

ELEKTRO-EĞİRME YÖNTEMİ BOR KATKILI ALUMİNYUM ASETAT NANOLİF MALZEMELERİN ELDESİ

İbrahim USLU*

Selçuk Üniversitesi, Ahmet Keleşoğlu Eğitim Fakültesi, Meram Yenyol, Meram Konya

Özet

Bu çalışmada önce elektro-eğirme sistemi ve bileşenleri anlatılmış ve daha sonra bu sistemi kullanarak çözelti-Pelte (Sol-Gel) yöntemiyle poly vinyl alkol (PVA) ve alüminyum asetat kullanılarak hazırlanan polimer çözeltinin nanolif olarak eldesi ve karakterizasyonu hakkında bilgi verilmiştir.

Anahtar Kelimeler: Elektro-eğirme, çözelti-pelte, Poly vinyl Alkol, alüminyum asetat, nanolif

FABRICATION OF BORON DOPED ALUMINUM ACETATE NANOFIBERS BY ELECTROSPINNING

Abstract

In this study firstly electrospinning process and its components briefly given. Then using this system polyvinyl alcohol and aluminium acetate sol-gel polymer prepared and nanofiber obtained by electro spinning of the polymer solution. Finally characterization of these structures have been explained.

Key Words: Electrospinning, sol-gel, polyvinyl alcohol, aluminum acetate

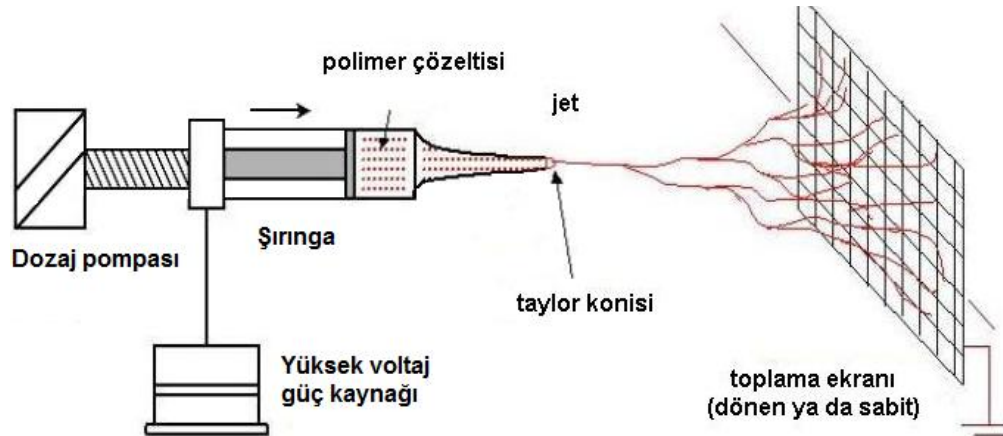
* E-posta: iuslu@selcuk.edu.tr

1. Giriş

Seramik, polimer ve kompozit nanolif ve nanotüpler, nanoteknolojinin en cazip malzemelerinden sayılmaktadırlar. Boyutlarının küçük, yüzey alanlarının büyük olmasından dolayı, çeşitli uygulamalar için eşsiz mekanik, optik, elektronik, manyetik ve kimyasal özellikler sağlarlar [1-7].

Nano lif üretimi elektro fibrilasyon, meltblowing, bikomponent elyaf üretim yöntemi gibi çeşitli yöntemlerle yapılabilir: Elektro-eğirme (electrospinning) tekniği, son zamanlarda nano boyutta lif üretimi için sıkça kullanılmaktadır. Bu teknikte, polimer uygun bir çözücüde çözülür veya ısı ile eritilir, bir ucu kapalı ve daralan öbür ucunda küçük bir delik bulunan cam bir pipetin içine yerleştirilir. Daha sonra polimer çözeltisi/eriği ve pipetin açık ucunun yakınındaki bir toplayıcı levhaya 50 kv'a kadar gerilim uygulanır.

Elektro-eğirme sisteminin temelde 4 bileşeni vardır: (i) yüksek voltaj güç kaynağı, (ii) dozaj pompası (iii) şırınga ve (iii) metal malzemeden yapılmış bir toplaç. Elektro-eğirme düzeneği Şekil 1 de görülmektedir. Bu teknikte ilk aşamada polimer uygun bir çözücüde çözülür. Çözelti şırıngalara alınır ve dozaj pompasına yerleştirilir. Dozaj pompası istenilen akıma ayarlanır ve çalıştırılır. Yüksek voltaj kaynağı açılır. Metal toplaç ile dozaj pompası arasına uygulanan yüksek voltaj kritik değere ulaştığında, şırınganın ucunda asılı bir damlacık olarak duran çözelti, jet biçiminde ve elektriksel olarak yüklenmiş olarak toplaca doğru hareket etmeye başlar, eğirmeye başlanır. Voltajın kritik değere ulaşmasından hemen önce, yani elektriksel itme kuvvetleri yüzey gerilimini yemeden az önce, damlacık ucunda "Taylor konisi" adı verilen bir şekil oluşur. Elektrik alanı biraz daha arttırıldığında çözeltinin yüzey gerilimi uygulanan elektrostatik kuvvetlere karşı gelemmez ve jet koni şeklini almış damlacıktan toplayıcıya doğru fırlar. Şırınganın ucundan çıkan jette elektrostatik itme kuvvetlerinden dolayı kıvrılma hareketi gözlenir. Bu jet, kıvrılma hareketinin ve jet içindeki çözücünün buharlaşmasıyla incelik ve toplaçta nano boyutta rasgele olarak lifler halinde birikir.



Şekil 1. Elektro-eğirme sistemi

Bu çalışmada elektro-eğirme yöntemi ile aluminyum asetat nanolif üretimi gerçekleştirilmiştir. Alumina yüksek sıcaklık uygulamalarında ve uzay araştırmalarında en fazla kullanılan seramik malzemesidir. Ayrıca toksik ağır metallerin soğurularak uzaklaştırılmasında da kullanılmaktadır. Kimyasal soğurma büyük oranda yüzey alanına bağlı olduğundan, elektro-eğirme yöntemi yüksek yüzey alanına sahip nano lifler oluşturulması hususunda büyük bir potansiyele sahiptir.

Alumina seramik malzemeler üretmek için başlangıç maddesi olarak aluminyum asetat veya aluminyum nitrat kullanılmaktadır. Elektro-eğirme tekniği ile alumina lif üretimi için gereken çözeltinin hazırlanmasında çözelti-pelte (sol-gel) yöntemi kullanılmıştır. Hazırlanan çözeltinin viskozitesini ayarlayabilmek için başlangıç malzemeleri olan Al asetat veya Al nitrat ya polivinil alkol (PVA) ya da poli etilen oksitle (PEO) karıştırılmış ve ardından çözelti elektro-eğirme yöntemi uygulanmıştır. Al nitrat kullanılması durumunda nitrat iyonunun mevcudiyetinden dolayı elde edilen lifler epey su çekici olmaktadır. Ancak bunlar arasındaki itme kuvvetlerinden dolayı bu liflerin toplanması son derece zor olmaktadır. Dolayısıyla elektro-eğirme yöntemi için en uygun sistem PVA /Al asetat sistemidir [6].

2. Deneysel ve Tartışma

2.1. Malzemeler

Deneysel molekül ağırlığı (MA) 72000 olan PVA (Merck), % 99 saflıktaki Alüminyum asetat ($\text{CH}_3\text{CO}_2 \text{Al}(\text{OH})_2$) (Sigma-Aldrich) ve çözücü olarak da deiyonize ultra saf su kullanılmıştır.

2.2. PVA/Al asetat kompozitinin hazırlanması

PVA suda zor çözüldüğü için %10 luk sulu PVA çözeltisi 80 oC de üç saat karıştırılarak hazırlanmıştır. 10 gr alüminyum asetat (%10 luk) deiyonize suda 60 oC de çözdürülmüş ve çok iyi karıştırılarak 60 oC de PVA çözeltisine eklenmiş ve aynı sıcaklıkta su banyosunda çözelti üç saat karıştırılmıştır. PVA/ Al asetat çözeltisi 20 ml'lik plastik şırıngalara alınarak güç kaynağından gelen elektrotun bir ucu şırınga iğnesine bağlanmıştır. Güç kaynağının diğer ucu ise alüminyum folyo ile sarılmış toplaca bağlanmıştır. Deneysel şırınga iğnesi ile toplac arasındaki mesafe 13 cm olacak şekilde yerleştirilmiş ve güç kaynağı 20 kV yüksek akıma ayarlanarak elektro-eğirme cihazının toplacında biriken lifler 70 oC'de vakum altında etüvde 12 saat boyunca kurutulmuştur.

3. Tartışma ve Sonuçlar

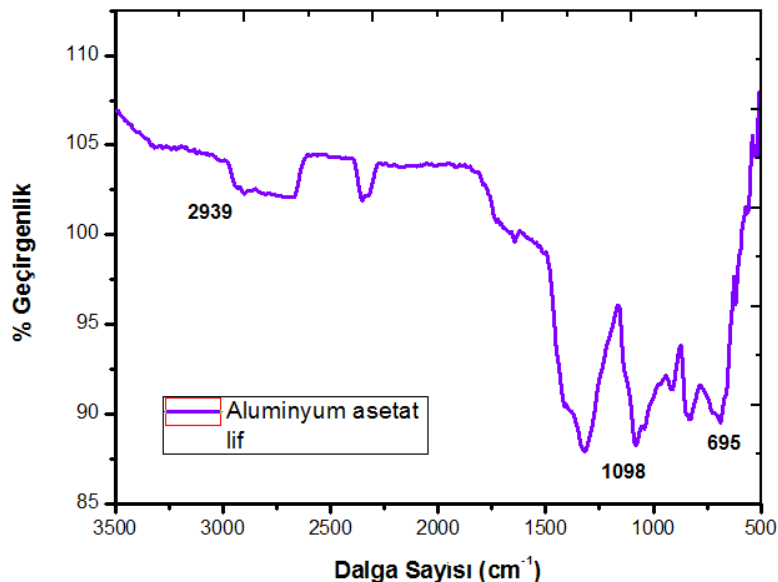
3.1. Fiziksel özellikler

PVA/Al çözeltisinin viskozitesi AND marka SV-10, iletkenliği TetraCon 315i/Set ve pH değeri ise pH 315i/Set ile ölçülmüş olup Çizelge 1'de verilmektedir.

Çizelge 1. PVA/Al asetat liflerin fiziksel özellikleri

	PVA/Al
Viskozite (mPa/S)	1.23
İletkenlik (mS/cm)	15.73
pH	3.26

3.2. Fourier dönüşümlü IR spektroskopisi (FTIR) analizleri



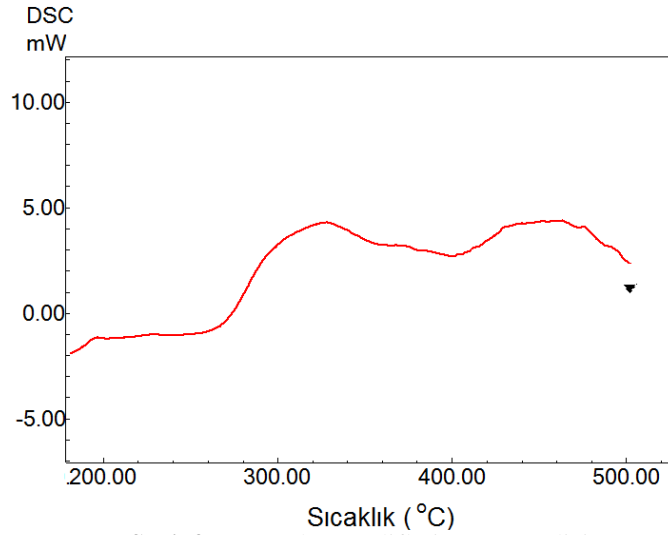
Şekil 2. PVA/Al asetat liflerin FT-IR spektrumu

PVA/Al asetat liflerin FT-IR spektrumu Şekil 2 de verilmektedir. Spektrumlar 500-4000 cm^{-1} dalgaboyu aralığında Shimadzu IRPrestige-21 model FT-IR spektrometresi ile alınmıştır. Şekil 2 de 2939 cm^{-1} de görülen titreşim frekansı C-H karakteristik gerilme titreşim bantıdır. 1098 cm^{-1} de görülen gerilme titreşim bandı ise C-O-C bağıdır.

göstermektedir. Benzer şekilde 695 cm⁻¹ de görülen titreşim bandının da O-B-O bükülme bandı literatür değerleriyle örtüştüğü düşünülmektedir.

3.3. Diferansiyel tarama kalorimetresi (DSC)

Elektro-eğirme tekniği ile elde edilen nanoliflerin termal özelliklerin eldesi için Shimadzu DSC-60 diferansiyel taramalı kalorimetre (DSC) kullanılmıştır. Analiz sırasında azot atmosferi altında sıcaklık önce örnek 200 oC'a kadar ısıtılmış daha sonra oda sıcaklığına kadar soğutulduktan sonra 10 °C / dk hızla 500 oC'a kadar ısıtılarak DSC analizleri kaydedilmiş ve sonuçlar topluca Şekil 3' te verilmiştir.

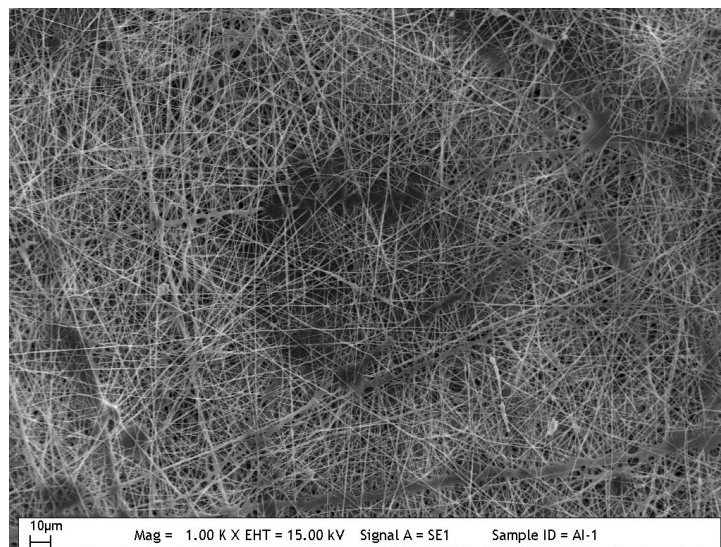


Şekil 3. PVA/Al asetat liflerin DSC analizi

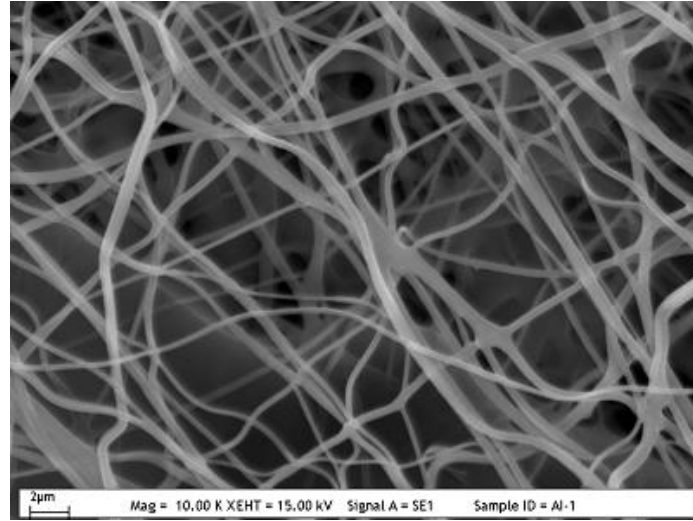
Şekil 3'den görüleceği üzere PVA/Al asetat liflerin 264 °C da başlayan ısıl bozunum sıcaklığı 358 °C da tamamlanmış ancak daha yüksek sıcaklıklarda 402 °C da başlayan polimerlerin bozunma eğrisi 500 °C ye kadar giden bir tepe yapmıştır.

3.4. Taramalı elektron mikroskobu

Şekil 4 ve 5'te Ni-filtreli Cu K kullanılarak JEOL JSM (5410 Lv) model taramalı elektron mikroskopuyla çekilen liflerin morfolojik görüntüleri verilmektedir. Şekil 4 liflerin oldukça homojen kalınlıkta boncuklanma içermediği açıkça görülmektedir. Şekil 5 daha büyütülmüş olan görüntüde liflerin 300-500 nm boyutunda olduğu görülmektedir.



Şekil 4. PVA/Al asetat liflerin SEM görüntüsü



Şekil 5. PVA/Al asetat liflerin büyütülmüş görüntüsü

4. Sonuçlar

Elektro-eğirme tekniği, son zamanlarda nano boyutta lif üretimi için sıkça kullanılmaktadır. Bu çalışmada elektro-eğirme yöntemi ile alüminyum asetat nanolif üretimi ve karakterizasyonu hakkında bilgi verilmiştir. Karakterizasyonda kullanılan Fourier Dönüştümlü IR Spektroskopisi (FTIR) analizlerinin literatür değerleriyle örtüştüğü görülmüştür. Ayrıca Diferansiyel Tarama Kalorimetresi (DSC) cihazı kullanılarak yapılan analizlerde polimer liflerin bozunum sıcaklıkları tespit edilmiş daha sonra taramalı elektron mikroskobu yardımıyla yapılan morfolojik görüntülerde liflerin homojen kalınlıkta boncuklanma içermediği ve çaplarının 300-500 nm boyutunda olduğu görülmüştür.

Teşekkür

Bu çalışma 106T630 Proje kodu ile TÜBİTAK tarafından desteklenmektedir. liflerin SEM çekimlerinde yardımcı olan Evren Çubukçu'ya, liflerin iletkenliğinin ölçülmesinde kullandığımız dört nokta cihazı için Prof.Dr. Kadir PEKMEZ'e ve cihazın kullanımında yardımlarını esirgemeyen Fulya CANLI'ya, ODTÜ Nükleer Uygulamalar Laboratuvarını bizlere açan, aynı zamanda yukarıda belirtilen projenin de danışmanı olan Prof.Dr. Güngör GÜNDÜZ'e teşekkürlerimi sunarım.

Kaynaklar

- [1] Dai H., Gong J., Kim H., Lee D., "A novel method for preparing ultra-fine alumina-borate oxide fibres via an electrospinning technique", *Nanotechnology* 13: 674-677, (2002).
- [2] Venkatesh R., Ramanan S. R., Effect of organic additives on the properties of sol-gel spun alumina fibres" *Journal of the European Ceramic Society* 20: 2543-2549, (2000).
- [3] Tang C.C., Elssfah E.M., Zhang J., Chen D.F., *Nanotechnology* 17: 2362-2367, (2006).
- [4] Azad A.M., Noibi M., Ramachandran M., "Fabrication and Characterization of 1-D alumina (Al₂O₃) Nanofibers in an Electric Field", *Bull. Pol. Ac.: Tech.* 55 (2): 195-201, (2007).
- [5] Panda P. K., Ramakrishna S., "Electrospinning of alumina nanofibers using different precursors", *J Mater Sci* 42: 2189-2193, (2007).
- [6] Lin D., Pan W., Wu H., "Morphological Control of Centimeter Long Aluminum-Doped Zinc Oxide Nanofibers Prepared by Electrospinning", *J. Am. Ceram. Soc.*, 90 (1): 71-76, (2007).
- [7] Azad A., "Fabrication of transparent alumina (Al₂O₃) nanofibers by electrospinning", *Mater. Sci. Eng.A* 435-436: 468-473, (2006).