

Ag Katkılı TiO₂ Nanofiberlerin Üretim ve Karakterizasyonu

N.Çiçek BEZİR¹, A. EVCİN², A. OKTAY¹

¹Süleyman Demirel Üniversitesi, Fizik Bölümü, Isparta Türkiye

²Afyon Kocatepe Üniversitesi, Malzeme Bilimi ve Mühendisliği Bölümü, Afyon Türkiye

e-posta: evcin@aku.edu.tr

Geliş Tarihi:22.10.2012; Kabul Tarihi: 11.11.2013

Anahtar kelimeler

"TiO₂", "Gümüş",
"Nanofiber",
"Elektroegirme"

Özet

Bu çalışmada Ag katkılanmış TiO₂ nanofiberler elektro eğirme yöntemi ile elde edilmiştir. Elde edilen nanofiberlerin yapısal özellikleri X-ray difraktometresi ile, mikroyapısal özellikleri taramalı elektron mikroskopu (SEM) ile yapılmıştır. Çözelti konsantrasyonu, çözelti akış hızı ve uygulanan gerilimlerin değişiminin elde edilen nanofiberlerin oluşumuna etkisi incelenmiştir.

Fabrication and Characterization of Ag Doped TiO₂ Nanofiber By Electro spinning Method

Key words

"TiO₂", "Silver",
"Nanofiber",
"Elektrospinning"

Abstract

In this study, Ag doped TiO₂ nanofibers was obtained by electro-spinning method. Structural properties of nanofibers obtained by X-ray diffraction, microstructural characteristics scanning electron microscope (SEM). Concentration of the solution, the solution flow rate and change of the voltage applied to the formation of nanofibers obtained were investigated..

© Afyon Kocatepe Üniversitesi

1.Giriş

TiO₂ kimyasal, elektriksel, optik özellikleri, geniş bir bant aralığına ve geniş bir dalga boyu spektrumuna sahip olmasından dolayı önemli bir inorganik bileşiktir. Bu özellikleri göstermesinden dolayı TiO₂ güneş pillerinde, fotokatalitik uygulamalarda ve daha birçok değişik alanda kullanım alanına sahiptir. TiO₂'in fotoaktivitesini artırmak amacıyla içerisine Ag (Gümüş), gibi soy metaller ilave edilebilmektedir. Ag elementi TiO₂'nin bant aralığının değişmesini sağlarlar. Ag ucuz ve eldesinin de kolay oluşu nedeniyle diğer metallere oranla daha çok tercih edilmektedir.

Nanofiber, nano boyutta olup ipliksi görünüme sahip genellikle çapları 1mikron (1000nm) ve altındaki yapılara denir. Nanofiberler yüksek moleküler oryantasyona sahiplerdir, küçük boyutları sayesinde daha az yapısal kusur taşırlar, bu sayede oldukça iyi mekanik özellikleri vardır, küçük çaplarından ötürü yüzey/hacim oranları veya yüzey/kütle oranları yüksektir, dolayısıyla yüksek spesifik yüzey alanlarına sahiplerdir. Nano liflerin geniş yüzey alanına sahip yapılar oluşturmaları,

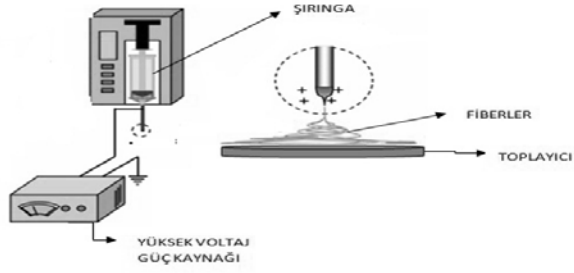
fonksiyonel grupları, iyonları ve çok çeşitli nano seviyedeki partikülleri tutma veya yayma kapasitelerinin yüksek olmasını sağlamaktadır (Celep, 2007).

Elektro eğirme yöntemi sol jel tekniği ile hazırlanmış titanyum dioksit nanofiberleri üretmek için oldukça basit ve çok yönlü bir yöntemdir (Park, Lee ve Hwang, 2011).

Polimer esaslı nanofiberlerin üretiminde en etkin yöntem elektro eğirme yöntemidir. Bu yöntemin en önemli avantajı ise hacmine oranla oldukça yüksek yüzey alanına sahip yüksek gözenekli ve sağlam nanofiberlerin üretilmesidir. Başka bir avantajı ise ucuz bir yöntem oluşudur.

2. Materyal ve Metot

Elektro eğirme yöntemi deney düzeneği Şekil 1'de verilmiştir. Temel olarak besleme ünitesi yani şırınga, toplayıcı ve yüksek voltaj güç kaynağından oluşur.



Şekil 1. Elektro eğirme deney düzeneği

Elektro üretim yöntemi nanometre mertebelerinde çapa sahip lif yapmak için hızlı ve basit bir yöntemdir. Bu yöntem ile özellikle birim kütleden elde edilecek yüzey alandaki artış ve sonucunda ortaya çıkan gözeneklilikle birlikte hem filtre sektöründe hem de tıbbi sektörlerde büyük bir kullanım alan oluşturmuştur (Kozanoğlu, 2006).

Elektro eğirme işleminde bir şırıngaya takılı iğnenin ucunda ya da kapilerin ucunda asılı olan polimer çözelti damlasına elektrik akımı uygulanır. Kapiler ucuna beslenen polimer çözeltisinin akış hızı bir pompa ile kontrol edilir ya da yerçekimiyle damla oluşması sağlanır. Elektrot ya polimer çözeltisinin içine batırılır ya da kapilerin ucuna bağlanır. Uygulanan elektrik alan, damlayı, "Taylor Konisi" olarak adlandırılan koni şekline girmeye zorlar. Belirli bir voltaj değeri aşıldığında elektriksel kuvvet baskın hale gelir ve Taylor Konisinin ucundan yüklü polimer jeti fıskırır. Buharlaşma ve bükülme kararsızlıkları yardımıyla jet katılaşıp fiberler elde edilir (Çakmakçı, 2009).

Bu çalışmamızda nanofiber elde etmek için kullanılacak olan TiO₂ çözeltisinin hazırlanması aşamasında ilk olarak; etil alkol içerisinde belirli oranlarda; tetrabutil ortotitanat (C₁₆H₃₆O₄Ti) ve dietanolamin (C₄H₁₁NO₂) ilave edilerek ve oda sıcaklığında berrak sol olana kadar manyetik karıştırıcı içinde karıştırılmıştır. Karıştırma işlemi devam ederken TiO₂ çözeltisinin içerisine belirli oranda polietilenglikol HO(C₂H₄O)_nH çok yavaş bir şekilde eklenmiştir. TiO₂ çözeltisi hazırlandıktan sonra ikinci olarak gümüş katkılanmış TiO₂ çözeltisi başka bir yerde tekrar hazırlanmıştır. Bunun için uygun olacak oranda AgNO₃ tartılmış ve tartılan AgNO₃ etil alkol içinde çözünmesi sağlanmıştır. Çözünmüş olan AgNO₃, TiO₂ çözeltisine ilave edilmiş ve manyetik karıştırıcıda bir süre

karıştırılmıştır. Ardından fiberleşmeyi sağlaması amacı ile çözelti içerisine PVP (C₆H₉NO)_n etanol içerisinde çözülerek eklenmiştir. Nanofiberler cam altlıklar üzerine elde edilmeden önce cam altlıkların temizliği aşağıdaki 4 aşama ile yapılmıştır.

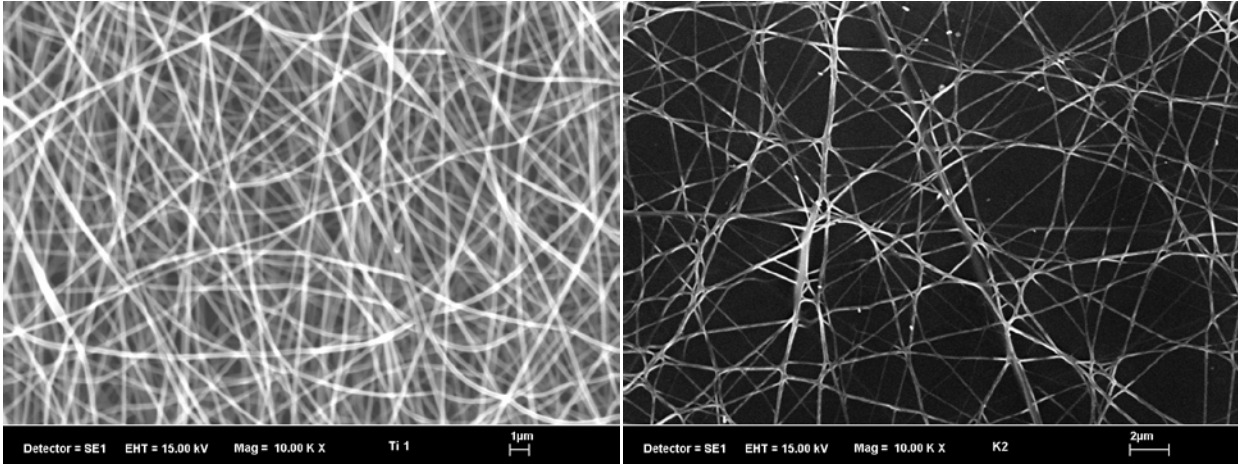
1. İlk kaba NaOH çözeltisi eklenir. Cam altlık içine atılarak 10 dakika beklenir. Süre sonunda cam kaptan alınıp temiz bir ortamda kurutulur.
2. İkinci kaba konulmuş olan saf su içerisine kuruyan altlık konulur. 10 dakika beklenir ve kuruması için dışarıya alınır.
3. Altlık bu kez üçüncü kapta bulunan H₃PO₄ çözeltisi içerisine konulur. 10 dakika beklenir ve kuruması için dışarıya alınır.
4. Son aşamada 2. Aşama tekrar edilir. Ve altlık temizleme işlemimiz tamamlanmış olur.

Hazırlanan çözelti 5ml'lik paslanmaz çelik uçlu şırınga içerisine çekilerek elektro eğirme deney düzeneğine yerleştirilir. Uzaklık sabit tutulup uygulanan gerilim değiştirilerek yani farklı elektrik alanlarda nanofiberler üretilmiştir. Üretilen nanofibeler 500 °C de yaklaşık 2 saat ısıtılıp tutularak PVP'nin uzaklaşması ve kristalize Ag katkılı TiO₂ nanofiberlerin oluşması sağlanmıştır.

3. Bulgular

Şekil 2'de ısıtılıp işlem öncesi ve sonrasında elektro eğirme yöntemi ile üretilen TiO₂ nanofiberlerin SEM ile çekilmiş görüntüleri verilmektedir. Şekil 2'den de anlaşılacağı gibi hiç bir boncuklanma olmadan fiberler başarıyla üretilebilmiştir. Isıtılıp işlem görmeden önce nanofiberlerin çapları ortalama 218.6 nm iken ısıtılıp işlem sonrası 111.3 nm mertebesine küçülmüştür ve bu da beklenen bir durumdur.

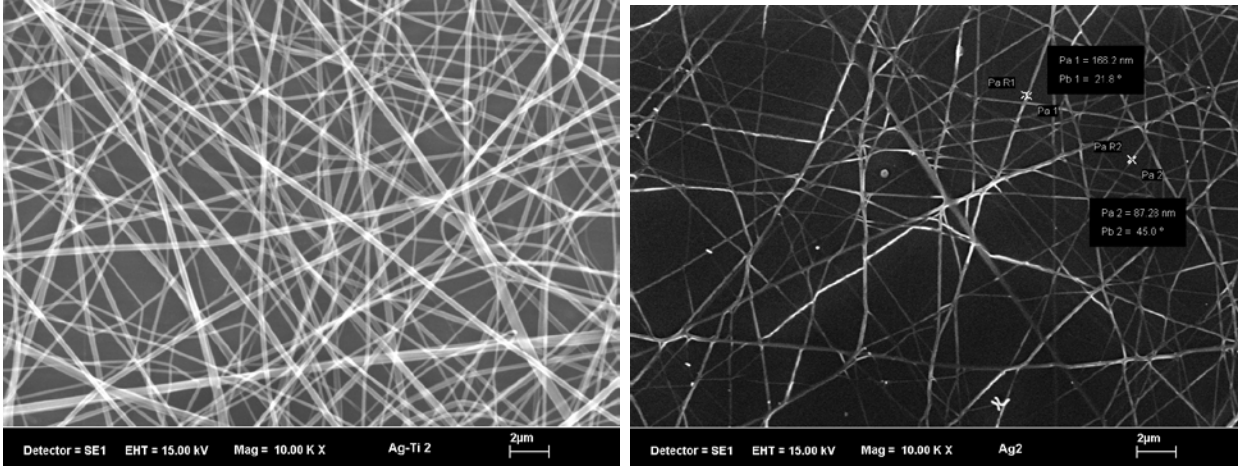
Şekil 3'de ısıtılıp işlem öncesi ve sonrasında elektro eğirme yöntemi ile üretilen gümüş katkılanmış TiO₂ nanofiberlerin SEM ile çekilmiş görüntüleri verilmektedir. Şekil 3'den de görüleceği gibi herhangi bir boncuklanma olmadan fiberler başarıyla üretilebilmiştir. Isıtılıp işlem görmeden önce nanofiberlerin çapları ortalama 342.6 nm iken ısıtılıp işlem sonrası 207.3 nm mertebesine düşmüştür.



Isıl işlem öncesi

Isıl işlem sonrası

Şekil 2. Elektro eğirme yöntemi ile üretilmiş katkısız TiO₂ nanofiberlerin , ısıl işlem öncesi ve sonrası SEM görüntüsü , (10.00 KX büyütme)

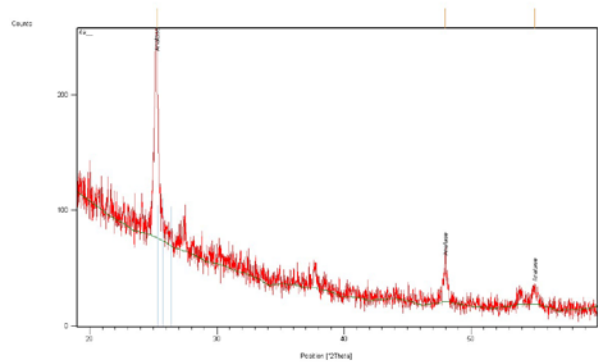


Isıl işlem öncesi

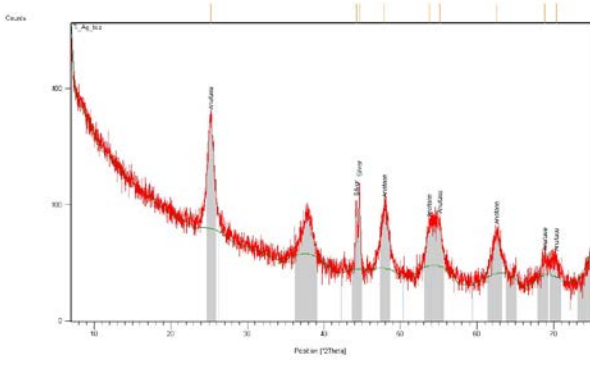
Isıl işlem sonrası

Şekil 3. Elektro eğirme yöntemi ile üretilmiş Ag-TiO₂ nanofiberlerin ısıl işlem öncesi ve sonrası SEM görüntüsü , (10.00 KX büyütme)

Şekil 4’da TiO₂’in kristal yapısını belirleyebilmek için çekilen XRD grafiği verilmektedir. Grafikten TiO₂’in anataz formunda tetragonal yapıda kristal yapının olduğu görülmektedir. TiO₂’nin için anataz formu düşük sıcaklıklarda kararlı olduğu için bu değişik uygulama alanları için istenilen bir durumdur. Şekil 5’de ise TiO₂’e gümüş katkılıktan sonra elde edilen XRD grafiği görülmektedir. Burada da yine TiO₂’in anataz formunun yanında gümüş pikleri de görülmektedir. Gümüş TiO₂’in katalizör etkisini artırdığı için bu çalışmada katkı maddesi olarak seçilmiş ve başarılı bir şekilde katkılanmıştır.



Şekil 4. TiO₂ jel tozuna ait XRD grafiği



Şekil 5. Ag-TiO₂ jel tozuna ait XRD grafiği

4. Tartışma ve Sonuç

Elektro eğirme yönteminde üretilen nano fiberlerin özelliklerini; konsantrasyon, kılcal uç ve metal toplayıcı arasındaki mesafe, en uç noktadaki potansiyel, akış hızı gibi parametreler etkilemektedir.

Ag katkılı nanofiberlerin çok düzgün şekilde elektro eğirme yöntemi ile elde edilebildiği görülmüştür. Fiberlerin üzerinde herhangi bir topaklanma ya da boncuklanma görülmemektedir. Isıl işlem sonrası ile PVP nin uzaklaşması nedeniyle yapıda kopmalar meydana gelmiştir.

Çözeltiden elde edilen tozun XRD ölçümleri alınmış ve TiO₂ anataz kristal yapısı elde edilmiştir.

Teşekkür

Süleyman Demirel Üniversitesi Proje Birimine 3158_YL_12 No'lu BAP Projesinde bu çalışmayı desteklediği için teşekkür ederiz.

Kaynaklar

- Celep, Ş., 2007. Nanoteknoloji Ve Tekstilde Ugulama Alanları , Çukurova Üniversitesi , Fen Bilimleri Enstitüsü.
- Çakmakçı, E., 2009. Elektrospinning Yöntemi İle Yeni Polimerik Malzemelerin Sentezi Ve Karakterizasyonu, Kozanoğlu , G., 2006. Elektrospinning Yöntemiyle Nanolif Üretim Teknolojisi , İstanbul Teknik Üniversitesi , Fen Bilimleri Enstitüsü.
- Park , J.Y., Hwang , K.J., Lee , J.W., Ve Lee , I.H., 2011. Fabrication and characterization of electrospun Ag doped TiO₂ nanofibers for photocatalytic reaction, *J Mater Sci (2011) 46:7240–7246*.
- Süslü , A., Özdemir , M., Tekmen , Ç., Çelik, E., Cöcen, Ü., 2009. Gümüş Katkılı TiO₂ Nanofiberlerin Elektro-eğirme Yöntemi ile Üretilmesi ve Karakterizasyonu, *Anadolu Üniversitesi Bilim ve Teknoloji Dergisi, Cilt/Vol.:10-Sayı/No: 1 : 277-284*.