



Manufacturing and characterization of photochromic slurry/PVA nanocomposite mats: Determination of appropriate molecular weight for electrospinning

Hayriye Hale Aygün^{1,2*}

¹Department of Material Science and Engineering, Kahramanmaraş Sutcu Imam University, 46050, Kahramanmaraş, Türkiye

²Department of Design, Vocational School of Technical Sciences, Kahramanmaraş Sutcu Imam University, 46050, Kahramanmaraş, Türkiye

Highlights:

- Electrospinning of photochromic slurry-loaded PVA nanocomposite mats
- Effect of polymer molecular weight on morphological property and photochromic efficiency
- Optimum morphological and photochromic characteristics with PVA 14/88 polymer

Keywords:

- Electrospinning
- Molecular weight
- Nanocomposite
- Photochromism
- Polyvinyl alcohol

Article Info:

Research Article

Received: 04.11.2023

Accepted: 04.05.2024

DOI:

10.17341/gazimmfd.1385994

Acknowledgement:

This study was supported by Kahramanmaraş Sutcu Imam University Scientific Researches and Projects Unit with grant number of 2021/3-25M.

Correspondence:

Author: Hayriye Hale Aygün
e-mail: hsolak@ksu.edu.tr
phone: +90 535 963 3764

Graphical/Tabular Abstract

PVA-based nanocomposite mats were manufactured by electrospinning of photochromic slurry loaded polymer solutions. The effects of polymer molecular weight on electrospinnability, photochromic efficiency, mat thickness, pore size and nanofiber diameter were experimentally investigated and it was concluded that PVA 14-88 polymer was the most suitable polymer among studied samples by means of previously mentioned parameters.

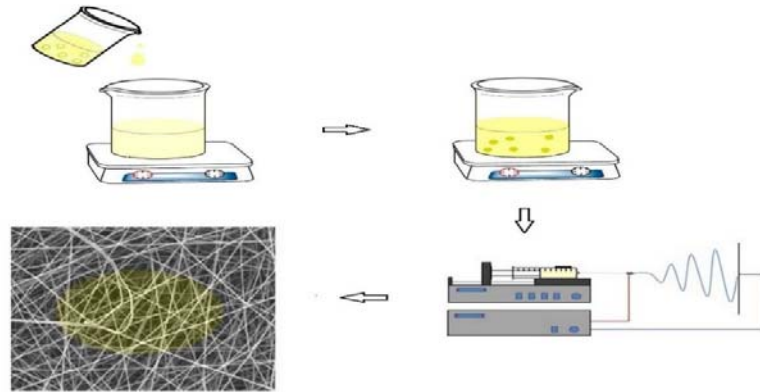


Figure A. Fabrication of PVA nanocomposite mats with yellow photochromic agent

Purpose: This study was performed for examining the effect of polymer molecular weight on fabrication of electrospun mats with photochromic efficiency.

Theory and Methods: Three types of PVA polymers having different molecular weights but identical hydrolysis degree were dissolved in distilled water and 12 wt% polymer solutions were obtained by stirring mixture via a hot plate magnetic stirrer. PVA polymer solutions was cooled down to room temperature and then loaded with 4 wt% photochromic slurry. Homogeneous PCS loaded polymer solutions were electrospun with identical process parameters and ambient conditions (Figure A). Densities of PCS-loaded polymer solutions were measured and UV-Vis spectrophotometric analysis was performed for each polymer solution. Nanocomposite mats electrospun from these solutions were characterized by FTIR, FESEM and UV-Vis spectrophotometer analysis in order to observe morphological, structural and photochromic properties. The thickness of these nanocomposite mats was also measured.

Results: Increasing molecular weight of polymer in polymer solution lead to increase on average fiber diameter and mat thickness but fabrication of large pore-sized mat with high pore size variation. Even with the finest nanofiber producibility, surface imperfections were observed in nanocomposite mats electrospun from PVA 5-88 which had the lowest molecular weight among the studied PVA polymers. Absorbance range of photochromic slurry loaded polymer solutions was found as wider than those of electrospun mats but further from photochromic agent activation range.

Conclusion: PVA 14-88 polymer having moderate molecular weight exhibited optimum characteristic properties due to its appropriate polymer solution density, possibility to make a consistent relationship between pore size and nanofiber diameter, producibility of nano-scale electrospun fibers and outstanding photochromic efficiency. Electrospinning process contributed to reach the absorbance range on which photochromic agent was activated due to its ability of triggering nanofiber entanglement on nanocomposite mats.



Fotokromik madde katkılı PVA nanokompozit yüzey üretimi ve karakterizasyonu: Elektrospinning işlemi için uygun polimer molekül ağırlığının tespiti

Hayriye Hale Aygün^{1,2*}

¹Kahramanmaraş Sütçü İmam Üniversitesi, Malzeme Bilimi ve Mühendisliği Anabilim Dalı, 46050, Onikişubat, Kahramanmaraş, Türkiye

²Kahramanmaraş Sütçü İmam Üniversitesi, Teknik Bilimler Meslek Yüksekokulu, Tasarım Bölümü, 46050, Onikişubat, Kahramanmaraş, Türkiye

ÖNEÇİKANLAR

- Fotokromik mikrokapsül içeren dispersiyon katkılı PVA nanokompozit yüzey üretimi
- Polimer molekül ağırlığının morfolojik ve fotokromik özellikler üzerindeki etkisi
- 14/88 PVA polimeri ile optimum düzeyde morfolojik ve fotokromik özelliklerin sergilenmesi

Makale Bilgileri

Araştırma Makalesi

Geliş: 04.11.2023

Kabul: 04.05.2024

DOI:

10.17341/gazimmfd.1385994

Anahtar Kelimeler:

Elektrospinning,
fotokromik dispersiyon
çözelti,
molekül ağırlık,
nanokompozit,
polivinil alkol

ÖZ

Fotokromik malzemeler, baskı işlemi ya da emdirme yöntemiyle tekstil esaslı yüzeylere uygulansalar da afinitelerinin düşük olmasından dolayı kullanımları sınırlı kalmıştır. Bu çalışmada eş değer hidroliz derecesine ancak farklı molekül ağırlığına sahip polivinil alkol (PVA) polimerleri kullanılarak, %12(%wt)'lik polimer çözeltileri hazırlanmış ve %4 (%wt) fotokromik madde ilavesi sonrasında elektrospinning işlemi gerçekleştirilmiştir. Hazırlanan çözeltilerin yoğunlukları ölçülmüş ve UV-Vis spektrofotometrik analizleri gerçekleştirilmiştir. Bu çözeltilerden üretilen elektrospun nanokompozit yüzeylerin yapısal, morfolojik ve UV-Vis karakterizasyonları FTIR, FESEM ve UV-Vis spektrofotometre analizlerinden faydalanılarak incelenmiş ve yüzeylerin kalınlıkları ölçülmüştür. Polimer molekül ağırlığı arttıkça ortalama nanolif çapının ve nanokompozit yüzey kalınlığının arttığı, gözenek boyut varyasyonu yüksek ve daha geniş gözenekli elektrospun yüzeylerin üretildiği tespit edilmiştir. Düşük polimer molekül ağırlığına sahip PVA 5-88 numunesinde, düşük viskozite değerinden dolayı yüzey düzgünlüğünün bozulduğu ve en ince nanolif üretimin elde edildiği gözlenmiştir. Çalışılan numuneler arasında ortalama molekül ağırlığına sahip olan PVA 14-88 numunesinin ise çözelti yoğunluğu, üretilen ortalama nanolif çapı değeri, lif çapı/gözenek boyutu ilişkisi ve fotokromik etkinlik açısından elektrospinning işlemi için en uygun molekül ağırlığına sahip PVA polimer tipi olduğu görülmüştür. Hazırlanan çözeltilerin ve üretilen elektrospun yüzeylerin UV-Vis spektrumları incelendiğinde ise, elektrospinning yönteminin özellikle PVA 17-88 numunesi olmak üzere numunelerin absorpsiyon değerinin farklılaşmasında etkili olduğu tespit edilmiştir.

Manufacturing and characterization of photochromic slurry/PVA nanocomposite mats: Determination of appropriate molecular weight for electrospinning

HIGHLIGHTS

- Electrospinning of photochromic slurry-loaded PVA nanocomposite mats
- Effect of polymer molecular weight on morphological property and photochromic efficiency
- Optimum morphological and photochromic characteristics with PVA 14/88 polymer

Article Info

Research Article

Received: 04.11.2023

Accepted: 04.05.2024

DOI:

10.17341/gazimmfd.1385994

Keywords:

Elektrospinning,
photochromic slurry,
molecular weight,
nanocomposite,
polyvinyl alcohol

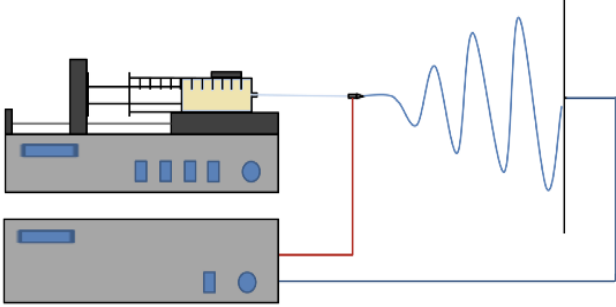
ABSTRACT

Though the application of photochromic agents onto textile-based surfaces with the help of printing process or padding technique, their usability have been limited due to their low substantivity. In this study, 12 wt% polymer solutions were prepared with use of three different polyvinyl alcohol (PVA) pellets having identical hydrolysis degree but different molecular weights. Electrospinning was performed after addition of 4 wt% photochromic slurry (PCS) into these polymer solutions. Densities of photochromic slurry-loaded polymer solutions were measured and UV-Vis spectrophotometric analysis was performed for each polymer solution. Nanocomposite mats electrospun from these photochromic slurry-loaded polymer solutions were characterized by FTIR, FESEM and UV-Vis spectrophotometry analysis in order to observe morphological, structural and photochromic properties. Thickness of these nanocomposite mats were also measured. Increase in polymer molecular weight lead to increase on average fiber diameter and mat thickness but fabrication of large pore-sized mat with high pore size variation. Even the finest nanofiber handling, surface imperfections were observed in nanocomposite mats electrospun from PVA 5-88 having the lowest molecular weight among the studied PVA polymers. PVA 14-88 polymer having moderate molecular weight exhibited optimum characteristic properties due to its appropriate polymer solution density, producibility of nano-scale electrospun fibers, possibility to make a consistent relationship among pore size, nanofiber diameter and photochromic efficiency. When UV-Vis spectrums of PCS loaded-polymer solutions and electrospun mats were compared, electrospinning technique caused to a differentiation in absorbance value, especially in PVA 17-88.

*Sorumlu Yazar/Yazarlar / Corresponding Author/Authors : hsolak@ksu.edu.tr / Tel: +90 535 963 3764

1. Giriş (Introduction)

Fonksiyonel tekstillerin üretiminde nanolif esaslı yapılar yaygın şekilde kullanılmaktadır. Nanolif üretimini mümkün kılan çeşitli teknikler [1-4] bulunmasına rağmen elektrospinning yöntemi en yaygın kullanılan teknik olarak bilinmektedir. Bunun nedeni ise, diğer tekniklerin laboratuvar ölçekli olmasına rağmen elektrospinning yönteminin farklı karakteristiklere sahip yüzey üretimini mümkün kılması, çalışma ve çözelti parametrelerinin değiştirilebilirliğine olanak tanınması, farklı özellikte polimer tiplerinin kullanılabilir olması ve diğer üretim yöntemlerine göre endüstriyel alanlara uygulanabilirlik açısından ciddi potansiyele sahip olması olarak sıralanmaktadır [5]. Elektrospinning işlemi sayesinde, polimer esaslı olan malzemelerin tek başına ya da katkılandırılarak işlenebilirliği uygun şartlar altında mümkün olmaktadır böylece polimer esaslı fonksiyonel nanokompozit yapıların üretimi sağlanmaktadır. Katkılı ya da katkısız polimer esaslı çözeltinin şırınga pompası sayesinde, yüksek voltaj kaynağı vasıtasıyla yaratılan elektrostatik alana kesintisiz olarak beslenmesi ve elektrostatik alan farkı sonucu incelen polimer jetin kollektör üzerinde istiflenmesi sonucunda yüzey eldesi mümkün olmaktadır (Şekil 1). Çözülmuş ya da eriyik formda polimer esaslı akışkan malzemenin giriş materyali olarak kullanıldığı elektrospinning yönteminde, elektrostatik alanda eğrilebilirliğin mümkün olması için kullanılan giriş materyalinin uygun akışkanlığa sahip olması önem arz etmektedir. Çözelti parametreleri altında incelenen akışkanlık düzeyi eğrilebilirlik açısından diğer çözelti parametreleri (polimer moleküler ağırlığı, polimer çözünürlüğü, çözelti konsantrasyonu, yüzey gerilimi, çözücü iletkenliği, pH değeri ve katkı maddesi kullanımı) ile beraber değerlendirilmelidir. Ancak bu sayede uygun işlem (kollektör tipi, voltaj, nozzle-kollektör mesafesi, besleme hızı, iğne çapı) ve çevresel parametreler (sıcaklık, nem, basınç) altında eğrilebilirlik mümkün olmaktadır [5-7].



Şekil 1. Tek iğneli yatay elektrospinning işlemi ile nanolif üretiminin şematik gösterimi
(Schematic illustration of nanofiber manufacturing via single-needle horizontal electrospinning process)

PVA hidroksil ve asetil gruplarından oluşan bir kopolimer olarak bilinmektedir. Hidroksil gruplar %50 den çok olduğunda polivinil alkol, asetil gruplar %50 den çok olduğunda ise polivinil asetat olarak tanımlanmaktadır. Hidroksil gruplardaki oran değişimi sonucunda hidroliz derecesi farklılaşmakta ve polimerin çözünürlüğü hidroliz derecesi arttıkça zorlaşmaktadır [8, 9]. Polar çözücüler içerisinde çözünebilir PVA polimerinin çözünürlüğü hidroliz derecesi ve moleküler ağırlığı ile ilişkilendirilmektedir [10]. Çözücü içerisinde çözünebilmesi ve iyi film oluşturma özellikleri nedeniyle elektrospinning yöntemi ile yüzey üretiminde yaygın şekilde kullanılan bu polimer, toksik olmaması, biyouyumluluğu, kısmen biyobozunur olması ve iyi optik özellikler sergilemesinden dolayı da biyomedikalden yapı sektörüne geniş bir endüstriyel alanda popüler şekilde kullanılmaktadır [11-14].

Fotokromik malzemeler uygun ışık kaynağına maruz bırakıldıklarında renk değişimine neden olan malzemeler olarak bilinmektedirler. Fotokromik malzemelerin geniş kullanım alanına

sahip olmalarına rağmen tekstil esaslı yapılarda kullanımları afinitelerinin düşük olmasından dolayı sınırlıdır [15-18]. Literatürde fotokromik özellikli elementlerin çözelti içerisine eklenmesi sonucu farklı yöntemlerle nanolif üretimi [19-22], fotokromik boyarmadde mikrokapsüllerinin emdirme ya da baskı yöntemiyle kumaş üzerine uygulanması [23,24] ve fotokromik madde içeren polimer eriyiğinden sentetik lif üretim teknikleri ile lif eldesi [25] üzerine farklı araştırmalar mevcuttur. Fotokromik maddeler tekstil esaslı yüzeylerde yenilikçi bir etki yaratmak için bir fırsat gibi gözükse de ticari açıdan istenilen etkiyi yakalayamamış, bu durumun nedeninin ise endüstriyel fotokromik maddelerin konvansiyonel yöntemlerle tekstil esaslı yüzeylere uygulanmasında karşılaşılan sorunlardan kaynaklandığı rapor edilmiştir [26]. Elektrospinning yöntemi ucuz, basit, mikro/nano boyutta lif üretimini sağlayan, bu liflerden farklı kalınlıklarda yüzey eldesini mümkün kılan, üretilen lif içeriğine müdahale edilmesine olanak tanıyan polimer kimyası, tekstil mühendisliği, akışkanlar dinamiği ve temel fizik gibi bilimsel alanları içeren disiplinler arası bir üretim yöntemidir [27]. Fotokromik madde ilavesi sonucu üretilen elektrospun yüzeylerin fonksiyonel yüzey üretimine yenilikçi bir yaklaşım getirmesi mümkündür. Khatri vd. [28] iki farklı fotokromik boya kullanarak elektrospinning yöntemi ile UV ışığa duyarlı PVA nanolifler üretmişlerdir. Ürettikleri yüzeyin kod kaydı yapabilen ve optik depolama sistemlerinde kullanılabilir bir nanomalzeme olduğunu iddia etmişlerdir. Park vd. [29] altın nano-kafes sistemler ile katkılandırdıkları polikaprolakton (PCL) polimer çözeltilerinden eş eksenli elektrospinning yöntemiyle ilaç salınımı yapan elektrospun yüzeyler üretmişler ve bu yüzeylerin yakın kızıl ötesi ışık (NIR) altında kontrollü ilaç salınımı yapan sistemler olduklarını belirtmişlerdir. Li vd. [30] siyah fosfor nanotabakalar ile takviyelendirdikleri ipek serisin/polilaktik-ko-glikolik asit polimer çözeltilerinden elektrospinning yöntemiyle nanolifler üretmişler ve üretilen yüzeylerin mükemmel fototermal özellik sergilediğini ifade etmişlerdir. Pham Nguyen vd. [31] polioksalat çözeltisi içine ışığa duyarlı klorin e6 molekülü ilave etmişler ve eş eksenli elektrospinning yöntemiyle hücre kültüründe kullanılacak membranlar üretmişlerdir. İlgili çalışmalar incelendiğinde, fotokromik özellikli elektrospun yüzeylerin biyomedikal ve optik uygulamalar gibi geniş kullanım alanlarında araştırmalara konu oldukları görülmektedir. Ancak mevcut çalışmalarda toz fotokromik mikrokapsüllerin ya da fotokromik özellikli inorganik bileşiklerin polimer çözeltisi içerisine ilavesi sonrasında elektrospinning yöntemiyle yüzey eldesinin sağlandığı görülmektedir.

Bu çalışmada aynı hidroliz derecesine ancak farklı moleküler ağırlığa sahip PVA polimerleri kullanılarak elektrospinning yöntemiyle yüzey üretimi gerçekleştirilmiştir. İşlem (uygulanan voltaj, kollektör-nozle mesafesi, besleme hızı, eğirme süresi, iğne çapı, kollektör tipi, besleme tipi) ve çevresel (ortam sıcaklığı ve nem oranı) parametreler sabit tutularak, %4 fotokromik mikrokapsül içeren dispersiyon ilave edilen %12 polimer konsantrasyonuna sahip polimer çözeltilerinden elektrospun lifler üretilmiştir. Bu liflerden üretilen yüzeylerin morfolojik, fiziksel ve renk değişim özelliklerinin moleküler ağırlığa bağlı değişimi kıyaslanmıştır. Çalışma sonucunda karakterize edilen özellikler açısından optimum değerlere ulaşılabilmesi için uygun PVA moleküler ağırlığı tespit edilmiştir. Fotokromik mikrokapsül içeren dispersiyon katkılı polimer çözeltilerinden elektrospinning yöntemi ile nanolif eldesi ya da yüzey üretimi üzerine herhangi bir çalışma olmaması bu çalışmayı mevcut çalışmalardan ayırmaktadır.

2. Deneysel Metot (Experimental Method)

2.1. Malzemeler ve Hazırlama Teknikleri (Materials and Preparation Techniques)

Çalışmada kullanılan farklı moleküler ağırlığına sahip PVA polimerleri ACN Kimya A.Ş. (Adana, Türkiye) den temin edilmiştir. PVA polimerlerinin özellikleri Tablo 1 de verilmiştir. PVA polimer çözeltilerini hazırlamak için distile su kullanılmıştır. Katkı olarak

kullanılan fotokromik malzeme ise NANOEN-Api Corp (Seoul, Kore) firmasının tedarik edilen sıvı dispersiyon formda fotokromik (photochromic slurry) malzemedir. Beyaz renkte, kokusuz, çözücü içerisinde çözünmeyen ancak su içerisinde dağılıbilir formdadır ve temel ana bileşenleri polioksümetilen melamin (CAS:9003-08-01), 3,3-Diphenyl-3H-naphtho[2,1-b] pyran (sarı renkli boyarmadde, CAS: 4222-20-2) ve ultra saf su (CAS:7732-18-5) olarak tanımlanmıştır. Katı madde miktarı $\%45 \pm 5$ ve fotokromik mikrokapsül boyutu 3-10 μm olarak belirtilmiştir.

Tablo 1. Çalışmada kullanılan PVA polimerlerinin özellikleri (Properties of PVA polymers used in this study)

	Polimerizasyon derecesi	Molekül ağırlığı	Hidroлиз derecesi
PVA5-88	500	22000	$\%88$
PVA14-88	1400	61600	$\%88$
PVA17-88	1700	74800	$\%88$

Aynı hidroliz derecesine ancak farklı molekül ağırlığa sahip PVA polimerleri kullanılarak, polimer konsantrasyonu $\%12$ olan çözeltiler hazırlanmıştır. PVA polimer çözeltileri distile su içerisinde 3 h 90°C sıcaklıkta manyetik karıştırıcıda karıştırılarak elde edilmiştir [32,33]. Homojen polimer çözeltilerinin oda sıcaklığına kadar soğuması beklenmiş, polimer çözeltilerine katı madde oranına kıyasla $\%4$ PCS ilave edilmiş ve ilgili karışımlar 60 min boyunca oda sıcaklığında manyetik karıştırıcıda karıştırılmıştır. Elde edilen karışımlar 10 mL enjektörlere çekilerek, 21 G iğne kullanımıyla yatay elektrospinning düzeneğinde düz kollektör kullanılarak elektrospinning işlemine tabi tutulmuşlardır. Elektrospinning yöntemiyle lif üretimi esnasında işlem parametreleri (15 kV voltaj, 0,5 mL/h besleme hızı, 10 cm nozzle-kollektör mesafesi), çevresel parametreler ($23 \pm 2^\circ\text{C}$ ve $\%45$) ve eğirme süreleri (30 min) sabit tutulmuştur. Şekil 2’de hazırlanan polimer çözeltileri ve yapılan üretime dair görseller verilmiştir.



Şekil 2. Elektrospinning işlemi ve PCS katkılı PVA polimer çözeltilerinin görüntüleri

(Views of electrospinning process and photochromic slurry loaded PVA polymer solutions) (a) katkısız PVA 14/88; (b) PVA 5-88 + $\%4$ PCS; (c) PVA 14/88 + $\%4$ PCS; (d) PVA 17-88 + $\%4$ PCS

2.3. Numunelerin karakterizasyonu (Characterization of samples)

Farklı molekül ağırlığına ve polimerizasyon derecesine sahip PVA polimerleri kullanılarak hazırlanan $\%4$ PCS ilaveli polimer çözeltilerinin viskozite değerleri KSU-ÜSKİM laboratuvarlarında bulunan Kapilar Viskometre (Capillary Viscometer) cihazı kullanılarak tespit edilmiştir. Elektrospun yüzeylerin morfolojik yapıları GAUN-ULUTEM laboratuvarlarında bulunan ZEISS marka GeminiSEM 300 model alan emisyonlu taramalı elektron mikroskobu (FESEM) cihazı kullanılarak incelenmiştir. FESEM analizi öncesinde tüm numuneler Emitech marka SC7620 model kaplama cihazı kullanılarak altın/paladyum (80/20) alaşımı ile kaplanmıştır. Elektrospun yüzeylerdeki ortalama lif çapları 20 farklı ölçüm

sonucunda elde edilmiştir. Elektrospun yüzeylerde yapı içerisindeki olası bağ oluşumlarını incelemek amacıyla, KSU-ÜSKİM laboratuvarlarında bulunan Perkin Elmer Spektrum 400 marka cihaz kullanılarak $4000-400\text{ cm}^{-1}$ dalga sayısı aralığında fourier dönüşümlü kızılötesi spektroskopisi (FTIR) analizi yapılmıştır. Yüzeylerdeki fotokromik etkinliğin ölçümleri KSU-ÜSKİM laboratuvarlarında bulunan Shimadzu marka UV-1800 model UV-Vis spektrofotometre cihazı kullanılarak 200-800 nm dalga boyu aralığında ölçülmüştür [34,35]. Testler sırasında çözeltiler için kör numune (blank) olarak $\%4$ PCS katkılı $\%12$ PVA 14/88 kodlu numune kullanılmıştır. 0,001 hassasiyette ölçüm yapan Mitutoyo Absolute dijital kalınlık ölçme cihazı kullanılarak elektrospun yüzeylerin kalınlıkları ölçülmüştür. Ortalama kalınlık değerleri her bir numune için 5 adet ölçüm sonucunda alınan ortalama değerlere aittir. Yüzeylerdeki gözenek boyutları ise FESEM analizi sonucunda elde edilen görüntüler üzerinden ImageJ yazılımı ile ölçülmüş ve her bir numune için 20 adet ölçüm sonucunda ortalama gözenek boyutu tespit edilmiştir.

3. Sonuçlar ve Tartışmalar (Results and Discussions)

3.1. Viskozite ölçümleri (Viscosity measurements)

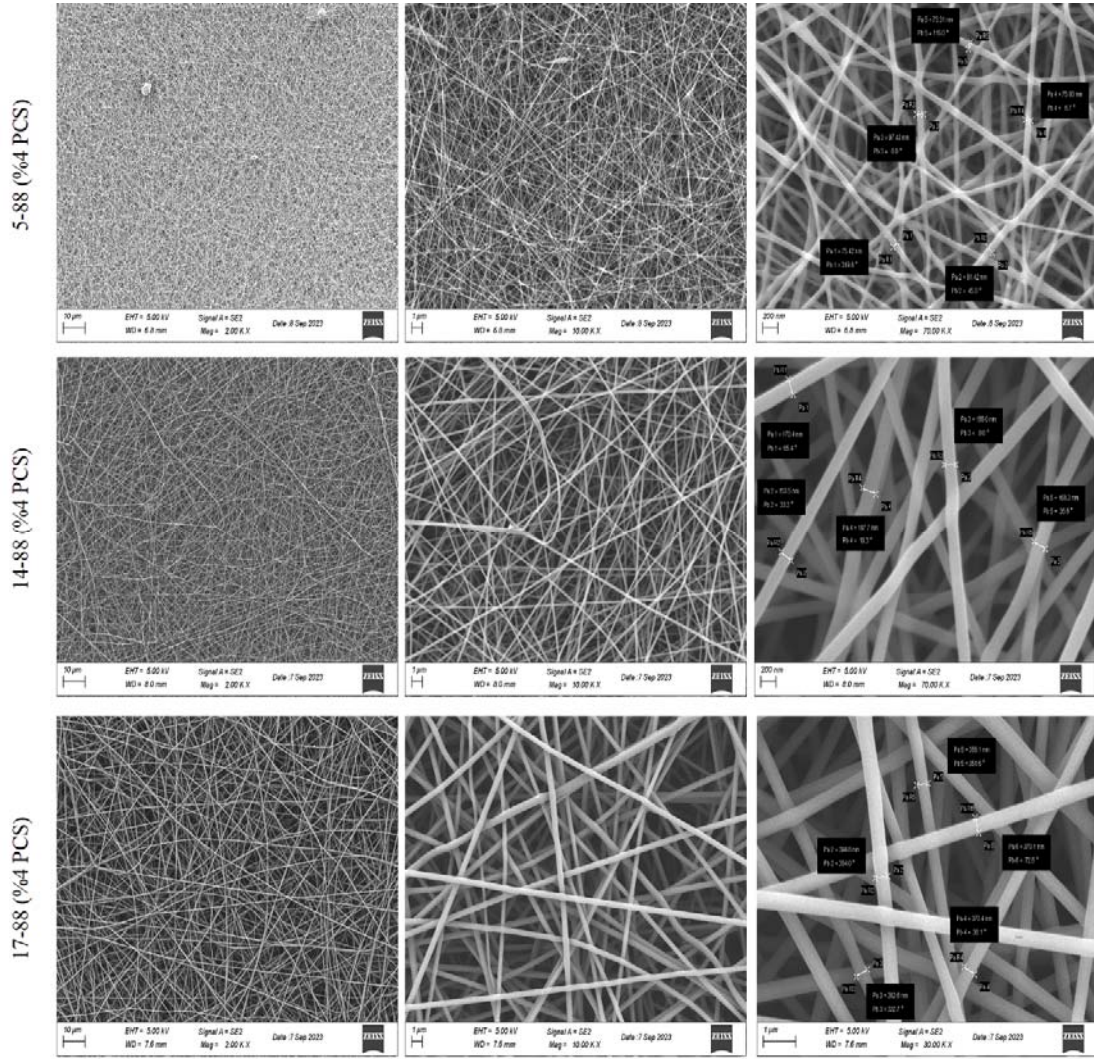
Tablo 2’de $\%4$ PCS ilaveli polimer çözeltilerinin yoğunlukları verilmiştir. Viskozite ölçümlerinde kinematik ve dinamik viskozite olmak üzere iki farklı kantitatif değer elde edilmekte, bunlardan dinamik viskozite akışkan içerisindeki akışmazlık kuvvetlerini tanımlamakta kullanılırken kinematik viskozite akışkan içerisindeki atalet ve akışmazlık kuvvetlerini tanımlamakta kullanılmaktadır [36]. Dinamik ve kinematik viskozite arasındaki ilişki temelde yoğunluğa dayanmaktadır [36,37]. Mwiiri vd. [38] PVA polimer çözeltilerinin viskozite ve elektriksel iletkenlik değerlerinin, çözelti hazırlamada kullanılan PVA polimerinin molekül ağırlığı ve konsantrasyonu değeri arttıkça arttığını rapor etmiştir. Çalışmada hazırlanan PCS katkılı çözeltilerde ise, çözelti hazırlamada kullanılan polimerlerin molekül ağırlıkları arttıkça çözelti viskozite değerlerinin arttığı görülmektedir. Molekül ağırlık sabitken konsantrasyon arttığında ya da konsantrasyon sabitken molekül ağırlık arttıkça viskozite artmaktadır. Viskozitedeki artış, polimer çözeltisi içerisindeki viskoelastik kuvvetlerde artışa neden olduğundan elektrospinning işlemi zorlaşmaktadır [39,40]. Bu nedenle elektrospinning işlemi için hazırlanan polimer çözeltileri içerisinde bulunan toplam katı madde miktarının ayarlanması ve kullanılan polimerin molekül ağırlığı önem arz etmektedir. Çalışılan polimer çözeltileri arasında en düşük ve yüksek viskozite değerlerinin sırasıyla PVA 5/88 ve PVA 17/88 numunelerinde mevcut olduğu tespit edilmiştir.

Tablo 2. PCS katkılı PVA polimer çözeltilerinin yoğunlukları (Densities of PCS loaded PVA polymer solutions)

Numune adı	Yoğunluk (g/L)	Kinematik viskozite (mm^2/sec)
$\%12$ PVA 5/88 + $\%4$ PCS	1038	8,8072
$\%12$ PVA 14/88 + $\%4$ PCS	1049	8,8116
$\%12$ PVA 17/88 + $\%4$ PCS	1054	8,8536

3.2. Alan Emisyonlu Taramalı Elektron Mikroskobu (FESEM) Analizi (Analysis of Field Emission Scanning Electron Microscopy)

Farklı molekül ağırlığına sahip PVA polimer çözeltilerine $\%4$ PCS ilavesi sonrasında elde edilen elektrospun yüzeylerin FESEM mikrografileri Şekil 3’de görülmektedir. PVA 5/88 numunesinde boncuk oluşumlarının var olduğu ve yüzey düzgünlüğünün diğer numunelere kıyasla daha düşük olduğu görülmektedir. Düşük viskozite değerlerinde polimer jet, yüzey geriliminden dolayı kollektöre ulaşırken kırılmakta ve elektrosprenleme sonucunda polimer damlacıkları kollektöre ulaşmakta ya da viskoelastik



Şekil 3. PCS katkılı PVA elektrospun yüzeylerin FESEM mikrografileri (FESEM micrographs of PCS loaded PVA electrospun mats)

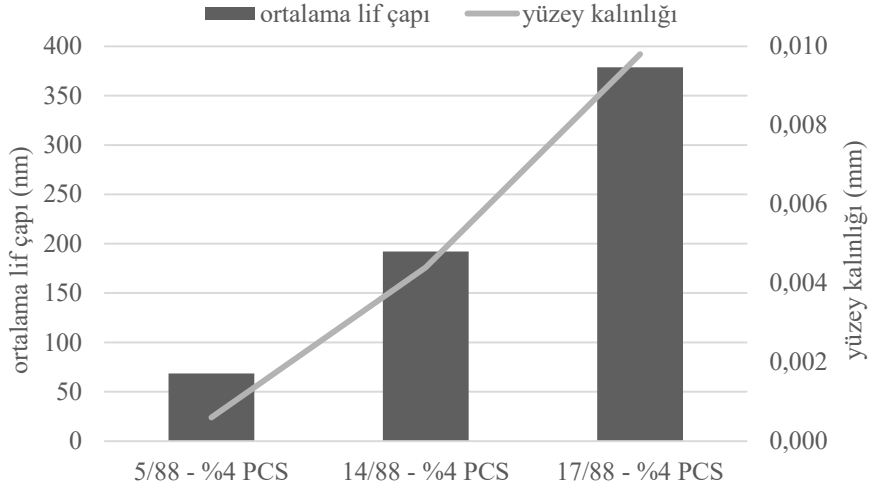
kuvvetlerden dolayı boncuk oluşumu gözlenmektedir [41]. Ortalama nanolif çaplarının %4 PCS ilaveli PVA 5/88, PVA 14/88 ve PVA 17/88 numuneleri için sırasıyla 68,42 nm, 192,03 nm ve 378,58 nm olduğu tespit edilmiştir. Moleküler ağırlık arttıkça daha kalın nanolif oluşumu söz konusu olmuştur. Çözeltiler içerisindeki polimer konsantrasyonu ve PCS katkısı miktarı sabit tutulmasına rağmen, viskozite tayininde çözeltilerin yoğunluklarının değiştiği bu durumun farklı molekül ağırlığına sahip polimerlerin kullanımıyla ilişkili olduğu tespit edilmiştir. Buna göre moleküler ağırlık ve dolayısıyla viskozitedeki artış ile ortalama nanolif çapında artış olduğu ve elde edilen verilerin literatür ile uyumlu olduğu görülmüştür [42].

3.3. Nanokompozit Yüzeylerin Kalınlıkları (Thickness of Nanocomposite Surfaces)

%4 PCS katkılı PVA polimer çözeltilerinden elde edilen elektrospun yüzeylerin kalınlıkları Şekil 4'de verilmiştir. Ortalama yüzey kalınlıklarının moleküler ağırlık arttıkça arttığı ve numunelerin ortalama lif çapları ile orantılı olduğu görülmektedir. En kalın (0,0098 mm) ve en ince (0,0006 mm) elektrospun yüzey eldesinin sırasıyla PVA 17/88 ve PVA 5/88 polimer çözeltilerinden eğrilen yüzeylerde ölçüldüğü tespit edilmiştir. Elektrospinning işlem parametrelerinin aynı olduğu dikkate alındığında, düşük moleküler ağırlıkta ince lif üretimi ve dolayısıyla ince yüzey eldesi mümkün olmuştur [43,44].

3.4. Gözenek Boyutu Ölçümü (Pore Size Measurement)

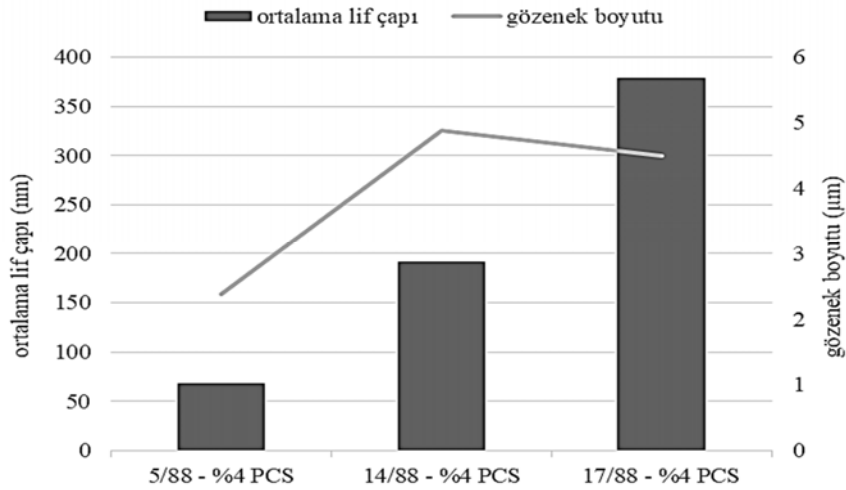
Üretilen elektrospun yüzeylerin ortalama gözenek boyutları, alınan FESEM görüntüleri üzerinden alınan 20 farklı ölçüm sonucunda ImageJ yazılımı ile ölçülmüştür. Tablo 3 de verilen değerler incelendiğinde, 17-88 PCS numunesinin gözenek boyutu varyasyonunun diğer numunelerden yüksek olduğu ve en geniş gözenek boyutunun bu numunede mevcut olduğu görülmektedir. 5-88 ve 14-88 numunelerinde ölçülen ortalama gözenek boyutlarının sırasıyla 2,376 µm ve 4,874 µm olduğu tespit edilmiştir. Bu numunelerde ortalama gözenek boyutu ve ortalama lif çapı arasındaki bağlantı uyumlu bulunmuştur. Numune kalınlıkları kıyaslandığında ise ortalama lif çapı azaldıkça kalınlığın azaldığı gözlenmiştir. PVA 14/88 numunesinin ortalama lif çapının PVA 5/88 numunesinin ortalama lif çapının yaklaşık 2 katı olduğu ve bu numune ile üretilen yüzey kalınlığının PVA 5/88 numunesinin kalınlığının yaklaşık 8 katı olduğu tespit edilmiştir. PVA 17/88 numunesinde ise, PVA 14/88 numunesinin ortalama lif çapı ve yüzey kalınlığının yaklaşık 2 katı değerine ulaşıldığı görülmektedir. Tüm bu parametreler göz önüne alındığında 17-88 numunesinin, çalışılan numuneler arasında en kalın lif üretimini sağladığı, paketleme yoğunluğunun düşük olduğu ve kalın lif üretimini mümkün kılmasından dolayı yüzey kalınlığının yüksek çıktığı tespit edilmiştir [45]. Ortalama lif çapı ve gözenek boyutu ilişkisi Şekil 5'de kıyaslamalı olarak örneklendirilmiştir.



Şekil 4. PCS katkıli PVA elektrospun yüzeylerin kalınlıkları (mat thickness of PCS loaded PVA electrospun surfaces)

Tablo 3. PVA/PCS nanokompozit elektrospun yüzeylerin gözenek boyutları (pore size of PVA/PCS nanocomposite electrospun surfaces)

		Alan (μm^2)	Açı ($^\circ$)	Ortalama uzunluk (μm)
%12 PVA 5-88 + %4 PCS	Ortalama	0,074	-26,658	2,376
	Standart sapma	0,028	92,570	0,919
	Minimum	0,031	-176,775	0,001
	Maksimum	0,141	150,018	4,545
%12 PVA 14-88+ %4 PCS	Ortalama	0,146	-60,340	4,874
	Standart sapma	0,049	90,505	1,650
	Minimum	0,075	-172,626	2,485
	Maksimum	0,241	175,011	8,061
%12 PVA 17-88 + %4 PCS	Ortalama	0,0137	-59,218	4,495
	Standart sapma	0,051	91,281	1,675
	Minimum	0,062	-161,565	2,037
	Maksimum	0,297	176,760	9,757



Şekil 5. Ortalama lif çapı/gözenek boyutu ilişkisi (relationship between average fiber diameter and pore size)

3.5. Fourier Dönüştürülmü Kızılötesi Analizi (Fourier Transform Infrared Spectroscopy)

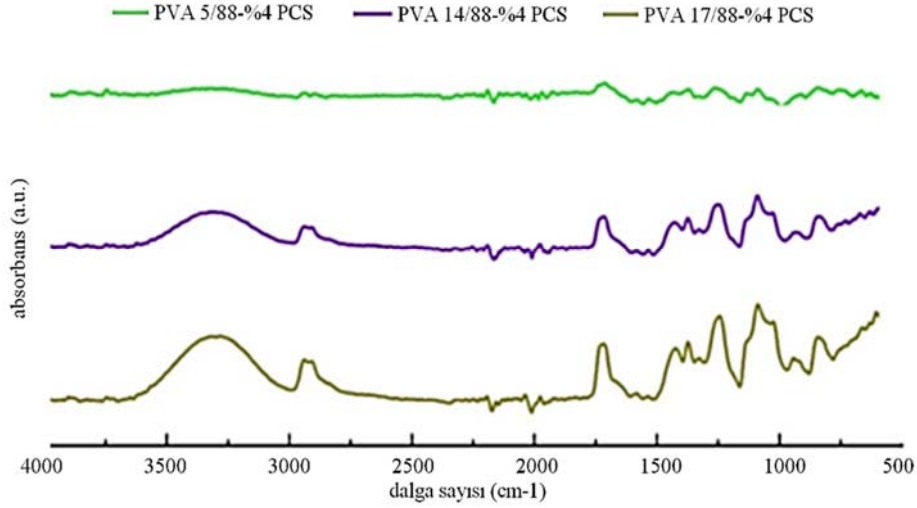
Şekil 6'da üretilen elektrospun numunelerin FTIR spektrumları verilmiştir. PVA/PCS elektrospun yüzeylere ait FTIR spektrumu incelendiğinde, polimer molekül ağırlığı arttıkça pik derinliğinin arttığı bu durumun polimer zincirindeki asetat grupların sayıca fazla

olmasından kaynaklandığı görülmektedir [46]. PCS katkıli yüzeylerde PVA nanoliflerde olması gereken fonksiyonel gruplar ise 1320-1000 cm^{-1} bandında bulunmaktadır. Katkısız PVA polimer çözeltileri ile üretilen elektrospun yüzeylerin FTIR spektrumları incelendiğinde polimer molekül ağırlığındaki artış ile PVA karakteristik piklerinde kayma gözlenmiştir. 4000-3000 cm^{-1} bandında katkısız PVA 5/88, PVA 14-88 ve PVA 17/88 elektrospun yüzeylerin sırasıyla 3350 cm^{-1}

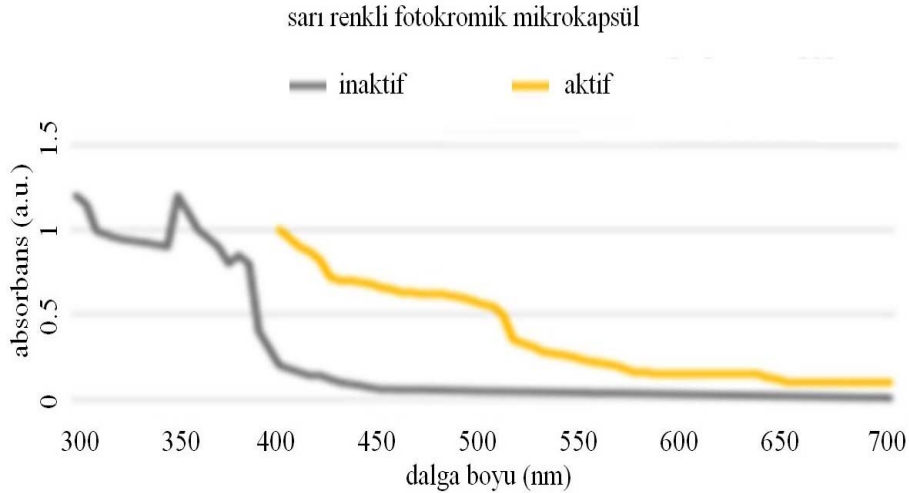
¹, 3387 cm⁻¹ ve 3290 cm⁻¹ bandında hidroksil O-H bağ oluşumundan dolayı absorpsiyon pikleri verdikleri rapor edilmiştir. PVA 14/88 ve PVA 17/88 elektrospun yüzeylerinde belirgin şekilde gözlenen diğer absorpsiyon piklerinin CH₂ gerilmesine (PVA 14/88: 2939,5 cm⁻¹ ve PVA 17/88: 2937 cm⁻¹) ve C-O asetil gruplarının asimetric gerilme vibrasyonuna (PVA 14/88: 1095,6 cm⁻¹ ve PVA 17/88: 1087 cm⁻¹) bağlı olduğu önceki çalışmalarda tespit edilmiştir. Tüm katkısız PVA elektrospun numunelerde net şekilde ~1700 cm⁻¹ görülen pikler ise C=O bağlarının gerilme titreşiminden kaynaklanmaktadır [47-49]. PCS ilavesinin elektrospun yüzeylerde C-O-C kristalinitesini artırdığı özellikle 1090 cm⁻¹-1084 cm⁻¹ bandında görülen artan pik oluşumlarından anlaşılmaktadır [50,51]. İlaveten PCS ilavesi absorpsiyon pik derinliğinin artmasına neden olmuştur. Moleküler ağırlık arttıkça karakteristik piklerde kayması olması ve PVA 14/88-%4 PCS numunesinin literatürde mevcut önceki çalışmalarda kullanılan karakteristik piklere daha yakın değerler vermesi, elektrospinning işlemi için bu moleküler ağırlığa sahip PVA polimerinin kullanımının daha uygun olduğunu ispatlar niteliktedir [52, 53].

3.6. UV-Vis spektrofotometrik analiz (UV-Vis Spectrophotometric Analysis)

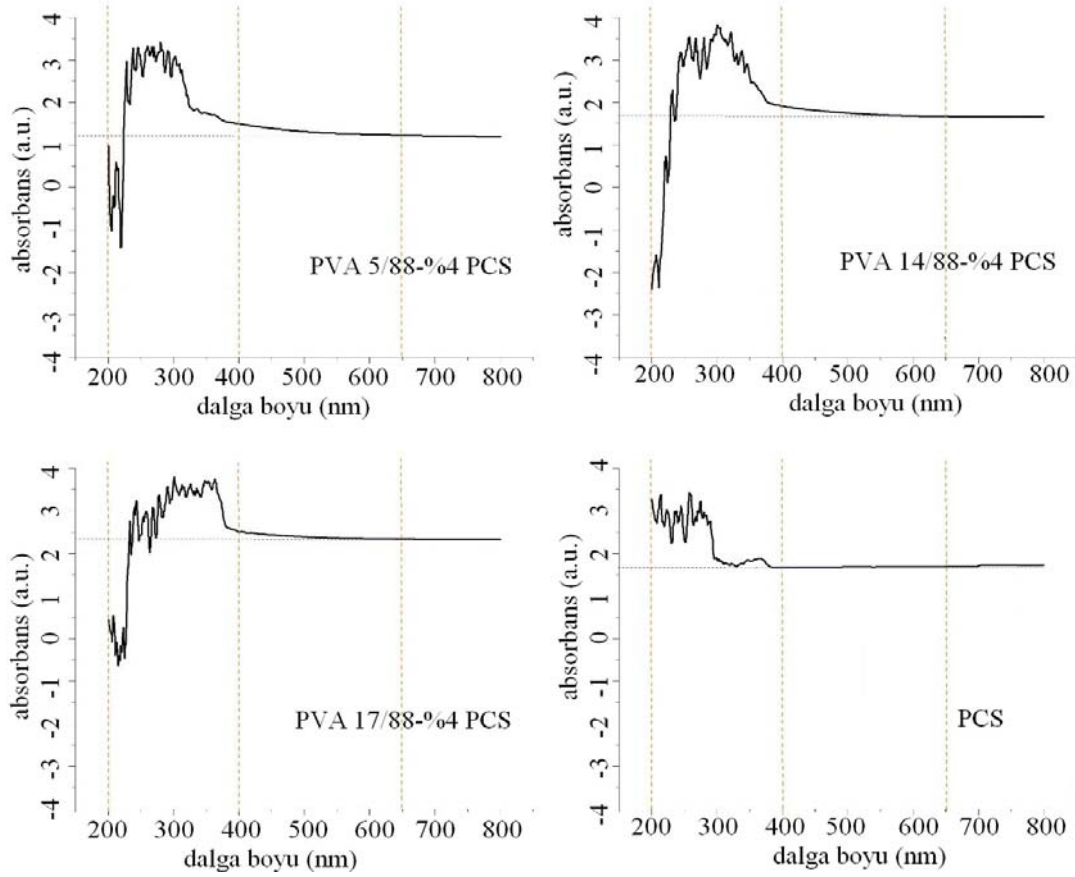
Şekil 7’de NANO-EN Corp firmasından tedarik edilen PCS içerisinde mevcut sarı renkli fotokromik mikrokapsüle ait UV-Vis spektrum verileri verilmiştir. Fotokromik mikrokapsülün 400-650 nm dalga boyu aralığında 0-1 a.u. absorpsiyon bandında 4 adet farklı pik vererek renk değişimi sergilediği görülmektedir. 300-400 nm dalga boyu aralığında ise absorpsiyon değerinin 1 a.u. değerinin üzerine çıktığı ve bu dalga boyu aralığında 3 pik vermesine rağmen renk değişimi sergilemediği görülmektedir. Şekil 8’de sarı renkli fotokromik mikrokapsül içeren PCS ile %4 PCS katkılı PVA polimer çözeltilerinin UV-Vis spektrumu kıyaslamalı olarak verilmiştir. 300-800 nm dalga boyu aralığında PCS ye ait absorpsiyon değerinin 1-2 a.u. aralığında olduğu, dalga boyu azaldıkça absorpsiyon değerinin arttığı ve sarı renkli mikrokapsülün aktive olduğu 400-650 nm dalga boyu aralığında 1,66-1,68 a.u. absorpsiyon bandında 3 adet zayıf pik verdiği görülmektedir. Sarı renkli fotokromik mikrokapsülün aktive olmadığı 300-400 nm dalga boyu aralığında mikrokapsülün absorpsiyon aralığının 1-1,5 a.u.



Şekil 6. PCS katkılı PVA elektrospun yüzeylerin FTIR spektrumu (FTIR spectrum of PCS loaded electrospun surfaces)



Şekil 7. PCS içerisindeki sarı renkli fotokromik mikrokapsüle ait UV-Vis spektrum verileri (UV-Vis spectrum data of yellow photochromic microcapsule available in photochromic slurry)



Şekil 8. PCS katkılı PVA polimer çözeltilerinin UV-Vis spektrumları (UV-Vis spectrums of PCS loaded PVA polymer solutions)

olduğu ancak ± 5 oranında mikrokapsül içeren PCS dispersiyonunun absorbans aralığının 2-4 a.u. arasında olduğu yapılan UV-Vis analizi ile tespit edilmiştir. Partikül dağılımı ve konsantrasyon değerinin belirlenmesinde kullanılan UV-Vis spektrofotometre analizinde, konsantrasyon sabitken daha iyi dağılım sağlandığında ya da partikül konsantrasyonu artırıldığında absorbans değeri arttığı rapor edilmiştir [54]. 300-800 nm dalga boyu aralığında PCS absorbans değerinin fotokromik mikrokapsüllerin sahip olduğu absorbans değerinden yüksek çıkmasının nedeni, PCS numunesinin fotokromik mikrokapsüller içeren sıvı dispersiyon formunda olmasıdır.

PCS numunesinin 365 nm dalga boyunda 1,87 a.u. absorbans değerine sahip olduğu ancak %4 PCS katkılı PVA polimer çözeltilerinin UV spektrumlarında ise aynı dalga boyunda PVA 5/88-%4 PCS, PVA 14/88-%4 PCS ve PVA 17/88-%4 PCS kodlu PVA polimer çözeltileri için absorbans değerlerinin sırasıyla 1,688 a.u., 2,285 a.u. ve 3,657 a.u. olduğu görülmektedir. Katkısız PVA çözeltilerinin UV-Vis spektrumunda absorbans değerinin 300-600 nm dalga boyu aralığında sıfıra yakın olduğu ve transparan PVA çözeltilerinin ilgili dalga boyu aralığında pik vermediği önceki çalışmalarda rapor edilmiştir [55,56]. Çalışılan numunelerin UV-Vis spektrumlarında absorbans piklerinin elde edilmiş olması polimer çözeltileri içerisindeki PCS varlığını ispatlamaktadır. İlâveten katkılı çözeltilerde 400-650 nm dalga boyu aralığında zayıf absorbans pikleri gözlenmiştir. Beer-Lambert kuralına göre absorbans değeri çözelti konsantrasyonu ile doğru orantılıdır [57]. Polimer konsantrasyonunun ve katkı oranının sabit tutulduğu dikkate alındığında, absorbans değerlerindeki değişimin polimerlerin molekül ağırlıklarındaki farklılıklardan kaynaklandığı açıkça görülmektedir. PCS ilavesinin tüm numuneler için aynı oranda

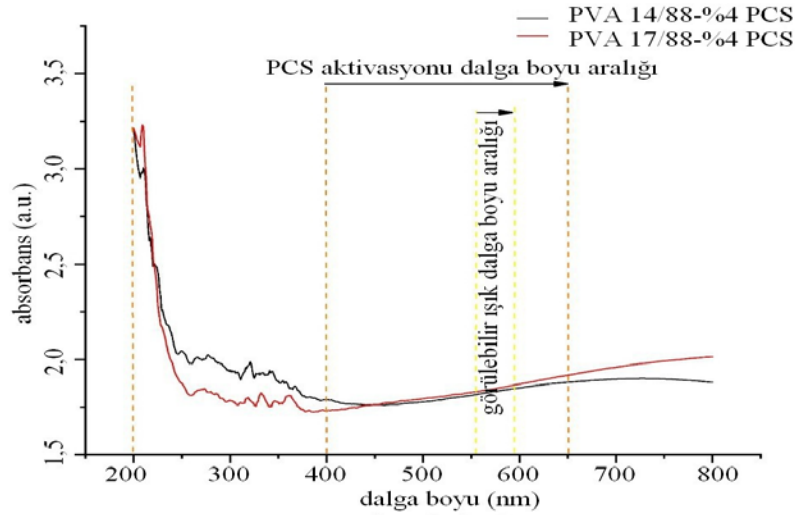
tutulduğu dikkate alındığında en yüksek molekül ağırlığına sahip olan PVA polimeri ile hazırlanan PVA 17/88-%4 PCS çözeltisinin yüksek konsantrasyon değerine sahip olmasından dolayı PCS ilaveli PVA çözeltileri arasında elektrospinning işlemini zorlaştıracağı anlaşılmaktadır. Elektrospinning yöntemiyle üretilen yüzeylerde fotokromik etkinliğin gözlenebilmesi için, PVA 17/88-%4 PCS kodlu numuneye kıyasla daha düşük konsantrasyon değerlerine sahip olan PVA 5/88-%4 PCS ve PVA 14/88-%4 PCS kodlu PVA polimer çözeltilerinin elektrospinning işlemine daha kolay cevap vereceği öngörülmüştür.

Çalışmada kullanılan çözeltiler arasında en yüksek ve en düşük viskozite değerlerine sahip numunelerin sırasıyla PVA 17/88-%4 PCS ve PVA 5/88-%4 PCS kodlu numuneler olduğu viskozite ölçümü ile tespit edilmiştir. Çözelti hazırlık aşamalarının aynı olduğu dikkate alındığında, elektrospinning çözelti parametrelerinden biri olan viskozite değerine odaklanmak gerekmektedir [58]. Elektrospinning işleminde düşük viskozite değerlerinde damlacık oluşumu gözlenmekte, viskozite değeri arttıkça damlacık formasyonu uzatılmış damlacık oluşumundan nanolif oluşumuna doğru değişmektedir [59]. Bu durum alınan FESEM görüntüleri (Şekil 3) ile de desteklenmektedir. Hazırlanan çözeltilerin spektrofotometrik analiz sonuçlarında PVA 17/88-%4 PCS çözeltisinin viskozite ölçümü sonucunda en yüksek viskozite değerine (8,8536 mm²/s) ve UV-Vis analizinde en yüksek konsantrasyon değerine sahip olması, PVA 5/88-%4 PCS kodlu çözeltisinin çalışılan tüm numuneler arasında en düşük viskozite (8,8072 mm²/s) ve yoğunluk (1038 g/L) değerlerine sahip olmasından dolayı, elektrospinning işlemi için 14-88 kodlu PVA polimeri kullanımıyla en iyi sonuçların alınacağı öngörülmüştür.

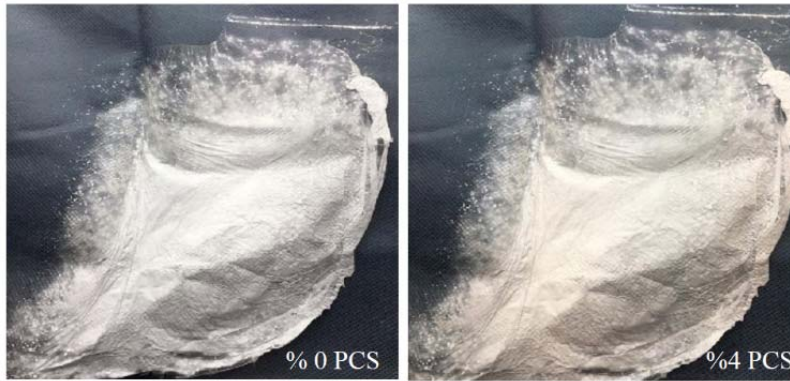
PVA 5-88 polimeri ile üretilen elektrospun yüzeylerde gözlenen yüzey düzgünlüğü ve boncuk oluşumu nedeniyle, PVA 14-88 ve PVA 17-88 polimerleri ile hazırlanan %4 PCS ilaveli polimer çözeltilerinden elektrospinning yöntemiyle üretilen nanokompozit yüzeylerin fotokromik etkinlikleri incelenmiştir. Şekil 9'da PCS katkılı 14-88 ve 17-88 elektrospun numunelerin UV-Vis spektrumları verilmiştir. Çalışmada üretilen PVA elektrospun yüzeylerin absorpsiyon değerlerinin incelenen dalga boyu aralıklarında benzer olduğu görülmektedir. Katkısız PVA elektrospun yüzeyin beyaz renkte olması nedeniyle absorpsiyon piki vermemesine [36,37,60] rağmen çalışılan elektrospun yüzeylerde 400-650 nm dalga boyu aralığında zayıf absorpsiyon piklerinin elde edildiği görülmektedir. PVA 14/88-%4 PCS ve PVA 17/88-%4 PCS elektrospun numunelerinde gözlenen absorpsiyon değerlerindeki artış %4 PCS ilavesinden kaynaklanmaktadır [61]. Görülebilir ışık spektrumunda sarı rengin dalga boyu aralığının, PCS ve sarı renkli fotokromik mikrokapsülün aktive olduğu dalga boyu aralığında kaldığı görülmektedir [62]. 400-650 nm dalga boyu aralığında, PVA 14/88-%4 PCS ve 17/88-%4 PCS numuneleri için çözelti absorpsiyon değerlerinin sırasıyla 1,92-1,66 a.u. ve 2,53-2,34 a.u. band aralıklarında ve elektrospun yüzey absorpsiyon değerlerinin sırasıyla 1,799-1,878 a.u. ve 1,726-1,915 a.u. band aralıklarında olduğu tespit edilmiştir. Bu durum elektrospinning işleminin absorpsiyon değerinin azalmasında etkili olduğunu göstermektedir. Aynı dalga boyu aralığında PVA 14/88-%4 PCS

elektrospun yüzeyde 520 nm (1,788 a.u.), 565 nm (1,824 a.u.), 613 nm (1,859 a.u.), 641 nm (1,845 a.u.) olmak üzere 4 adet ve PVA 17/88-%4 PCS elektrospun yüzeyde 535 nm (1,834 a.u.), 567 nm (1,827 a.u.) olmak üzere 2 adet zayıf absorpsiyon piki tespit edilmiştir. PVA 17/88-%4 PCS elektrospun yüzeyin, PVA 14/88-%4 PCS numunesine kıyasla absorpsiyon değerlerinin ve absorpsiyon pik sayısının düşük çıkmasının nedeninin PVA 17/88-%4 PCS elektrospun yüzeyin PVA 14/88-%4 PCS numunesine kıyasla daha kalın olmasına rağmen daha geniş gözenek boyutuna ve daha düşük paketleme yoğunluğuna sahip olmasından dolayı bu numunedeki nanofillerin UV ışığı emiliminde yetersiz kaldığı sonucuna ulaşılmasına neden olmuştur.

Fotokromik mikrokapsüllerin UV spektrum datasında 400-650 nm dalga boyu aralığında 0-1 a.u. absorpsiyon değerlerinde aktif olduğu yani renk değişimi sergilediği, görülebilir ışık spektrumuna göre sarı rengin 560-590 nm dalga boyu aralığında [62] gözlemlendiği ve çalışılan PVA polimer çözeltilerinin UV-Vis spektrumlarında absorpsiyon değerlerinin 1-3 a.u. aralığında değiştiği dikkate alındığında, fotokromik özellikli PVA elektrospun yüzey üretimi için 1-2 a.u. absorpsiyon değer aralığından zayıf bir absorpsiyon artışı göstermesinden dolayı PVA 14-88 numunesinin elektrospinning işlemi için en uygun moleküler ağırlığa sahip PVA polimer tipi olduğu görülmektedir. Şekil 10'da katkısız PVA 14/88 elektrospun yüzeyin



Şekil 9. PVA/PCS nanokompozit elektrospun yüzeylerin UV-Vis spektrumu (UV-Vis spectrum of PVA/PCS nanocomposite electrospun surfaces)



Şekil 10. PVA 14/88 polimer çözeltisi kullanılarak üretilen elektrospun yüzey görüntüleri (a) katkısız elektrospun yüzey (b) UV ışığına maruz kalmış %4 PCS katkılı elektrospun yüzey (Electrospun mats fabricated from PVA 14/88 polymer solutions (a) neat PVA electrospun surface (b) 4% PCS loaded PVA electrospun mat after UV irradiation)

ve PVA 14/88-%4 PCS kodlu katkılı elektrospon yüzeyin görüntüleri verilmiştir. UV ışığına maruz kalan yüzeylerden %4 PCS katkılı yüzeyin sarı renkte ancak katkısız PVA 14/88 numunesinin beyaz renkte olduğu görülmektedir.

4. Sonuçlar (Conclusions)

Bu çalışmada, endüstriyel fotokromik maddelerin konvansiyonel tekniklerle tekstil esaslı yüzeylere uygulanması esnasında karşılaşılan sorunlara, yenilikçi bir üretim tekniği olan elektrosponing yöntemiyle alternatif bir çözüm önerisi getirmek amaçlanmıştır. Çalışma sonucunda aşağıdaki sonuçlara ulaşılmıştır.

- PCS katkılı polimer çözeltilerinden eğirilen elektrospon yüzeylerde, polimer molekül ağırlığı azaldıkça daha ince nanolif üretimi gerçekleştirilmiş ancak boncuk oluşumlarından dolayı elektrospon yüzey düzgünlüğünün bozulduğu tespit edilmiştir. Moleküler ağırlık arttıkça daha kalın nanolif eldesi sağlanmış ve elektrosponing eğirme süresi sabit tutulmasına rağmen daha kalın elektrospon yüzeyler üretilmiştir.
- PCS içerisindeki fotokromik mikrokapsüllerin partikül boyutu büyüklüğü 3-10 µm aralığında olmasına karşın üretilen elektrospon liflerin nano boyutta olması, PCS içerisindeki fotokromik mikrokapsüllerin elektrosponing yöntemiyle düzenlenerek nanolif yapısına başarılı şekilde entegre edildiği göstermiştir.
- Moleküler ağırlık arttıkça gözenek boyutunun ve gözenek boyut varyasyonunun arttığı görülmüştür (PVA 17/88-%4 PCS) Moleküler ağırlıkları daha düşük olan PVA polimer çözeltilerinden eğirilen PVA 5/88-%4 PCS ve PVA 14/88-%4 PCS numunelerinde ise gözenek çapı ve ortalama lif çapı arasındaki bağlantı uyumlu bulunmuş ve bu yüzeylerdeki gözenek boyut varyasyonlarının daha düşük olduğu tespit edilmiştir.
- FTIR spektrumunda PCS katkılı PVA elektrospon yüzeylerde molekül ağırlık arttıkça pik derinliği artmıştır. PCS ve PVA arasında yeni bağ oluşu gözlenmemiş ve molekül ağırlıktaki artış karakteristik PVA piklerinde değişime neden olmaksızın piklerde kaymaya neden olmuştur.
- Katkılı PVA polimer çözeltilerinin UV-Vis spektrumlarındaki absorbans değer aralığının, PVA elektrospon yüzeylerdeki absorbans değer aralığına kıyasla daha geniş olduğu tespit edilmiştir. Elektrosponing işleminin bir yüzey üretim tekniği olduğu dikkate alındığında, yüzeydeki nanolif karmaşası ve çalışmada kullanılan PVA polimer tiplerine göre molekül ağırlığı arttıkça geniş gözenek boyutu ve varyasyonuna ulaşılması sonucunda paketleme yoğunluğunun azalması nedeniyle absorbans değerinin azaldığı tespit edilmiştir.
- PCS numunesinin fotokromik mikrokapsüller içeren sıvı dispersiyon formda olmasının, PCS absorbans değerinin fotokromik mikrokapsüllerin sahip olduğu absorbans değerinden yüksek olmasına neden olmuştur.
- PVA 14-88 numunesinin çözelti yoğunluğu, üretilen ortalama nanolif çapı değeri, lif çapı/gözenek boyutu ilişkisi ve fotokromik etki açısından elektrosponing işlemi için en uygun molekül ağırlığa sahip PVA polimer tipi olduğu görülmektedir.

Endüstriyel bir malzeme olan fotokromik dispersiyon çözeltinin elektrosponing yöntemi ile işlenebilirliğinin ve fotokromik özellikli nanolif eldesinin mümkün olduğu görülmüştür. Polimer molekül ağırlığının gerek elektrosponing işlem parametreleri gerekse üretilen elektrospon yüzeyin karakteristik özellikleri üzerinde önemli bir etkiye sahip olduğu tespit edilmiştir. PVA polimerinin biyoyumlu ve iyi optik özellikler sergileyen bir polimer olması, fotokromik özellikli PVA elektrospon yüzeylerin farklı alanlarda kullanılabilirliğine dikkat çekilmesine neden olacaktır. İlaveten farklı polimer tiplerinin fotokromik dispersiyon çözeltisi ile katkılanması sonucunda

kullanılan polimer tipine bağlı olarak farklı ve fonksiyonel özellikli fotokromik elektrospon yüzey eldesi mümkün olabilecektir.

Teşekkür (Acknowledgement)

Bu çalışma Kahramanmaraş Sütçü İmam Üniversitesi Bilimsel Araştırmalar ve Projeler Birimi tarafından 2021/3-25M proje numarası ile desteklenmiştir.

Kaynaklar (References)

1. Ondarcu T., Joachim C., Drawing a single nanofibre over hundreds of microns, *Europhysics Letters*, 42(2), 215-220, 1998.
2. Maiyalagan T., Viswanathan B., Varadaraju U., Fabrication and characterization of uniform TiO₂ nanotube arrays by sol-gel template method, *Bulletin of Materials Science*, 29 (7), 705-708, 2006.
3. Fujihara K., Teo W. E., Lim T. C., Ma Z., An Introduction to Electrospinning and Nanofibers, World Scientific Publishing, Singapore, 2005.
4. Liu G., Ding J., Qiao L., Guo A., Dymov B. P., Gleeson J. T., Hashimoto T., Saijo K., Polystyrene-block-poly (2-cinnamoyl ethyl methacrylate) nanofibers-preparation, characterization, and liquid crystalline properties, *Chemistry: A European Journal*, 5 (9), 2740-2749, 1999.
5. Akçakoca Kumbasar P., Elemen Morsümbül S., Alır S., Photochromic Nanofibers. Novel Aspects of Nanofibers Linn T. (ed), InTechopen, London, 69-86, 2018.
6. Nasouri K., Haji A., Shoushtari A., Kafu A., A novel study of electrospun nanofibers morphology as a function of polymer solution properties, *Proceedings of the International Conference Nanomaterials: Applications and Properties*, 2 (3), 1-4, 2013.
7. Al-Abduljabbar A., Farooq I., Electrospun polymer nanofibers: processing, properties and applications, *Polymers*, 15 (1), 65, 2023.
8. Patel P., Rodriguez F., Moloney G., N-methyl-2-pyrrolidone as a solvent for poly (vinyl alcohol), *Journal of Applied Polymer Science*, 23, 2335-2342, 1979.
9. Sapalidis A., Porous polyvinyl alcohol membranes: Preparation methods and applications, *Symmetry*, 12, 960, 2020.
10. Hassan C.M., Trakampan P., Peppas N.A. (2002). Water Solubility Characteristics of Poly(vinyl alcohol) and Gels Prepared by Freezing/Thawing Processes. *Water Soluble Polymers*, Amjad Z. (ed), Springer, Boston, 31-40, 2002.
11. DeMerlis C.C., Schoneker D.R., Review of the oral toxicity of polyvinyl alcohol (PVA), *Food and Chemical Toxicology*, 41, 319-326, 2003.
12. Nihed Ben H., Poly (vinyl alcohol): Review of its promising applications and insights into biodegradation, *RSC Advances*, 6, 39823-39832, 2016.
13. Julinová M., Vaňharová L., Jurča M., Water-soluble polymeric xenobiotics-Polyvinyl alcohol and polyvinylpyrrolidone-and potential solutions to environmental issues: A brief review, *Journal of Environmental Management*, 228, 213-222, 2018.
14. [14] Sapalidis A., Sideratou Z., Panagiotaki K.N., Sakellis E., Kouvelos E., Papageorgiou S., Katsaros F., Fabrication of antibacterial poly(vinyl alcohol) nanocomposite films containing dendritic polymer functionalized multi-walled carbon nanotubes, *Frontiers in Materials*, 5, 11, 2018.
15. Akçakoca Kumbasar E.P., Çay A., Morsunbul S., Voncina B., Color build-up and UV-protection performance of encapsulated photochromic dye-treated cotton fabrics, *AATCC Journal of Research*, 3 (2), 1-7, 2016.
16. Ferrara M., Bengisu M., *Materials That Change Color: Smart Materials, Intelligent Design*, Springer, Heidelberg, 2014.
17. Billah S.M.R., Christie R.M., Shamey R., Direct coloration of textiles with photochromic dyes. Part 1: Application of spiroindolinonaphthoxazines as disperse dyes to polyester, nylon and acrylic fabrics, *Coloration Technology*, 124 (4), 223-228, 2008.
18. Litle A.F., Christie R.M., Textile applications of photochromic dyes. Part 2: Factors affecting the photocoloration of textiles screen-printed with commercial photochromic dyes, *Coloration Technology*, 126 (3), 164-170, 2010.

19. Wang X., Drew C., Lee S.H., Senecal K.J., Kumar J., Samuelson L.A. Electrospun nanofibrous membranes for highly sensitive optical sensors, *Nano Letters*, 2, 1273-1275, 2002.
20. Ongun M.Z., Ertekin K., Gocmenturk M., Ergun Y., Suslu A. Copper ion sensing with fluorescent electrospun nanofibers, *Spectrochimica Acta Part A: Molecular and Biomolecular Spectroscopy*, 90, 177-185, 2012.
21. Syu J.H., Cheng Y.K., Hong W.Y., Wang H.P., Lin Y.C., Meng H.F. Electrospun fibers as a solid-state real-time zinc ion sensor with high sensitivity and cell medium compatibility, *Advanced Functional Materials*, 23, 1566-1574, 2013.
22. Terra I.A.A., Mercante L.A., Andre R.S., Correa D.S. Fluorescent and colorimetric electrospun nanofibers for heavy-metal sensing, *Biosensors*, 7, 61, 2017.
23. Morsümbül S., Akçakoca Kumbasar E. P. Performance Characteristics in textile application of photochromic dye capsules, *Textile and Apparel*, 32 (2), 155-161, 2022.
24. Seipel S., Yu J., Periyasamy A.P., Viková M., Vik M., Nierstrasz V. Inkjet printing and UV-LED curing of photochromic dyes for functional and smart textile applications, *RSC Advances*. 8 (50), 28395-28404, 2018.
25. Ahmed H., Abdelrahman M.S., Al-Balakocy N.G. Preparation of photochromic and photoluminescent nonwoven fibrous mat from recycled polyester waste, *Journal of Polymers and Environment*, 30, 5239-5251, 2022.
26. Chowdhury M., Joshi M., Butola B. Photochromic and thermochromic colorants in textile applications, *Journal of Engineered Fibers and Fabrics*, 9, 107-123, 2014.
27. Gül A., Tiyeğ İ., Zor G., Yazıcı N., Production and characterization of Polyamide 6.6 based nanofiber membranes for filter applications by electrospinning method, *Journal of the Faculty of Engineering and Architecture of Gazi University*, 38 (3), 1321-1330, 2023.
28. Khatri Z., Shaikh S., Khatri I., Mayakrishnan G., Kim S., Kim I. S. UV-responsive poly(vinyl alcohol) nanofibers prepared by electrospinning, *Applied Surface Science*, 342, 64-68, 2015.
29. Park J.H., Seo H., Kim D.I., Choi J.H., Son J.H., Kim J., Moon G.D., Hyun D.C. Gold nanocage-incorporated poly(epsilon-caprolactone) (PCL) fibers for chemophotothermal synergistic cancer therapy, *Pharmaceutics*, 11 (2), 60, 2019.
30. Li X., Zhou J., Wu H., Dai F., Li J., Li Z. Electrospun silk fibroin/poly(lactic-co-glycolic acid)/black phosphorus nanosheets nanofibrous membrane with photothermal therapy potential for cancer, *Molecules*, 27 (14), 4563, 2022.
31. Pham-Nguyen O.V., Lee J.W., Park Y., Jin S., Kim S.R., Park J. Light-triggered structural modulation of Nanofibrous meshes to promote deep penetration of cultured cells, *Macromolecular Bioscience*, 22 (7), e2100530, 2022.
32. Wang B., Zhang F., Jiang M., Ye G., Xu J., A novel method to prepare poly(vinyl alcohol) water-soluble fiber with narrowly dissolving temperature range, *Journal of Applied Polymer Science*, 125 (4), 2956-2962, 2012.
33. Asy-Syifa N., Kusjuriansah K., Waresindo W., Edikresnha D., Suciati T., Khairurrijal. K. The study of the swelling degree of the pva hydrogel with varying concentrations of PVA, *Journal of Physics: Conference Series*, 2243 (1), 012053, 2022.
34. Sharma H., Salorkar M., Kondawar S. (2016). H₂ and CO gas sensor from SnO₂/polyaniline composite nanofibers fabricated by electrospinning, *Advanced Materials Proceedings*, 2 (1), 61-66, 2016.
35. Aldabib J., Edbeib M. The effects of concentration based on the absorbance form the ultraviolet-visible (UV-VIS) spectroscopy analysis, *International Journal of Science Letters*, 2 (1), 1-11, 2020.
36. Goyal M.K., *Fluid Mechanics and Hydraulic Machines*. Prentice Hall India Pvt. Limited. India. 2015.
37. Puttala S., Phankosol S., Techapirom T., Chum-in T., Krisnangkura K., Correlations of dynamics viscosity and kinematic viscosity of fatty acid from Gibbs energy additivity, *Journal of Physics: Conference Series*, 1144, 012184, 2018.
38. Mwiiri F.K., Daniels R. Influence of PVA molecular weight and concentration on electrospinnability of birch bark extract-loaded nanofibrous scaffolds intended for enhanced wound healing, *Molecules*, 19, 25 (20), 4799, 2020.
39. Wannatong L., Sirivat A., Supaphol P. Effects of solvents on electrospun polymeric fibers: preliminary study on polystyrene, *Polymer International*, 53, 1851-1859, 2004.
40. Çay A., Akkoca Kumbasar E. P., Akduman Ç., Effects of solvent mixtures on the morphology of electrospun thermoplastic polyurethane nanofibres, *Tekstil ve Konfeksiyon*, 25 (1), 38-46. 2015.
41. Medeiros G.B., Lima F.d.A., de Almeida D.S., Guerra V.G., Aguiar M.L., Modification and functionalization of fibers formed by electrospinning: A Review, *Membranes*, 12, 861, 2022.
42. Mao Y., Shen W., Wu S., Ge X., Ao F., Ning Y., Luo Y., Liu Z., Electrospun polymers: Using devices to enhance their potential for biomedical applications, *Reactive and Functional Polymers*, 186, 105568, 2023.
43. Koski A., Yim K., Shivkumar S. Effect of molecular weight on fibrous PVA produced by electrospinning, *Materials Letters*, 58, 493-497, 2004.
44. Palak H., Güler E., Nofar M., Karagüzel Kayaoğlu B., Effects of D-lactide content and molecular weight on the morphological. thermal. and mechanical properties of electrospun nanofiber polylactide mats, *Journal of Industrial Textiles*, 51 (2), 3030-3056, 2022.
45. Soliman S., Sant S., Nichol J.W., Khabiry M., Traversa E., Khademhosseini A. Controlling the porosity of fibrous scaffolds by modulating the fiber diameter and packing density, *Journal of Biomedical Materials Research Part A*, 96 (3), 566-574, 2011.
46. Mansur H.S., Sadahira C.M., Souza A.N., Mansur A.A.P. FTIR spectroscopy characterization of poly (vinyl alcohol) hydrogel with different hydrolysis degree and chemically crosslinked with glutaraldehyde, *Materials Science and Engineering C*, 28 (4), 539-548, 2008.
47. Serbezeanu D., Vlad-Bubulac T., Onofrei M.D., Doroftei F., Hamciuc C., Ipate A.M. Phosphorylated poly(vinyl alcohol) electrospun mats for protective equipment applications, *Nanomaterials (Basel)*, 12 (15), 2685, 2022.
48. Harahap M., Perangin-Angin Y.A., Purwandari V., Goei R., Tok A.L.Y., Gea S. Acetylated lignin from oil palm empty fruit bunches and its electrospun nanofibres with PVA: Potential carbon fibre precursor, *Heliyon*, 9 (3), e14556, 2023.
49. Olvera Bernal R.A., Olekhovich R.O., Uspenskaya M.V. Chitosan/PVA nanofibers as potential material for the development of soft actuators, *Polymers*, 15 (9), 2037, 2023.
50. Asiri A., Al-Ashwal R.H., Sani M.H., Saidin S. Effects of electrospinning voltage and flow rate on morphology of poly-vinyl alcohol nanofibers, *Journal of Physics: Conference Series*, 1372 (1), 012035, 2019.
51. Sasipriya K., Rangaraj S., Periasamy P., Venkatachalam R. Synthesis and characterisation of polymeric nanofibers poly (vinyl alcohol) and poly (vinyl alcohol)/silica using indigenous electrospinning set up, *Materials Research*, 16 (4), 824-830, 2013.
52. Alhosseini S., Moztafzadeh F., Mozafari M., Asgari S., Dodel M., Samadikuchaksaraei A. Synthesis and characterization of electrospun poly(vinyl alcohol) nanofibrous scaffolds modified by blending with chitosan for neural tissue engineering, *International Journal of Nanomedicine*, 7, 25-34, 2012.
53. Hashmi M., Ullah S., Ullah A., Saito Y., Haider M.K., Bie X., Wada K., Kim I.S. Carboxymethyl cellulose (cmc) based electrospun composite nanofiber mats for food packaging, *Polymers*, 13 (2), 302, 2021.
54. Kim S. Study on the characteristics of the dispersion and conductivity of surfactants for the nanofluids, *Nanomaterials (Basel)*, 12 (9), 1537, 2022.
55. Tan G., Saglam S., Emül E., Erdönmez D., Saglam N. Synthesis and characterization of silver nanoparticles integrated in poly(vinyl alcohol) nanofibers for bionanotechnological applications, *Turkish Journal of Biology*, 40 (3), 643-651, 2016.
56. Abdelghany A., Meikhal M., Abdelraheem G., Badr S., Elsheshtawy N. *Lepidium sativum* natural seed plant extract in the structural and physical characteristics of poly(vinyl alcohol), *International Journal of Environmental Studies*, 75, 1-13, 2018.
57. Mayerhöfer T.G., Popp J. Beer's law-why absorbance depends (almost) linearly on concentration, *ChemPhysChem*, 20 (4), 511-515, 2019.
58. Haider A., Haider S., Kang I.K. A comprehensive review summarizing the effect of electrospinning parameters and potential applications of nanofibers in biomedical and biotechnology, *Arabian Journal of Chemistry*, 11 (8), 1165-1188, 2018.
59. Amariei N., Manea L.R., Berteau A.P., Popa A. The Influence of polymer solution on the properties of electrospun 3D nanostructures, *IOP*

- Conference Series: Materials Science and Engineering, 209, 012092, 2017.
60. Anero M., Montallana A., Vasquez M. Fabrication of electrospun poly(vinyl alcohol) nanofibers loaded with zinc oxide particles, Results in Physics, 25, 104223, 2021.
61. Tanski T., Matysiak W., Witek P. UV-Vis analysis of composite polyacrylonitrile/iron oxide nanoparticles thin fibrous mats, Applied Engineering Letters, 2 (1), 54-59, 2017.
62. Zwinkels J. Light, Electromagnetic Spectrum. Encyclopedia of Color Science and Technology. Luo R. (ed) Springer. Berlin. 1-8. 2017.