır. Hesaplanan ortalamalardan hareket edilerek toplayıcı bazında çap, çap S/N oranı ve çap standart sapma verilerine göre aralık analizi değerlendirmeleri yapılmıştır. Sonuçlar silindir toplayıcı için Çizelge 4.9, plaka toplayıcı için Çizelge 4.10’da görülmektedir.

Çizelge 4.8. Plaka toplayıcı için parametre seviyeleri bazında ortalama çıktı değerleri

Girdiler		Çıktılar					
Parametre - Seviye	Değer	D [nm]	S/N D	St. Sp. [nm]	S/N St. Sp.	PS [nm ²]	Po [%]
P1 – S1 [%]	10,0	205,51	-46,39	35,75	-22,46	320 718,34	54,07
P1 – S2 [%]	12,5	309,91	-49,90	44,49	-23,42	746 445,35	51,84
P1 – S3 [%]	15,0	337,14	-50,58	43,94	-23,46	802 738,75	50,47
P2 – S1 [kV]	15,0	264,92	-48,44	34,17	-22,51	614 010,00	53,44
P2 – S2 [kV]	17,5	289,59	-49,11	38,11	-23,02	610 204,04	51,64
P2 – S3 [kV]	20,0	298,05	-49,32	51,89	-23,81	645 688,40	51,30
P3 – S1 [cm]	7,5	290,18	-49,22	54,72	-22,91	487 750,00	49,24
P3 – S2 [cm]	10,0	290,09	-49,06	36,42	-23,07	680 986,08	51,86
P3 – S3 [cm]	12,5	272,29	-48,59	33,04	-23,36	701 166,37	55,28
P4 – S1 [ml/sa]	1,0	300,89	-49,41	42,74	-22,84	764 109,62	52,64
P4 – S2 [ml/sa]	1,5	275,05	-48,73	42,17	-23,14	556 355,43	52,06
P4 – S3 [ml/sa]	2,0	276,61	-48,73	39,27	-23,36	549 437,39	51,67

Çizelge 4.9. Silindir toplayıcı için nano lif çapına göre aralık analizi sonuçları

Seviye	P1 [%]	P2 [kV]	P3 [cm]	P4 [ml/sa]	P5 [rpm]
	Ortalama Nano Lif Çapı [nm]				
S1	171,21	260,22	252,26	257,87	244,20
S2	270,14	241,58	249,29	240,49	274,53
S3	301,88	256,28	255,78	259,60	241,72
Aralık	130,67	18,64	6,50	19,11	32,82
Derecelendirme	1	4	5	3	2
Seviye	Ortalama Çap S/N Oranları				
	S1	-44,74	-48,25	-47,87	-48,01
S2	-48,66	-47,46	-47,67	-47,44	-48,57
S3	-49,61	-47,90	-48,03	-48,14	-47,47
Aralık	4,87	0,79	0,36	0,70	1,10
Derecelendirme	1	3	5	4	2
Seviye	Ortalama Çap Standart Sapma [nm]				
	S1	27,72	26,47	30,93	30,90
S2	25,58	24,77	26,96	25,58	28,04
S3	28,78	30,62	23,47	25,17	28,34
Aralık	3,20	5,85	7,46	5,73	2,59
Derecelendirme	4	2	1	3	5

Çizelge 4.9 ve Çizelge 4.10’da görülen etki derecelendirmeleri sonucunda her iki toplayıcı içinde *çözelti konsantrasyonunun en etkili parametre* olduğu görülmektedir. Artan polimer konsantrasyonu, yüklü jetin artan bir elektrostatik germe kuvvetine karşı koymasını ve daha büyük nano lif çapına yol açmasını sağlayan daha yüksek visko-

elastik kuvvetlerle sonuçlanmaktadır (Yördem ve ark. 2008). Bu sonuç çok sayıda araştırmacı tarafından literatürde de teyit edilmiştir (Gu ve ark. 2005, Cui ve ark. 2007, Nottelet ve ark. 2008, Tehrani ve ark. 2010, Roso ve ark. 2011, Sarlak ve ark. 2012, Hakkak ve Rafizadeh 2013, Ali ve ark. 2014, Albetran ve ark. 2015, Gönen ve ark. 2016).

Çizelge 4.10. Plaka toplayıcı için nano lif çapına göre aralık analizi sonuçları

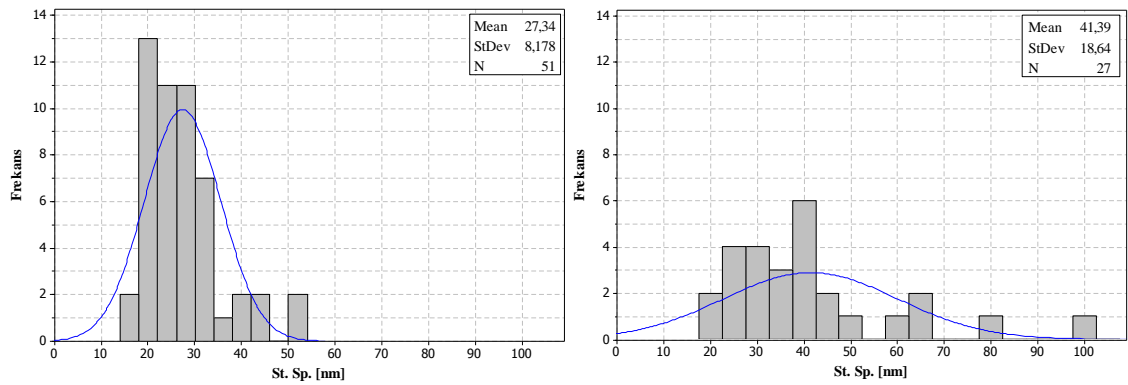
	P1 [%]	P2 [kV]	P3 [cm]	P4 [ml/sa]
Seviye	Ortalama Nano Lif Çapı [nm]			
S1	205,51	264,92	290,18	300,89
S2	309,91	289,59	290,09	275,05
S3	337,14	298,05	272,29	276,61
Aralık	131,63	33,13	17,90	25,85
Derecelendirme	1	2	4	3
Seviye	Ortalama S/N Oranları			
S1	-46,39	-48,44	-49,22	-49,41
S2	-49,90	-49,11	-49,06	-48,73
S3	-50,58	-49,32	-48,59	-48,73
Aralık	4,19	0,88	0,63	0,68
Derecelendirme	1	2	4	3
Seviye	Ortalama Çap Standart Sapma [nm]			
S1	35,75	34,17	54,72	42,74
S2	44,49	38,11	36,42	42,17
S3	43,94	51,89	33,04	39,27
Aralık	8,74	17,72	21,68	3,48
Derecelendirme	3	2	1	4

Polimer konsantrasyonu molekül zinciri dolaşıklıklarını ve çözelti viskozitesini etkilemektedir. Bu nedenle, daha yüksek polimer konsantrasyonu, molekül zincirinde daha fazla dolaşıklığa ve daha az hareketliliğe yol açmaktadır. Bu etki de elektrospinning işlemi sırasında liflerin daha az uzamasına ve daha yüksek çaplara sahip liflerin üretilmesine sebep olmaktadır (Abuzade ve ark. 2012).

Döner jet yöntemine sahip elektrospinning süreci üzerinde cevap yüzeyi metodolojisiyle araştırma yapan Khamforoush ve Agha-Moalpour (2016) bağımlı değişkenler üzerinde çözelti konsantrasyonunun farklı etkilerine dikkat çekmişlerdir. Toplayıcı çapını 20-50 cm aralığında tanımlayan araştırmacılar orta boyutlardaki toplayıcı çapları için konsantrasyonun etkilerini önemsiz olarak değerlendirmişlerdir. Konsantrasyon etkisine

yönelik diğer bir farklı bulgu da Thirugnanasambandham ve Sivakumar (2016) tarafından yapılan kitosan ve polietilen oksit çözeltisinden elektrospinning yoluyla üretilen liflerin çaplarına yönelik araştırmada elde edilmiştir. Araştırmacılar, çözelti konsantrasyonu %50'nin üzerindeki değerlerde olduğunda, lif çapına etkisinin ihmal edilebileceğini belirlemişlerdir. Yördem ve ark. (2008) yaptıkları lif çapı regresyon analizinde moleküler ağırlığı etkili, konsantrasyonu ise etkisiz olarak tespit etmişlerdir.

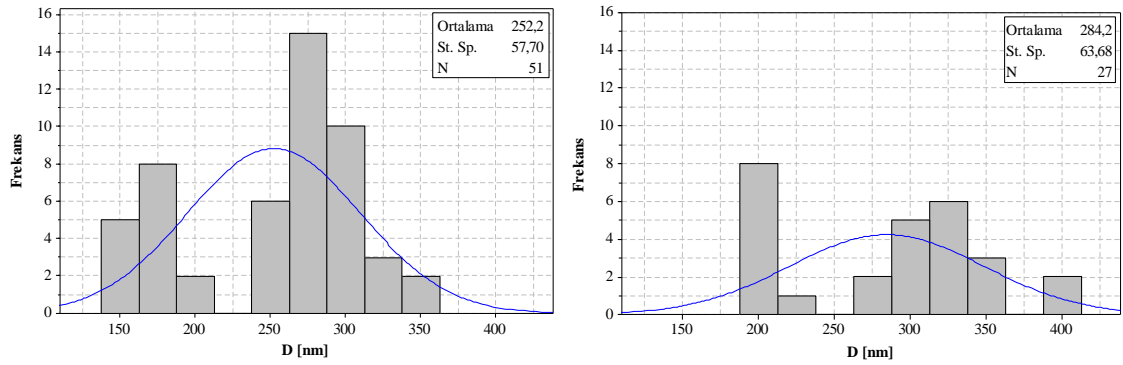
Silindir toplayıcı için konsantrasyonun lif çapı standart sapması üzerine etkisine bakıldığında aralık analizi sonuçlarına göre (Çizelge 4.9) dördüncü etkili parametre olarak derecelendirilmiştir, dolayısıyla düşük etkilidir. Silindirin dönme ve liflere ek olarak uyguladığı çekme etkisinin, plaka toplayıcıya oranla standart sapma değerlerinde önemli ölçüde azalmaya yol açtığı gözlenmiştir. Silindir toplayıcıda standart sapma ortalaması 27,34 nm iken plaka toplayıcıda bu değer 41,39 nm'dir (Şekil 4.1). Dolayısıyla sabit toplayıcılar kullanıldığında konsantrasyonun lif çapı değişimine etkisi, hareketli toplayıcılara oranla daha yüksektir. Bu da plaka için yapılan aralık analizi sonuçlarında (Çizelge 4.10) lif çapı standart sapması üzerinde konsantrasyonun en etkili üçüncü parametre olarak belirlenmesini açıklamaktadır. Ancak bazı araştırmalarda konsantrasyonun çap standart sapması üzerinde önemli etkileri olduğu tespit edilmiştir (Gu ve ark. 2005, Gu ve Ren 2005, Yördem ve ark. 2008, Hakkak ve Rafizadeh 2013).



Şekil 4.1. Silindir (sol) ve plaka (sağ) toplayıcılar için nano lif çapı standart sapma histogramları

Aralık analizinde silindir toplayıcı için nano lif çapına etki eden *en etkili ikinci parametre dönme hızı* olarak belirlenmiştir (Çizelge 4.9). Silindirin dönme hareketinin nano lif çapına olan etkisini değerlendirmek için her iki toplayıcıya ait lif çapı

histogramları oluşturulmuştur (Şekil 4.2). Silindir toplayıcıda ortalama nano lif çapı 252,25 nm iken plaka toplayıcıda bu değer 284,19 nm'dir. Tüm diğer parametre değerlerinin aynı olduğu dikkate alındığında aradaki fark sadece silindirin dönme hareketiyle ilişkilendirilebilmektedir. Silindirin dönme hareketi esnasında liflerin çekilerek tambur etrafına sarılması gözlemi, ortalama lif çapının daha düşük olması bulgusunu sezgisel olarak da desteklemektedir. Dolayısıyla silindir toplayıcı için lif çapına etki eden en önemli ikinci parametrenin dönme hızı olarak belirlenmesine yönelik bulgu, toplayıcı bazlı lif çapı dağılımları ve ortalamalarıyla da doğrulanmaktadır. Çizelge 4.9'da görüldüğü gibi lif çapı standart sapması üzerinde silindirin farklı dönme hızlarının etkisi oldukça düşük olarak belirlenmiş ve silindir hızı beşinci etkili parametre olarak değerlendirilmiştir. Bu noktada oluşan liflerin çap dağılımı üzerinde, hareketli toplayıcının dönme hızından çok dönme hareketinin etkili olduğundan söz edilebilir (Şekil 4.1).



Şekil 4.2. Silindir (sol) ve plaka (sağ) toplayıcılar için nano lif çapı histogramları

Ahmadipourroudosht ve ark. (2015) PVA nano lifleriyle yaptıkları çalışmada ele aldıkları girdi parametrelerinin nicel ilişkilerinin tanımlanmasında cevap yüzeyi metodolojisi kullanmışlardır. Silindir toplayıcı dönme hızının da girdi olarak ele alındığı çalışmada çapa yönelik yüzey modelinin varyans analizi (ANOVA) sonucunda bu parametrenin süreç üzerindeki etkisi önemsiz olarak belirlenmiş ve süreç modeline dâhil edilmemiştir. Bu aşama sonrasında da orta seviyeye sabitlenerek kullanıldığından etkisi üzerinde herhangi bir yorum yapılmamıştır. Mevcut çalışmada belirlenen, silindir toplayıcı dönme hızının lif çapı üzerinde ikinci en etkili parametre olduğuna dair bulguyla çelişkili bir sonuçtur.

Diğer bir araştırmada Song ve ark. (2015) polietilen oksit ile elektrospinning işleminde toplayıcı dönme hızını girdi parametrelerinden biri olarak incelemiş ve yaptıkları aralık analiziyle lif çapına etkisini değerlendirmişlerdir. Elde ettikleri sonuca göre süreç üzerindeki en etkili parametre akış hızı, ikinci etkili parametre ise düze-toplayıcı arası mesafedir. Silindirin dönme hızı nano lif çapı üzerinde zayıf bir etkiye sahiptir. Buradaki bulgu da mevcut çalışmada elde edilen bulgu ile çelişkili görünmektedir. Ancak düşük, orta ve yüksek silindir hızlarının nano lif çapı üzerindeki etkisi tamamen aynıdır. En yüksek dönme hızı en düşük nano lif çapıyla sonuçlanmıştır. Ayrıca silindir dönme hızı için tespit edilen aralık (32,82 nm) çözelti konsantrasyonu için tespit edilen aralık (130,67 nm) ile karşılaştırıldığında (Çizelge 4.9) yaklaşık 4 kat etki farkı görülmektedir. Dolayısıyla dönme hızının en etkili parametreye göre lif çapı üzerinde daha zayıf bir etkiye sahip olduğu yorumu yapılabilir.

Her iki toplayıcı için de yapılmış olan aralık analizinde, seviye bazlı ortalama nano lif çapı değerlerinin yanında S/N oranları da hesaplanarak derecelendirme yapılmıştır. Çizelge 4.9'da silindir toplayıcı için aralık analizinde voltaj ve akış hızı parametrelerinin etki sıralaması ortalama nano lif çapı ve ortalama S/N oranları bazında farklı şekilde tespit edilmiştir. Aralık değerlerine dikkat edilirse akış hızı (19,11 nm) ile voltaj (18,64 nm) ortalama çap aralıkları oldukça yakın değerlerdedir. S/N oranları açısından da akış hızı (0,70) ile voltaj (0,79) yakın etki aralıklarına sahiptir. S/N oranı çıktı özelliklerinin ortalamasının yanında değişimini de yansıtmakta olduğundan daha hassas bir derecelendirme sağlamaktadır. Dolayısıyla etki derecelendirmesinde silindir toplayıcıda nano lif çapına etkiyen *üçüncü en etkin parametre voltaj ve dördüncü en etkin parametre akış hızı* olarak kabul edilecektir. Çapların ölçümü esnasındaki olası ölçme hatalarının bu farka yol açtığı ve etki aralıkları çok yakın olan iki parametrenin nano lif çapı bazlı derecelendirmesinde fark oluşturduğu yorumu yapılabilir.

Plaka toplayıcı aralık analizinde hem ortalama nano lif çapı hem de S/N oranları aynı derecelendirmeye sonuçlanmıştır. Burada da *voltaj ikinci en etkili parametre iken akış hızı üçüncü etkili parametre* olarak tespit edilmiştir.

Voltajın lif çapına etkisi elektrostatik alan kuvvetinin değişimiyle açıklanmaktadır. Elektrospinning sürecinin karmaşık zorluklarından biri olan alan kuvvetinde voltajın yükseltilmesiyle oluşan artış, daha küçük çaplı liflerin üretilmesine imkân vermektedir. Ancak belirli bir seviyenin üzerine çıktığında şırıngadan çekilen çözelti miktarındaki artışın, ortalama lif çapında da bir yükselmeye sebep olduğu gözlenebilmektedir. Bu karşıt etkileşimden dolayı literatürde voltajın etkisiyle ilgili çelişkili değerlendirmeler mevcuttur. Poliakrilonitril/dimetil formamid çözeltisinden plaka toplayıcı kullanarak ürettikleri nano liflerin çapına süreç parametrelerinin etkisini inceleyen Gu ve ark. (2005) uygulanan voltajın ortalama lif çapı üzerinde önemli bir etkisi olmadığını belirlemişlerdir. Aynı çözeltiyle araştırma yapan ve silindir toplayıcı kullanan Nasouri ve ark. (2012) ise çözelti konsantrasyonu ve voltajın ortalama nano lif çapını etkileyen en önemli ana parametreler olduğunu cevap yüzeyi analiziyle doğrulamışlardır. Gu ve Ren (2005) poli(D,L-laktit) çözeltisiyle plaka toplayıcı kullanarak yaptıkları çalışmada artan voltajın lif çapının azalmasını sağladığını, bu etkinin düşük çözelti konsantrasyonu değerlerinde daha düşük, yüksek konsantrasyon değerlerinde ise daha yüksek bir etki olduğunu tespit etmişlerdir. Aynı çözelti ile çalışan ve dikdörtgen şeklinde bir plaka toplayıcı kullanan Cui ve ark. (2007) ise voltajın lif çapına etkisinin oldukça düşük olduğunu gözlemlemişlerdir. Voltajdaki artışın, liflerin net yükünde ve elektrik iyonlarının zıt elektrota hareket hızında artışa yol açtığını, bunun da üretilen liflerin çapını ve şeklini önemli ölçüde etkilemediğini belirtmişlerdir. Hakkak ve Rafizadeh (2013) de voltajın değiştirilmesiyle nano lif çapında önemli bir değişiklik oluşmadığını tespit etmişlerdir. Dolayısıyla voltajın elektrospinning sürecinde nano lif çapına etkisine ilişkin genelleştirilebilir bir bulgudan söz edilmesi mümkün değildir.

Voltajın lif çapı standart sapmasına etkisi her iki toplayıcıda da ikinci olarak derecelendirilmiştir (Çizelge 4.9 ve 4.10). Yukarıda açıklandığı gibi artan voltaj elektrostatik alan kuvvetini arttırarak daha ince liflere ve düzeden çekilen çözelti miktarını arttırarak daha kalın liflere sebebiyet vermektedir. Bu da çap değişkenliğine ve dolayısıyla standart sapmaya etki etmektedir. Yördem ve ark. (2008) lif çapı standart sapmasının, düşük seviyelerde olduklarında konsantrasyon ve voltajdan etkilendiğini, yüksek konsantrasyon değerlerinde ise voltajın standart sapma üzerindeki etkisinin azaldığını belirtmişlerdir. Agarwal ve ark. (2012) lif çapı standart sapmasının farklı

elektrik alanlarda önemli deęişikliklere sahip olduğunu, uygulanan voltajın artmasıyla standart sapmanın kademeli olarak azaldığını tespit etmişlerdir. Hakkak ve Rafızadeh (2013) voltajın standart sapma üzerinde önemli bir etkisi olmadığını belirlemişlerdir.

Nano lif çapı üzerine voltajın etkisi konusunda literatürde yer alan bulgularda gözlenen çelişkiler akış hızına yönelik bulgularda da görülmektedir. Chen ve ark. (2009) toplayıcı olarak Alüminyum folyo kullanmış ve poli(metil metakrilat) nano liflerinde polimer konsantrasyonu, sıcaklık ve akış hızının ortalama lif çapını etkileyen en önemli parametreler olduğunu, akış hızının ilk iki parametreye göre daha düşük etkili bir parametre olduğunu belirlemişlerdir. Aynı polimerle ve plaka toplayıcı ile çalışan Khanlou ve ark. (2015b) araştırmalarında ortalama lif çapı üzerinde konsantrasyon ve akış hızının önemli etkileri olduğunu gözlemlemişler ve bu iki parametreyi en etkili parametre olarak sunmuşlardır. Khanlou ve ark. (2015a) Taguchi deney tasarımı ile yaptıkları dięer bir araştırmada ise poli(metil metakrilat) nano liflerinin çapı üzerinde konsantrasyon haricinde hiçbir parametrenin tek başına sonuçları etkileme üstünlüğü olmadığını belirlemişlerdir. Dolayısıyla akış hızı da ancak dięer parametrelerle birlikte ele alındığında bir etkiye sahiptir.

Senthil ve Anandhan (2015a) poly(styrene-co-acrylonitrile) polimerini n-bütanol çözücüsüyle çözelti haline getirerek elektrospinning işlemine tabi tutmuş ve Taguchi deneysel tasarımı yoluyla lif çapına etki eden parametreleri araştırmışlardır. Bu çalışma sonucunda akış hızının lif çapı ve morfolojisi üzerinde önemli bir etkisi olmadığını belirtmişlerdir. Dięer bir çalışmada ise Senthil ve Anandhan (2015b) aynı polimeri dimetil formamid ile çözerek elektrospinning işlemine tabi tutmuş ve çoklu regresyon analizi yoluyla lif çapına etkileyen parametreleri araştırmışlardır. Bu çalışmada ise bir önceki çalışmalarının aksine akış hızının, konsantrasyonla birlikte en etkili parametreler olduğunu tespit etmişlerdir. İstatistiksel yaklaşım ve çözücü sistem dışında iki çalışma arasında, araştırmacılar da dâhil olmak üzere kullanılan malzeme ve donanım açısından önemli bir fark yoktur. Ancak akış hızının lif çapına etkisi tamamen zıt olarak belirlenmiştir.

Elektriksel alanın nano lif oluşumunu sağlayan dağıtarak çekme davranışı, alanın etkisi altına giren çözelti damlası miktarı doğrultusunda değişkenlik gösterebilir. Akış hızının yüksek değerde olması durumunda, birim zamanda düze ucunda oluşan ve elektrostatik alana jet şeklinde ilerleyen damla sayısı fazla olacağından, çözeltinin elektrik alan tarafından yeterince çekilerek uzatılmadan toplayıcıya doğru yol alması bir olasılık olarak düşünülebilir. Doygunluk yaratacak şekilde yoğun miktarda çözeltinin etki alanına girişi, çekme verimine negatif etki edebilir. Böyle bir durumda ortalama lif çapının yükselmesi makul bir gözlemdir. Doygunluk oluşmadan önceki süreçte, elektrostatik alanda verimli şekilde çekme kapasitesi mevcut durumdayken artan akış hızının, elektrik alan tarafından çekme ve uzatma davranışına olumlu bir etkisi olması da beklenebilir. Bu durumda lif çapının, artan akış hızıyla azalması olasıdır. Ancak bu yorum, düze-toplayıcı mesafesi, voltaj ve konsantrasyon değişkenlerinin sabit tutulması durumunda geçerli kabul edilebilir. Dolayısıyla Khanlou ve ark. (2015a) akış hızının ancak diğer parametrelerle birlikte çap üzerinde bir etkisi olduğu yönündeki bulgusuyla da örtüşmektedir.

Standart sapma açısından bakıldığında silindir toplayıcıda akış hızı seviyelerinden hesaplanan aralık değeri, voltaj aralık değerine oldukça yakın şekilde üçüncü en etkin parametre, plaka toplayıcıda ise diğer parametrelere göre oldukça düşük bir aralık değeriyle dördüncü, yani en az etkili parametre olarak derecelendirilmiştir (Çizelge 4.9 ve 4.10). Aralık değerleri üzerinden etki seviyeleri kıyaslandığında silindir toplayıcı için standart sapma üzerinde akış hızının oluşturduğu aralık (5,73 nm), en etkili parametre olan düze-toplayıcı mesafesi aralığıyla (7,46 nm) kıyaslandığında %76,8 oranındadır. Aynı kıyaslama plaka toplayıcı için %16,1'dir (3,48/21,68). Burada tüm diğer parametreler aynı olduğundan bu bulgu hareketli ve sabit toplayıcı türlerinin etkisine işaret etmektedir. Her iki toplayıcıda da akış hızının artışıyla ortalama standart sapma değerinde bir düşüş olduğu, seviyeler arası farkın silindirde S2'den (1,5 ml/sa) S3'e (2 ml/sa) geçerken azaldığı görülmektedir. Buradaki etkinin yorumlanması için diğer parametrelerle etkileşimin de dikkate alınması gereklidir. Agarwal ve ark. (2012) regresyon analizi sonucunda akış hızının, lif çapı dağılımı üzerindeki etkisine ait önem derecesinin, çözelti konsantrasyonundaki azalmayla birlikte azaldığını tespit etmişlerdir. Ray ve Lalman (2011) akış hızının, çözelti damlasının düze ucunda sürekli lif

oluşmasına imkân sağlayacak kadar kalamamasına sebep olabileceğini ve bu durumda lif oluşumunun kısa süreli gözlemlendiğini belirtmişlerdir. Bu bulgu, belirli bir seviyenin üzerindeki yüksek akış hızlarında daha az lif oluşumu olgusunu ortaya koyduğu gibi lif çapı standart sapmasındaki azalmayı da dolaylı olarak desteklemektedir. Araştırmacılar düşük seviyelerdeki akış hızının daha az kütle transferi ve çözeltinin yüzey gerilimi kararsızlığından dolayı değişken çaplarda lif oluşumuna sebep olduğunu belirtmişlerdir (Ray ve Lalman 2011). Bu tespit, mevcut çalışmada elde edilen, akış hızının artmasıyla lif çapı standart sapmasının azaldığı bulgusuyla örtüşmektedir.

Çalışmada ele alınan son parametre olan düze-toplayıcı mesafesi, aralık analizi sonuçlarına göre her iki toplayıcı türünde de en düşük etkili parametre olarak tespit edilmiştir (Çizelge 4.9 ve Çizelge 4.10). Literatürde PVA çözeltisi ile yapılan çalışmalarda, toplayıcı mesafesinin oluşan lif çapına genel olarak düşük etkili ya da etkisiz bir parametre olduğu belirtilmektedir. Toplayıcı mesafesindeki değişimin PVA çözeltisinden elektrospinning yoluyla üretilen liflerin morfolojisi üzerinde etkileri olduğunu belirten Coles ve ark. (2010), buna karşılık lif çapları üzerinde ise önemli bir etkisi olmadığı sonucuna varmışlardır. Ahmadipourroudposht ve ark. (2015) PVA çözeltisiyle elde edilen lifleri manyetik nano partiküller için barındırıcı olarak kullanmış ve manyetik lifler elde etmişlerdir. Bu çalışmada süreç parametrelerinin lif çapına etkisi üzerinde çalışan araştırmacılar varyans analizi (ANOVA) sonucunda toplayıcı mesafesi etkisini önemsiz olarak tespit etmişlerdir. Saligheh ve ark. (2015) PVA/Zirkonyum asetat liflerine elektrospinning sürecinin etkilerini Taguchi deneysel tasarım yöntemiyle irdelemişler ve PVA konsantrasyonuna göre daha düşük etkili olmakla birlikte toplayıcı mesafesinin lif çapı üzerindeki etkili olduğu sonucuna varmışlardır. Doustgani (2016), süreç parametrelerinin PVA nano liflerinin çapı ve çekme dayanımı üzerine olan etkilerini merkezi kompozit deney tasarımı ve cevap yüzeyi metodolojisiyle incelemiş ve toplama mesafesinin çap üzerinde iki farklı etkisinden söz etmiştir. Daha uzun mesafe, hem elektrik alanına girmiş olan çözelti jetinin daha fazla gerilmesi için hem de çözelti içeriğindeki çözücünün buharlaşması için daha fazla zaman sağlamaktadır, böylece daha düşük çaptaki liflerin oluşumunu desteklemektedir. Diğer yandan mesafesinin arttırılması, elektrik alan kuvvetinin ($E = V / d$) azalmasına ve dolayısıyla daha az ivmelenmeye neden olacağından daha büyük çaplara sahip liflerin üretilmesine

yol açabilmektedir. Doustgani (2016) bu iki reaksiyon arasındaki dengenin üretilen liflerin çapı üzerinde etkili olduğunu, sonuç olarak artan toplayıcı mesafesinin lif çapını arttırabileceğini, azaltabileceğini veya değiştirmeyebileceğini belirtmiştir. Araştırmacı yaptığı çalışmadaki deneyler sonucunda, artan mesafenin lif çapını azaltacak yönde etki ettiğini tespit etmiştir.

Aralık analizi sonucunda toplayıcı türünden bağımsız olmak üzere lif çapı üzerinde en düşük etkili parametre olarak derecelendirilmiş olan düze-toplayıcı mesafesi, her iki toplayıcı için de lif çapı standart sapması üzerinde en etkili parametre olarak belirlenmiştir. Doustgani (2016) toplayıcı mesafesinin lif çapı üzerindeki iki farklı etkisine dikkat çekmiş ve bu reaksiyonların dengelenmesinin üretilen liflerin çapı üzerinde etkili olduğunu belirtmiştir. Standart sapmanın büyük olması süreçte dengesizliklerin varlığına, bu dengesizliklerin çıktı üzerindeki hâkimiyetine, dolayısıyla süreç kontrolünün yetersizliğine işaret etmektedir. Aralık analizinde her iki toplayıcı için de artan toplayıcı mesafesinin standart sapmada azalma yönünde bir etki yaptığı görülmektedir (Çizelge 4.9 ve 4.10). Bu bulgu lifler daha uzun uçuş mesafesinde daha fazla çekme kuvvetlerine maruz kaldığı ve çözücünün buharlaşması için daha uzun süreye sahip olduğundan sürecin daha homojen lif dağılımıyla sonuçlandığı şeklinde yorumlanabilir. Yördem ve ark. (2008) toplayıcı mesafesi arttıkça nano boyutta lif oluşum aralığının da arttığını belirtmişlerdir. Ali ve ark. (2014) voltaj ve mesafeyi tek bir parametre halinde yük yoğunluğu (kV/cm) olarak ele almış ve bu parametrenin hem lif çapı hem de standart sapma üzerinde önemli etkileri olduğunu tespit etmişlerdir.

Deneyler ve hesaplamalar sonucunda elde edilen ortalama lif çapları, S/N oranları ve standart sapma değerleri üzerinden yapılan aralık analizi sonucunda silindir toplayıcı için (Çizelge 4.9) parametrelerin lif çapına ve lif çapı standart sapmasına etki derecelendirmeleri

Lif çapı : P1 [%] > P5 [rpm] > P2 [kV] > P4 [ml/sa] > P3 [cm]

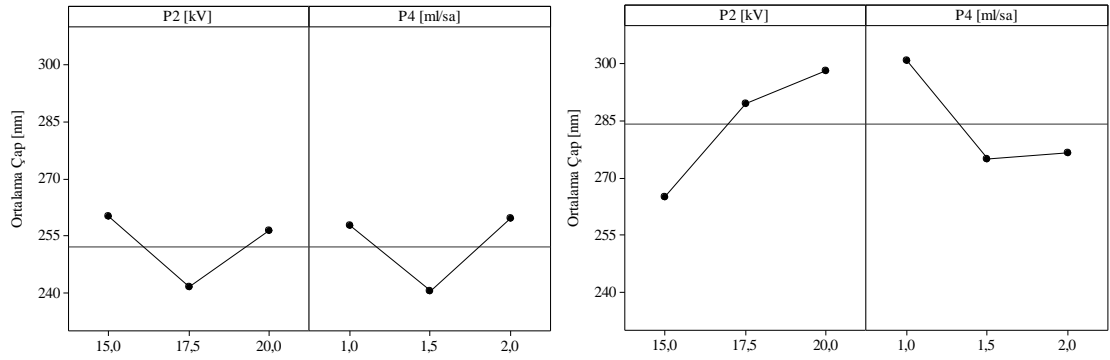
Lif çapı standart sapması : P3 [cm] > P2 [kV] > P4 [ml/sa] > P1 [%] > P5 [rpm]

şeklinde tespit edilmiştir. Plaka toplayıcı için (Çizelge 4.10) ise

Lif çapı : P1 [%] > P2 [kV] > P4 [ml/sa] > P3 [cm]

Lif çapı standart sapması : P3 [cm] > P2 [kV] > P1 [%] > P4 [ml/sa]

etki derecelendirmeleri belirlenmiştir. Dikkat edilirse her iki toplayıcı türünde de silindir dönme hızı parametresi çıkarıldığında parametrelerin nano lif çapına olan etki derecelendirmesi aynıdır. Bu bulgu, parametrelerin etki büyüklükleri hakkında herhangi bir çıkarım sağlamamaktadır. Silindir toplayıcı için Çizelge 4.9'da verilen ortalama S/N oranı aralıklarına dikkat edilirse voltaj (0,79) ve akış hızı (0,70) parametrelerinin etki derecelerinin de birbirine yakın olduğu yorumu yapılabilir. Ancak aynı etki sıralamasına sahip plaka toplayıcı için bu gözlem aynı etki derecesi yakınlığıyla teyit edilmemiştir; değerler voltaj (0,88) ve akış hızı (0,68) için (Çizelge 4.10) daha büyük farka sahiptir.



Şekil 4.3. Silindir (sol) ve plaka (sağ) toplayıcılar için voltaj (P2) ve akış hızı (P4) parametrelerinin ortalama lif çapına olan temel etki diyagramları

Bu iki parametrenin toplayıcı türüne göre lif çapına olan etkisi, temel etki diyagramları kullanılarak daha yakından incelenmiştir. Şekil 4.3'te görüldüğü gibi toplayıcı türüne göre parametrelerin etkisi benzer değildir. Voltaj ve akış hızının minimum, orta ve maksimum seviyelerinin silindir toplayıcıda lif çapı üzerinde benzer, ancak belirli bir eğilim içermeyen etkileri olduğu tespit edilmiştir. Plaka toplayıcıda ise bu parametrelerin etkisi belirgindir; yükselen voltaj ortalama lif çapını azalan bir eğilim ile arttırmıştır. Akış hızının yükselmesi 1,5 ml/sa değerine kadar lif çapını düşürmüştür. Sonrasında bu etkisini kaybeden akış hızı, 2 ml/sa değerine kadar ortalama lif çapında sabit kabul edilebilecek 1,56 nm düzeyinde hafif bir artış eğilimine sebep olmuştur. Dolayısıyla etki derecelendirmesi aynı olan parametrelerin, çıktı üzerindeki etkilerinin oldukça farklı olabileceği doğrulanmıştır. Ayrıca diğer tüm parametre değerlerinin aynı

olduğu dikkate alındığında, parametrelerin çıktı üzerindeki etkilerinin toplayıcı türüne bağlı olarak değişkenlik gösterdiği de önemli bir bulgu olarak değerlendirilmiştir.

Ele alınan elektrospinning süreç parametrelerinin çıktılar üzerindeki etkisinin istatistiksel olarak önemli olup olmadığını tespit etmek amacıyla SPSS programında tek yönlü varyans analizi (ANOVA) uygulanmıştır. Öncesinde normallik ve varyans homojenliğine ilişkin testler Bölüm 2.6’da anlatıldığı şekilde yapılmış, verilerin ve veri gruplarının tamamının normal dağılıma sahip olduğu ve varyansların homojen olduğu doğrulanmıştır. Girdi parametreleri temel alınarak her iki toplayıcı türü için uygulanan varyans analizi sonuçları alt alta sunulmuş ve sonuçlar tartışılmıştır. İlk olarak konsantrasyonun çıktılar üzerindeki etkisine ilişkin analiz sonuçları silindir ve plaka toplayıcı için sırasıyla Çizelge 4.11 ve Çizelge 4.12’de verilmiştir.

Çizelge 4.11. Silindir toplayıcı çıktılarına konsantrasyon etkisi için ANOVA sonuçları

Çıktılar		Kareler Toplamı	df	Ortalama Kare	F	Sig.
D [nm]	Gruplar Arası	148 600,601	2	74 300,300	56,286	0,000
	Gruplar İçinde	17 873,277	48	372,360		
	Toplam	166 473,878	50			
St. Sp. [nm]	Gruplar Arası	95,404	2	47,702	0,602	0,499
	Gruplar İçinde	3 248,627	48	67,680		
	Toplam	3 344,031	50			
PS [nm ²]	Gruplar Arası	2 974 371 833 777,940	2	1 487 185 916 888,970	13,598	0,000
	Gruplar İçinde	997 181 479 342,864	48	20 774 614 152,976		
	Toplam	3971 553 313 120,800	50			
Po [%]	Gruplar Arası	57,039	2	28,520	1,714	0,105
	Gruplar İçinde	579,860	48	12,080		
	Toplam	636,899	50			

Her iki toplayıcı sonuçlarında da konsantrasyon seviye grupları, lif çapı ve gözenek boyutu ortalamaları üzerinde istatistiksel açıdan önemli düzeyde (*Sig. (önem düzeyi)* < 0,01) bir fark oluşturmaktadır. Dolayısıyla konsantrasyon hem lif çapı hem de gözenek boyutu çıktıları üzerinde önemli bir etkiye sahiptir. Bu iki çıktıya ait ortalamalar doğrusal olarak yüksek ilgileşime (korelasyona) sahiptir. Çizelge 4.13’te görüldüğü gibi her iki toplayıcı için de nano lif çapı gözenek boyutuyla 0,01 düzeyinde, gözeneklilik yüzdesiyle 0,05 düzeyinde anlamlı bir ilgileşime sahiptir. Dolayısıyla konsantrasyondaki artış, lif çapını yükseltirken gözenek boyutunu da arttırmaktadır.

Nano lif çapındaki bir artış, daha büyük boyutlu daha az sayıda gözeneğe yol açmaktadır (Abuzade ve ark. 2012). Araştırmacılar nano lif kesişimlerinin oluşturduğu gözenek boyutlarının ve elektrospinning polimerik nano ağlarının kontrolünde nano lif çap ve boyut dağılımının baskın parametreler olduğu sonucuna varmışlardır. Artan lif çapı ve gözenek boyutunun gözeneklilik yüzdesine etkisinin ters yönlü bir ilişkiye sebep olacağı sezgisel olarak ifade edilebileceği gibi bu sezgisel çıkarım ilişki katsayıları yoluyla da doğrulanmaktadır (Çizelge 4.13). Dolayısıyla nano lif çapı ve çap değişiminin parametreler üzerinden kontrol edilmesi gözenek boyutu ve gözeneklilik çıktılarının da kontrolünü sağlamak için yeterli olacaktır.

Çizelge 4.12. Plaka toplayıcı çıktılarına konsantrasyon etkisi için ANOVA sonuçları

Çıktılar		Kareler Toplamı	df	Ortalama Kare	F	Sig.
D [nm]	Gruplar Arası	86 908,930	2	43 454,465	56,286	0,000
	Gruplar İçinde	18 528,585	24	772,024		
	Toplam	105 437,515	26			
St. Sp. [nm]	Gruplar Arası	431,307	2	215,654	0,602	0,556
	Gruplar İçinde	8 600,109	24	358,338		
	Toplam	9 031,417	26			
PS [nm ²]	Gruplar Arası	1 250 268 309 259,030	2	625 134 154 629,517	13,598	0,000
	Gruplar İçinde	1 103 339 467 273,340	24	45 972 477 803,056		
	Toplam	2 353 607 776 532,370	26			
Po [%]	Gruplar Arası	59,394	2	29,697	1,714	0,201
	Gruplar İçinde	415,760	24	17,323		
	Toplam	475,154	26			

Çizelge 4.13. Silindir ve plaka toplayıcı için lif çapı, gözenek boyutu ve gözeneklilik arasındaki ilişkiler

		PS [nm ²]	Po [%]
D [nm] Silindir Toplayıcı	Pearson İlgileşimi	0,885	-0,281
	Sig. (2-uçlu)	0,000	0,046
	N	51	51
D [nm] Plaka Toplayıcı	Pearson İlgileşimi	0,775	-0,428
	Sig. (2-uçlu)	0,000	0,026
	N	27	27

Her iki toplayıcı türü için de voltaj seviyelerinin çıktı ortalamaları üzerinde istatistiksel olarak anlamlı bir fark oluşturmadığı ve Sig. > 0,05 olduğu görülmektedir (Çizelge 4.14 ve 4.15). Dolayısıyla voltajın çıktılar üzerindeki etkisinin düşük olduğu yorumu

yapılabilir. Aralık analizi sonuçlarında (Çizelge 4.9 ve 4.10) lif çapı üzerinde en etkili ikinci parametre olan voltajın S/N oranlarında oluşturduğu aralık, konsantrasyonun oluşturduğu aralık ile kıyaslandığında silindir ve plaka toplayıcı için sırasıyla (0,79/4,87) %16,2 ve (0,88/4,19) %21,0 düzeyindedir. Diğer parametrelerin konsantrasyona göre aralık değerleri ise bu düzeylerin de altındadır.

Çizelge 4.14. Silindir toplayıcı çıktıklarına voltaj etkisi için ANOVA sonuçları

Çıktılar		Kareler Toplamı	df	Ortalama Kare	F	Sig.
D [nm]	Gruplar Arası	3 294,211	2	1 647,105	0,485	0,619
	Gruplar İçinde	163 179,667	48	3 399,576		
	Toplam	166 473,878	50			
St. Sp. [nm]	Gruplar Arası	323,907	2	161,953	2,574	0,087
	Gruplar İçinde	3 020,124	48	62,919		
	Toplam	3 344,031	50			
PS [nm ²]	Gruplar Arası	54 781 327 020,324	2	27 390 663 510,162	0,336	0,717
	Gruplar İçinde	3 916 771 986 100,480	48	81 599 416 377,093		
	Toplam	3 971 553 313 120,800	50			
Po [%]	Gruplar Arası	7,205	2	3,602	0,275	0,761
	Gruplar İçinde	629,694	48	13,119		
	Toplam	636,899	50			

Çizelge 4.15. Plaka toplayıcı çıktıklarına voltaj etkisi için ANOVA sonuçları

Çıktılar		Kareler Toplamı	df	Ortalama Kare	F	Sig.
D [nm]	Gruplar Arası	5 333,611	2	2 666,806	0,639	0,536
	Gruplar İçinde	100 103,904	24	4 170,996		
	Toplam	105 437,515	26			
St. Sp. [nm]	Gruplar Arası	1 557,969	2	778,984	2,502	0,103
	Gruplar İçinde	7 473,448	24	311,394		
	Toplam	9 031,417	26			
PS [nm ²]	Gruplar Arası	6 831 439 941,026	2	3 415 719 970,513	0,035	0,966
	Gruplar İçinde	2 346 776 336 591,350	24	97 782 347 357,973		
	Toplam	2 353 607 776 532,370	26			
Po [%]	Gruplar Arası	23,735	2	11,868	0,631	0,541
	Gruplar İçinde	451,419	24	18,809		
	Toplam	475,154	26			

Düze toplayıcı arası mesafenin her iki toplayıcı türü için de nano lif çapı standart sapma ortalamaları üzerinde istatistiksel olarak anlamlı (*Sig.* < 0,05) bir fark oluşturduğu görülmektedir (Çizelge 4.16 ve 4.17). Bu bulgu aralık analizi sonuçlarıyla da

örtüşmektedir. Varyans analizi sonucunda düze-toplayıcı mesafesinin diğer çıktılar üzerinde önemli bir etkisi olmadığı ($Sig. > 0,05$) görülmektedir.

Toplayıcı mesafesinin artışı bir yandan elektrostatik kuvvetlerin azalmasına yol açtığından –lif çapının artmasını destekleyecek şekilde– çekme etkisini azaltmaktadır, diğer yandan da mesafe uzadığından –lif çapının azalmasını destekleyecek şekilde– çözücünün buharlaşma miktarını arttırmaktadır. Söz konusu karşıt etkiler altında kalan çözelti jetinin, nano liflere dönüşümü esnasında oluşan çap farklılıkları artmaktadır. Bu da lif çapı standart sapması üzerinde önemli bir etkiye sahiptir.

Çizelge 4.16. Silindir toplayıcı çıktılarına düze-toplayıcı arası mesafenin etkisi için ANOVA sonuçları

Çıktılar		Kareler Toplamı	df	Ortalama Kare	F	Sig.
D [nm]	Gruplar Arası	345,178	2	172,589	0,050	0,951
	Gruplar İçinde	166 128,699	48	3 461,015		
	Toplam	166 473,878	50			
St. Sp. [nm]	Gruplar Arası	459,042	2	229,521	3,819	0,029
	Gruplar İçinde	2 884,989	48	60,104		
	Toplam	3 344,031	50			
PS [nm ²]	Gruplar Arası	67 607 931 548,686	2	33 803 965 774,343	0,416	0,662
	Gruplar İçinde	3 903 945 381 572,120	48	81 332 195 449,419		
	Toplam	3 971 553 313 120,800	50			
Po [%]	Gruplar Arası	2,377	2	1,189	0,090	0,914
	Gruplar İçinde	634,522	48	13,219		
	Toplam	636,899	50			

Çizelge 4.17. Plaka toplayıcı çıktılarına düze-toplayıcı arası mesafenin etkisi için ANOVA sonuçları

Çıktılar		Kareler Toplamı	df	Ortalama Kare	F	Sig.
D [nm]	Gruplar Arası	1 911,606	2	955,803	0,222	0,803
	Gruplar İçinde	103 525,909	48	4 313,580		
	Toplam	105 437,515	50			
St. Sp. [nm]	Gruplar Arası	2 448,547	2	1 224,273	4,463	0,022
	Gruplar İçinde	6 582,870	48	274,286		
	Toplam	9 031,417	50			
PS [nm ²]	Gruplar Arası	249 881 923 010,487	2	124 940 961 505,244	1,425	0,260
	Gruplar İçinde	2 103 725 853 521,890	48	87 655 243 896,745		
	Toplam	2 353 607 776 532,370	50			
Po [%]	Gruplar Arası	165,124	2	82,562	6,391	0,006
	Gruplar İçinde	310,030	48	12,918		
	Toplam	475,154	50			

Diğer bir bulgu ise silindir toplayıcı için (Çizelge 4.16) gözeneklilik yüzdesi üzerinde anlamlı bir fark oluşturmadığı (*Sig.* > 0,05) görülen toplayıcı mesafesinin, plaka toplayıcı için (Çizelge 4.17) yüksek düzeyde anlamlı bir fark (*Sig.* < 0,01) oluşturmasıdır. Burada silindirin dönme hareketinden kaynaklanan çekme ve sarma etkisinin, mesafenin gözeneklilik yüzdesine etkisini azalttığı düşünülebilir. Sabit durumdaki plaka toplayıcı üzerine rastgele biriken, standart sapması dolayısıyla çap farkı yüksek liflerin, oransal olarak birim yüzeye düşen gözenek alanını farklılaştırabileceği anlaşılmıştır.

Her iki toplayıcı türü için de akış hızının etkilerine yönelik varyans analizi sonucunda (Çizelge 4.18 ve 4.19), bu parametrenin farklı seviyelerinin çıktı ortalamaları üzerinde anlamlı bir fark oluşturmadığı (*Sig.* > 0,05) görülmektedir.

Çizelge 4.18. Silindir toplayıcı çıktılarına akış hızının etkisi için ANOVA sonuçları

Çıktılar		Kareler Toplamı	df	Ortalama Kare	F	Sig.
D [nm]	Gruplar Arası	3 866,385	2	1 933,193	0,571	0,569
	Gruplar İçinde	162 607,492	48	3 387,656		
	Toplam	166 473,878	50			
St. Sp. [nm]	Gruplar Arası	354,162	2	177,081	2,843	0,068
	Gruplar İçinde	2 989,869	48	62,289		
	Toplam	3 344,031	50			
PS [nm ²]	Gruplar Arası	109 166 244 707,251	2	54 583 122 353,626	0,678	0,512
	Gruplar İçinde	3 862 387 068 413,550	48	80 466 397 258,616		
	Toplam	3 971 553 313 120,800	50			
Po [%]	Gruplar Arası	13,311	2	6,656	0,512	0,602
	Gruplar İçinde	623,588	48	12,991		
	Toplam	636,899	50			

Aralık analizi sonucunda silindir toplayıcı için lif çapları üzerinde ikinci en etkili parametre olarak tespit edilen silindir dönme hızının, varyans analizi sonucunda (Çizelge 4.20) farklı seviyelerinin çıktı ortalamaları üzerinde anlamlı bir fark oluşturmadığı (*Sig.* > 0,05) belirlenmiştir. S/N oranı aralık değerleriyle bir kıyaslama yapıldığında (Çizelge 4.9) dönme hızı aralık değerinin konsantrasyon aralık değerine göre (1,10/4,87) % 22,6 düzeyinde bir değişkenlik oluşturduğu görülmektedir. Bu değişkenliğin seviyeler bazında ortalama çıktılarına yansımaları istatistiksel olarak anlamlı düzeyde değildir.

Çizelge 4.19. Plaka toplayıcı çıktılarına akış hızının etkisi için ANOVA sonuçları

Çıktılar		Kareler Toplamı	df	Ortalama Kare	F	Sig.
D [nm]	Gruplar Arası	3 780,241	2	1 890,120	0,446	0,645
	Gruplar İçinde	101 657,274	48	4 235,720		
	Toplam	105 437,515	50			
St. Sp. [nm]	Gruplar Arası	62,492	2	31,246	0,084	0,920
	Gruplar İçinde	8 968,925	48	373,705		
	Toplam	9 031,417	50			
PS [nm ²]	Gruplar Arası	267 881 501 577,114	2	133 940 750 788,557	1,541	0,235
	Gruplar İçinde	2 085 726 274 955,260	48	86 905 261 456,469		
	Toplam	2 353 607 776 532,370	50			
Po [%]	Gruplar Arası	4,292	2	2,146	0,109	0,897
	Gruplar İçinde	470,863	48	19,619		
	Toplam	475,154	50			

Çizelge 4.20. Silindir toplayıcı çıktılarına silindir dönme hızının etkisi için ANOVA sonuçları

Çıktılar		Kareler Toplamı	df	Ortalama Kare	F	Sig.
D [nm]	Gruplar Arası	10 611,084	2	5 305,542	1,634	0,206
	Gruplar İçinde	155 862,794	48	3 247,142		
	Toplam	166 473,878	50			
St. Sp. [nm]	Gruplar Arası	70,539	2	35,269	0,517	0,599
	Gruplar İçinde	3 273,492	48	68,198		
	Toplam	3 344,031	50			
PS [nm ²]	Gruplar Arası	219 019 345 060,724	2	109 509 672 530,362	1,401	0,256
	Gruplar İçinde	3 752 533 968 060,080	48	78 177 791 001,252		
	Toplam	3 971 553 313 120,800	50			
Po [%]	Gruplar Arası	1,519	2	0,760	0,057	0,944
	Gruplar İçinde	635,380	48	13,237		
	Toplam	636,899	50			

Tek yönlü varyans analizi sonucunda deneysel olarak incelenen elektrospinning süreç parametrelerinin çıktıları üzerindeki etkileri şu şekilde özetlenebilir: Çözelti konsantrasyonu (P1) toplayıcı türünden bağımsız şekilde lif çapının yanı sıra çapla pozitif ilişkiye sahip olan gözenek boyutu üzerinde önemli bir etkiye sahiptir. Lif çapı değişimini yansıtan standart sapma ve gözeneklilik yüzdesi üzerinde istatistiksel olarak anlamlı bir etkiye sahip değildir. Benzer şekilde voltaj (P2) ve akış hızı (P4) parametreleri, belirlenmiş olan bağımlı değişkenler üzerinde her iki toplayıcı türünde de geçerli olmak üzere istatistiksel olarak anlamlı bir değişkenlik oluşturmamaktadır. Düze-toplayıcı mesafesi (P3) her iki toplayıcı türünde de lif çapı değişimi üzerinde anlamlı bir etkiye sahiptir. Plaka toplayıcıya özgü olmak üzere gözeneklilik yüzdesine

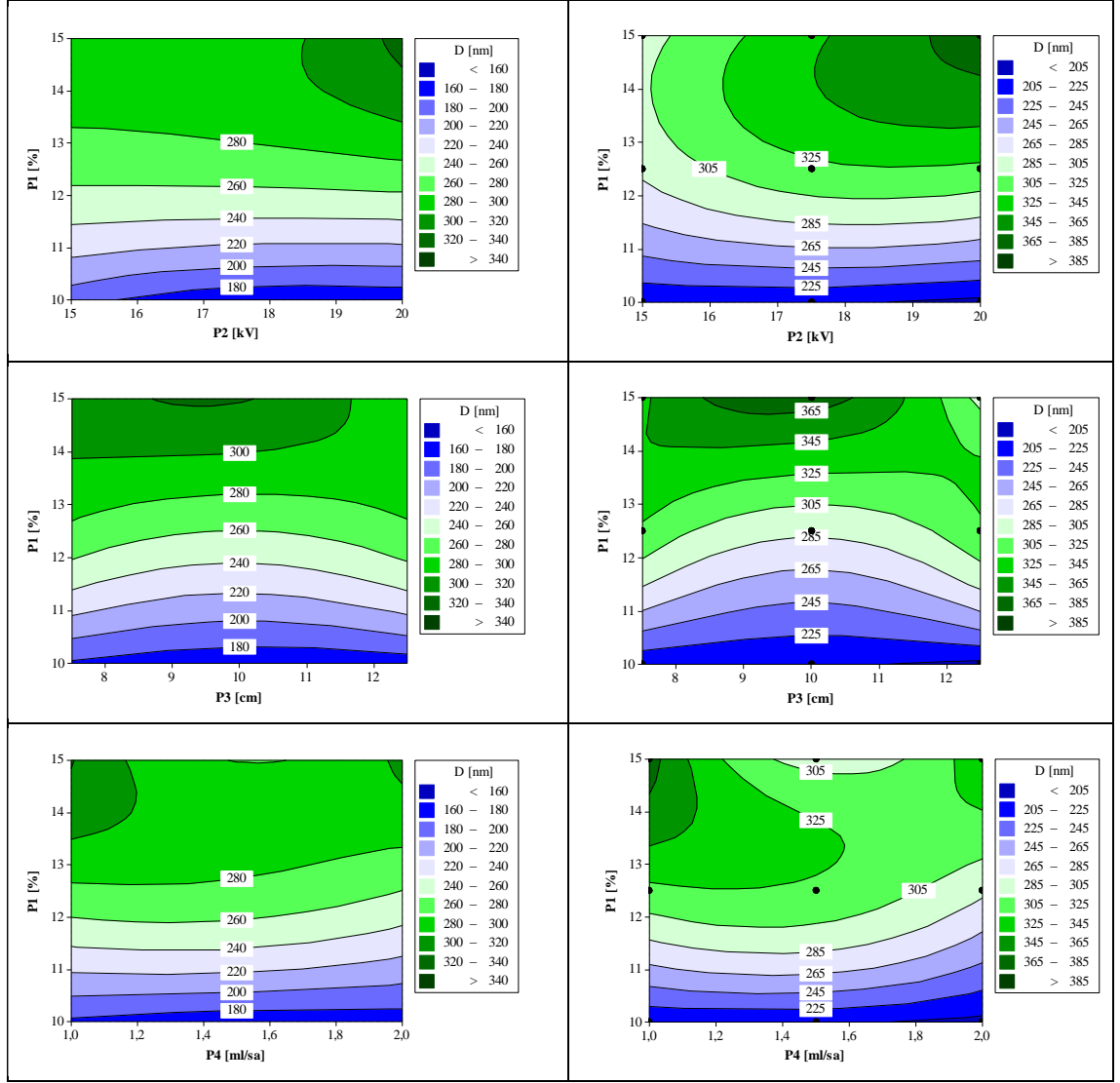
de yüksek bir anlamlılık düzeyinde ($Sig. < 0,01$) etki ettiği tespit edilmiştir. Silindir dönme hızının (P5) ilgili toplayıcı türünde çıktılar üzerinde anlamlı bir değişkenlik oluşturmadığı belirlenmiştir.

4.3. Parametreler Arasındaki İlişkiler

Kontur grafikleri, bağımsız değişkenlerin etkilerini ve her bağımsız değişkenin çıktı değişkenleri üzerindeki etkileşimli etkilerini göstermektedir. Kontur grafiklerinin görüntüsü, bağımsız değişkenler arasındaki karşılıklı etkileşimlerin anlamlı olup olmadığını yorumlamak konusunda da yararlıdır. Bağımsız değişkenlerin en uygun değerleri, çıktıların kontur grafiklerinden elde edilebilmektedir (Doustgani 2016). Agarwal ve ark. (2012) nano lif üretmek için uygun süreç değişkenlerini belirlemek için kontur grafiklerini kullanmışlardır. Belirledikleri parametrelerin optimum değerlerini de regresyon denkleminin yanında cevap yüzeyine ilişkin kontur grafiklerinin analizi yoluyla elde etmişlerdir. Hakkak ve Rafizadeh (2013) ve Gönen ve ark. (2016) da yaptıkları araştırmada parametreler arası etkileşimleri kontur grafikleriyle analiz etmişlerdir. Yördem ve ark. (2008) her bir deneyin ortalama lif çapı ile normalleştirilmiş standart sapmayı *değişim katsayısı* olarak tanımlamış ve ortalama lif çapı ile değişim katsayısının kontur grafikleri birlikte ele alındığında, çap dağılımı ile lif çapı arasındaki korelasyon hakkında bilgi elde edilebileceğini belirtmişlerdir.

Önceki bölümde tartışılan bulgular ışığında, lif çapı ve standart sapmasına etki eden faktörlerin anlaşılması ve kontrol edilmesi halinde, gözenek boyutu ve gözeneklilik değerinin de kontrol edilebileceği, ilgileşim katsayıları da kullanılarak (Çizelge 4.13) ortaya konulmuştur. Bu bölümde parametreler arasındaki ilişkiler, toplayıcı türleri bazında, nano lif çapı ve lif çapına ilişkin standart sapma üzerindeki etkileri temel alınarak kontur grafikleri aracılığıyla değerlendirilmiştir.

İlk olarak nano lif çapı açısından her iki toplayıcı türü için en etkili ve baskın parametre olduğu aralık analizi ve tek yönlü varyans analizi ile belirlenmiş olan konsantrasyonun, diğer parametrelerle etkileşimi ele alınmıştır (Şekil 4.4).



Şekil 4.4. Silindir (sol) ve plaka (sağ) toplayıcıda lif çapı için konsantrasyonun (P1) diğer parametrelerle etkileşimini gösteren kontur grafikleri (P2 voltaj-üst, P3 düze-toplayıcı mesafesi-orta, P4 akış hızı-alt)

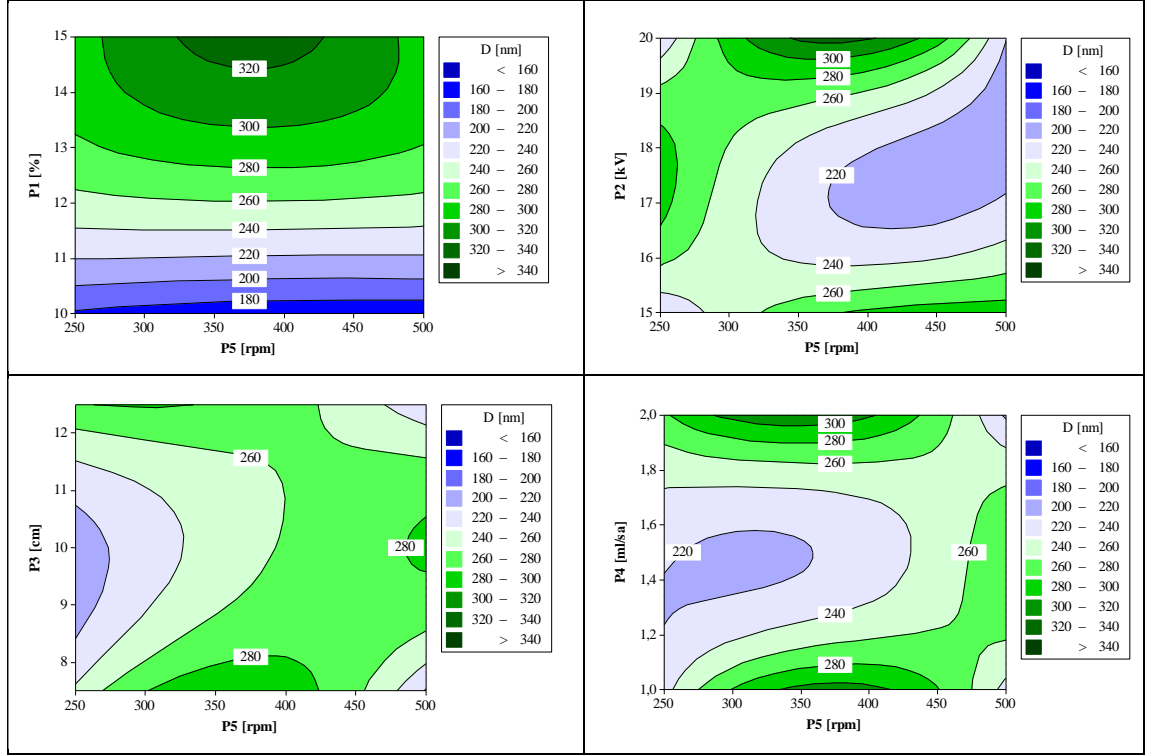
Kontur grafiklerinin tamamına genel olarak bakıldığında bazı bulgular ilk bakışta dikkat çekmektedir. Tümüyle net olan ve kontur grafiklerinde de görülen bulgu, daha önce tartışıldığı gibi artan konsantrasyonun, lif çapını arttırıcı yönde etkisi olduğudur. Daha yüksek çözelti konsantrasyonlarında, elektrostatik çekme kuvvetlerine karşı direnç gösteren ve daha yüksek visko-elastik kuvvetlerle sonuçlanan geniş zincir dolaşıklıkları mevcuttur (Doustgani 2016), bu da oluşan liflerin çapını arttırmaktadır. Ayrıca düşük değerlerdeki konsantrasyonun lif çapı üzerinde belirleyici olduğu ve voltaj, düze-toplayıcı mesafesi ve akış hızının önemli bir etkisinin olmadığı da kontur grafiklerinde görülmektedir. Konsantrasyonun orta ve üzerindeki seviyelerinde ise diğer parametreler

de lif çapını etkilemeye başlamaktadır. Devam eden kısımda parametre etkileşimleriyle ilgili bulgular tek tek ele alınmıştır. Burada sözü edilen parametre seviyeleri, çalışmada ele alınan seviye değerleridir (Çizelge 2.3).

Konsantrasyon arttığında voltajın etkisi orta seviye konsantrasyon değerlerinden itibaren belirgin hale gelmektedir (Şekil 4.4 üst) ve konsantrasyonun artmasıyla birlikte artan voltaj, lif çapını da arttırıcı yönde etki etmektedir. Konsantrasyondaki artışla voltajın etkileşimine lif çapının tepkisi açısından plaka toplayıcı daha hassastır. Silindir toplayıcıda bu etkileşim ancak en yüksek konsantrasyon ve voltaj seviyeleri için gözlenmektedir. Bu da silindirin dönme hareketinin, belirli bir seviyeye kadar artan konsantrasyon ve voltajın lif çapını arttırıcı etkisini telafi edebildiğini göstermektedir.

Düze-toplayıcı mesafesinin konsantrasyonla etkileşimi ancak yüksek konsantrasyon seviyesinde gözlenmektedir (Şekil 4.4 orta). Konsantrasyon yüksek olduğunda mesafenin artışı başlangıçta lif çapını arttırmakta, sonrasında düşürmektedir. Mesafe artışı elektrostatik kuvvetlerin azalmasına yol açtığından çekme ve germe etkisini azaltmakta, dolayısıyla lif çapının artmasına sebep olmaktadır. Belirli bir seviyenin üzerinde artan mesafe ise çözelti jetine çözücünün buharlaşması için daha uzun bir uçuş zamanı sağladığından lif çapının azalmasını sağlamaktadır. Kontur grafiğinde bu karşıt etkilerin yansması belirgin şekilde görülmektedir.

Kontur grafiğinde (Şekil 4.4 alt) düşük konsantrasyon seviyelerinde lif çapı üzerinde oldukça düşük etkisi olduğu görülen (Agarwal ve ark. 2012) akış hızı konsantrasyonun artmasıyla birlikte lif çapı üzerinde çeşitli etkiler göstermektedir. Orta ve yüksek konsantrasyon değerlerinde akış hızı en düşük seviyeden itibaren artmaya başladığında nano lif çapını azaltacak yönde etki etmektedir. Bu etki, akış hızında üst seviyeye yaklaşıldığında lif çapını arttırma eğilimine dönüşmektedir. Belirli bir seviyenin üzerindeki akış hızı elektrostatik alan yönündeki kütle transferini arttırarak çözelti damlasının düze ucunda kalış süresini azaltmaktadır (Ray ve Lalman 2011), dolayısıyla lif çapı artmaktadır.



Şekil 4.5. Silindir toplayıcıda lif çapı için dönme hızının (P5) diğer parametrelerle etkileşimini gösteren kontur grafikleri (P1 konsantrasyon-üst sol, P2 voltaj-üst sağ, P3 düze-toplayıcı mesafesi-alt sol, P4 akış hızı-alt sağ)

Silindir toplayıcıya özgü olmak üzere çalışma kapsamında ele alınan silindir dönme hızı parametresinin diğer girdi parametreleriyle etkileşimlerini incelemek için Şekil 4.5'te görülen kontur grafikleri oluşturulmuştur. Sol üstteki grafikte yüksek konsantrasyon seviyesinde artan silindir hızının lif çapını orta seviyeye gelene kadar arttırdığı, sonrasında artan hızın lif çapını düşürdüğü görülmektedir. Aynı bulgu benzer şekilde Song ve ark. (2015) tarafından da tespit edilmiştir. Sezgisel olarak hızdaki artışın oluşan lifleri çekme etkisini arttıracığı ve toplayıcı üzerinde daha düşük çaplarda lif sarılmasını sağlayacağını düşünmek sürecin gözlemlerine uygundur. Kontur grafiği diğer faktörlerin etkilerini de içerdiğinden literatürde bu olgunun silindirin dönme hızıyla ilişkilendirilmiş bir yorumuna rastlanmamıştır. Dönme hızı, konsantrasyonun yükselmesinden kaynaklanan lif çapı artışını belirli bir eşik değerine kadar telafi edememiş ve sonrasında artan hız seviyesinin çekme etkisi lif çapını azaltmıştır.

Şekil 4.5'te sağ üst kontur grafiği dönme hızının voltajla etkileşimini göstermektedir. Sabit bir silindir hızında voltaj arttırıldığında nano lif çapı önce azalmakta ve sonra

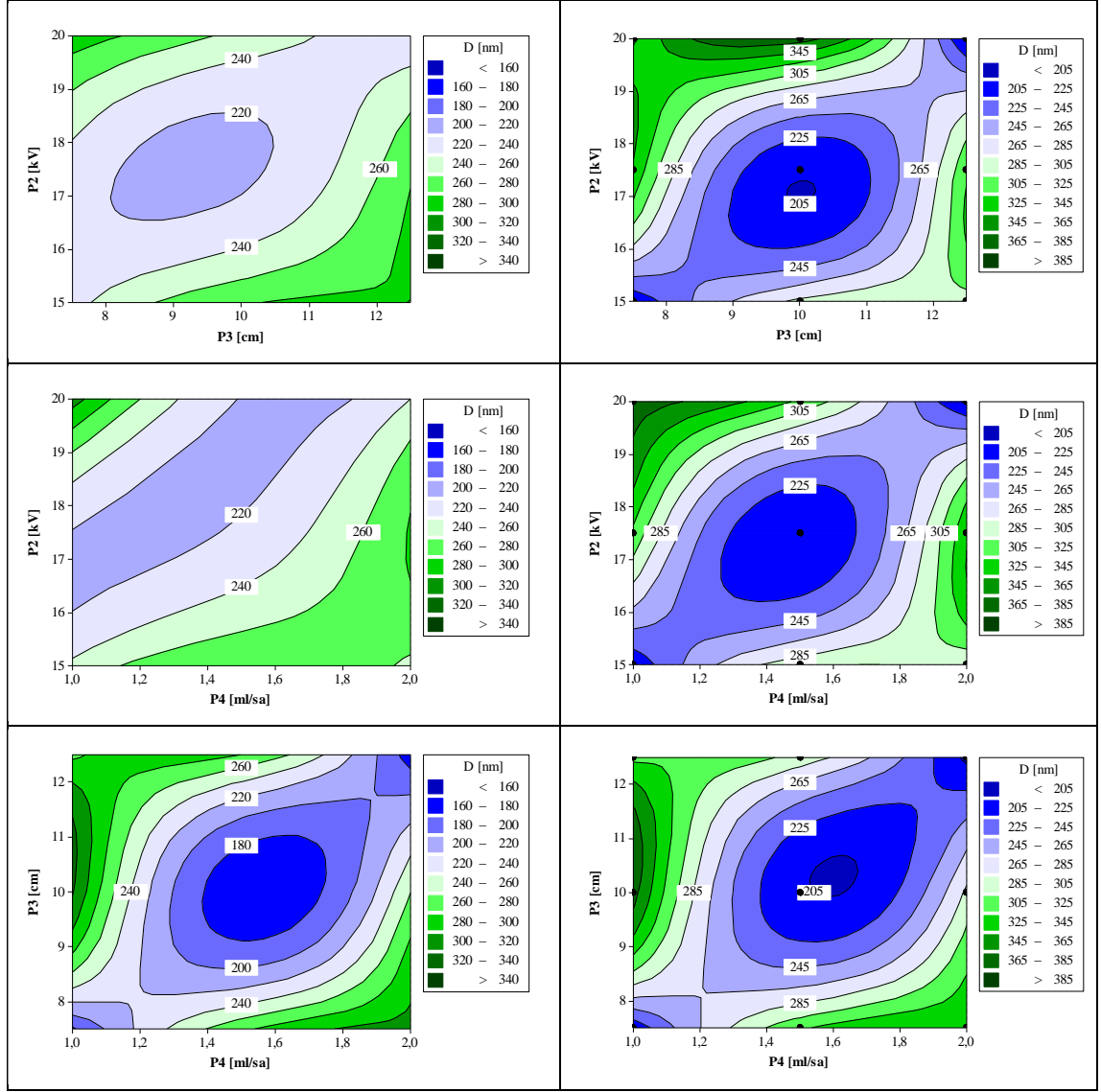
voltajın orta seviyenin üzerine çıkmasıyla yeniden artmaktadır. Sabit bir voltaj değerinde ise silindir hızı arttığında lif çapı azalmaktadır. Burada voltajın elektrospinning sürecinde yol açtığı karşıt etkilerin, silindir hızı etkilerine göre daha baskın olduğu söylenebilir. Artan voltaj, elektrostatik çekme kuvvetlerini arttırdığından lif çapını azaltıcı yönde etki etmekte, ancak belli bir seviyenin üzerinde olduğunda, düzeden elektrostatik alana çekilen çözelti miktarını da yükselterek lif çapının artmasına sebep olmaktadır. Söz konusu etkileşimde de bu olgu belirgindir.

Şekil 4.5'te sol alt kontur grafiğinde düze-toplayıcı mesafesinin silindir dönme hızıyla etkileşimi görülmektedir. Bu grafikten mesafe ile dönme hızı parametrelerinin birbirleriyle etkileşimlerinin oldukça zayıf olduğu ve görülen konturların tümüyle farklı faktörlere bağlı olduğu söylenebilir. Toplayıcı mesafesindeki artışın ortaya çıkardığı karşıt etkiler çok daha baskındır. Mesafenin artmasıyla lif çapının azalması, belirli bir seviyeden sonra lif çapının tekrar artma eğilimine girmesi kontur grafiğinde seçilebilmektedir.

Benzer durum sağ alt kontur grafiğinde de (Şekil 4.5) mevcuttur. Akış hızıyla silindir hızının etkileşiminde, akış hızının baskın şekilde etkileri belirlediği söylenebilir. Dolayısıyla iki parametre arasındaki etkileşim düşüktür. Sabit bir silindir hızı için artan akış hızı başlangıçta lif çapını arttırırken, belirli bir eşik değerinden sonra yeniden arttırmaktadır. Bu da akış hızı parametresindeki artışın elektrospinning sürecinde yol açtığı karşıt etkilerden kaynaklanmaktadır.

Konsantrasyon ve silindir dönme hızı dışında kalan parametrelerin (P2 voltaj, P3 düze-toplayıcı mesafesi, P4 akış hızı) etkileşimlerini gösteren kontur grafikleri Şekil 4.6'da verilmiştir. Sol taraftaki grafikler silindir toplayıcıya, sağ taraftaki grafikler ise aynı parametreler için plaka toplayıcıya aittir. Grafiklere genel olarak bakıldığında nano lif çapının azalma-artma tepkisinin toplayıcı türünden bağımsız şekilde benzerlik içerdiği görülmektedir. Diğer bir benzerlik de söz konusu parametreler için tek yönde artan veya azalan bir lif çapı değişiminin gözlenmemesidir. Genel olgu, parametrelerin orta seviye değerleri civarında oluşan belirli bir eşik değerine kadar lif çapında azalma ve bu değer

sonrasında ise yeniden artma eğilimi şeklindedir. Bu bulgu aynı zamanda ilgili parametrelerin etkileşiminin de özetiştir.



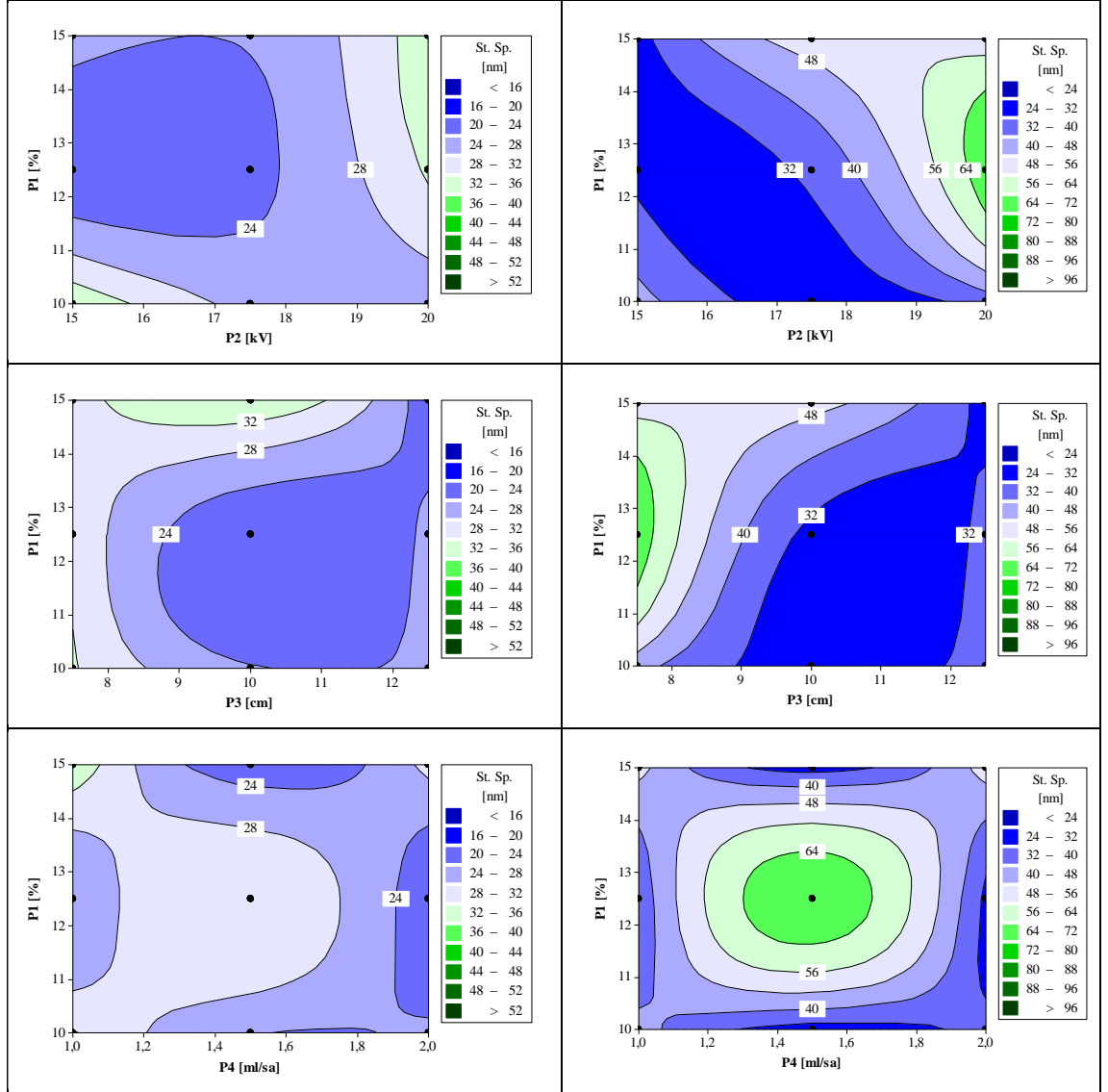
Şekil 4.6. Silindir (sol) ve plaka (sağ) toplayıcıda lif çapı için diğer parametre etkileşimlerini gösteren kontur grafikleri (P2 voltaj - P3 düze-toplayıcı mesafesi-üst, P2 voltaj - P4 akış hızı-orta, P3 düze-toplayıcı mesafesi - P4 akış hızı-alt)

Nano lif çapı açısından voltajın toplayıcı mesafesiyle etkileşimine bakıldığında (Şekil 4.6 üst), plaka toplayıcının daha geniş bir çap aralığıyla (<205-385 nm) tepki vermesinden dolayı bu etkileşime daha hassas olduğu görülmektedir. Silindir toplayıcı, dönme hareketinin de etkisiyle daha düşük bir çap aralığı içinde (200-300 nm) tepki vermiştir. Benzer durum voltajın akış hızıyla etkileşiminde de (Şekil 4.6 orta)

görülmektedir. Toplayıcı mesafesiyle akış hızı arasındaki etkileşime ise her iki toplayıcı da lif çapı aralıkları açısından benzer hassasiyette (silindir toplayıcı 160-340 nm, plaka toplayıcı <205-385 nm) tepki vermiştir. Bu etkileşimde silindirin dönme hareketinin lif çapı üzerinde baskın bir etki yapmadığı görülmektedir.

Elektrik alan kuvvetini ($E = V / d$) belirleyen voltaj ve toplayıcı mesafesi parametrelerinin etkileşimi, direkt olarak alan içine giren çözelti jetinin maruz kalacağı çekme ve germe kuvvetlerini belirlemektedir. Voltajın artmasıyla artan alan kuvveti çözelti jetine, liflerin incelmelerini sağlayacak şekilde yüksek çekim kuvvetleriyle etki edecektir. Belirli bir çekim kuvvetinden sonra voltaj artmaya devam ederse alan içerisine düzeden çekilen çözelti miktarı da daha fazla olacağından bu kez liflerin çapında artış etkisi oluşacaktır. Mesafenin belirli bir eşik değerine kadar arttırılması, çözelti jetine daha uzun bir uçuş süresi ve alan kuvvetlerine daha fazla maruz kalma imkânı tanınmasının yanında çözelti içerisindeki çözücünün de buharlaşmasına olumlu etki edeceğinden lif çapını azaltıcı bir etki göstermektedir. Ancak mesafenin daha da arttırılması elektriksel alan kuvvetlerinin azalmasına neden olacağından çekme kuvvetleri azalırken lif çapı da artmaktadır. Voltajla birlikte mesafenin yakın oranlarda arttırılması, elektriksel alan kuvvetinin sabitlenmesiyle düşük çap bölgesinde kalınarak homojen çap dağılımına sahip nano liflerin üretilmesini sağlayabilir. Grafiklerde görülen ve diyagonal olarak yayılan düşük lif çapı bölgeleri, sürecin voltaj-mesafe parametreleri üzerinden kontrol edilerek istenen çap aralığında nano lif üretimini sağlamak açısından kullanılabilir.

Voltaj ve akış hızının etkileşimi (Şekil 4.6 orta) ile düze-toplayıcı mesafesi ve akış hızı etkileşimi, voltaj ve toplayıcı mesafesi etkileşimiyle tümüyle benzer bulgular sağlamaktadır. Burada da her iki parametrenin belirli oranlarda birlikte arttırılmasıyla, toplayıcı türünden bağımsız şekilde diyagonal olarak yayılan düşük çap bölgesinde hareket etme imkânı mevcuttur. Karşıt etkilerin, genellikle parametrelerin orta seviyelerinde en düşük lif çapı değerlerinin elde edilmesini sağlayacağı görülmektedir. Kontur grafiklerinin analizi doğrultusunda ve konsantrasyonun optimum seviyesinin tespiti sonrasında, bu etkileşimlerdeki bulgularla sürecin istenen çap aralığı doğrultusundaki kontrolünün etkin şekilde yapılabileceği tespit edilmiştir.



Şekil 4.7. Silindir (sol) ve plaka (sağ) toplayıcıda lif çapı standart sapması için konsantrasyonun (P1) diğer parametrelerle etkileşimini gösteren kontur grafikleri (P2 voltaj-üst, P3 düze-toplayıcı mesafesi-orta, P4 akış hızı-alt)

Ölçülen nano lif çapların varyasyonunu gösteren standart sapma, nano lif yüzeylerin bazı uygulamaları için önemli bir parametredir. Doku mühendisliği uygulama alanında, gözenek boyutunun homojenliği, doku çatısı olarak kullanılan ilgili yüzeylerin nano lif çapı standart sapmasının kontrolü yoluyla elde edilebilmektedir (Patra ve ark. 2009). Nano lif çapı standart sapmasına etki eden parametreler arasındaki etkileşimler çok sayıda araştırmacı tarafından incelenmiştir (Svinterikos ve Zuburtikudis 2017, Khalili ve ark. 2016, Gönen ve ark. 2016, Su ve ark. 2015).

Toplayıcı bazında standart sapma değerlerine ilişkin histogramlar önceki bölümde verilmişti (Şekil 4.1). Silindir toplayıcıda standart sapma ortalaması 27,34 nm, plaka toplayıcıda ise 41,39 nm'dir. Dolayısıyla sabit toplayıcılarda lif çapı dağılımı, hareketli toplayıcılara oranla daha geniştir. Silindir toplayıcıda lifler birikme ve silindir etrafına sarılma esnasında çekilmekte ve bu da lif çapı farklılıklarını azaltırken lif çapını da düşürmektedir. Çalışmada incelenen parametrelerin standart sapma üzerindeki etkileşimli etkileri kontur grafikleri üzerinden analiz edilmiştir. Öncelikle lif çapı üzerinde en etkili parametre olan konsantrasyonun diğer parametrelerle etkileşiminin, standart sapma üzerindeki etkisinin incelendiği grafikler Şekil 4.7'de verilmiştir. Burada yine sol taraftaki grafikler silindir toplayıcıya, sağ taraftaki grafikler ise plaka toplayıcıya aittir.

Şekil 4.7'deki grafikler genel olarak değerlendirildiğinde, standart sapma azalma-artma tepkilerinin her iki toplayıcı için de paralel olduğu ve aynı yönde geliştiği görülmektedir. Etkileşim sonucundaki standart sapma dağılım aralığı dikkate alındığında, her üç etkileşime de plaka toplayıcının daha hassas tepki verdiği ve daha geniş bir yelpazeye yayıldığı tespit edilmiştir. Burada da yine silindir toplayıcı dönme hareketinin standart sapma dağılımını azaltıcı etkisinin baskın olduğu söylenebilir.

Konsantrasyon ile voltajın etkileşiminde (Şekil 4.7 üst) her iki parametre de düşük seviyelerden itibaren aynı oranlarda arttırıldığında, toplayıcı türünden bağımsız şekilde standart sapma üzerindeki etkisi başlangıçta azaltma yönündeyken, parametrelerin orta seviyelerinden itibaren artma yönüne dönüşmektedir. Burada voltajın artışı dolayısıyla artan elektrostatik alan kuvvetinin, konsantrasyondaki artıştan kaynaklanabilecek lif çapı farklılıklarını telafi ederek çap dağılımını daralttığı görülmektedir. Orta seviye değerlerinden itibaren ise konsantrasyon artışı ve çözelti içerisindeki polimer zincir dolaşıklığı etkileşimde baskın hale gelmekte ve çap farklılıklarını, dolayısıyla lif çapı standart sapmasını arttırmaktadır. Kontur grafiği üzerinde görülen düşük standart sapma bölgeleri sürecin optimizasyonunda kullanılabilecek şekilde belirgindir.

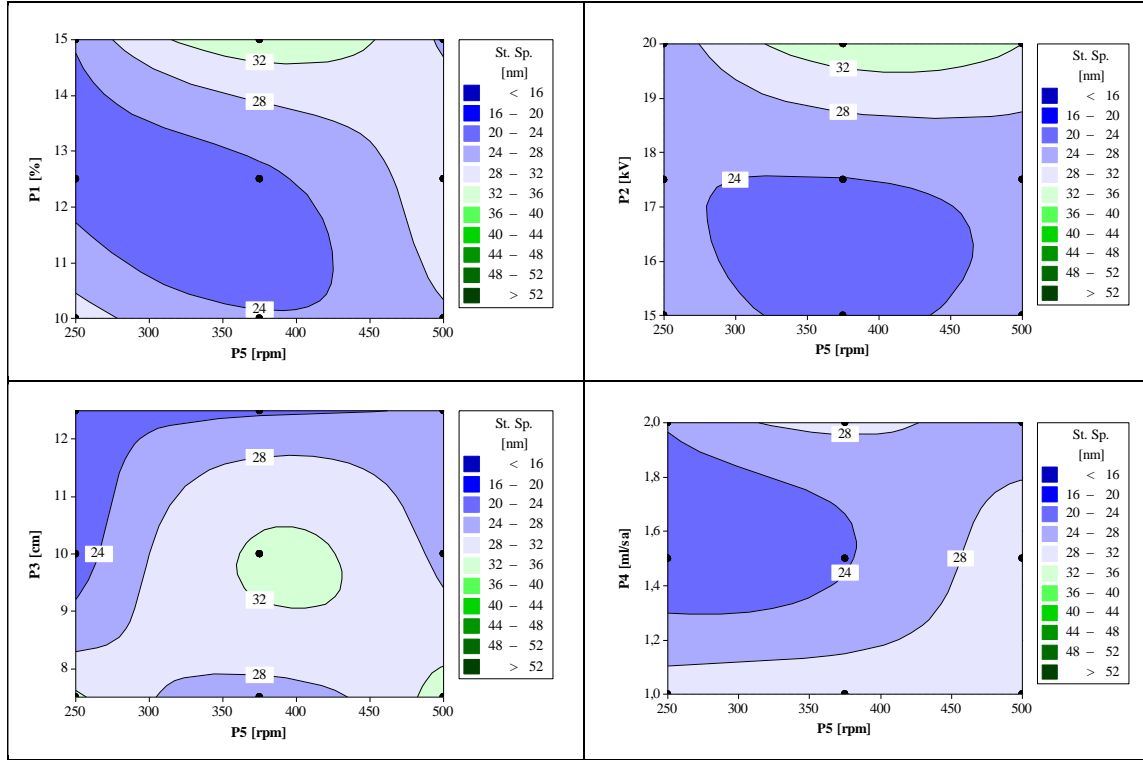
Konsantrasyonun düze-toplayıcı mesafesi ile etkileşiminde (Şekil 4.7 orta), belirli bir konsantrasyon değerinde artan toplayıcı mesafesinin, her iki toplayıcı türü için de lif

çapı standart sapmasını düşürdüğü, ancak maksimum seviye civarında yeniden arttırma eğilimi sergilediği görülmektedir. Burada mesafenin belirli bir değerin üzerine çıkmasıyla, elektrostatik alan kuvvetindeki azalma etkisinin lif çapında yol açtığı kararsızlık artmakta ve standart sapma yükselmektedir. Sabit bir toplayıcı mesafesi için konsantrasyonun artması, elektrostatik alana çekilen polimer zinciri miktarını arttırdığından lif çapı değişkenliği de artmaktadır. Her iki parametrenin de belirli oranlarda arttırılması halinde sürecin, standart sapmanın düşük olduğu bölgelerde kontrol edilebilmesi mümkündür.

Konsantrasyon ve akış hızı etkileşiminde (Şekil 4.7 alt) her iki parametrenin de birlikte arttırılması durumunda, silindir toplayıcıda standart sapmanın orta seviyelere kadar stabil kalarak ardından azalma eğilimi gösterdiği görülmektedir. Plaka toplayıcıda bu etkileşim daha hassas bir reaksiyon oluşturmaktadır. Her iki parametrenin arttırılması durumunda standart sapma stabil bölgeden çıkarak orta seviyelere karşılık gelen pik bir bölgeye kadar kademeli olarak artmakta, ardından aynı kademelerden geçerek düşmekte ve stabil hale gelmektedir. Her iki toplayıcıda da parametrelerin maksimum olduğu bölgede standart sapma yeniden artış eğilimi göstermektedir. Buradaki etkileşim sürecin optimizasyonunda kullanılabilirlikte değildir. Diğer parametrelerin bileşik etkileri daha baskındır.

Silindir toplayıcıda lif çapı standart sapması üzerinde dönme hızının diğer parametrelerle etkileşim etkilerini gösteren kontur grafikleri Şekil 4.8'de verilmiştir. Konsantrasyon, voltaj ve akış hızı parametreleri dönme hızıyla birlikte arttırıldığında standart sapmanın orta seviyelere kadar azaldığı ardından da arttığı gözlenmektedir. Her üç etkileşim için de silindirin dönme hızı etkisinin belirgin olmadığı ve diğer parametre etkisinin baskın olduğu gözlenmektedir. Silindir toplayıcı aralık analizinde (Çizelge 4.9) dönme hızı standart sapma üzerinde en düşük etkili parametre olarak derecelendirilmiştir. Düze-toplayıcı mesafesi dönme hızı ile etkileşiminde de standart sapma üzerinde en etkili parametre olan toplayıcı mesafesi baskın etkiye sahiptir. Artan mesafe standart sapmanın önce artmasına, orta seviyeden sonra ise yeniden azalmasına sebep olmaktadır. Mesafe artışı esnasında çözelti jeti daha uzun bir süre elektrostatik alan kuvvetlerine maruz kalmaktadır. Bu oldu lif çapını azaltıcı etki yaparken çap

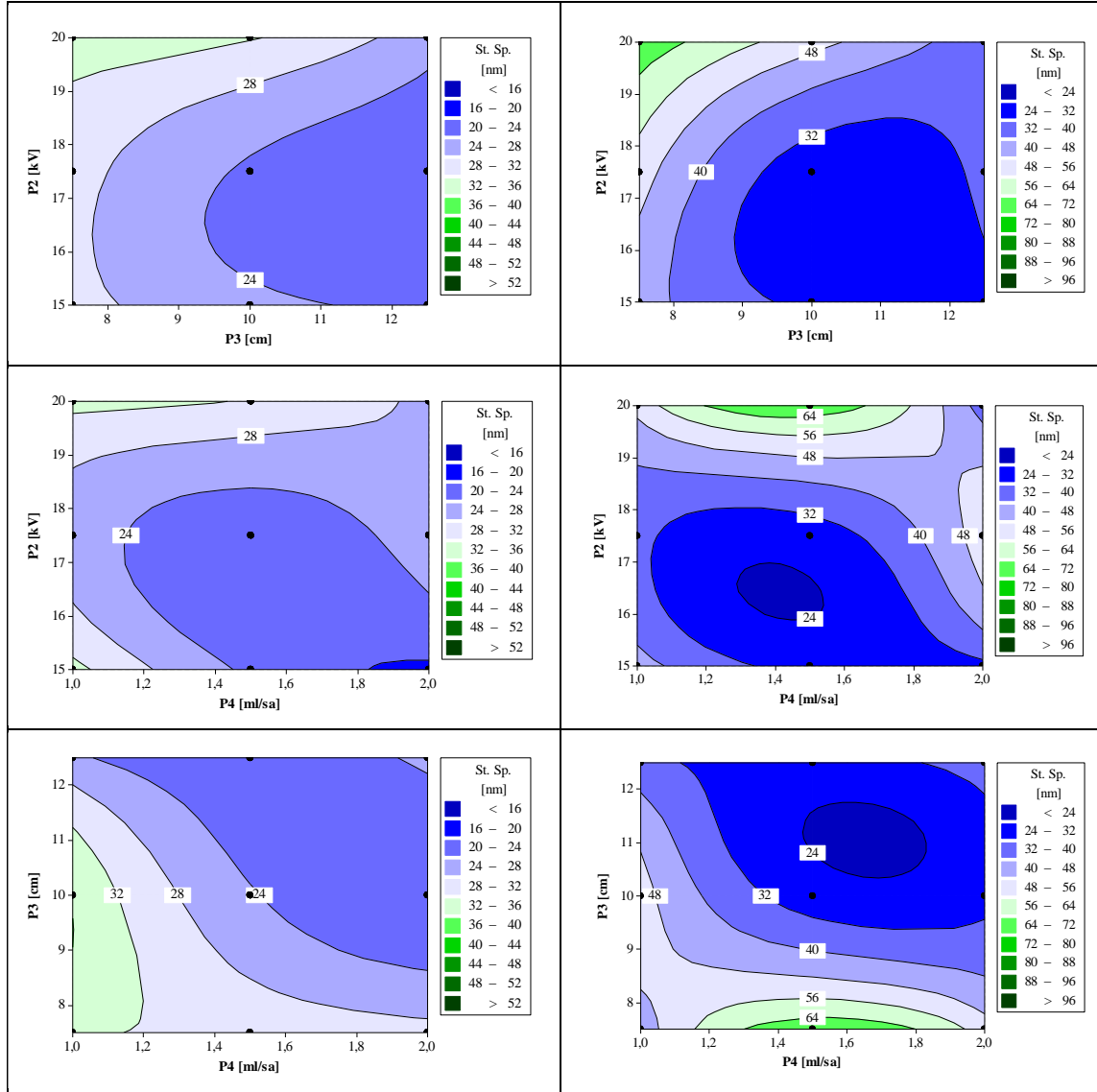
kararlılığını olumsuz etkilemektedir. Mesafe orta seviyelerden itibaren elektrostatik kuvvetlerin azalmasına yol açtığından silindirin dönme hareketinin de etkisiyle çap değişkenliğinin azalmasını sağlamaktadır.



Şekil 4.8. Silindir toplayıcıda lif çapı standart sapması için dönme hızının (P5) diğer parametrelerle etkileşimini gösteren kontur grafikleri (P1 konsantrasyon-üst sol, P2 voltaj-üst sağ, P3 düze-toplayıcı mesafesi-alt sol, P4 akış hızı-alt sağ)

Konsantrasyon ve silindir toplayıcı dönme hızı parametrelerinin dışında kalan parametrelerin etkileşimlerini gösteren kontur grafikleri Şekil 4.9’da verilmiştir. Voltaj ve düze-toplayıcı mesafesi elektrostatik alan kuvvetlerini belirleyen iki parametredir. Her iki parametrenin de aynı anda artırılması standart sapmanın azalmasını sağlamaktadır (Şekil 4.9 üst). Voltaj sabit tutularak mesafe arttırıldığında standart sapma düşerken, sabit bir mesafe için voltaj arttırıldığında orta seviyelerden itibaren standart sapmanın arttığı görülmektedir. İlk durumda elektriksel alan kuvveti azalırken ikinci durumda artmaktadır. Burada artan alan kuvveti lif çapı kararsızlığını arttırmaktadır.

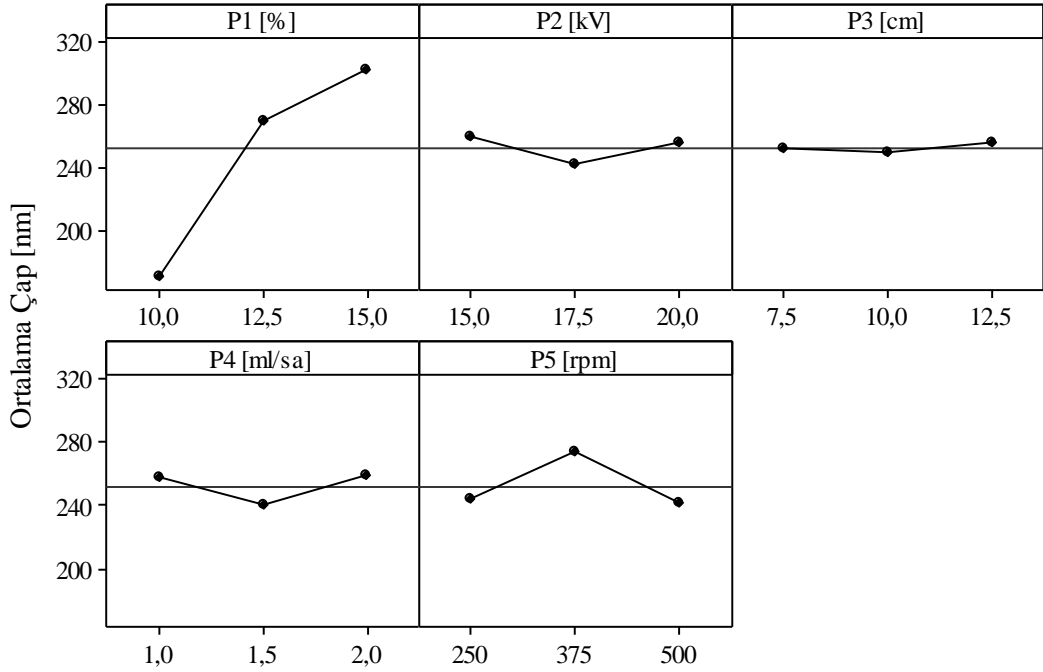
Voltaj ve akış hızı etkileşiminde (Şekil 4.9 orta) belirli bir seviyeye kadar standart sapmanın azaldığı ve eşik değerler aşıldıktan sonra standart sapmanın artma eğiliminde olduğu görülmektedir. Lif çapına etkileriyle ilgili önceki bölümde yapılan tartışmalarda açıklanan karışık etkilerin sebep olduğu kararsızlıklar sonucunda standart sapma artmaktadır. Aynı bulgu düze-toplayıcı mesafesiyle akış hızı etkileşiminde de gözlenmektedir (Şekil 4.9 alt).



Şekil 4.9. Silindir (sol) ve plaka (sağ) toplayıcıda lif çapı standart sapması için diğer parametre etkileşimlerini gösteren kontur grafikleri (P2 voltaj - P3 düze-toplayıcı mesafesi-üst, P2 voltaj - P4 akış hızı-orta, P3 düze-toplayıcı mesafesi - P4 akış hızı-alt)

4.4. Optimum Parametre Seviyelerinin Belirlenmesi

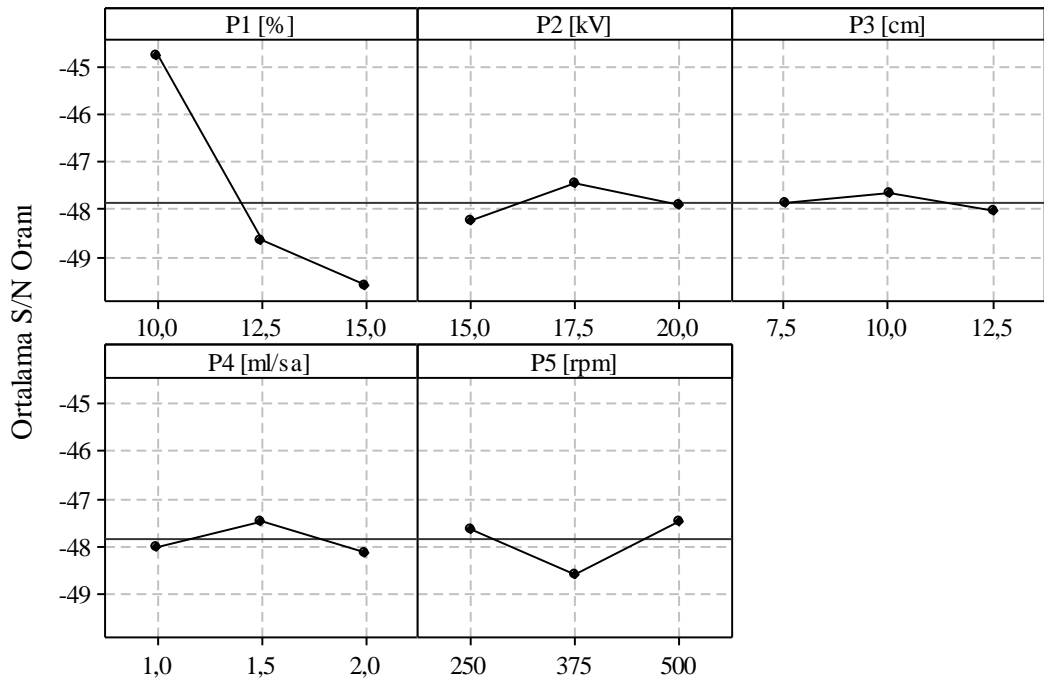
Çalışma kapsamında elektrospinning süreci kullanılarak üretilen yüzeylerde daha düşük lif çaplarının elde edilmesini sağlayacak olan parametre seviyelerinin tespiti için temel etki diyagramları kullanılmıştır. Lif çapının minimize edilmesine yönelik optimum parametre değerlerinin tespitinde lif çapları ve çap ortalamalarına ilişkin S/N oranlarının temel etki diyagramları, lif çapı standart sapmasının minimize edilmesine yönelik optimum parametre değerlerinin tespitinde ise standart sapma S/N oranlarına ilişkin temel etki diyagramlarından yararlanılmış ve elde edilen bulgular tartışılmıştır.



Şekil 4.10. Silindir toplayıcı nano lif çapı için temel etki diyagramları

Bir önceki bölümde ele alınan ve analiz edilen kontur grafikleri, optimum parametrelerin belirlenebileceği bölgeleri göstermeleri, dolayısıyla parametrelerin optimum değer aralığının tespiti açısından oldukça yararlıdır. Ancak burada etkileşimde baskın parametrelerin dikkate alınması ve belirlenen aralıkların diğer parametre etkileşimleri sebebiyle deneysel olarak doğrulanması gerekmektedir. Bu nedenle çalışma kapsamında yapılan deneylerde kullanılan parametre seviyeleri içinde optimum olan seviye değerlerinin belirlenmesinde temel etki diyagramları tercih edilmiştir. Parametrelerin çıktı üzerindeki etki vasyasyonlarını da yansıtmaları açısından, standart

sapmanın minimize edilmesinde S/N oranlarına yönelik temel etki diyagramları kullanılmıştır. Bu diyagramlar ayrıca özellikle nano lif çapı değişkenine yönelik temel etki diyagramında, seviye değerleri birbirine yakın oluşan parametrelerde düşük çap için optimum değer tespitinde temel alınmıştır. Taguchi yaklaşımı, çıktı değişkenlerinin hem ortalamasını hem de değişimini yansıtmaları sebebiyle S/N oranını objektif fonksiyon olarak önermektedir (Patra ve ark. 2009). Dolayısıyla optimizasyon çalışmalarında doğrudan S/N oranlarına ait temel etki diyagramlarının kullanımı yeterlidir.

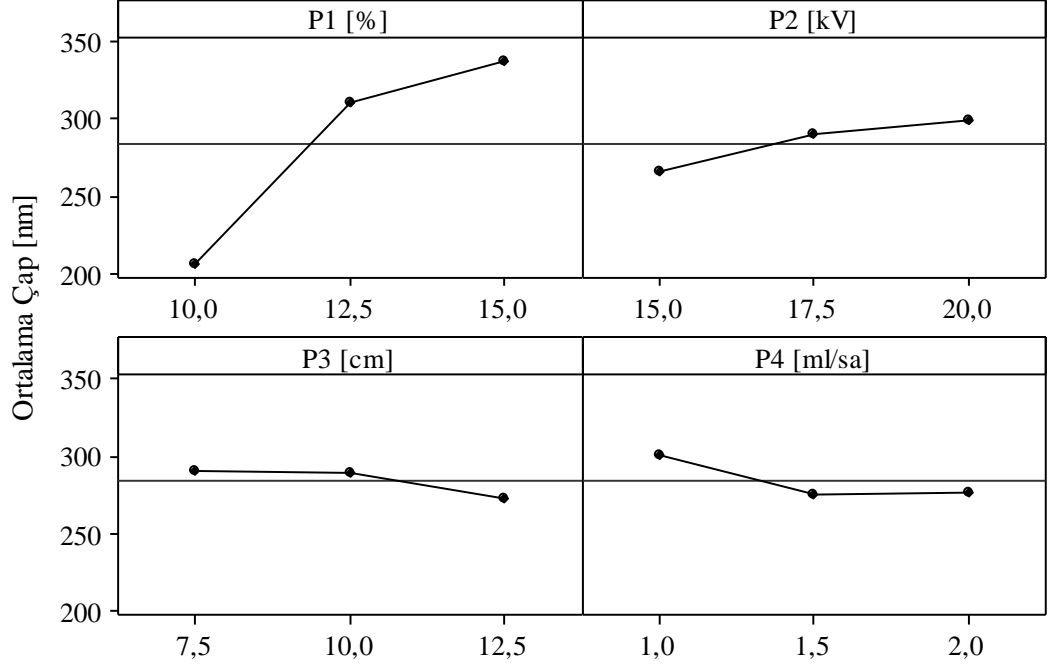


Şekil 4.11. Silindir toplayıcı nano lif çapı S/N oranları için temel etki diyagramları

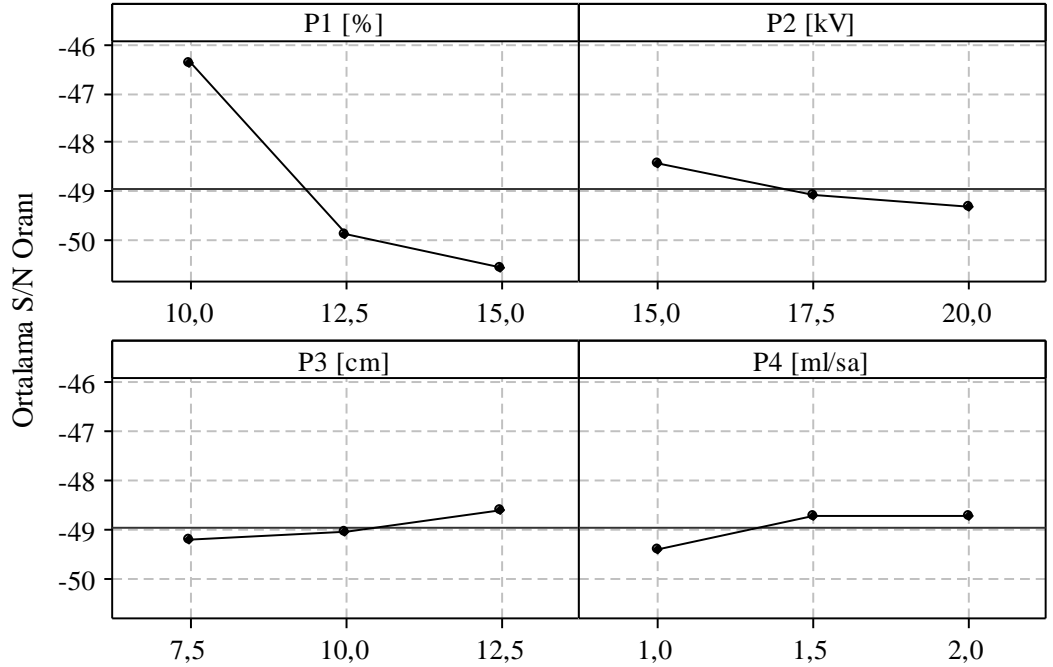
Silindir toplayıcıda en düşük nano lif çapı üretimi için parametrelere ait optimum seviyeler ve değerleri Şekil 4.10'da görülen temel etki diyagramları yardımıyla belirlenmiştir. Düze-toplayıcı mesafesi ve silindir dönme hızı konusunda Şekil 4.11'de görülen S/N oranları temel etki diyagramlarından yararlanılmıştır.

Benzer şekilde plaka toplayıcıda optimum parametreler Şekil 4.12'de verilen lif çapı temel etki diyagramları yardımıyla belirlenmiştir. Akış hızı konusunda Şekil 4.13'de görülen S/N oranları temel etki diyagramından yararlanılmış ve akış hızı parametresinde

orta seviye optimum olarak belirlenmiştir. Her iki toplayıcı türü için de belirlenen optimum parametre değerleri Çizelge 4.21’de verilmiştir.



Şekil 4.12. Plaka toplayıcı nano lif çapı için temel etki diyagramları

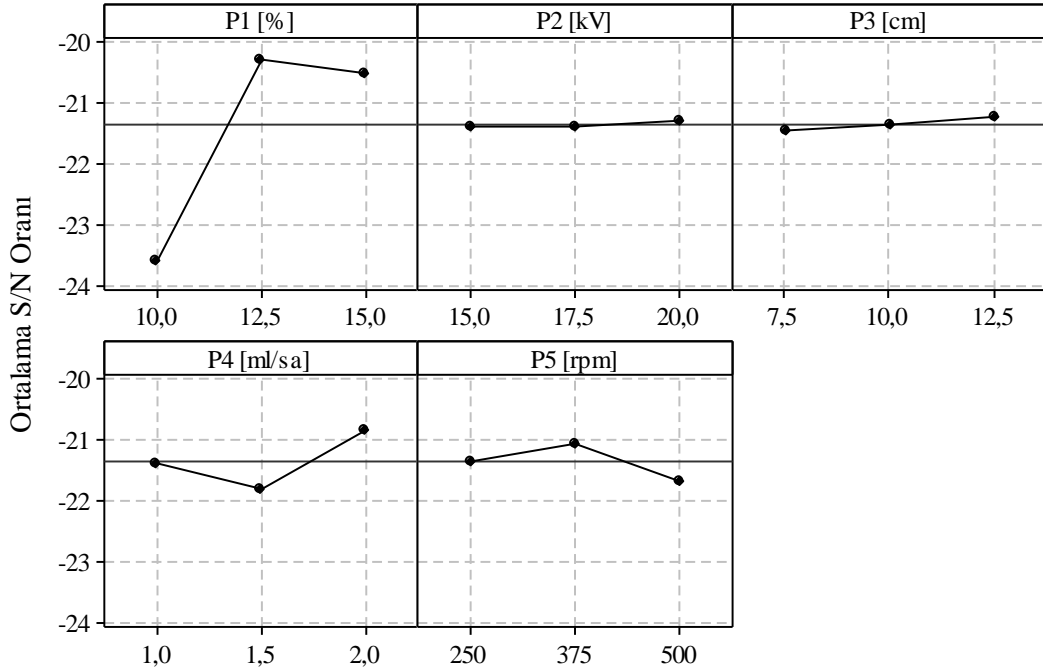


Şekil 4.13. Plaka toplayıcı nano lif çapı S/N oranları için temel etki diyagramları

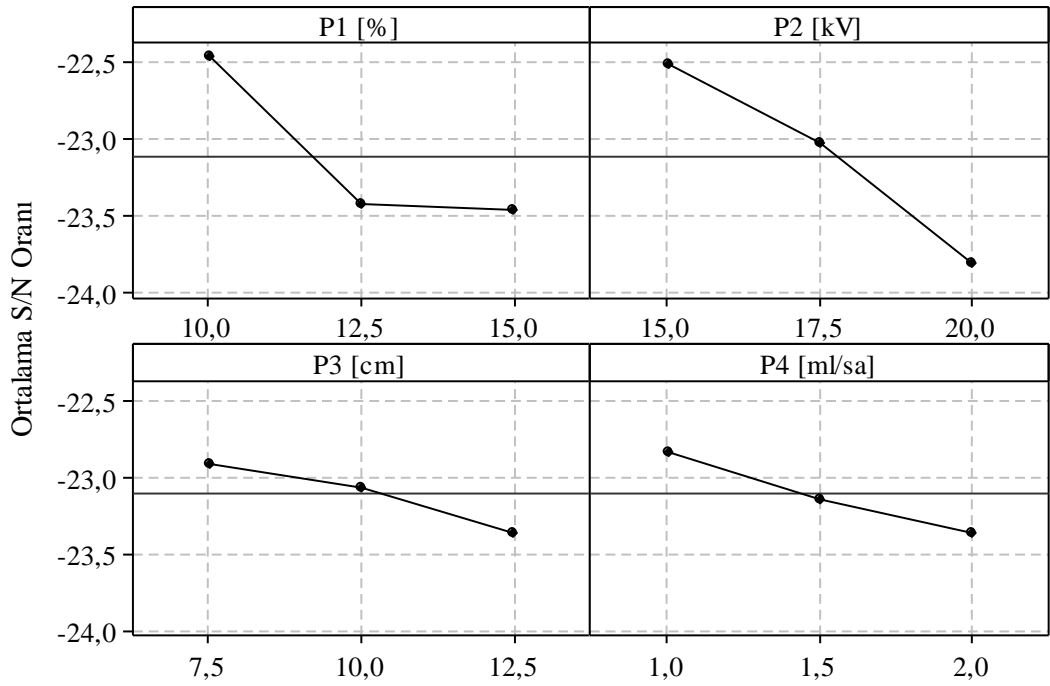
Çizelge 4.21. Silindir ve plaka toplayıcı minimum lif çapına yönelik optimum parametre değerleri

Parametre	Silindir Toplayıcı		Plaka Toplayıcı	
	Seviye	Değer	Seviye	Değer
P1: Konsantrasyon (ağırlıkça %)	S1	10,0	S1	10,0
P2: Voltaj (kV)	S2	17,5	S1	15,0
P3: Düze-toplayıcı arası mesafe (cm)	S2	10,0	S3	12,5
P4: Akış hızı (mL/sa)	S2	1,5	S2	1,5
P5: Silindir dönme hızı (rpm)	S3	500	-	-

Nano lif çapı standart sapma değerlerinin minimize edilmesinde, standart sapma S/N oranlarına ait temel etki diyagramlarından yararlanılmıştır. S/N oranı ne kadar büyük ise üretilen nano liflerin varyansı o kadar küçüktür (Albetran ve ark. 2015). Dolayısıyla standart sapmaya ait S/N oranını maksimize eden parametre seviyeleri, standart sapmayı minimize eden değerler olarak tespit edilmiştir. Standart sapma S/N oranlarına ait temel etki diyagramları silindir ve plaka toplayıcı için sırasıyla Şekil 4.14 ve 4.15'te verilmiştir. Standart sapmayı minimize eden parametre seviye ve değerleri Çizelge 4.22'de verilmiştir.



Şekil 4.14. Silindir toplayıcı nano lif çapı standart sapması S/N oranları için temel etki diyagramları



Şekil 4.15. Plaka toplayıcı nano lif çapı standart sapması S/N oranları için temel etki diyagramları

Çizelge 4.22. Silindir ve plaka toplayıcı minimum lif çapı standart sapmasına yönelik optimum parametre değerleri

Parametre	Silindir Toplayıcı		Plaka Toplayıcı	
	Seviye	Değer	Seviye	Değer
P1: Konsantrasyon (ağırlıkça %)	S2	12,5	S1	10,0
P2: Voltaj (kV)	S3	20,0	S1	15,0
P3: Düze-toplayıcı arası mesafe (cm)	S3	12,5	S1	7,5
P4: Akış hızı (mL/sa)	S3	2,0	S1	1,0
P5: Silindir dönme hızı (rpm)	S2	375	-	-

4.5. Çıktılara Ait Deneysel Modeller

Çalışma kapsamında yapılan deneylerle elde edilen veriler kullanılarak çıktılarla ilgili regresyon analizleri yapılmış ve her iki toplayıcı için çıktı değişkenlerine yönelik deneysel modeller elde edilmiştir. Modellerin elde edilmesine ilişkin tüm aşamalar, sadece silindir toplayıcı için nano lif çapı modellemesinde detaylandırılmıştır. Diğer çıktı modellemelerinde ise ara aşamalarındaki terimlerle ilgili çalışmalar elenmiş, sadece sonuç modeller verilerek kritik detaylar paylaşılmıştır. SPSS (IBM Corporation, New York,

SPSS Statistics v22, Bursa Uludağ Üniversitesi) programı, modellenen çıktı ile yüksek ilişime sahip olarak belirlediği terimleri otomatik olarak modelin dışına çıkartmakta modeli kalan terimler üzerinden kurmaktadır.

Nano lif çapına ilişkin regresyon analizinde ilk aşamada, tüm parametrelerin tekil olarak eklenmesinin yanında, ikişer olarak parametre çarpımları ve her parametrenin karesi de modele girdi olarak dâhil edilmiştir. Belirleme katsayısı (R^2) 0,956 olarak tespit edilen modelden istatistiksel olarak anlamlı olmayan (*önem derecesi* > 0,05) düşük önem düzeyindeki girdiler elenmiş ve yenilenen regresyon analizi sonucunda

$$D [nm] = -447,800 + 152,646 P1 [\%] - 21,376 P2 [kV] - 30,912 P3 [cm] - 105,232 P4 [ml/sa] - 0,079 P5 [rpm] + 0,027 (P1 [\%] P5 [rpm]) + 1,840 (P2 [kV] P3 [cm]) + 0,020 (P2 [kV] P5 [rpm]) + 2,314 (P3 [cm] P4 [ml/sa]) - 5,334 (P1 [\%])^2 - 0,367 (P3 [cm])^2 + 23,538 (P4 [ml/sa])^2 - 0,001 (P5 [rpm])^2 \quad (3.1)$$

denklemini, silindir toplayıcı için modele yönelik regresyon denklemi olarak elde edilmiştir. Bu modele ait regresyonun belirleme katsayıları Çizelge 4.23'te verilmiştir. Önerilen deneysel modelin belirleme katsayısı (R^2) 0,953'tür. Dolayısıyla önem düzeyi düşük olan terimlerin elenmesi sonrasında belirleme katsayısında %0,3'lük bir değişim olmuştur. Belirleme katsayısı, nano lif çapı üzerindeki toplam değişkenliğin %95,3'lük kısmının bu modelle açıklayabileceği anlamına gelmektedir.

Çizelge 4.23. Silindir toplayıcı nano lif çapı deneysel modeli için regresyon belirleme katsayısı sonucu

Model	R	R^2	Düzeltilmiş R^2	Tahminin Standart Hatası
3.1	0,976	0,953	0,936	14,557

Modelin anlamlılığına dair varyans analizi tablosu Çizelge 4.24'te görülmektedir. Burada regresyon kareler toplamının toplam kareler toplamı içindeki ağırlığının belirleyici olduğu ve regresyon modelinin önem düzeyinin (<0,05) yüksek olduğu görülmektedir. Dolayısıyla öngörülen model istatistiksel olarak anlamlıdır.

Regresyon katsayılarına ve parametre tahmin edicilerinin önem derecelerine ilişkin sonuçlar Çizelge 4.25'te görülmektedir. Burada üç girdi değişkeni dışındaki terimlerin

önem düzeylerinin düşük olduğu görülmektedir. Bu terimlerin tamamı model dışına alındığında kurulan denklemin belirleme katsayısı (R^2) 0,893'e düşmektedir. Bu çalışmada belirleme katsayısı yüksek olan ve Denklem (3.1)'de verilen modelin kullanımını önerilmiştir.

Çizelge 4.24. Silindir toplayıcı nano lif çapı deneysel modeline ilişkin varyans analizi sonuçları

Model 3.1	Kareler Toplamı	df	Kareler Ortalaması	F	Önem Düzeyi
Regresyon	158 633,201	13	12 202,554	57,584	0,000
Artıklar	7 840,677	37	211,910		
Toplam	166 473,878	50			

Çizelge 4.25. Silindir toplayıcı nano lif çapı modeli katsayılarının varyans analizi sonuçları

Model 3.1	Standartlaştırılmamış Katsayılar		Standartlaştırılmış Katsayılar	t	Önem Düzeyi
	B	Std. Hata	Beta		
Sabit	-447,800	299,715		-1,494	0,144
P1 [%]	152,646	29,774	5,359	5,127	0,000
P2 [kV]	-21,376	14,478	-0,750	-1,476	0,148
P3 [cm]	-30,912	22,553	-1,085	-1,371	0,179
P4 [mL/sa]	-105,232	129,053	-0,739	-0,815	0,420
P5 [rpm]	-0,079	0,599	-0,145	-0,132	0,896
P1xP5	0,027	0,013	0,732	2,138	0,039
P2xP3	1,840	0,922	1,366	1,996	0,053
P2xP5	0,020	0,020	0,689	0,992	0,327
P3xP4	2,314	7,879	0,190	0,294	0,771
P1xP1	-5,334	1,140	-4,704	-4,677	0,000
P3xP3	-0,367	0,873	-0,257	-0,420	0,677
P4xP4	23,538	23,732	0,496	0,992	0,328
P5xP5	-0,001	0,000	-1,109	-1,941	0,060

Silindir toplayıcı için nano lif çapı standart sapmasına ilişkin regresyon denkleminin tüm etkileşimli ve ikinci dereceden terimlerle yapılan analizinde belirleme katsayısı 0,556 olarak elde edilmiştir. Önem derecesi düşük tüm terimlerin elenmesi sonucunda elde edilen regresyon modelinin belirleme katsayısı (R^2) 0,235'e düşmüştür. Bu modelin önem düzeyi (0,029) de ilk modele göre (0,008) daha düşüktür O yüzden lif çapı

standart sapması üzerindeki deęişkenlięin %55,6'sını açıklayan model Denklem (3.2)'de verilmiř ve kullanımı önerilmiřtir.

$$St. Sp. [nm] = -44,213 + 6,525 P2 [kV] + 26,116 P3 [cm] + 8,985 P4 [ml/sa] - 0,584 P5 [rpm] - 1,300 (P1 [\%] P3 [cm]) - 0,001 (P1 [\%] P5 [rpm]) - 0,0697 (P2 [kV] P3 [cm]) - 2,759 (P2 [kV] P4 [ml/sa]) + 0,012 (P2 [kV] P5 [rpm]) + 1,434 (P3 [cm] P4 [ml/sa]) + 0,005 (P3 [cm] P5 [rpm]) + 0,077 (P4 [ml/sa] P5 [rpm]) + 0,583 (P1 [\%])^2 - 0,170 (P3 [cm])^2 - 7,488 (P4 [ml/sa])^2 - 0,0001 (P5 [rpm])^2 \quad (3.2)$$

Silindir toplayıcı için gözenek boyutuna iliřkin regresyon denkleminin tüm etkileřimli ve ikinci dereceden terimlerle yapılan analizinde belirleme katsayısı 0,832 olarak elde edilmiřtir. Önem derecesi düşük tüm terimlerin elenmesi sonucunda elde edilen regresyon modelinin belirleme katsayısı (R^2) 0,690'a düşmüřtür. Her iki modelin de önem düzeyi (0,000) olduęundan gözenek boyutu üzerindeki deęişkenlięin %83,2'sini açıklayan model Denklem (3.3)'te verilmiř ve kullanımı önerilmiřtir.

$$PS [nm^2] = 3\,916\,260,680 - 244\,112,392 P2 [kV] - 409\,097,111 P3 [cm] + 1\,069\,604,628 P4 [ml/sa] - 5\,197,780 P5 [rpm] + 14\,518,606 (P1 [\%] P3 [cm]) + 377,382 (P1 [\%] P5 [rpm]) + 18\,095,872 (P2 [kV] P3 [cm]) - 18\,220,304 (P2 [kV] P4 [ml/sa]) + 311,907 (P2 [kV] P5 [rpm]) - 140\,569,567 (P3 [cm] P4 [ml/sa]) - 227,881 (P3 [cm] P5 [rpm]) - 58,111 (P4 [ml/sa] P5 [rpm]) - 7\,172,006 (P1 [\%])^2 + 9\,445,320 (P3 [cm])^2 + 269\,316,814 (P4 [ml/sa])^2 - 2,688 (P5 [rpm])^2 \quad (3.3)$$

Plaka toplayıcı için nano lif çapına iliřkin regresyon denkleminin tüm etkileřimli ve ikinci dereceden terimlerle yapılan analizinde belirleme katsayısı 0,929 olarak elde edilmiřtir. Önem derecesi düşük tüm terimlerin elenmesi sonucunda elde edilen regresyon modelinin belirleme katsayısı (R^2) yine 0,929 olarak hesaplanmıřtır. Her iki modelin de önem düzeyi (0,000) ve terim sayısı da aynı olduęundan nano lif çapı deęişiminin %92,9'unu açıklayan model Denklem (3.4)'te verilmiř ve kullanımı önerilmiřtir.

$$D [nm] = -134,065 + 56,052 P3 [cm] - 5,028 (P2 [kV] P3 [cm]) - 21,369 (P2 [kV] P4 [ml/sa]) - 19,192 (P3 [cm] P4 [ml/sa]) + 0,396 (P1 [\%])^2 + 2,542 (P2 [kV])^2 + 2,858 (P3 [cm])^2 + 180,533 (P4 [ml/sa])^2 \quad (3.4)$$

Plaka toplayıcı için nano lif çapı standart sapmasına iliřkin regresyon denkleminin tüm etkileřimli ve ikinci dereceden terimlerle yapılan analizinde belirleme katsayısı 0,498 olarak elde edilmiřtir. Tüm terimlerin önem derecesi düşük olmakla birlikte regresyon

modelinin de önem düzeyi ($>0,05$) düşüktür. Sadece temel parametreler ile yapılan regresyon analizinde model anlamlılığı yükselmiş (0,012) ancak belirleme katsayısı 0,430'a düşmüştür. O yüzden lif çapı standart sapması üzerindeki değişkenliğin %49,8'ini açıklayan model Denklem (3.5)'de verilmiş ve kullanımı önerilmiştir.

$$St. Sp. [nm] = 52,291 + 9,719 P1 [\%] - 110,827 P4 [ml/sa] - 0,488 (P1 [\%] P2 [kV]) - 0,930 (P1 [\%] P4 [ml/sa]) - 1,487 (P2 [kV] P3 [cm]) + 0,694 (P2 [kV])^2 + 1,043 (P3 [cm])^2 + 38,641 (P4 [ml/sa])^2 \quad (3.5)$$

Plaka toplayıcı için gözenek boyutuna ilişkin regresyon denkleminin tüm etkileşimli ve ikinci dereceden terimlerle yapılan analizinde belirleme katsayısı 0,754 olarak elde edilmiştir. Önem derecesi düşük tüm terimlerin elenmesi sonucunda elde edilen regresyon modelinin belirleme katsayısı (R^2) 0,621'e düşmüştür. Her iki modelin de önem düzeyi (0,000) olduğundan gözenek boyutu üzerindeki değişkenliğin %75,4'ünü açıklayan model Denklem (3.6)'da verilmiş ve kullanımı önerilmiştir.

$$PS [nm^2] = -810 480,755 + 183 822,299 P3 [cm] - 21 766,990 (P2 [kV] P3 [cm]) - 47 805,033 (P3 [cm] P4 [ml/sa]) - 147 095,030 (P2 [kV] P4 [ml/sa]) + 818,813 (P1 [\%])^2 + 12 704,232 (P2 [kV])^2 + 15 574,542 (P3 [cm])^2 + 945 847,042 (P4 [ml/sa])^2 \quad (3.6)$$

Regresyon analizleri sonucunda elde edilen modellerin belirleme katsayılarına dikkat edildiğinde nano lif çapını veren modellerin en yüksek belirleme katsayılarına ulaştığı görülmektedir. Önceki bölümlerde de belirtildiği gibi gözenek boyutunun kontrolü için nano lif çapının kontrolü yeterlidir. Dolayısıyla gözenek boyutu gibi varyansı oldukça yüksek çıktılar için regresyon modelleri ancak belirli ölçüde güvenilirlikle kullanılabilirler. Tahmin edici modeller, deneyler öncesinde parametre uzayının belirlenmesinde kullanılabilecekleri gibi çalışmada kullanılan parametre seviyelerinin ara değer tahminlerinde de kullanılmalrı mümkündür.

Standart sapmanın modellenmesi yerine toplayıcı bazında nano lif çapı modellerinden [Denklem (3.1) ve (3.4)] çap çıktısı değerlerinin tahmin edilmesi ve ardından bu değerlerin standart sapmasının hesaplanması, çıktı üzerindeki değişkenliğin açıklanma oranına pozitif etki edebilir.

5. SONUÇ

Tez çalışması kapsamında ele alınan elektrospinning sürecine ait işlem parametreleri deneysel bir yaklaşımla incelenmiş ve çok yönlü olarak analiz edilmiştir. Kaynak araştırması sonucunda belirlenen girdi parametreleri çözelti konsantrasyonu, voltaj, düze – toplayıcı mesafesi, akış hızı ve silindir toplayıcı dönme hızıdır. Çıktı parametreleri olarak üretilen nano liflerin çapı ve toplanan yüzeylere ait gözenek boyutu ele alınmıştır.

Deneysel yaklaşım olarak, tam faktöriyel deney tasarımına oranla daha az sayıda deney gerektiren, buna karşılık sonuç güvenilirliği yüksek olan Taguchi deneysel tasarımı seçilmiştir. Deneyler silindir ve plaka toplayıcıyla yapılmış ve sırasıyla L18 ve L9 ortogonal dizileri uygulanmıştır. Üç tekrarlı olarak yapılan deneyler sonucunda silindir toplayıcıda bir parametre grubunda lif oluşumu gözlenmemiştir. Konsantrasyon ve voltaj parametreleri en düşük seviyede toplayıcı mesafesinin en yüksek seviyede olduğu bu parametre bloğunda, oluşan çözelti damlasına etki eden çekim kuvveti, yüzey geriliminden düşük kalmış ve Taylor konisi oluşumu gözlenmemiştir. Diğer tüm parametre gruplarında lif üretimi başarılı şekilde oluşmuş ve elli bir adet nano lif yüzey üretimi gerçekleştirilmiştir.

Taramalı elektron mikroskopuyla yapılan görüntülemeler üzerinden bir yazılım programı yardımıyla nano lif çapları ve gözenek boyutu ölçümleri tamamlanmış, lif çapı standart sapması ve % gözeneklilik parametreleri de ayrıca hesaplanmıştır.

Taguchi deneysel tasarımının objektif fonksiyon olarak önerdiği S/N oranları minimum lif çapı doğrultusunda hesaplanarak, parametre grupları bazında tekrar deneylerinin ortalamaları alınmış ve çıktı değerleri belirlenmiştir.

Her bir parametre seviyesi temel alınarak ayrıştırılan çıktı parametrelerinde, nano lif çapı ve standart sapma değerlerini minimize edecek şekilde parametre etkileri, ardışık olarak aralık ve varyans analizleriyle irdelenmiş ve aşağıdaki sonuçlara ulaşılmıştır:

Toplayıcı türünden bağımsız şekilde çözelti konsantrasyonu, nano lif çapı üzerinde en etkili parametredir. Söz konusu bulgu varyans analiziyle de teyit edilmiştir. Buna karşın konsantrasyonun lif çapı standart sapması üzerindeki etkisi genel olarak düşük olmakla birlikte, plaka toplayıcıda silindir toplayıcıya oranla daha yüksektir.

Silindir toplayıcıda dönme hızı, aralık analizinde nano lif çapına etki eden en etkili ikinci parametre olarak tespit edilmiştir. Ancak standart sapma üzerindeki etkisi oldukça düşüktür. Varyans analizi sonucunda ise dönme hızının çıktılar üzerinde istatistiksel açıdan anlamlı bir fark oluşturmadığı görülmüştür.

Her iki toplayıcı için de diğer parametrelerin etki derecelendirmeleri aynı olarak tespit edilmiştir ve sırasıyla voltaj, akış hızı ve düze – toplayıcı mesafesi şeklinde sıralanmaktadır. Her üç girdi parametresinin de belirli bir eşik değer etrafında çıktı parametreleri üzerinde karşıt etkilere sebep olduğu gözlenmiştir. Bu karşıt etkilerin standart sapmanın kontrolü için dengede tutulması gerekmektedir.

Elektrostatik alan kuvvetini belirleyen voltaj ve düze – toplayıcı mesafesi, her iki toplayıcı türünde de standart sapma üzerinde sırasıyla en etkili ikinci ve birinci parametre olarak belirlenmiştir. Varyans analizi sonuçlarıyla toplayıcı mesafesinin standart sapma üzerindeki etkisi doğrulanmış, ancak voltajın çıktılar üzerinde istatistiksel açıdan anlamlı bir etkisi olduğu doğrulanmamıştır.

Plaka toplayıcıda standart sapma üzerinde en az etkili parametre olarak tespit edilen akış hızı, silindir toplayıcıda üçüncü etkili parametre olarak derecelendirilmiştir. Ancak varyans analizi sonucunda akış hızının çıktılar üzerinde anlamlı bir etkisi olduğu doğrulanmamıştır.

Nano lif çapı ile gözenek boyutu yüksek ilgileşime ($<0,01$) sahiptir. Dolayısıyla nano lif çapının kontrolü yoluyla gözenek boyutu da kontrol edilebilir. Gözeneklilik yüzdesi ile nano lif çapı arasında ise negatif ilgileşim mevcuttur, ancak anlamlılık seviyesi daha düşüktür ($<0,05$). İlk bulgu varyans analizinde de doğrulanmıştır.

Voltaj ve akış hızı parametrelerinin lif çapı üzerindeki etkileri, toplayıcı türü bazında farklıdır. Dolayısıyla etki derecelendirmesi aynı olan parametrelerin, çıktı üzerindeki etkilerinin oldukça farklı olabileceğine dikkat edilmesi gerekmektedir. Etkileşimlerin analiz edilerek toplayıcı bazındaki tepkilerin dikkate alınması önemlidir.

Çözelti konsantrasyonu, nano lif çapı üzerinde belirgin şekilde etkili bir parametre olduğundan, diğer parametrelerin etkileşimde bir fark oluşturmaları ancak orta ve yüksek konsantrasyon seviyelerinde mümkün olmuştur. Düşük konsantrasyon seviyeleri, her parametreye karşı çap üzerinde belirleyici rol oynamaktadır.

Silindir dönme hızının diğer parametrelerle etkileşiminde tümüyle etkisiz kaldığı kontur grafiklerinde net şekilde gözlenmiştir.

Voltajın toplayıcı mesafesi ve akış hızıyla olan etkileşimlerinde silindirin dönme hareketinin lif çapı aralıklarını etkilediği ve plaka toplayıcının bu iki etkileşime daha hassas tepki verdiği gözlenmiştir. Silindirde çap aralığı değişim tepkisi gecikirken plaka toplayıcı çok daha hızlı çap değişimi tepkisi vermektedir. Buna karşılık toplayıcı mesafesiyle akış hızı etkileşiminde çap değişimi tepkisi her iki toplayıcıda da benzer şekilde oluşmaktadır. Bu parametre etkileşimlerinin tamamında karşıt etkiler kontrol altına alınarak her iki parametrenin benzer oranlarda artırılmasıyla çıktı parametresi açısından düşük çap bölgesinde kalınmasının mümkün olduğu kontur grafiklerinde gözlenmiştir.

Standart sapma üzerindeki parametre etkileşim etkileri her iki toplayıcı türünde de benzerdir. Kontur grafiklerinden faydalanılarak düşük standart sapma bölgeleri üzerinden parametre aralıkları belirlenebilir.

İşlem parametrelerinin optimizasyonu amacıyla her iki toplayıcı için de temel etki diyagramları üzerinden S/N oranını maksimize eden değerler belirlenmiştir. Bu değerler aynı zamanda minimum nano lif çapını sağlayacak olan değerlerdir.

Girdi parametrelerinin çıktı parametreleriyle ilişkisine yönelik matematiksel modellemeler regresyon analizi yoluyla yapılmış ve nano lif çapına yönelik modellerde silindir ve plaka toplayıcı için sırasıyla %95,3 ve %92,9 belirleme katsayılarına ulaşılmıştır.

Atomik ölçekteki olgular üzerinde nedensellik prensibinin direkt olarak uygulanabilir olmadığı bilindiğinden (Reichenbach 1998) ve elektrospinning sürecinin istatistiksel analiziyle ilgili kaynaklar, süreç parametrelerinin etkileri konusunda karışık bulgular içerdiğinden, nano ölçekte uğraşan alanlarda nedensellik prensibinin uygulanabilirlik sınırlarının netleştirilmesi önemli bir çalışma alanı haline gelebilir.

Tez çalışması kapsamında yapılan araştırmalar ve elde edilen sonuçlarla ilgili kıyaslamalar, nano ölçekteki olguların, atomik ölçekte makro ölçek arasında bir geçiş evreni oluşturmakta olduğuna işaret etmektedir. Dolayısıyla makro ölçekte geçerliliği kolaylıkla ortaya konulabilen nedensellik yasası gibi bazı yasaların nano boyuttaki olguları açıklamakta kısmen yetersiz kaldığı görülmektedir. Elektrospinning gibi çıktıları nano ölçekte boyut içeren süreçlere etki eden faktörler ve bu faktörlerin sürecin çıktılarına etki etme biçimleri ve yönleri birbirleriyle doğrudan kıyaslanabilir değildir.

Nedensel bağıntıların tanımlanmasındaki bu yetersizlik söz konusu süreçlerde tahmin modellerinin de güvenilirliğini sorgulanabilir hale getirmektedir. Nano boyutun dâhil olduğu süreçler başlı başına tekil bir süreç olarak ele alınmalı ve kendi içinde değerlendirilerek modellenmelidir. Tahmin modellerinin oluşturulması esnasında kontrol edilen parametre sayısı maksimize edilmeli ve ayırt edilebilen ve ölçülebilen tüm parametreler modele dâhil edilmelidir. Geçiş evrenindeki olguların gerçeğe yakın şekilde modellenmesi bu şekilde mümkün olmakla birlikte bu modellemelerin hiç biri birbiriyle doğrudan kıyaslanabilir olmayacaktır.

KAYNAKLAR

- Abdal-hay, A., Hamdy, A.S., Khalil, K.A., Lim, J.H. 2015.** A novel simple one-step air jet spinning approach for deposition of poly(vinyl acetate)/hydroxyapatite composite nanofibers on Ti implants. *Materials Science and Engineering, C* 49: 681-690.
- Abuzade, R.A., Zadhoush, A., Gharehaghaji, A.A. 2012.** Air permeability of electrospun polyacrylonitrile nanoweb. *Journal of Applied Polymer Science*, 126: 232-243.
- Agarwal, P., Mishra, P.K., Srivastava, P. 2012.** Statistical optimization of the electrospinning process for chitosan/polylactide nanofabrication using response surface methodology. *Journal of Materials Science*, 47: 4262-4269.
- Agarwal, S., Greiner, A., Wendorff, J.H. 2013.** Functional materials by electrospinning of polymers. *Progress in Polymer Science*, 38(6): 963-991.
- Ahmadipourrouposht, M., Fallahiarezoudar, E., Yusof, N.M., Idris, A. 2015.** Application of response surface methodology in optimization of electrospinning process to fabricate (ferrofluid/polyvinyl alcohol) magnetic nanofibers. *Materials Science and Engineering, C*50: 234-241.
- Albetran, H., Dong, Y., Low, I.M. 2015.** Characterization and optimization of electrospun TiO₂/PVP nanofibers using Taguchi design of experiment method. *Journal of Asian Ceramic Societies*, 3: 292–300.
- Ali, A.A., Eltabey, M.M., Farouk, W.M., Zoalfakar, S.H. 2014.** Electrospun precursor carbon nanofibers optimization by using response surface methodology. *Journal of Electrostatics*, 72: 462-469.
- Amiraliyan, N., Nouri, M., Kish, M.H. 2009.** Electrospinning of silk nanofibers. I. An investigation of nanofiber morphology and process optimization using response surface methodology. *Fibers and Polymers*, 10(2): 167-176.
- Asran, A.S., Henning, S., Michler, G.H. 2010.** Polyvinyl alcohol–collagen–hydroxyapatite biocomposite nanofibrous scaffold: Mimicking the key features of natural bone at the nanoscale level. *Polymer*, 51: 868-876.
- Bang, H., Gopiraman, M., Kim, B.-S., Kim, S.-H., Kim, I.-S. 2012.** Effects of pH on electrospun PVA/acid-treated MWNT composite nanofibers. *Colloids and Surfaces A: Physicochem. Eng. Aspects*, 409: 112– 117.
- Barzegar, F., Bello, A., Fabiane, M., Khamlich, S., Momodu, D., Taghizadeh, F., Dangbegnon, J., Manyala, N. 2015.** Preparation and characterization of poly(vinyl alcohol)/graphene nanofibers synthesized by electrospinning. *Journal of Physics and Chemistry of Solids*, 77: 139-145.

Bazargan, A.M., Fateminia, S.M.A., Ganji, M.E., Bahrevar, M.A. 2009. Electrospinning preparation and characterization of cadmium oxide nanofibers. *Chemical Engineering Journal*, 155: 523-527.

Bazargan, A.M., Keyanpour-rad, M., Hesari, F.A., Ganji, M.E. 2011. A study on the microfiltration behavior of self-supporting electrospun nanofibrous membrane in water using an optical particle counter. *Desalination*, 265: 148-152.

Batani, A., Ababneh, A., Elliott, J.A.W., Neumann, A.W., Amirfazli, A. 2005. Effect of gravity and electric field on shape and surface tension of drops. *Advances in Space Research*, 36: 64-69.

Batani, A., Amirfazli, A., Neumann, A.W. 2006. Effects of an electric field on the surface tension of conducting drops. *Colloids and Surfaces A: Physicochem. Eng. Aspects*, 289: 25-38.

Bognitzki, M., Czado, W., Frese, T., Schaper, A., Hellwig, M., Steinhart, M., Greiner, A., Wendorff, J.H. 2001. Nanostructured fibers via electrospinning. *Advanced Materials*, 13(1): 70-72.

Bolto, B., Tran, T., Hoang, M., Xie, Z. 2009. Crosslinked poly(vinyl alcohol) membranes. *Progress in Polymer Science*, 34: 969-981.

Bosworth, L.A., Turner, L.-A., Cartmell, S.H. 2013. State of the art composites comprising electrospun fibres coupled with hydrogels: a review. *Nanomedicine: Nanotechnology, Biology, and Medicine*, 9: 322-335.

Buchko, C.J., Chen, L.C., Shen, Y., Martin, D.C. 1999. Processing and microstructural characterization of porous biocompatible protein polymer thin films. *Polymer*, 40: 7397-7407.

Carnell, L.S., Siochi, E.J., Wincheski, R.A., Holloway, N.M., Clark, R.L. 2009. Electric field effects on fiber alignment using an auxiliary electrode during electrospinning. *Scripta Materialia*, 60: 359-361.

Cengiz, F., Krucińska, I., Gliścińska, E., Chrzanowski, M., Göktepe, F. 2009. Comparative Analysis of Various Electrospinning Methods of Nanofibre Formation. *Fibres & Textiles in Eastern Europe*, 17 (1(72)): 13-19.

Chen, J.-P., Ho, K.-H., Chiang, Y.-P., Wu, K.-W. 2009. Fabrication of electrospun poly(methyl methacrylate) nanofibrous membranes by statistical approach for application in enzyme immobilization. *Journal of Membrane Science*, 340: 9-15.

Cho, D., Hoepker, N., Frey, M.W. 2012. Fabrication and characterization of conducting polyvinyl alcohol nanofibers. *Materials Letters*, 68: 293-295.

Coles, S.R., Jacobs, D.K., Meredith, J.O., Barker, G., Clark, A.J., Kirwan, K., Stanger, J., Tucker, N. 2010. A design of experiments approach to material properties optimization of electrospun nanofibers. *Journal of Applied Polymer Science*, 117: 2251–2257.

Colmenares-Roldán, G.J., Quintero-Martínez, Y., Agudelo-Gómez, L.M., Rodríguez-Vinasco, L.F., Hoyos-Palacio, L.M. 2017. Influence of the molecular weight of polymer, solvents and operational condition in the electrospinning of polycaprolactone. *Revista Facultad de Ingeniería Universidad de Antioquia*, 84: 35-45.

Cui, W., Li, X., Zhou, S., Weng, J. 2007. Investigation on process parameters of electrospinning system through orthogonal experimental design. *Journal of Applied Polymer Science*, 103: 3105–3112.

Çavdar, F.Y., Uğuz, A. 2019. A comparative study of electrospinning process for two different collectors: The effect of the collecting method on the nanofiber diameters. *Mechanical Engineering Journal*, 6(1): 1-17.

Dehghan, S.F., Golbabbei, F., Maddah, B., Latifi, M., Pezeshk, H., Hasanzadeh, M., Akbar-Khazadeh, F. 2016. Optimization of electrospinning parameters for polyacrylonitrile-MgO nanofibers applied in air filtration. *Journal of the Air & Waste Management Association*, 66(9): 912-921.

Dehghan, S.F., Golbabbei, F., Maddah, B., Yarahmadi, R., Zadeh, A.S. 2015. Experimental investigations on electrospun mat production: For use in high-performance air filters. *International Journal of Occupational Hygiene*, 7(3): 110-118.

Ding, B., Kimura, E., Sato, T., Fujita, S., Shiratori, S. 2004. Fabrication of blend biodegradable nanofibrous nonwoven mats via multi-jet electrospinning. *Polymer*, 45: 1895-1902.

Doustgani, A. 2016. Optimization of mechanical and structural properties of PVA nanofibers. *Journal of Industrial Textiles*, 46(3): 901–913.

Du, Q., Harding, D.R., Yang, H. 2013. Helical peanut-shaped poly(vinyl pyrrolidone) ribbons generated by electrospinning. *Polymer*, 54: 6752-6759.

Elsabee, M.Z., Naguib, H.F., Morsi, R.E. 2012. Chitosan based nanofibers, review. *Materials Science and Engineering, C* 32: 1711-1726.

Fang, W., Yang, S., Yuan, T.-Q., Charlton, A., Sun, R.-C. 2017. Effects of various surfactants on alkali lignin electrospinning ability and spun fibers. *Industrial & Engineering Chemistry Research*, 56: 9551–9559.

Fashandi, H., Karimi, M. 2012. Characterization of porosity of polystyrene fibers electrospun at humid atmosphere. *Thermochimica Acta*, 547: 38-46.

Feng, C., Khulbe, K.C., Matsuura, T., Ismail, A.F. 2013. Recent progresses in polymeric hollow fiber membrane preparation, characterization and applications. *Separation and Purification Technology*, 111: 43-71.

Fennessey, S.F., Farris, R.J. 2004. Fabrication of aligned and molecularly oriented electrospun polyacrylonitrile nanofibers and the mechanical behavior of their twisted yarns. *Polymer*, 45: 4217-4225.

Fong, H., Chun, I., Reneker, D.H. 1999. Beaded nanofibers formed during electrospinning. *Polymer*, 40: 4585-4592.

Forward, K.M., Rutledge, G.C. 2012. Free Surface Electrospinning from a Wire Electrode. *Chemical Engineering Journal*, 183: 492– 503.

Gao, Q., Takizawa, J., Kimura, M. 2013. Hydrophilic non-wovens made of cross-linked fully-hydrolyzed poly(vinyl alcohol) electrospun nano fibers. *Polymer*, 54: 120-126.

García-López, E., Olvera-Trejo, D., Velásquez-García, L.F. 2017. 3D printed multiplexed electrospinning sources for large-scale production of aligned nanofiber mats with small diameter spread. *Nanotechnology*, 28: 425302 (12pp).

Gómez-Tejedor, J.A., Overberghe, N.V., Rico, P., Ribelles, J.L.G. 2011. Assessment of the parameters influencing the fiber characteristics of electrospun poly(ethyl methacrylate) membranes. *European Polymer Journal*, 47: 119-129.

Gökçe, B., Taşgetiren, S. 2009. Kalite İçin Deney Tasarımı. *Makine Teknolojileri Elektronik Dergisi*, 6(1): 71-83.

Gönen, S.Ö., Taygun, M.E., Küçükbayrak, S. 2016. Evaluation of the factors influencing the resultant diameter of the electrospun gelatin/sodium alginate nanofibers via Box–Behnken design. *Materials Science and Engineering*, C58: 709-723.

Gu, S.Y., Ren, J., Vancso, G.J. 2005. Process optimization and empirical modeling for electrospun polyacrylonitrile (PAN) nanofiber precursor of carbon nanofibers. *European Polymer Journal*, 41: 2559-2568.

Gu, S.-Y., Ren, J. 2005. Process optimization and empirical modeling for electrospun poly(D,L-lactide) fibers using response surface methodology. *Macromolecular Materials and Engineering*, 290: 1097–1105.

Guimard, N.K., Gomez, N., Schmidt, C.E. 2007. Conducting polymers in biomedical engineering. *Progress in Polymer Science*, 32: 876-921.

Gule, N.P., de Kwaadsteniet, M., Cloete, T.E., Klumperman, B. 2013. Furanone-containing poly(vinyl alcohol) nanofibers for cell-adhesion inhibition. *Water Research*, 47: 1049-1059.

- Gupta, P., Wilkes, G.L. 2003.** Some investigations on the fiber formation by utilizing a side-by-side bicomponent electrospinning approach. *Polymer*, 44: 6353-6359.
- Hadjizadeh, A., Ajji, A., Bureau, M.N. 2011.** Nano/micro electro-spun polyethylene terephthalate fibrous mat preparation and characterization. *Journal of The Mechanical Behavior of Biomedical Materials*, 4: 340-351.
- Hakkak, F., Rafizadeh, M. 2013.** Optimization of electrospun polyacrylonitrile / poly(vinylidene fluoride) nanofiber diameter using the response surface method. *Journal of Macromolecular Science, Part B: Physics*, 52: 1250–1264.
- Hakkak, F., Rafizadeh, M., Sarabi, A.A., Yousefi, M. 2015.** Optimization of ionic conductivity of electrospun polyacrylonitrile/poly (vinylidene fluoride) (PAN/PVdF) electrolyte using the response surface method (RSM). *Ionics*, 21: 1945–1957.
- Han, T., Reneker, D.H., Yarin, A.L. 2007.** Buckling of jets in electrospinning. *Polymer*, 48: 6064-6076.
- Han, W., Nurwaha, D., Li, C., Wang, X. 2014.** Free surface electrospun fibers: The combined effect of processing parameters. *Polymer Engineering and Science*, 54: 189-197.
- Heikkilä, P., Harlin, A. 2008.** Parameter study of electrospinning of polyamide-6. *European Polymer Journal*, 44: 3067-3079.
- Holzmeister, A., Yarin, A.L., Wendorff, J.H. 2010.** Barb formation in electrospinning: Experimental and theoretical investigations. *Polymer*, 51: 2769-2778.
- Hong, Y., Shang, T., Li, Y., Wang, L., Wang, C., Chen, X., Jing, X. 2006.** Synthesis using electrospinning and stabilization of single layer macroporous films and fibrous networks of poly(vinyl alcohol). *Journal of Membrane Science*, 276: 1-7.
- Hou, H., Jun, Z., Reuning, A., Schaper, A., Wendorff, J.H., Greiner, A. 2002.** Poly(*p*-xylylene) nanotubes by coating and removal of ultrathin polymer template fibers. *Macromolecules*, 35: 2429-2431.
- Hou, H., Wang, L., Wei, G., Chen, J., Yang, W., Tang, B., Gao, F. 2014.** Fabrication of TiO₂/SiO₂ hybrid fibers with tunable internal porous structures. *Ceramics International*, 40: 16309-16316.
- Huang, L., McMillan, R.A., Apkarian, R.P., Pourdeyhimi, B., Conticello, V.P., Chaikof, E.L. 2000.** Generation of synthetic elastin-mimetic small diameter fibers and fiber networks. *Macromolecules*, 33: 2989-2997.
- Huang, L., Bui, N.-N., Manickam, S.S., McCutcheon, J.R. 2011.** Controlling electrospun nanofiber morphology and mechanical properties using humidity. *Journal of Polymer Science Part B: Polymer Physics*, 49: 1734–1744.

- Ico, G., Showalter, A., Bosze, W., Gott, S.C., Kim, B.S., Rao, M.P., Myung, N.V., Nam, J. 2016.** Size-dependent piezoelectric and mechanical properties of electrospun P(VDF-TrFE) nanofibers for enhanced energy harvesting. *Journal of Materials Chemistry A*, 4: 2293-2304.
- Islam, M.S., Karim, M.R. 2010.** Fabrication and characterization of poly(vinyl alcohol)/alginate blend nano fibers by electrospinning method. *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, 366: 135-140.
- Jia, B.-B., Wang, J.-N., Wu, J., Li, C.-J. 2014.** “Flower-Like” PA6@Mg(OH)₂ electrospun nanofibers with Cr (VI)-removal capacity. *Chemical Engineering Journal*, 254: 98-105.
- Jiang, G., Zhang, S., Wang, Y., Qin, X. 2015.** An improved free surface electrospinning with micro-bubble solution system for massive production of nanofibers. *Materials Letters*, 144: 22-25.
- Jiang, H., Wang, L., Zhu, K. 2014.** Coaxial electrospinning for encapsulation and controlled release of fragile water-soluble bioactive agents. *Journal of Controlled Release*, 193: 296-303.
- Kalayci, V.E., Patra, P.K., Kim, Y.K., Ugbolue, S.C., Warner, S.B. 2005.** Charge consequences in electrospun polyacrylonitrile (PAN) nanofibers. *Polymer*, 46: 7191-7200.
- Kameoka, J., Craighead, H.G. 2003.** Fabrication of oriented polymeric nanofibers on planar surfaces by electrospinning. *Applied Physics Letters*, 83: 371-373.
- Kanafchian, M., Valizadeh, M., Haghi, A.K. 2011.** Electrospun nanofibers with application in nanocomposites. *Korean Journal of Chemical Engineering*, 28(2): 428-439.
- Kenawy, E.-R., Abdel-Hay, F.I., El-Newehy, M.H., Wnek, G.E. 2007.** Controlled release of ketoprofen from electrospun poly(vinyl alcohol) nanofibers. *Materials Science and Engineering, A* 459: 390-396.
- Kessick, R., Tepper, G. 2004.** Microscale polymeric helical structures produced by electrospinning. *Applied Physics Letters*, 84(23): 4807-4809.
- Khalili, S., Khorasani, S.N., Saadatkish, N., Khoshakhlagh, K. 2016.** Characterization of gelatin / cellulose acetate nanofibrous scaffolds: Prediction and optimization by response surface methodology and artificial neural networks. *Polymer Science, Series A*, 58(3): 399-408.
- Khamforoush, M., Agha-Moalapour, R. 2016.** Optimization of rotating-jet electrospinning process using response surface methodology. *Iranian Polymer Journal*, 25: 875-886.

Khanlou, H.M., Ang, B.C., Talebian, S., Afifi, A.M., Andriyana, A. 2015a. Electrospinning of polymethyl methacrylate nanofibers: optimization of processing parameters using the Taguchi design of experiments. *Textile Research Journal*, 85(4): 356-368.

Khanlou, H.M., Ang, B.C., Talebian, S., Barzani, M.M., Silakhori, M., Fauzi, H. 2015b. Multi-response analysis in the processing of poly (methyl methacrylate) nanofibres membrane by electrospinning based on response surface methodology: Fibre diameter and bead formation. *Measurement*, 65: 193-206.

Khil, M.S., Kim, H.Y., Kim, M.S., Park, S.Y., Lee, D.-R. 2004. Nanofibrous mats of poly(trimethylene terephthalate) via electrospinning. *Polymer*, 45: 295-301.

Kim, G.H., Cho, Y.-S., Kim, W.D. 2006. Stability analysis for multi-jets electrospinning process modified with a cylindrical electrode. *European Polymer Journal*, 42: 2031-2038.

Kim, S.J., Shin, K.M., Kim, S.I. 2004. The effect of electric current on the processing of nanofibers formed from poly(2-acrylamido-2-methyl-1-propane sulfonic acid). *Scripta Materialia*, 51: 31–35.

Kong, L., Ziegler, G.R. 2013. Quantitative relationship between electrospinning parameters and starch fiber diameter. *Carbohydrate Polymers*, 92: 1416-1422.

Konwarh, R., Karak, N., Misra, M. 2013a. Electrospun cellulose acetate nanofibers: The present status and gamut of biotechnological applications. *Biotechnology Advances*, 31: 421-437.

Konwarh, R., Misra, M., Mohanty, A.K., Karak, N. 2013b. Diameter-tuning of electrospun cellulose acetate fibers: A Box–Behnken design (BBD) study. *Carbohydrate Polymers*, 92: 1100-1106.

Koombhongse, S., Liu, W., Reneker, D.H. 2001. Flat polymer ribbons and other shapes by electrospinning. *Journal of Polymer Science Part B: Polymer Physics*, 39: 2598–2606.

Koski, A., Yim, K., Shivkumar, S. 2004. Effect of molecular weight on fibrous PVA produced by electrospinning. *Materials Letters*, 58: 493– 497.

Kostakova, E., Meszaros, L., Gregr, J. 2009. Composite nanofibers produced by modified needleless electrospinning. *Materials Letters*, 63: 2419–2422.

Krogstad, E.A., Woodrow, K.A. 2014. Manufacturing scale-up of electrospun poly(vinyl alcohol) fibers containing tenofovir for vaginal drug delivery. *International Journal of Pharmaceutics*, 475: 282-291.

Kuchibhatla, S.V.N.T., Karakoti, A.S., Bera, D., Seal, S. 2007. One dimensional nanostructured materials. *Progress in Materials Science*, 52: 699-913.

- LeCorre-Bordes, D., Tucker, N., Huber, T., Buunk, N., Staiger, M.P. 2016.** Shear-electrospinning: extending the electrospinnability range of polymer solutions. *Journal of Materials Science*, 51: 6686–6696.
- Ledolter, J. 2011.** Designed experiments in nanotechnology: Reviewing the statistical analyses of five studies. *Quality Technology & Quantitative Management*, 8(2): 183-209.
- Li, D., Wang, Y., Xia, Y. 2004.** Electrospinning nanofibers as uniaxially aligned arrays and layer-by-layer stacked films. *Advanced Materials*, 16 (4): 361-366.
- Li, H., Liu, K., Sang, Q., Williams, G.R., Wu, J., Wang, H., Wu, J., Zhu, L.-M. 2017.** A thermosensitive drug delivery system prepared by blend electrospinning. *Colloids and Surfaces B: Biointerfaces*, 159: 277–283.
- Li, X., Kanjwal, M.A., Lin, L., Chronakis, I.S. 2013.** Electrospun polyvinyl-alcohol nanofibers as oral fast-dissolving delivery system of caffeine and riboflavin. *Colloids and Surfaces B: Biointerfaces*, 103: 182-188.
- Lin, Y., Clark, D.M., Yu, X., Zhong, Z., Liu, K., Reneker, D.H. 2012.** Mechanical properties of polymer nanofibers revealed by interaction with streams of air. *Polymer*, 53: 782-790.
- Liu, J., Kumar, S. 2005.** Microscopic polymer cups by electrospinning. *Polymer*, 46: 3211-3214.
- Liu, J., Shen, Z., Lee, S.-H., Marquez, M., McHugh, M.A. 2010.** Electrospinning in compressed carbon dioxide: Hollow or open-cell fiber formation with a single nozzle configuration. *The Journal of Supercritical Fluids*, 53: 142-150.
- Liu, Y., He, J.-H., Yu, J.-Y. 2008.** Bubble-electrospinning: A novel method for making nanofibers. *Journal of Physics: Conference Series*, 96: 012001 (4pp).
- Luo, C.J., Stoyanov, S.D., Stride, E., Pelan, E., Edirisinghe, M. 2012.** Electrospinning versus fibre production methods: from specifics to technological convergence. *Chemical Society Reviews*, 41: 4708-4735.
- Maleki, H., Gharehaghaji, A.A., Criscenti, G., Moroni, L., Dijkstra, P.J. 2015.** The influence of process parameters on the properties of electrospun PLLA yarns studied by the response surface methodology. *Journal of Applied Polymer Science*, 132(5): 41388 (13pp).
- Miri, M.A., Movaffagh, J., Najafi, M.B.H., Najafi, M.N., Ghorani, B., Koocheki, A. 2016.** Optimization of electrospinning process of zein using central composite design. *Fibers and Polymers*, 17(5): 769-777.
- Mitchell, S.B., Sanders, J.E. 2006.** A unique device for controlled electrospinning. *Journal of Biomedical Materials Research Part A*, 78A: 110-120.

Moghadam, B.H., Hasanzadeh, M. 2013. Predicting contact angle of electrospun PAN nanofiber mat using artificial neural network and response surface methodology. *Advances in Polymer Technology*, 32(4): 21365 (9pp).

Moreno, I., González-González, V., Romero-García, J. 2011. Control release of lactate dehydrogenase encapsulated in poly (vinyl alcohol) nanofibers via electrospinning. *European Polymer Journal*, 47: 1264-1272.

Munir, M.M., Iskandar, F., Khairurrijal, Okuyama, K. 2009. High performance electrospinning system for fabricating highly uniform polymer nanofibers. *Review of Scientific Instruments*, 80: 026106 (3pp).

Na, H., Chen, P., Wong, S.-C., Hague, S., Li, Q. 2012. Fabrication of PVDF/PVA microtubules by coaxial electrospinning. *Polymer*, 53: 2736-2743.

Nain, A.S., Wong, J.C., Amon, C., Sitti, M. 2006. Drawing suspended polymer micro-/nanofibers using glass micropipettes. *Applied Physics Letters*, 89: 183105 (3pp).

Naraghi, M., Chasiotis, I., Kahn, H., Wen, Y., Dzenis, Y. 2007. Novel method for mechanical characterization of polymeric nanofibers. *Review of Scientific Instruments*, 78: 085108 (7pp).

Nasouri, K., Bahrambeygi, H., Rabbi, A., Shoushtari, A.M., Kafrou, A. 2012. Modeling and optimization of electrospun PAN nanofiber diameter using response surface methodology and artificial neural networks. *Journal of Applied Polymer Science*, 126(1): 127-135.

Nataraj, S.K., Yang, K.S., Aminabhavi, T.M. 2012. Polyacrylonitrile-based nanofibers—A state-of-the-art review. *Progress in Polymer Science*, 37: 487-513.

Neo, Y.P., Ray, S., Easteal, A.J., Nikolaidis, M.G., Quek, S.Y. 2012. Influence of solution and processing parameters towards the fabrication of electrospun zein fibers with sub-micron diameter. *Journal of Food Engineering*, 109: 645-651.

Nirmala, R., Kalpana, D., Jeong, J.W., Oh, H.J., Lee, J.-H., Navamathavan, R., Lee, Y.S., Kim, H.Y. 2011. Multifunctional baicalein blended poly(vinyl alcohol) composite nanofibers via electrospinning. *Colloids and Surfaces A: Physicochemical Engineering Aspects*, 384: 605-611.

Nottelet, B., Pektok, E., Mandracchia, D., Tille, J.-C., Walpoth, B., Gurny, R., Möller, M. 2008. Factorial design optimization and in vivo feasibility of poly(ϵ -caprolactone)-micro- and nanofiber-based small diameter vascular grafts. *Journal of Biomedical Materials Research*, 89A: 865–875.

Okutan, N., Terzi, P., Altay, F. 2014. Affecting parameters on electrospinning process and characterization of electrospun gelatin nanofibers. *Food Hydrocolloids*, 39: 19-26.

- Padmanabhan, T., Kamaraj, V., Magwood Jr., L., Starly, B. 2011.** Experimental investigation on the operating variables of a near-field electrospinning process via response surface methodology. *Journal of Manufacturing Processes*, 13: 104-112.
- Paipitak, K., Pornpra, T., Mongkotalang, P., Techitdheera, W., Pecharapa, W. 2011.** Characterization of PVA-chitosan nanofibers prepared by electrospinning. *Procedia Engineering*, 8: 101-105.
- Palangetic, L., Reddy, N.K., Srinivasan, S., Cohen, R.E., Mckinley, G.H., Clasen, C. 2014.** Dispersity and spinnability: Why highly polydisperse polymer solutions are desirable for electrospinning. *Polymer*, 55: 4920-4931.
- Pan, H., Li, L., Hu, L., Cui, X. 2006.** Continuous aligned polymer fibers produced by a modified electrospinning method. *Polymer*, 47: 4901-4904.
- Patra, S.N., Easteal, A.J., Bhattacharyya, D. 2009.** Parametric study of manufacturing poly(lactic) acid nanofibrous mat by electrospinning. *Journal of Material Science*, 44: 647–654.
- Persano, L., Camposeo, A., Tekmen, Ç., Pisignano, D. 2013.** Industrial upscaling of electrospinning and applications of polymer nanofibers: A review. *Macromolecular Materials and Engineering*, 298: 504-520.
- Pham, Q.P., Sharma, U., Mikos, A.G. 2006.** Electrospun poly(ϵ -caprolactone) microfiber and multilayer nanofiber/microfiber scaffolds: Characterization of scaffolds and measurement of cellular infiltration. *Biomacromolecules*, 7: 2796-2805.
- Phong, N.T., Gabr, M.H., Okubo, K., Chuong, B., Fujii, T. 2013.** Improvement in the mechanical performances of carbon fiber/epoxy composite with addition of nano-(Polyvinyl alcohol) fibers. *Composite Structures*, 99: 380-387.
- Pillai, C.K.S., Paul, W., Sharma, C.P. 2009.** Chitin and chitosan polymers: Chemistry, solubility and fiber formation. *Progress in Polymer Science*, 34: 641-678.
- Piperno, S., Lozzi, L., Rastelli, R., Passacantando, M., Santucci, S. 2006.** PMMA nanofibers production by electrospinning. *Applied Surface Science*, 252: 5583-5586.
- Pokorny, M., Velebny, V. 2011.** Collection method for extra aligned nanofibers deposited by electrospinning. *Review of Scientific Instruments*, 82: 055112 (4pp).
- Puppi, D., Chiellini, F., Piras, A.M., Chiellini, E. 2010.** Polymeric materials for bone and cartilage repair. *Progress in Polymer Science*, 35: 403-440.
- Ramakrishna, S., Fujihara, K., Teo, W.-E., Lim, T.-C., Ma, Z. 2005.** An Introduction to Electrospinning and Nanofibers. World Scientific Publishing Co. Pte. Ltd., Singapore, 382pp.

- Rasel, S., Rizvi, G. 2017.** Innovative electrospinning method of depositing functionally graded and aligned multidirectional polymer nanofibers. *Polymer-Plastics Technology and Engineering*, 56(16): 1772-1779.
- Ray, S., Lalman, J.A. 2011.** Using the Box–Benkhen design (BBD) to minimize the diameter of electrospun titanium dioxide nanofibers. *Chemical Engineering Journal*, 169: 116-125.
- Reichenbach, H. 1998.** General considerations: Philosophic foundations of quantum mechanics-Dover ed., Unabridged republication of Dover Publications Inc., Mineola, New York, USA, pp: 1-5.
- Ren, L.-F., Xia, F., Shao, J., Zhang, X., Li, J. 2017.** Experimental investigation of the effect of electrospinning parameters on properties of superhydrophobic PDMS/PMMA membrane and its application in membrane distillation. *Desalination*, 404: 155–166.
- Reneker, D.H., Kataphinan, W., Theron, A., Zussman, E., Yarin, A.L. 2002.** Nanofiber garlands of polycaprolactone by electrospinning. *Polymer*, 43: 6785-6794.
- Reneker, D.H., Yarin, A.L. 2008.** Electrospinning jets and polymer nanofibers. *Polymer*, 49: 2387-2425.
- Rošic, R., Pelipenko, J., Kocbek, P., Baumgartner, S., Bešter-Rogač, M., Kristl, J. 2012.** The role of rheology of polymer solutions in predicting nanofibers formation by electrospinning. *European Polymer Journal*, 48: 1374-1384.
- Rošic, R., Pelipenko, J., Kristl, J., Kocbek, P., Bešter-Rogač, M., Baumgartner, S. 2013.** Physical characteristics of poly (vinyl alcohol) solutions in relation to electrospun nanofiber formation. *European Polymer Journal*, 49(2): 290-298.
- Roso, M., Lorenzetti, A., Besco, S., Monti, M., Berti, G., Modesti, M. 2011.** Application of empirical modelling in multi-layers membrane manufacturing. *Computers and Chemical Engineering*, 35: 2248-2256.
- Saligheh, O., Khajavi, R., Yazdanshenas, M.E., Rashidi, A. 2015.** Fabrication and optimization of poly(vinyl alcohol)/zirconium acetate electrospun nanofibers using Taguchi experimental design. *Journal of Macromolecular Science Part B*, 54(11): 1391-1403.
- Sarkar, K., Gomez, C., Zambrano, S., Ramirez, M., De Hoyos, E., Vasquez, H., Lozano, K. 2010.** Electrospinning to ForcespinningTM. *Materials Today November*, 13(11): 12-14.
- Sarlak, N., Nejad, M.A.F., Shakhesi, S., Shabani, K. 2012.** Effects of electrospinning parameters on titanium dioxide nanofibers diameter and morphology: An investigation by Box–Wilson central composite design (CCD). *Chemical Engineering Journal*, 210: 410-416.

Sencadas, V., Correia, D.M., Areias, A., Botelho, G., Fonseca, A.M., Neves, I.C., Gomez Ribelles, J.L., Lanceros Mendez, S. 2012. Determination of the parameters affecting electrospun chitosan fiber size distribution and morphology. *Carbohydrate Polymers*, 87: 1295– 1301.

Senthil, T., Anandhan, S. 2015a. Electrospinning of non-woven poly(styrene-co-acrylonitrile) nanofibrous webs for corrosive chemical filtration: Process evaluation and optimization by Taguchi and multiple regression analyses. *Journal of Electrostatics*, 73: 43-55.

Senthil, T., Anandhan, S. 2015b. Fabrication of styrene–acrylonitrile random copolymer nanofiber membranes from N,N-dimethyl formamide by electrospinning. *Journal of Elastomers & Plastics*, 47(4): 327-346.

Shenoy, S.L., Bates, W.D., Wnek, G. 2005. Correlations between electrospinnability and physical gelation. *Polymer*, 46: 8990-9004.

Shepherd, L.M., Frey, M.W., Joo, Y.L. 2017. Immersion electrospinning as a new method to direct fiber deposition. *Macromolecular Materials Engineering*, 302: 1700148 (5pp).

Singh, S., Singh, V., Prasad, V.V.B. 2015. Single phase bead free PLZT(7/60/40) fibers processed by electrospinning method. *Ceramics International*, 41: 2418-2433.

Son, W.K., Youk, J.H., Lee, T.S., Park, W.H. 2005. Effect of pH on electrospinning of poly(vinyl alcohol). *Materials Letters*, 59: 1571-1575.

Song, T., Chen, Z., He, H., Liu, Y., Liu, Y., Ramakrishna, S. 2015. Orthogonal design study on factors affecting the diameter of perfluorinated sulfonic acid nanofibers during electrospinning. *Journal of Applied Polymer Science*, 132(14): 41755 (6pp).

Stanger, J.J., Tucker, N., Buunk, N., Truong, Y.B. 2014. A comparison of automated and manual techniques for measurement of electrospun fibre diameter. *Polymer Testing*, 40: 4-12.

Stubbe, B., Li, Y., Vergaelen, M., Van Vlierberghe, S., Dubruel, P., De Clerck, K., Hoogenboom, R. 2017. Aqueous electrospinning of poly(2-ethyl-2-oxazoline): Mapping the parameter space. *European Polymer Journal*, 88: 724–732.

Su, C.-I., Liu, Y.-S., Hsu, C.-H., Lee, J.-Y., Lu, C.-H. 2015. Optimum parameters of the continuous process of electrospun nanofibrous yarn. *Fibers and Polymers*, 16(4): 826-833.

Subramanian, C., Weiss, R.A., Shaw, M.T. 2010. Electrospinning and characterization of highly sulfonated polystyrene fibers. *Polymer*, 51: 1983-1989.

- Sundarrajan, S., Venkatesan, A., Agarwal, S.R., Ahamed, N.N.S.A., Ramakrishna, S. 2014.** Fabrication of NiO/zirconium oxide nanofibers by electrospinning. *Materials Science and Engineering, C* 45: 369-373.
- Svinterikos, E., Zuburtikudis, I. 2017.** Tailor-made electrospun nanofibers of bio waste lignin/recycled poly(ethylene terephthalate). *The Journal of Polymers and the Environment*, 25: 465-478.
- Tan, E.P.S., Lim, C.T. 2004a.** Physical properties of a single polymeric nanofibers. *Applied Physics Letters*, 84(9): 1603-1605.
- Tan, E.P.S., Lim, C.T. 2004b.** Novel approach to tensile testing of micro- and nanoscale fibers. *Review of Scientific Instruments*, 75(8): 2581-2585.
- Tan, E.P.S., Ng, S.Y., Lim, C.T. 2005.** Tensile testing of a single ultrafine polymeric fiber. *Biomaterials*, 26: 1453-1456.
- Tan, E.P.S., Lim, C.T. 2006.** Mechanical characterization of nanofibers – A review. *Composites Science and Technology*, 66: 1102-1111.
- Tan, S.H., Inai, R., Kotaki, M., Ramakrishna, S. 2005.** Systematic parameter study for ultra-fine fiber fabrication via elektrospinning. *Polymer*, 46: 6128-6134.
- Tehrani, A.H., Zadhoush, A., Karbasi, S., Khorasani, S.N. 2010.** Experimental investigation of the governing parameters in the electrospinning of poly(3-hydroxybutyrate) scaffolds: Structural characteristics of the pores. *Journal of Applied Polymer Science*, 118: 2682–2689.
- Teo, W.-E., Inai, R., Ramakrishna, S. 2011.** Technological advances in electrospinning of nanofibers. *Science and Technology of Advanced Materials*, 12: 013002 (19pp).
- Theron, S.A., Yarin, A.L., Zussman, E., Kroll, E. 2005.** Multiple jets in electrospinning: experiment and modelling. *Polymer*, 46: 2889-2899.
- Thirugnanasambandham, K., Sivakumar, V. 2016.** Preparation of chitosan based nanofibers: Optimization and modelling. *International Journal of Chemical Reactor Engineering*, 14(1): 283–288.
- Thoppey, N.M., Bochinski, J.R., Clarke, L.I., Gorga, R.E. 2010.** Unconfined fluid electrospun into high quality nanofibers from a plate edge. *Polymer*, 51: 4928-4936.
- Tong, H.-W., Zhang, X., Wang, M. 2012.** A new nanofiber fabrication technique based on coaxial electrospinning. *Materials Letters*, 66: 257-260.
- Tong, H.-W., Wang, M. 2013.** A novel technique for the fabrication of 3D nanofibrous scaffolds using simultaneous positive voltage electrospinning and negative voltage electrospinning. *Materials Letters*, 94: 116-120.

- Tucker, N., Stanger, J.J., Staiger, M.P., Razzaq, H., Hofman, K. 2012.** The History of the Science and Technology of Electrospinning from 1600 to 1995. *Journal of Engineered Fibers and Fabrics*, Special Issue – Fibers: 63-73.
- Uyar, T., Besenbacher, F. 2008.** Electrospinning of uniform polystyrene fibers: The effect of solvent conductivity. *Polymer*, 49: 5336–5343.
- Valipouri, A., Ravandi, S.A.H., Pishavar, A., Părau, E.I. 2015.** Experimental and numerical study on isolated and non-isolated jet behavior through centrifuge spinning system. *International Journal of Multiphase Flow*, 69: 93-101.
- Varabhas, J.S., Chase, G.G., Reneker, D.H. 2008.** Electrospun nanofibers from a porous hollow tube. *Polymer*, 49: 4226–4229.
- Varabhas, J.S., Tripatanasuwan, S., Chase, G.G., Reneker, D.H. 2009.** Electrospun jets launched from polymeric bubbles. *Journal of Engineered Fibers and Fabrics*, 4(4): 46-50.
- Virovska, D., Paneva, D., Manolova, N., Rashkov, I., Karashanova, D. 2014.** Electrospinning/electrospraying vs. electrospinning: A comparative study on the design of poly(L-lactide)/zinc oxide non-woven textile. *Applied Surface Science*, 311: 842-850.
- Wang, X., Fang, D., Yoon, K., Hsiao, B.S., Chu, B. 2006.** High performance ultrafiltration composite membranes based on poly(vinyl alcohol) hydrogel coating on crosslinked nanofibrous poly(vinyl alcohol) scaffold. *Journal of Membrane Science*, 278: 261-268.
- Wang, X., Hu, X., Qiu, X., Huang, X., Wu, D., Sun, D. 2013.** An improved tip-less electrospinning with strip-distributed solution delivery for massive production of uniform polymer nanofibers. *Materials Letters*, 99: 21-23.
- Wang, X., Zhang, K., Zhu, M., Yu, H., Zhou, Z., Chen, Y., Hsiao, B.S. 2008.** Continuous polymer nanofiber yarns prepared by self-bundling electrospinning method. *Polymer*, 49: 2755-2761.
- Wang, Y., Hsieh, Y.-L. 2008.** Immobilization of lipase enzyme in polyvinyl alcohol (PVA) nanofibrous membranes. *Journal of Membrane Science*, 309: 73-81.
- Wannatong, L., Sirivat, A., Supaphol, P. 2004.** Effects of solvents on electrospun polymeric fibers: preliminary study on polystyrene. *Polymer International*, 53: 1851–1859.
- Won, J.J., Nirmala, R., Navamathavan, R., Kim, H.Y. 2012.** Electrospun core–shell nanofibers from homogeneous solution of poly(vinyl alcohol)/bovine serum albumin. *International Journal of Biological Macromolecules*, 50: 1292-1298.
- Woodruff, M.A., Hutmacher, D.W. 2010.** The return of a forgotten polymer–Polycaprolactone in the 21st century. *Progress in Polymer Science*, 35: 1217-1256.

Wu, H., Fan, J., Qin, X., Zhang, G. 2008. Thermal radiative properties of electrospun superfine fibrous PVA films. *Materials Letters*, 62: 828-831.

Yao, J., Wang, K., Ren, M., Liu, J.Z., Wang, H. 2012. Phase inversion spinning of ultrafine hollow fiber membranes through a single orifice spinneret. *Journal of Membrane Science*, 421-422: 8-14.

Yarin, A.L., Zussman, E. 2004. Upward needleless electrospinning of multiple nanofibers. *Polymer*, 45: 2977-2980.

Yeoh, S.J. 2009. Electrospun cellulose ultra-fine fibers from kraft pulp. *Yüksek Lisans Tezi*, University of British Columbia, the Faculty of Graduate Studies, Materials Engineering, Vancouver.

Yeoh, S.J., Hamad, W.Y., Ko, F.K. 2009. Electrospun cellulose ultra-fine fibers from kraft pulp. Proceedings of the 17th International Conference on Composite Materials (ICCM-17), 27-31 July 2009, Edinburgh, United Kingdom.

Yördem, O.S., Papila, M., Menciloğlu, Y.Z. 2008. Effects of electrospinning parameters on polyacrylonitrile nanofiber diameter: An investigation by response surface methodology. *Materials and Design*, 29: 34-44.

Yu, D.-G., Williams, G.R., Gao, L.-D., Bligh, S.W.A., Yang, J.-H., Wang, X. 2012. Coaxial electrospinning with sodium dodecylbenzene sulfonate solution for high quality polyacrylonitrile nanofibers. *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, 396: 161-168.

Yu, H., Jia, Y., Yao, C., Lu, Y. 2014. PCL/PEG core/sheath fibers with controlled drug release rate fabricated on the basis of a novel combined technique. *International Journal of Pharmaceutics*, 469: 17-22.

Yun, J., Im, J.S., Lee, Y.-S., Kim, H.-I. 2011. Electro-responsive transdermal drug delivery behavior of PVA/PAA/MWCNT nanofibers. *European Polymer Journal*, 47: 1893-1902.

Zarkoob, S., Eby, R.K., Reneker, D.H., Hudson, S.D., Ertley, D., Adams, W.W. 2004. Structure and morphology of electrospun silk nanofibers. *Polymer*, 45: 3973-3977.

Zhang, C., Li, Y., Wang, W., Zhan, N., Xiao, N., Wang, S., Li, Y., Yang, Q. 2011. A novel two-nozzle electrospinning process for preparing microfiber reinforced pH-sensitive nano-membrane with enhanced mechanical property. *European Polymer Journal*, 47: 2228-2233.

Zhang, C., Yuan, X., Wu, L., Han, Y., Sheng, J. 2005. Study on morphology of electrospun poly(vinyl alcohol) mats. *European Polymer Journal*, 41: 423-432.

Zhang, W., Yan, E., Huang, Z., Wang, C., Xin, Y., Zhao, Q., Tong, Y. 2007. Preparation and study of PPV/PVA nano fibers via electrospinning PPV precursor alcohol solution. *European Polymer Journal*, 43: 802-807.

Ziabari, M., Mottaghitalab, V., Hagh, A.K. 2008. Evaluation of electrospun nanofiber pore structure parameters. *Korean Journal of Chemical Engineering*, 25(4): 923-932.

ÖZGEÇMİŞ

Adı Soyadı : Fatma Yıldız ÇAVDAR
Doğum Yeri ve Tarihi : Köln 1971
Yabancı Dil : Almanca, İngilizce

Eğitim Durumu
Lise : Biga Mehmet Akif Ersoy Lisesi
Lisans : Uludağ Üniversitesi
Yüksek Lisans : Uludağ Üniversitesi

Çalıştığı Kurum/Kurumlar : YPS Ltd. Şti., Bosch Tic. ve San. A.Ş., FCB ARGE
Müh. Hizm. Tic. ve San. Ltd. Şti.

İletişim (e-posta) : yildiz.cavdar@gmail.com

Yayınları :

Çavdar, F.Y., Uğuz, A. 2019. A comparative study of electrospinning process for two different collectors: The effect of the collecting method on the nanofiber diameters. *Mechanical Engineering Journal*, 6(1): 1-17.

Çavdar, F.Y., Börklü, H.R., Çavdar, K., Sezer, H.K. 2019. The design process of the complex Special Utility Vehicle using the methodical design approach. *Journal of Advanced Mechanical Design, Systems, and Manufacturing*, 13(4): 19-00220 (10pp).

Çavdar, F.Y., Bilal, H., Güllü, R., Güler, B., Ciğeroğlu, E., Çavdar, K., Solmaz, E. 2019. Setup for testing the vibration-based loosening of pre-loaded bolted joints. *Materials Testing*, 61(10): 981-985.

Yaşar, H., Çavdar, K., Şahin, U.O., Çavdar, F.Y. 2019. Değişik kaynak elektrotları kullanılarak yapılan direnç nokta kaynaklı AISI 304 paslanmaz çelik sacların kaynak izi görüntüsü ve kaynak parametrelerinin mekanik özelliklere etkisi. *Uludağ Üniversitesi Mühendislik Fakültesi Dergisi*, 24(2): 499-516.

Kuzucu, İ., Demircan Memiş, E., Koçdemir, M., Çavdar, F.Y., Çavdar, K. 2016. Kataforez sonrası boyalı yüzeyde oluşan damlacık izlerinin giderilmesi. 8. Otomotiv Teknolojileri Kongresi, 23-24 Mayıs 2016, Sheraton Otel, Bursa.

Kuzucu, İ., Yıldırım, Y., Demirel, S., Çavdar, F.Y., Çavdar, K. 2015. Mikro temizlik istenen motor sac parçalarının polisaj prosesini tam otomatik yapacak bir sistemin geliştirilmesi. XIII. Otomotiv ve Yan Sanayi Sempozyumu ve Sergisi, 13-14 Kasım 2015, Türkan Saylan Kültür Merkezi, Maltepe, İstanbul.