

Nanokil Katkılı PVA/Kitosan Nanolif Sentezi ve Karakterizasyonu

Şengül Çiftci^{1,*}, Selda Özek¹, Sennur Alay Aksoy², Kasım Aksoy³, Fethiye Göde⁴

¹Süleyman Demirel Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Isparta

²Süleyman Demirel Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Tekstil Mühendisliği Bölümü, Isparta

³Süleyman Demirel Üniversitesi, Teknik Bilimler Meslek Yüksek Okulu, Biyomedikal Cihaz Teknolojileri Program, Isparta

⁴Süleyman Demirel Üniversitesi, Fen-Edebiyat Fakültesi, Kimya Bölümü, Isparta

*Yazışılan yazar e-posta: sengulciftci77@hotmail.com

Alınış: 12 Ocak 2015, Kabul: 6 Mayıs 2015

Özet: Yapılan çalışmada, doğal bir polimer olan kitosan polimeri ile polivinil alkol (PVA) polimeri kullanılarak elektrostatik lif çekim (elektrospinning) yöntemi ile nananolif eldesi gerçekleştirilmiştir. Çapraz bağlayıcı olarak çözeltiye glutraldehit (GA) ilave edilmiştir. Çekilen nanoliflerin arasına nanokil konularak PVA/Kitosan nanolif-nanokil yüzey elde edilmiştir. Elde edilen nanokil katkılı PVA/Kitosan nanolif yüzeyin taramalı elektron mikroskobu (SEM) görüntüleri alınarak lif morfolojisi ve lif boyutları incelenmiş ve lif çaplarının 110-140 nm arasında olduğu görülmüştür. FT-IR analizleri ile elde edilen yüzeyin yapısındaki fonksiyonel gruplar incelenmiş, çapraz bağların olduğu gözlenmiştir. TGA (termal gravimetrik analiz) yöntemi kullanılarak sıcaklık değişimi ile numunedeki ağırlık kaybı incelenmiş ve iki aşamalı bozunmanın gerçekleştiği görülmüştür.

Anahtar kelimeler: Nanolif, PVA, kitosan, elektrostatik lif çekim, nanokil

Synthesis and Characterization of PVA/Chitosan Nanofiber Added Nanoclay

Abstract: In this study, nanofibers have been prepared through the electrospinning method in which chitosan- a natural polymer- and polyvinyl alcohol (PVA) polymers were used. Glutaraldehyde (GA) was added into the solution as cross-linker. A certain amount of nanoclay was added between the layers of the electrospun nanofibers to obtain PVA/Chitosan nanofiber and nanoclay layer. After that, the fiber morphology and fiber dimensions of the PVA/Chitosan nanofiber and nanoclay were examined by scanning electron microscope (SEM). As a result, it was determined that the diameter of the fiber was between 110 and 140 nm. By FT-IR analysis, the functional groups in the structure of the nanofiber-nanoclay layer and whether the cross-linkers formed were examined. Finally, the change of temperature and the weight loss in the sample were examined through TGA (thermal gravimetric analysis) and it was observed that two-stage degradation occurred.

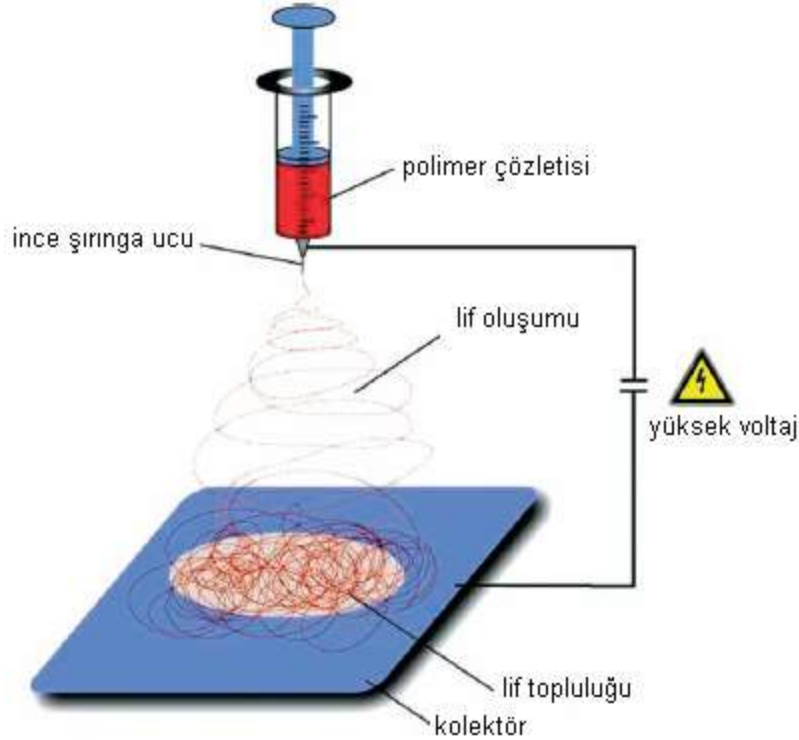
Key words : Nanofiber, PVA, chitosan, electrospinning, nanoclay

1.Giriş

Yüzyılın teknolojisi olarak kabul edilen nanoteknoloji, maddenin atom seviyesinde işlenmesiyle daha gelişmiş materyal, araç ve sistemler geliştirmek olarak tanımlanmaktadır [1]. Nano, herhangi bir fiziksel büyüklüğün milyarda biri anlamında olup, uzunluk olarak bakıldığında yaklaşık 10^{-100} atomluk sistemlere (10^{-9} metre) karşılık gelmektedir [2]. Nano boyutlu malzemelerin, makro boyutlu hallerine göre toplam hacim açısından çok daha yüksek yüzey alanına sahip oldukları tespit edilmiştir [3]. Son yıllarda, tekstil alanında nano boyutlu lif (nanolif) üretimi hakkında gerçekleştirilen çalışmalarda önemli derecede bir artış söz konusudur [4].

Nanoliflerin üretiminde fibrilasyon, eriterek serme (melt blowing), bikomponent ve elektrostatik lif çekim (electrospinning) teknikleri kullanılmaktadır. Bu tekniklerin içinde en güvenilir olan yöntem, elektrostatik lif çekim yöntemidir [3].

Elektrostatik lif çekim yöntemi polimerlerden nano-ölçekli liflerin tek basamaklı işlemle elde edilmesidir. Proses; çekilecek olan polimer çözeltisi ya da eriği ile doldurulmuş şırınga ucuna bağlanmış iğneye (elektrot) yüksek voltaj (5-50 kV) uygulanarak, elektrostatik kuvvetler altında nanoliflerin üretimi olarak özetlenebilir. Şırınga pompası istenilen hızda polimer çözeltisini besleyebilmektedir. İğne ucundan çıkan polimer damlacığı, elektrik alanda uygulanan yüksek voltaj sayesinde koni oluşturarak karşı elektroda doğru hareket eder. Bu hareket sırasında çözücü buharlaşır ya da eriyik katı hale geçer. Sonuç olarak yüklü, katı lifler oluşur. Lifler, karşı elektrot (toplayıcı elektrot) veya bu elektrot üstüne yerleştirilmiş olan bir materyal üzerinde toplanır. Bu sayede çapları 5 nm'den başlayan lifler elde edilmiş olur [5]. Şekil 1'de elektrostatik lif çekim düzeneği şematik olarak gösterilmiştir.



Şekil 1. Geleneksel Elektrostatik lif Çekim Düzeneği [5]

Polivinil alkol (PVA) suda çözünürlüğü, hidrofil yapısı, biyo uyumluluğu, kimyasal dayanımı, doğal yapışkanlığı ve hidroksil gruplarının kolay modifikasyonu gibi avantajlarından dolayı elektrostatik lif üretiminde yaygın kullanılan bir polimerdir [6]. Kitosan ise, yengeç ve karides gibi kabuklu deniz ürünlerinin dış iskeletlerinde, kelebeklerin kanatlarında, mantarların hücre duvarlarında vb. bulunan doğal bir polisakkarit olan kitinden kısmi deasetilasyon yoluyla elde edilen, reaktif fonksiyonel amino gruplarına sahip; kimyasal yapı olarak selüloza benzeyen ve doğada selülozdan sonra en sık rastlanan biyopolimerdir [7].

PVA'nın nanolif morfolojisinde, Koski ve arkadaşları (2004) molekül ağırlığının etkilerini araştırırken, Son ve arkadaşları (2005) pH'n etkilerini, Zhang ve arkadaşları (2005) ile Supaphol ve Chuangchote (2008) volta akış hızı, iğne-ucu ve toplayıcı arasındaki mesafe ve çözelti parametrelerinin etkilerini araştırmışlardır [8, 9, 10, 11]. Paipitak ve arkadaşları (2010) PVA/Kitosan nanoliflerin karakterizasyonunu incelerken, Wang ve arkadaşları (2014) PVA-kitosan poimerleri ile beraber bentonit kullanarak elde ettikleri nanokompozitlerin Hg(II) adsorpsiyonunu incelemiştir [12, 13]. Başka bir çalışmada elektrostatik lif çekim yöntemi kullanarak elde edilen kitosan nanoliflerle Cu(II), Pb(II) adsorpsiyonu gerçekleştirilmiştir [14].

Costa-Júnior ve arkadaşları (2009) PVA/Kitosan çözeltisinin glutraldehit ile çapraz bağlanmasını incelerken [15] Hu ve arkadaşları PVA- kitosan karışımında çapraz bağlayıcı olarak GA kullanmış ve elde ettikleri nanokompozitlerin florasan filmlere etkilerini incelemiştir [16].

Bentonit içerikli kil minerallerinin endüstride kullanım alanları oldukça geniştir [17]. Tabakalı yapıları, zengin iç kimyası ve ucuz bulunmalarından dolayı kil mineralleri, polimerlerin nano parçacıklar kullanılarak güçlendirilmesiyle, ucuz, hafif ve yüksek performanslı nanokompozit üretimi alanında umut vermektedirler [18]. Nanokilin reaktif boyaları adsorplama özelliğinin incelendiği [19] çalışmaların yanında, modifiye edilmiş ve edilmemiş bentonit kili ile Cr(VI) adsorpsiyonunu kinetik açıdan araştırıldığı [20] çalışmalar da bulunmaktadır.

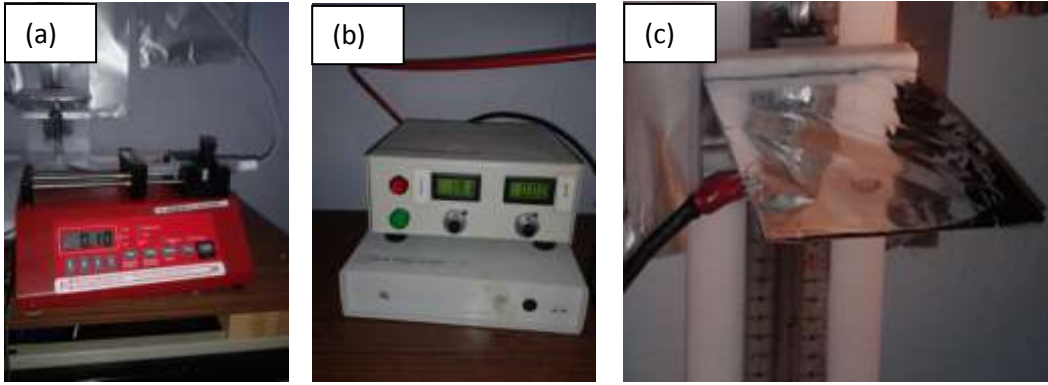
Bu çalışmada, elektrostatik lif çekim yöntemi ile elde edilen PVA/Kitosan nanoliflere nanokil katılarak nanokil katkılı PVA/Kitosan nanolifler üretilmiştir. Elde edilen nanokil katkılı PVA/Kitosan nanoliflerin suda çözünmemesi için çapraz bağlayıcı olarak glutraldehit (GA) kullanılmıştır. Üretilen nanokil katkılı PVA/Kitosan nanoliflerin SEM, TGA ve FT-IR ile karakterizasyonları yapılmıştır. Elde edilen nanokil katkılı nanoliflerin atık sulardan ağır metal adsorpsiyon çalışmalarında adsorban olarak kullanılabilirliği araştırılacaktır.

2. Materyal Ve Metod

2.1. Nanolif sentezi

Çalışmada nanolif sentezi SDÜ Tekstil mühendisliği nanoteknoloji laboratuvarında bulunan elektrostatik lif çekim cihazı kullanılarak yapılmıştır. Kullanılan cihaz üç kısımdan oluşmaktadır. Birinci kısım, besleme ünitesi (Şırınga pompası) olup, çözelti konsantrasyonunu çekim sistemine kontrollü şekilde sevk etmek için kullanılmaktadır

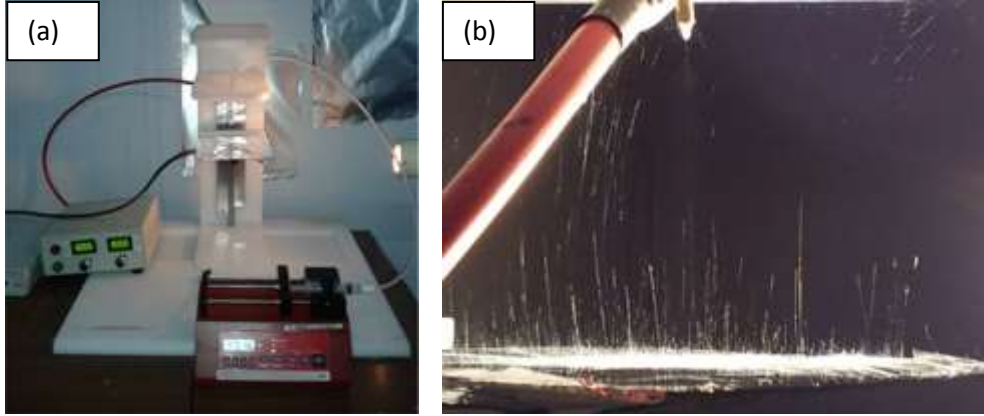
(Newera Ne-300 marka şırınga pompası) (Şekil 2a). İkinci kısım olan güç kaynağı, nanolif eldesi için gereken yüksek voltajı sağlamak amacıyla kullanılmakta olup, çalışmada MATSUSADA AU30-DC marka yüksek voltaj güç kaynağı kullanılmıştır. Kullanılan güç kaynağı maksimum 30 kV'a kadar alternatif akım uygulayabilmektedir. (Şekil 2b). Üçüncü kısım ise toplayıcı plakadır. Toplayıcı olarak alüminyum plaka kullanılmıştır. Alüminyum plakanın üzeri alüminyum folyo ile kaplanarak nanoliflerin bu yüzey üzerinde toplanması sağlanmıştır (Şekil 2c).



Şekil 2. (a) besleme ünitesi, (b) güç kaynağı, (c) toplayıcı plaka

Yapılan çalışmada nanolif üretimi için, kitosan, PVA, asetik asit ve glutraldehit kimyasalları kullanılmıştır. Yapılan literatür araştırmaları doğrultusunda [12] ilk etapta, kitosan polimerini çözmek amacıyla %2'lik asetik asit çözeltisi hazırlanmıştır. Hazırlanan çözelti ile % 3'lük kitosan polimer çözeltisi elde edilmiştir. Diğer taraftan, saf suda % 20'lik PVA çözeltisi hazırlanmıştır. (PVA için molekül ağırlığı 85.000-124.000 g/mol) Literatürde belirtildiği şekilde hazırlanan PVA ve kitosan çözeltileri 80:20 oranında karıştırılmıştır [12]. Sonraki adsorpsiyon çalışmalarında kullanılması düşüncesi ile PVA'nın suda çözünmesini engellemek için çapraz bağlayıcı olarak glutraldehit kullanılmıştır. Bu amaçla hazırlanan çözeltiye, % 0,02'lik olacak şekilde glutraldehit ilave edilerek 2 saat karıştırılmış ve köpüklerin sönmesi için 3 gün dinlendirilmiştir [21]. Polimer çözeltisi lif çekimine hazır hale getirilmiştir.

Hazırlanan polimer çözeltisi ile nanolif çekimini gerçekleştirmek amacıyla, çözelti şırınganın içine çekilmiş, şırınga besleme ünitesine yerleştirilmiştir. Plastik serum hortumu vasıtası ile elektrostatik lif çekim alanına yönlendirilmiştir. Şırınga pompasından gelen hortumun ucu, metal yuvaya oturtulup sabitlenmiştir. Yüksek güç kaynağının bu metal yuvaya bağlanması ile elektrostatik lif çekim işleminin gerçekleşmesini sağlayan elektrik alan elde edilmiştir. Nanoliflerin toplayıcı plakalar üzerine toplanması sağlanmıştır. Literatür araştırması [22] doğrultusunda yapılan bir çok denemeler sonucunda nanolif çekimi için elektrostatik lif çekim cihazında optimum voltaj 18,00 kV, besleme hızı 0.2 mL/saat ve elektrotlar arası mesafe 10 cm olarak belirlenmiş ve çalışmalar bu şartlarda gerçekleştirilmiştir. Şekil 3a'da kullanılan elektrostatik lif çekim cihazı, Şekil 3b'de ise lif oluşumu görülmektedir.



Şekil 3. Elektrostatik lif çekim cihazı ve elde edilen nanolifler (Voltaj 18,00 kV, besleme hızı 0,2 mL/saat, elektrotlar arası mesafe 10 cm)

Nanokil katkılı PVA/kitosan kompozit lif üretiminde, polimer çözelti içerisine nanokil ilavesi durumunda nanolif üretim verimliliğinin çok düşük olduğu tespit edilmiştir. Bu nedenle üretilen nano lif tabakaları arasına nano kil serpilerek nanokil katkılı PVA/kitosan nanolif üretimi gerçekleştirilmiştir. Bu üretimde, 6 saat boyunca nanolif üretimi gerçekleştirilmiş ve yapının birinci tabakası tamamlanmıştır. Bu tabaka üzerine 1 gram nanokil serpilmiş ve ardından üçüncü tabaka olarak tekrar 6 saat nanolif üretimi yapılmıştır.

İstenilen parametrelerde yüzey oluşumu tamamlandıktan sonra, alüminyum folyolar toplayıcı plaka üzerinden alınarak yapının aydınlatılmasında kullanılmak üzere muhafaza edilmişlerdir. Toplanan nanokil katkılı PVA/kitosan nanoliflerin SEM, TGA ve FT-IR analizleri yapılmıştır.

2.2. Karakterizasyon

Yapılan çalışmada, TGA analizleri SDÜ Fen Edebiyat Fakültesi Kimya Bölümü'nde mevcut cihazda (TGA, Perkin Elmer Diamond TG/DTA) azot gazı altında gerçekleştirilmiştir. Analizler 25°C - 900°C sıcaklık aralığında yapılmıştır.

FT-IR analizleri Perkin Elmer Spectrum BX cihazında KBr pellet yöntemiyle gerçekleştirilmiştir. FT-IR analizleri SDÜ Fen-Edebiyat Fakültesi Kimya Bölümü Anorganik Kimya Anabilim Araştırma Laboratuvarında gerçekleştirilmiştir.

Üretilen nanokil katkılı PVA/kitosan nanoliflerin morfolojik özelliklerinin belirlenebilmesi için taramalı elektron mikroskobu (SEM) kullanılmıştır. SEM çalışmaları Selçuk Üniversitesi İleri Teknoloji Araştırma ve Uygulama Merkezi'nde Zeiss EVO Ls10 marka taramalı elektron mikroskobunda gerçekleştirilmiştir.

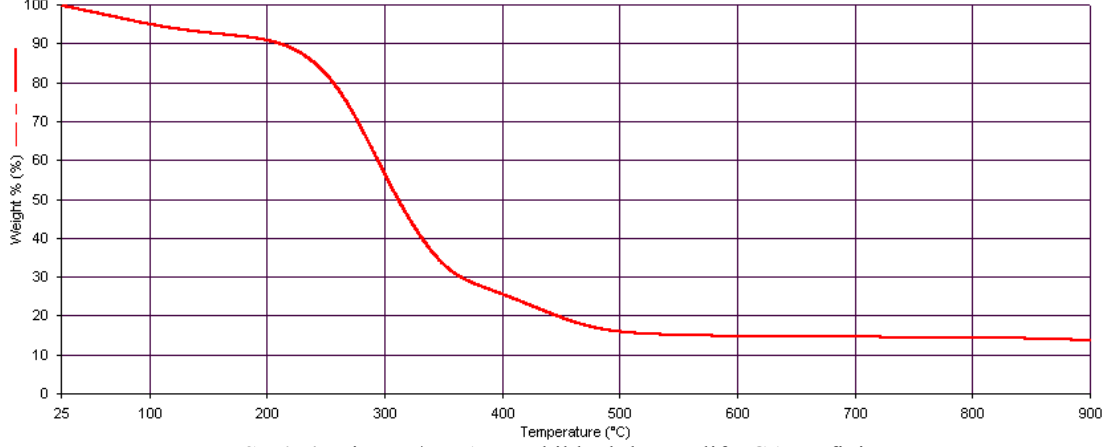
3. Bulgular

3.1. TGA Analizi

Termal gravimetrik analiz, sıcaklık doğrusal olarak artırıldığında analiz yapılan maddenin ağırlık kaybını ölçmektedir. Yöntem, numunenin ağırlık kaybına uğradığı sıcaklığı saptar. Bu kayıp örneğin bozunduğunu ya da buharlaştığını gösterir. Ayrıca

ağırlık kaybının olmadığı sıcaklığı da gösterir. Bu da materyalin ısı kararlılık durumunu ifade eder [23].

Şekil 4'te Termal Gravimetrik Analiz (TGA) yöntemi ile 25 °C - 900 °C sıcaklık aralığında elde edilen sıcaklığa bağlı % kütle değişim grafiği görülmektedir.

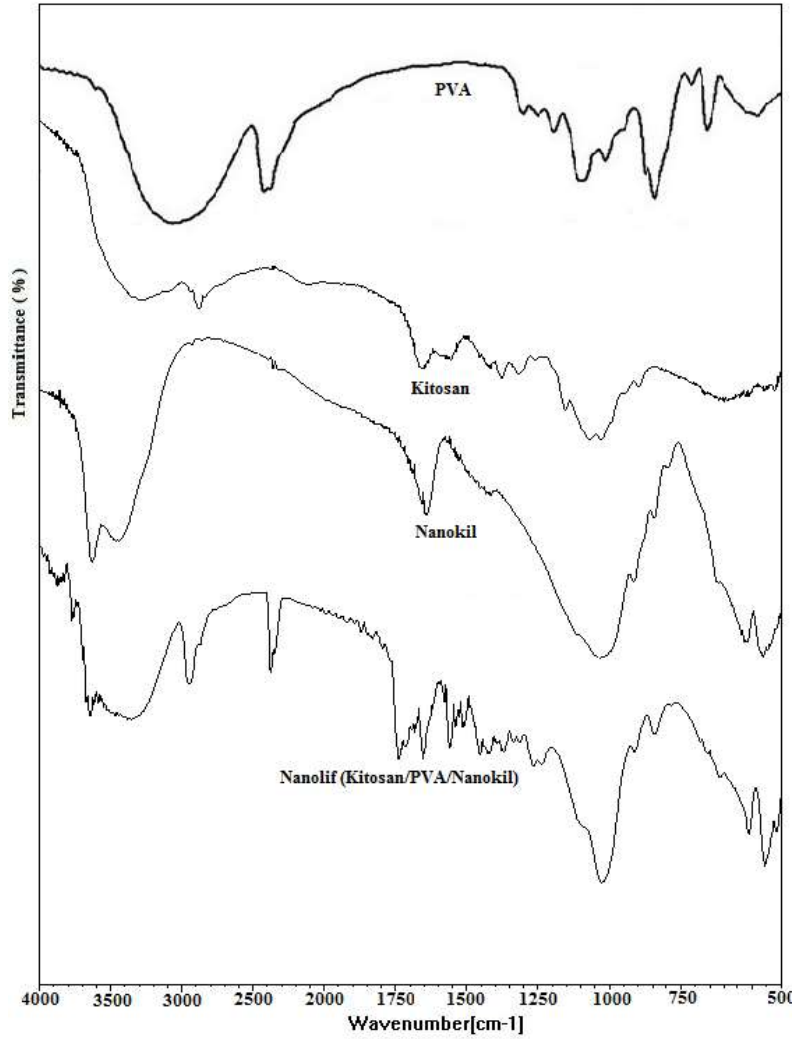


Şekil 4. Kitosan/ PVA nanokil katkı nanolif TGA grafiği

Nanokil katkıli PVA/Kitosan nanoliflerin, 25°C- 900°C sıcaklık aralığında elde edilen sıcaklığa bağlı % kütle değişim grafiğinde 2 adımda bozunma görülmektedir. İlk aşamada yapıdan %10'luk kütle kaybının nem kaybindan kaynaklandığı düşünülecek olursa, yaklaşık 210°C-500°C aralığında gerçekleşen %75'lik kütle kaybının ise yapının zincirlerinde meydana gelen bozunmadan kaynaklandığı düşünülmektedir. Karaçay ve arkadaşları PVA'nın TGA yorumunda ilk aşamada meydana gelen kütle kaybının su kaybı olduğunu, ikinci aşamadaki kaybın ise pirojenik ayrışma ve moleküler zincirlerinin ablasyonuna karşılık geldiğini düşünmüştür [24]. Bunun yanında Turhan ve arkadaşları PVA ve bentonit ile yaptıkları çalışmada, farklı kütle yüzdelerinde bentonit kullanarak yapıda bulunan bentonitin yapıya dayanıklılık kattığını tespit etmişlerdir [25].

3.2. FT-IR Analizi

Nanokil katkıli PVA/Kitosan nanoliflerin kimyasal yapıları, bileşimlerindeki fonksiyonel grupların varlığı gibi değişimler FT-IR spektroskopisinde incelenmiş ve pik şiddetleri yorumlanmıştır. PVA, kitosan ve nanokilin ayrı ayrı FT-IR analizleri ile nanokil katkıli PVA/Kitosan nanoliflerin FT-IR analizleri birleştirilerek Şekil 5'te verilmiş, materyallere ait karakteristik pikler Tablo 1'de özetlenmiştir.



Şekil 5. PVA, kitosan, nanokil ve Kitosan/ PVA nanokil katkıli nanolifin FT-IR analiz grafiği

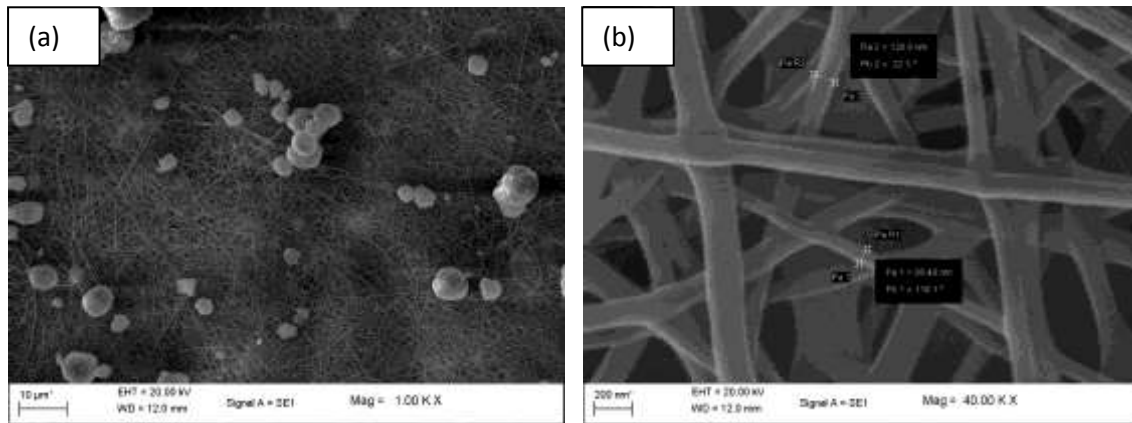
Tablo 1. PVA, kitosan polimerlerine ve nanokile (hidrofilikbentonite) ait karakteristik pikler ve dalga boyu aralıkları

| Polimerler | Karakteristik Pikler | |
|-------------------------------|----------------------------|---|
| Polivinil Alkol (PVA) | 3040,35 cm^{-1} | OH gerilmesi (Alkol) |
| | 2941,44 cm^{-1} | Alifatik CH gerilme |
| | 1095.56 cm^{-1} | Alifatik CO gerilme |
| Nanokil (hidrofilik bentonit) | 3452 cm^{-1} | OH gerilmesi |
| | 1638 cm^{-1} | Si-O-Si bağının titreşim bandı germe |
| | 525 cm^{-1} | Si-O-Al tetrahedral eğilme |
| | 450 cm^{-1} | Si-O-Si tetrahedral eğilme |
| Kitosan | 3450-3448 cm^{-1} | OH gerilmesi (Alkol) |
| | 3295-3295 cm^{-1} | N – H gerilmesi (2 ^o ikincil amit) |
| | 2926-2626 cm^{-1} | CH ₂ 'nin Asimetrik eğilme |
| | 2870-2874 cm^{-1} | CH ₂ 'nin Simetrik eğilme |
| | 1660-1661 cm^{-1} | Amit N-H eğilmesi |

Şekil 5'te verilen polivinil alkolün FT-IR spektrumuna bakıldığında 3040 cm^{-1} görülen geniş pik -OH (hidroksil grubu) ve hidrojen bağlarına ait piklerdir. Nanolifin FT-IR spektrumunda 1736 cm^{-1} dalga boyunda oluşan yeni bir tepe nanolifin yapısında yer alan polivinil alkolün hidroksil grupları ile çapraz bağlayıcı olan gluteraldehitin, aldehit grupları ile birleşmesinden meydana gelen asetal bağları oluşumunu göstermektedir. Tüm bu bilgiler nanolifin yapısındaki PVA yapısını kanıtlamaktadır. Nanokile ait FT-IR spektrumuna bakıldığında, 1638 cm^{-1} ve 525 cm^{-1} görülen pikler sırasıyla nanokilin karakteristik pikleri olan Si-O-Si bağının germe ve Si-O-Al bağının tetrahedral eğilme piklerine aittir. Nanolifin FT-IR spektrumuna bakıldığında bu pikler sırasıyla 1640 cm^{-1} ve 520 cm^{-1} dalga boylarında gözükülmektedirler. Bu da bize nanolifin yapısında nanokilin varlığını kanıtlamaktadır. Kitosana ait FT-IR spektrumuna bakıldığında, $3448\text{-}3450\text{ cm}^{-1}$ dalga boyundaki geniş pik kitosanın karakteristik piki olan -OH grubuna, $1660\text{-}1661\text{ cm}^{-1}$ dalga boyundaki pik amit N-H eğilmesine pikine, 2926 cm^{-1} dalga boyundaki pik ise yine kitosanın karakteristik piki olan CH_2 'nin asimetrik eğilme pikine aittir. Kompozit nanolifli yapıya ait spektruma bakıldığında, bu karakteristik pikler sırasıyla 3450 cm^{-1} dalga boyunda alkol, 1662 cm^{-1} dalga boyundaki amit N-H eğilmesi ve 2926 cm^{-1} dalga boyunda CH_2 'nin asimetrik eğilme piki olarak ortaya çıkmaktadır. Tüm bu bilgiler ışığında nanolifin yapısında kitosan, PVA ve nanokilin varlığını kanıtlamaktadır.

3.3. SEM Analizi

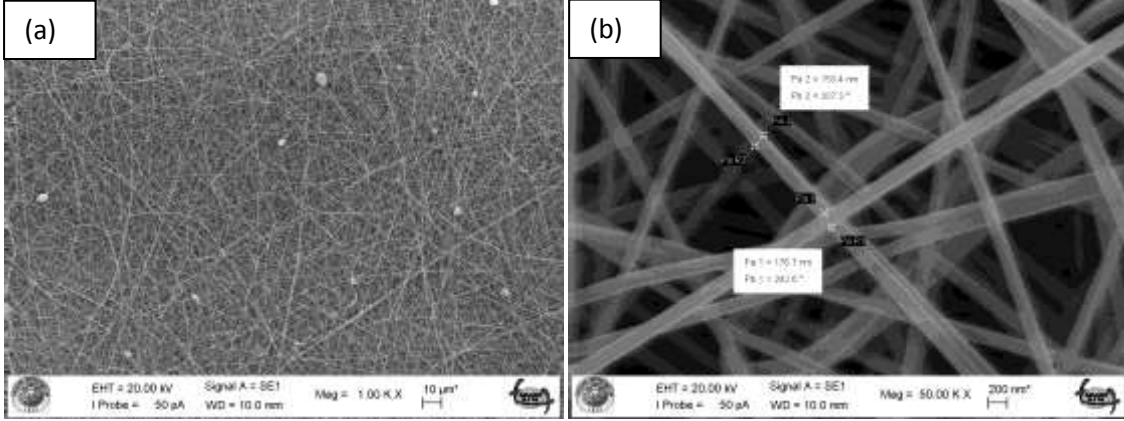
Üretilen nanokil katkılı kitosan-PVA-nanolif yüzeylerin SEM görüntüleri Şekil 6a ve 6b'de verilmiştir. Nanokilin kitosan/PVA nanolifler arasına serpilmesi sonucu nanoliflerin morfolojinde herhangi bir değişim olmadığı ve yapının bozulmadığı görülmektedir. Öte yandan üretilen PVA/kitosan nanoliflerin lif çaplarının 90 nm ile 130 nm arasında değiştiği tespit edilmiştir. Kil partiküllerinin lif yapı içinde oldukça homojen dağıldığı da SEM görüntülerinden görülebilmektedir.



Şekil 7. Üretilen Kitosan/PVA -Nanokil kompozit nanolifli yüzeye ait SEM Görüntüsü (voltaj $18,00\text{ kV}$, besleme hızı $0,2\text{ mL/saat}$ ve elektrotlar arası mesafe 10 cm)

Çalışmada üretilen nanolifli ve kil katkılı yapının su içerisindeki ağır metal iyonlarının adsorpsiyonu için kullanımı planlanmakta olup üretilen yapının su içinde bütünlüğünü koruması ve çözünmemesi önem arz etmektedir. Bu nedenle PVA polimeri içeren lifli yapının sudaki çözünürlüğünü önlemek için lif üretimi öncesi polimer çözelti içerisine

GA çapraz bağlayıcısı ilave edilerek üretim gerçekleştirilen PVA/kitosan nanoliflere ait SEM görüntüleri Şekil 7’de verilmiştir. FT-IR analizi bölümünde yapıya ilave edilen GA’ın çapraz bağlamayı gerçekleştirdiği tespit edilmiş olup bu bölümde lif morfolojisi incelenmiştir. Çapraz bağlanma sonrasında yüzeyin lifli yapısını kaybetmediği ve nanolifler morfolojisinde herhangi bir değişimini gerçekleştirmediği hatta daha üniform lif yapısı elde edilebildiği görülmektedir. Ayrıca çapraz bağlama işleminin lif çapları üzerinde olumsuz bir etkisi olmamıştır. Yaklaşık 130 nm çaplarında lifler oluştuğu görülmüştür.



Şekil 7. Kitosan/PVA polimer çözeltisine GA ilavesi elde edilen nanokil katkılı yüzeye ait SEM görüntüsü (voltaj 18,00 kV, besleme hızı 0.2 mL/saat ve elektrotlar arası mesafe 10 cm)

4. Tartışma Ve Sonuç

Yapılan çalışma sonucunda nanokil katkılı kitosan/PVA nanolifler üretilmiş ve elde edilen liflerin yapısı SEM, TGA ve FT-IR karakterizasyon yöntemleri kullanılarak aydınlatılmıştır. Nanokil katkılı kitosan/PVA nanoliflerin TGA sonuçlarına bakıldığında, lif yapısının ısı etkisinde 2 adımda bozunma gösterdiği, toplam kütle kaybının %85 olduğu ve yaklaşık %15’lik kısmının bu sıcaklık aralığında bozunmadan kaldığı görülmüştür.

Nanokil katkılı kitosan/PVA nanoliflerin FT-IR analizi sonuçlarına göre, yapıda PVA, kitosan ve nanokil materyallerinin varlığı tespit edilmiş, ayrıca GA ile çapraz bağlanmanın gerçekleştiği, glutraldehitin aldehit grupları ile birleşmesinden meydana gelen asetal bağları oluşumundan görülmüştür.

Kil partikülleri serpilmiş nanolif yüzeye ait SEM görüntüleri incelendiğinde nanokilin yüzeyde oldukça homojen bir dağılım gösterdiği ve çapraz bağlayıcı olarak GA ile ilave edildiği durumda da yaklaşık 130 nm çaplı nano lif üretildiği ve GA ile çapraz bağlanmanın lif morfolojisinde olumsuz yönde bir etkisi olmadığı gözlenmiştir.

Elektrostatik lif çekim yöntemi kullanılarak elde edilen nanokil katkılı PVA/kitosan nanolif yüzeylerin adsorpsiyon çalışmalarında adsorban olarak kullanılabileceği düşünülmektedir. Bu doğrultuda yapılan bu çalışma bir ön çalışma mahiyetindedir.

5. Teşekkür ve Bilgi

Bu çalışma 7. Ulusal Analitik Kimya Kongresinde 4 Eylül 2014 tarihinde poster olarak sunulmuştur. 3752-YL1-13 numaralı proje ile çalışmayı destekleyen SDÜ Bilimsel Araştırma Projeleri Birimine teşekkür ederiz. FT-IR analizlerindeki yardımlarından dolayı Doç. Dr. Bülent Dede'ye teşekkür ederiz.

6. Kaynaklar

- [1] Okutan N., 2013. Elektro yöndürme yöntemi ile elde edilen jelatin nanoliflerinin emülsiyonlarda stabilize edici olarak kullanılması, Yüksek Lisans Tezi, Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul Teknik Üniversitesi, İstanbul, 139 s.
- [2] Kozanoğlu G., 2006. Elektrospinning yöntemi ile nanolif üretim teknolojisi, Yüksek Lisans Tezi, Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul Teknik Üniversitesi, İstanbul, 148 s.
- [3] Erem A.D., Özcan G., 2013. Polimer esaslı nanokompozitler ve tekstil uygulamaları. *TMMOB Tekstil Mühendisleri Odası*, 20, 89.
- [4] Cengiz F., Jirsak O., Dayık M., 2009a. Ortam rutubetinin silindirik elektro lif çekim yöntemi ile nano lif üretimi üzerine etkilerinin incelenmesi. *Tekstil Teknolojileri Elektronik Dergisi*, 3(3): 24-32.
- [5] Doğan G., Başal G., 2009. Elektrolif çekim yöntemine göre elde edilen biyopolimer nanoliflerin ilaç salınım sistemleri yara örtüsü ve doku iskelesi olarak kullanımları, *Tekstil Teknolojileri Elektronik Dergisi* 3, 2: 58-70.
- [6] İkiz Y., 2009. Elektro çekim yöntemi işlem parametrelerinin PVA nanolif morfolojisine etkileri, *Pamukkale Üniversitesi, Mühendislik Bilimleri Dergisi*, Cilt 15, Sayı 3, Sayfa 363-369.
- [7] Bostan K., Aldemir T., Aydın A., 2007. Kitosan ve antimikrobiyal aktivitesi, İstanbul Üniversitesi Veteriner Fakültesi Besin Hijyeni ve Teknolojisi Anabilim Dalı, *İstanbul, Türk Mikrobiyol Cem Dergisi*, 37 (2): 118-127.
- [8] Koski K., Yim K., Shivkumar S. 2004. Effect of molecular weight on fibrous pva produced by electrospinning, *Materials Letters*. 58: 493-497.
- [9] Son W. K., Youk J. H., Lee T. S., Park W. H. 2005. Effect of pH on electrospinning of poly vinyl alcohol, *Materials Letters*., 59: 1571-1575.
- [10] Zhang Y., Huang X., Duan B., Wu L., Li S., Yuan X. 2007. Preparation of electrospun chitosan/poly(vinyl alcohol) membranes, *Colloid Polymer Science*. 285: 855-863.
- [11] Supaphol P., Chuangchote S. 2008. On the electrospinning of poly (vinyl alcohol) nanofiber *Mats: A Revisit*, *J. of Applied Polymer Science*., 108: 969-978.
- [12] Paipitak K., Porpra T., Mongkantalang P., Techtidheare W., Pecharapa W., 2010, Characterization of PVA-chitosan nanofibers prepared by electrospinning, 2nd International Science, Social Science, Engineering and Energy Conference 2010, *Engineering Science and Management, Procedia Engineering* 8: 101-105.
- [13] Wanga X., Yang L., Zhang, J., Wanga C., Li O. 2014. Preparation and characterization of chitosan–poly(vinyl alcohol)/bentonite nanocomposites for adsorption of Hg(II) ions, *Chemical Engineering Journal* 251: 404–412.
- [14] Haider S., Park S.Y. 2009. Preparation of the electrospun chitosan nanofibers and their applications to the adsorption of Cu(II) and Pb(II) ions from an aqueous solution, *Journal of Membrane Science* 328: 90–96.
- [15] Júnior E. S. C., Edel F., Stancioli E. F. B., Mansur A. A. P., Vasconcelos W. L., Mansur H. S. 2009. Preparation and characterization of chitosan/poly(vinyl alcohol) chemically crosslinked blends for biomedical applications *Carbohydrate Polymers* 76: 472–481.
- [16] Hu H., Xin J. H., Hu H., Chan A., He L., 2013. Glutaraldehyde–chitosan and poly (vinyl alcohol) blends, and fluorescence of their nano-silica composite films, *Carbohydrate Polymers* 91: 305–313.
- [17] Toprakezer F., 2009. Nanokompozit sentezinde kullanılacak na-bentonit kilinin saflaştırılması. Yüksek Lisans Tezi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Çukurova Üniversitesi, Adana, 68 s.
- [18] Zeng Q. H., Yu A. B., Lu G. Q., Paul D. R., 2005. Clay-based polymer nanocomposites: *Research and Commercial Development. Journal of Nanosc. Nanotech*, 5 (10).
- [19] Elemen S., 2011. Nanokilin reaktif boyaları adsorplama özelliğinin incelenmesi, Yüksek Lisans Tezi, Fen Bilimleri, Enstitüsü Ege Üniversitesi, İzmir, 69 s.

- [20] Guerra D.J.L., Mello I., Freitas L.R., Resende R., Silva R.A.R. 2014. Equilibrium, thermodynamic, and kinetic of Cr(VI) adsorption using a modified and unmodified bentonite clay, *International Journal of Mining Science and Technology*. 24: 525–535.
- [21] Yu Q., Song Y., Shi X., Xu C., Bin Y., 2011. Preparation and properties of chitosan derivative/poly(vinyl alcohol) blend film crosslinked with glutaraldehyde, *Carbohydrate Polymers* 84: 465–470.
- [22] Jia Y. T., Gong J., Gu X. H., Kim H. Y., Dong J., Shen X. Y., 2007. Fabrication and characterization of poly (vinyl alcohol)/chitosan blend nanowires produced by electrospinning method, *Carbohydrate Polymers* 67: 403–409.
- [23] Kebapçı K., 2012. Kokulu mikrokapsüller, Yüksek Lisans Tezi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Süleyman Demirel Üniversitesi, Isparta, 48 s.
- [24] Karaçay E., Alp E., Cabbar H.C., 2012. Sol-Jel yöntemiyle bor karbür üretimi ve karakterizasyonu, *Gazi Üniversitesi, Mühendislik-Mimarlık Fakültesi Dergisi*, 27(2): 417-428.
- [25] Turhan Y., Alp Z., G., Alkan M., Doğan M., 2013. Preparation and characterization of poly(vinylalcohol)/modified bentonite nanocomposites, *Microporous and Mesoporous Materials* 174: 144–153.

Diğer yazarlar e-posta : seldaozek79@hotmail.com, sennuralay@sdu.edu.tr, kasimaksoy@sdu.edu.tr, fethiyegode@sdu.edu.tr