ELEKTRO LİF ÇEKİM YÖNTEMİYLE HAVA FİLTRASYONUNA YÖNELİK NANOLİFLİ YÜZEYLERİN ELDE EDİLMESİ Sezen Dönmez Yüksek Lisans Tezi Tekstil Mühendisliği Anabilim Dalı Danışman: Prof. Dr. Fatma GÖKTEPE

2016

T.C.

NAMIK KEMAL ÜNİVERSİTESİ

FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

YÜKSEK LİSANS TEZİ

# ELEKTRO LİF ÇEKİM YÖNTEMİYLE HAVA FİLTRASYONUNA YÖNELİK NANOLİFLİ YÜZEYLERİN ELDE EDİLMESİ

Sezen DÖNMEZ

TEKSTİL MÜHENDİSLİĞİ ANABİLİM DALI

DANIŞMAN: Prof. Dr. Fatma GÖKTEPE

TEKİRDAĞ-2016

Her hakkı saklıdır.

Prof. Dr. Fatma GÖKTEPE danışmanlığında, Sezen Dönmez tarafından hazırlanan "Elektro Lif Çekim Yöntemiyle Hava Filtrasyonuna Yönelik Nanolifli Yüzeylerin Elde Edilmesi" isimli bu çalışma aşağıdaki jüri tarafından Tekstil Mühendisliği Anabilim Dalı'nda Yüksek Lisans tezi olarak oy birliği/oy çokluğu ile kabul edilmiştir.

Jüri Başkanı : Prof. Dr. Esra KARACA İmza:

Üye : Prof. Dr. Fatma GÖKTEPE

Üye : Doç. Dr. Rıza ATAV

İmza:

İmza:

# Fen Bilimleri Enstitüsü Yönetim Kurulu adına

Prof. Dr. Fatih KONUKCU Enstitü Müdürü

Bu tez NKÜBAP tarafından NKUBAP.00.17.YL.13.05 numaralı proje ile desteklenmiştir.

# ÖZET

#### Yüksek Lisans Tezi

# ELEKTRO LİF ÇEKİM YÖNTEMİYLE HAVA FİLTRASYONUNA YÖNELİK NANOLİFLİ YÜZEYLERİN ELDE EDİLMESİ

## Sezen DÖNMEZ

Namık Kemal Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Tekstil Mühendisliği Anabilim Dalı

Tez Danışmanı: Prof. Dr. Fatma GÖKTEPE

Bu çalışmada elektro lif çekim yöntemiyle hava filtrasyonuna yönelik nanolifli yüzeylerin geliştirilmesi amaçlanmıştır. Bu amaçla iki farklı polimerden (PVA ve PA6,6) elektro lif çekim yöntemi kullanarak farklı üretim süresi ve farklı polimer besleme hızlarında nanolif yüzeyler elde edilmiş; bu yüzeylerde gramaj, kalınlık, elyaf incelik dağılımları ve gözenek büyüklükleri analiz edilerek optimum üretim koşulları belirlenmiştir. Elde edilen nanolif yüzeyler ayrıca hava geçirgenlik özelliği ve filtrasyon verimliliği bakımından test edilmiştir. Üretilen yüzeyler ayrıca sigara dumanına tabi tutularak filtre edilebilen kimyasal gruplar analiz edilmiştir.

Anahtar Kelimeler: Elektro lif çekimi, Nanolifli yüzey, Hava filtrasyonu, Sigara filtrasyonu

Ocak 2016, 85 sayfa

# ABSTRACT

MSc Thesis

## PRODUCTION OF NANOFIBROUS WEBS FOR AIR FILTERS BY ELECTROSPINNING PROCESS

Sezen DÖNMEZ

Namik Kemal University Graduate School of Natural and Applied Sciences Department of Textile Engineering

Supervisor: Prof. Dr. Fatma GÖKTEPE

Development of nanofibrous webs for air filtration is the main aim of this work. For this aim, electrospun nanofiber webs are produced by using two different polymers (PVA and PA 6,6) at different spinning speeds and time. Optimum processing conditions are determined by analysing weight, thickness, fiber fineness distribution and pore sizes of these surfaces. Then nanofibrous webs are analyzed in terms of their air permeability and filtration efficiency properties. Finally, cigarette filtration is chosen as a specific example for air filtration performance. In this respect, produced surfaces are tested for their performance in terms of chemical groups filtered.

Keywords: Electrospinning, Nanofibrous web, Air filtration, Cigarette filtration

January 2016, 85 pages

# TEŞEKKÜR

Tez çalışmam sırasında benden desteğini ve yardımını esirgemeyen çok değerli hocam ve tez danışmanım sayın Prof. Dr. Fatma Göktepe'ye teşekkürlerimi sunarım.

Ayrıca NKUBAP.00.17.YL.13.05 No'lu proje ile desteklenen çalışmama değerli katkılarından dolayı Namık Kemal Üniversitesi, Bilimsel Araştırma Projeleri Komisyon Başkanlığı'na teşekkür ederim.

Laboratuvar çalışmaları aşamasında yardımcı olan ve yüksek lisans yapmama imkan sağlayan Denge Kimya'ya, hava geçirgenliği cihazlarını kullanmama olanak sağlayan Öztek Stampa'ya, filtrasyon verimliliği testlerinde yardımcı olan 3M firmasından kimya mühendisi Okan Salman'a teşekkür ederim. Çalışmamı tamamlayacağıma dair beni motive eden, destekçim olan aileme ve nişanlım İsmail Dinç'e teşekkür ederim.

İÇİNDEKİLER	Sayfa
ÖZET	iii
ABSTRACT	iv
İÇİNDEKİLER SAYFASI	V
SİMGELER	vi
ŞEKİL LİSTESİ	vii
TABLO LİSTESİ	viii
1.GİRİŞ	1
2. KURAMSAL TEMELLER	3
2.1 Elektro Lif Çekim Yöntemiyle Yüzey Eldesi	3
2.1.1 Elektro Lif Cekim Yöntemi	3
2.1.2 Elektro Lif Cekim Teorisi	5
2.1.3 Elektro Lif Çekim Prosesine Etki Eden Parametreler	6
2.2 Filtrasyon Mekanizması	15
2.2.1 Filtre Yüzeylerinin Üretim Teknikleri	15
2.2.2 Filtre Kumaşlarda Performansı Etkileyen Önemli Yapısal Özellikler	17
2.2.3 Filtrasyon Mekanizmaları.	
2.3 Filtrasyon Performansını Tayin Eden Paremetreler	
2.3.1 Filtrelerin Performanslarına Göre Sınıflandırılması	23
2.4 Sigaralarda Kullanılan Filtreler Hakkında Genel Bilgiler	
3. LİTERATÜR ÖZETİ	30
4. MATERYAL VE YÖNTEM	34
4.1 Elektro Lif Çekim Düzeneği	
4.2 Kullanılan Polimerler ve Çalışma Parametreleri	35
4.3 Polimer Çözeltilerde Viskozite ve İletkenlik Ölçümü	
4.4 Elektro Lif Çekimine ait Üretim Parametreleri	
4.5 Yüzeylerin Analizi	
4.5.1 Elde Edilen Yüzeylerin Gramajının Tayini	
4.5.2 Elde Edilen Yüzeylerin Kalınlığının Tayini	
4.5.3. Yüzeylerin Elyaf İnceliği ve İncelik Varyasyonu Analizi	
4.5.4 Yüzey Gözenekliliği	40
4.6 Hava Geçirgenliği Testi	41
4.7 Filtrasyon Verimlilik Analizi	42
4.7.1 Filtrasyon için Örnek Bir Uygulama: Sigara Filtrasyonu	43
4.7.2 Sigara Dumanına Tabi Tutulan Yüzeylerin FT-IR Analizi	44
5. ARASTIRMA BULGULARI VE ANALİZLER	45
5.1 Polimerlerin Viskozite ve İletkenlik Ölcümleri	
5.2 Üretilen Yüzeylerin Analizi	45
5.2.1 Yüzey Gramaj Analizleri	45

5.2.2 Yüzey Kalınlık Ölçüm Sonuçları	47
5.2.3 Yüzeylerde Elyaf İnceliğine Ait Sonuçlar	
5.3 Hava Geçirgenliği Test Sonuçları	
5.4 Filtrasyon Verimliliği Test Sonuçları	59
5.5 Sigara Dumanı Filtrasyonuna ait FT-IR Analiz Sonuçları	60
6. SONUÇ	63
7. KAYNAKLAR	65
8. EKLER	70

# SİMGELER

PA 6,6 :Poliamid 6,6

PP :Polipropilen

SEM :Taramalı Elektron Mikroskobu (Scannining electron microscope)

FT-IR :Fourier Dönüşümlü Kızılötesi Spektroskopisi (Fourier transform infrared spectrophotometer)

MPPS :En fazla nüfuz eden partikül boyutu (Most penetrating particle size)

HEPA :Yüksek verimli partikül tutucuları (High-efficiency particulate air filter )

ULPA :Ultra düşük partikül tutucuları (Ultra-low particulate air filter)

# ŞEKİL LİSTESİ

# Sayfa No

Şekil 1.1. Lif çapının yüzey alanına etkisi	2
Şekil 2.1. Elektro lif çekim sistemi	3
Şekil 2.2. Döner tamburlu sistemle elektrik alanda lif çekimi	4
Şekil 2.3. Çubuklu sistemle elektrik alanda lif çekimi.	5
Sekil 2.4. Gözenekli tüp ile elektrik alanda lif cekimi	5
Sekil 2.5. Viskozite-boncuklu vapı ilişkişi	7
Sekil 2.6. Elektro lif cekim isleminde voltaj-akım ilişkişi	.11
Sekil 2.7. İki farklı toplayıcı-iğne arası mesafeden elde edilmiş Naylon 6,6 liflerinin	
görüntüleri	13
Şekil 2.8. Elek etkisi	.18
Şekil 2.9. Atalet etkisi	.19
Śekil 2.10. Yakalanma etkisi	.19
Sekil 2.11. Difuzyon etkisi	.19
Sekil 2.12. Elektrostatik cekim etkisi	.20
Sekil 2.13. Cesitli filtrasyon mekanizmalarının tanecik capına göre verime etkisi	.27
Sekil 2.14. Fraksiyonel toplama verimliliği ve partikül boyutu arasındaki iliski	.27
Sekil 2.15. Sigara filtrelerinde kullanılan Y enine kesite sahip liflere örnek	.29
Sekil 3.1. Nanolif vüzevlerin gramajının filtrasyon verimliliğine etkisi	.30
Sekil 3.2. Nanolif vüzevlerin kalınlığı ile filtrasyon verimliliğinin kalite faktörüne etkisi.	.33
Sekil 4.1. Elektro lif denev düzeneği	.34
Sekil 4.2 Siringa pompasi	34
Sekil 4.3. Yüksek güc kavnağı	.35
Sekil 4.4 PVA`nın kimvasal formülü	36
Sekil 4.5. PA6.6'nın acık kimvasal formülü	.36
Sekil 4.6. Brookfield DV-F marka viskozimetre	.37
Sekil 4.7. Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) ve SEM görüntüsü üzerinde cap ölcümüne	ait
tipik bir örnek	.39
Sekil 4.8. PVA 10.06 farklı uzaklıkta SEM görüntüleri a 10 000x. b.20 000x. c.40 000x	.40
Sekil 4.9. Quanta Chrome porozimetre test cihazi	.40
Sekil 4.10. Kumas hava gecirgenliği test cihazı	.41
Sekil 4.11. Certitest 8130 sematik görüntüsü.	.42
Sekil 4.12. Certitest 8130 model hava filtrasyon test cihazi	.43
Sekil 4.13. Nanoağ vüzevleri ile sigara dumanının filtre edilmesine vönelik basit düzenek	.43
Sekil 4.14. Sigara filtrasyonunda kullanılan vakum düzeneği	.44
Sekil 4.15. FT-IR test cihazı	.44
Sekil 5.1. Calısma süresinin vüzev gramajına etkisi (PA 6.6-Besleme hızı 0.6 ml/s)	.45
Sekil 5.2. Calısma süresinin yüzev gramajına etkisi (PVA -Besleme hızı 0.6 ml/s)	.46
Sekil 5.3. PA 6.6 calısma süresinin yüzey kalınlığına etkisi	.47
Sekil 5.4. PVA calısma süresinin yüzey kalınlığına etkisi	.47
Sekil 5.5. PA 6.6 polimeri icin tasıvıcı yüzevin elvaf inceliğine etkisi	49
Sekil 5.6. PVA polimeri icin tasıvıcı vüzevin elvaf inceliğine etkisi	49
Sekil 5.7. PA 6.6 polimeriyle besleme hızının elvaf inceliğine etkisi	54
Sekil 5.8. PVA polimeriyle besleme hızının elvaf inceliğine etkisi	54
Sekil 5.9. PA 6.6 vüzev olusum süresinin elvaf inceliğine etkisi	55
Sekil 5.10. PVA yüzev olusum süresinin elvaf inceliğine etkisi	55
Sekil 5.11. Yüzeylere ait gözenek büyüklükleri	56
Sekil 5.12. PA 6.6 besleme hızı ve calısma süresine göre hava gecirgenlikleri	57
Sekil 5.13. PVA besleme hızı ve calısma süresine göre hava geçirgenlikleri.	57
Şekil 5.14. PA 6,6 filtre yüzeylerin filtre verimlilikleri	59

Şekil 5.15. PVA nanoağ yüzeyin sigara filtre edilen tarafı	60
Şekil 5.16. PA 6,6 nanoağ yüzeylerin sigara içilen ve içilmeyen bölgelerinin FT-IR	
görüntüleri	61
Şekil 5.17. PVA nanoağ yüzeylerin sigara içilen ve içilmeyen bölgelerinin FT-IR	
görüntüleri	61
Şekil 5.18. Sadece PP dokusuz yüzeyle sigara dumanı filtre edilmeden önceki ve sonraki	
görüntüler	62

# TABLO LÍSTESÍ

Tablo 2.1. Partikül boyutları ve ASHRAE filtre verim sınıfları	24
Tablo 2.2. MERV, minimum verimlilik değerleri ve aralıkları	24
Tablo 2.3. Avrupa filtre sınıfları toz tutma verimlerine göre sınıflandırılması	25
Tablo 2.4. Avrupa filtre sınıfı ve HEPA, ULPA (%) verimlilikleri	26
Tablo 4.1. Elektro lif çekim üretim parametreleri	38
Tablo 4.2. Kullanılan polimerlerin ve çalışma parametrelerinin kodlanması	38
Tablo 4.3. Kompozit yüzeylerin sembolik gösterimi	41
Tablo 5.1. PVA ve PA 6,6 çözeltilerinin viskozite ve iletkenlik değerleri	45
Tablo 5.2. Alüminyum taşıyıcı yüzey SEM görüntüleri ve çap ölçümleri	48
Tablo 5.3. PA 6,6 besleme hızına göre SEM görüntüleri ve çap ölçüm sonuçları	50
Tablo 5.4. PVA besleme hızına göre SEM görüntüleri ve çap ölçüm sonuçları	51
Tablo 5.5. PA 6,6 çalışma süresi farkının SEM görüntüleri ve elyaf çapına etkisi	52
Tablo 5.6. PVA çalışma süresi farkının SEM görüntüleri ve elyaf çapına etkisi	53
Tablo 5.7. Kompozit yapıların hava geçirgenliği	58

# 1.GİRİŞ

Filtrasyon genel olarak ayırma işlemidir ve bu işlemin amacı filtrelenen malzemenin saflığını arttırmaktır. Filtre yüzeyde yer alan elyaf inceliği, filtre verimliliği için çok önemli olup, filtrasyon performansını belirleyen en önemli özelliktir. Öte yandan konvansiyonel yöntemlerle üretilen elyaf incelikleri 10-50 mikron arasındayken meltblown yöntemle elde edilen liflerde 3-8 mikron arasında inceliğe sahip liflerin üretilebildiği bilinmektedir (Nataraj ve ark. 2012). Hava filtrasyonu ile filtre edilmek istenen bir kısım partiküller (0,04–0,4 µm) yüksek difüzyon etkisi için çok büyük, atalet etkisi için ise yeterli momentuma sahip olamayacak kadar küçüktürler. Bu boyuttaki parçacıklar filtre tarafından yakalanması en zor olanlarıdır. Bu durumda en büyük güçlük veya zorlayıcı husus 0,3 mikron büyüklüğünde bir partikülü yüksek verimlilikte yakalayabilecek elyaf esaslı bir filtre yüzeyin uygun bir maliyette geliştirilmesi olmaktadır. Elektro lif çekim yöntemiyle oldukça ince liflerin üretilebilmesi sonucu elde edilen yüzeylerin konvansiyonel yüzeylerle entegrasyonu söz konusu bariyeri aşabilme konusunda özgün bir çözüm sunabilecek bir yaklaşım olarak değerlendirilmektedir. Bunun yanında, hacim ve hava geçirgenliği, dokusuz yüzeyin gözenekliliğine ve gözenek derinliğine bağlı olup, yapının partikül tutma kapasitesini etkileyen bir faktördür. Filtrasyonda genel amaç; gözenek genişliğini en küçük boyutta tutarak en yüksek filtrasyon verimliliğini sağlamaktır. Sonuç olarak, çok sayıda partikülün etkin şekilde uzaklaştırılması için olabildiğince ince lif ve küçük gözenek içeren yüzeylere ihtiyaç vardır.

Elektrik alan ile lif çekimi yöntemiyle nanometre ölçeğinde inceliğe sahip liflerin üretimi, elde edilen üründe sağladığı üstün performans yanında kullanılan yöntemin basit ve esnek üretime sahip olması nedeniyle son yıllarda yaygın bir uygulama haline gelmiştir. Bu yöntemle yaygın olarak 50-500 nm aralığında inceliğe sahip liflerden oluşan dokusuz yüzeyler üretilebilmekte olup, konvansiyonel sistemlere kıyasla 10<sup>2</sup>-10<sup>4</sup> kat daha ince elyaf üretilebilmesi sayesinde elde edilecek üründe etkili özellikler sağlanmaktadır. Bu yöntemle elde edilen yüzeylerin, yüksek performanslı filtreler, hidrofil tekstiller, lif destekli kompozitler, yara sargıları için biyomedikal tekstiller, doku iskelesi, nano ve mikro elektrik gereçler, elektromanyetik koruma, fotovoltaikler ve nanolif esaslı yüksek performanslı elektrotlar gibi çok farklı uygulama alanlarına sahip olduğu günümüzde artık yaygın bilinen bir gerçektir (Smit 2007)(Haghi 2012).

Bazı kaynaklarda "nanolif" ifadesi ile çapı 1µm'nin altında ve uzunluk/çap oranı 100:1 değerinin üzerinde olan birimler kastedilse de son yıllarda bu terim daha spesifik olarak çapı 100 nm'nin altındaki lifleri ifade etmektedir (Hongu 2005)(Ali 2011). Nanolifler, yüksek yüzey alanı/hacim veya yüksek yüzey alanı/kütle oranı ile filtreleme kabiliyetinde artış, leke

tutmazlık, su geçirmezlik, düşük özgül ağırlık, hava direncinde artış sağlaması gibi nedenlerle kumaş performans özelliklerinde artış sağlamakta olup, Şekil 1.1'de lif çapı ile yüzey alanı arasındaki ilişki görülmektedir (Kozanoğlu 2006)(Üstün 2011).



Şekil 1.1. Lif çapının yüzey alanına etkisi (Kozanoğlu 2006)

Bu doğrultuda sunulan tez çalışmasında elektrik alan ile lif çekimi yöntemini kullanarak hava filtrasyonuna yönelik nanolifli yüzeylerin üretimi hedeflenmiştir. Bu amaçla çalışmada öncelikle elektro lif çekimi ve hava filtrasyonuna yönelik temeller incelenmektedir. Ardından bu çalışmada üretilen yüzeylerin üretim tekniği, çalışma koşulları, uygulanan test ve analizlere dair bilgiler sunulmakta, elde edilen yüzeylerin karakterizasyonu ve performans özelliklerine ait test ve analiz sonuçlarına yer verilmektedir. Çalışmada ayrıca üretilen yüzeylerin hava filtrasyonu performansına ait örnek bir uygulama olarak sigara dumanı filtrasyonuna yönelik analizler de yer almaktadır.

#### 2. KURAMSAL TEMELLER

### 2.1. Elektro Lif Çekim Yöntemiyle Yüzey Eldesi

# 2.1.1. Elektro Lif Çekim Yöntemi

Geleneksel polimer lif üretim çeşitleri olan eriyikten lif çekimi, yaş çekim ve kuru çekimin ortak özellikleri çapları 5-500 mikron arasında değişen lif üretebilmeleridir. Elektro lif çekim işleminin temel prensibi ise, elektrostatik kuvvetler kullanılarak polimer çözeltisinin üzerindeki viskoelastik ve yüzey gerilim kuvvetlerinin yenilerek çözeltiden çok ince fibril yapılar oluşturulmasıdır. Oluşan bu yapılar nano boyutlarda çaplara sahip liflerin oluşturduğu ağımsı yapılardır.

Bir saç telinin binde biri inceliğine sahip olan, genellikle çapları 0,5-5 mikrometre arasında değişen nanolifler çok yüksek yüzey alanlarına sahiptir. Bu özellik de nanolifleri çok avantajlı duruma getirmektedir. Günümüzde çok çeşitli polimerle çalışılarak nanolif üretebilmenin en etkili ve basit diyebileceğimiz yöntem elektrospinning yöntemidir.



Şekil 2.1. Elektro lif çekim sistemi

Bu yöntemle ilgili ilk çalısmalar 1880'li yıllarda Rayleigh tarafından elektrik yüklü sıvı damlalarda oluşan kararsızlıkların incelenmesiyle başlamıştır. Rayleigh; elektrostatik kuvvet yüzey gerilimini aştığında yüklü solüsyon fiskiyesinin oluştuğunu belirlemiştir (Rayleigh 1882). Daha sonra 1915 yılında Zeleny, elektriksel alandaki yüklü damlalar ile ilgili bazı çalışmalar yapmıştır (Zeleny 1915). Bu yöntemde, ilk kez 1934 yılında Formhals tarafından elektrostatik kuvvetler kullanılarak polimelerden filament lif üretilmesi işleminin patenti alınmış ve kullanılan bu yöntem elektro lif çekim yöntemi olarak tanımlanmıştır (Formhals 1934). Elektro lif çekim yönteminde, çekimi gerçekleştirilecek polimer, uygun bir çözücüde çözülmekte veya ısıtma işlemine tabi tutulup eritilerek bir ucunda küçük bir delik bulunan bir pipetin veya şırınganın içerisine yerleştirilmektedir. Ardından söz konusu pipet ve şırınga ile belirli bir mesafede bulunan liflerin toplanmasında kullanılan metal toplayıcı plaka arasında yeterli derecede gerilim uygulanarak bir elektrik alan oluşturulmaktadır. Üretim esnasında uygulanan gerilim yavaş yavaş arttırılarak elektrostatik kuvvetlerin polimer damlacığındaki yüzey gerilimi ve viskoelastik kuvvetleri yenmesi ve jet oluşumunun başlaması beklenmektedir.

Uygulanan voltaj kritik değere ulaştığı anda jet oluşumu başlayarak metal-toplayıcı plakaya doğru hızla uzayarak ve incelip ayrışarak nano boyutlarda lif üretimi gerçekleşmeye başlamaktadır. Lif çapının düşmesinde çözücü moleküllerin uçarak buharlaması etkilidir. Toplama yüzeyinde biriken lifler incelendiğinde jetin takip ettiği yörüngeye bağlı olmaksızın dağınık bir şekilde toplanmış nanolifli yüzeyler oluştuğu gözlemlenmektedir.

Şekil 2.1'de görüldüğü gibi elektro lif çekim sisteminde temel olarak 4 eleman bulunmaktadır. Bunlar;

- Yüksek voltaj güç kaynağı
- Besleme ünitesi (şırınga, düze, metal iğne vb.)
- Metal toplayıcı (plaka, silindir, tambur vb.)
- Eriyik veya çözelti

Öte yandan yukarda yer alan ve sunulan tez çalışmasında kullanılan, elektrik alanda lif çekimiyle nanolif üretimine ait en basit yaklaşım olan iğneli yöntem yanında aynı prensiple fakat daha farklı düzeneklerle de lif çekiminin gerçekleştirilebildiği sistemler mevcuttur. Söz konusu farklı yaklaşımlardan en önemlilerinin temel çalışma prensipleri ise aşağıda Şekil 2.2 - 2.4'de şematize edilerek sunulmaktadır.



Şekil 2.2. Döner tamburlu sistemle elektrik alanda lif çekimi



Şekil 2.3. Çubuklu sistemle elektrik alanda lif çekimi



Şekil 2.4. Gözenekli tüp ile elektrik alanda lif çekimi

### 2.1.2. Elektro Lif Çekim Teorisi

Elektro lif çekimi süresince polimer çözeltisi veya eriyiğine iç ve dış kuvvetler olarak 5 kuvvet etki etmekte (2.1) olup, bu kuvvetlerin sıvı damlacığını kararsız bir jet haline getirdiği ve jetin toplayıcıya doğru yüksek hızlarda hareket etmesini sağladığı bilinmektedir (Gümüş 2009).

$$F_t = F_o + F_c + F_{ve} + F_{cap} + F_g = -m$$
 (2.1)

Söz konusu eşitlikte;

 $F_0$ : Elektrik alan tarafından meydana getirilen elektrostatik kuvvettir. Bu kuvvet, yüklenmiş jet ve kolektör arasındaki elektrostatik kuvvetlerin bir sonucu olarak meydana gelmiştir.

 $F_c$ : Damlacıktaki içsel kuvvetlerden damlacığın üzerine etki eden geri itici Coulomb kuvvetidir.  $F_{cap}$  (yüzey gerilimi): Damlacık ve jeti uzamasını engelleyen ve onu kararlı hale getiren kuvvet.  $F_{ve}$  (viskoelastik kuvvet): Sıvı polimerin akışkanlığını azaltan, polimer zincirleri arasındaki kuvvetlere bağlı olan, polimer jetin uzamasını engelleyen kuvvet.  $F_g$  (yerçekimi kuvveti): Jetin iğne ucundan kolektöre doğru uzaması süresince, aşağıdan yukarıya veya yukarıdan aşağıya elektro lif çekim düzeneğinin kurulumuna bağlı olarak jetin veya damlacığın üzerindeki toplam yükü pozitif veya negatif olarak etkileyen toplam kuvvettir.

Diğer kuvvetlerle kıyaslandığında, yerçekimi kuvveti ihmal edilebilir derecede küçüktür. Sonuç olarak elektrospinning, polimer jetinin viskoelastik kuvvetleri, yüzey gerilimi gibi içsel kuvvetler ile jet üzerinde içsel kuvvetlere zıt yönde etki eden elektrostatik kuvvetler arasındaki kuvvet farklılıkların oluşmasıyla meydana gelmektedir (Gümüş 2009).

#### 2.1.3. Elektro Lif Çekim Prosesine Etki Eden Parametreler

Günümüze kadar, elektro lif çekim sistemini etkileyen parametreler hakkında çok sayıda araştırma yapılmış,ve bu parametreler farklı başlıklar altında sınıflandırılmıştır. Genel olarak, elektro lif çekim prosesini etkileyen parametreler; polimer çözelti parametreleri, proses parametreleri ve ortam parametreleri olarak sınıflandırılmış olup, mevcut veriler aşağıdaki bölümde kısaca özetlenmektedir. Öte yandan ideal bir elektro çekim işlemi gerçekleştirmek ve ideal nanolifleri üretmek için gereken koşullar;

- Birbirine uygun ve kontrol edilebilir lif çapları,
- Lif yüzeyinde oluşacak hatasız yapı ya da kontrol edilebilir hata,
- Monofilament biçiminde nanolif toplanması

olarak üç genel madde ile özetlenebilmektedir (Kozanoğlu 2006).

#### a) Çözelti Parametreleri

Polimer çözelti özelliklerinin elektro çekim işleminde etkileri çok önemlidir. Oluşan nanolif morfolojisini, lif çapını ve elektro üretimin sürdürebilirliği direk olarak etkileyebilmektedir. Yüzey gerilimi, nanolifli yüzeylerde en sık karşılaşılan sorunlardan biri olan lif uzunluğu boyunca görülen boncuklanma olayı üzerinde önemli etkilere sahiptir. Çözelti viskozitesi ve elektrik iletkenliği, polimer jetinin uzama oranında rol oynar. Bunlar da dolaylı olarak meydana gelen nanoliflerin çaplarını belirlemektedir (Ramakrishna 2005).

### a.1)Polimer Çözeltisi

Farklı polimer ve çözeltiler kullanılarak çok farklı nanolif kesitleri elde edilebilmektedir. Farklı tip ve morfolojiye sahip nanoliflere, dallanmış nanolifler, düz şeritler, eğik şeritler, gözenekli nanolifler, helisel nanolifler gibi nanolifli yapıları örnek olarak gösterebiliriz.

### a.2)Moleküler Ağırlık

Moleküler ağırlık, çözeltinin viskozitesini doğrudan etkileyen parametrelerden biridir. Genellikle daha yüksek moleküler ağırlığa sahip polimerin daha düşük moleküler ağırlığa sahip polimere kıyasla viskozitesi daha yüksek olur. Elektro üretim işleminin gerçeklemesi için çözeltinin yeterli viskozite ve moleküler ağırlığa sahip olması gerekmektedir. Yani diyebiliriz ki, molekül ağırlığı arttıkça viskozitede artmaktadır. Polimer çözeltisinin iğne ucundan toplayıcı plakaya hareketi süresince, jetin dağılmasını önleyen molekül zincirlerinin birbirine dolanmasıdır. Polimerin molekül ağırlığı polimer zincir uzunluğunun göstergesidir. Bu yüzden monomer ve küçük polimer zincirleri elektro lif oluşturamamaktadır (Ramakrishna 2005). *a.3)Viskozite* 

Viskoziteye etki eden faktörlerden biri polimer konsantrasyonudur. Polimer konsantrasyonunu arttırınca çözeltinin viskozitesi de artmaktadır. Polimer konsantrasyonun artması, daha büyük polimer zincir bağlarının oluşması anlamına gelir ve böylece jetin sürekliliği sağlanmış olmaktadır (Ramakrishna 2005).

Elektro üretim işleminin gerçekleşebilmesi için çözeltinin viskozitesinin belli değerler arasında olması gerekir. Viskozitenin çok yüksek olması durumunda elektrostatik kuvvetler polimer sıvısından bir jet oluşturamazlar veya mikron boyutlarında çapa sahip lifler meydana gelir. (Gümüş 2009). Bunu, çözeltinin şırıngadan pompalanmasının daha zor olması ve elektro üretim işlemi başlayamadan damla formu oluştuğunda çözgenin kuruması gibi sebeplerle açıklamak mümkündür.

Düşük viskozitelerde, liflerde boncuklu yapılar meydana gelmektedir. Viskozite, yavaş yavaş arttırıldığında boncukların şekli yuvarlaktan lif formuna doğru değişmektedir (Sekil 2.5).



Şekil 2.5. Viskozite-boncuklu yapı ilişkisi (Kozanoğlu 2006)

Düşük viskozitelerde çözgen moleküllerinin fazlalığı ve düşük zincir düğümlenmeleri lif uzunluğu boyunca meydana gelen boncuklanmada yüzey geriliminin çok büyük bir etkisi olduğunu göstermektedir. Viskozite arttırıldığında çözeltideki polimer zincirlerinin artmasıyla jet üzerindeki yükler, çözeltiyi polimer zincirleri üzerinde bulunan çözgen molekülleriyle tamamen uzatırlar (Ramakrishna 2005).

Elektro lif çekimi süresince, polimer çözeltisi ve yükler arasındaki ilişki meydana gelen lif çaplarının boyutlarında önemli bir etkiye sahiptir. Bununla birlikte, işlem devam ettiği sırada ana jet üzerinde ikincil lifler olur. Toplayıcı üzerinde çok farklı lif çapları olduğu, konuyla ilgili yapılan birçok araştırmada gözlenmiştir. Viskozite yeterince yüksek olduğunda ise ikincil lifler oluşmaz ve lif çapları daha yüksek olur. Aynı zamanda artan viskozite, jetin whipping kararsızlığını önleyebilir. Jetin alacağı yol azalır böylece çözelti daha az uzar ve meydana gelen liflerin çapları artar (Ramakrishna 2005).

#### a.4) Konsantrasyon

Polimer konsantrasyonu, elektro lif çekim işleminin gerçeklemesini ve nano boyutlarda lif oluşmasını etkileyen esas parametrelerden biridir. Konsantrasyon, viskozite ve yüzey gerilimi birbirleriyle çok ilişkili olan faktörlerdir. Eğer çözelti çok seyreltik ise polimer lifi yüzey geriliminin etkilerine bağlı olarak toplayıcıya ulaşamadan damlacıklar oluşur. Ancak konsantrasyon çok yüksek olur ise de kılcal boru içerisindeki çözeltinin besleme oranını kontrol etmek zorlaşacağı için çok yüksek viskoziteye bağlı olarak lif oluşumu gerçekleşemez. Yapılan birçok çalışma da polimer konsantrasyonun artmasıyla lif çapının da arttığını göstermiştir (Russa 2010)

Konsantrasyon veya viskozite yeterli oranda arttırıldığında polimer zincirleri arasındaki moleküler etkileşim artmaktadır. Bu kuvvetler, jetin parçalanmasını ve boncuklu yapının meydana gelmesini engeller aynı zamanda jetin uzamasını sağlayarak liflerin incelmesini sağlar (Gümüş 2009).

#### a.5) Yüzey gerilimi

Elektro lif üretiminin başlayabilmesi için yüklü çözeltinin yüzey gerilimini yenebilmesi gerekir. Yüzey gerilimi, akışkanın yüzey alanı ile kütle oranı değerinin azalmasını sağlar. Bu durumda yüksek konsantrasyonda, serbest çözelti moleküllerinin artması yüzey gerilimi nedeniyle çözgen moleküllerinin artmasına ve küresel şekil almasına neden olmaktadır (Ramakrishna 2005).

Elektro çekim işlemi süresince viskoelastik kuvvetler, polimer damlacığını düzensiz kuvvetlere karşı korur. Yüzey gerilimi de polimer damlacığının minimum yüzey alanında tutulmasını sağlar. Aksi taktirde elektrostatik kuvvetler, onları iterek polimer jetinin maksimum yüzey alanına sahip polimer damlacıklarına ayrılmasana neden olur (Gümüş 2009).

Daha düşük viskozitelerde yüzey gerilimi daha etkili bir faktör olur ve kılcal boru içerisindeki sıvı damlacıklara ayrılarak elektro lif üretim işlemi yerine elektrospraying işlemi gerçekleşir (Marthur ve Singh 2008).

# a.6) Çözelti iletkenliği

Polimer çözeltisinin elektro lif olarak çekilebilmesi için belli bir iletkenlik değerine sahip olması gerekir. Elektro lif çekim işleminde jet oluşması için yüzeyde yüklerin akması ve bu sayede de çözeltinin uzama olayı gerçekleşmelidir. Çözeltinin iletkenliği arttırılır ise jet tarafından daha fazla yük taşınır. Çözeltiye bir miktar tuz veya iyon ilave edildiği taktirde artan yükler ile çözelti daha fazla uzayacaktır. Böylece boncuklu yapılar oluşmaz ve daha düzgün lif elde edilir. Polimer jetinin uzaması aynı zamanda da daha küçük çaplarda lif oluşmasını sağlar. Ancak lif çapındaki düşüşün bir sınırı vardır. Çözelti gerilirken, yüklerin Coloumb kuvvetlerine karşı daha yüksek viskoelastik kuvvet oluşacaktır (Ramakrishna 2005).

#### a.7) Çözgenin Dielektrik Etkisi

Bir çözgenin dielektrik sabiti, elektro lif çekimi için önemli bir etkendir. Genellikle, daha yüksek dielektrik özelliğe sahip bir çözeltide, elde edilen lif çapının ve boncuklu yapının daha az olduğu saptanmıştır. Dielektrik özelliğini arttırmak ve lif morfolojisini geliştirmek için bir çözeltiye N,N-dimetilformamid (DMF) gibi çözücüler ilave edilebilir. Yüksek dielektrik sabiti ile elektro çekim jetinin eğilme kararsızlığı da artar. Bu durum, liflerin toplayıcıdaki miktarının artmasını sağlar. Bununla birlikte, jetin izleyeceği yol artarak lif çaplarının azaldığı da bilinen bir gerçektir (Ramakrishna 2005).

Bu konuyla ilgili olarak Li ve arkadaşlarının (2008) yaptıkları çalışmalarda, PVA çözeltilerinin içerisine LiCl eklenerek çözelti iletkenliği arttırılmıştır. Elde edilen sonuçlar, jet hızının arttığı, kararlı bölgenin kısaldığı ve lif çaplarının inceldiğini göstermektedir.

Elektro lif çekim ile meydana gelen lif morfolojisinde iyonların büyüklüğünün de etkisi büyütür. NaCl ilave edilerek hazırlanan çözeltiden elde edilen elektro lif çaplarının en küçük, KH<sub>2</sub>PO<sub>4</sub> ilave edilen çözeltiden ise en geniş çapta lif elde edildiği ancak NaH<sub>2</sub>PO<sub>4</sub> ilave edildiğinde orta çaplara sahip liflerin oluştuğu görülmüştür. Buna bağlı olarak, hareketli ve daha küçük iyonların jetteki uzama kuvvetini arttırarak lif çaplarının azalmasını sağladığı sonucuna varılmaktadır (Ramakrishna 2005). a.8) pH

Bazı araştırmacılar, pH değerinin değişmesiyle iletkenliğin de değiştiğini gözlemlemişlerdir. Yapılan deneysel çalışmalarla, pH değerlerinin artmasıyla liflerin daha düzgün ve ince yapıda oldukları, ancak asidik ortamda boncuklu yapıların oluştuğu saptanmıştır.

# a.9) Çözelti Sıcaklığı

Çözelti sıcaklığı, buharlaşma hızının artması ve çözelti viskozitesinin düşmesinde etkilidir. Düşük viskozitelerde, Coulomb kuvvetleri jet üzerinde daha fazla gerilme yaratarak daha düzgün ve ince liflerin elde edilmesinin sağlamaktadır. Çözelti sıcaklığının artması ile polimer moleküllerinin hareketliliği de artmaktadır. Bu durumda, Coulomb kuvvetlerinin çözelti üzerindeki çekim etkisinin daha fazla olduğu düşünülmektedir (Ramakrishna 2005).

Çözelti sıcaklığının etkisini saptamak amacıyla yapılan çalışmalarda, yüksek çözelti sıcaklığında oda sıcaklığında elde edilen nanoliflere kıyasla daha düzgün ve üniform yapıda yüzeylerin oluştuğu tespit edilmiştir (Ramakrishna 2005).

#### b) Proses Parametreleri

Elektro lif çekim sisteminde çözelti parametreleri kadar önemli olmamakla birlikte lif morfolojisinde etkisi olan proses parametreleri olarak sınıflandırabilecek faktörler de mevcuttur. Uygulan voltaj, besleme oranı, çözelti sıcaklığı, toplayıcı tipi, toplayıcı-iğne arası mesafe, iğne çapı gibi faktörlerin yeterli ve dengeli seviyede olması durumunda daha düzgün ve ince lifler elde etmek mümkündür.

#### b.1) Voltaj

Polimer çözeltisine uygulanan yüksek voltaj, elektro lif çekim prosesi için çok önemli bir kriterdir. Yüksek voltaj, çözeltideki gerekli yükleri indükler ve elektrik alanla birlikte elektrostatik kuvvet yüzey gerilimini yendiğinde elektro çekim süreci başlar.

1964 yılında Taylor tarafından yürütülen çalışmalarda, genellikle 6 kV'un üzerindeki pozitif veya negatif yüksek voltajın, iğne ucundaki çözelti damlacığının koni şeklini almasına neden olduğu saptanmıştır. Çözeltinin besleme oranına bağlı olarak kararlı bir Taylor konisi oluşturmak için daha yüksek voltaj değerine gereksinim olabilir. Jetteki Coulomb itme kuvvetleri, viskoelastik çözeltinin uzamasını sağlar. Eğer uygulanan voltaj yükseltilirse, yük miktarı artarak jet hızlanır ve iğnenin ucundan daha fazla miktarda yük çekilir. Bu durum, daha küçük ve daha az stabil bir Taylor konisi ile sonuçlanabilir. Öte yandan çözeltinin toplayıcı plakaya çekimi, kaynaktan besleme hızından daha yüksek olursa, Taylor konisi iğne içine geri çekilebilmektedir (Ramakrishna 2005).

Uygulanan voltaj ve elektrik alanı, jetin hızlanmasına olan etkilerinden dolayı meydana gelen lif morfolojisini de etkilemektedir. Bu konuyla ilgili olarak yapılan birçok çalışma göstermiştir ki artan voltaj jet içinde Coulomb kuvvetlerinin daha fazla olmasına ve daha güçlü elektrik alan oluşturmasına bağlı olarak çözeltinin daha fazla uzamasını sağlar. Bu durum, meydana gelen lif çaplarının da azalmasına sebep olmaktadır. Aynı zamanda daha hızlı buharlaşmadan dolayı daha kuru lifler elde edilebilmektedir (Ramakrishna 2005; Cengiz 2006).

Öte yandan Deitzel ve arkadaşları diğer değişkenler sabit tutulduğunda (iletkenlik, dielektrik sabiti, besleme oranı) PEO/su çözeltisi için uygulanan voltaj ile işlem akımının değişimini incelemiş olup, işlem akımında, voltaj değeri arttıkça Şekil 2.6 ile gösterildiği şekilde bir artış trendi gözlenmiştir (Deitzel 2001).



Şekil 2.6. Elektro lif çekim işleminde voltaj-akım ilişkisi (Deitzel 2001)

Deitzel ve arkadaşları yaptıkları deneylere 5,5 kV voltaj değerinde başlamış olup, voltaj yavaş yavaş arttırılarak lif morfolojisindeki değişimler de incelenmiştir. Başlangıçta oluşan lifler oldukça düzgün ve hatasız iken, voltajın 9 kV değerlerine çıkmasıyla birlikte meydana gelen liflerde boncuklu yapılar görülmüştür. Yüksek voltaj değerlerinde boncuklanma eğilimi ise daha fazladır. Aynı zamanda artan voltaj değerleri ile birlikte boncuk şekilleri iğ şeklinden küresel şekle doğru değişim gösterdiği de belirtilmektedir.

Yüksek voltaj, lif morfolojisinin yanı sıra liflerin kristalinitesini de etkilemektedir. Elektrostatik alan, polimer moleküllerinin daha düzenli olmasını sağlayarak daha iyi kristalinite sağlar. Ancak belirli bir değerin üzerindeki voltaj değerleri kristalin yapıyı azaltır. Artan voltaj değeri, jeti hızlandırdığından uçuş süresi kısalır. Azalan uçuş süresi ile polimer moleküllerinin paralelleşerek düzgün yapı oluşturma süresini de azalır. Bu yüzden, artan voltajın polimer moleküllerine yeterli uçuş süresi vererek kristilinitenin artmasını sağladığı belirtilmektedir (Ramakrishna 2005).

#### b.2) Besleme Hızı

Besleme hızı, elektro lif çekilebilmesi için gereken çözelti miktarını belirler. Uygulanan bir voltaj değerinde, stabil bir Taylor konisi oluşturabilmek için uygun bir besleme hızı gerekir. Besleme hızı arttığında ise lif çapında ve boncuklu yapılarda artış gözlenir. Bunun iğne ucundan çekilen çözelti miktarının artması sonucu oluştuğu açıktır (Ramakrishna 2005).

Çözeltinin besleme hızındaki değişmeyle lif morfolojisinin de değiştiği sonucuna ulaşılmıştır. Besleme hızı 0,3ml/saat olduğunda liflerde boncuklanmanın meydana geldiği gözlenmiştir. Besleme hızı kritik değeri aştığında, iğne ucundaki jetin dağlım oranı elektrik kuvvetleri tarafından çekilen jetin oranını aşacaktır. Bu durumun jette kararsızlığa ve boncuklu yapılanmaya neden olduğu belirtilmektedir (Haghi ve Akbari 2007).

Öte yandan çözelti besleme hızı, iğne ucundan toplayıcıya uçuş süresince çözücünün buharlaşması için yeterli süreyi sağlaması için yeterli seviyede düşük olmalıdır. Aksi taktirde, lifler toplayıcı üzerine düşene kadar kurumaz ve liflerin birbirleri ile temas ettikleri noktalarda yapışmalar meydana gelir. Bu nedenle daha düşük besleme hızı, buharlaşma için daha fazla zaman sağlayacağı için daha istenir bir durumdur.

# b.3) Toplayıcının Tipi

Elektro lif çekim işleminin başlayabilmesi için öncelikle topraklanmış toplayıcı ve şırınga pipet arasında elektriksel bir alan oluşmalıdır. Bu nedenle toplayıcı olarak alüminyum folyo gibi iletken bir materyal kullanılır ve bu materyal de elektriksel olarak topraklanır. Toplayıcı olarak iletken olmayan bir materyalin kullanılması durumunda, jet üzerindeki yükler, toplayıcı üzerinde çok hızlı birikir ve böylece daha az lif toplanmış olur.

Toplayıcı üzerine düşen lifler toplayıcının şeklini almaktadır. Farklı düzeneklerden elde edilen nanoliflerin özellikleri de birbirinden farklıdır. Elektro lif üretiminde çok farklı şekilde modifiye edilmiş toplayıcılar mevcuttur. Bunlara örnek olarak, metal ızgaralar, dönen tambur, dönen disk, taşıyıcı bant, üçgen çerçeve, paralel bilezik ve sıvı banyosu gösterilebilir.

Öte yandan Göktepe ve ark. tarafından toplayıcıya ait materyalin türünün (alüminyum ve bakır) ve toplayıcının kalınlığının (1 mm, 5 mm ve 10 mm) elde edilen liflere etkisi irdelenmiş olup, toplayıcı malzemenin kalınlığı arttıkça daha yoğun ve dar bir alanda üretimin gerçekleştiği ve elde edilen liflerin daha kalınlaştığı, Cu toplayıcıya kıyasla Al toplayıcı kullanarak daha ince elyaf üretildiği sonucu ortaya koymaktadır. Aynı çalışmada ayrıca keskin köşeli toplayıcıya kıyasla köşeleri yuvarlatılmış toplayıcı ile elde edilen liflerde incelik varyasyonunun daha az olduğu da belirtilmektedir (Göktepe 2010).

#### b.4) Toplayıcı - İğne Arası Mesafe

Toplayıcı ile iğne arası mesafe, elektro lif çekim sürecinde elektrik alan kuvvetlerini ve uçuş süresini etkileyen önemli bir parametredir. Çözücünün buharlaşma süresi de düşünülerek uygun bir mesafe belirlenmelidir. Mesafe kısaldığında, buharlaşma süresi kısalır ve sonuç olarak kurumayan lifler de temas noktalarında birbirlerine yapışır. Toplayıcı üzerindeki liflerde boncuklu yapılar gözlenir. Sekil 2.7 'de iki farklı mesafeden çekilmiş Naylon 6,6 liflerinin SEM görüntüleri verilmiştir (Ramakrishna 2005).





Mesafe çok arttırıldığında ise elektro lif çekimi için gerekli olan elektrostatik kuvvetler oluşmaz. Toplayıcı-iğne arası mesafeyle voltaj arasında ters bir orantı olduğu söylenebilir. Mesafeyi azaltmak voltajı arttırmakla aynı etkiyi yapmaktadır.

## b.5) Pipet/iğne Çapı

Pipet/iğne iç çapının elektro lif çekim prosesinde etkisi vardır. Küçük iç çap daha az tıkanma ve boncuklanma oluşumuna neden olmaktadır. Ayrıca pipet/igne iç çapının küçük olması oluşan lif çaplarının daha ince olmasını sağlar. İğne/pipet ucunda oluşan damlanın çapı küçüldükçe damlacığın yüzey gerilimi artar. Aynı voltaj için, jet oluşumunun başlayabilmesi için daha fazla Coulomb kuvveti gerekir. Sonuç olarak, jetin ivmesi düşerek, toplayıcıya ulaşmadan önce havada geçirdiği süre ve uzama miktarı artacağı için daha ince lifler oluşur. Ancak, pipet/iğne çapı çok düşük olursa da damlacığın pipet/iğne ucundan püskürtülmesi sorun olabilir. Yapılan çalışmalar iğne iç çapının lif çapıyla yakından ilişkisi olduğunu göstermektedir.

#### c) Ortam Parametreleri

Elektro lif çekim işleminin gerçekleştirildiği ortam parametreleri, az sayıda araştırma yapılan ve çok fazla üzerinde durulmayan bir konudur. Polimer çözeltisi ve ortam arasındaki etkileşimin meydana gelen lif morfolojisi üzerinde etkisi olabilir. Örneğin, yüksek nemin liflerin yüzeyinde gözeneklere neden olduğu tespit edilmiştir (Ramakrishna 2005). Nem, ortam sıcaklığı, atmosfer tipi ve basıncı elektro lif çekim prosesini etkileyen faktörlerdir.

## *c*.*1*) Nem

Elektro lif çekim işlemi süresince ortamdaki nem polimer çözeltisini etkiler. Yüksek nem miktarında su molekülleri lif yüzeyinde yoğunlaşarak, özellikle uçucu çözücülerle hazırlanan çözeltilerde lif morfolojisini etkiler. Artan nem ile lif yüzeyinde dairesel gözenekler oluşur. Aynı zamanda, bağıl nem miktarı çözücünün buharlaşma hızı ile de ilişkilidir. Düşük nemde çözücünün çok hızlı buharlaştığı belirtilmektedir (Ramakrishna 2005).

#### c.2) Atmosfer Tipi

Elektro lif çekim işleminin gerçekleştiği havanın bileşimi bu prosesi etkileyen bir diğer faktördür. Bazı gazlar yüksek elektriksel alan içerisinde farklı davranışlar sergilemektedir. Örneğin helyum, yüksek elektriksel alanda bozunmakta ve elektro lif çekim işlemini engellemektedir (Ramakrishna 2005).

#### c.3) Basınç

Elektro lif çekim işlemine basıncın etkisini ancak kapalı ortamda görebilmek mümkündür. Genellikle, ortamdaki basıncın azalmasının elektro lif çekim işleminde olumsuz etkiye sahip olduğu görülmüştür. Elektro lif çekimi işlemi, atmosfer basıncından daha düşük bir basınç altında gerçekleştirildiğinde şırıngadaki çözeltinin dışarı akma eğilimi daha fazla olmakta ve bu durum stabil olmayan bir jet başlangıcına yol açmaktadır (Ramakrishna 2005). *c.4) Ortam Sıcaklığı* 

Çözeltinin buharlaşma oranı, ortam sıcaklığı düşük olduğunda yavaşlamaktadır. Toplayıcıya ulaşan polimer jeti tamamen katılaşamamaktadır ve böylece oluşan liflerin çapları artmaktadır. Eğer ortam sıcaklığı yüksek olursa, polimer jetinin püskürtülmesi ve jetin uzaması için gerekli süre yüksek katılaşma oranından dolayı sağlanamamaktadır. Bu durumda, lif çapları ve lif çap dağılımları artmaktadır. Sonuç olarak, çözücünün buharlaşması ve daha ince lifler elde edilebilmesi için optimum sıcaklık değerleri sağlanmalıdır (Gümüş 2009).

#### 2.2. Filtrasyon Mekanizması

Filtrasyon; hava ve sıvı içerisindeki belirli boyutlardaki partiküllerin ayrılarak akışkanın saflığının arttırılması işlemidir. Dokuma ve dokusuz yüzey filtre yapılar; hammadde ve yapısal özelliklerine bağlı olarak kalınlıkları ve kalınlık doğrultusunda oluşan üç boyutlu cepler ile belirlenen boyuttaki partiküller için filtrasyon işlemini gerçekleştirirler. Filtre yapıları sadece dokuma ve dokusuz yüzeylerden üretilebildiği gibi bazı uygulamalarda bu yüzeylerin bir araya getirilmesiyle elde edilen çok katlı kompozit yapılar ve bitim işlemleri ile modifiye edilmiş ürünler şeklinde de kullanılabilmektedir.

#### 2.2.1. Filtre Yüzeylerin Üretim Teknikleri

#### a) Dokuma Yapılar

Dokuma filtreler, filament veya stapel ipliklerden standart örgülerde üretilebilmekte ve genellikle yüksek mukavemet gerektiren uygulamalarda kullanılmaktadır. Düzenli gözenek boyutuna sahip olan dokuma filtreler, yüzey filtrasyon uygulamalarında yalnızca gözenek boyutundan daha büyük partiküllerin ayrılması amacıyla kullanılırlar. Bu özellikleri ile beraber yüksek maliyetleri de göz önünde bulundurulursa, dokusuz yüzeylerin neden pek çok uygulamada artık dokuma filtrelerin yerini aldığı anlaşılabilir. Dokuma filtrelerin yaygın olarak kullanıldığı alanlardan biri, kağıt üretiminde su filtrasyonu uygulamasıdır. Son yıllarda bu uygulama için de dokusuz yüzey filtreler kullanılmaya başlanmıştır. Dokuma kumaşlar filtrasyon fonksiyonunu bazı uygulamalarda tek başına yerine getirememektedir. Bu durumda, takviye malzemesi olarak da kullanılmaları söz konusudur. Dokuma kumaşlardan, dokusuz yüzeyler ile beraber kompozit malzeme oluşturmak üzere de faydalanılabilir (Doğan 2006).

#### b) Dokusuz Yüzeyler

Dokusuz yüzeylerin üretilmesinde iki ana işlem grubu, kuru ve yaş yöntemler olup, kuru yöntemde yapı hava ortamında şekillenmekte iken, yaş yöntemde yapı su içerisinde şekillendirilmektedir (Kaplan 2010).

#### b.1) Kuru Yöntemler

#### Havayla Yatırım (Airlaid) Yöntemi

Çoğunlukla selüloz hamurundan üretilen havayla yatırılmış yapılar, genellikle bebek bezi ve kişisel hijyenik pedler gibi adsorbent materyaller, endüstriyel hava filtreleri ve silindir filtre yapılarının üretiminde kullanılmaktadır. Hacimli hamur, dövülerek tek life ayrılır, hava akışı ile hareketli bir sonsuz bant üzerine gönderilir veya kumaş oluşturmak üzere kablo formuna getirilir. Ştapel haldeki poliester, polipropilen, naylon, rayon gibi sentetik lifler, üretim bölgesine beslenebilir. Karboksi metil selüloz (CMC) gibi süper absorbent polimerler (SAP) sık sık üretime dahil edilir (Kaplan 2010).

### Kuru Yatırım (Drylaid) Yöntemi

Kuru yatırım yöntemi, filtrasyonda kullanılan keçe ve tülbent yapılarının üretiminde kullanılır. Kuru yatırımla elde edilen tülbentler havayla yatırılmış yüzeylere göre daha uzun liflerden üretilir.

#### Spunbond Yöntemi

Spunbond prosesi, erimiş haldeki polimerin bir hazneden çekilmesini ve hızlı bir şekilde soğutulmasını içerir. Venturi tüp içerisindeki akış, filamentlerin dağıtıcı çember içerisinden geçerek havalanmasına ve karmaşıklaşmasına sebep olur. Karmaşıklaştırılan lifler hareketli bant üzerine vakum vasıtasıyla emilip biriktirilir. Hareketli bant ve bandın altındaki emiş, kalandır veya baskı silindirinin ısıl bağlama etkinliğini arttırır. Son olarak bağlanmış tülbent top halinde sarılır (Kaplan 2010).

# Elektro Lif Çekim Yöntemi

Sunulan tez çalışmasında da kullanılan bu yöntemle yüzey üretiminde filtrasyon amacına yönelik elde edilen liflerin çapı 0,25 µm civarında olabilmekte, oluşan tülbent ise çok düşük incelik (1µ veya daha az) ve sınırlı mekanik özellikler taşımaktadır. Bu yüzeyler genellikle takviye materyali olarak dokusuz yüzey yapılarla birleştirilirler.

#### Melt-Blown Yöntemi

Melt-blown tülbent yapısı da doğrudan polimer eriyiğinden elde edilir. Bu yöntem yüksek hız, sıcak hava, uçlara yakın enjekte edebilme ve daha ince lifler üretilebilmesi gibi özellikleriyle spunbond yönteminden farklılık gösterir. İnceltilmiş filamentler soğuk havaya maruz bırakılır ve hareketli toplayıcılar yardımıyla toplanır. İnceltilmiş filamentler genellikle 1-4 µm çap aralığında ve düşük gramajlı çok düzgün tülbent yapısına sahip olurlar. Melt- blown tülbentin üretimi için polipropilen ve polibütil tereftalat en sık kullanılan polimerlerdir.

### b.2) Yaş Yöntem

Yaş yöntemle üretilen bütün filtre yapıları esas olarak kağıt filtre yapıları olarak tanımlanır. Yaş yöntemle üretilen dokusuz yüzeylerin önemli bir miktarının filtre olarak tanımlanması INDA (Association of the Nonwoven Fabrics Industry) tarafından uygun bulunmuştur. Yaş yöntemde odun hamuru ve doğal liflere ek olarak, poliester, rayon, naylon, cam, kevlar, nomeks, grafit ve suda çözünebilen her türlü elyaf işlenebilir. Üretilen yapılar genellikle reçine katmanı ilavesi ile kullanılır. Yaş yöntemle tülbent eldesi; tülbendin oluşumu, bir kimyasal eklenmesi veya tülbentin bir reçine besleyici içerisinden geçirilmesi ve filtrenin son kullanım amacına uygun olarak mekanik ve geometrik özelliklerini değiştirmek amacıyla

farklı form verme yöntemleriyle (kırıştırma, buruşturma, geri sarma, yarık açma, tabaka kesme, pileleme, torba oluşturma vb.) şekillendirilmesi aşamalarından oluşur (Kaplan 2010).

# c) Kompozit Yapılar

Kompozit yapılar dokusuz yüzey katmanların membran veya elektrospun yapılarla birleştirilmesi ile elde edilir. Birçok iğnelenmiş keçe, filtrasyon uygulamalarında yapısal bütünlüğü sağlamak için ince bir bez ile güçlendirilmiştir. Kompozit yapılar, farklı yoğunluktaki katmanların birleştirilmesiyle değişken yoğunlukta filtrelerin elde edilebilmesine olanak tanır (Kaplan 2010).

#### 2.2.2. Filtre Kumaşlarda Performansı Etkileyen Önemli Yapısal Özellikler

Filtre kumaş yüzeylerde performansı etkileyen en önemli yapısal özellikler aşağıda kısaca özetlenmektedir.

• Lif çapı: Lifler, kumaşın temel yapı elemanı olduğu için kumaş özelliklerini de önemli derecede etkilemektedir. Elyaf çapı azaldıkça; birim alandaki lif sayısı artmakta, dolayısıyla gözenek sayısı artmakta ve partikülün filtre yüzey içinde alacağı yol karmaşık hale gelmektedir. Ayrıca yüzey alanı artmakta, gözenek boyutu küçülmekte ve partikülün yakalanma ihtimali artmektadır (Duran ve Öneş 1993; Vaughn and Ramachandran 2002).

• Lif geometrisi: Farklı enine kesitlere sahip liflerden elde edilmiş filtreler vardır. Lif geometrisi filtrasyon kabiliyetini doğrudan etkilemektedir.

• Yüzey alan: Lif yüzey alanı filtrasyon performansı üzerinde doğrudan bir etkiye sahiptir. Çünkü birim hacimdeki lif yüzey alanı artışı, lif sayısının ve partiküllerin lif ile çarpışma ihtimallerinin artması anlamına gelir.

• Gözeneklilik: Birim hacim kumaştaki açık alan miktarı olarak tanımlanır (Frank 2004). Diğer bir ifadeyle, kumaş içindeki boşluk hacminin, kumaşın toplam hacmine oranına karşı gelmekte olup, şu şekilde ifade edilebilir (Frank 2004):

$$P=100-\left(\frac{P_a}{P_b}\right)$$
(2.1)

Yukardaki ifadede P<sub>a</sub> kumaş yoğunluğunu; P<sub>b</sub> lif yoğunluğunu göstermektedir.

Kumaş yoğunluğu: Kumaş ağırlığının, kumaş hacmine oranı olarak tanımlanabilir. (Gorczyca 2005). Lifler ne kadar ince olur, ne kadar sıkı paketlenirse, kumaş yoğunluğu o kadar artar, kumaşın geçirgenliği azalır, filtrasyon verimliliği artar.

• Kumaş kalınlığı: Lif ve iplik çapına, dokunun oluşum şekline bağlı olarak değişir. Filtre kumaşının kalınlığının fazla olması efektif filtreleme alanının fazla olması anlamına gelir ve bu istenilen bir durumdur.

• Gözenek boyut dağılımı: Gözenek boyut dağılımının geniş olması filtreleme işlemi için istenmeyen bir durumdur. Filtrenin boyutlarının aynı olması ve partikülleri aynı oranda tutması istenir. Dokuma ve örme kumaşlar, dokusuz yüzeylerle karşılaştırıldıklarında gözenek boyut dağılımlarının çok düşük olduğu görülür.

Hacimlilik: Kumaşın verilen bir alan yoğunluğundaki hacminin yansımasıdır. Lif çapı/ iplik çapı oranı yüksek ise daha hacimli olmaya eğilimlidir, geometrik tekrar eden ünitedeki lif hareket serbestliği fazladır. Hacimlilik lif kalınlığına bağlıdır. Hacimli kumaşlar daha kalındır.
Yüzey yapısı: Yüzeyin pürüzlülüğü bu parametreye ait temel gösterge olarak alınmaktadır. Lif ve/veya iplik çapı artarsa yüzey pürüzlülüğü artar. Doku şekli de pürüzlülüğe etki eden bir faktördür. Yüzey yapısını düzgünleştirmek için filtre kumaşlarına bitim işlemi uygulanabilir.

• Gramaj: Kumaşın birim alanının kütlesi olarak tanımlanmakta olup, birim alan kütlesi iplik veya lif çapı ya da paketlenmesi ile ve kullanılan lif yoğunluğu ile alakalıdır. Gramaj ne kadar fazla ise, kumaşın hava geçirgenliğinin o derece düşük olacağı bilinmektedir (Frank 2004).

# 2.2.3. Filtrasyon Mekanizmaları

Filtrelerin, tozları yakalanmasını sağlayan farklı etkiler vardır. Bunlar şu şekilde sıralanabilir (Bulgurcu 2013);

- a. Elek etkisi
- b. Atalet etkisi
- c. Yakalanma etkisi
- d. Difüzyon etkisi
- e. Elektrostatik etki.

Bu etkiler kısaca açıklanacak olursa;

a. Elek Etkisi: En basit mekanizma olarak tanımlanabilen elek tipi filtreleme etkisi, aşağıdaki şekilde görüldüğü gibi çapı, filtre elemanı olarak kullanılan iki elyaf arasındaki açıklıktan daha büyük olan taneciklerin tutulması olayını ifade etmektedir (Şekil 2.8.).



Şekil 2.8. Elek etkisi (Bulgurcu 2013)

b. Atalet Etkisi: Akım iplikçiklerinin önüne bir filtre elyafi çıktığı zaman onun etrafında paralelliklerini bozmadan dönerek yollarına devam ederler. Ancak akış içinde sürüklenen tanecikler ataletleri dolayısıyla filtre elyafi etrafında dönemeyerek, elyafa çarpıp onun yüzeyine yapışırlar. Bu etki hava hızının artması, tanecik çapının büyümesi ve elyaf çapının küçülmesi ile artar (Şekil 2.9).



Şekil 2.9. Atalet etkisi (Bulgurcu 2013)

c. Yakalanma Etkisi: Tanecik çapı çok küçük ise tanecik hava ile beraber elyaf etrafında bir yörünge takip edebilir. Ancak bu yörünge, taneciğin elyaf etrafındaki hareketinde, elyafa tanecik yarıçapından daha yakın bir yerden geçiyorsa, tanecik elyaf tarafından yakalanır ve elyafa yapışır. Tanecik çapı artıp, elyaf çapı ve elyaf iplikçikleri arasındaki mesafe azaldıkça bu etki artar. Bir filtre elyafı içinde, tutulmak istenen tanecik çapına yakın ne kadar küçük çaplı filtre elyafı varsa bu yakalama etkisi de o derece kuvvetli olur (Şekil 2.10).



Şekil 2.10. Yakalanma etkisi (Bulgurcu 2013)

d. Difüzyon Etkisi: Tanecik çapının 1µm'den daha küçük olması halinde, taneciklerle çarpışan gaz molekülleri onların düzensiz hareket etmelerine neden olabilmektedir. Gaz moleküllerinin Brownian hareketi denen bu davranışları sonucu filtre elyafı ile çarpışan tanecikler onlara yapışabilmektedir. Bu etki hava hızı, tanecik çapı ve elyaf çapı küçüldükçe artmaktadır (Şekil 2.11).



Şekil 2.11. Difuzyon etkisi (Bulgurcu 2013)

e. Elektrostatik Çekim: Sadece mekanik metotların kombinasyonu ile filtre edilen akışkandaki partiküllerin tutulması zordur. Bir partikül, elektrostatik bir alandan geçerse, kendisi ile zıt yüklü bir gövde üzerinde tutulur. Bu sebeple liflere üretimleri sırasında elektrostatik yükler verilerek partikülleri çekmesi sağlanabilir. Bu mekanizma küçük ve orta büyüklükteki partiküller için kullanılabilir. Elektrostatik olarak yüklenmiş olan filtreler, filtrasyonun ilk aşamalarında geleneksel filtrelere göre yüksek verimliliğe sahiptirler (Şekil 2.12).



Şekil 2.12. Elektrostatik çekim etkisi (Bulgurcu 2013)

Sonuç olarak filtre yüzeylerde etkin yakalama mekanizması parçacık boyutu ile ilgilidir. Çok küçük parçacıklarda; Brownian hareket etkisi ile parçacıklar difüzyonla yakalanır. Geniş parçacıklar ise büyük momentuma sahiptir. Bu parçacıkların sıvı akımından kurtulma olasılıkları daha yüksektir ve bu nedenle bunların atalet mekanizmasıyla yakalanmaları uygundur (Kaplan 2010).

#### 2.3. Filtrelerin Performansını Tayin Eden Parametreler

<u>Filtrasyon sürecinde bir filtrenin verimliliği</u>, filtre malzemesinden uzaklaştırılan kirletici miktarının yüzde değeri olarak tanımlanmaktadır (Hutten 2007). Burada kirletici miktarı, kütle, parçacık sayısı ya da hacim cinsinden belirlenebilir. Filtrasyon verimliliği Denklem 2.2'deki gibi ifade edilir:

$$e(\%) = \frac{G_1 - G_2}{G_1} \times 100 = \frac{Q(N_1 - N_2)}{N_1 Q} \times 100 = (1 - \frac{N_2}{N_1}) \times 100$$
(2.2)

Burada e, filtrasyon verimliliğidir.  $G_1$  ve  $G_2$ , giriş ve çıkış hava akımı içerisindeki parçacık miktarı (mg/h),  $N_1$  ve  $N_2$  giriş ve çıkış hava akımı içerisindeki parçacık konsantrasyonu (mg/m<sup>3</sup>), Q ise havanın hızıdır (m<sup>3</sup>/h) (Qin ve Wang 2006).

Verimliliğin değerlendirilmesine farklı bir bakış açısı sağlayan penetrasyon ise, filtre malzemesine penetre olan (nüfuz eden) kirleticinin yüzde olarak değeridir. Penetrasyon Denklem 2.3'de görüldüğü gibi ifade edilir (Hutten 2007):

$$\rho = 100 x \frac{M_D}{M_U} \tag{2.3}$$

 $M_U$ , kirleticinin üst akış alanındaki miktarı,  $M_D$  ise kirleticinin alt akış alanındaki miktarıdır (Alan ve Tercan 2013).

Hutten (2007), bazı durumlarda penetrasyonun, filtrasyon sürecinde daha çok ilgilenilen bir bakış açısı olabileceğini belirtmiş, verimliliğin % 98'den % 99'a çıkarılması durumunu örnek almıştır. Böyle bir durumda verimlilikte yalnızca % 1'lik bir artış sağlanması gerekeceğinden söz etmiş, dolayısıyla filtre malzemesinde çok küçük bir modifikasyona gidilmesi gerektiği düşüncesinin doğacağını belirtmiştir. Ancak yazarın önemle vurguladığı gibi, diğer bir bakışla, yapılacak iyileştirmenin penetrasyonu %2 den %1 e düşürmesi, yani penetrasyonda %50 oranında bir düşüş sağlanması gerekmektedir. Bu da filtre malzemesinde yapılacak önemli bir tasarım değişikliğini ifade ettiğinden bu yaklaşım daha gerçekçi bir bakış açısı olarak kabul görmektedir.

<u>Basınç düşümü</u>: Filtre malzemeleri, ilk kullanımdan itibaren hava akımına karşı bir direnç oluştururlar. Bu da filtrasyon ortamında üst akış alanı ile alt akış alanı arasında bir basınç farkına neden olur ve basınç düşümü olarak ifade edilir. Bazı kaynaklarda filtrasyon direnci olarak da adlandırılmaktadır (Quin ve Wang 2006).

$$\Delta P = \frac{2C' v^2 H \alpha p_a}{\pi d_f^2} \tag{2.4}$$

Burada C, direnç katsayısı; v, filtrasyon hızı (m/s); H filtre yüzey kalınlığı (m),  $\rho_a$  gaz yoğunluğu (kg/m<sup>3</sup>), d<sub>f</sub> elyaf çapını (m) ifade etmekte olup basınç düşümü ( $\Delta P$ ) Pa cinsinden belirlenmektedir (Quin ve Wang 2006).

Filtrasyon test yöntemlerinin çoğu, verilen bir akış hızında bir basınç düşümü gerektirir. Basınç düşümü, akışkanı filtreden geçirecek olan pompanın boyutuyla ilgilidir. Basınç düşümü alt akış ve üst akış alanında bulunan diferansiyel basınç devrelerinin problarıyla ölçülür. Bazı durumlarda bu basit bir U tüp manometresidir. Modern test düzenekleri elektronik izleyicilere ve dijital okuyuculara sahiptir. Genellikle test kirleticisi ile yüklenmeden önce filtreye bu test uygulanır. Bazı durumlarda filtreye özel bir kirletici yüklemesi yapıldıktan sonra da ölçüm alınabilir (Alan ve Tercan 2013).

<u>Kalite faktörü</u>, elektrolif çekimiyle üretilmiş filtrelerin yüksek derecede üniformitesini ve elektrolif çekiminin sürekliliğinin ispatını gösteren bir kavramdır. P penetrasyonuna,  $\Delta P$  basınç düşümüne bağlı olarak kalite faktörü QF, formül 2.5'teki gibi hesaplanmakta, *n* filtre verimliliğinin,  $\Delta P$  basınç düşümüne oranı olarak ifade edilmektedir. Yüksek filtre verimliliğine veya düşük basınç düşümüne sahip filtreler yüksek kalite faktörüne, dolayısıyla daha iyi bir kaliteye sahip olmaktadır (Hung 2010)(Özden 2011).

$$QF = -\frac{\ln(1-n)}{\Delta P}$$
(2.5)

<u>Toz tutma kapasitesi:</u> Toz tutma kapasitesi, bir filtrenin hava akımına karşı gösterdiği son dirence kadar topladığı toz miktarıdır. Bu kavram filtre malzemesinin ömrüyle ilişkilidir. Bir filtrenin toz tutma kapasitesi ne kadar yüksekse hizmet ömrü o kadar uzundur. Filtre ömrü ya da toz tutma kapasitesi iki yolla belirlenebilir (Alan ve Tercan 2012): Toz tutma kapasitesi, Denklem 2.6'daki gibi hesaplanır.

102 tutina kapasitesi, Denkiem 2.0 taki gioi nesapiani.

$$\Delta m_t = \frac{t_1}{t_T} \times \Delta m_{UT} \tag{2.6}$$

Burada  $\Delta m_t$ , her bir zaman aralığı sonunda kütledeki artış,

t1 aralığın sonundaki toplam zaman,

t<sub>T</sub> deneyin sonundaki toplam zaman,

 $\Delta m_{UT}$  ise deneyin sonunda, denenen ünitenin kütlesindeki toplam artıştır.

Kek oluşumu: Filtre yüzeyi üzerinde toplanan tozlar filtre üzerinde gözenekli bir yapı oluştururlar. Bu yapıya kek adı verilir. Kek, efektif filtreleme alanını arttırdığı için, kek oluşumunun ilk aşamalarında verim artar. Ancak kekin artması zaman içerisinde filtrenin geçirgenliğini azaltır. Dolayısıyla basınç düşümü artmaya başlar. Belirli bir basınç düşümüne ulaşıldığında ise filtre ömrünü tamamlamış demektir. Tek kullanımlık filtrelerde filtre ömrünü tamamladıktan sonra atılır; tekrar kullanılan filtreler ise temizlendikten, üzerindeki kek uzaklaştırıldıktan sonra kullanılır.

<u>Hava geçirgenliği</u>: Filtre geçirgenliği, belirlenmiş bir basınç düşüşünde filtrenin belirli bir alanından geçen hava akışı ölçümüdür. Sabit akış hızı altında basınç düşüşünü ölçen yöntemler de vardır. Bir de belirli bir basınç düşüşünde belirli bir hava hacminin geçme süresini yani hava direncini ölçen Gurley yöntemi vardır (Alan ve Tercan 2013). Bir filtre düzeneğinin hava geçirgenliğini ölçmenin en yaygın yolu, basınç düşüşünü sabitlemek ve hava akışını ölçmektir.

Daha kalın liflerden üretilmiş, daha büyük gözeneklere sahip filtrelerin geçirgenlikleri daha yüksek olduğu için; daha düşük basınç düşümü değerlerine sahiptir.

Hava filtresindeki basınç düşümü hava akış direncini yansıtır. Bunun sonucu olarak laminar akış durumunda Darcy Kanunu uygulanır. Denklem 2.7. 'de ifade edildiği gibidir.

$$\frac{\Delta P}{U} = \frac{\mu c_f Z}{k}$$
(2.7)

U yüzey hızını ifade eder belirlenene hava akışı oranı (Q) nun Filtre Yüzey alanı (A) bölümü ile bulunur. c<sub>f</sub> fiber malzemenin filtredeki hacimsel dalgalanması, Z filtre kalınlığı, µ dinamik vizkozite ve k da hava geçirgenliğidir. Darcy kanunu sabit bir hızda, k değerinin azalması ile değerinin artacağını göstermektedir. Pratikte, filtrasyon performansı değerlendirilirken,  $\Delta P$  basınç düşümü hava geçirgenliğinden daha sık kullanılır. (Hung 2010)

<u>Yoğunluk ve Hacimlilik:</u> Bir filtre malzemesinin yoğunluğu ve hacimliliği özel olarak toz tutma kapasitesiyle ilgili bir özelliktir. Yoğunluk, filtrenin birim hacminin kütlesidir ve aşağıdaki gibi metrekare ağırlık ve kalınlıktan yola çıkılarak hesaplanır, Denklem 2.5'deki gibi ifade edilir (Hutten 2007).

$$\rho_{\rm W} = \frac{G}{t} \tag{2.8}$$

Burada, pw, g/cm<sup>3</sup> cinsinden yoğunluk; G, filtrenin gramajı; t ise filtrenin kalınlığıdır. (Hutten 2007). Hacimlilik ise yoğunluğun tersidir ve Denklem 2.9'deki gibi ifade edilir. Burada, Bw, cm<sup>3</sup>/g cinsinden hacimliliktir.

$$B_{w} = \frac{1}{Pw} = \frac{t}{G}$$
(2.9)

### 2.3.1. Filtrelerin Performanslarına Göre Sınıflandırılması

Pek çok performansta olduğu gibi filtrasyonda da daha fazla verim istenmesi, çevre bilinci artışı, hava kalitesine verilen önem artışı gibi sebeplerden dolayı yıllardır kullanılmakta olan filtre çeşitleri artmış, farklı filtre tasarımlarına gidilmiştir. Tüm filtrelerin performansının aynı olması elbette beklenmez, hedef uygulamanın işlem ve ortam koşullarına göre performanslar da farklılık gösterir. Filtre kumaşların performanslarına göre sınıflandırılmasının ise kullanılan test metoduna bağlı olduğu söylenebilir (Doğan 2006).

Günümüzde filtre tipleri ve filtre üreticilerinin sayısı arttığı için, standart bir performans değerlendirme metodu geliştirilmesi önemli bir hal almıştır. ASHRAE (American Society of Heating, Refrigerating and Air Conditioning Engineers) ilk hava filtresi test standardını 1968'de geliştirmiştir. Bu standart, filtreyi gerçek kullanımda etkileyen koşullar göz önünde bulundurularak devamlı güncellenmiştir. ASHRAE 52.1 (1992) hava filtrasyonu değerlendirmesi için uygun standart olarak kabul edilmiştir. Bu standart hava filtreleri için aşağıdaki performans parametrelerini içermektedir:

- Atmosferik partikülleri tutmak için filtre verimliliği (tanımları),
- Filtrenin toz tutma kapasitesi (Alan ve Tercan 2013).

ASHRAE 52.1 standardına göre yapılan test, filtrenin sentetik tozları uzaklaştırmadaki kabiliyeti hakkında bilgi vermekte, ancak, belirli bir boyut için herhangi bir açıklama verememektedir. Bu nedenle 1999'da ASHRAE 52.2 standardı geliştirilmiş, hedef filtrenin hem
önünde hem arkasında yer alan optik partikül sayıcılar ile bu problem ortadan kaldırılmıştır. ASHRAE 52.2'de filtrenin minimum verimliliğini gösteren değerini (MERV: minimum efficiency reporting value) belirlemek için minimum verimlilik değerleri üç boyut aralığında verilmiştir. Bu aralıklar Tablo 2.1'de sunulmaktadır.

"Partikül boyut (mikron)	ASHRAE verimi
0,3-1,0	E <sub>1</sub>
1,0-3,0	$E_2$
3,0- 10,0	E <sub>3</sub>

Tablo 2.1. Partikül boyutları ve ASHRAE filtre verim sınıfları

ASHRAE 52.2 numaralı standart, en küçük partikül boyutu verimliliğine bağlı olan MERV için gereksinimleri de tanımlamıştır. Buna göre filtre malzemesi 1-16 değerleri aralığında MERV değerine sahip olabilir. Tablo 2.2.'de MERV kategorilerinin minimum verimliliğe bağlılıkları verilmektedir.

MERV aralığı	ASHRAE 52.2 verim değerleri
1-4	E <sub>3</sub>
5-8	E <sub>3</sub>
9-12	E <sub>2</sub> , E <sub>3</sub>
13-16	E <sub>1</sub> ,E <sub>2</sub> , E <sub>3</sub>

Tablo 2.2. MERV, minimum verimlilik değerleri ve aralıkları

#### MERV Ölçümü

MERV değerleri, bir filtre malzemesini standarda göre oransal verimlilik testine tabi tutarak belirlenir. En düşük MERV değerlerinin (MERV1-MERV4) belirlenmesinde ASHARE 52.1-1992 tutma (yakalama) test prosedürü uygulanır. Tutma (yakalama), Denklem 2.2'deki gibi bir kütle ya da ağırlık verimliliğidir. İlgili prosedürde bir filtrenin ortalama ASHRAE tutmasının filtrenin ömrü boyunca belirlenmiş aralıklarda yapılan ölçümlere dayalı olarak belirleneceği belirtilmiştir.

ASHRAE 52.2 numaralı standartın Avrupa eşdeğeri CEN (Avrupa Standartizasyon Komitesi) standart EN 779'dur. Bu standart filtreleri, verimliliklerine göre sınıf olarak ölçekler, sınıf numarası yükseldikçe filtre verimliliği artar. Avrupa test standartları; filtreleri, tutmalarına (yakalamalarına) ve toz lekesi verimlerine göre (dust spot efficiency) sınıflandırır. Bu sınıflandırma ise Tablo 2.3.'te görülmektedir.

Avrupa sınıflandırmasına göre filtreler 4'e ayrılır:

1. Kalın filtreler, cam lifi veya sentetik liflerden elde edilen kalın filtreler, 5 mm veya daha büyük çapa sahip partikülleri ayırır.

2. İnce filtreler, 0,5- 5,0 mm çapındaki plastik liflerden veya cam lifinden elde edilen ince filtreler ise, daha ince partikülleri ayırmada kullanılırlar (Vaughn ve Ramachandran 2002).

3. HEPA (Yüksek verimli partikül tutucuları) filtreler ise geleneksel olarak, 0,3µm'da %99,97 oranında partikül uzaklaştırma kabiliyetine sahip yüzey filtresi olarak tanımlanır. Yüksek basınç düşümü gösterir ve optimum performansı sağlaması için ön filtrasyona gerek duyulur.

4.ULPA (Ultra düşük partikül tutucuları) filtreler teorik olarak; 0,1-0,2μm veya daha büyük boyuttaki toz, polen, bakteri veya solunabilir aerosolleri havadan %99,999 oranında uzaklaştırabilen filtreler olarak tanımlanır (Vaughn ve Ramachandran 2002).

Ayrıca Avrupa test standartları; filtreleri, tutmalarına (Arrestance, Am) ve toz tutma verimlerine göre (dust spot efficiency, Em) sınıflandırmaktadır. "Genel Havalandırma Partikül Filtreleri, Filtrasyon Performansının Belirlenmesi" başlıklı standart EN 779'da, filtreler tutulan ortalama sentetik toz ağırlığına göre 4 (G), ortalama atmosferik toz tutma verimliliğine göre 5 (F) olmak üzere 9 sınıfa ayrılırlar.

Avrupa	EN 779	Tutulan ortalama	Ortalama atmosferik	Son basınç	Filtre
Filtre Sınıfı	Filtre Sınıfı	sentetik toz ağırlığı(%)	toz tutma verimliliği (%)	(Pa)	sınıfı/tasarımı
EU1	G1	A <sub>m</sub> <65	-	250	Ön filtre
EU2	G2	$65 \le A_m < 80$	-	250	Ön filtre
EU3	G3	$80 \le A_m < 90$	-	250	Ön filtre
EU4	G4	$90 \leq A_{m}$	-	250	Ön filtre
EU5	F5	-	$40 \le E_{m} \le 60$	450	İnce hava filtres
EU6	F6	-	$60 \le Em \le 80$	450	Çok ince hava filtresi
EU7	F7	-	80≤Em≤90	450	Çok ince hava filtresi
EU8	F8	-	90≤Em≤95	450	Çok ince hava filtresi
EU9	F9	-	95≤Em	450	Çok ince hava filtresi

**Tablo 2.3.** Avrupa filtre sınıfları toz tutma verimlerine göre sınıflandırılması (Alan ve Tercan2012).

Tablo 2.3'te görülen sınıflandırmada, ön filtreler sınıfında yer alan G1-G4 aralığındaki filtreler tutma (yakalama) testi ile test edilirler. F5'ten F9'a kadar olan ince ve çok ince hava filtreleri ise 0,4 µm akışkan aerosol parçacıklarla test edilirler ve verimlilik filtrelenen parçacık

sayısının yüzdesine dayanır. Bu açıdan, filtrelenen parçacıkların ağırlık yüzdesi temeline dayanan tutmadan farklıdır (Alan ve Tercan 2013).

G1 sınıfından G4 sınıfına kadar olan ve genelde 'ön veya kaba' filtre olarak tanımlanan filtreler, EN 779'un belirlediği parçacık tutma (yakalama) verim testine tabi tutulur. F5 sınıfından F9 sınıfına kadar olan filtreler, yine EN 779'in belirlediği toz lekesi (dust-spot efficiency) verim testine tabi tutulur. Bu filtreler için oluşturulmuş verim sınıfları, ortalama 0,4µm büyüklüğündeki parçacıkları tutabilme verimliliğine göre oluşturulmuştur

Öte yandan HEPA olarak adlandırılan H sınıfı filtreler, EN 1822'nın belirlediği oransal/nüfuz etme verimi (fractional efficiency or penetration) testine tabi tutularak, en fazla nüfuz eden parçacık büyüklügü (most penetrating particle size, MPPS) değerlerine göre sıralandırılırlar. MPPS ile ilgili detaylı bilgi aşağıdaki bölümde verilmiştir. Filtre verimi parçacık yakalama açısından değerlendirilmiş olur (Alan ve Tercan 2013).

ULPA filtreler genellikle 0.2 µm ya da daha küçük çaptaki cam mikrofiberlerden yaş serim yoluyla elde edilmektedirler. Tanım olarak 0.1-0.2 µm boyut aralığındaki parçacıkları % 99.999 ya da daha yüksek filtrasyon verimliliği ile filtreleyebilen yapılar ULPA filtreler olarak tanımlanmaktadır. ULPA filtrelerin de verimlilik ölçümleri HEPA filtrelerde olduğu gibi EN 1822'ye göre yapılır. Tablo 2.4'de HEPA ve ULPA filtre sınıflandırması ve verimlilik değerleri görülmektedir

Avrupa Filtre Sınıfı	Filtre Tipi		Verimlilik(%)
EU10	HEPA	H10	85
EU11		H11	95
EU12		H12	99,5
EU13		H13	99,95
EU14		H14	99,995
EU15	ULPA	U15	99,9995
EU16		U16	99,99995
EU17		U17	99,999995

Tablo 2.4. Avrupa filtre sınıfı ve HEPA, ULPA (%) verimlilikleri

## En Fazla Nüfuz Eden Partikül Boyutu (MPPS; most penetrating particle size)

EN1822:2009 MPPS (En fazla nufüz eden partikül boyutu) partiküllerin etkinliğine uygun olarak filtrasyon performansının belirlenmesinde önemli bir parametredir. Etkin yakalama mekanizması parçacık boyutu ile ilgilidir. Çok küçük parçacıklarda kullanılan Brownian hareket etkisi ile parçacıklar difüzyonla yakalanır. Geniş parçacıklar büyük momentuma sahiptir. Bu parçacıkların sıvı akımından kurtulma olasılıkları daha yüksektir ve bu nedenle bunların atalet mekanizmasıyla yakalanmaları uygundur. Yakalanma verimliliği ve tanecik çapı ile ilgili grafik Şekil 2.13 'de gösterilmiştir. Bir kısım partiküller (0,04–0,4 µm) ise yüksek difüzyon etkisi için çok büyük, atalet etkisi için ise yeterli momentuma sahip olamayacak kadar küçüktürler. Bu boyuttaki parçacıklar filtre tarafından yakalanması en zor olanlarıdır. (Şekil 1.14). Bunlar literatürde 'en fazla nüfuz eden partikül boyutu' (MPPS; most pene trating particle size) olarak adlandırılmıştır ve bu gruba giren yüksek performanslı HEPA ve ULPA filtre yapılarının etkinliği Avrupa standardında (EN 1822–1) MPPS'ye dayalı olarak ifade edilir (Skomra 2011).



Şekil 2.13. Çeşitli filtrasyon mekanizmalarının tanecik çapına göre verim değişimi



Şekil 2.14. Partikül boyutu ve filtre verimliliği ve arasındaki ilişki (Skomra 2011)

## 2.4. Sigaralarda Kullanılan Filtreler Hakkında Genel Bilgiler

Çalışmada üretilen nanolif içerikli yüzeylerin filtrasyon performansları ayrıca sigara dumanı özelinde testlere tabi tutulduğu için bu bölümde sigaralarda kullanılan filtrelerin incelenerek özet bilgi verilmesinin uygun olacağı düşünülmüştür.

Bilindiği üzere insan hayatını giderek artan oranda tehdit eden kanser hastalığının başlıca nedenlerinden birisi de sigara içmenin yol açtığı zehirli kimyasallara maruz kalınmasıdır. Sigara dumanının, 4700'ün üzerinde bileşik içeren bir karışım olduğu belirtilmektedir (Zhang ve diğ. 2002). Sigarada, bağımlılığa yol açan nikotin yanında sigara dumanında polycyclic aromatik hidrokarbonlar (PAHler) ve N-nitrosaminler gibi zehirli bileşiklerin yer aldığı bilinmektedir (Hoffmann ve Hoffmann, 1997). Uluslararası Kanser Araştırmaları Kurumu (IARC) ise sigara dumanındaki 50 kimyasaldan dokuzunun Grup 2A karsinojen kategorisinde yer aldığını ortaya koymaktadır (Şeker 2005).

Günümüzde sigara filtrelerinde çoğunlukla tow halde doğal/sentetik elyaf yığınları kullanılmakta, bunun yanısıra aditifler ya da özel kimyasal bileşiklerle bu katmanların filtrasyon yeteneği arttırılmaktadır. Sigara filtrelerinde çoğunlukla selülozik ya da sentetik esaslı elyaf (selüloz diasetat, PP vb. diğer lifler) kullanılmaktadır. Hatta son yıllarda ipek gibi sıradışı diğer liflerin kullanımına yönelik araştırmalar da mevcuttur (Tian ve diğ. 2009). Glycine ilavesiyle sigara dumanındaki aldehitlerin uzaklaştırılması, silika jele bağlanmış 3-aminopropylsyl gruplarının kullanılması (Koller 2003) ya da domuz kanı ve *Ginkgo biloba* bitkisinden elde edilen CGC maddesinin eklenmesi (King 2012) farklı yaklaşımlara örnek olarak verilebilir. Sigara filtrelerinde tow halde elyaf yığını içerisinde gerek geniş yüzey alan, gerekse absorbans avantajları nedeniyle aktive edilmiş Karbon kullanımı ise diğer bir yaklaşımdır (Pauly ve diğ. 2009).

Öte yandan daha etkin filtrasyonun sağlanması için, sigara dumanının temas edeceği yüzey alanının maksimize edilmesi gerektiği aşikardır. Bu nedenle, sigara filtrelerinde daha yüksek özgül yüzey alan sağlamak için farklı kesit yapısına sahip liflerin kullanılmasına yönelik çalışmalar da mevcuttur (Şekil 2.15). Bu doğrultuda nanolif içerikli yüzeylerin sigara filtreleri için de etkin performans sergileyebileceği düşünülmektedir (Göktepe ve ark. 2014).



Şekil 2.15. Sigara filtrelerinde kullanılan Y enine kesite sahip liflere örnek (Humberto 2002)

# 3. LİTERATÜR ÖZETİ

Dünya genelinde filtrasyon uygulamalarına yapılan yatırımın %16'sının gaz filtrasyonuna yapıldığı görülmekte olup, bu oran söz konsu alanın ne kadar önemli olduğunu ortaya koymaktadır (Sutherland 2008). Öte yandan son 20 yıldır elektrolif çekimiyle elde edilen nanolif membran yüzeyler hava filtrasyonu alanında kullanılmaktadır (Guibo 2012).

**Tsai ve ark.** tarafından (2002), Polikarbonat, Poliüretan ve Polietilenoksit polimerinden elektrospinning yöntemiyle 100-500nm aralığında elyaf inceliğine sahip nano-lif yüzeylerin 300 nm çapındaki NaCl aerosollere karşı filtre verimliliği incelenmiş ve 3 g/m<sup>2</sup> gramaja sahip PEO polimeri ile elde edilen yüzeylerde %78 verimlilik elde edilirken 16 g/m<sup>2</sup> gramaja sahip yüzeylerde %99,97 (HEPA seviyesi) verimliliğin elde edilebildiği belirtilmektedir.

**Drew ve ark**. (2005) ise elektrropinningde üretilmiş PAN yüzeylerin metal oksit kaplayarak üstün performansa sahip reaktif yüzeylerin elde edilebildiğini ve bu yüzeylerin 0.3 mikron altındaki bakteri ve virüslere karşı bariyer etkisi sağlayabildiğini belirtmektedir.

**Ahn ve ark.** (2006) ise Naylon 6 polimerinden 80-200 nm aralığında elyaf içeren farklı gramajlarda yüzeyler elde ederek 5,75 ve 10,75 g/m2 gramaja sahip yüzeylerin HEPA düzeyinde filtrasyon verimliliğine sahip olduğunu belirtmektedir.

Qin ve Wang (2006), elektro lif çekim yöntemiyle PVA %10 çözeltisinden 0,5 ml/h besleme hızı ile 20 kV'da, 1 mm iğne çapı kullanarak elde ettikleri nanoyüzeyler ile non-woven yüzeylerin kompozit yapılarının filtrasyon verimliliklerini kıyaslamışlardır. Meltblown yüzey üzerine elde ettikleri 2,4 g/m<sup>2</sup> nanoyüzeylerde yaklaşık %100 filtrasyon verimine ulaşmışlardır. Çalışmada elde edilen yüzeylerde ortalama gözenek çapları 0,74 µm, ortalama elyaf çapı 0,2 µm, olup, lifler inceldikçe filtrasyon verimliliğinin arttığı belirtilmektedir. Gözenekler küçüldükçe, filtrasyon verimliliği ve basınç düşümünün yüksek olduğu da bu çalışmada ortaya konan bir diğer husustur. Çalışmada ayrıca nanoyüzey gramaj ağırlıklarındaki değişimin filtrasyon verimliliğine etkisi de incelenmiştir (Şekil 3.1).



Şekil 3.1 Nanolif yüzeylerin gramajının filtrasyon verimliliğine etkisi (Qin ve Wang, 2006)

Elektro lif çekimiyle elde edilmiş PAN esaslı yüzeylerin ultrafiltrasyon, nanofiltrasyon (**Yoon ve ark**., 2006; **Menkhaus ve ark**., 2010) için kullanıldığı bilinmektedir. Yoon ve ark. çalışmalarında PAN esaslı ve elyaf çapı 270-400 nm arasında değişen filtrasyon yüzeyleri üretilmiş ve söz konusu yüzeyler, çapı 80 nm altındaki NaCl partiküllerinin penetrasyonuna karşı test edilmiştir. Nanoağ dokunun kalınlığı arttırılarak penetrasyon minimize edilmiştir.

**Heikkila ve ark**. ise elektrospinning yöntemiyle farklı polyamid polimerlerinden (PA6, PA66, PA612, PA614, PA1012, and PA1014) elde edilen nanoyüzeylerin filtrasyon performansını detaylı şekilde incelemiş ve en ince liflerin (120±30 nm) PA 6,6 polimeri ile elde edildiği belirtilmiştir.

**Kornev (2009)**, elektrospun nanoağların sıkıştırılması ile sıvı akışının kontrolü üzerine bir çalışma yapmış olup, bu çalışmada vinilen florid ve trifloroetilen polimerleri dimetilformamid ile çözülerek kullanılmıştır. Çalışma parametreleri olarak besleme hızı 0,15 ml/h, iğne ucu-kollektör arası mesafe 25 cm ve uygulanan voltaj 14 kV belirlenmiş olup, geliştirdikleri deneysel metodoloji nanoyapılı materyallerin karakterizasyonu için kullanılabilir.

Vaisniene (2009), silindirli elektrik alan ile lif çekim yöntemiyle %8'lik PVA polimerinden sigara filrasyonuna yönelik nanoağ yüzeyler elde etmiş ve ardından FT-IR analizleri ile yüzeylerin yakaladığı kimyasal gruplar tespit edilmiştir. Çalışma sonucunda polipropilen non-woven taşıyıcı yüzey üzerine elde edilmiş PVA nanoyüzeylerin, organik polar grupları, eterleri ve karboksil grubu karışımlarını elimine ettiği tespit edilmektedir. Fakat bu çalışmada FT-IR analizinde taşıyıcı yüzey olarak kullanılan polipropilen ile sigara filtrasyonu sonucu kalıntıların bulunduğu nanoağ yüzeyler okutulmuş ve analiz sonuçlarında oldukça farklı pikler oluşuyor havası verilmiştir.

**Hung (2010)** ise yapmış olduğu deneysel ve teorik nitelikteki çalışmada 100-400 nm aralığında inceliğe sahip nanolifler içeren yüzeylerle mikronun altında aerosollerin filtre edilmesinin önemli bir konu olmasından hareketle, 200 nm inceliğinde Polietilenoksit polimerinden ürettikleri 0,058-0,7 g/m<sup>2</sup> gramaja sahip yüzeyler ve 300 nm inceliğinde lif içeren bir başka yüzey ile 50-500 nm aralığındaki aerosollerin efektif şekilde filtre edilebildiğini ve mikrolif içeren yüzeylere kıyasla çok daha yüksek performans sergilediğini ortaya koymaktadır. Söz konusu filtrelemede nanoliflerin yüksek özgül yüzey alanı nedeniyle özellikle difüzyon ve yakalanma mekanizmalarının dominant olduğu belirtilmektedir. Nanolif içeren filtre yüzeylerde temel dezavantajın ise basınç düşümü (pressure drop) olduğu belirtilmekte, bu nedenle yüksek filtrasyon verimliliğine sahip olma yanında aynı zamanda basınç düşümünü de en aza indirebilecek şekilde geliştirilen çok katmanlı filtre yapılar tanıtılmaktadır.

Öte yandan liflerin veya yüzeylerin elektrostatik olarak yüklenmesi ile daha üstün performanslı filtre yüzeylerin geliştirilmesi ilgi çeken konulardandır. Electret filtre olarak da adlandırılan söz konusu yüzeylerin temel avantajı, ekstra hava direncine yol açmadan liflerdeki yük sayesinde filtrasyon verimliliğinin arttırılmasıdır. Nanolifler ise yüksek özgül yüzey alanı sayesinde bu konuda da konvansiyonel liflere kıyasla önemli avantaj sağlamaktadır. Ancak zaman içerisinde elektrostatik yüklerde azalma bu yüzeylerdeki temel problemlerden birisidir.

Elektrospinning yöntemiyle üretilen yüzeylerin tekstil atıksularının filtrasyonunda kullanımına yönelik çalışmalar da mevcut olmakla birlikte (Khanmohamadi ve ark. 2011) söz konusu uygulamalar bu tez çalışmasının kapsamı dışında olduğundan burada incelenmemektedir.

Üstün (2011) tarafından yürütülen deneysel çalışmada elektrolif çekim işleminin farklı yönleri incelenmiş ve bu prosesi etkileyen parametreler üzerine çalışılmıştır. Burada PAN ve PVA polimerlerinden farklı konsantrasyon ve viskozitelerde çözeltiler hazırlanarak bu çözeltilerden elektrolif çekim yöntemiyle üretilen nanolifli yüzeylerin SEM görüntüleri incelenmektedir. Sonuç olarak nanoliflerden farklı ağırlıklarda dokusuz yüzeyler oluşturarak bu yüzeylerin filtrasyon verimlilikleri ölçülmüştür. Bu çalışmada filtrasyon verimlilik ölçüm metodu olarak bir standart kullanılmamış, kendi düzenekleri ile ölçüm gerçekleştirmişlerdir.

**Guibo ve Quing (2012)**, PA6'dan elektrospinnig yöntemi ile 0,2 ml/h besleme hızı, 16 kV'da, 0,9 mm iğne çapı kullanarak nanolif yüzeyler elde etmişlerdir. Elde ettikleri nanoyüzeylere termal işlemler uygulayıp yüzey özelliklerini ve filtrasyon verimlerini ölçmüşlerdir. Çalışmada farklı çaplardaki toz patikülleri, lazer partikül sayıcı ile ölçülerek filtrasyon verimlilikleri analiz edilmiştir. Sonuç olarak ortalama elyaf inceliği 0,3 µm olan yüzey için %99,98 verimliliğe ulaşmışlardır. Ayrıca nanoyüzeylere termal işlemler uyguladıklarında nanolif yüzeylerin boyutsal stabilitelerinin ve % kopma uzama değerlerinin iyileştiği belirtilmektedir.

Hava filtrasyonu amacıyla kullanılan tekstillerin verimlilikleri ve toz tutma kapasiteleri üzerine bir araştırmada **Alan ve Tercan (2013)** tarafından genel olarak verimlilik ölçüm yöntemleri ve hava filtrasyonu ile ilgili standartlar detaylandırılmış ve başlıca hava filtrasyonu uygulama alanları sunulmuştur.

Li ve Gao (2013) tarafından yürütülen çalışmada ise iğnesiz elektrospinnig yöntemi ile PVA polimeri ile farklı konsantrasyonlarda ve sürelerde filtrasyona yönelik nanolif yapılar üretilmiş ve filtrasyon verimlilikleri kıyaslanmıştır. TSI otomatik filtre test cihazı (model 8130) kullanarak elde edilen yüzeylerin filtrasyon verimliliği ve basınç düşümü ölçülmüştür. Deneylerde 75±20nm ortalama çapa sahip NaCI partikülleri kullanılmış, söz konusu aerosoller 32L/dk sabit hava akımı ile filter yüzeylerden geçirilmiştir. Oluşturdukları çok katmanlı (multilayer) kompozit nanoyüzey ile %99,95 filtrasyon verimi elde edildiği belirtilmektedir. Çalışma sonunda ayrıca Kalite Faktörü (QF) parametresi ile yüzeylerin filtre performansı ve nanolif yüzey katmanı kalınlığının filtre verimliliği ile kalite faktörüne etkisi irdelenmektedir (Şekil 3.2). Çalışmada sonuç olarak yüksek filtrasyon verimi ve düşük basınç elde edildiğinde kalite faktörünün arttığı ortaya konmaktadır.



Şekil 3.2 Nanolif yüzeylerin kalınlığı ile filtrasyon verimliliğinin kalite faktörüne etkisi

Sonuç olarak; incelenen çalışmalar elektro lif çekim metodu ile hava filtrasyonuna yönelik araştırmaların sınırlı kaldığını, özellikle filtrasyon verimliliği konusunda polimer cinsinin ve elektro lif çekim prosesinde önemli çalışma parametrelerinin filtrasyon verimliliğe etkisi konusunda ilave çalışmalara ihtiyaç olduğunu göstermektedir. Bu tez çalışması ile farklı iki polimer kullanılıp, besleme hızları ve yüzey oluşum süreleri değiştirilerek filtrasyon verimliliği kıyaslanmak istenilmiştir.

# 4. MATERYAL VE YÖNTEM

# 4.1 Elektro Lif Çekim Düzeneği

Sunulan tez çalışmasında hedeflenen yüzeylerin üretiminde, N.K.Ü. Tekstil Mühendisliği Bölümü bünyesinde NKUBAP.00.17.YL.13.05 No'lu proje kapsamında kurulmuş olan elekrik alan ile lif çekim düzeneği kullanılmıştır. İğneli sistemle nanoağ dokulu yüzey üretebilen bu elektro lif çekim ünitesi Şekil 4.1'de görülmektedir.



Şekil 4.1. Elektro lif deney düzeneği

Söz konusu elektro lif çekim düzeneği, 3 ana kısımdan oluşmaktadır. Bunlar, çözeltinin çekim alanına beslenmesini sağlayan şırınga pompası, çekim ünitesi ve yüksek güç kaynağıdır. <u>Şırınga pompası</u>

Çözelti konsantrasyonunu çekim sistemine kontrollü Şekilde sevk etmek için Newera Ne-300 Şırınga pompası kullanılmıştır. Şekil 4.2.'de şırınga pompası görülmektedir.



Şekil 4.2. Şırınga pompası

Yüzey üretimlerinde plastik şırınganın içine çekilen çözelti, şırınga pompasına yerleştirilerek plastik hortumu vasıtası ile elektrolif çekim alanına yönlendirilmiştir. Bu sırada, istenilen besleme hızı değerine ayarlanan şırınga pompası çözeltinin sabit bir hızla çekim alanına sevk edilmesini sağlamaktadır. Üretim sırasında daha stabil çalışma koşulları sağlamak için, elektrolif çekim alanı, pleksiglas bir kutu içerisinde konumlandırılmış durumdayken çalışılmıştır.

Bu çalışmada kullanılan elektrolif çekim sistemi, yer çekimi etkisini azaltmak için yatay konumda kullanılmıştır. Sağ alt kısımda bulunan dairesel şekildeki metal plaka ve sol üst kısımda bulunan, iğnenin oturtulduğu küçük metal yuva yer almaktadır. Yüksek güç kaynağının bu metal yuvaya bağlanması ile, elektrolif çekim işleminin gerçekleşmesini sağlayan elektrostatik alan elde edilmiş olmaktadır. Ayrıca emniyet açısından, toplayıcı plaka topraklanmıştır.

Şırınga pompasından gelen hortumun ucuna kullanılacak iğne takıldıktan sonra, metal yuvaya oturtularak besleme ucunun sabitlenmesi sağlanmıştır. Daha sonra toplayıcı plakanın ölçülerine uygun olarak kesilen alüminyum folyo, toplayıcı plaka üzerine yerleştirilmiş ve nanoliflerin bu yüzeye toplanması sağlanmıştır.

## <u>Güç kaynağı</u>

Nanolif elde etmek için gereken yüksek voltajı sağlamak için MATSUSADA AU30-DC yüksek voltaj güç kaynağı kullanılmıştır. Kullanılan güç kaynağı maksimum 30kV`a kadar alternatif akım uygulayabilmekte olup, Şekil 4.3`de görülmektedir.



Şekil 4.3. Yüksek güç kaynağı

## 4.2 Kullanılan Polimerler ve Çalışma Parametreleri

Çalışma kapsamında PVA ve PA 6,6 olmak üzere farklı polimerle filtre amacına yönelik yüzeyler kullanılmış olup, söz konusu polimer çözeltiler hakkında özet bilgiler aşağıda sunulmaktadır.

## Polivinilalkol (PVA)

Suda çözünebilir sentetik bir biyopolimer olan poli(vinil alkol) (PVA), kullanım kolaylığı ve çok iyi nanolifli materyal oluşturma yeteneği nedeni ile elektro çekim prosesinde tercih edilmiştir. PVA polimerinin suda çözünürlüğü, hidrofil yapısı, biyouyumluluğu, kimyasal dayanımı, doğal yapışkanlığı ve hidroksil gruplarının kolay modifikasyonu gibi avantajları vardır (Üstün 2011; Shao 2003).

PVA polimerinin kapalı kimyasal formülü, (CH<sub>2</sub>CHOH)<sub>n</sub> şeklinde olup, açık kimyasal formülü Şekil 4.4'te verilmiştir.



Şekil 4.4. PVA polimerinin kimyasal formülü (Ramaraj 2007)

Çalışmada molekül ağırlığı 89000-98000 g/mol olan PVA polimeri (Merck) kullanılmış olup, toz partikül halindeki polimer saf su içerisinde %10'luk (w/v) konsantrasyon oluşturacak şekilde manyetik karıştırıcı ile 60-70°C'de 1 saat sürekli olarak karıştırılarak hazırlanmıştır.

#### Poliamid 6,6 (PA6,6)

Heksametilen diamin ve adipik asit tepkimesi ile oluşan bu polimer, poliamidler içerisinde en çok tercih edilenler arasında yer almaktadır. Poliamidler mekanik özelliklerini 100°C'de bile korurlar, hatta PA 6,6 polimeri için bu sıcaklık 150°C'dir. PA 6,6 polimerinin açık kimyasal formülü ise Şekil 4.5'de verilmiştir.



Şekil 4.5. PA6,6 polimerinin açık kimyasal formülü

Çalışma için formik asit içerisinde %10'luk (w/v) PA 6,6 manyetik karıştırıcı ile 40°C'de 4 saat süre ile olarak karıştırılarak hazırlanmıştır.

## 4.3 Polimer Çözeltilerde Viskozite ve İletkenlik Ölçümü

PVA ve PA6.6 polimerlerinden kütlece %10'luk çözelti, ağzı kapalı beher içerisinde magnetik karıştırıcıda orta hızda karıştırılarak hazırlanmıştır. Daha sonra çözeltilerin iletkenlik ve viskozite değerleri ölçülmüştür. Hazırlanan çözeltilerin elektrik iletkenliğini ölçmek için Eutech marka iletkenlik ölçer kullanılmıştır.

Hazırlanan çözeltilerin viskozitelerini ölçmek için ise Brookfield DV-F marka viskozimetre kullanılmıştır. Viskozite ölçümü sırasında ortam sıcaklığı 25°C, ölçüm hızı 30 d/dk, tork değeri %17,8 ve spindle numarası 521`dir.



Şekil 4.6. Brookfield DV-F marka viskozimetre

Çalışılan ortamın izafi rutubet ve sıcaklığını ölçmek için Lutron marka nem ölçer kullanılmıştır. Deneysel çalışmalar sırasında ortam sıcaklığı 26,5-27 °C ve izafi rutubet ise olarak %57 olarak kaydedilmiştir.

# 4.4 Elektro Lif Çekimine ait Üretim Parametreleri

PVA ve PA6,6 polimerlerinden elde edilen çözeltilerin her birinde ortak olan parametreler aşağıda Tablo 4.1 ile özetlenmektedir.

Tablo 4.1. Elektro lif çekim üretim parametreleri

Çalışma Parametreleri	
Konsantrasyon	%10
Çözücü	PVA için saf su, PA 6,6 için formik asit
İğne çapı	0,7 mm
İğne- toplayıcı arası mesafe	10 cm
Uygulanan voltaj	20 kV

Çalışmada farklı üretim süreleri ve besleme hızlarında 18 farklı yüzey üretilmiş olup, söz konusu yüzeylere ait çalışma parametreleri ise aşağıdaki tabloda özetlenmektedir.

Tablo 4.2. Kullanılan polimerlerin	ve çalışma parametreleri
------------------------------------	--------------------------

Polimer	Kodu	Üretim Süresi (dk.)	Besleme hızı (ml/sa)
Polivinilalkol	PVA 5.02	5	0,2
	PVA 5.06		0,6
	PVA 5.1		1
	PVA 10.02	10	0,2
	PVA 10.06		0,6
	PVA 10.1		1
	PVA 15.02	15	0,2
	PVA 15.06		0,6
	PVA 15.1		1
Poliamid 6,6	PA 5.02	5	0,2
	PA 5.06		0,6
	PA 5.1		1
	PA 10.02	10	0,2
	PA 10.06		0,6
	PA 10.1		1
	PA 15.02	15	0,2
	PA 15.06		0,6
	PA 15.1		1

Elde edilen tüm yüzeyler, toplayıcı plakaya uygun büyüklükte kesilmiş alüminyum folyo veya polipropilen nonwoven yüzey üzerine toplanmıştır.

# 4.5 Yüzeylerin Analizi

## 4.5.1. Elde Edilen Yüzeylerin Gramajının Tayini

Bu bölümde, ilk olarak çalışma kapsamında üretilen yüzeylerin hassas terazide gramaj ölçümü yapılarak genel de olsa bir fikir vermesi yoluna gidilmiştir.

Çalışmada PP non-woven yüzeyler üzerine oluşturulan nanoyüzeylerin gramajlarını tespit etmek için nano-yüzey oluşturmadan önceki ve sonraki kütleler hassas terazi yardımıyla belirlenerek aradaki fark esas alınmıştır. Bu amaçla yüzeylerde 5'er adet ölçüm yapılarak ortalama değer ve varyasyonlar irdelenmiştir. Böylelikle, 5dk, 10dk. ve 15 dk olmak üzere farklı çalışma sürelerinde elde edilen yüzeylerin gramajları arasındaki farklar yanında PVA ve PA6,6 ile üretim sonucundaki farkların irdelenmesi amaçlanmıştır.

# 4.5.2. Elde Edilen Yüzeylerin Kalınlığının Tayini

PA 6,6 ve PVA polimerinden elde edilmiş nanoağ yüzeylerin kalınlıkları ise Kanon Marka EMS-150 model, hassasiyeti 0,01mm olan dijital kumpas ile ölçülmüştür. Ölçümdeki amaç çalışma süresinin (5, 10 ve 15 dakika) yüzey kalınlığını nasıl değiştirdiğini gözlemlemekti. Bunun için sabit besleme hızı 0,6 ml/h olan yüzeyler seçildi ve 5dk., 10dk. ve 15 dk.'da oluşturulan nanoağ yüzeylerinden kumpas yardımı ile ile 10'ar adet ölçüm yapılmıştır.

# 4.5.3. Yüzeylerde Elyaf İnceliği ve İncelik Varyasyonunun Analizi

Elde edilen yüzeylerin genel görünüm ve elyaf çap dağılımlarının analizinde Quanta Feg 250 marka SEM kullanılmıştır (Şekil 4.7).



Şekil 4.7. Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) ve SEM görüntüsü

Elde edilen yüzeylerin hepsi numaralandırılarak SEM cihazında 10000x, 20000x ve 40000x büyütmelerde görüntüleri alınmıştır. Elde edilen görüntüler üzerinde, görüntü analiz programı yardımı ile liflerin çap ölçümleri yapılmıştır. Her bir numuneye ait SEM görüntüleri esas alınarak Adobe Photoshop 6 programı yardımıyla 50`şer adet elyaf çapı ölçülmüştür. Ardından SPSS programı ile ortalama elyaf çapı, %CV değerleri ve histogramlar elde edilmiştir. Şekil 4.8'de çalışmada <u>el</u>de edilen tipik SEM görüntülerine örnekler görülmektedir.



Şekil 4.8. PVA 10.06 farklı SEM görüntüleri a.10.000x, b. 20.000x, c. 40.000x

# 4.5.4. Yüzey Gözenekliliği

Filtrasyon için elde edilen yüzeylerde elyaf inceliği yanında gözeneklilikler de önemli bir parametredir. Bu amaçla gözeneklilik (porozimetre) testleri İstanbul Teknik Üniversitesi MEM-TEK laboratuvarında Quanta Chrome cihazında (Şekil 4.9), ASTM F316-03 (2011) standardı kullanılarak yapılmıştır. Bu test metodu gözenek içeren toz veya katı numunelerde fiziksel adsorbsiyon yöntemiyle gözenek boyutunun ve dağılımının yüksek ve düşük basınçlarda belirlenmesinde kullanılır. Yöntem, numune yüzeyinin moleküler tabaka ile kaplanması için gerekli gaz miktarının hesaplanması prensibine dayanır.



Sekil: 4.9. Quanta Chrome porometre test cihazı

Ancak söz konusu testlerin oldukça yüksek bütçe gerektirmesi nedeniyle sadece birer numune için bu testler gerçekleştirilebilmiştir.

# 4.6 Hava Geçirgenliği Testleri

Bir kumaşta hava geçirgenliği, belirli bir alandaki kumaş yüzeyinden belirli bir basınç farkı ile birim zamanda geçen hava miktarı olarak tanımlanmaktadır. Söz konusu hava geçirgenliği testlerinde üretilen numuneler aşağıda sunulan farklı konfigürasyonlarda teste tabi tutulmuştur:

Kodlama	Yüzey yerleşimleri	Açıklama
PP		PP non-woven yüzey
В		PP non-woven yüzey üzerine nanolif yüzey
K1		PP non-woven yüzey üzerine Nanolif yüzey+ PP non-woven yüzey
K2		PP nonwoven yüzey üzerine Nanolif yüzey+PP nonwoven yüzey üzerine Nanolif yüzey

Tablo 4.3	. Kompozit	yüzeylerin	sembolik	gösterimi;
-----------	------------	------------	----------	------------

Çalışmada kullanılan test standardı; TS 391 EN ISO 9237:1999 olup, Pro-Ser marka hava geçirgenlik test cihazı kullanılmıştır. (Şekil 4.10) Kullanılan deney numunesinin yüzey alanı 5cm<sup>2</sup>, kullanılan basınç ise 100 kPa olarak belirlenmiştir.



Şekil 4.10. Kumaş hava geçirgenliği test cihazı

## 4.7 Filrasyon Verimliliği Analizi

Filtrasyon sürecinde verimliliğin ölçülmesi, işlem kalitesinin saptanması ve kullanılan filtre malzemesinin konstrüksiyon parametrelerinin optimum hale getirilmesi için belirli standartlar dahilinde hava filtrasyon testleri uygulanmaktadır.

Bu bölümde kullanılan test standartı ise EN 149:2001 "Kişisel Koruyucu Donanımlar Arasında Yer Alıp Bakım Gerektirmeyen Toz, Sis Ve Duman Maskeleri" standardıdır.

Bu amaçla ülkemizde sınırlı sayıda bulunan Certitest 8130 hava filtrasyon test cihazı, 3M firması tarafından sağlanan imkanlar dahilinde kullanılmıştır. Söz konusu test cihazı Katı NaCl ve sıvı (Parafin yağı) aerosolleri kullanarak, yüzeylerin filtre penetrasyonlarını ve hava rezistanslarını göstermektedir. Cihazın şematik görünümü Şekil 4.11.'da gösterildiği gibidir.



Şekil 4.11. Certitest 8130 cihazı çalışma prensibine ait şematik görünüm

Bu çalışmada çap aralığı 0,2-0,33 µm olan sıvı aerosol kullanılmıştır. Söz konusu analizde kullanılan akım oranı 90-95 litre/dk., numune çapı 5 cm'dir (Şekil 4.12).



Şekil 4.12. Certitest 8130 model hava filtrasyon cihazı

# 4.7.1 Filtrasyon için Örnek Bir Uygulama: Sigara Filtrasyonu

Çalışmanın bu bölümünde oluşturulan nanoyüzeylerin sigara dumanı içerisindeki hangi kimyasal grupları filtreleyebildiğini analiz etmek için basit bir düzenek oluşturulmuştur. Söz konusu düzenek şağıda şematize edilmiş olup (Şekil 4.13), görüntüsü ise Şekil 4.14'da sunulmaktadır. Söz konusu sigara dumanı testlerinde, her bir yüzey maksimum vakum etkisi altında 1 dk süreyle HD marka sigara dumanına tabi tutulmuştur.



Şekil: 4.13. Nanoağ yüzeyleri ile sigara dumanının filtre edilmesine yönelik basit düzenek



Şekil 4.14. Sigara filtrasyonunda kullanılan vakum düzeneği

# 4.7.2 Sigara Filtrasyonuna Tabi Tutulan Yüzeylerin FT-IR (Fourier transform infrared spectroscopy) Analizi

Çalışma kapsamında üretilen yüzeylerde, yukarda belirtilen düzenekte sigara dumanına tabi tutulduktan sonra filtre işlemi sonucunda bu yüzeylerin yakalamış olduğu kimyasal grupların tespiti amacıyla FT-IR analizleri gerçekleştirilmiştir.

Bu doğrultuda sigara dumanına maruz kalmış yüzeyler Şekil 4.15' de gösterilen Thermo iS10 marka FT-IR ölçüm cihazında analize tabi tutulmuştur.



Şekil 4.15. FT-IR test cihazı

## 5.ARAŞTIRMA BULGULARI VE ANALİZLER

## 5.1 Polimerlerin Viskozite ve İletkenlik Ölçümleri

Farklı konsantrasyonlarda hazırlanan PVA ve PA6,6 çözeltilerine ait 25°C`de ölçülen viskozite ve iletkenlik değerleri Tablo 5.1'de verilmiştir.

Tablo 5.1 PVA ve PA 6,6 çözeltilerinin viskozite ve iletkenlik değerleri

Konsantrasyon (%)	Viskozite (cP)	İletkenlik (μs\cm)
PVA %10	810,0	575
PA6,6 %10	800,8	658

Her iki polimerde de viskozite değerleri birbirine yakın ve elektro lif çekim prosesi için uygundur. Öte yandan PA 6,6 polimerine ait çözeltinin iletkenliğinin daha yüksek olduğu görülmektedir. Poliamid 6,6'nın moleküler yapısı, metilen  $[-(CH_2)_5-]$  lineer zincirleri ile birbirlerinden ayrılan amid (CO–NH) gruplarından oluşmaktadır. Formik asit, PA 6,6 ile tepkimeye girerek iyonik formdaki birçok oligomer zinciri ve monomerin ( $-CONH_2^{-+}$ ) oluşmasına neden olmaktadır. Oluşan iyonik yapılar elektrik iletkenliğini arttırmaktadır.

# 5.2 Üretilen Yüzeylerin Analizi

### 5.2.1 Yüzey Gramaj Analizleri

Bu bölümde, çalışmada kullanılan her iki polimerle 5 dk., 10 dk. ve 15 dk. süre ile elde edilen yüzey gramajı analizlerine ait ortalama ve standart sapma değerleri aşağıdaki grafiklerde gösterilmiştir. Söz konusu grafiklere ait detaylı sonuçlar ise Ek 1'de yer almaktadır.

PA 6,6 polimerinden elde edilen yüzeylerin aynı besleme hızında farklı çalışma sürelerinde ortalama gramaj sonuçları, Şekil 5.1'de görüldüğü gibi çalışma süresi arttıkça ortalama gramajın arttığını göstermektedir.



Şekil 5.1 Çalışma süresinin yüzey gramajına etkisi

5dk. ve 10 dk. çalışma süreleri kıyaslandığında 10dk. da elde edilen yüzeyde %95 civarında bir gramaj artışı görülmüştür, fakat 15 dk. çalışma süresi sonundaki gramaj artışının çok daha düşük seviyede gerçekleştiği gözlemlenmiştir. Bu durumun, toplayıcı plaka üzerindeki elyaf katmanlarının bir süre sonra plaka üzerindeki iletkenliği düşürmesinden kaynaklanabileceği düşünülmektedir. Literatürde benzer sonuçlar Guibo ve ark. (2012) tarafından yapılan PA 6,6 polimerinden 5 dk., 10 dk. ve 15 dk. çalışma sürelerinde elde edilen yüzeylerin kalınlık ölçümlerinde de görülmüştür.

Benzer şekilde, PVA polimerinden elde edilen nanoyüzeylerin de aynı besleme hızında çalışma süresi uzadıkça, yüzey gramajlarının arttığı görülmektedir (Şekil 5.2). Fakat burada 5dk. ve 10 dk. çalışma sürelerinin gramaja etkileri kıyaslandığında %71 oranında bir artış gözlemlenmiştir. PA 6,6 polimeri ile kıyaslandığında bu artışın daha az olmasının polimer çözeltilerin iletkenlikleri ile ilişkilendirilebileceği düşünülmektedir.



Şekil 5.2 Çalışma süresinin yüzey gramajına etkisi

# 5.2.2. Yüzey Kalınlık Ölçüm Sonuçları

Her iki polimerle elde edilmiş yüzeyler için kalınlık ölçüm sonuçları Şekil 5.3 ve Şekil 5.4'de sunulmuştur.



Şekil 5.3. PA 6,6 çalışma süresinin yüzey kalınlığına etkisi

PA 6,6 polimerinden 0,6 ml/h besleme hızı ile elde edilmiş yüzeylerin çalışma sürelerinin yüzey kalınlığına etkisi incelendiğinde 10 dk. da elde edilen yüzeyin 5 dk. da elde edilen yüzeye kıyasla %93 kalınlık artışına sahip olduğu görülmektedir. Bu iki parametreile üretilmiş yüzeylerin gramajlarında da benzer oranda artış gözlemlenmiştir. Fakat 15 dk. da elde edilen yüzeylerdeki kalınlık artışı çok daha düşük seviyelerdedir.



Şekil 5.4. PVA çalışma süresinin yüzey kalınlığına etkisi

PVA polimerinden elde edilen yüzeylerin çalışma sürelerinin yüzey kalınlığına etkisi incelendiğinde 5dk.'da elde edilen yüzeyler ile 10 dk.'da elde edilen yüzeyler arasındaki kalınlık artışı %62'dir. 15 dk. da elde edilen yüzeylerin 10 dk. yüzeylere oranla kalınlık artışı ise %24 olmuştur.

# 5.2.3. Yüzeylerde Elyaf İncelik Analizine ait Sonuçlar

# a) Taşıyıcı Yüzey Faktörünün Elyaf İnceliğine Etkisi

Çalışmada elektrospinning ile elde edilen filtrasyona yönelik nano-ağ yüzeylere, mekanik dayanım kazandırmak için liflerin mutlaka taşıyıcı bir yüzey üzerinde toplanması gerekmektedir. Normalde alüminyum folyo üzerinde toplanarak elde edilen yüzeylerin, filtrasyona yönelik testleri gerçekleştirebilmek amacıyla gözenekli bir yüzey üzerinde toplanması gerekmektedir ve bu amaçla taşıyıcı yüzey olarak PP non-woven yüzeyin kullanılması uygun olacaktır. Ancak çalışmanın bu aşamasında öncelikle taşıyıcı yüzey olarak PP non-woven veya alüminyum folyo kullanımının elyaf inceliğine etkisinin olup olmadığının incelenmesinin faydalı olacağı düşünülmüştür. Bu amaçla, öncelikle tüm çalışma parametreleri sabit tutulup (besleme hızı 0,6ml/h, çalışma süresi 5dk.) taşıyıcı yüzey olarak Polipropilen nonwoven yüzeyler ve alüminyum folyolar üzerinde elde edilen nanoağ yüzeylerde elyaf inceliği ve yüzey düzgünsüzlükleri karşılaştırılmaktadır. (Tablo 5.2.)

Tablo 5.2. Alüminyum taşıyıcı yüzey SEM görüntüleri ve çap ölçümleri



PA 6,6 polimerinden elde edilen yüzeylerin taşıyıcı yüzey değişiminin nano elyaf inceliğine olan etkisi Şekil 5.5 ile gösterilmektedir.



**Şekil 5.5.** PA6,6 polimeri için taşıyıcı yüzeyin elyaf inceliğine etkisi (Besleme hızı 0,6 ml/h, çalışma süresi 5dk.)

PVA polimerinden elde edilen yüzeylerin taşıyıcı yüzey değişiminin nano elyaf inceliğine olan etkisi ise Şekil 5.6.'de gösterilmektedir.





Sonuç olarak yukarda sunulan veriler, elektrospinning yöntemiyle PA6,6 ve PVA polimerlerinden Polipropilen non-woven yüzey ve alüminyum folyo yüzey üzerinde elde edilen nanoağ yüzeylerde elyaf inceliklerinin birbirine yakın olduğunu, istatistiksel olarak anlamlı fark olmadığını ortaya koyar niteliktedir.

# b) Genel Nano-ağ Yüzey Görüntüleri ve Elyaf İncelik Sonuçları

Elde edilen PVA ve PA 6,6 polimeri içeren yüzeylerden SEM görüntülerini esas alarak yapılan elyaf çapı ve çap dağılımı analizlerine ait sonuçlar aşağıda detaylı şekilde sunulmaktadır. Tablo 5.3-5.6'da öncelikle hem PVA hem de PA 6,6 polimeri kullanarak farklı üretim sürelerinde ve farklı besleme hızlarında elde edilen genel yüzey görüntüleri, elyaf çap ve çap varyasyonuna ait histogramlara yer verilmektedir.

# Tablo 5.3. Besleme hızına göre SEM görüntüleri ve çap ölçüm sonuçları (PA 6,6)



# Tablo 5.4. Besleme hızına göre SEM görüntüleri ve çap ölçüm sonuçları (PVA)



Tablo 5.5	Çalışma süresine	göre SEM	görüntüleri	ve elyaf çap	ölçüm	sonuçları	(PA	6,6)
-----------	------------------	----------	-------------	--------------	-------	-----------	-----	------



Tablo 5.6. Çalışma süresine gore SEM görüntüleri ve elyaf çap ölçüm sonuçları (PVA)



Yukardaki tablolarda sunulan yüzey görüntüleri, her iki polimerden de pürüzsüz düzgün liflere sahip yüzeylerin elde edildiğini ortaya koymaktadır. Elyaf inceliği değerleri ise, PA 6,6 polimeri ile PVA polimerine kıyasla daha ince liflerin elde edildiğini göstermektedir.

# c) Besleme Hızı ve Çalışma Süresinin Elyaf İnceliğine Etkisi

Bu bölümde PVA ve PA 6,6 polimerlerinden taşıyıcı yüzey üzerine besleme hızı ve çalışma süreleri değiştirilerek elde edilmiş nanoağ yüzeylerde elyaf çap değerleri karşılaştırılmakta ve elde edilen elyaf inceliği ve incelik varyasyonlarına göre en uygun çalışma koşulları belirlenmektedir.

PA 6,6 polimerinden elde edilen yüzeylerin besleme hızı değişiminin nano elyaf inceliğine olan etkisi Şekil 5.7'de gösterilmektedir.



Şekil 5.7. PA 6,6 polimeriyle besleme hızının elyaf inceliğine etkisi

PVA polimerinden elde edilen yüzeylerde besleme hızının nano elyaf inceliğine olan etkisi ise Şekil 5.8'de gösterilmektedir.



Şekil 5.8. PVA polimeriyle besleme hızının elyaf inceliğine etkisi

Yukardaki tablolarda yer alan sonuçlar, besleme hızının artışıyla yüzeylerde mevcut liflerin kalınlaştığını göstermektedir. Her iki polimerden elde edilmiş yüzeylerin besleme hızı-

elyaf inceliği etkisine istatistiksel önem testi uygulandığında aradaki farkın anlamlı bir fark olduğu görülmektedir.Her iki polimerle elde edilen yukardaki deney sonuçlarından gözlemlenenlere göre besleme hızını 1 ml/h'e çıkartmak yüzey düzgünsüzlüğünü bir miktar arttırmakta, yüzeyde damlamalar görülmekle birlikte elyaf çapının standart sapmasında da artış gözlemlenmektedir.

Öte yandan yüzey oluşturma süresinin elyaf inceliğine etkisi ise Şekil 5.10 ve 5.11'de gösterilmiştir. Her iki polimer için de yüzey oluşturma süresinin elyaf çap artışına etkisi istatistiksel olarak anlamlı bulunmuştur.



Şekil 5.9. PA 6,6 Yüzey oluşum süresinin elyaf inceliğine etkisi



Şekil 5.10. PVA yüzey oluşum süresinin elyaf inceliğine etkisi

Yukarda yer alan sonuçlar doğrultusunda, filtrasyon verimliliği, hava geçirgenliği ve filtre dayanıklılığı için optimum özelliği sağlayan yüzeyi bulmak adına her iki polimerin farklı

besleme hızları (0,2 ml/s; 0,6 ml/s ve 1 ml/s) için de filtrasyon testi ve hava geçirgenliği değerlerinin incelenmesine karar verilmiştir.

# d) Yüzeylerin Gözenek Büyüklüğü Analizi

Elde edilen yüzeylerin gözeneklilik özellikleri, sadece birer yüzey için test edilerek, PA6,6 ve PVA polimerlerinden, 0,6 ml/h besleme hızı, 10 dk. çalışma süresi sonunda oluşturulan yüzeylere ait porozimetre testleri aşağıda görülmektedir (Şekil 5.11).



Şekil 5.11. Yüzeylere ait gözenek büyüklükleri

Grafikte de görüldüğü gibi PA6,6 polimerinden elde edilen yüzeylerin gözenekleri, PVA polimerinden elde edilen yüzeylerin gözeneklerinden daha düşüktür. Bu durum her ne kadar PA6,6 polimerinden elde edilen yüzeylerin PVA polimerine göre avantajlı olduğunu ortaya koysa da bu yüzeylerin HEPA filtre özelliği taşıyan filtrelere kıyasla yine de büyük gözeneklere sahip olduğu söylenebilir.

## 5.3 Hava Geçirgenliği Testi Sonuçları

Bu bölümde öncelikle tek başına PP non-woven yüzeyin hava geçirgenlik özelliği test edilmiş olup, PP non-woven yüzeyin 5 farklı bölgesinden alınan numunelere ait sonuçlar Ek 2'deki çizelgede gösterilmiştir. Sonuçlar PP yüzeye ait ortalama hava geçirgenlik değerinin 5360 mm/sn olduğunu göstermektedir. Ardından PP non-woven taşıyıcı yüzey üzerinde nanoyüzeylerin hava geçirgenlik testleri yapılmış olup, PA 6,6 ve PVA polimerlerinden elde edilmiş nanoyüzeylerin sonuçları çalışma süresi ve besleme hızlarına göre aşağıda kıyaslanmıştır.



Şekil 5.12. PA 6,6 besleme hızı ve çalışma süresine gore hava geçirgenlikleri

PA 6,6 polimerinden farklı çalışma süreleri ve besleme hızlarında elde edilen filtre yüzeylerin hava geçirgenlikleri kıyaslandığında çalışma süresi ve besleme hızı arttıkça hava geçirgenliğinin azaldığı Şekil 5.12'deki grafikten görülmektedir. Yüzeylere ait ölçüm sonuçları ise Ek 3'tedir.





PVA polimerinden farklı çalışma süreleri ve besleme hızlarında elde edilen filtre yüzeylerin hava geçirgenlikleri kıyaslandığında da benzer şekilde çalışma süresi ve besleme hızı arttıkça hava geçirgenliğinin azaldığı Şekil 5.13'deki grafikten görülmektedir. Yüzeylere ait ölçüm sonuçları Ek 3'tedir.

Genel olarak iki polimer birbiri ile kıyaslandığında PVA polimerinden elde edilen filtre yüzeylerin hava geçirgenliğinin çok daha az olduğu görülmüştür.

Nanolif yüzeylerin farklı konfigürasyonlarda birleştirilmesiyle oluşturulan kompozit yapıların hava geçirgenlik değerleri ise Tablo 5.14'de görüldüğü gibidir.

Yüzey Tipi	Kodlama	Kompozit Yapılar	Ortalama Değer (mm/sn)
9	В		15,3
VA 10.0	K1		17,6
٩	K2		11,56
PA 6,6 10.0,6	В		37,8
	K1		47,9
	K2	=	33,3

Tablo 5.14. Kompozit yapıların hava geçirgenliği

Hava geçirgenliği testi sonuçlarına göre iki adet nanolif yüzeyin birleştirildiği kompozit yapıların hava geçirgenliğinin daha da azaldığı görüldü. Hava geçirgenliğinin azalması basınç düşümünü arttıracağı için bu tarz kompozit bir yapının filtre verimliliğini azaltacağı ön görülerek bu çalışmada kompozit yapılar kullanılmadı.

## 5.4 Filtrasyon Verimliliği Test Sonuçları

Certitest 8130 model hava filtrasyon test cihazında yapılan sonuçlara göre polimer besleme hızı ve çalışma süresine göre polimerlerin filtrasyon verimlilikleri kıyaslanmıştır. PA 6,6 polimerinden elde edilen yüzeylerin filtrasyon verimlilik değerleri Şekil 5.15'deki grafikte görüldüğü gibidir.





Yukardaki sonuçlar, çalışma süresi ve besleme hızı arttıkça filtre verimliliğinin arttığını göstermektedir. PA 6,6 polimeriyle elde edilen yüzeylerde 1 ml/h besleme hızında, 10 dakikada üretilen yüzeylerin en iyi filtre verimliliğine sahip olduğu görülmektedir (Şekil 5.15).

Öte yandan bu testlerde PVA polimerinden elde edilen nanoağ yüzeylerin her biri (24 kez deneme sonucunda) filtrasyon cihazında test esnasında parçalandığı için filtre verimlilikleri ölçülememiştir. Bunun sebebinin ise PVA polimerinden elde edilen yüzeylerin mukavemet düşüklüğüne bağlı olabileceği düşünülmektedir.
## 5.5 Sigara Dumanı Filtrasyonuna ait FT-IR Analiz Sonuçları

Sigara dumanı filtrasyonu sonucu nano-ağ yüzeylerde elde edilen tipik görünüm aşağıda yer almakta olup, PA 6,6 ve PVA polimerlerinden elde edilen yüzeylerin sigara dumanı filtrasyonu sonucunda her iki yüzeyde de sarı birikintilerin oluştuğu gözlenmiştir (Şekil 5.15).

Sigara dumanı filtrasyon testinde kullanılan yüzeyler ve işlem görmemiş yüzeylere ait FT-IR sonuçları ise Şekil 5.17- 5.18'de sunulmaktadır.



Şekil 5.16. PVA nanoağ yüzeyin sigara filtre edilen tarafı



Şekil 5.17. PA6,6 nanoağ yüzeylerin sigara içilen ve içilmeyen bölgelerinin FT-IR görüntüsü



Şekil 5.18. PVA nanoağ yüzeylerin sigara filtre edilen ve edilmeyen bölgelerinin FT-IR görüntüsü

PA6,6 polimeri ile elde edilen yüzeylerde 1713 ve 1058 cm<sup>-1</sup> de farklı pikler görülmüştür. Söz konusu piklerden 1713 cm<sup>-1</sup> de görülen pik karbon oksijen (C=O) çift bağını işaret etmektedir (Karbonil grubu), burada görülen pik nanoağ filtre tarafından yakalanan malzemelerin aldehit, keton, karboksilik asit ve ester fonksiyonel gruplarından biri olduğunu göstermektedir. 1058 cm<sup>-1</sup> de görülen pik, alkol, eter, karboksilik asit ve ester grubunun karbon oksijen (C–O) bağını işaret etmektedir. Bu pikleri görmemizin sebebi ester gruplarından herhangi birinden yada bir kaç tanesinden kaynaklanıyor olabilir.

PVA polimeri ile elde edilen yüzeylerin sigara dumanına tabi olan kısmında ise 2917, 1707 cm<sup>-1</sup> ve 1600 cm<sup>-1</sup>'de farklı pikler görülmüştür. 2917 cm<sup>-1</sup> deki pik karbon hidrojen (C-H) bağını (Alkan) işaret etmektedir. 1600 cm<sup>-1</sup> deki yayvan pik ise aromatik halka yapılara aittir. 1707 cm<sup>-1</sup> piki ise karbonil grubunun varlığını işaret etmektedir. Bu da yüzeye tutunan aldehit, ester, karboksilik asit ve ketonların varlığını göstermektedir.

Bu bölümde ayrıca sadece PP dokusuz yüzey kullanarak da bir sigara dumanı filtrasyon testi yapılmıştır. Bu deney sonucunda nanoağ yüzey kullanıldığında vakum sisteminde kullanılan erlenmayerin içi sararmazken, sadece PP dokusuz yüzey kullanılan denemede erlenmayerin içinin tamamen duman dolduğu gözlenmiştir (Şekil 5.18.) Bu durum da nanoağ yüzeylerin bazı dumanları bloke ettiğini göstermektedir. Yukarda sunulan veriler bloke edilen grupların aldehit, eter, karboksilik asit gruplarından olduğunu ortaya koymaktadır.



Şekil 5.18. Sadece PP non-woven yüzeyle sigara dumanı filtre edilmeden önce ve sonrasına ait görüntüler

## 6. SONUÇ VE DAHA SONRAKİ ÇALIŞMALAR İÇİN ÖNERİLER

Sunulan tez çalışmasında iki farklı polimerden (PVA ve PA 6,6) elektro lif çekim yöntemi kullanarak, farklı besleme hızlarında (0,2 ml /h, 0,6 ml/h ve 1ml/h) ve farklı çalışma sürelerinde (5 dk., 10dk., 15 dk.) toplam 18 adet nanolifli yüzey elde edilmiştir.

Çalışma öncelikle elde edilen yüzeylerin gramaj ve kalınlıkları belirlenmiş, SEM görüntüleri analiz edilerek elyaf çap dağılımları analiz edilmiş ve seçilen yüzeylerin gözeneklilikleri tespit edilmiştir. Elde edilen sonuçlar yüzeylerin gramajlarının 0,40 g/m<sup>2</sup> ile 0,89g/m<sup>2</sup>, kalınlığın ise 15-42 mikron aralıklarında değiştiğini, çalışma süresi arttıkça gramaj ve kalınlıkların arttığını ortaya koymaktadır. Ancak belirli bir çalışma süresinden sonra gramaj ve kalınlık artışının beklenen oranda olmadığı gözlenmiştir.

Her iki polimerden elde edilen yüzeyler elyaf inceliği bakımından kıyaslandığında PA6,6 polimerinden elde edilen liflerin inceliğinin PVA polimerinden elde edilen liflere kıyasla daha ince olduğu gözlenmiştir. Üretilen yüzeylerde PA 6,6 polimeri ile en ince ortalama liflerin (ort. çap 150.96 nm) besleme hızı 0,2 ml/h ve çalışma süresi 5 dk. koşullarında elde edildiği, en kalın liflerin (ort. çap 182,98 nm) besleme hızı 0,6ml/h çalışma süresi 15 dk. Koşullarında elde edildiği gözlenmiştir. Benzer şekilde PVA polimeri ile en ince liflerin (ort. çap 206,12 nm) besleme hızı 0,2 ml/h ve çalışma süresi 5 dk. koşullarında elde edildiği, en kalın liflerin (ort. çap 243,43 nm) ise besleme hızı 0,6 ml/h çalışma süresi 15 dk. da elde edildiği görülmektedir.

PA 6,6 ve PVA polimerlerinden elde edilen yüzeyler kendi içlerinde besleme hızları ve çalışma süreleri bakımından kıyaslandığında, besleme hızı ve çalışma süresi arttıkça ortalama elyaf inceliğinin arttığı görülmektedir.

Ayrıca üretilen nanolifli yüzeyler gözeneklilik bakımından karşılaştırıldığında PA 6,6 ile elde edilen yüzeylerin ortalama gözenek çapının PVA ile elde edilen yüzeylere kıyasla daha küçük olduğu tespit edilmiştir.

PA 6,6 ve PVA polimerlerinden farklı çalışma süreleri ve besleme hızlarında elde edilen yüzeylerin hava geçirgenlikleri kıyaslandığında, çalışma süresi ve besleme hızı arttıkça hava geçirgenliğinin azaldığı gözlemlenmiştir. PVA polimerinden elde edilen yüzeylerin hava geçirgenliğinin ise PA6,6 polimerinden elde edilen yüzeylerin hava geçirgenliğinden daha düşük olduğu görülmüştür.

Öte yandan çalışmada yüzeylerin filtrasyon verimlilikleri de yapılan testlerle kıyaslanmış, PA6,6 polimeri ile 1 ml/h besleme hızında, 15 dk. da üretilen yüzeylerde en iyi filtre verimliliği değerleri elde edilmiştir (%99.901). Çalışma süresi ve besleme hızı arttıkça

filtre verimliliğinin arttığı görülmüştür. PVA polimerleri ile yapılan filtrasyon testlerinde ise yüzeylerin test esnasında deforme olması nedeniyle sonuç alınamamıştır.

Çalışmada ayrıca filtrasyona yönelik özel bir uygulama olarak sigara dumanı seçilmiş ve bu amaçla kurulan basit bir düzenekte nanolifli yüzeyler sigara dumanı filtrasyonuna tabi tutulmuştur. Söz konusu test sonucunda işlem görmüş ve görmemiş yüzeylerde FT-IR analizleri gerçekleştirilmiş olup, elde edilen sonuçlar PA6,6 polimerinden elde edilen yüzeylerin karbonil grubu ve primer alkol gruplarını filtre edebildiğini ortaya koymaktadır. PVA polimerinden elde edilen nanolifli yüzeylerin ise, alkanlar, aromatik halka yapılar ve karbonil gruplarını filtre edebildiği analiz edilmiştir.

Sonuç olarak bu çalışmada filtrasyona yönelik geliştirilen nanolifli yüzeylerde gerek elyaf inceliği, incelik varyasyonu ve yüzey gözenek büyüklüğü; gerekse hava geçirgenliği, filtrasyon testleri ve sigara dumanı filtrasyon analizleri; PA6,6 polimerinden elde edilen yüzeylerin PVA polimerinden elde edilen yüzeylere göre daha etkin bir filtre yüzeyi olabileceğini göstermektedir.

## Daha Sonraki Çalışmalara Öneriler

Çalışmada nanoyüzeylere ait hava geçirgenlik değerleri sabit basınç altında ölçülmüş ve yüzeylerin hava geçirgenlikleri kıyaslanmıştır. Fakat elde edilen filtre yüzeylerin basınç düşümü değerleri ölçülememiştir. Bundan sonra yapılacak olan benzer çalışmalarda filtrelerin kalite faktörlerinin belirlenebilmesi adına bu değerin ölçülmesi önerilmektedir.

Elde edilen yüzeylerle filtrasyon testleri 0,2-0,33 µm aralığındaki sıvı aerosol kullanılarak yapılmıştır. Ancak farklı boyutlara sahip farklı tür partikullerle testlerin yapılması önerilmektedir.

Ayrıca bu çalışmada yüksek maliyeti sebebiyle porozimetre testleri sadece iki adet yüzey için yapılabilmiştir. Yüzey gözenekliliğinin, filtrasyon performansı için önemli bir parametre olduğu göz önünde bulundurulduğunda, elde edilen yüzeylerin tamamının bu bakımdan analiz edilmesi yerinde olacaktır.

PVA polimerinden elde edilen nanolifli yüzeylerin filtrasyon verimlilik testlerinde deforme olması nedeni ile test sonuçları gözlemlenememiştir. Bu nedenle üretilen yüzeylerin mukavemet testlerinin yapılması önerilmektedir.

Öte yandan elde edilen yüzeylerin yüzey pürüzlülüğünün analiz edilmesi de faydalı bilgiler sunabileceği düşünülmektedir.

64

#### 7. KAYNAKLAR

- Alan G., Tercan M. (2013). Hava Filtrasyonu Amacıyla Kullanılan Tekstillerin Verimlilikleri ve Toz Tutma Kapasiteleri. Pamukkale Üniversitesi Mühendislik Bilimleri Dergisi,19:179-186.
- Ali, U., Yaqiong, Z., Xungai, W., Tong, L., (2011). Electrospinning of Continuous Nanofiber Bundles and Twisted Nanofiber Yarns. Nanofibers - Production, Properties and Functional Applications, ISBN:978-953-307-420-7, Intech, 153-174, Erişim tarihi:10.02.2015.
- Andrady A.L. (2008). Science and Technology of Polymer Nanofibers. Wiley Press, 404, New Jersey.
- Beypazar Ö. (2013). Nanolif Üretiminde Çap Kontrolü. Yüksek Lisans Tezi, Namık Kemal Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Tekirdağ.
- Buika G. (2009). Elecctrospun PVA Nanofibers for Gas Filtration Applications. FIBRES & TEXTILES in Eastern Europe, Vol.17, No. 6 (77)pp:40-43.
- Bulgurcu H. (2013). Havalandırma Filtreleri. Iskav, İstanbul, Bölüm 3, s 55-57.
- 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, January/March 2009, Vol. 17, No. 1 (72) pp. 13-19.
- Çetiner S., Kalaoğlu F., Karakas H., Sarac A.S.(2010). Electrospun Nanofibers of Polypyrrole-Poly(Acrylonitrile-co-Vinyl Acetate). Digest Journal of Nanomaterials and Biostructures, Vol. 8, No. 2, January - March 2013, p. 677 – 683.
- Chandorilar M., Bhavsar P.(1983). Evaluation of polyacrylonitrile and poly(methyl methacrylate) as membrane materials for reverse osmosis. Indian Technol 21:124-5.
- Cireli, A., Kutlu, B., Onar, N., Erkan, G. (2006). Tekstilde İleri Teknolojiler. Tekstil Ve Mühendis, 61:7-20.
- Deitzel, J.M., Kleinmeyer, J., Haris, D. (2001). The Effect of Processing Variables on the Morphology of Electrospun Nanofibers and Textiles. Elsevier, Vol 42:261-272
- Doğan, G. (2006). Kuru Hava Filtrasyonunda Kullanılan Dokusuz Yüzeylerin Performansları Üzerine Bir Çalışma. Yüksek Lisans Tezi, Afyon Kocatepe Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Afyonkarahisar.

- Drew C., Wang X., Bruno F.F., Samuelson L.A., Kumar J. (2005). Electrospun polymer nanofibers coated with metal oxides by liquid phase deposition. Compos Interfaces 2005;11:711–24.
- Du J., Shintay S., Zhang X. (2008). Diameter control of electrospun polyacrylonitrile/iron acetylacetone ultrafine nanofibers. Journal of Polymer Science : Part B; Polymer Physics, Vol. 46:1611-1618.
- Formhals, A. (1934). Process and Apparatus for Preparing Artificial Threads', US Patent 1, 975, 504.
- Guibo Y., Quing Z. (2012). The electrospun polyamide 6 nanofiber membranes used as high efficiency filter materials. Nantong Textile Vocational Technology College, China.
- Gümüş T. (2009). Design and Manufacture of polymeric nanofiber membranes via electrospinning method. İstanbul Teknik Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Tekstil Mühendisliği Anabilim Dalı, Yüksek Lisans Tezi, İstanbul.
- Gorczyca J.L. (2005). Method For Determination Of Fabric Density And Fabric Thickness. Univercity of Massachussetts Lowell. Woven Composite Benchmark Forum.
- Göktepe F., Dönmez S. ve Göktepe Ö. (2014). Nanolif Yüzeylerden Sigara Filtresi Üretimi, Uludağ İhracatçı Birlikleri 6. Uluslararsı Ar-ge Proje Pazarı, Bursa.
- Haghi, A. (2012). Instabilities in the Production of Electrospun Nanofibers, Advances in Nanofiber Research, Volume 2, 83-92.
- Heikkila P., Taipale A., Lehtimak M., Harlin A. (2008). Electrospinning of Polyamides with Different Chain Compositions for Filtration Application. Polymer Engineering And Science, Vol. 48:1168-1176.
- Hung C. (2010). Experimental Investigation and Theoretical Analysis on Air Filtration of Submicron Aerosols by Nanofiber Filter.Doktora Tezi, Hong Kong Polytechnic University,Hong-Kong.
- Hongu, T., Phillips, G. O., Takigami, M. (2005). New Millennium Fibers. Woodhead Publishing Limited, 273.
- Hoffmann, D., Hoffmann, I. (1997). J. Toxicol. Environ. Health, 50, 307.
- Humberto, C. (2002). Aerodynamic Diameter Measuremet of Cellulose Acetate Fibers From Cigarette Filters, Inhalation Toxicology, 14:247-262.

- Hutten I. (2007). Handbook of Nonwoven Fitler Media. Elsevier Science and Technology Books, 449 s.,Elsevier Linacre House,Burlington, USA.
- Kaplan S. (2010). Filtrasyon Tekstilleri: Kullanılan hammaddeler, üretim yöntemleri ve kullanım alanları. The journal of Textiles and Engineer, sayı;79, s:24-37
- King B. (2012). Is the "CGC" Cigarette Filter Additive a Solution for China's Tobacco-induced Disease Problem? Toxicological & Environmental Chemistry, Vol. 94, 3–6.
- Koller K.B., Wrenn S.E., Houck W.G., Paine J.B. (2003). US Patent No 6,595,218 B1, July 2003.
- Kozanoğlu G. (2006). Elektrospining yöntemiyle nanolif üretim teknolojisi. İstanbul Teknik Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Tekstil Mühendisliği Anabilim Dalı, Yüksek Lisans Tezi, İstanbul.
- Kornev K.G. (2009). Controlling Liquid Release by Compressing Electrospun Nanowebs. Clemson University, Journal of Engineered Fibers and Fabrics 14 Volume 4, Issue 3.
- Li j., Gao F. (2013). Needleless electrospun nanofibers used for filtration of small particles. Express Polymer Letters. Vol.7, No.8:683-689.
- Marthur S., Singh M. (2008). Nanostructed Materials and Nanotechnology. Ceramic Engineering and Science Proceeding, Vol. 28, Issue 6, s:41
- Menkhaus T.J., Varadaraju H., Zhang L., Schneiderman S., Bjustrom S., Liubc L., Fong H., (2010). Electrospun nanofiber membranes surface functionalized with3-dimensional nanolayers as an innovative adsorption medium with ultra-high capacity and throughput. Chem Commun 46:3720–2.
- 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.
- Pauly J.L., Rees V., O'Connor R. (2009). Philip Morris Clinical Study of Carbon Filtered Cigarettes Challenged by Nondisclosure Issues, Nicotine & Tobacco Research, Vol. 11:1245–1246.
- Ramakrishna S., Fujihara K., Teo W.E., Yong T., Ma Z. (2005). Electrospinning and Nanofibers. World Scientific Publishing Co. Pte. Ltd., Singapur, 382 s.
- Ramaraj B. (2007). Crosslinked Poly(vinyl alcohol) and Starch Composite Films. II. Physicomechanical, Thermal Properties and Swelling Studies. Journal of Applied Polymer Science. 103:909-916

Rayleigh F. R. S. (1882). Phil., Mag. 44, p. 184.

- Russo M.V. (2010). Advances in Macromolecules, Perspectives and Applications. Springer Science Bussines Media, 275 s, İtalya.
- Skomra E. (2011). Production And Characterization Of Novel Air Filtration Media.Doktora Tezi, Clemson Universitesi,USA.
- Smit E., Buttner U., Sanderson R. D. (2007). Continuous Yarns from Electrospun Nanofibers, Nanofibers and Nanotechnology in Textiles, Woodhead Publishing Limited, 45-71.
- Sutherland K. (2008). Filters and Filtration Handbook. Elsevier Science & Technology Books, 523, Hungary.
- Shao C., Kim H., Gong J., Lee D., Park S. (2003). Mater Lett, 57, 1579.
- Khanmohamadi S., Gharehaghaji A.A., Hoseini S.A. (2011). Study On The Performance Of Nanofibrous Filters For Colored Effluent Treatment. Icontex International Innovative Textile Congress, 20-22 October 2011, İstanbul.
- Şahintürk Y. (2010). Poliakrilonintril bazlı nanoelyafların elektroeğirme yöntemi ile üretimi ve karakterizasyonu. Hacettepe Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Kimya Bölümü, Yüksek Lisans Tezi, Ankara.
- Şeker F.A. (2005). Determination of Some Polycyclic Aaromatic Hydrocarbons in Filter Tar of Turkish Cigarettes. J. Sep. Sci., 28: 2370 – 2373.
- Tian B.Z., Chen P., Chen J., Bai L. (2009). Blocking and Filtering Effect of Bombyx Mori Silkworm Silk Fiber Filter Tips Against Mainstream Smoke of Cigarettes. Materials and Design, 30:2289–2294.
- Tsai P.P., Schreuder-Gibson H., Gibson P. (2002). Different Electrostatic Methods for Making Electrect Filters. Journal of Electrostatics, 54: 333-341.
- Üstün A. (2011). Hava filtrasyonu için nanolif üretimi. Pamukkale Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Tekstil Mühendisliği Anabilim Dalı, Denizli.
- Qin X., Wang S. (2006). Filtration properties of elektrospinning nanofibers. Journal of Applied Polymer Science, Vol. 102:1285-1290.
- Yun K.M., Hogan Jr.C.J., Matsubayashi Y., Kawabe M., Iskandar F., Okuyama K. (2007). Nanoparticle filtration by electrospun polymer fibers. Chem Eng Sci 2007; 62:4751–9.

- Yoon K., Kim K., Wang X., Fang D., Hsiao B.S., Chu B. (2006). High flux ultrafiltration membranes based on electrospun nanofibrous PAN scaffolds and chitosan coating. Polymer 2006; 47:2434–41.
- Zhang D. (2002). Pycnogenol® in Cigarette Filters Scavenges Free Radicals and Reduces Mutagenicity and Toxicity of Tobacco Smoke in Vivo. Toxicology and Industrial Health, Vol. 18:215-224.
- Zeleny J. (1915). Proceedings of the Cambridge Philosophical Society. Vol.18, p. 71.

## 8.EKLER

## EK 1

Tablo 1: PA 5.06 için yapılmış gramaj test sonuçları

Yüzey no	Polipropilen dokusuz yüzeyin gramajı (g/m²)	PA6.6 (5dk) yüzey oluşturduktan sonraki gramaj(g/m <sup>2</sup> )	PA6.6 yüzey ağırlığı(g/m²)
1	9,51	10,06	0,55
2	10,20	10,55	0,35
3	10,17	10,50	0,33
4	10,16	10,53	0,37
5	10,18	10,58	0,40

PA 5.06 yüzey ağırlığı; Ortalama değer=0,40 Standart sapma=0,087 %CV=15,8

**Tablo 2:** PA 10.06 için yapılmış gramaj test sonuçları

Yüzey no	Polipropilen dokusuz yüzeyin gramajı (g/m²)	PA6.6 (10dk) yüzey oluşturduktan sonraki gramaj(g/m²)	PA6.6 yüzey ağırlığı(g/m <sup>2</sup> )
1	9,57	10,42	0,85
2	9,92	10,70	0,78
3	8,79	9,59	0,80
4	10,22	11,01	0,79
5	10,15	10,83	0,68

PA 10.06 yüzey ağırlığı; Ortalama değer=0,78 Standart sapma=0,062 %CV=7,94

Yüzey no	Polipropilen dokusuz yüzeyin gramajı (g/m²)	PA6.6 (15dk) yüzey oluşturduktan sonraki gramaj(g/m <sup>2</sup> )	PA6.6 yüzey ağırlığı(g/m <sup>2</sup> )
1	9,34	10,27	0,93
2	9,56	10,49	0,93
3	9,98	10,88	0,90
4	9,20	10,01	0,81
5	10,03	10,83	0,80

Tablo 3: PA 15.06 için yapılmış gramaj test sonuçları

PA 15.06 yüzey ağırlığı; Ortalama değer=0,87 Standart sapma=0,064 %CV=7,35

<b>Table 4.</b> F v A 5.00 ICIII vapininis graniaj test sonuciai	Tablo 4:	PVA 5.06	icin vapılmıs	gramaj test sonuclari
--	----------	----------	---------------	-----------------------

Yüzey no	Polipropilen dokusuz yüzeyin gramajı (g/m²)	PVA (5dk) yüzey oluşturduktan sonraki gramaj(g/m²)	PVA yüzey ağırlığı(g/m <sup>2</sup> )
1	9,65	10,10	0,45
2	10,3	10,73	0,43
3	9,82	10,39	0,57
4	10,23	10,62	0,39
5	9,9	10,47	0,57

PVA 5.06 yüzey ağırlığı; Ortalama değer=0,48 Standart sapma=0,083 %CV=5,78

Yüzey no	Polipropilen dokusuz yüzeyin gramajı (g/m²)	PVA (10dk) yüzey oluşturduktan sonraki gramaj(g/m <sup>2</sup> )	PVA yüzey ağırlığı(g/m <sup>2</sup> )
1	9,34	10,04	0,70
2	10,12	10,98	0,86
3	9,78	10,69	0,91
4	10,45	11,24	0,79
5	8,98	9,83	0,85

**Tablo 5:** PVA 10.06 için yapılmış gramaj test sonuçları

PVA 10.06 yüzey ağırlığı; Ortalama değer=0,82 Standart sapma=0,080 %CV=9,75

Tablo	6: PVA	15 06 j	cin vapıl	mis gramai	test sonucları
1 4010	0.1 111	12.001	ym yapm	mig Siama	tost sonayian

Yüzey no	Polipropilen dokusuz yüzeyin gramajı (g/m <sup>2</sup> )	PVA (15dk) yüzey oluşturduktan sonraki gramaj(g/m <sup>2</sup> )	PVA yüzey ağırlığı(g/m <sup>2</sup> )
1	8,98	9,87	0,89
2	9,23	10,24	1,01
3	9,87	10,65	0,78
4	10,13	11,09	0,96
5	9,52	10,35	0,83

PVA 15.06 yüzey ağırlığı; Ortalama değer=0,89 Standart sapma=0,093 %CV=10,4

	PP(mm)	PA 5.06+PP(mm)	PA 10.06+PP(mm)	PA 15.06+PP(mm)
1	0,04	0,07	0,06	0,07
2	0,04	0,07	0,07	0,08
3	0,05	0,05	0,08	0,07
4	0,03	0,05	0,07	0,08
5	0,05	0,06	0,07	0,07
6	0,03	0,05	0,07	0,06
7	0,05	0,07	0,08	0,09
8	0,05	0,06	0,08	0,08
9	0,04	0,05	0,07	0,08
10	0,05	0,05	0,07	0,08
Ort. Kalınlık	43	15	29	33
Std. Sapma	8,2	1,1	0,73	0,95

 Tablo 7: PA 6,6 besleme hızı 0,6ml/h, çalışma süresinin yüzey kalınlığına etkisi

 Tablo 8: PVA besleme hızı 0,6ml/h, çalışma süresinin yüzey kalınlığına etkisi

	РР	PVA 5.05+PP(mm)	PVA 10.05+PP(mm)	PVA 15.05+PP(mm)
1	0,04	0,07	0,07	0,09
2	0,04	0,05	0,09	0,08
3	0,05	0,06	0,07	0,09
4	0,03	0,07	0,08	0,08
5	0,05	0,07	0,07	0,09
6	0,03	0,06	0,08	0,10
7	0,05	0,06	0,07	0,08
8	0,05	0,07	0,08	0,08
9	0,04	0,07	0,08	0,07
10	0,05	0,06	0,08	0,09
Ort. Kalınlık	43	21	34	42
Std. Sapma	8,2	1,1	1,2	1,2

EK 2 \_\_\_\_a) PA 6,6 Polimerinden Elde Edilen Yüzeylerin SEM görüntüleri



 $\frac{1}{3} \frac{1}{3} \frac{1}{20000 \times 4.0} = \frac{1}{2000 \times 4.0} \frac{$ 



Şekil 2: PA 5.06+PP taşıyıcı yüzey SEM görüntüsü (40.000x)



Şekil 3: PA 10.06+PP taşıyıcı yüzey SEM görüntüsü (20.000x)





 
 3/20/2014
 mag □ 5:11:37 PM
 soc HV
 pressure 70 Pa
 det LFD
 WD
 HFV
 5 ymn

 Sekil 5: PA
 15:06+PP taşıyıcı yüzey SEM görüntüsü (20.000x)



 $\mathbf{Sekil} \mathbf{6}$ : PA 15.06+PP taşıyıcı yüzey SEM görüntüsü (40.000x)





 $\frac{320/2014}{4:28:42 \text{ PM}} \xrightarrow{\text{mag}}{10000 \text{ x}} \frac{\text{soft}}{2.5} \frac{\text{mV}}{5.00 \text{ kV}} \xrightarrow{\text{pressure}}{\text{def}} \frac{\text{def}}{10.4 \text{ µm}} \xrightarrow{\text{HV}} \xrightarrow{\text{L}} \frac{2 \text{ µm}}{\text{N.K.UNABELTEM}}$ **Şekil 8:** PA 5.02+PP taşıyıcı yüzey SEM görüntüsü (40.000x)



 Sekil 9: PA 5.1+PP taşıyıcı yüzey SEM görüntüsü (20.000x)



**Şekil 10:** PA 5.1+ PP taşıyıcı yüzey SEM görüntüsü (40.000x)



Şekil 11: PA 5.06+Alüminyum taşıyıcı yüzey SEM görüntüsü (20.000x)



**3** 3/20/2014 mag □ sock HV pressure det WD HFW  $2 \mu m$  N.K.U.NABILTEM **\$ekil 12:** PA 5.06+Alüminyum folyo taşıyıcı yüzey SEM görüntüsü (40.000x)

b) PVA Polimerinden Elde Edilen Yüzeylerin SEM görüntüleri



**Şekil 1:** PVA 5.06+ PP taşıyıcı yüzey SEM görüntüsü (20.000x)



Şekil 2: PVA 5.06+ PP taşıyıcı yüzey SEM görüntüsü (40.000x)



 $\frac{3}{8} \frac{3}{5:06:37 \text{ PM}} \frac{3}{2000 \text{ x}} \frac{1}{2.5} \frac{1}{5:00 \text{ W}} \frac{1}{70 \text{ PB}} \frac{1}{\text{ LFD}} \frac{1}{7.8 \text{ mm}} \frac{1}{20.7 \text{ µm}} \frac{1}{\text{ N.K.U.NABILTEM}}$ **Şekil 3:** PVA 10.06+ PP taşıyıcı yüzey SEM görüntüsü (20.000x)





Şekil 5: PVA 15.06+PP taşıyıcı yüzey SEM görüntüsü (20.000x)



Şekil 6: PVA 15.06+PP taşıyıcı yüzey SEM görüntüsü (40.000x)



Şekil 7: PVA 5.02+PP taşıyıcı yüzey SEM görüntüsü (20.000x)



**Şekil 8:** PVA 5.02+PP taşıyıcı yüzey SEM görüntüsü (40.000x)



 3/20/2014
 mag □ spot
 wv
 ressure
 det
 V0
 HW
 5 µm

 43:3:00 PM
 20:000 x
 2.5
 5:00 kV
 70 Pa
 LED
 8.3 mm
 20.7 µm
 N.K.U.MABILTEM

 Şekil 9: PVA
 5.1+PP taşıyıcı yüzey SEM görüntüsü (20.000x)



 3/20/2014
 mag □
 spot
 HV
 pressure
 det
 WD
 HFW
 2 µm

 4/34-17 PM
 400000 x
 2.5
 5.00 kV
 70 Pa
 LFD
 6.3 mm
 J0.4 µm
 N.K.U.HABILTEM

 Şekil 10: PVA
 5.1+ PP taşıyıcı yüzey SEM görüntüsü (40.000x)



Şekil 11: PVA 5.06+Alüminyum taşıyıcı yüzey SEM görüntüsü (20.000x)



Şekil 12: PVA 5.06+Alüminyum taşıyıcı yüzey SEM görüntüsü (40.000x)

# EK 3

**Tablo 1:** Polipropilen yüzeyin hava geçirgenlik değeri

Nonwoven yüzeyler	Hava geçirgenlik değeri(mm/sn)
1.PP yüzey	5350
2.PP yüzey	5348
3.PP yüzey	5369
4.PP yüzey	5380
5.PP yüzey	5358

**Tablo 2:** PA 6,6 0,2 ml/h besleme hızı, çalışma süresinin hava geçirgenliğine etkisini kıyaslama

Yüzeyler	Hava geçirgenlik değeri (mm/sn)
PA 6,6 5.02	62,3
PA 6,6 10.02	40,3
PA 6,6 15.02	38,8

**Tablo 3:** PA 6,6 0,6 ml/h besleme hızı, çalışma süresinin hava geçirgenliğine etkisini kıyaslama

Yüzeyler	Hava geçirgenlik değeri
	(mm/sn)
PA 6,6 5.06	53,5
PA 6,6 10.06	37,8
PA 6,6 15.06	26,3

Tablo 4: PA 6,6 1 ml/h besleme hızı, çalışma süresinin hava geçirgenliğine etkisini kıyaslama

Yüzeyler	Hava geçirgenlik değeri
	(mm/sn)
PA 6,6 5.1	20,8
PA 6,6 10.1	13,7
PA 6,6 15.1	12,6

Yüzeyler	Hava geçirgenlik değeri	
	(mm/sn)	
PVA 5.02	32,8	
PVA 10.02	17,3	
PVA 15.02	14,4	

Tablo 5: PVA 0,2 ml/h besleme hızı, çalışma süresinin hava geçirgenliğine etkisini kıyaslama

**Tablo 6:** PVA 0,6 ml/h besleme huzu, çalışma süresinin hava geçirgenliğine etkisini kıyaslama

Yüzeyler	Hava geçirgenlik değeri
	(mm/sn)
PVA 5.06	27,3
PVA 10.06	15,3
PVA 15.06	11,8

Tablo 7: PVA 1 ml/h besleme hızı, çalışma süresinin hava geçirgenliğine etkisini kıyaslama

Yüzeyler	Hava geçirgenlik değeri
	(mm/sn)
PVA 5.1	20,3
PVA 10.1	12,1
PVA 15.1	9,6

Tablo 8: PVA 10.0,6 kompozit yapıların hava geçirgenliği

Yüzey Yapıları	Hava geçirgenliği (mm/sn)	Ortalama Değer (mm/sn)
	17,0	15,3
	16,4	-
	12,5	-
	23	17,6
	17	-
	13	-
	12,4	11,5
	11,5	-
	10,8	-

Yüzey Yapıları	Hava geçirgenliği (mm/sn)	Ortalama Değer (mm/sn)
	38,2	37,8
	38,6	-
	36,7	
	42,7	47,9
	60,3	
	40,8	
1	25	33,3
	40	
	35	

Tablo 9: PA 6,6 10.0,6 kompozit yapıların hava geçirgenliği

# ÖZGEÇMİŞ

1990 yılında Sakarya'da doğdu. Lise eğitimini Fatih Ahmet Rasim Süper Lisesi'nde tamamladı. 2008 yılında Namık Kemal Üniversitesi Tekstil Mühendisliği Lisans Bölümüne girdi. 2011 güz döneminde Erasmus programı ile Polonya Lodz University of Technology de bir dönem eğitim gördü. 2011 yılında Namık Kemal Üniversitesi Tekstil Mühendisliği'nden bölüm birincisi olarak mezun oldu. Aynı yıl çalışma hayatına Denge Kimya' da başladı. 2012 yılında Namık Kemal Üniversitesi Tekstil Mühendisliği Bölümü'nde yüksek öğrenimine başladı. Halen Denge Kimya'da Kurumsal Pazarlama Sorumlusu görevinde çalışmaya devam etmektedir.