



---

**Makale / Research Paper**

---

**Elektro-eğirme Yöntemiyle ÇCKNT Takviye Edilerek Güçlendirilmiş  
Naylon-6,6 Nanoelyafların Üretimi ve Karakterizasyonu**

Fırat DURMUŞ<sup>a\*</sup>, Mürsel EKREM<sup>b</sup> ve Gürol ÖNAL<sup>c</sup>

<sup>a\*</sup> Mechanical Engineering Department, Selcuk University, Konya, Turkey, firat\_durmus@yahoo.com

<sup>b</sup> Mechanical Engineering Department, Necmettin Erbakan University, Konya, Turkey, mekrem@konya.edu.tr

<sup>c</sup> Mechanical Engineering Department, Selcuk University, Konya, Turkey, gonal@selcuk.edu.tr

Received/Geliş: 14.04.2017

Revised/Düzeltilme: 25.04.2017

Accepted/Kabul: 25.04.2017

**Özet:** Bu çalışmada ağırlıkça % 1, 3 ve 5 oranlarında çok cidarlı karbon nanotüp (ÇCKNT) takviyeli/takviyesiz naylon-6,6 (N-6,6) nanoelyafların üretimi elektro-eğirme metodu kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Üretilen nanoelyafların N-6,6 ve ÇCKNT ile bir araya gelmesi ile oluşan sistemde meydana gelen kimyasal değişimleri ve etkileşimleri, Termogravimetrik analiz (TGA) ve Fourier Dönüşümlü Kızılötesi Spektroskopisi (FT-IR) analizleri yapılmıştır. Ayrıca ÇCKNT takviyeli/takviyesiz N-6,6 nanoelyafların özelliklerini belirlemek amacıyla taramalı elektron mikroskobu (SEM) görüntüleri de incelenmiştir.

**Anahtar Kelimeler:** Elektro-eğirme, Çok Cidarlı Karbon Nanotüp, Naylon-6,6, Nanoelyaf

---

**Mechanical Properties of MWCNT Reinforced Polyvinyl Alcohol  
Nanofiber Mats by Electrospinnig Method**

**Abstract:** In this study, the production of nylon-6,6 (N-6,6) nanofibers with a ratio of 1, 3 and 5 wt.% multiwalled carbon nanotubes (MWCNT) reinforced / unreinforced was carried out using the electrospinning method. Thermogravimetric analysis (TGA) and Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FT-IR) analyzes were performed on the chemical changes and interactions occurring in the system formed by combining the produced nanofibers with N-6,6 and MWCNT. Scanning electron microscope (SEM) images were also investigated to determine the properties of N-6,6 nanofibers with / without strength MWCNT.

**Keywords:** Electro spun, Multi Wall Carbon Nanotubes, Naylon-6,6, Nanofiber

---

## 1. Giriş

Polimerler makro boyutta oluşmuş moleküler yapılardan meydana gelir. Moleküller kovalent bağlarla birbirine bağlanarak polimer yapısını oluştururlar, yani molekül yapısının sürekli kendisini tekrar etmesi ile oluşmuş yapılardır. Bu yapı, kendisini oluşturan molekülün belirli koşullar altında reaksiyonu sonucunda meydana gelir. Polimerleşme reaksiyonu olarak adlandırılan bu oluşum sırasında, moleküller gerek düz bir zincir, gerekse dallı ve çapraz bağlı yapılar oluşturabilmektedir [1].

Yüksek sertlik, tokluk, aşınma direnci ve ısıl şekil değiştirme sıcaklığı değerlerine göre N-6,6 poliamidler içerisinde en iyisidir. Ayrıca çeşitli fiberler karıştırılarak daha yüksek mekanik özellikte kompozit malzemelerin elde edilmesinde yaygın olarak kullanılmaktadır [2, 3].

*Bu makaleye atıf yapmak için*

Durmuş, F., Ekrem, M., Önal, G., "Elektro-eğirme Yöntemiyle ÇCKNT Takviye Edilerek Güçlendirilmiş Naylon-6,6 Nanoelyafların Üretimi ve Karakterizasyonu" El-Cezeri Fen ve Mühendislik Dergisi 2017, 4(2); 146-155.

*How to cite this article*

Durmuş, F., Ekrem, M., Önal, G., "Mechanical Properties of MWCNT Reinforced Polyvinyl Alcohol Nanofiber Mats by Electrospinnig Method" El-Cezeri Journal of Science and Engineering, 2017, 4(2); 146-155.

N-6,6, etkili dielektrik özellikleri sayesinde, elektrik endüstrisinde, özellikle de izolasyon ve güç iletiminde kullanılmaktadır. Ayrıca, çatlak direnci, hacim ve yüzey direnci gibi üstün özelliklerinden dolayı geniş uygulama alanı bulunmaktadır. N-6,6 üzerine uygulanan kuvvet kaldırıldığında, eğer hidrojen bağları kırılmamışsa malzeme yine eski halini kolaylıkla almaktadır. Bu özelliği polimere esneklik özelliği kazandırmaktadır.

N-6,6, kristalin bölgesinin oranı % 65-85 gibi yüksek olduğu için, su molekülü ile ilişki kurabilecek fonksiyonel grupların sayısı da az olduğundan, %100 bağıl nemde en fazla % 4-4.5 nem çeker. Kristalin bölge oranının fazlalığının yanında amorf bölgelerdeki karbonil ve imino grupları arasında da H-bağları oluşabildiğinden, bu yapı naylon 6,6'yı dayanıklı kılar. Fakat ıslandığında amorf bölgelerdeki H- bağlarının büyük bir kısmı su molekülleri tarafından hidroliz edildiğinden dayanıklılığı azalmaktadır. Kopmadan %25-30 kadar uzama, %4 kadar uzatılmışsa geriye dönme oranının % 100 olması, N-6,6'nın uzama ve esneklik özelliklerinin yüksek olmasından kaynaklanmaktadır. N-6,6'ya bu özelliği sağlayan, kuvvetli H-bağlarının oluşturduğu düzgün şebeke sistemidir. Zincirler arasındaki H-bağları çok kısa mesafeler içinde olması, polimerleri kaymaya karşı koruyarak, optimum dayanıklılık göstermesini sağlar [4].

Nano malzemelerden KNT'lerin en önemli özellikleri; hafif, dayanıklı, yüksek termal ve elektriksel iletkenliğe sahip ve boy/çap oranları büyük olmasıdır. KNT'lerin çaplarına, boylarına, yönelmelerine, yüzeysel durumlarına göre özellikleri değişmektedir [5, 6]. Üstün mekanik özelliklere sahip KNT'lerden takviye elamanı olarak etkin bir şekilde yararlanabilmek için bazı sorunların çözülmesi gerekmektedir. KNT'lerin takviye elamanı olarak göstereceği performansı etkileyen en önemli durumlar; karbon nanotüperin polimer matris içerisinde homojen bir şekilde dağıtılması, matris ile ara yüz etkileşimin artırılması için nanotüplerin matris tarafından ıslatılması ve adezyondur [7, 8].

Matris ile karbon nanotüp ağı arasında etkin olarak yük aktarımının yapılabilmesi için, KNT'lerin matris içerisinde homojen bir şekilde dağıtılması çok önemlidir. Ayrıca gerilme konsantrasyonu oluşturan bölgelerin azalması ve homojen gerilme dağılımı olması da karbon nanotüplerin matris içerisinde iyi bir şekilde dağıtılması ile elde edilir. [9, 10].

Elektrospinning yöntemi nanolif elde etmek için kullanılan kolay ve ucuz bir teknik olmasının yanında çapları nano boyutta (10 nm- 500 nm) olan fiber yapılar üretmeyi olanak sağlamaktadır. Elektrospinning tekniği ile birçok değişik polimer, polimer karışımları, sol-jeller, seramik, inorganik malzeme ve kompozitlerden boyutsal olarak nanometrik çaplara sahip fiberlerden oluşan nanoağ yapıları malzemeler elde edilebilmektedir [11].

Uzay endüstrisinde ve yarı iletken uygulamalarında da nano lifler kullanılmaktadırlar. Piezoelektrik polimerler elektrospinning yöntemi ile üretilmektedirler ve mikro hava araçlarının kanatlarında kullanımına yönelik araştırmalar devam etmektedir [12].

Elektro eğirme yöntemiyle nanofiber üretirken elyafların deformasyon davranışlarını önemli derecede arttıran faktör, fiberlerdeki kristal yapı ve moleküler yönelmedir. Elyafı oluşturan polimer içerisindeki amorf yapı elyafa elastomerik özellikler sağlarken kristal yapı ise boyutsal kararlılık sağlamakta ve bu özellikten dolayı yapısal oluşumun değişmesi malzemeye eşsiz fiziksel özellik kazanmaktadır. Malzemenin mekanik karakteristiğini etkileyen başlıca etkenlerden birisi de elyaf yapısındaki kristal ve amorf fazın rastgele veya düzenli olmasıdır [13].

Katkı malzemesi olarak eklendikleri malzemelerde önemli değişiklikler meydana getiren nanofiberler, içerisine nano parçacık eklenerek pek çok uygulamada da ana malzeme olarak kullanım alanı bulmuştur. Elektrospinning yöntemiyle üretilen fiberlerin takviye edildiği malzemeye yüksek mukavemet ve elastikiyet özellik kazandırması, fiberlerin rastgele yönelmesinden dolayı

porozlu ve geniş bir yüzey alanına sahip olması ve hem amorf hem de kristal yapı ihtiva etmesinden kaynaklanmaktadır [14].

Bu çalışmada Naylon-6,6 polimer kullanılarak elektrospin yöntemiyle ilk önce saf naylon-6,6 nanofiber, daha sonra da Naylon-6,6 polimer içerisine ağırlıkça %1, 3 ve 5 oranlarında çok cidarlı karbon nanotüpler (ÇCKNT) ilave edilerek, güçlendirilmiş naylon-6,6 + % 1, 3 ve 5 ÇCKNT nanofiberler üretilmiştir. Saf ve ÇCKNT takviyeli olarak üretilen nanoelyafların, statik yüklenme altında; çekme dayanımlarını, elastiklik modüllerini ve tokluklarını incelemek amacıyla çekme deneyleri yapılarak, bu özellikler birbiri ile karşılaştırılmıştır. Üretilen nanoelyafların kimyasal değişimleri ve etkileşimleri, Termogravimetrik analiz (TGA) ve Fourier Dönüşümlü Kızılötesi Spektroskopi (FT-IR) analizleri yapılmıştır. Ayrıca nanoelyafların özelliklerinin belirlenmesinde saf ve ÇCKNT ile güçlendirilmiş N-6,6 çözeltilerinin, fiziksel özellikleri ve ağ yapılı polimerlerin yüzey gözenekliliğinin izlenebilmesi amacıyla taramalı elektron mikroskobu (SEM) görüntüleri de incelenmiştir.

## 2. Deneysel

### 2.1. Malzemeler

Çalışmamızda ÇCKNTler, kimyasal buhar biriktirme yöntemiyle CHEAPTUBES firması tarafından üretilmiştir. Çapı 20-30 nm ve uzunluğu 10 ila 30  $\mu\text{m}$ 'dir. N-6,6 polimeri oda sıcaklığında formik asit ve kloroform katılarak çözelti haline getirildiğinde, elektro-eğirme yöntemiyle mükemmel nanoelyaflar elde edilmektedir. N-6,6 yüksek kuvvete, sertliğe ve sıcaklık artışıyla sertliğini koruma özelliğine sahiptir N-6,6'nın kapalı formülü  $\text{C}_{12}\text{H}_{25}\text{N}_2\text{O}_4$  özgül ağırlığı  $1.4 \text{ g/cm}^3$  ve ortalama moleküler ağırlığı 262,35 g/mol dür. Sigma Aldrich firmasından tedarik edilen N-6,6, yarı kristal bir yapıya sahip olması nedeni ile N-6,6'dan yapılan parçaların bazı bölümleri kristal bir yapı arz ederken diğer bölümlerinde amorf bir yapı gözlenmektedir. İmalat şartları değiştirilerek kristal miktarı artırılıp azaltılabilmekte, böylece mekanik özellikleri değiştirilebilmektedir. Ticari olarak bulunabilen tüm poliamid esaslı plastikler içinde N-6,6 en dayanıklısı ve en yüksek ergime noktasına sahip olduğu bilinmektedir.  $265^\circ\text{C}$ 'de eriyen N-6,6' nın sürekli kullanım sıcaklığı  $120^\circ\text{C}$ 'dir

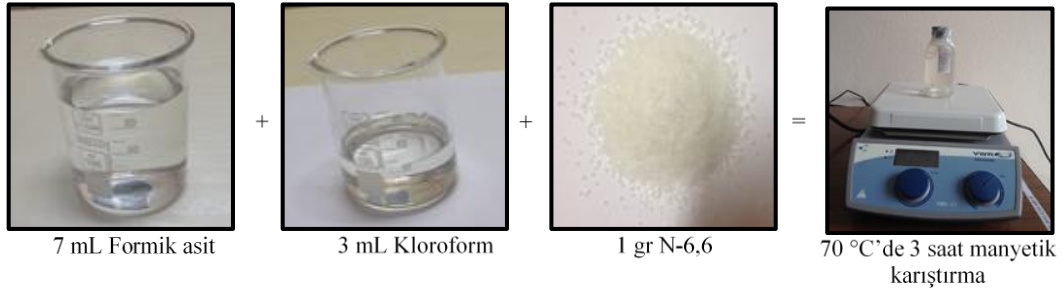
### 2.2. Elektro-Eğirme Yöntemiyle N-6,6 Nanoelyaf Üretimi

Çalışmamızda diğer nanoelyaf üretim yöntemlerine göre çok daha basit, ucuz, bilinen en yeni ve en etkin nanoelyaf üretim tekniği olduğu için elektrospin yöntemi tercih edilmiştir. Elektrospin yöntemiyle çeşitli polimerden 3 nanometre'den 1000 nanometre'ye kadar istenilen çaplara sahip nanoelyaf elde edilmesi mümkündür.

Bu çalışmada naylon-6,6 polimer kullanılarak ilk önce saf naylon-6,6 nanoelyaf, daha sonra da naylon-6,6 polimer içerisine ağırlıkça % 1, 3 ve 5 oranlarında ÇCKNT ilave edilerek takviyeli naylon-6,6 + % 1, 3 ve 5 ÇCKNT nanoelyaflar üretilmiştir.

#### 2.2.1. Elektro-Eğirme Yöntemiyle N-6,6 Nanoelyaf Üretimi

Elektro-eğirme yöntemiyle nanoelyaf üretmek için ilk önce N-6,6 çözeltisinin hazırlama işlemine başlanmıştır. N-6,6 çözeltisi elde etmek için öncelikle boncuk büyüklüğündeki 1 gram naylon-6,6'yı 7 ml formik asit ve 3 ml kloroform içerisine yavaş yavaş ilave edilerek karışımın  $70^\circ\text{C}$ 'de 3 saat Şekil 2.1.'de görüldüğü gibi manyetik karıştırıcıda karıştırılarak tam olarak çözülmesi sağlanmıştır.

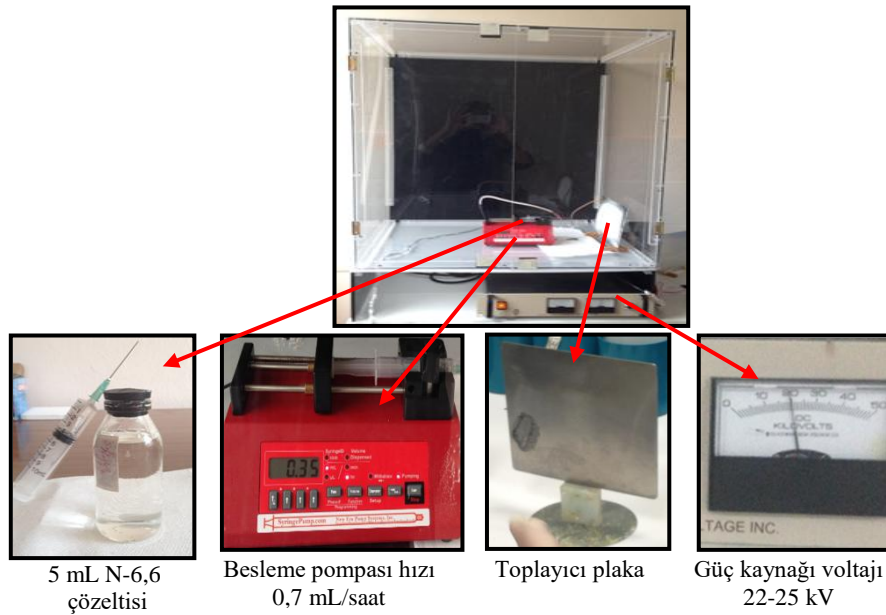


Şekil 2.1. N-6,6 çözeltisinin hazırlanması

Elektro-eğirme işlemine başlamak için N-6,6 çözelti hazırlama işlemi tamamlandıktan sonra istenilen özelliklerde nanoelyafları elde etmek için uygun çapta enjektör iğnesine karar verildi. N-6,6 çözeltisi için yaptığımız çalışmada PlusMED firmasından temin edilen 21Gx1½ kodlu, iğne ucu boyutları ise 0.8x38mm olan 10 ml kapasiteli enjektör kullanılmıştır.

Elektro-eğirme işlemine tabi tutulacak naylon-6,6 çözeltisi şırıngalara çekildikten sonra hızı 0,7 ml/saat olan besleme ünitesine yerleştirilmiştir. Üretilen nanofiberin eşit kalınlıkta ve homojen bir fiber elde edilebilmesi için besleme pompasının hızı çözeltinin viskozitesi ve elektriksel alanın şiddeti ile uyumlu olmalıdır.

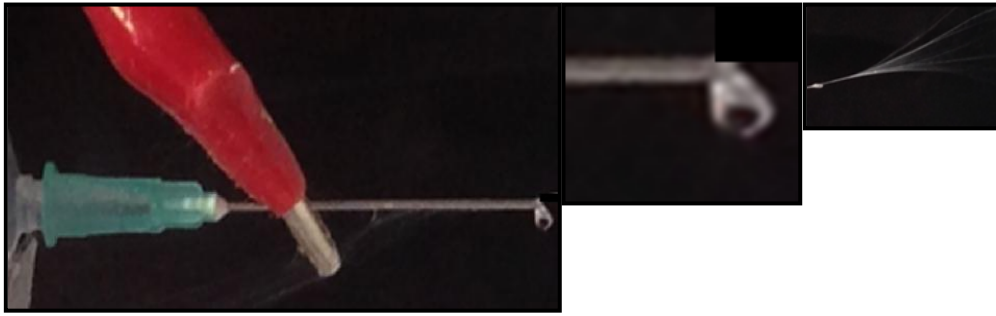
Çalışmamızda üretilen nanofiberlerin toplayıcı plaka üzerinde aynı kalınlıkta olması için bütün üretimler için 5 ml'lik çözelti şırıngaya çekilmiştir. Şırıngaların karşı tarafına fiberlerin toplanacağı, önceden iletkenliği arttırmak için anodizasyon işlemine tabi tutulmuş saç plakanın üzerine alüminyum folya ile kaplı olacak şekilde hazırlanmış olan toplayıcı konulmuştur. Toplayıcı plaka ile iğne ucu arasındaki mesafe çözeltinin viskozitesi, ayarlanan voltaj, besleme pompasının hızı, toplayıcının elektrik iletkenlik katsayısı göz önüne alınarak 145 mm uzaklığa sabitlenmiştir. Elektriksel alanın oluşması için güç kaynağından gelen pozitif kutuplu kablo şırınganın iğne ucuna ve negatif kutuplu kablo ise toplayıcı plakaya tutturulmuştur (Şekil 2.2.). Besleme pompasına ise çözeltinin çekildiği şırınga yerleştirilmektedir. Şırınganın sivri olan iğne ucu kesilerek pürüzlerinin taşınarak giderilmesi gerekmektedir, aksi takdirde uygun bir Taylor konisi oluşmamakta, belli bir süre sonra da konide jet çıkışını engellenmesine sebep olmaktadır.



Şekil 2.2. Çalışmada Kullanılan elektrospın cihazı parçaları

Nanoelyaf üretme işlemine öncelikle besleme ünitesi çalıştırılması ile başlanılmış ve daha sonra güç kaynağının voltajı damlama yapmadan, toplayıcı üzerine boncuk şeklinde atmaması ve taylor konisinin optimum bir şekilde oluşması için stabil bir hızla arttırılmıştır. Nanoelyaf üretme işleminin ilk başında oluşan damlaların toplayıcıya sıçramasını engellemek için toplayıcının önüne kısa bir süre için bir aparat yardımıyla A4 kağıdı konulmuştur. Elektriksel alanın kararlı olmadığı bu durum uygun voltaj ayarlanıp giderildikten sonra, çözeltinin stabil bir nanofiber oluşturma durumuna geçtiği ve iğne ucundaki damlacıkta Taylor konisi oluşarak toplayıcı plaka üzerinde fiberlerin yönlendiği görülmüştür (Şekil 2.3.).

Naylon-6,6 çözeltisinden ürettiğimiz nanoelyaf için en ideal gerilim 22-25 kV olarak tesbit edilmiştir. Nanoelyaf üretimi oda sıcaklığının biraz altında, dışarıdan havanın alınıp, içeriden de havanın atıldığı iki havalandırmanın arasında, kesintisiz hava sirkülasyonunun olduğu yaklaşık 20 - 22 °C sıcaklığın olduğu laboratuvar ortamında yapılmıştır. Elde edilen saf naylon-6,6 nanoelyaf numuneler 1 saat süre ile 60 °C sıcaklıktaki fırında kurutulmuştur.



Şekil 2.3. Nanofiberlerin şırınga ucu ve taylor konisi

### 2.2.2. Elektro-Egirme Yöntemiyle ÇCKNT ile Güçlendirilmiş N-6,6 Nanoelyaf Üretimi

ÇCKNT katkılı çözelti elde etmek için öncelikle 1 g naylon-6,6, 7 ml formik asit ve 3 ml kloroform içerisinde, ağzı kapalı olacak şekilde oda sıcaklığında manyetik karıştırıcıda karıştırılarak naylon-6,6'nın tam olarak çözülmesi sağlanmıştır. Daha sonra Şekil 2.4.'de görüldüğü gibi 1 g naylon-6,6'ya karşılık ağırlıkça % 1, % 3 ve % 5 oranlarında ÇCKNT'ler ilave edilerek 3 saat manyetik karıştırıcıda balık ile karıştırılarak ÇCKNT katkılı polimer çözeltisi elde edilmiştir.



Şekil 2.4. % 1,3,5 ÇCKNT ile güçlendirilmiş N-6,6 çözeltisinin hazırlanması

Manyetik karıştırıcı ile 3 saat süre karıştırılmasına rağmen karbonnanotüp'ler saf naylon-6,6 içerisinde topaklanmakta ve özellikle % 3-5 ÇCKNT katkılı çözeltilerde çökelti oluşturmaktadır. Bu durumu önlemek ve homojen bir karışım elde etmek için problu ultrasonik homojenizatör ile oda sıcaklığında 5'er dakika aralıklı olarak, 15 dakika buz banyosunda, 50 kHz'da 10 saniye aralıklarla

karıştırılmıştır. Probu homojenizatör ile karıştırma işlemi uygularken formik asitin uçmaması için kabın üzeri alüminyum folya ve parafin ile kapatılmıştır. Karıştırma esnasında çözeltinin ısınmaması ve ÇCKNT'lerin kırılmaması için çözelti kabı buz dolu beher içerisine konularak karıştırılmasına dikkat edilmiştir (Şekil 2.5.).



Şekil 2.5. %1,3,5 ÇCKNT ile güçlendirilmiş n-6,6 çözeltisinin problu ultrasonik homojenizatör ile karıştırılması

Homojen olarak ÇCKNT'ler çözelti içerisinde dağıtıldıktan sonra 5 mL olacak şekilde şırıngalara çekilerek, saf naylon-6,6 nanoelyaf üretme işlemindeki işlem sırasına ve aynı ortam şartlarına uygun olarak nanoelyaf üretimi gerçekleştirilmiştir.

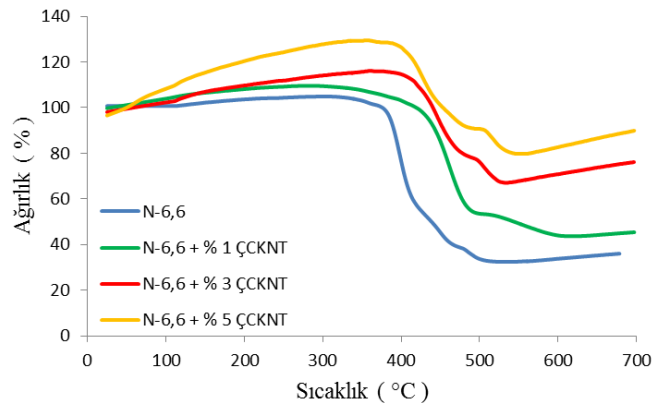
### 2.3. N-6,6 nanoelyafların Karakterizasyon

N-6,6 nanoelyaflara ait SEM görüntüleri ZEISS Evo LS 10 cihazı ile 20kV gerilimde elde edilmiştir. TG-DTG analizleri inert azot gazı atmosferinde, 10-15 mg numune kullanılarak, 25-700 °C sıcaklık aralığında, 20 °C/dk ısıtma hızı ile yapılmış ve sıcaklık artışından dolayı meydana gelen kütle kayıpları tespit edilmiştir. Elde edilen sıcaklık-kütle kaybı grafiğinden, kimyasal bağ kırılmasının meydana geldiği sıcaklık değeri dekompozisyon (bozunma sıcaklığı) olarak belirlenmiştir.

## 3. Sonuçlar ve Tartışma

### 3.1. Nanoelyafların TGA analizleri

ÇCKNT takviyeli/takviyesiz N-6,6 nanoelyafların oda sıcaklığı ile 700 °C arasındaki TGA eğrileri Şekil 3.1.'de gösterilmektedir.



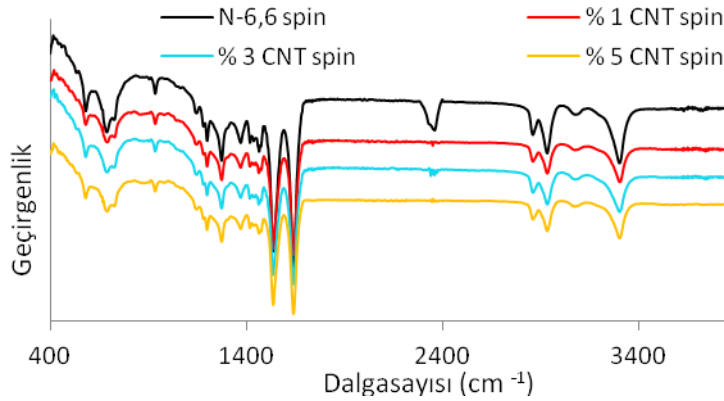
Şekil 3.1. ÇCKNT takviyeli/takviyesiz N-6,6 nanoelyafların TGA eğrileri

N-6,6 nanoelyafların ilk bozunma sıcaklığı 375 °C'dir. N-6,6 nanoelyaflara ağırlıkça % 1, 3 ve 5 ÇCKNT'ler ilave edildikçe sırasıyla 405, 400 ve 400 °C artış olmuştur. % 3 ve 5 ÇCKNT'de ilk bozunma sıcaklıkları kararlı hale geldiği görülmektedir. ÇCKNT'ler ile güçlendirilmiş nanoelyafların termal kararlılığı ÇCKNT'lerin ağırlıkça polimer içerisinde bulunmasından ve böylece polimer matristeki yüzey alanının yükselmesinden kaynaklanmaktadır. Bu sonuç diğer araştırma sonuçlarıyla hemen hemen eşleşmektedir [15].

Son bozunma sıcaklığı (% 100) N-6,6 nanoelyafların 410 °C iken, ağırlıkça % 1 ÇCKNT takviyesiyle bozunma sıcaklığı 610 °C'ye artmıştır. Fakat % 3 ve 5 ÇCKNT güçlendirilmesiyle son bozunma sıcaklıkları 545 ve 550 °C'de gerçekleşerek N-6,6 nanoelyaflarının termal kararlılığı iyileştirdiği gözlenmiştir. Bunun bir nedeni de naylon-6,6 nanoelyaf içerisinde ağırlıkça % 3-5 ÇCKNT olmasıyla sızma eşiğine bağlı olabilir ve bu da son bozunma sıcaklığın artışına neden olan iletken bir yol gibi davranarak sıcaklığın iletiminde karbon nanotüplerin sızma ağı oluşturmasındandır [16]. Ayrıca N-6,6 nanoelyafların % kütle kaybı %60 iken takviyenin artmasıyla % kütle kaybı azalmıştır.

### 3.2. Nanoelyafların FTIR analizleri

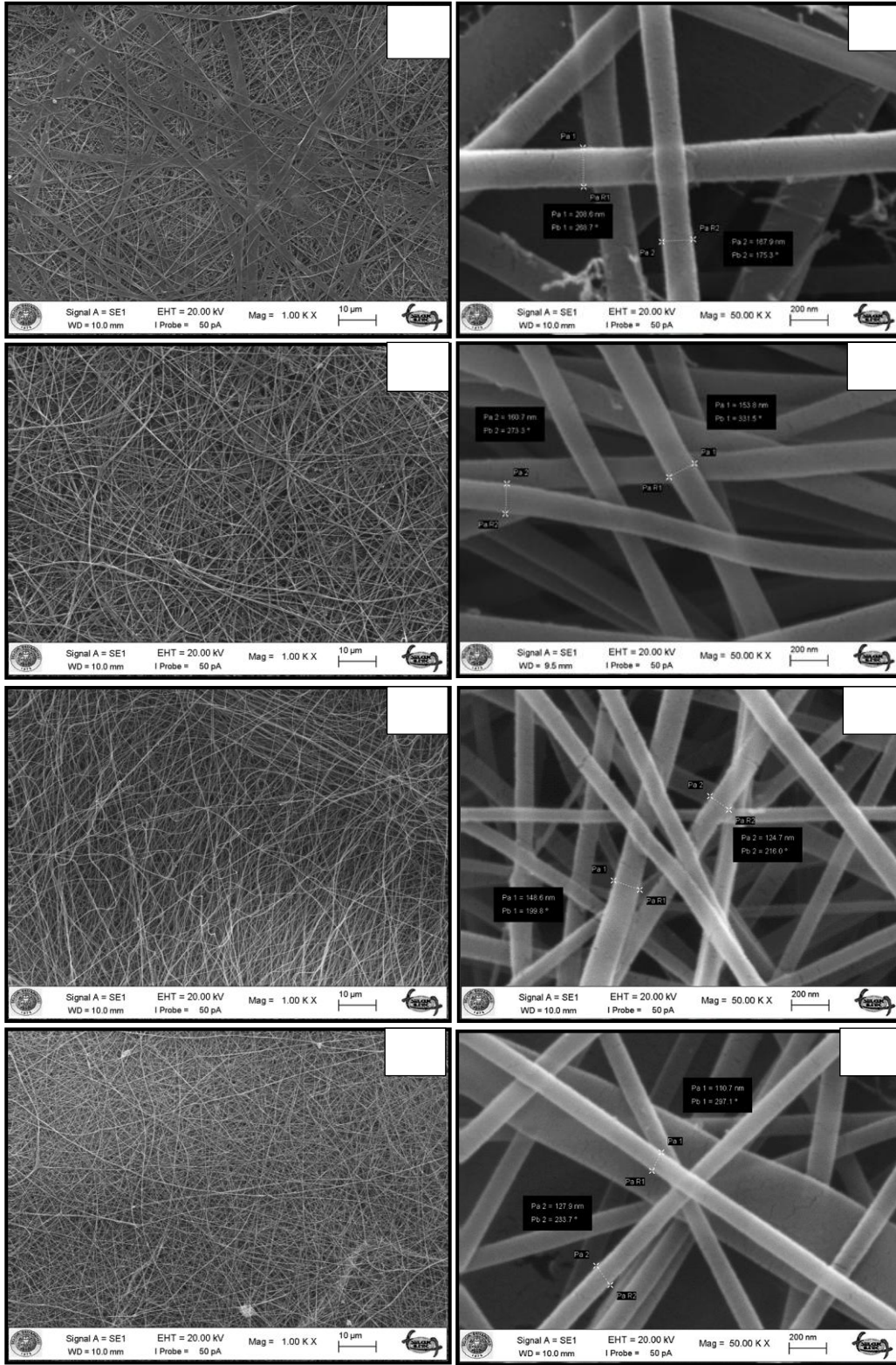
Şekil 3.2.'de ÇCKNT takviyeli/takviyesiz N-6,6 nanoelyafların FTIR spektrumları gösterilmektedir. 2935 cm<sup>-1</sup>'de α fazının baskınken 1373 ve 1465 cm<sup>-1</sup>'de β ve γ fazları çok düşük miktarda gözlenmiştir. 3303 cm<sup>-1</sup>'de önemli bant olan N-H gerilme titreşimi göstermektedir. Ayrıca naylon 6,6 için diğer karakteristik özelliği hidrokarbon bağ boyunca amid pikleri 1639, 1201 ve 1276 cm<sup>-1</sup>'de görünmektedir. 937 cm<sup>-1</sup>'de amorf fazı gözlenmektedir [17].



Şekil 3.2. ÇCKNT takviyeli/takviyesiz N-6,6 nanoelyafların FTIR spektrumları

### 3.3. Nanoelyafların morfolojisi

ZEISS Evo LS 10 cihazı ile alınan nanofiberlerin SEM görüntüleri, Autocad programına kopyalanarak 10 ar adet en büyük ve en küçük nanofiberler boyutları ölçülerek aritmetik ortalaması alınmıştır. Bunun sonucunda; naylon-6,6 nanofiberlerin çap ölçüleri 167-208 nm aralığında, N-6,6+% 1 ÇCKNTler nanofiberlerin çap ölçüsü 153-160 nm aralığında, N-6,6+% 3 ÇCKNTler nanofiberlerin çap ölçüsü 124-148 nm aralığında iken N-6,6+% 5 ÇCKNTler nanofiberlerin çap ölçüsü ise 110-127 nm olarak ölçülmüştür. Şekil 3.3.'te nanofiberlerin 1000X ve 50 000X büyütme SEM görüntüleri görülmektedir.



Şekil 3.3. N-6,6 nanoelyafların SEM görüntüleri; a) 1K X ve b) 50 KX N-6,6, c) 1 KX ve d) 50 KX N-6,6+% 1 ÇCKNT, e) 1 KX ve f) 50 KX N-6,6+% 3 ÇCKNT, g) 1 KX ve h) 50 KX N-6,6+% 5 ÇCKNT

Elektrospın işleminde daha düzgün ve küçük çaplarda fiber elde etmek için çözeltinin elektriksel iletkenliği artırılmalıdır. Çalışmamızda çözelti içerisine %1,3,5 oranında ÇCKNT katılarak çözeltinin taşıdığı yükleri ve dolayısıyla elektriksel iletkenliğin artırılması amaçlanmıştır. Bu amaç doğrultusunda, Nylon-6,6 nonofiberlerin ortalama çap ölçüsü, N-6,6+% 5 ÇCKNTler



nonofiberlerin ortalama çap ölçüsüyle karşılaştırıldığında % 58 oranında düşüş gerçekleşerek 118.5 nm olarak ölçülmüştür.

Ayrıca 1 000 X büyütmeli nonofiberlerin SEM görüntüleri yorumlandığında N-6,6 çözeltisinin içerisine ilave edilen KNT miktarı arttıkça nanoelyafların çapları küçüldüğü için ince ve uzun fiberlerin oluştuğu görülmüştür. Ancak takviye malzemesi olan ÇCKNT miktarı arttıkça topaklanmaya ve liflerde boncuklu yapı oluştuğu ve liflerin uzunluklarında kesiklik olduğu görülmektedir. Bu durumun özellikle ağırlıkça %3 ve 5 oranında ÇCKNT katkılı nanoelyaflarda görüldüğü, bunun sebebi de N-6,6 çözeltisi içerisinde karbon nanütüplerin yeterince, homojen olarak karıştırılmamasından kaynaklanmaktadır.

#### 4. Sonuçlar

Elektro-eğirme yöntemiyle ağırlıkça % 1, 3 ve 5 oranlarında ÇCKNT takviyeli ve takviyesiz N-6,6 nanoelyaflar üretilmiştir. Üretilen nanoelyafların karakterizasyonları FTIR, SEM ve TGA ile incelenmiştir. Analizlerin sonucunda:

- 1- TGA analizleri sonucunda N-6,6 nanoelyafların ilk bozunma sıcaklığı ağırlıkça % 1 oranındaki ÇCKNT güçlendirilmesiyle 375 °C'den % 8 artarak kararlı hale gelmiştir. Daha sonra bu değerler % 1 ÇCKNT oranından sonra az düşüş gözlenmiş olup, bu durum ise ÇCKNT'in N-6,6 matriks içerisinde artmasıyla birlikte topaklanma olmasından kaynaklanmaktadır.
- 2- N-6,6 nanoelyafların son bozunma sıcaklığı 410 °C'den, ağırlıkça % 1 ÇCKNT takviyesiyle 610 °C'ye yükselmiştir. ÇCKNT güçlendirilmesiyle N-6,6 nanoelyaflarının termal kararlılığı iyileştirdiği gözlenmiştir. Nylon-6,6 nanoelyaf içerisinde ağırlıkça % 3-5 ÇCKNT ideal sızma eşiğine sahip olduğu anlaşılmaktadır. Ayrıca N-6,6 nanoelyafların % kütle kaybı % 60 iken takviyenin artmasıyla % kütle kaybı azalmıştır.
- 3- SEM morfolojisi incelendiğinde ÇCKNT oranının artmasıyla nanoelyaf çapları azalmıştır. Ayrıca % 1 oranındaki ÇCKNT takviyesiyle nanoelyaflarda boncuklaşmanın olmadığı ve uzun elyaf üretimi gerçekleşmiştir. ÇCKNT oranının artmasıyla boncuklaşmanın oluşarak, elyafların uzunluklarının da kısaldığı anlaşılmaktadır.

#### Kaynaklar

- [1] Saçak M. "Polimer kimyasına giriş," Ankara Üniversitesi Yayınları, Yayın, (50), 1998.
- [2] Rajesh JJ, Bijwe J, Tewari US. "Abrasive wear performance of various polyamides," Wear, 252(9-10), 769-76, 2002.
- [3] Zhao LX, Zheng LY, Zhao SG. "Tribological performance of nano-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> reinforced polyamide 6 composites," Mater Lett, 60(21-22), 2590-3, 2006.
- [4] Başer İ. "Elyaf bilgisi," Marmara Üniversitesi; 1992.
- [5] Wang M, Wang W, Liu T, Zhang W-D. "Melt rheological properties of nylon 6/multi-walled carbon nanotube composites," Composites Science and Technology, 68(12), 2498-502, 2008.
- [6] Ekrem M, Ataberk N, Avci A, Akdemir A. "Improving electrical and mechanical properties of a conductive nano adhesive," J Adhes Sci Technol, 31(7), 699-712, 2017.
- [7] Njuguna J, Pielichowski K, Alcock JR. "Epoxy-based fibre reinforced nanocomposites," Adv Eng Mater, 9(10), 835-47, 2007.
- [8] Spitalsky Z, Tasis D, Papagelis K, Galiotis C. "Carbon nanotube-polymer composites: Chemistry, processing, mechanical and electrical properties," Progress in Polymer Science, 35(3), 357-401, 2010.
- [9] Coleman JN, Khan U, Gun'ko YK. "Mechanical reinforcement of polymers using carbon nanotubes," Adv Mater, 18(6), 689-706, 2006.

- [10] Duzcukoglu H, Ekinçi S, Sahin OS, Avci A, Ekrem M, Unaldi M. "Enhancement of Wear and Friction Characteristics of Epoxy Resin by Multiwalled Carbon Nanotube and Boron Nitride Nanoparticles," Tribol T, 58(4), 635-42, 2015.
- [11] Greiner A, Wendorff JH. "Electrospinning: A fascinating method for the preparation of ultrathin fibres," Angew Chem Int Edit, 46(30), 5670-703, 2007.
- [12] Subbiah T, Bhat GS, Tock RW, Pararneswaran S, Ramkumar SS. "Electrospinning of nanofibers," J Appl Polym Sci, 96(2), 557-69, 2005.
- [13] Zhang J, Lin T, Wang XG. "Electrospun nanofibre toughened carbon/epoxy composites: Effects of polyetherketone cardo (PEK-C) nanofibre diameter and interlayer thickness," Composites Science and Technology, 70(11), 1660-6, 2010.
- [14] Ekrem M. "Fracture Behavior of Epoxy Adhesives Reinforced with Carbon Nanotubes and Polyvinyl Alcohol Nanofibers in Aluminum Joints," PhD Dissertation, Konya: Selcuk University; 2015.
- [15] Sinha M, Das B, Srivastava A, Saxena A. "Study of Electrospun Poly\ acrylonitrile (PAN) and PAN/CNT Composite Nanofibrous Webs," Research Journal of Textile and Apparel, 19(1), 36-45, 2015.
- [16] Hapuarachchi TD, Peijs T. "Multiwalled carbon nanotubes and sepiolite nanoclays as flame retardants for polylactide and its natural fibre reinforced composites," Compos Part a-Appl S, 41(8), 954-63, 2010.
- [17] Abbasi A, Nasef MM, Takeshi M, Faridi-Majidi R. "Electrospinning of nylon-6,6 solutions into nanofibers: Rheology and morphology relationships," Chinese J Polym Sci, 32(6), 793-804, 2014.