



Araştırma Makalesi

Elektrospinning Yöntemi ile Aktif Karbon Katkılı PA66 Nanoliflerin Elde Edilmesi ve Lif/Çap Analizi

Abdullah Gül * 

Yozgat Bozok Üniversitesi, Kenevir Araştırmaları Enstitüsü, Malzeme ve Enerji ABD, 66100, Yozgat/Türkiye
* Sorumlu yazar: abduhahgul46@gmail.com

Öz: Bu çalışma, nanolif yapıları membran üretimi için aktif karbon (AK) katkı poliamid-66 (PA66) esaslı polimerik nanoliflerin üretimine odaklanmaktadır. Bu çalışma kapsamında nanoliflerin üretimi için elektrospinning teknoloji kullanılmış olup membranların ortalama lif çapları değerlendirilmiştir. Elde edilen nanoliflerin ortalama çapının 180 ile 250 nm arasında olduğu tespit edilmiştir. Ayrıca SEM görüntülerinden üretilen malzemelerde pürüzsüz ve çok ince nanoliflerin oluştuğu belirlendi. PA66 polimer çözeltisinde aktif karbon katkılanması ile çözeltinin iletkenliğinin arttığı ve buna bağlı olarak fiber çapının incelendiği gözlemlendi. Bununla birlikte boncuklu yapıların gözlenmemesi düzenli lineer lif yapısının varlığını kanıtlamaktadır.

Anahtar Kelimeler: P66; nanolif; aktif karbon; SEM

Obtaining Activated Carbon Doped PA66 Nanofibers by Electrospinning Method and Fiber/Diameter Analysis

Abstract: This study focuses on the production of activated carbon-doped polyamide-66 (PA66) based polymeric nano-fibers for the production of nanofiber structured membranes. Within the scope of this study, electrospinning technology was used to produce nanofibers and the average fiber diameters of the membranes were evaluated. It was determined that the average diameter of the resulting nanofibers was between 180 and 250 nm. In addition, it was determined from SEM images that smooth and very thin nanofibers were formed in the production methods. It was observed that with the addition of activated carbon in the PA66 polymer solution, the conductivity of the solution increased and accordingly the fiber diameter became thinner. At the same time, the absence of beaded structures proves the existence of a regular linear fiber structure.

Keywords: P66; nanofiber; active carbon; SEM

Atıf: Gül, A. Elektrospinning Yöntemi ile Aktif Karbon Katkılı PA66 Nanoliflerin Elde Edilmesi ve Lif/Çap Analizi. Journal of GreenTech 2024, 2(2): 1-7.
<https://doi.org/10.5281/zenodo.14291809>.

Geliş: 09.09.2024
Revizyon: 23.11.2024
Kabul: 25.11.2024
Yayın: 31.12.2024

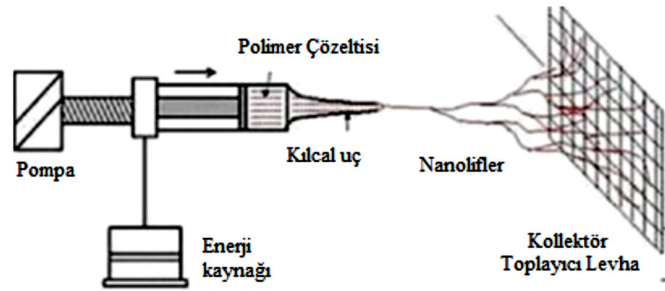


Copyright: © 2023 by the authors. Submitted for possible open access publication under the terms and conditions of the Creative Commons Attribution (CC BY) license (<https://creativecommons.org/licenses/by/4.0/>).

1. Giriş

Son zamanlarda elektrospinning yöntemiyle elde edilen nano boyutlu lif esaslı malzemelere olan ilgi, üstün özellikleri (hacme göre geniş yüzey alanı, çok küçük gözenek boyutu, esnek yüzey işlevselliği, üstün mekanik özellikler) ve yaygın uygulama alanları (filtrasyon, kompozit, tıbbi vb.) nedeniyle oldukça artmıştır. Elektrospinning nano fiber membranlar, yüksek gözenekliliğe, yüksek spesifik yüzey alanına ve benzersiz birbirine bağlı yapıya sahiptir (Chen et al. 2020). Bu nedenlerden dolayı nano yapıli lifler ve nanolif bazlı malzemeler hem araştırma geliştirme çalışmalarında hem de endüstride giderek daha popüler ve önemli hale gelmektedir (Gibson, 2001; Çetin ve Tiyek, 2021).

Nanolifler birçok yöntem ile üretilmektedir. Elektrospinning yöntemi, uygulama kolaylığı ve kontrol edilebilir bir lif elde edilebilme açısından avantaj sunmaktadır. Bununla birlikte kullanılacak polimer çeşitliliği açısından da birçok araştırmacı tarafından tercih edilmektedir (Ramakrishna ve ark., 2006). Ayrıca elektrospinning, mikron ve mikron altı çap aralığında nanoliflerin üretimi için popüler bir tekniktir (Kılıç, 2008). Elektrostatik kuvvet kullanılarak polimerik filamentlerin üretildiği elektrospinning yönteminin patenti ilk kez 1934 yılında Formhals tarafından alınmıştır (Gül, 2022). Eriyik ve kuru çekme, ıslak eğirme vb. gibi geleneksel elyaf eğirme sistemlerinden farklı olarak elektrospinning işlemi, bir polimer jetini çekmek ve germek için mekanik kuvvet yerine elektrik alan kuvvetini kullanır (Danwanichakul, 2012). Bir polimer çözeltisine bir elektrik alanı uygulandığında, polimer çözeltisi yüklenecek ve yüklü çözelti kılcal uçtan dışarı çekilecektir. Küçük çaplı jet, gerilme ve bükülme kararsızlığına maruz kalacaktır. Bu aşamada solvent hızla buharlaşır ve polimer çözeltisi bir toplayıcı üzerinde nanolifler halinde katılarak nano lifi oluşturur (Tiyek ve ark., 2019).



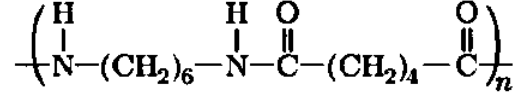
Şekil 1. Nanolif üretim sisteminin (elektrospinning) şematik gösterimi.

Bir elektrospinning sistemi temel olarak bir besleme ünitesi, bir yüksek gerilim güç tedarikçisi ve bir toplayıcıdan oluşur (Şekil 1). Elektrospinning prosesindeki parametreler sistem, çözelti ve çevresel parametreler olarak sınıflandırılabilir. Sistem parametreleri uygulanan elektrik alanı, toplayıcı ile iğne ucu arasındaki mesafe, polimer çözeltisinin besleme hızı vb., çözüm parametreleri konsantrasyon, viskozite, iletkenlik, yüzey gerilimi vb. ve çevresel parametreler ise ortam nemi, sıcaklıktan oluşmaktadır (Gül ve Tiyek, 2023). Nanoliflerin yapısı ve morfolojisi, sistem, çözelti ve çevresel parametreler morfolojisinin sinerjik etkisi ile belirlenir. Örneğin, daha ince elyaf çapları, daha küçük çaplı iğne uçlarından eğrilir. Daha yüksek voltaj uygulanması fiber çapını azaltır ancak boncuklu bir fiber yapısı ortaya çıkar (Deitzel, 2001).

Elektrospinning elyaf üretim tekniğini etkileyen malzeme özellikleri şu şekildedir; polimer konsantrasyonu, çözelti viskozite değeri, çözeltinin elektriksel iletkenliği ve polimerin çözücüsü. Membran malzemesi özellikleri arasında çözelti konsantrasyonu, nanofiber yapının stabil tutulmasında önemli bir rol oynar. Çünkü aynı zamanda çözeltinin viskozite değerini, çözeltinin yüzey gerilimini ve iletkenlik değeri gibi çözeltinin diğer karakteristik özelliklerini de etkiler. Kullanılan çözücünün türü bir diğer önemli faktördür. Çünkü çözücü özelliği çözeltinin yüzey gerilimini ve elektrik alanındaki buharlaşma sürecini etkiler. Uçucu özelliklere sahip solventler, elyafın yüzey morfolojisini ve geniş ağısı bir yapının oluşumunu etkiler (Nirmala ve ark., 2010).

Yapay liflerin öncüsü olarak bilinen PA66 lifi, 1928 yıllarında Carothers öncülüğünde ortaya çıkarılmıştır. PA66 polimeri, hegzametildiamin ve adipik asitin polikondenzas-

yonu yöntemiyle sentezlenmektedir. PA66'nın kapalı olarak formülü (C₁₂H₂₂O₂N₂)_n şeklinde gösterilirken kimyasal yapısı şekil 2'de paylaşılmıştır. Termoplastik yapıda bir polimer olan PA66'nın erime noktası 245/260 °C aralığında olup yoğunluk değeri ise 1,14 -1,18 g/cm³ civarındadır (Gül ve ark., 2023).



Şekil 2 PA66'nın kimyasal yapısı.

Bu çalışmada, ileri teknolojiye sahip polimerik malzeme esaslı nanolif üretiminde en et-kili yöntemlerden biri olan elektrospinning yöntemi kullanılarak aktif karbon katkı nano çaplara sahip polimerik membran yüzeylerin elde edilmesi amaçlanmıştır. Bu amaç doğrultusunda, nanolif uygulamalarına yönelik; fonksiyonel daha ince membran özellikleri için lif üretim ve çap analizi yapılarak yenilikçi bir çalışma ortaya konmuştur. Gözenekli yapıdaki aktif karbondan istifade edilmesi özellikle membran teknolojilerinde yeni yaklaşım ile katkı-da bulunulmasına hem de yeni nano yüzeye sahip lifler geliştirilmesine imkân sağlayacaktır. Elde edilen nano yapıdaki liflerin, morfolojik karakterizasyonu için SEM çalışmaları yapılırken nanoliflerin yüzey analizleri ve lif çap değeri de ortaya konmuştur.

2. Deneysel Çalışmalar

2.1. Materyal

Çalışmada kullanılan PA66 polimeri pellet formunda olup (Formüle edilmiş ağırlığı: 262.36 g/mol, yoğunluk: 1.19 g/mL) Sigma Aldrich'den ve polimer çözeltisinin hazırlanmasında çözücü olarak kullanılan formik asit (HCOOH, >98%, 1.22 g/cm³) ve asetik asit (CH₃COOH, %100, 1.05 g/cm³) Merck firmasından satın alınmıştır.

2.2. Metot

AK katkı ve katkısız olarak hazırlanan çözeltiler toplam katı içeriği ağırlıkça %20 olacak şekilde PA66/AK oranı ağırlıkça 100/0, 75/25 ve 50/50 olmak üzere 100 ml halinde 3 farklı çözelti hazırlandı. Çözücü olarak 1:1 oranında formik asit ve asetik asit kullanıldı. Her çözelti önce ısıtıcılı manyetik karıştırıcıda 50°C'de 30 dakika karıştırıldı, daha sonra oda sıcaklığında 12 saat (600 rpm) karıştırıldı. Karıştırılan çözeltiler son olarak 30 dakika boyunca oda sıcaklığında ultrasonik bir banyoda işleme alındı.

Elektrospinning işlemleri, Kahramanmaraş Sütçü İmam Üniversitesi USKİM Malzeme Araştırma Laboratuvarı'nda bulunan Inovenso marka NanoSpinner PilotLine model yarı endüstriyel çok iğneli elektrospinning cihazında (Şekil 3) gerçekleştirildi



Şekil 3. Inovenso elektrospinning cihazı.

Karışımların cihazdan ekstraksiyonu sırasında güç, besleme, iğne ucu-toplayıcı mesafesi gibi parametreler hassasiyetle belirlendi. Hazırlanan polimer çözeltileri sırasıyla 10 mL'lik plastik şırıngaya çekilerek cihaza yerleştirildi. Elektrospinning cihazında temel malzeme olarak 12 g/m² ağırlığa sahip 48 cm genişliğinde kalenderle işlenmiş polipropilen bazlı beyaz dokunmamış kumaş malzeme kullanıldı. Pürüzsüz ve sürekli bir nanofiber membran yüzeyi elde etmek için bu çalışmada kullanılan proses parametreleri Tablo 1'de verilmiştir.

Tablo 1. Çalışma planına ait nanodif üretim parametreleri.

Kod	Oran (%)	Süre (Saat)	Besleme (mL/h)	Mesafesi (mm)	Voltaj (kV)
100/0	PA66 / (100-0)	2	0.7±0.1	190±5	21±2
75/25	PA66 / (75-25)	2	0.7±0.1	190±5	21±2
50/50	PA66 / (50-50)	2	0.7±0.1	190±5	21±2

Karışım çözeltilerinin elektriksel iletkenlik analizi için Hanna HI marka iletkenlik cihazında $\mu\text{S}/\text{cm}$ olarak ayrı ayrı ölçüldü. Nanolif yapılı yüzeylerin üretiminde kullanılan çözeltilerin viskozite değerleri Brookfield DV-I + Viskozimetre cihazında 4 numaralı mil kullanılarak oda sıcaklığında, ISO 2555 standardına göre 100 rpm dönüş hızında yapılmıştır. Numunelerinin morfolojik yapısını incelemek amacıyla öncelikle numunelere Cressington 108auto altın kaplama cihazında altın kaplama yapıldı ve daha sonra ZEISS marka EVO/LS10 model taramalı elektron mikroskobu (SEM) ile görüntüleri elde edildi. Her numunenin SEM görüntüleri üzerinde 20 ölçüm yapılarak membran numunelerinin ortalama lif çapları belirlendi.

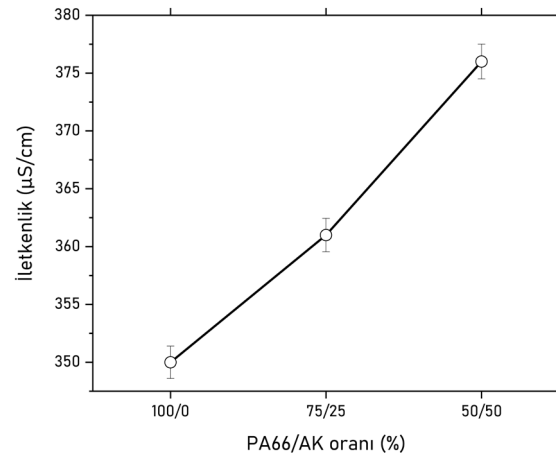
3. Bulgular ve Tartışma

Elektrospinning prosesi için hazırlanan polimer çözeltilerinin karakterizasyonu için elektriksel iletkenlikleri ve viskozite değerleri ölçüldü. Elde edilen nanolif yüzeylerin morfolojik yapıları SEM analizleri ile incelenmiştir.

3.1. Çözelti Karakterizasyon Çalışmaları

3.1.1. Çözelti iletkenlik analizi

Çözeltideki AK karışım oranlarına bağlı olarak karışımların elektriksel iletkenlik ölçüm sonuçları Şekil 4'te grafiksel olarak verilmektedir.

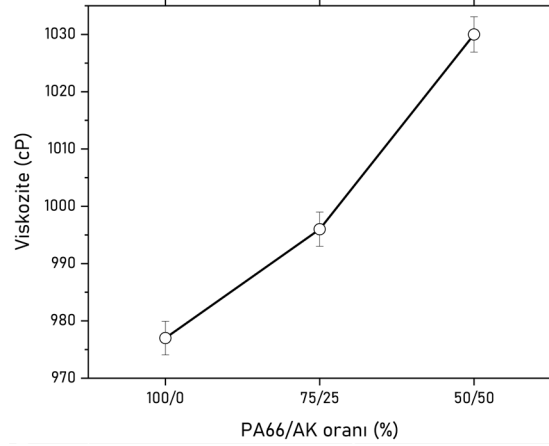


Şekil 4. PA66/AK karışım oranlarına ait çözelti elektriksel iletkenlik değişim grafiği.

Elektrospinning çözelti karışım oranlarında AK'ın artmasıyla çözeltinin elektriksel iletkenliği arttığı gözlemlenmiştir. Bu artan elektriksel iletkenlik değeri, polimer çözeltilerinin elektrospinning cihazı ile çalışma sürecini doğrudan etkilemiş olup, polimer karışımındaki AK oranının artmasına bağlı olarak jet üzerindeki çözelti donma veya tıkanma gibi problemlerle karşılaşılmamıştır. Bununla birlikte karbon yapısına bağlı olarak artan iletkenlik çözeltide de iletkenliği artırdığı literatür çalışmaları ile uyumlu olduğu saptanmıştır (Yalçınkaya, 2022; Awad ve ark., 2021).

3.1.2. Çözelti viskozite analizi

AK karışım oranlarına bağlı olarak hazırlanan polimer çözeltilerinin kinematik viskozite ölçümünden elde edilen viskozite değeri grafiği Şekil 5'te verilmiştir.



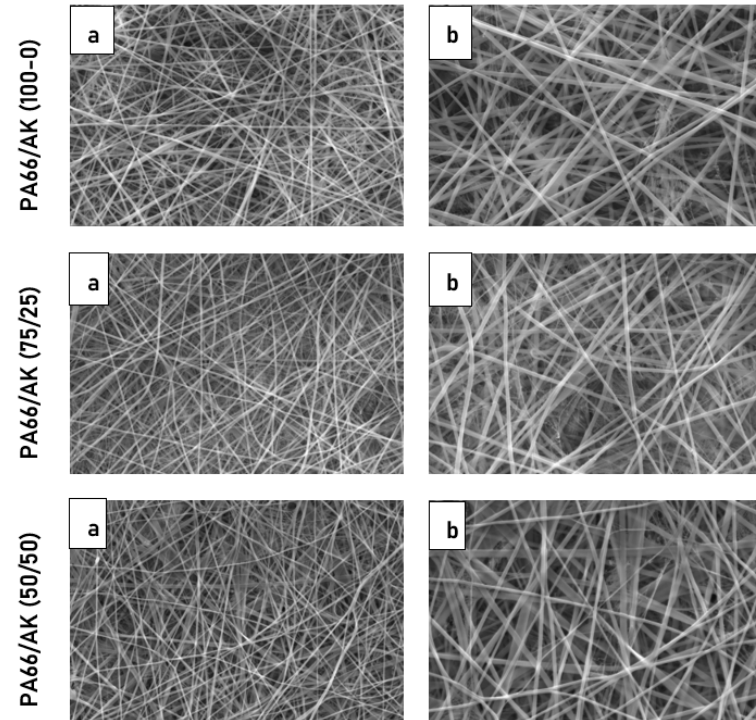
Şekil 5. PA66/AK karışım oranlarına ait çözelti viskozite değişim grafiği.

Elde edilen sonuçlara göre çözelti karışım oranlarında AK oranı arttıkça viskozite değerin gözle görülür şekilde arttığı görüldü. Çözeltilerde viskozite değeri yüzey gerilimine kıyasla aktif karbon konsantrasyonunun artmasına bağlı olarak nispeten arttığı daha önceki çalışmalarda bildirilmiştir (Yasin, 2019). Elde edilen bu değerler literatürde yapılan çalışmalarla uyumlu olduğu ve bu sonucu destekleyen çalışmalara yer verilmiştir (Yalçınkaya, 2022; Fong, 1999).

3.2. Nanolif Yüzeylerinin Karakterizasyon Çalışmaları

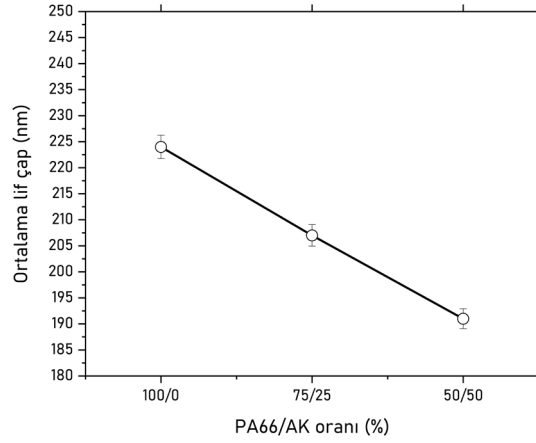
3.2.1. SEM analizi

Elde edilen PA66/AK bazlı nanolif yapıları yüzeylerine ait numunelerinin SEM görüntüleri Şekil 6'da ve SEM görüntülerinden elde edilen lif çapı değerleri Şekil 7'de paylaşılmıştır.



Şekil 6. PA66/AK nanolif yapıları yüzeylerine ait SEM görüntüleri (a: 10000X, b: 20000X).

SEM görüntülerinden elde edilen nanoliflerin morfolojik yapısı incelendiğinde genel olarak nanolif yapıları açıkça görülmektedir. Bu görüntülerde boncuk yapısının bulunmaması, elektrospinning işlemi için uygun bir viskozite değerinin ve iletkenlik değerinin yakalandığını göstermektedir. Böylece tüm numuneler için tekdüze bir nanolif yapısının oluştuğunu göstermektedir.



Şekil 7. PA66/AK karışım oranlarına ait lif çap değişim grafiği.

Şekil 7'de görüldüğü gibi nano yapıli membran fiberin çapları, PA66 ve AK bileşenlerinin kütle oranlarındaki değişime göre farklılık gösterebilmektedir. Karışım oranı içerisinde AK oranı arttıkça lif çapının da bariz bir şekilde azaldığı görülmektedir. AK karışım oranı üzerinden yapılan ortalama lif çapı değerlendirmesinde ortalama lif çapı en ince olan numunenin 50/50 oranına sahip numune olduğu görülmektedir.

4. Sonuçlar ve Öneriler

Bu çalışmada nanolif olarak kullanılacak modifiye yüzeyler üretmek amacıyla PA66/AK karışımlarından (100/0, 75/25, 50/50) oranlarında polimer çözeltileri hazırlandı. Hazırlanan PA66/AK polimer çözeltilerinden nanolif üretimi için en uygun elektrospinning parametreleri belirlendi. Bu parametreler kullanılarak elektrospinning yöntemiyle nanolif yüzeylerin üretimi başarıyla gerçekleştirilmiştir. Bu kapsamda elde edilen bulgulara göre.

- PA66 ile AK karışımı için homojen çözelti karışımı elde edilebildiği görülmektedir.
- AK konsantrasyonun PA66 içindeki oranı arttıkça daha ince liflerin elde edilmesinde olumlu katkı sunduğu ortaya çıkmıştır.
- Elde edilen nanoliflerin yüzeyleri incelendiğinde boncuklu yapıların gözlenmemesi özellikle çalışma esansında çözelti donma ve tıkanma olaylarının ortadan kaldırdığı görülmektedir. Bu da sorunsuz yüzey oluşumunda olumlu katkı sunduğu görülmektedir.
- Yapılan önceki çalışmalardan farklı olarak bu çalışmada PA66 polimeri içerisine ağırlıkça farklı konsantrasyonlarda çalışma imkânı sunulmuştur. Bu yönü ile literatürde kısıtlı olan polimer üzerinde farklı bir çalışma ortaya konularak mühendislik polimeri olan PA66 için farklı bir yaklaşım sergilenmiştir.
- Bu çalışmadan elde edilen sonuçlar ışığında gelecek çalışmalarda elektrospinning prosesleri için farklı voltaj (20-25-30) ve çözelti ağırlıkça oranı %20 yerine (10-20-30-40) gibi oranlarda çalışmaların yapılması önerilmektedir.

Fon Desteği: Bu araştırmada herhangi bir dış finansmandan maddi destek alınmamıştır.

Teşekkür: Bu çalışmanın yapılmasında elektrospinning cihazının kullanımını tarafıma açan Doç. Dr. İsmail TİYEK' teşekkürlerimi sunarım.

Kaynaklar

- Ramakrishna, S., Fujihara, K., Teo, W.E., Yong, T., Ma, Z. and Ramaseshan, R., 2006, Electrospun nanofibers: solving global issues, *Materials Today*, 9(3): 40-50 [https://doi.org/10.1016/S1369-7021\(06\)71389-X](https://doi.org/10.1016/S1369-7021(06)71389-X).
- Chen, H., Huang, M., Liu, Y., Meng, L., & Ma, M. (2020). Functionalized electrospun nanofiber membranes for water treatment: Review, *Science of the Total Environment*, 739(2020), 139944. <https://doi.org/10.3390/ma14030558>.
- Gipson, P.; Schreuder-Gibson, H.; Rivin, D. Nanofibers, *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*. 2001, 187/188, 469-481.
- Çetin, E. A., & Tiyek, I. (2021). Production of Zinc Borate koped P (AN-VAc) nanofiber textile surfaces by electrospinning method and their thermal characterization. *Journal of the Faculty of Engineering and Architecture of Gazi University*, 36(4), 1893-1908 <https://doi.org/10.17341/gazimmfd.720638>.
- Kilic, A., Oruc, F., & Demir, A. (2008). Effects of polarity on electrospinning process. *Textile Research Journal*, 78(6), 532-539 <https://doi.org/10.1177/0040517507081296>.
- Gül, A. (2022). Filtre Uygulamaları İçin Nano Yapılı Akıllı Membran Üretimi Üzerine Bir Araştırma. Doktora Tezi, Kahramanmaraş Sütçü İmam Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Kahramanmaraş.
- Danwanichakul, P.; Danwanichakul, D.; Sueviriyapan, N.; Sumruan, B. Nylon 6/Chitosan Nanofibrous Structures for Filtration, In *Proceedings of the 1st Mae Fah Luang University International Conference*, 2012, 1-18.
- Tiyek, I., Gunduz, A., Yalcinkaya, F., & Chaloupek, J. (2019). Influence of electrospinning parameters on the hydrophilicity of electrospun polycaprolactone nanofibres. *Journal of Nanoscience and Nanotechnology*, 19(11), 7251-7260 <https://doi.org/10.1166/jnn.2019.16605>.
- Gül, A., Tiyek, İ. (2023). Production and characterization of polyamide-6 (PA6) and cellulose acetate (CA) based nanofiber membranes by electrospinning method. *International Journal of Chemistry and Technology*, 7(1), 91-101 <https://doi.org/10.32571/ijct.1207544>.
- Deitzel, J. M., Kleinmeyer, J., Harris, D. E. A., & Tan, N. B. (2001). The effect of processing variables on the morphology of electrospun nanofibers and textiles. *Polymer*, 42(1), 261-272 [https://doi.org/10.1016/S0032-3861\(00\)00250-0](https://doi.org/10.1016/S0032-3861(00)00250-0).
- Nirmala, R., Nam, K. T., Park, S. J., Shin, Y. S., Navamathavan, R., & Kim, H. Y. (2010). Formation of high aspect ratio polyamide-6 nanofibers via electrically induced double layer during electrospinning. *Applied Surface Science*, 256(21), 6318-6323 <https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2010.04.010>.
- Gül, A., Tiyek, İ., Zor, G., Yazici, N. (2023). Production and characterization of Polyamide 6.6 based nanofiber membranes for filter applications by electrospinning method Filtre uygulamaları için Polyamid 6.6 esaslı nanolif yapılı membranların elektrospinning yöntemi ile üretimi ve karakterizasyonu. *Journal of the Faculty of Engineering and Architecture of Gazi University*, 38(3) <https://doi.org/10.17341/gazimmfd.1030740>.
- Yalcinkaya, T.T. (2022). Karbondioksit Yakalama İçin Aktif Karbon Nanoliflerin Geliştirilmesi. Yüksek Lisans Tezi, Ege Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, İzmir.
- Awad, R., Mamaghani, A. H., Boluk, Y., & Hashisho, Z. (2021). Synthesis and characterization of electrospun PAN-based activated carbon nanofibers reinforced with cellulose nanocrystals for adsorption of VOCs. *Chemical Engineering Journal*, 410, 128412 <https://doi.org/10.1016/j.cej.2021.128412>.
- Yasin, A. S., Mohamed, A. Y., Mohamed, I. M., Cho, D. Y., Park, C. H., & Kim, C. S. (2019). Theoretical insight into the structure-property relationship of mixed transition metal oxides nanofibers doped in activated carbon and 3D graphene for capacitance deionization. *Chemical engineering journal*, 371, 166-181 <https://doi.org/10.1016/j.cej.2019.04.043>.
- Fong, H., Chun, I., & Reneker, D. H. (1999). Beaded nanofibers formed during electrospinning. *Polymer*, 40(16), 4585-4592 [https://doi.org/10.1016/S0032-3861\(99\)00068-3](https://doi.org/10.1016/S0032-3861(99)00068-3)

Yasal Uyarı/Sorumluluk Reddi: Tüm yayınlarda yer alan ifadeler, görüşler ve veriler yalnızca yazarlara ve (varsa) katkıda bulunanlara aittir; *Journal of Green Technology and Environment* ve/veya editörlerine ait değildir. *Journal of Green Technology and Environment* ve/veya editörleri, içerikte atıfta bulunulan herhangi bir fikir, yöntem, talimat veya üründen kaynaklanan, insanlara veya mallara gelebilecek herhangi bir zararın sorumluluğunu reddeder.