Tekstil Mühendislik / *Textile Engineering* Araştırma Makalesi / *Research Article* 

DOI: 10.21597/jist.741798

Geliş tarihi / Received: 23-05-2020

Kabul tarihi / Accepted: 02-10-2020

#### Borik Asit Katkılı Poliakrilonitril-ko-Vinil Asetat Polimerinden Elektroçekim Yöntemiyle Nanolifli Tekstil Yüzeylerinin Üretimi ve Termal Karakterizasyonu

Esra ARISAL ÇETİN<sup>1</sup>, İsmail TİYEK<sup>2\*</sup>

ÖZET: Bu çalışmada, poliakrilonitril-ko-vinil asetat (P(AN-VAc)) içerisine farklı oranlarda borik asit katkılanarak nanolifli tekstil yüzeyleri üretilmiş ve borik asit katkısının nanolifli tekstil yüzeylerin termal özellikleri üzerine etkisi incelenmiştir. Nanolif yüzeylerin üretimi için öncelikle farklı oranlarda borik asit katkılı ve katkısız P(AN-VAc) polimerleri dimetilformamid (DMF) içerisinde çözülerek %10 çözelti konsantrasyonunda elektroçekim çözeltileri hazırlanmış ve daha sonra bu çözeltilerden elektroçekim yöntemiyle nanolif tekstil yüzeyleri üretilmiştir. Üretilen nanolif tekstil yüzeylerinin yapısal, morfolojik, fiziksel, mekanik ve termal özelliklerini belirlemek amacıyla bazı analiz ve testler yapılmıştır. Fourier dönüşümlü kızılötesi spektroskopisi (FTIR) ve enerji dağılımlı x-ışınları spektroskopisi (EDX) analizleri sonucunda üretilen borik asit katkılı nanolif yüzeylerde borik asit varlığı tespit edilmiştir. Nanolif yüzeylerin tarama elektron mikroskobu (SEM) ile morfolojik özellikleri incelenmiş ve tüm numunelerde düzgün nanolif yapısının oluştuğu gözlemlenmiştir. Kopma mukavemeti testleri sonucunda borik asit katkısının nanolif yüzeylerin termal özellikleri diferansiyel taramalı kalorimetri (DSC), termogravimetrik analiz (TGA) ve dikey yanmazlık testleri ile incelenmiştir. Yapılan termal analiz ve testler sonucunda borik asit katkısının da arttığı tespit edilmiştir.

Anahtar Kelimeler: Borik asit, poliakrilonitril, elektroçekim, nanolif, termal karakterizasyon.

#### Production and Thermal Characterization of Nanofiber Textile Surfaces from Boric Acid Doped Polyacrylonitrile-co-Vinyl Acetate Polymer by Electrospinning Method

**ABSTRACT:** In this study, it was aimed to investigate the effect of boric acid additive of thermal properties on nanofiber textile surfaces produced by doping different amounts of boric acid into polyacrylonitrile-co-vinyl acetate (P(AN-VAc)). For this purpose, nanofiber textile surfaces were produced from the boric acid doped and undoped P(AN-VAc) solutions prepared with a 10 % concentration in dimethylformamide by electrospinning method. Some analyzes and tests were carried out to determine the structural, morphological, physical, mechanical and thermal properties of the boric acid doped and undoped nanofiber surfaces produced. The presence of boric acid was detected on boric acid doped nanofiber surfaces produced as a result of Fourier transform infrared spectroscopy (FTIR) and energy dispersive X-ray spectroscopy (EDX) analyses. The morphological properties of the produced surfaces were investigated by scanning electron microscopy (SEM) and it was observed that uniform nanofiber structure was formed in all samples. As a result of tensile strength tests, it was determined that the boric acid additive reduces values of tensile strength and elongation of nanofiber surfaces. The thermal properties of all the produced nanofiber textile surfaces were examined by differential scanning calorimetry (DSC), thermogravimetric analysis (TGA) and vertical flammability tests. As a result of the thermal analyses and tests, it was determined that the boric acid additives improve the thermal properties of the P(AN-VAc) nanofiber textile surfaces and the thermal resistances of them increases with the increase of the boric acid additive.

Keywords: Boric acid, polyacrylonitrile, electrospinning, nanofiber, thermal characterization.

<sup>1</sup> Esra ARISAL ÇETİN (**Orcid ID:** 0000-0001-6546-0516), Malatya İnönü Üniversitesi, OSB Meslek Yüksekokulu, Tekstil, Giyim, Ayakkabı ve Deri Bölümü, Malatya, Türkiye

<sup>2</sup> İsmail TİYEK (Orcid ID: 0000-0002-1643-8977), Kahramanmaraş Sütçü İmam Üniversitesi, Mühendislik ve Mimarlık Fakültesi, Tekstil Mühendisliği Bölümü, Kahramanmaraş, Türkiye

\*Sorumlu Yazar/Corresponding Author: İsmail TİYEK, e-mail: ismailtiyek@ksu.edu.tr

Bu çalışma Esra ARISAL ÇETİN'in Yüksek Lisans tezinden üretilmiştir. Makale kısmen 6-8 Kasım 2018 tarihlerinde Iğdır'da düzenlenen "I. International Iğdır Congress on Multidisciplinary Studies" kongresinde sözlü bildiri olarak sunulmuş ve özet kitabında özeti yayınlanmıştır.

# GİRİŞ

Dünyada dördüncü en çok kullanılan tekstil lifi olan akrilik lifleri akrilonitril (AN) monomerlerinden radikal zincir polimerizasyonu yöntemiyle sentezlenen poliakrilonitril (PAN) polimerlerinden üretilmektedir (Şekil 1.a) (Frushour ve Knorr, 1985; Wade ve Knorr, 1995; Seventekin, 2001; Tiyek ve Bozdoğan, 2008). Akrilik liflerinin tanımı gereği yapısında en az %85 oranında AN monomeri bulunması gerekir (BISFA, 2000). Bu yüzden ticari akrilik lifleri %5 - %15 oranında bir veya daha fazla komonomeri çerirler (Tiyek ve Bozdoğan, 2008; Farsani ve ark., 2009). Akrilik lif üretiminde en fazla kullanılan komonomerler vinil asetat, metil metakrilat, vinil klorür ve viniliden klorürdür. Akrilonitril (AN) monomerinin nötral yapıdaki vinil asetat (VAc) (Şekil 1.b) ile kopolimeri, akrilik liflerin ticari üretiminde büyük öneme sahiptir (Zhang ve ark., 2002; Farsani ve ark., 2009).



Şekil 1. a) Poliakrilonitril (PAN) polimeri, b) Vinil asetat (VAc).

Sentetik bir polimer olan PAN, ısıtıldığında erimeden bozunduğu eriyikten çekim yöntemiyle akrilik lifi üretilememektedir. Bunun için PAN esaslı lif üretimi PAN polimerinin farklı çözücüler içerisinde çözülmesiyle elde edilen uygun akışkanlıktaki PAN çözeltileri kullanılarak çözeltiden çekim yöntemlerine göre gerçekleştirilmektedir (Tiyek ve Bozdoğan, 2008; Tiyek ve ark., 2019a). Akrilik liflerinin dayanıklı ve mukavemetli olmalarının yanısıra düşük maliyetli olmaları da büyük bir avantaj olarak ön plana çıkmasına ve bu sebeple de çok fazla kullanılmasına (Çetiner, 2011; Esenceli, 2014) rağmen yanmaya karşı dirençli olmayışları büyük bir dezavantaj oluşturmaktadır. Bu yüzden akrilik liflerinden elde edilen kumaşlarda çeşitli yanmazlık kimyasalları kullanılarak bu özellik iyileştirilmeye çalışılmaktadır. Ancak yıkama işleminden sonra genellikle kimyasal maddeler numune üzerinden uzaklaşmaktadır. Bu durum hem çevreye önemli miktarda atık madde salınarak çevre ekolojisine zarar vermekte hem de yanmaz özellikte üretilen liflerin yanmazlık efekti zamanla azalmakta veya tamamen kaybolmaktadır (Doba Kadem ve Gülşen, 2014; Esenceli, 2014).

Tekstil ürünlerinin termal özelliklerinin iyileştirilmesi için pek çok alev geciktirici kimyasal geliştirilmekle birlikte son yıllarda bor bileşikleri de alev geciktirici olarak kullanılmaya başlanmıştır. Oksitlenmesi ve 2300 °C gibi yüksek erime sıcaklığı sayesinde yanmaya karşı dirençli olan bor bileşikleri tekstil ürünlerinin içerisine katkılanarak malzemenin alev almasını geciktirici veya yanmayı önleyici madde olarak kullanmaktadırlar (Doba Kadem ve Gülşen, 2014). Türkiye 885.000 tonluk rezervi ile dünyadaki bor rezervinin %73'üne sahiptir ve cevher kalitesi açısından dünyada ilk sırada yer almaktadır (DPT, 1995; Akgül, 2010). Borik asit (BH<sub>3</sub>O<sub>3</sub>); %56.3 B<sub>2</sub>O<sub>3</sub> içeriğine, 61.83 g mol<sup>-1</sup> molekül ağırlığına, 1.44 g cm<sup>-3</sup> özgül ağırlığa, 171°C erime noktası, +22.2 kJ mol<sup>-1</sup> çözünme ısısına ve -1089 kJ mol<sup>-1</sup> oluşum ısısına sahip kristal yapılı bir madde olup bor bileşikleri içerisinde sanayide en çok kullanılan B<sub>2</sub>O<sub>3</sub> kaynaklarından biridir ve ferrobor, bor karbür, bor esterleri vb. bor kimyasallarının birçoğunun üretiminde kullanılmaktadır (Civelekoğlu ve ark., 1987; Sarı, 2008). Ayrıca, termal direnci yüksek borosilikat esaslı camlar, cam lifi, porselen, emaye, farklı bor bileşiklerinin üretiminde, metalürjide, boya sanayiinde, ateşe dayanıklı malzemelerin yapımında, haricen kullanılacak ilaçlarda, kozmetik ürünleri gibi birçok alanda kullanılmaktadır (Vural, 2006; Kabasakal, 2011).

Esra ARISAL ÇETİN ve İsmail TİYEK	11(1): 771-785, 2021
Borik Asit Katkılı Poliakrilonitril-ko-Vinil Asetat Polimerinden Elektroçekim Yöntemiyle N	anolifli Tekstil Yüzeylerinin
Üretimi ve Termal Karakterizasvonu	

Bor bileşikleri CO veya CO<sub>2</sub> den ziyade karbon oluşumundan yana hareket ederek bozunma prosesini yönlendirerek yoğuşma (kondense) fazında alev geciktirici olarak etki etmektedirler. Aynı zamanda alev geciktiricilik etkisinin karbon oksidasyonunu önlemek amacıyla oksijene bariyerlik yaparak yüzeyde koruyucu bir kül (char) tabakasının oluşturulması ile ilgili olduğu varsayılmaktadır (Lomakin ve Zaikov, 1999). Bu sebeple bor bileşikleri tekstil, elektronik ve elektrik elemanları, ağaç ürünleri, plastik malzemeler gibi geniş uygulama alanına sahiptirler. Akrilik liflerinin yanma özelliğinin ve oluşan dumanın miktarının azaltılması amacıyla alev geciktirici kimyasalların kullanımı hayat kurtarıcı olması bakımından oldukça önem arz etmektedir (Esenceli, 2014).

Son yıllarda, nano ölçekteki liflerden elde edilen nanolif esaslı materyaller yüksek yüzey alanı/hacim oranı, gözenek boyutunun çok küçük olması, yüzey fonksiyonelliğinin esnekliği, mekanik vb. üstün özellikleri sebebiyle doku mühendisliği (Casper ve ark., 2010; Wu ve Hong, 2016), koruyucu malzemeler (Gallo ve ark., 2011; Golmohammadi Rostami ve ark., 2015), filtrasyon (Jabur ve ark., 2016; Yalcinkaya ve ark., 2017b; Yalcinkaya ve ark., 2017c), biyomedikal uygulamalar (Linh ve ark., 2010), kompozitler (Zarybnicka ve ark., 2017; Yalcinkaya ve Hruza, 2018) ve çevre mühendisliği (Yalcinkaya ve ark., 2017a) gibi birçok uygulama alanlarında ve AR-Ge çalışmalarında popülaritesini sürekli olarak artırmaktadır. Nanolif üretimi için en uygun ve etkin yöntemlerden biri olan elektro çekim yöntemi yüksek voltaj uygulanan eriyik veya çözelti halindeki polimerin, elektrik alanın etkisiyle nano çapta liflere ayrışması ve toplayıcı üzerinde bir ağ şeklinde bir araya gelmesidir (Kozanoğlu, 2006; Düzyer, 2009).

Bu çalışmada, yüzyılın hammaddesi olma özelliği bulunan borun Türkiye'deki durumu da göz önüne alınarak, tekstil materyallerinin termal özelliklerini iyileştirici olarak bor bileşiklerinden istifade edilmesiyle hem ülkemizin ekonomisine katkıda bulunulmasına hem de yeni tekstil ürünlerinin geliştirilmesine katkı sağlaması amaçlanmıştır. Bu amaçla çalışmada, farklı oranlarda borik asit (BA) katkılanmış P(AN-VAc) polimerleri ile referans numunesi olarak borik asit katkılanmamış P(AN-VAc) polimerinden nanolif yüzeylerin üretimi gerçekleştirilmiştir. Üretilen borik asit katkılı numunelerin özellikleri katkısız olarak üretilen referans (R) numunesi ile karşılaştırılarak borik asidin etkisi incelenmiştir. Termal analizler sonucunda BA katkısının P(AN-VAc) nanolifli tekstil yüzeylerinin termal özelliklerini iyileştirdiği ve BA katkı miktarının artmasıyla üretilen numunelerin termal dayanımında da artış tespit edilmiştir.

# MATERYAL VE YÖNTEM

# Materyal

Bu çalışmada, nanolif üretiminde kullanılmak üzere Aksa Akrilik Kimya Sanayi A.Ş.'den temin edilen ve %90 akrilonitril (AN) – % 10 vinil asetat (VAc) komonomerleri içeren elyaf formundaki poliakrilonitril-ko-vinil asetat (P(AN-VAc)) kullanılmıştır. Çözücü olarak Sigma Aldrich firmasından temin edilen N,N-Dimetil formamid (DMF) (%99.5) kullanılmıştır. Çalışmada kullanılan borik asit (BH<sub>3</sub>O<sub>3</sub>, extra pure) ise Tekkim Kimya Sanayi ve Ticaret Ltd. Şti.'den temin edilmiştir.

# Yöntem

# Elektroçekim Yöntemiyle Nanolifli Tekstil Yüzeylerinin Üretimi

Çalışmada, öncelikle farklı oranlarda borik asit katkısı yapılmış ve referans numunesi olarak ise katkısız P(AN-VAc) çözeltileri hazırlanmıştır. Daha sonra bu çözeltilerden çok sayıda ön denemeler yapılarak nanolif üretimi için en uygun elektroçekim parametreleri belirlenmiştir.

Referans çözeltisinin hazırlanması için önce ağırlıkça %10 P(AN-VAc) - %90 DMF olacak şekilde tartılarak bir behere konulan dimetilformamid (DMF) içerisine azar azar P(AN-VAc) eklenmek suretiyle

Esra ARISAL ÇETİN ve İsmail TİYEK	11(1): 771-785, 2021
Borik Asit Katkılı Poliakrilonitril-ko-Vinil Asetat Polimerinden Elektroçekim Yönten	niyle Nanolifli Tekstil Yüzeylerinin
Üretimi ve Termal Karakterizasvonu	

ısıtıcılı manyetik karıştırıcıda 70 °C sıcaklıkta 1 saat boyunca karıştırılarak çözülmüştür. Elde edilen polimer çözeltisi elektro çekim cihazında çekilerek referans numunesi (R) üretilmiştir. Borik asit katkılı P(AN-VAc) çözeltisini hazırlamak için öncelikle toz haldeki borik asit ve çözücü olarak kullanılan dimetilformamid (DMF) %30, %40 ve %50 oranlarında olacak şekilde hazırlanmıştır. Hazırlanan çözelti 60 °C'de manyetik ısıtıcı yardımı ile 1 saat karıştırılır. Daha sonra ultrasonik banyoda 6 saat boyunca ve tekrar 60 °C'de manyetik ısıtıcı ile 24 saat karıştırılarak homojen bir karışım formuna getirilir. Daha sonra lif halinde ki P(AN-VAc), hassas terazide gerekli gramajda tartıldıktan sonra, darası alınmış beherin içerisine belirli gramajda çözücü (DMF) eklendikten sonra, 1 saat boyunca 70 °C'de ısıtıcı manyetik karıştırılarak çözülmüştür. P(AN-VAc)/DMF çözeltisinin içerisine 24 saat boyunca 60 °C'de çözünen borik asit yavaşça eklenerek 60 °C sıcaklıktaki manyetik karıştırıcıda 2.5 saat karıştırı sağlanarak homojen bir çözelti elde edilmiştir.

Hazırlanan çözeltilerden yapılan ön denemelerde voltaj, besleme, düze-toplayıcı mesafesi gibi parametreler sürekli değiştirilerek Taylor konisi oluşumu, besleme akışı ve lif/yüzey oluşumu gözlemlenmiştir. Yapılan gözlemler sonucunda nanolifli tekstil yüzeylerinin üretiminde kullanılacak polimer çözeltilerinin özellikleri (Çizelge 1) ve en uygun elektroçekim parametreleri (Çizelge 2) belirlenmiştir.

Numune	BA / P(AN-VAc) Oranı (%)	Çözelti Konsantrasyonu (%)
R	-/ 1 <b>0</b> 0	
30BA	30 / 70	10
40BA	40 / 60	10
50BA	50 / 50	

Çizelge 1. Nanolifli tekstil yüzeylerinin üretiminde kullanılan çözeltilerin özellikleri

Ç <b>izelge 2.</b> Nanolifli tekstil	yüzeylerinin üretiminde kullanılan	elektroçekim parametreleri
--------------------------------------	------------------------------------	----------------------------

Voltaj	Toplayıcı – Nozzle Mesafesi	Besleme hızı	Ortam Sıcaklığı	Nem (%)
(kV)	(mm)	(ml h <sup>-1</sup> )	(°C)	
27-33	160-170	5.5-6.5	29-33	34-42

Çalışmada nanolif tekstil yüzeylerinin üretimi için Kahramanmaraş Sütçü İmam Üniversitesi (KSÜ), Üniversite Sanayi Kamu İşbirliği Merkezi (ÜSKİM), Malzeme Araştırma Laboratuvarında bulunan İnovenso NanoSpinner PilotLine (Şekil 2) çok iğneli yarı endüstriyel elektro çekim cihazı kullanılmıştır. Borik asit katkılı ve katkısız P(AN-VAc) nanolif yüzeylerinin üretimi için iç çapı 28.60 mm olan 60 ml'lik şırıngadan besleme yapılarak tek set üzerinde 8 düze ile çalışılmıştır. Çalışma esnasında kumaş sarım hızı minimum (100 mm dk<sup>-1</sup>) olacak şekilde ayarlanmış ve homojenliği sağlamak için sağ-sol (strok hareketi) yapılarak nanolif yüzeyler oluşturulmuştur. Cihazın kumaş sarım hızının minimum 100 mm dk<sup>-1</sup> olması sebebiyle belirli kalınlıkta nanolifli yüzey oluşturmak için üretilecek yüzey uzunluğu kadar kumaş, ileri ve geri yönünde sürekli sarılarak (tur sayısı) istenilen çalışma süreleri ayarlanmıştır. Bütün numunelerde 25 tur çalışılmıştır. Bu 25 tur yaklaşık 7 saat sürmüş olup, çalışma sonucunda testler ve analizlerde kullanılmak üzere 500 mm x 700 mm boyutlarında borik asit katkılı ve katkısız nanolif tekstil yüzeyleri üretilmiştir.



Şekil 2. İnovenso NanoSpinner PilotLine yarı endüstriyel çok iğneli elektro çekim cihazı.

#### Nanolifli Tekstil Yüzeylerinin Karakterizasyonu

Üretilen borik asit katkılı ve katkısız P(AN-VAc) nanolif yüzeylerin yapısal özelliklerinin belirlenebilmesi için KSÜ ÜSKİM Laboratuvarlarında bulunan Perkin Elmer Spectrum 400 FTIR cihazında 4000-450 cm<sup>-1</sup> dalga sayıları aralığında Fourier Transform Infra-red Spektrometre (FTIR) analizi yapılmıştır. Numuneler önce KBr ile pellet haline getirildikten sonra FTIR analizi yapılmıştır.

Nanolif yüzeylerin yüzey morfolojisinin incelenmesinde kullanılan görüntülerinin alınması ve numunelerinin elementel analizi amacıyla KSÜ ÜSKİM Laboratuvarlarında bulunan ZEISS EVO LS10 taramalı elektron mikroskobu (SEM) ve entegre Bruker 123 eV Quantax Microanalysis System Enerji-Dispersive X-Ray Spektroskopisi (EDX) cihazı kullanılmıştır. Daha yüksek çözünürlüklü veri elde etmek için numunelere SEM analizinden önce altın kaplama cihazında (Cressington 108auto cihazı) numunelere altın kaplama yapılmıştır

Nanolif yüzeylerin gramaj ölçümü TS EN 12127 standardına göre ve kalınlık ölçümleri ise 0.001 mm hassasiyetindeki dijital kumaş kalınlık ölçüm aleti LYK 5318 ile her numuneden yapılan 3'er ölçümün ortalaması alınarak gerçekleştirilmiştir. Zwick-Roell BT-1 cihazında ASTM D 638 standardına uygun olarak nanolif yüzeylerden 190 mm x 165 mm ebatlarında hazırlanan numunelere 0.1 MPa ön gerilme, 65 mm çene mesafesi ve 50 mm dk<sup>-1</sup> çene hızında 3'er adet kopma mukavemeti testi yapılarak ortalamaları alınmıştır.

Üretilen nanoliflerinin termal özelliklerinin belirlenmesi amacıyla, KSÜ Fen Edebiyat Fakültesi Kimya Analitik Laboratuvarında bulunan Perkin Elmer DSC-4000 model Diferansiyel Taramalı Kalorimetre (DSC) cihazında azot gazı (N<sub>2</sub>) varlığında, 20 °C dk<sup>-1</sup> ısıtma hızında ve 30-400 °C aralığında DSC analizleri gerçekleştirilmiştir. Nanolif yüzeylerin kimyasal kinetiğinin ve bozunma mekanizmalarının belirlenebilmesi amacıyla KSÜ ÜSKİM Laboratuvarlarında bulunan SII marka TG/DTA 6300 model Termogravimetrik Analiz (TGA) cihazı ile azot gazı (N<sub>2</sub>) varlığında, 10 °C dk<sup>-1</sup> ısıtma hızı ve 30-1000 °C sıcaklık aralığında TGA analizleri yapılmıştır. Ayrıca nanolif yüzeylerin yanmazlık özelliklerinin belirlenmesi için TS EN ISO 15025 standardına göre KSÜ ÜSKİM Laboratuvarlarında bulunan Govmark marka cihazda dikey yanmazlık testi yapılmıştır. Bu testte üretim

Esra ARISAL ÇETİN ve İsmail TİYEK	11(1): 771-785, 2021
Borik Asit Katkılı Poliakrilonitril-ko-Vinil Asetat Polimerinden Elektroçekim Yönte	miyle Nanolifli Tekstil Yüzeylerinin
Üretimi ve Termal Karakterizasvonu	

yönünde 220 mm x 100 mm ebatlarında hazırlanan nanolif yüzey numunelerine alev yaklaştırılmış ve 10 saniyelik yanma süresi sonunda alevin nanolif yüzeyler üzerinde bıraktığı tahribat (yanma boyu) ölçülerek tespit edilmiştir.

#### ULGULAR VE TARTIŞMA

#### Fourier Dönüşümlü Kızılötesi (FTIR) Spektroskopisi Analizleri

Bir maddeyi oluşturan atomlar arasındaki bağların titreşimiyle oluşan frekanslara karşılık gelen absorpsiyon piklerini esas alarak organik veya inorganik bileşiklerin karakterize edilmesinde kullanılan bir yöntem olan FTIR analizleri (Büyüksırıt ve Kuleaşan, 2014) ile nanolif yüzeylerin yapısında bulunan fonksiyonel gruplar hakkında bilgi edinilmiştir. Bu çalışmada üretilen nanolif yüzeylere ait FTIR Spektrum grafikleri Şekil 3'te verilmiştir



Şekil 3. Referans (R) ve Borik Asit (BA)Katkılı Numunelerin FTIR Spektrumu.

Poliakrilonitrilin (PAN) kolaylıkla ayırt edilmesini sağlayan karakteristik 2245 cm<sup>-1</sup> C=N gerilme piki ile vinil asetatın (VAc) karakteristik 1738 cm<sup>-1</sup> C=O gerilme piki bütün numunelerin FTIR spektrumlarında tespit edilmiştir. Yine bütün numunelerde P(AN-VAc) polimerinin 3660 cm<sup>-1</sup> OH gerilme, 2925 cm<sup>-1</sup> CH<sub>2</sub> gerilme, 1453 cm<sup>-1</sup> CH<sub>2</sub> bükülme, 1372 cm<sup>-1</sup> CH<sub>3</sub> deformasyon, 1235 cm<sup>-1</sup> C– O gerilme ve 1066 cm<sup>-1</sup> CH<sub>2</sub> gerilme pikleri tespit edilmiştir (Bozdoğan ve ark., 2000; Bozdoğan ve ark., 2004; Tiyek, 2006). Ayrıca borik asit katkılı P(AN-VAc) nanolif yüzeylerin FTIR spektrumlarında yapıda borik asit varlığını gösteren 944, 859 ve 811 cm<sup>-1</sup> BOH bükülme pikleri ile 540 cm<sup>-1</sup> OBO gerilme piki tespit edilmiştir (Esenceli, 2014).

#### Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) Analizleri

Çalışmada sırasıyla R, 30BA, 40B ve 50BA kodlu numunelere ait SEM fotoğrafları Şekil 4 – 7'de verilmiştir.

Nanolif yüzey yapısı çözelti viskozitesi, çözelti içeriğindeki katı madde türleri ve miktarları gibi parametrelerden etkilenmektedir. SEM görüntülerinde borik asit katkılı P(AN-VAc) polimerlerinden nanolif yüzeyleri elde edildiği ve oldukça düzgün bir ağ yapısının oluştuğu gözlemlenmiştir.



Şekil 4. Referans (R) nanolif yüzeyin SEM fotoğrafları a) 5 kX - 10 µm, b) 30 kX - 10 µm.



Şekil 5. 30BA kodlu nanolif yüzeyin SEM fotoğrafları a) 5 kX - 10 µm, b) 30 kX - 10 µm.



Şekil 6. 40BA kodlu nanolif yüzeyin SEM fotoğrafları a) 5 kX - 10 µm, b) 30 kX - 10 µm.



Şekil 7. 50BA kodlu nanolif yüzeyin SEM fotoğrafları a) 5 kX - 10 µm, b) 30 kX - 10 µm.

Esra ARISAL ÇETİN ve İsmail TİYEK	11(1): 771-785, 2021
Borik Asit Katkılı Poliakrilonitril-ko-Vinil Asetat Polimerinden Elektroçekim Yöntemiyle Nanolifl	i Tekstil Yüzeylerinin
Üretimi ve Termal Karakterizasyonu	

Numune	R	<b>30BA</b>	<b>40BA</b>	50BA
Nanolif	152.886	136.48	202.56	187.98
Çapı (nm)	$\pm 65.453$	$\pm 39.273$	$\pm 36.784$	±41.553

Çizelge 3. Borik asit katkılı nanolif yüzeylerin ortalama nanolif çapları

Üretilen nanolif tekstil yüzeylerinin SEM görüntülerinden elde edilen nanolif çaplarının verildiği Çizelge 3 incelendiğinde borik asit katkılı nanoliflerde lif çapları arasında belirli bir ilişkiye rastlanmamıştır. Bu durum, üretilen numunelerin farklı üretim parametrelerine ve farklı çözelti viskozitelerine sahip olmasından kaynaklandığı düşünülmektedir. Borik asit katkılı 30BA ve 40BA kodlu numuneleri arasında katı madde oranı artarken ortalama nanolif çapının da arttığı görülürken 50BA kodlu numunede ise nanolif çapında tekrar bir azalma gözlemlenmiştir. BA katkılı numunelerden sadece 30BA numunesinde R numunesinden daha düşük ortalama nanolif çapı tespit edilmiştir. Dolayısıyla borik asit katkı miktarı ile ortalama nanolif çapı değerleri arasında bir ilişki tespit edilememiştir.

#### Enerji-Dispersive X-Ray Spektroskopisi (EDX) Analizleri

Borik asit katkısız R numunesi ile katkılı 30BA, 40BA ve 50BA kodlu numunelerin EDX analizleri sonucu elde edilen EDX grafikleri Şekil 8'de ve EDX verileri ise Çizelge 4'te verilmiştir.



Şekil 8. Borik asit katkılı ve katkısız olarak üretilen nanolif yüzeylerin EDX grafikleri a) Referans (R), b) 30BA, c) 40BA ve d) 50BA.

Çizelge 4. Borik asit katkılı ve katkısız nanolif yüzeylerin EDX analiz verileri

Numune	Karbon (% Ağırlık)	Azot (% Ağırlık)	Oksijen (% Ağırlık)	Bor (% Ağırlık)
R	79.69	18.75	155	-
30BA	79.84	15.16	2.75	2.11
40BA	81.87	13.27	3.14	2.28
50BA	78.97	15.23	3.30	2.49

Esra ARISAL ÇETİN ve İsmail TİYEK	11(1): 771-785, 2021
Borik Asit Katkılı Poliakrilonitril-ko-Vinil Asetat Polimerinden Elektroçekim Yönter	niyle Nanolifli Tekstil Yüzeylerinin
Üretimi ve Termal Karakterizasvonu	

Çizelge 4 incelendiğinde sadece P(AN-VAc) polimerinden üretilen referans numunesinde çinko ve bor görülmezken BA katkılı numunelerin yapısında bor elementinin varlığı tespit edilmiştir. Ayrıca BA katkılı numunelerde katı madde içeriğindeki borik asit katkı miktarı arttıkça oksijen ve bor miktarında bir miktar artış tespit edilmiştir.

#### Kopma Mukavemeti Test Sonuçları

Üretilen nanolifli tekstil yüzeylerin kopma mukavemeti–uzama testlerinin sonuçları Çizelge 5'te verilmiştir.

	Kopma day	yanımı (kPa)	Uzan	na (%)	Young's me	odülü (MPa)
Numune	Üretim yönüne dik	Üretim yönü	Üretim yönüne dik	Üretim yönü	Üretim yönüne dik	Üretim yönü
R	720	943	5.4	2.8	49.9	76.7
30BA	543.5	698	5.1	3.4	58.3	61.5
40BA	366	873	4.5	3.8	71.1	51.4
50BA	110	862	3.9	4.1	11.7	33.0

Cizelge 5. Nanolifli tekstil yüzeylerinin kopma mukavemeti test sonuçları



Şekil 9. Nanolifli tekstil yüzeylerinin kopma dayanımı grafikleri.

Üretim yönüne dik doğrultudaki kopma dayanımı sonuçları grafiği (Şekil 9.a) incelendiğinde, BA katkılı numunelerin mukavemetlerinin referans numuneye göre daha düşük olduğu gözlemlenmiştir. Bu durumun numunelerde BA partiküllerinin polimer zincirleri arasına girerek boşluk oluşturması ve zincirler arası etkileşimi azaltmasından kaynaklandığı düşünülmektedir. Borik asit katkı oranının artmasıyla mukavemetin düşüş eğilimi içerisinde olması beklenen bir durumdur. Yani borik asit katkılı numuneler referans numuneye göre daha düşük mukavemete sahip olmakla birlikte katkı oranı %30'dan %50'ye doğru çıktığında mukavemette de beklendiği gibi sürekli bir azalma meydana geldiği gözlemlenmiştir. Üretim yönünde yapılan kopma dayanımı test sonuçları grafiği (Şekil 9.b) incelendiğinde ise beklendiği gibi R kodlu referans numunesinin kopma dayanımının tüm numunelerden daha yüksek olduğu, ancak BA katkı oranının artmasıyla ise beklenmedik şekilde kopma dayanımının arttığı tespit edilmiştir.

Üretim yönüne dik doğrultudaki % kopma uzaması değerlerinin grafiği (Şekil 10.a) incelendiğinde R kodlu numune en yüksek % uzama değerine sahip olduğu ve BA katkı oranları arttıkça üretim yönüne dik % uzama değerlerinin de azaldığı tespit edilmiştir. Üretim yönündeki kopma uzaması değerlerinin grafiği (Şekil 10.b) incelendiğinde ise tam tersine R kodlu numune en düşük % uzama değerine sahip olduğu ve BA katkılı numunelerde katkı miktarı arttıkça % uzama değerlerinin de arttığı tespit edilmiştir.



Şekil 10. Nanolifli tekstil yüzeylerinin % kopma uzaması grafikleri.



Şekil 11. Nanolifli tekstil yüzeylerinin Young's Modülü grafikleri.

Üretim yönüne dik doğrultudaki Young's modülü grafiği (Şekil 11.a) incelendiğinde %30 ve %40 borik asit katkılı numunelerin Young's modülü değerlerinin R referans numunesinden daha yüksek olduğu ve %50 BA katkılı numunenin ise Young's modülü değerinin en düşük seviyede olduğu tespit edilmiştir. Üretim yönündeki Young's modülü grafiği (Şekil 11.b) incelendiğinde ise borik asit katkılı numunelerin Young's modülü değerlerinin R numunesinden daha düşük olduğu ve BA katkılı numunelerde katkı oranları arttıkça Young's modülü değerlerinin düzenli olarak daha da azaldığı tespit edilmiştir.

#### Diferansiyel Taramalı Kalorimetre (DSC) Analizleri

Çalışmada üretilen R, 30BA, 40BA VE 50BA kodlu numunelere yapılan DSC analizleri sonucunda elde edilen DSC termogramları Şekil 12'de ve elde edilen DSC verileri Çizelge 6'da verilmiştir.



Şekil 12. Borik asit katkılı ve katkısız nanolifli tekstil yüzeylerinin DSC grafikleri.

#### Esra ARISAL ÇETİN ve İsmail TİYEK

11(1): 771-785, 2021

Borik Asit Katkılı Poliakrilonitril-ko-Vinil Asetat Polimerinden Elektroçekim Yöntemiyle Nanolifli Tekstil Yüzeylerinin Üretimi ve Termal Karakterizasyonu

Numune	Ekzotermik Pik Sıcaklığı (°C)	Ekzotermik Entalpi (ΔH) (J g <sup>-1</sup> )
R	317	-108.2
<b>30BA</b>	327.3	-29.7
<b>40BA</b>	319	-80.4
<b>50BA</b>	329	-29.7

Çizelge 6. Borik asit katkılı ve katkısız nanolif tekstil yüzeylerinin DSC analiz sonuçları

Borik asit katkılı ve katkısız olarak üretilen nanolif tekstil yüzey numunelerine 20 °C dk<sup>-1</sup> ısıtma hızında yapılan DSC analizlerinden elde edilen termogramların hiçbirinde belirgin bir endotermik pik tespit edilememiştir. Bu durum üretilen numunelerde DSC analizlerinin yapıldığı maksimum 400 °C sıcaklığa kadar herhangi bir erimenin meydana gelmediğini göstermektedir. %100 akrilonitril monomerlerinden oluşan PAN homopolimeri termoplastik yapıda olmadığından DSC termogramlarında erime endotermi göstermemesi (Frushour, 1995; Bozdoğan ve ark., 2000; Bozdoğan ve ark., 2004; Tiyek, 2006; Tiyek ve ark., 2019b) beklenen bir durumdur.

Ekzotermik pik sıcaklığı numunelerin degradasyon (bozunma) sıcaklığını, ekzotermik entalpi değerleri ise bozunma sonucu açığa çıkan enerji miktarını ifade etmektedir. P(AN-VAc) lifleri ısıtıldığı zaman poliakrilonitrilin yapısı gereği erimemekte, polimer zincirindeki komşu nitril gruplarının halkalaşmasına sebep olan degradasyon (bozunma) reaksiyonuna maruz kalmaktadır. DSC termogramlarında ekzotermik pik ile kendini gösteren bu durum karbon lif üretiminin de temelini oluşturmaktadır (Frushour, 1995; Bozdoğan ve ark., 2000; Bozdoğan ve ark., 2004; Tiyek, 2006; Tiyek ve ark., 2019b).

Bu çalışmada üretilen borik asit katkısı olmayan ve sadece P(AN-VAc) polimerinden üretilen R referans numunesinde 317 °C civarında kuvvetli bir ekzotermik pik görülmüştür. Bu pikin entalpi değeri ise -108.2 J g<sup>-1</sup> olarak ölçülmüştür. Borik asit katkılı P(AN-VAc) numunelerinde ise daha yüksek sıcaklıklarda ekzotermik pikler görülmüştür. Bunların ekzotermik entalpi değerleri de R numunesine göre çok düşük değerlerde çıkmıştır. Bu değerler borik asit katkısının P(AN-VAc) nanolif yüzeylerinin termal özelliklerini iyileştirdiğini göstermektedir.

#### Termogravimetrik (TGA) Analizler

TGA ölçümleri sonucunda, sıcaklığa bağlı olarak numunenin kütlesinde meydana gelen azalmaları gösteren termogramlar elde edilerek Şekil 13'te verilmiştir.



Şekil 13. Borik asit katkılı ve katkısız nanolif tekstil yüzeylerinin TGA eğrileri.

Esra ARISAL ÇETİN ve İsmail TİYEK	11(1): 771-785, 2021			
Borik Asit Katkılı Poliakrilonitril-ko-Vinil Asetat Polimerinden Elektroçekim Yöntemiyle Nanolifli Tekstil Yüzeylerinin				
Üretimi ve Termal Karakterizasvonu				

Şekil 13'te verilen nanolif yüzeylerine ait TGA grafikleri karşılaştırıldığında BA katkılı numunelerde R referans numunesine göre % - kalıntı miktarlarında artış görülmüştür. Üretilen numunelerin TGA analiz verileri Çizelge 7'de verilmiştir

Numune	Bozunma başlangıç sıcaklığı (°C)	Yarılanma sıcaklığı (°C)	Kalıntı (%)
R	286	359	32.3
<b>30BA</b>	288	403	31.8
<b>40BA</b>	285	360	14.3
<b>50BA</b>	286	445	38.8

Çizelge 7. Borik asit katkılı ve katkısız nanolif tekstil yüzeylerinin TGA analizi sonuçları

Çizelge 7'de verilen TGA analizi sonuçları incelendiğinde, R referans numuneye göre BA katkılı numunelerin bozunma başlangıç sıcaklıkları arasında herhangi bir fark gözlemlenmemiştir. Ancak BA katkılı nanolif yüzeylerin daha R numunesine göre daha yüksek yarılanma sıcaklık değerlerine sahip olduğu görülmüştür. Ancak katkı oranı ile yarılanma sıcaklığı arasında istatistiksel bir ilişki görülmemiştir. 40BA numunesinin yarılanma sıcaklığı R numunesi ile yaklaşık olarak aynı değerde çıkarken, 30BA numunesinin R numunesine göre daha yüksek, 50BA numunesinin ise çok daha yüksek bir yarılanma sıcaklık değerine sahip olduğu gözlenmiştir. 1000 °C sıcaklık sonundaki kalıntı miktarlarında ise 30BA ve 40BA numunelerinde kalıntı miktarının beklenmedik bir şekilde azaldığı 50BA numunesinde ise R numunesinden daha fazla bir kalıntı miktarı olduğu tespit edilmiştir. Literatürde borik asit katkılı hidroksiapatit nanolif üretimi ile yapılan (Küçük ve Evcin, 2014) ve borik asit ve boraks katkılı odun kompozit ile yapılan (Altuntaş ve ark., 2017) çalışmalarda 1000 °C sıcaklık sonunda referans numunelere göre borik asit katkısının düşük olduğu durumlarda kalıntı miktarının çok az arttığı ve katkı miktarının artmasıyla ise hidroksiapatit nanoliflerde %3-4 civarında odun kompozitlerde ise %10 civarında bir artış olduğu görülmektedir. Dolayısı ile bu çalışmadaki TGA analizlerinin literatür ile benzer sonuçlar verdiği (40BA numunesi hariç) görülmektedir.

# Dikey Yanmazlık Analizleri

Belirli bir alev yaklaştırılarak tutuşturulan dikey konumdaki numunede yanma boyu ölçülerek 10 saniyelik bir yanma sonucunda nanolif yüzeylerde oluşan tahribat tespit edilmiştir (Çizelge 8).

Borik asidin dikey yanmazlık testi sonuçlarının grafiği Şekil 14'te verilmiştir.

Numune	<b>R</b> 197		<b>30BA</b> 200		<b>40BA</b>	<b>50BA</b>
Yanma Boyu (mm)					190	173
	200 175 150 125 100 75 50 25 0	197	200	190	173	
	11.275.2 ° 10.90	R	30 BA	40 BA	50 BA	

Çizelge 8. Nanolifli tekstil yüzeylerinin dikey yanmazlık test sonuçları

Şekil 14. Nanolifli tekstil yüzeylerinin yanma boyu verileri grafiği.

Test sonucunda numunenin yanan kısmının uzunluğunu ifade eden yanma boyları incelendiğinde R kodlu numuneye göre kıyaslandığında BA katkı miktarı arttıkça yanma boyunun azaldığı, yani BA miktarının artmasıyla numunenin daha az miktarda yandıktan sonra söndüğü ve dolayısıyla BA miktarındaki artışın yanma olayını zorlaştırdığı söylenebilir. 30 BA numunesinin referans (R) numuneye kıyasla yanma boyunda çok az bir artış olduğu görülmektedir. Bu sonuçtan 30BA numunesinin yanma testinde çok etkili olmadığı ve az miktardaki artışın sebebinin ise 30BA numunesinde nanolif çapı daha ince olması sebebiyle alevle temas eden yüzey alanının daha fazla olmasından kaynaklandığı düşünülmektedir.

#### SONUÇ

Farklı oranlarda borik asit katkılı poliakrilonitril-ko-vinil asetat (P(AN-VAc)) kopolimerlerinden üretilen nanolif tekstil yüzeylerde borik asit katkısının termal özellikler üzerine etkisini incelemek amacıyla yapılan bu çalışmada, öncelikle nanolif yüzeylerin üretimi için uygun elektro çekim parametreleri belirlenmiştir. Bor katkılı nanolif yüzeylerin üretiminin başarıyla gerçekleştirildiği SEM görüntülerinden tespit edilmiştir. Ayrıca üretilen BA katkılı nanolif yüzeylerde BA varlığı hem FTIR analizi hem de EDX analizi ile tespit edilmiştir.

Mukavemet testleri sonucunda borik asit katkısının nanolif yüzeylerin hem üretim doğrultusundaki hem de üretime dik doğrultudaki kopma mukavemeti değerlerinde genel olarak bir düşüşe sebep olduğu gözlemlenmiştir. Bu durumun borik asit partiküllerinin polimer zincirleri arasına girerek zincirler arası etkileşimi azaltmasından kaynaklandığı düşünülmektedir. Uzama değerlerinde ise üretime dik doğrultuda bir azalma ve üretim doğrultusunda ise bir artışa sebep olduğu gözlemlenmiştir.

Yapılan DSC ve TGA termal analizleri borik asit katkılı numunelerin referans (R) numuneye göre ısıl kararlılıklarının arttığını ve daha yüksek sıcaklıklarda bozunduğunu, göstermiştir. Dikey yanmazlık test sonucunda ise borik asit katkılı numunelerin referans numuneye göre daha az miktarda yandıktan sonra daha çabuk söndüğü ve borik asit katkısının yanmayı zorlaştırdığı görülmüştür.

Sonuç olarak elektroçekim yöntemiyle borik asit katkılı nanolif yüzeylerin üretimi başarılı bir şekilde gerçekleştirilmiştir. Üretilen borik asit katkılı nanolif yüzeylerde borik asit katkısı olmayan referans numuneye göre ısıl direnç ve yanmazlık değerlerinin daha iyi olduğu ve dolayısıyla borik asit katkısının nanolifli yüzeylerin bu özellikler üzerinde pozitif yönde katkı yaptığı anlaşılmıştır.

# TEŞEKKÜR

Bu çalışma, Kahramanmaraş Sütçü İmam Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri Koordinasyon Birimi tarafından "2017/1-38YLS" kodlu proje ile desteklenmiştir.

# KAYNAKLAR

- Akgül Ö, 2010. Farklı bor bileşiklerinden çinko borat üretimi. Yıldız Teknik Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Yüksek Lisans Tezi (Basılmış).
- Altuntaş E, Karaoğul E, Alma MH, 2017. Odun-plastik kompozitlerin termal ve yanma özellikleri üzerine borlu bileşiklerin etkisi. Türkiye Ormancılık Dergisi, 18 (3): 247-250.
- BISFA, 2000. Terminology of ManMade Fibres. The International Bureau for the Standardisation of Man-Made Fibres, 2000 Edition (replaces the 1994 edition), 84s, Brussels-Belgium.
- Bozdoğan F, Karacan İ, Kitagawa T, 2000. Characterization of structure and properties of polyacrylonitrile-based acrylic fibers. Journal of Materials Science and Technology, 8 (3): 119-142.
- Bozdoğan F, Karacan İ, Tiyek İ, 2004. Characterisation of Structure and Properties of a Selection of Polyacrylonitrile (PAN)– Based Acrylic Fibers Produced in Turkey. E.Ü. Tekstil ve Konfeksiyon Araştırma – Uygulama Merkezi Yayınları No: 19, ISBN: 975-483-636-1, 79 s, İzmir-Türkiye.

#### Esra ARISAL ÇETİN ve İsmail TİYEK

Borik Asit Katkılı Poliakrilonitril-ko-Vinil Asetat Polimerinden Elektroçekim Yöntemiyle Nanolifli Tekstil Yüzeylerinin Üretimi ve Termal Karakterizasyonu

- Büyüksırıt T, Kuleaşan H, 2014. Fourier dönüşümlü kızılötesi (FTIR) spektroskopisi ve gıda analizlerinde kullanımı. Gıda Teknolojisi Dergisi, 39 (4): 235-241.
- Casper ME, Fitzsimmons JS, Stone JJ, Meza AO, Huang Y, Ruesink TJ, O'Driscoll SW, Reinholz GG, 2010. Tissue engineering of cartilage using poly-ε-caprolactone nanofiber scaffolds seeded in vivo with periosteal cells. Osteoarthritis Cartilage, 18 (7): 981-991, https://doi.org/10.1016/j.joca.2010.04.009.
- Çetiner S, 2011. Polipirol-poli (akrilonitril-ko-vinil asetat) kompozit ince film ve nanolif oluşumu ve karakterizasyonu, İstanbul Teknik Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Doktora Tezi (Basılmış).
- Civelekoğlu H, Tolun R, Bulutçu AN, 1987. İnorganik Teknolojiler 1. İ.T.Ü. Maden Fakültesi Ofset Atölyesi, 307 s, İstanbul-Türkiye.
- Doba Kadem F, Gülşen G, 2014. Polyester esaslı kumaşlara boya banyosuna ilave edilen borlu kimyasallarla güç tutuşurluk özelliği kazandırılması üzerine bir araştırma. Çukurova Üniversitesi Mühendislik Mimarlık Fakültesi Dergisi, 29 (1): 165-171.
- DPT, 1995. Yedinci Beş Yıllık Kalkınma Planı Madencilik ÖİK Endüstriyel Hammaddeler Alt Komisyonu Kimya Sanayii Hammaddeleri Çalışma Grubu Raporu, Ankara-Türkiye.
- Düzyer Ş, 2009. Nanoliflerin yüzey özelliklerinin incelenmesi. Uludağ Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Yüksek Lisans Tezi (Basılmış).
- Esenceli N, 2014. Bor bileşikleri katkılı poliakrilonitril liflerinin üretimi ve termal özelliklerinin belirlenmesi, Kahramanmaraş Sütçü İmam Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Yüksek Lisans Tezi (Basılmış).
- Farsani RE, Raissi S, Shokuhfar A, Sedghi A, 2009 FTIR study of stabilized pan fibers for fabrication of carbon fibers. World Academy of Science, Engineering and Technology, 50: 430-433.
- Frushour BG, Knorr RS, 1985. Acrylic Fibers. In M Lewin, EM Pearce (Eds.), Fiber Chemistry (pp. 171-370), Vol. 4, Marcel Dekker Inc., New York-USA.
- Frushour BG, 1995. Acrylic Polymer Characterization in the Solid State and in Solution. In J. C. Masson (Ed.), Acrylic Fiber Technology and Applications (pp. 197-257). Marcel Dekker Inc., New York-USA.
- Gallo E, Fan Z, Schartel B, Greiner A, 2011. Electrospun nanofiber mats coating—new route to flame retardancy. Polymers for Advanced Technologies, 22 (7): 1205-1210, https://doi.org/10.1002/pat.1994.
- Golmohammadi Rostami S, Sorayani Bafqi MS, Bagherzadeh R, Latifi M, Gorji M, 2015. Multi-layer electrospun nanofiber mats with chemical agent sensor function. Journal of Industrial Textiles, 45: 467-480, https://doi.org/10.1177/1528083715601507.
- Jabur AR, Abbas LK, Moosa SA, 2016. Fabrication of electrospun chitosan/nylon 6 nanofibrous membrane toward metal ions removal and antibacterial effect. Advances in Materials Science and Engineering, 2016: 1-10, https://doi.org/10.1155/2016/5810216.
- Kabasakal FM, 2011. Hammaddeleri Farklı Tekstil Malzemelerine Güç Tutuşurluk Özelliğinin Kazandırılmasında Yeni Uygulamalar. Kahramanmaraş Sütçü İmam Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Yüksek Lisans Tezi (Basılmış).
- Küçük A, Evcin, A, 2014. Elektroeğirme yöntemiyle borik asit katkılı hidroksiapatit nanoliflerin üretimi ve karakterizasyonu. Afyon Kocatepe Üniversitesi Fen ve Mühendislik Dergisi, 14: 319-324.
- Kozanoğlu GS, 2006. Elektrospining yöntemi ile nanolif üretim teknolojisi, İstanbul Teknik Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Yüksek Lisans Tezi (Basılmış).
- Linh NTB, Min YK, Song HY, Lee BT, 2010. Fabrication of polyvinyl alcohol/gelatin nanofiber composites and evaluation of their material properties. Journal of Biomedical Materials Research-Part B Applied Biomaterials, 95B: 184-191, https://doi.org/10.1002/jbm.b.31701.
- Lomakin SM, Zaikov GE, 1999. Ecological Aspects of Polymer Flame Retardancy. VSP International Publication, Utrecht-USA.
- Sarı M, 2008. Değişik minerallerin borik asit çözeltilerinde çözünme kinetiği. İstanbul Teknik Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Yüksek Lisans Tezi (Basılmış).
- Seventekin N, 2001. Kimyasal lifler. E.Ü. Tekstil ve Konfeksiyon Araştırma Uygulama Merkezi Yayınları, 135 s., İzmir-Türkiye.

- Tiyek İ, 2006. Akrilik lif üretiminde koagülasyon banyosu parametrelerinin lif fiziksel özelliklerine etkisi üzerine bir araştırma, Ege Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Doktora Tezi (Basılmış).
- Tiyek İ, Bozdoğan F, 2008. Poliakrilonitril lif üretiminde koagülasyon banyo sıcaklığının lif içyapısına etkisinin geniş açı x-ışınları difraksiyonu ile incelenmesi. Tekstil ve Konfeksiyon Dergisi, 18 (2): 114-120.
- Tiyek İ, Gündüz A, Yalcinkaya F, Chaloupek J, 2019a. Influence of electrospinning parameters on the hydrophilicity of electrospun polycaprolactone nanofibers. Journal of Nanosciece and Nanotechnology, 19 (11): 7251-7260.
- Tiyek İ, Yazıcı M, Alma MH, Karataş Ş, 2019b. The investigation of the electromagnetic shielding effectiveness of multi-layered nanocomposite materials from reduced graphene oxide-doped P(AN-VAc) nanofiber mats/PP spunbond. Journal of Composite Materials, 53 (11): 1541-1553, https://doi.org/10.1177/0021998318806973.
- Vural A, 2006. Bazı çinko boratlı bileşiklerin sentez ve karakterizasyonu. Balıkesir Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Yüksek lisans Tezi (Basılmış).
- Wade B, Knorr R, 1995. Polymerization. In J. C. Masson (Ed.), Acrylic Fiber Technology and Applications (pp. 37-67). Marcel Dekker Inc., New York-USA.
- Wu J, Hong Y, 2016. Enhancing cell infiltration of electrospun fibrous scaffolds in tissue regeneration. Bioactive Materials, 1 (1): 56-64.
- Yalcinkaya F, Hruza J, 2018. Effect of laminating pressure on polymeric multilayer nanofibrous membranes for liquid filtration. Nanomaterials, 8 (5): 1-16, https://doi.org/10.3390/nano8050272.
- Yalcinkaya F, Siekierka A, Bryjak M, Maryska J, 2017a. Preparation of various nanofibrous composite membranes using wire electrospinning for oil-water separation. IOP Conference Series in Material Science and Engineering, 254 (10): 102011, 1-7.
- Yalcinkaya B, Yalcinkaya F, Chaloupek J, 2017b. Optimisation of thin film composite nanofiltration membranes based on laminated nanofibrous and nonwoven supporting material, Desalination and Water Treatment, 59: 19-30, https://doi.org/10.5004/dwt.2016.0254.
- Yalcinkaya F, Siekierka A, Bryjak M, 2017c. Surface modification of electrospun nanofibrous membranes for oily wastewater separation. RSC Advances, 7: 56704-56712, https://doi.org/10.1039/C7RA11904F.
- Zarybnicka L, Bacovska R, Nadvornikova Z, Almonasy N, Syrovy T, 2017. Application of fluorescent label in polymer nanofibers. Advances in Materials Science and Engineering, 2017: 1-6, https://doi.org/10.1155/2017/7583245.
- Zhang C, Du Z, Li H, Ruckenstein E, 2002. Acrylonitrile-co-vinyl acetate with uniform composition via adiabatic, self-heating copoymerization in a concentrated emulsion. Polymer, 43: 2945-2951.