





## Kolesterik Sıvı Kristal - Polimer Liflerinin Elektro-eğirme Yöntemi ile Üretilmesi ve İncelenmesi

Mervenur KILIÇ<sup>1</sup>, Mustafa CAN<sup>2</sup>, Nejmettin AVCI<sup>3</sup>, Atilla Eren MAMUK<sup>4\*</sup>

### Öz

Sıvı kristallerin ekran teknolojisi, sensör, esnek devre elamanları, ışık modülatörleri gibi uygulamalarda kullanılabilirdiği bilinmektedir. Kolesterik mezofaz sıvı kristaller ışığın seçici geçirgenlik özelliği ile ön plana çıkmaktadırlar. Bu çalışmada, ilk defa tek-iğneli elektro-eğirme kullanılarak kolesterik sıvı kristaller-polimer kompozit liflerinin üretilmiş ve incelenmiştir. Bu bağlamda ilk olarak, mavi, yeşil ve kırmızı renkte ışığı yansıtabilecek sırasıyla 470 nm, 550 nm ve 640 nm spiral adım uzunluklarına sahip kolesterik sıvı kristaller hazırlanmıştır. Konak nematik mezofaz olarak E-7 ve yüksek burma gücüne sahip R-5011 kiral katkı maddesi kullanılmıştır. Bu kolesteriklerin yaklaşık istenilen adım uzunluklarına sahip oldukları UV-VIS spektrofotometre ölçümleri ile gösterilmiştir. Ayrıca, hazırlanan kolesteriklerin karakteristik bir tekstür olan oily-streak desenlere sahip olduğu görülmektedir. Bu kolesterikler poliakrilonitril ile karıştırılarak dimetilformamid içerisinde çözdürülmüştür. Bu çözeltiler tek-iğneli elektro-eğirme sistemi ile 16 kV, 18 kV, 20 kV, 22 kV ve 24 kV uygulama voltajları altında eğirilerek sıvı kristal-polimer kompozit lifleri haline getirilmiştir. Eğirilen liflere katılan kolesterik sıvı kristallerin varlığı optik ve yapısal analizler gerçekleştirilerek belirlenmiştir. Polarize optik mikroskop ile yapılan görüntülemelerde çapraz polarizörler arasındaki lifler boyunca parlamalar gözlenmiştir. Bu parlamalar lif boyunca sıvı kristallerin yerleştiğini göstermektedir. Ayrıca, yapısal analiz sonucu her bir lifte üretim parametreleri ve katkı maddelerine göre lif yapısının değişimi üzerine çalışma yapılmıştır. Tüm kolesterik örnekleri için düşük uygulama voltajlarında eğirilen lifler boyunca uzanan küresel boncuk yapılar tespit edilmişken daha yüksek uygulama voltajlarında eğirilen liflerde boncuk yapılar oldukça seyrek gözlenmiştir. Kızılötesi spektroskopisi analizleri sonucu liflerin sıvı kristallerin sergilediği titreşim pikleri ile aynı dalga sayılarında pikler vermesi lif yapılarında sıvı kristallerin varlığını göstermiştir.

**Anahtar Kelimeler:** Kolesterik sıvı kristaller, elektro-eğirme, lif

## Production and Investigation of Cholesteric Liquid Crystal-Polymer Fibers by Electrospinning Method

### Abstract

It is well-known that liquid crystals are widely used in applications such as display technology, sensor, elastic circuit component, and light-modulator. Cholesteric liquid crystals come into prominence with their selective transmittance of light. In the study, cholesteric liquid crystals - polymer fiber composites are produced and investigated using single-needle electrospinning for the first time. In this sense, in the beginning, cholesteric liquid crystals with 470 nm, 550 nm, and 640 nm spiral pitches which can reflect blue, green, and red lights, respectively are prepared. It is used E-7 as host nematic mesophase and R-5011 with high twisting power as a chiral dopant material. It was shown by UV-VIS spectrophotometer measurements that the cholesterics have approximately the desired spiral pitch lengths. It is also observed that the the cholesterics have oily-streak patterns, which is a characteristic texture for cholesterics. In addition, the cholesterics are mixed with polyacrylonitrile and the mixture is solved into dimethylformamide. Moreover, liquid crystal-polymer composite fibers are produced by spinning the solutions using single-needle electrospinning under spinning voltages of 16 kV, 18 kV, 20 kV, 22 kV and 24 kV. The existence of liquid crystals inside the fiber is proved by carrying out optical and structural analyses. In the imaging with a polarized optical microscope, irradiances were observed along the fibers between the cross polarizers. These irradiances indicated that liquid crystals have settled along the fiber. Also, it studies on a variance of the fiber structure depending on liquid crystal dopant and production parameters with structural analyses. For the all cholesteric samples, spherical bead structures were detected along the spun fibers at low spinning voltages, while in the fibers at higher spinning voltages the bead structures were observed very rarely. Infrared spectroscopy analysis of the fibers showed the presence of liquid crystals in the fiber structures with peaks at the same wave numbers as the vibration peaks exhibited by liquid crystals.

**Keywords:** Cholesteric liquid crystals, electrospinning, fiber.

<sup>1,2,4</sup>Muğla Sıtkı Koçman Üniversitesi, Fizik Bölümü, Sıvı Kristaller Laboratuvarı, Muğla, Türkiye, mervencilck@gmail.com fizikcimistefa@gmail.com aemamuk@mu.edu.tr

<sup>3</sup>Muğla Sıtkı Koçman Üniversitesi, Sağlık Hizmetleri Meslek Yüksekokulu, Optisyenlik Programı, Muğla, Türkiye, navci@mu.edu.tr

<sup>1</sup><https://orcid.org/0009-0000-1400-8837>

<sup>2</sup><https://orcid.org/0009-0002-8867-313X>

<https://orcid.org/0000-0001-9189-1176>

<sup>4</sup><https://orcid.org/0000-0002-1524-3342>

## 1. Giriş

Sıvı kristaller; anizotropik özelliğe sahip, hem katı kristallere benzer şekilde zayıf moleküler düzen sergileyen, hem de izotropik sıvılar gibi akışkan olan özel malzemelerdir. Bu benzersiz özellikleri belirli bir sıcaklık aralığında sergilemektedirler ve her bir sıvı kristal alt fazı mezofaz olarak tanımlanmaktadır (Demus et al., 1998; Dierking, 2003). Sıcaklık değişimi ile fiziksel özellikleri değişen sıvı kristaller termotropik sıvı kristaller olarak adlandırılmaktadır. Zayıf yönelimsel düzene sahip olan ve moleküllerin ortalama olarak bir  $n$  yön vektörü boyunca dizildiği nematik (N) mezofazı en basit sıvı kristal fazı olarak kabul edilir (Özden et al., 2019). Smektik (Sm) mezofazlarda ise moleküllerin ağırlık merkezi ortalama olarak bir eksen boyunca dizilir ve tabakalı bir yapı mevcuttur. Moleküllerin ortalama yön vektörlerinin tabakalara olan açısına bağlı olarak birçok Sm mezofaz tanımlanmıştır (Zappone et al., 2020). Kolesterik (Ch) sıvı kristaller ise N'lere göre daha simetriklerdir. Moleküllerin ağırlık merkezleri ve moleküllerin yönelimlerini karakterize eden  $n$  vektörü bir düzlemde yerleşir.  $n$  yön vektörünün yönelimi sabit değildir ve bir düzlemden diğer düzleme geçerken değişir. Böylelikle spiral bir adım oluşur. Spiral adım hem sağa hem de sola burulabilmektedir (Froyen et al., 2022; Wei et al., 2022). Ch sıvı kristal moleküllerin sarmal yönelim yönü sağ veya sol eli kiral katkı maddesi ile belirlenir. Spiral adım sıcaklıkla, elektrik ve manyetik alanlarla değiştirilebilmektedir (Demus et al., 1998; Dierking, 2003; Jangizehi et al., 2020). Doğal polarize olmayan ışıkla aydınlatılması durumunda ise, Ch kendi spiral adım uzunluğuna karşılık gelen bu dalga boyu bandındaki ışığı zıt dairesel polarize iki bileşene böler, ışığın yarısını iletir, ancak diğer yarısını güçlü bir şekilde yansıtır. Seçici geçirgenlik özelliğinden dolayı Ch sıvı kristaller 1-boyutlu fotonik bant aralıklı malzemeler olarak tanımlanmaktadır (Finkelmann et al., 2001).

Sıvı kristaller anizotropik özelliklerinden dolayı elektrik, manyetik, termal alanlar gibi dış alanlara oldukça duyarlıdır. Bu özellikleri ile polimerler (Kim et al., 2017) ve nano-parçacıklarla (Bagiński et al., 2020) kompozit hale getirilerek başta ekran teknolojisi (Lagerwall & Scalia, 2012) olmak üzere yapay kas sistemleri (Li & Keller, 2006), aynasız lazerler (Finkelmann et al., 2001; Sharma & Lagerwall, 2018), ışık modülasyon cihazı (Buyuktanir et al., 2010; Büyüktanir et al., 2006; Stephenson et al., 2004) gibi birçok potansiyel uygulama alanına sahiptir.

Elektro-eğirme yöntemi basit ve düşük maliyetli olmakla birlikte laboratuvar şartlarında büyük miktarlarda üretim yapmaya elverişli ve çok yönlü bir lif üretim tekniğidir (Reneker & Chun, 1996). Son yıllarda, sıvı kristallerin elektro-eğirme (electrospinning) yöntemi ile bir polimer kılıf içerisinde ve çekirdek yapısında eğirilerek sıvı kristal/polimer lif (fiber) olarak üretimi ve bunların potansiyel uygulamaları üzerine birçok çalışma raporlanmıştır (Thum et al., 2021; Vats et al., 2022; Williams et al., 2023; Z. Zhang et al., 2022). Lagerwall ve araştırma gurubu sıvı kristal/polimer elektro-eğirik liflerinin elektronik-olmayan organik gaz sensörü olarak kullanılabileceği üzerine çalışmalar

yapmışlardır (Reyes et al., 2016). Jakli ve arkadaşları yaptıkları bir çalışmada 5CB sıvı kristali temelli liflerin kimyasal sensör olarak kullanılabilceğini (Wang et al., 2018), bir başka çalışmada ise düşük moleküler ağırlıklı sıvı kristalin Polyvinylpyrrolidone (PVP) polimer ile faz ayırmalı lif yapısı elde edilebildiğini (Wang et al., 2016) raporlamışlardır.

Bu çalışmada mavi (470 nm), yeşil (550 nm) ve kırmızı (640 nm) ışığın dalga boyuna uygun olarak üç ayrı spiral adım uzunluğuna sahip Ch sıvı kristalin polyacrylonitrile (PAN) polimeri ile tek-ışneli elektro-eğirme sistemi kullanılarak çekirdek/kılıf yapısında nano/mikro lifleri elde edilmesi planlanmıştır. Ch sıvı kristalin spiral adım uzunluğuna bağlı olarak, üretilen liflerin bahsedilen üç ayrı renkte yansıma yapması beklenmiştir. PAN polimeri mekanik olarak dayanıklı bir malzeme olmakla birlikte sıvı kristallerle kıyaslandığında oldukça düşük çiftkırılmaya sahiptir (yaklaşık 0,01) (Mashchenko et al., 2001). Bu sayede lif yapısında bulunacak sıvı kristalin çiftkırılma gibi anizotropik özelliklerinden kaynaklı optik davranışları gözlenebilmiştir.

Literatürde Ch sıvı kristal ile polimerlerin elektro-eğirme yöntemi ile lif haline getirildikleri raporlanmıştır. Guan ve arkadaşlarının yaptıkları iki ayrı çalışmada Ch sıvı kristalleri ilk önce yüzey aktif madde ile enkapsüle edilmiş daha sonra elektro-eğirme ile poly (vinyl pyrrolidone) (PVP) kılıflı çekirdeğinde sürekli bir sıvı kristal bulunmayan lif haline getirilmiştir (Guan, Zhang, Li, et al., 2018; Guan, Zhang, Wang, et al., 2018). Çalışmamızda ise, Ch sıvı kristaller herhangi bir enkapsülasyon işlemine maruz bırakılmadan eğirilmiştir ve lif çekirdeği boyunca sürekli bir sıvı kristal yapısı elde edilmiştir. Yapılan bir başka çalışmada RO-TN-403/015S sıvı kristali kiral katkı ile Ch hale getirilerek PVP polimeri ile lif haline getirilmiştir (Enz & Lagerwall, 2010). Ancak bu çalışmada tek spiral adım uzunluklu Ch eğirilmiş ve koaksiyel (çift-ışneli) elektro-eğirme sistemi kullanılmıştır. Çalışmamızda ise kılıf materyali olarak PAN polimeri kullanılmıştır ve tek-ışneli elektro-eğirme ile lif üretimi yapılmıştır. Lin ve arkadaşları, boya katkılı Ch sıvı kristallerin koaksiyel elektro-eğirme yöntemi ile eğirilen liflerin fiziksel özelliklerini incelemişlerdir (Lin et al., 2016). Söz konusu çalışmada da bu çalışmada kullanılan yöntemden farklı bir yöntem kullanılmıştır. Bu da lif homojenliği ve kalınlığı gibi birçok morfolojik yapının çalışmamızda elde edilen sonuçlardan farklı olduğu anlamına gelmektedir. Ayrıca, Lin ve arkadaşlarının çalışmasında tek bir spiral adım uzunluklu Ch kullanılmışken, bu çalışmada farklı spiral adım uzunluklu Ch'ların liflerin optik ve morfolojik özelliklere etkisi incelenmiştir.

## 2. Materyal ve Metot

### 2.1. Kolesterik Sıvı Kristallerin Hazırlanması

Çalışmamızda farklı adım uzunluklarına sahip kolesterik sıvı kristaller hazırlanmıştır. Ch sıvı kristal, N sıvı kristale kiral molekülün eklenmesi ile meydana gelir. Kiral moleküller N sıvı kristal tabakaların sarmal şekilde burulmasına neden olur. Böylelikle Ch sıvı kristalin genişliğine denk olan ışık seçici olarak yansır. Ch sıvı kristal tarafından yansıyan ışığın dalga boyu Ch sıvı kristalin spiral adım uzunluğu ile belirlenir. Tek adım uzunluklu kolesterik sıvı kristal

$$\lambda_{\max} = n_e \cdot p \quad (1)$$

ile

$$\lambda_{\min} = n_o \cdot p \quad (2)$$

arasındaki ışığı yansıtır.  $n_e$  ve  $n_o$  yönelimli N sıvı kristallerin olağanüstü ve olağan kırılma indisleridir.  $p$  adım uzunluğudur. Yansıtılan ışığın bant genişliği

$$\Delta\lambda = \lambda_{\max} - \lambda_{\min} = (n_e - n_o) \cdot p = \Delta n \cdot p \quad (3)$$

şeklinde verilir. Burada  $\Delta n$ , N sıvı kristalin çift kırılma indisidir. Merkezi yansıma konumunun kontrol edilmesi için en basit yöntem, adım uzunluğun doğrudan etkilenmesi ile mümkündür. Kiral katkı maddelerine dayalı Ch karışımların adım uzunluğu

$$p = 1 / (c \cdot \text{HTP}) \quad (4)$$

şeklinde verilir. Burada  $c$ , kiral katkı maddesinin konsantrasyonudur. HTP, kiral katkının sarmal burma gücüdür. HTP değeri ne kadar güçlü ise o oranda az kiral katkı maddesi karışıma eklenir. N sıvı kristali olarak E-7 sıvı kristali kullanılmıştır. Kiral katkı maddesi olarak ise yüksek bir burma gücüne sahip ( $110 \mu\text{m}^{-1}$ ), ancak nispeten zayıf bir çözünürlüğe sahip olan R5011 (13bR)-5,6-Dihidro-5-(trans-4-propylcyclohexyl)-4H-dinaphtho[2,1-f:1',2'-h][1,5]dioxonin) molekülü kullanılmıştır. E-7 sıvı kristali dört ayrı sıvı kristalin ağırlıkça belirli oranlarda karıştırılması ile oluşturulan ticari malzemedir (Tablo 1).

**Tablo 1.** E-7 sıvı kristalinin bileşenleri, katkı oranları ve kimyasal formülleri. R5011 kiral katkı maddesinin kimyasal formülü

Sıvı Kristal	Kütlece Oranı	Moleküler Formül
5CB (4-cyano-4'-n-pentyl-biphenyl)	% 51	
7CB (4-cyano-4'-n-heptyl-biphenyl)	% 25	
8OCB (4-cyano-4'-n-oxyoctyl-biphenyl)	% 16	
5CT (4-cyano-4''-n-pentyl-p-terphenyl)	% 8	
R5011 (13bR)-5,6-Dihydro-5-(trans-4-propylcyclohexyl)-4H-dinaphtho[2,1-f:1',2'-h][1,5]dioxonin	-----	

E-7 ve R5011 kimyasalları kullanılarak üç ayrı Ch sıvı kristal hazırlanmıştır. Bu sıvı kristallerin kodları, ağırlıkça oranları ve hedeflenen Ch adım uzunluğu Tablo 2’de verilmiştir.

**Tablo 2.** Ch örneklerinde bulunan N mezofaz ve kiral katkı oranları

Sıvı Kristal (kod)	E-7 oranı (%)	R5011 oranı (%)	Adım Uzunluğu (nm)
Ch-1	98,07	1,93	470
Ch-2	98,25	1,65	550
Ch-3	98,58	1,42	640

## 2.2. Liflerin Eğirilmesi

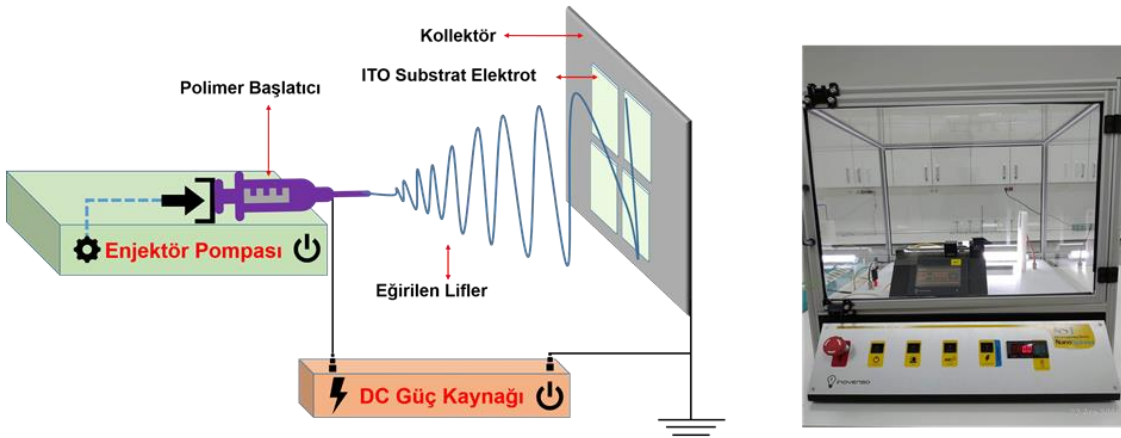
Bu çalışmada Ch sıvı kristal türüne bağlı olarak altı ayrı çözelti hazırlanacaktır. Polimer olarak polyacrylonitrile (PAN) kullanılacak olmasından dolayı en uygun çözücü polar yapıdaki

çözücülerden Dimetilformamid (DMF) belirlenmiştir. Farklı Ch sıvı kristallere sahip elektro-eğirme çözeltilerinin karışım oranları Tablo 3'te verilmektedir. Hazırlanan tüm çözeltiler 24 saat süre ile oda sıcaklığında manyetik karıştırıcı ile karıştırılmışlardır, böylece homojen çözeltiler elde edilmiştir.

**Tablo 3.** Çözeltilerde bulunan katkıların kütlece oranları

Örnek Adı	PAN:DMF Oranı (%)	PAN:Sıvı Kristal Oranı (%)	Katkılanacak Sıvı Kristal Adı
L1	7.6 : 92.4	1:1	Ch-1
L2	7.6 : 92.4	1:1	Ch-2
L3	7.6 : 92.4	1:1	Ch-3

Yazarların daha önce 5CB/PAN nano-liflerini üretirken kullanmış olduğu kütlece %7,6 PAN:DMF oranı bu çalışmada da kullanılmıştır. Elektro-eğirme için Inovenso NS1 cihazı kullanılmıştır. Cihaz; 0,001 ml/sa hassasiyete sahip programlanabilir bir şırınga pompası, 0,0 - 40,0 kV aralığında ayarlanabilir yüksek voltaj kaynağı ve yatay şekilde ayarlanmış bir iğne ve hedeften oluşmaktadır. İğne pozitif kutup, hedef ise negatif kutup olarak ayarlanmıştır. 0.8 mm dış ve 0.5 mm iç çapa sahip standart koyu yeşil şırınga iğnesi deneyler boyunca iğne olarak kullanılmıştır. Elektro-eğirme sisteminin çalışma diyagramı ve sistem fotoğrafı şekil 1'de görülmektedir. Bu çalışmada çözeltinin (polimer başlatıcı) püskürtüldüğü iğne ile lif toplayıcısı (kollektör) arası mesafe 23 cm olarak ayarlanmıştır. İğne ile toplayıcı arasına uygulanacak voltaj ise homojen ve sürekli liflerin üretilebilmesi için daha önceki çalışmalarda edinilen tecrübeler doğrultusunda 16 kV ile 24 kV arasında değişmiştir. Çözeltinin iğneden püskürtme hızı ise uygulama voltajına bağlı olarak 0,2ml/sa ile 1,4ml/sa olarak ayarlanmıştır.



**Şekil 1.** Elektro-eğirme sisteminin çalışma diyagramı ve sistem görüntüsü

### 2.3. Karakterizasyon Yöntemleri

Çalışmada, Olympus BX-51P model polarize optik mikroskop (POM) kullanılarak liflerin tekstürleri elde edilmiştir. Tüm lif örnekleri 137nm ve 530 nm optik geciktiriciler kullanılarak ve kullanılmadan incelenmiştir. Optik geciktiricilerin kullanılması ile lif yapısı görsel hale getirilebilmektedir. Mikroskop camları üzerine eğrilen lifler POM'un çapraz polarizörleri arasına yerleştirilerek iletim modunda morfolojileri incelemiştir. Sonrasında, POM'a entegre Canon 6D dijital fotoğraf makinesi ile liflerin mikrofotografaları çekilmiştir.

Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) görüntülemeleri için Carl Zeiss 300VP marka SEM Cihazı kullanılmıştır. Tüm lifler, cam üzerine büyütüldüğünden ve PAN'in yalıtkan bir malzeme olmasından dolayı ortaya çıkan yüklenme etkisinden kurtulmak ve daha kaliteli görüntüler elde etmek için SEM gözleminden önce argon inert gazı altında 60 s süreyle altın tabakası kaplanmıştır. SEM ölçümleri ile nano-lif morfolojisi incelenmiş lif ve gözenek boyutları belirlenmiştir.

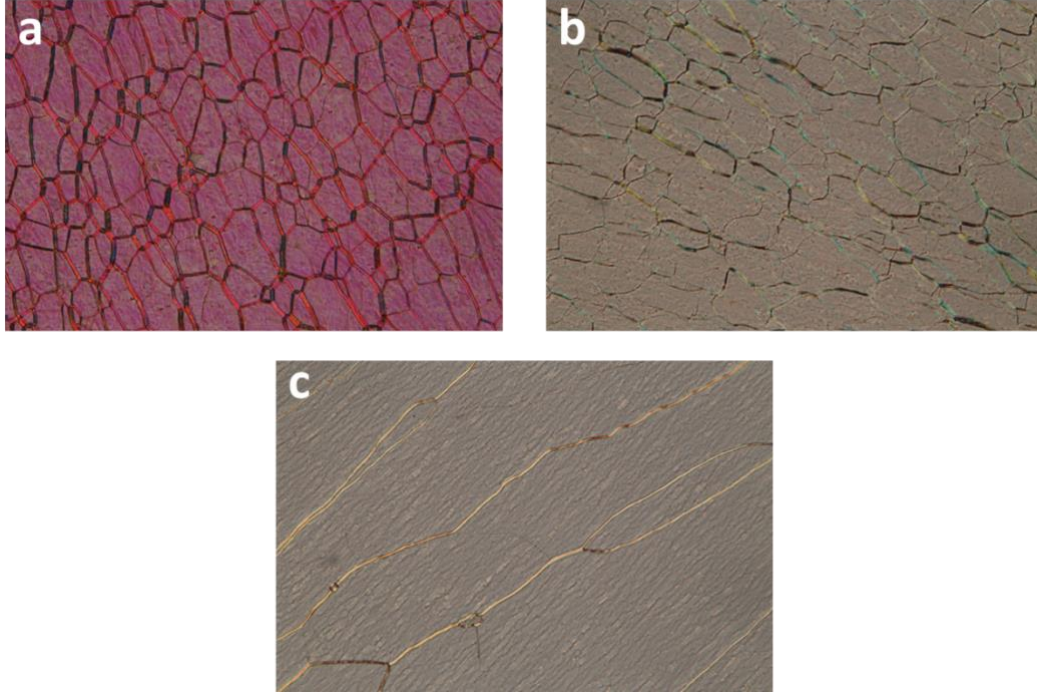
Termogravimetrik analiz (TGA), Perkin Elmer TGA 4000 cihazı kullanılarak 30°C - 900 °C sıcaklık aralığında ısıtma hızı 10 °C/dak. Olacak şekilde gerçekleştirilmiştir. Lif örnekleri özel seramik hücrelere yerleştirilerek ölçülme hazır hale getirilmiştir. Liflerin ısıl özelliklerini belirlemek için ölçüm 20 ml/dak akışla azot gazı altında gerçekleştirilmiştir. Her bir lifin başlangıç kütleleri 5 mg olarak belirlenmiştir. Cihazın kütle ölçüm hassasiyeti % ±0,01'dir.

FT-IR yardımıyla nano-lif yapısında yer almasını arzu ettiğimiz katkı maddesinin nano-lif yapısına girip girmediği araştırılmıştır. IR spektroskopisinde, numune, kızılötesi bölgede dalga sayısı 4000-400  $\text{cm}^{-1}$  aralığında yer alan fotonlarla uyarılmıştır. FT-IR ölçümleri MSKÜ Kimya Bölümü'nde gerçekleştirilmiştir.

### 3. Bulgular ve Tartışma

Her bir Ch sıvı kristal eğrilmeden önce sandviç tür hücrelere kapılar etki ile doldurulmuş ve polarize optik mikroskop (POM) kullanılarak iletim modunda tekstürleri incelenmiştir. Böylece, Ch'in elde edilip edilemediği belirlenmiştir. Ch-1, Ch-2 ve Ch-3 sıvı kristallerinin POM iletim modunda çekilmiş tekstürleri Şekil 2 ile verilmektedir. Tekstürler oda sıcaklığında çekilmişlerdir. Şekil incelendiğinde Ch mezofaz için beklenen bir tekstür olan oily-streak desenler açıkça görülmektedir. Ch-1 ve Ch-2 için domain yapılar oluştuğu ve bu yapıların domain sınırları oily-streak ile net bir şekilde ayrıldığı açıkça görülmektedir. Ch-3 için ise taneli yapılar çok geniş şekilde ortaya çıkmışken yine domain sınırları parlak renkte görünmektedir. Tekstürlerin aynı sıcaklıkta

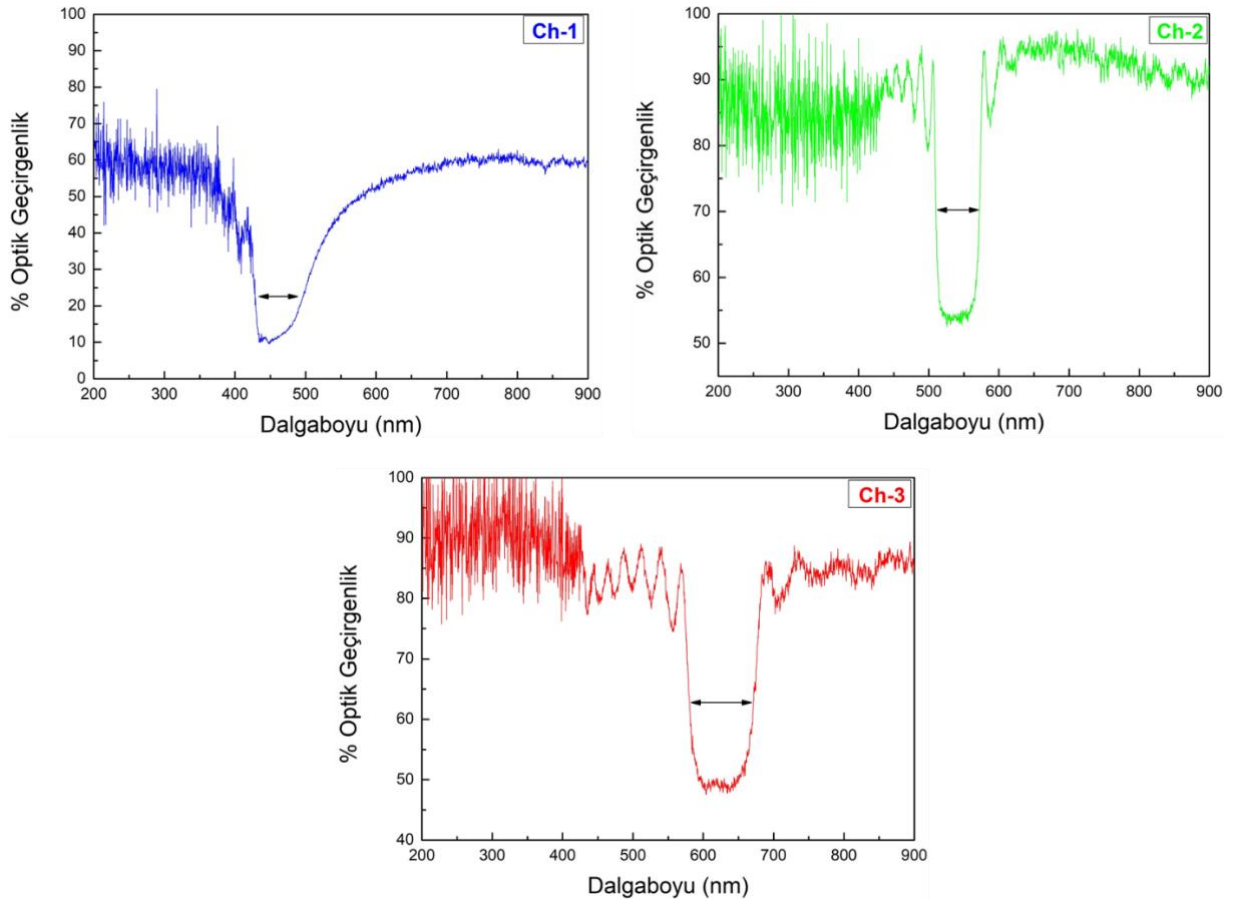
çekilmelerine rağmen farklı renklerde görünmeleri farklı adım uzunluklarına sahip Ch olmalarından kaynaklanmaktadır.



Şekil 2. (a) Ch-1, (b) Ch-2 ve (c) Ch-3 için transmasyon modunda elde edilen POM tekstürleri

İstenilen spiral adım uzunluğuna sahip Ch mezofazların oluşup oluşmadığı POM tekstürleri dışında Ocean Optics marka DH-2000-BAL Tungsten kaynağı ve FLAME-S-XR1 detektörden oluşan UV-VIS spektrofotometre ile de belirlenmiştir. Işığın dalga boyuna bağlı olarak malzemelerin optik geçirgenlik değişimleri Şekil 3'te verilmektedir. Bilindiği üzere, tek adım uzunluklu kolesterik sıvı kristaller Denklem 3 ile verilen aralıktaki ışığı yansıtır. Ch karışımının spiral adım uzunluğu ise Denklem 4 ile verilmiştir. Şekil 3'teki optik geçirgenlik değerlerindeki kuyu tipi azalmalar sıvı kristallerin yansıma yaptıkları dalga boyu aralığını ( $\Delta\lambda$ ) vermektedir. Bu aralık aynı zamanda Ch'lerin spiral adım uzunluğu ile ilintilidir. Grafiklerdeki kuyu aralığının ortalaması spiral adım uzunluğuna ( $p$ ) karşılık gelmektedir. Buna göre; Ch-1'in 470 nm spiral adım uzunluklu olması istenirken UV-VIS grafiğine göre adım uzunluğunun 459 nm olduğu tespit edilmiştir. Kuyu sınırlarının da yaklaşık olarak 428 nm ile 491 nm olduğu belirlenmiştir. Ch-2'nin spiral adım uzunluğunun 550 nm olması hedeflenmişken Şekil 3'e göre bu değer oldukça yakın bir sonuç olarak 541 nm adım uzunluğu tespit edilmiştir. Ch-2'nin kuyu sınırları ise 510 nm ile 572 nm'dir. Ch-3 için ise 640 nm spiral adım uzunluğu öngörülmüştür. Optiksel geçirgenlik grafiklerinden Ch-3'ün 626 nm spiral adım uzunluğuna sahip olduğu belirlenmiştir. Ch-3'ün kuyu sınırları 578 nm ile 674 nm olarak bulunmuştur ki bu da yaklaşık 100 nm'lik bir bant aralığına karşılık gelmektedir.

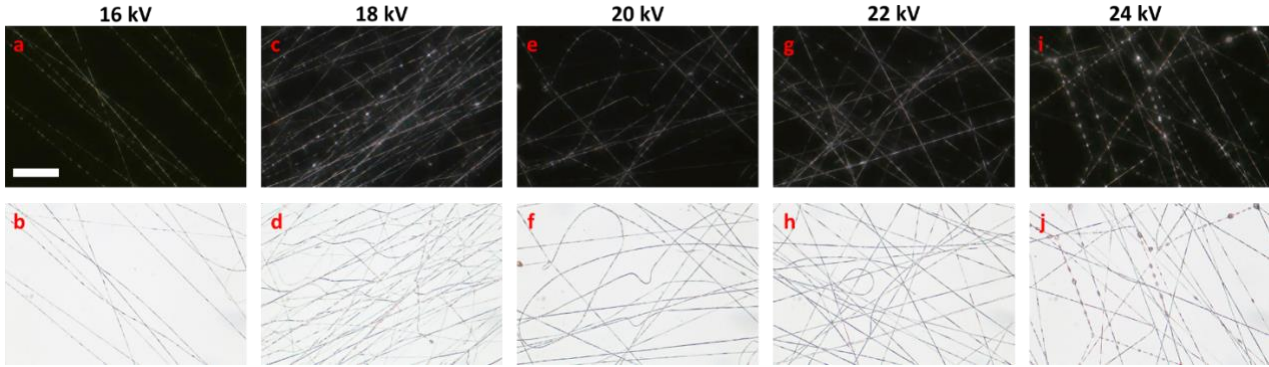




**Şekil 3.** Ch-1, Ch-2 ve Ch-3 sıvı kristallerinin 20 $\mu$ m kalınlıkta sandviç hücrelerde UV-VIS spektrofotometresinde alınmış ışığın dalga boyuna bağlı olarak optiksel geçirgenlik grafikleri.

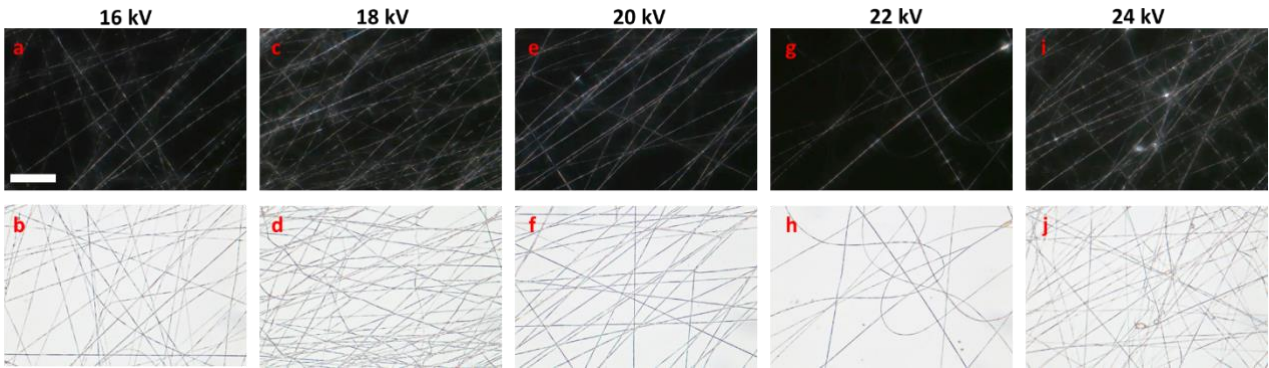
Üretilen liflerin optik analizleri gerçekleştirilmiştir. Liflerin iletim modunda optik görüntülemeleri yapılmıştır. İlk olarak, mikroskop camı üzerine eğirilmiş olan lifler POM'un çapraz konumlandırılmış polarizörlerinin arasına yerleştirilmiştir. İletim modunda tekstürlerin elde edilmesi için 40x büyütme uygulanmıştır. Ayrıca, anizotropi sergileyen sıvı kristallerin dışında diğer yapıların anlaşılması için 137 nm optik geciktirici kullanılmıştır. Şekil 4'te L1 örneğinin farklı uygulama voltajlarında eğirilen liflerine ait tekstürler bulunmaktadır. Bu tekstürlerden üst sırada olanlar çapraz polarizörler arasına yerleştirilen liflere ait POM tekstürleridir. Alt sıradakiler ise POM'a eklenmiş 137 nm optik geciktirici kullanılarak elde edilen tekstürlerdir. Çapraz polarizörlerin arasında alınan tekstürlere bakıldığında sıvı kristalin lif içerisindeki varlığı açıkça görülmektedir. Bilindiği üzere, liflerde kılıf malzeme olarak kullanılan PAN polimerinin çiftkırıcılığı oldukça düşüktür (23°C'de 0,01). Ch karışımlarda kullanılan E-7 N sıvı kristalinin 23°C'de çiftkırıcılığı yaklaşık 0,22'dir. Her iki malzemenin çiftkırıcılığı değerlendirildiğinde PAN'ın çapraz polarizörler arasında alınan tekstürlerde çok zayıf parlama yapması beklenirken sıvı kristalin ise yüksek parlama yapması beklenmektedir. Şekil 4'te görülen belirgin parlamalar lif içerisindeki Ch-1'in varlığını göstermektedir. 16 kV ve 20 kV uygulama voltajları altında eğirilen liflerin genel olarak homojen

oldukları görülse de lifler boyunca uzamış boncuk yapılar (bead) bulunmaktadır. Benzer homojensizlikler 18 kV, 22 kV ve 24 kV ile eğirilen liflerde çok daha büyük ve küresel şekilde oluşmuştur.



**Şekil 4.** L1 örneğinin iletim modunda elde edilmiş POM tekstürleri. Üst sırada bulunan tekstürler liflerin çapraz polarizörler arasında elde edilmiş POM tekstürleridir. Alt sırada bulunanlar ise aynı liflerin POM'a 137 nm optik geciktirici eklenerek elde edilen tekstürlerdir. Tekstürler (a) ve (b) 16 kV, (c) ve (d) 18 kV, (e) ve (f) 20 kV, (g) ve (h) 22 kV, (i) ve (j) 24 kV uygulama voltajı altında eğirilen liflere aittir. Ölçek çizgisi 100  $\mu$ m uzunluğu temsil etmektedir.

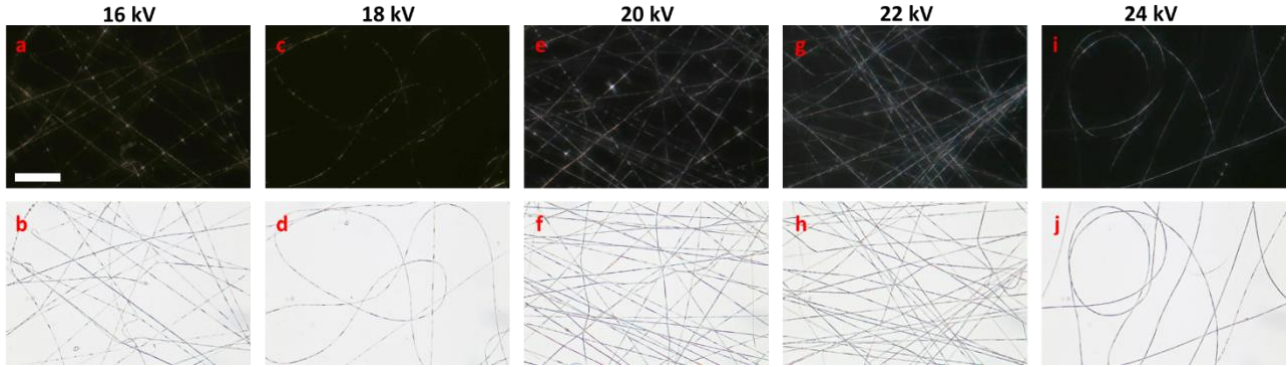
Şekil 5'te ise L2 örneğinin iletim modunda elde edilen POM tekstürleri verilmektedir. Üst sıradaki tekstürler incelendiğinde lif boyunca Ch-2 sıvı kristalinin varlığı açık şekilde görülmektedir. Liflere bakıldığında tüm liflerin neredeyse homojen oldukları görülmektedir. Lifler boyunca uzamış boncuk yapılar bulunmaktadır. Bu boncuklar sıvı kristal ile dolu olduğu için POM görüntülerinde yoğun parlamalar belirgindir.



**Şekil 5.** L2 örneğinin iletim modunda elde edilmiş POM tekstürleri. Üst sırada bulunan tekstürler liflerin çapraz polarizörler arasında elde edilmiş POM tekstürleridir. Alt sırada bulunanlar ise aynı liflerin POM'a 137 nm optik geciktirici eklenerek elde edilen tekstürlerdir. Tekstürler (a) ve (b) 16 kV, (c) ve (d) 18 kV, (e) ve (f) 20 kV, (g) ve (h) 22 kV, (i) ve (j) 24 kV uygulama voltajı altında eğirilen liflere aittir. Ölçek çizgisi 100  $\mu$ m uzunluğu temsil etmektedir.

Şekil 6'da L3 örneğinin iletim modunda çekilmiş optik tekstürleri bulunmaktadır. Bu örnek için de diğer örneklerde olduğu gibi çapraz polarizasyon durumunda (Şekil 6 üst sıra) görülen parlamalar Ch-3 sıvı kristalinin anizotropik özelliklerinden kaynaklanmaktadır. Yani, sıvı kristalin yüksek çift kırılmasından dolayı oluşan bu parlamalar lif içerisinde Ch-3 sıvı kristalinin varlığını göstermektedir.

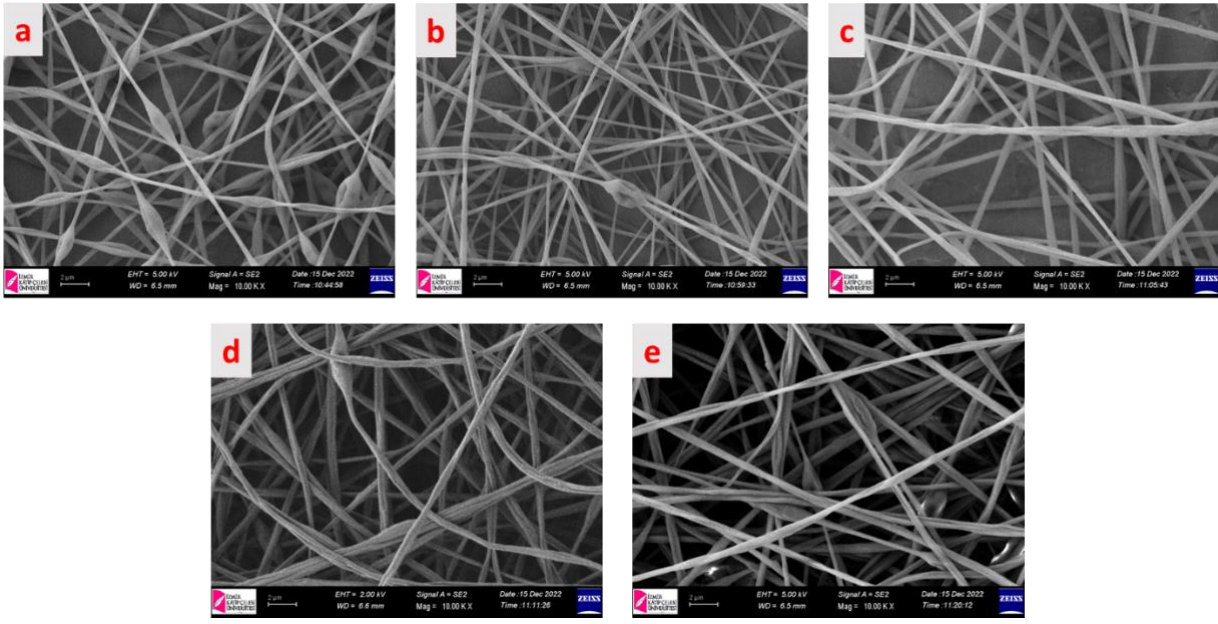
Farklı uygulama voltajlarında eğirilen L3 örneğinin tekstürlerine bakıldığında özellikle 22 kV ve 24 kV'da eğirilen liflerin diğerlerine nazaran daha homojen oldukları görülmektedir. 16 kV ve 20 kV'da eğirilen lifler boyunca ise parlak noktalar halinde gözlemlenen boncuk yapılar mevcuttur.



**Şekil 6.** L3 örneğinin iletim modunda elde edilmiş POM tekstürleri. Üst sırada bulunan tekstürler liflerin çapraz polarizörler arasında elde edilmiş POM tekstürleridir. Alt sırada bulunanlar ise aynı liflerin POM'a 137 nm optik geciktirici eklenerek elde edilen tekstürlerdir. Tekstürler (a) ve (b) 16 kV, (c) ve (d) 18 kV, (e) ve (f) 20 kV, (g) ve (h) 22 kV, (i) ve (j) 24 kV uygulama voltajı altında eğirilen liflere aittir. Ölçek çizgisi 100 µm uzunluğu temsil etmektedir.

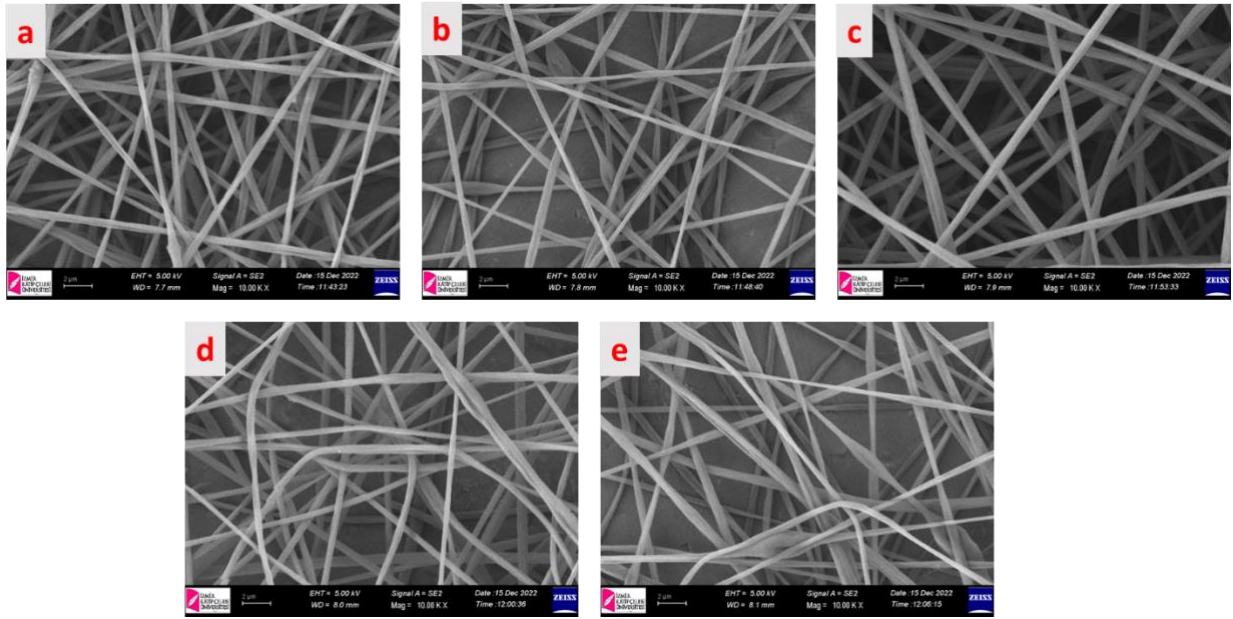
Çalışmada liflerin yapısal analizleri de gerçekleştirilmiştir. Bu bağlamda ilk olarak tüm örnekler için farklı uygulama voltajları altında eğirilen liflerin SEM görüntüleri alınmıştır. Şekil 7'de L1 örneğinin tüm uygulama voltajları için alınmış SEM görüntüleri bulunmaktadır. Bu görüntülerdeki lif yapıları iletim modunda alınan POM tekstürleri ile oldukça uyumludur. 16 kV uygulama voltajında eğirilen lifler boyunca uzamış boncuk yapılar açıkça görülmektedir (Şekil 7a). Bu yapılar neredeyse tüm liflerde gözlenmiştir. Benzer şekilde 18 kV'ta eğirilen liflerde daha seyrek olmakla birlikte uzamış ve kısmen küresel boncuk yapılar tespit edilmiştir (Şekil 7b). 20 kV, 22 kV ve 24 kV'ta eğirilen liflerde ise boncuk yapılar oldukça uzamış ve lif boyunca küresel olmaktan uzak yapıdadır (Şekil 7c-d-e). Bununla birlikte uygulama voltajının artmasıyla birlikte liflerin kalınlıklarının arttığı açıktır.





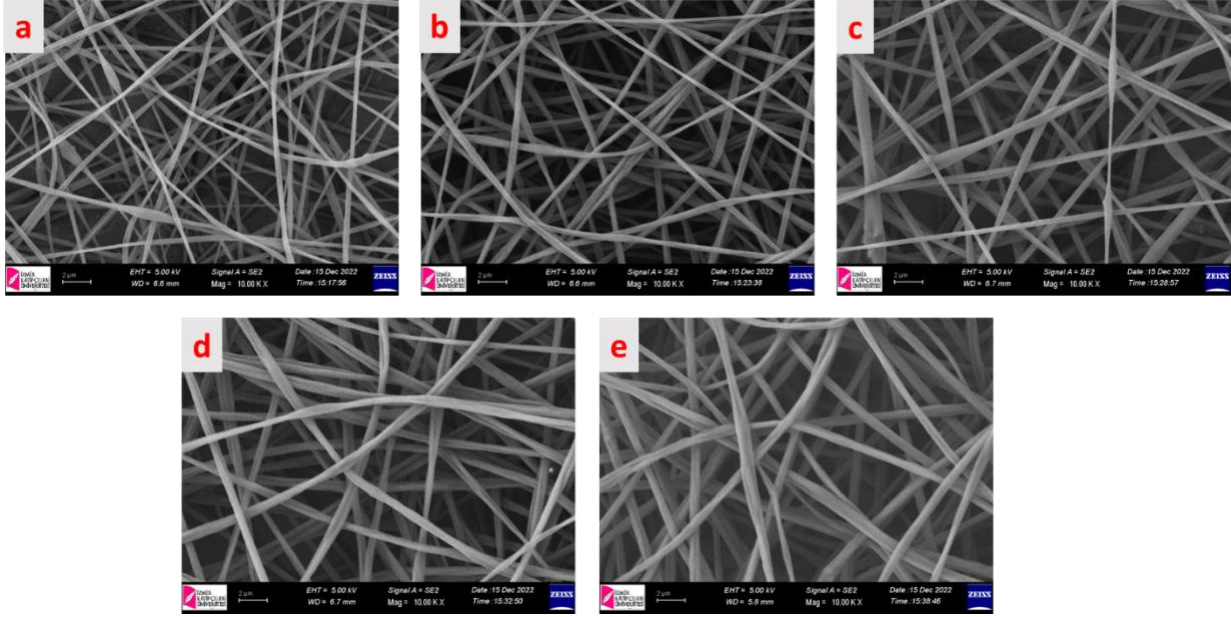
**Şekil 7.** L1 örneğinin taramalı elektron mikroskopunda alınmış lif görüntüleri. (a) 16 kV, (b) 18 kV, (c) 20 kV, (d) 22 kV ve (e) 24 kV uygulama voltajı altında eğirilen L1 liflerine ait görüntülerdir.

Şekil 8’de L2 örneğine ait lifler bulunmaktadır. Özellikle 16 kV ve 18 kV’ta eğirilen liflerde az sayıda olmakla birlikte lif boyunca uzamış boncuk yapılar görülmektedir (Şekil 8a-b). Diğer uygulama voltajlarında eğirilen liflerde ise boncuk yapılar oldukça seyrek tespit edilmiştir ve liflerin homojen şekilde eğirildiği görülmektedir (Şekil 8c-d-e).



**Şekil 8.** L2 örneğinin taramalı elektron mikroskopunda alınmış lif görüntüleri. (a) 16 kV, (b) 18 kV, (c) 20 kV, (d) 22 kV ve (e) 24 kV uygulama voltajı altında eğirilen L2 liflerine ait görüntülerdir.

Şekil 9’da ise L3 örneğinin SEM görüntüleri bulunmaktadır. Uygulama voltajı arttıkça eğirilen liflerin kalınlıklarının arttığı açık şekilde anlaşılmaktadır. Ayrıca Şekil 6’da verilen POM görüntüleri ile Şekil 9’daki SEM görüntüleri kıyaslandığında lif yapılarının her iki çalışmada uyumlu sonuçlar verdiği görülmektedir. 16 kV’ta eğirilen liflerin lif boyunca uzanan boncuk yapıya sahip olduğu benzer durumun 18 kV’ta eğirilen liflerde de bulunduğu fakat uygulama voltajı arttırıldığında liflerin daha homojen yapıda eğirilebildiği sonucuna varılmıştır. Yine diğer örneklerde olduğu gibi uygulama voltajı arttırıldığında lif kalınlıklarında bir artış olduğu tespit edilmiştir.

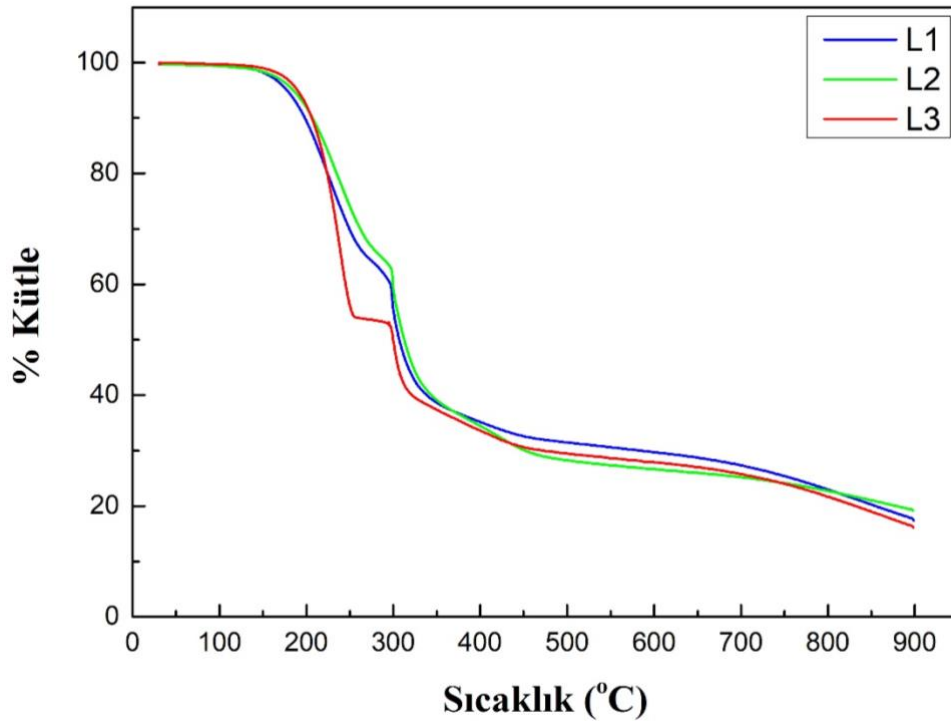


Şekil 9. L3 örneğinin taramalı elektron mikroskopunda alınmış lif görüntüleri. (a) 16 kV, (b) 18 kV, (c) 20 kV, (d) 22 kV ve (e) 24 kV uygulama voltajı altında eğirilen L3 liflerine ait görüntülerdir.

Tüm liflerin eğilmesi sırasında ortam sıcaklığı 23°C ve ortamın bağıl nemi % 30’dur. İğne-toplayıcı arası mesafe ise 23cm sabit mesafe olarak belirlendi. Lifler arasındaki kalınlık farklarının sebebinin uygulama voltajı ve eğirme esnasında çözelti besleme hızındaki değişim olduğu düşünülmektedir. İğne-toplayıcı arası mesafenin sabit olduğu durumda uygulama voltajının artması ile iğne-toplayıcı arasında oluşan elektrik alanın büyüklüğü de artmaktadır. Ayrıca, uygulanan elektrik alan büyüklüğü arttıkça homojen bir lif jetinin elde edilebilmesi için çözelti besleme hızı da arttırılmak durumundadır. Literatürde, uygulama voltajının, çözelti viskozitesinin ve iğne-toplayıcı arası mesafenin sabit olduğu durumda çözelti besleme hızı arttıkça lif kalınlığının da arttı bildirilmektedir (Cramariuc et al., 2013). Bununla birlikte, kutuplanmış iğne içerisinde akan çözeltilerden kaynaklanan yüzey geriliminin artması liflerde boncuk yapıların oluşmasına neden olurken çözelti viskozitesinin ve yük yoğunluğunun artması boncuk yapıların azalmasına neden olmaktadır

(Fong et al., 1999). Söz konusu parametrelerin liflerin üretiminde değişiklik göstermesiyle lif morfolojilerinin değiştiği düşünülmektedir.

Farklı sıvı kristaller içeren liflerin sıcaklığa bağlı olarak kütlelerinde nasıl bir kayıp olduğunun tespit edilebilmesi amacıyla liflerin TGA ölçümleri de gerçekleştirilmiştir. Şekil 10'da L1, L2 ve L3 örneklerinin 30°C'den itibaren 900°C'ye kadar kütle kayıplarının değişimi verilmektedir. Eğriler incelendiğinde liflerdeki kütle kaybı oldukça belirgindir ve kütle değişimi sıcaklık ekseninde üç temel kısma ayrılmaktadır. Birinci kısımda tüm lifler için yaklaşık olarak 200°C'ye kadar kütlelerinde yaklaşık %5 değişim olmuştur. Bu değişim ortamdan kaynaklanan nem kaybından kaynaklandığı düşünülmektedir. Elektro-eğirme işlem tüm örnekler için %30 sabit bağıl nem ortamında gerçekleştirilmiştir. Birinci kısmın üst sıcaklık sınırından itibaren kütle azalmasında ikinci kısım başlamaktadır ve bu azalma yaklaşık olarak 450°C'ye kadar devam etmiştir. Bu kısımda tüm liflerin kütlelerinde büyük bir azalma görülmüştür ve toplam kütle miktarı %30'a kadar düşmüştür. Bu kısımdaki azalma pirolitik reaksiyonlardan kaynaklanmakla birlikte nitrojen içeren bazı uçucu bileşenler de yapıdan ayrılmış olabilirler. Üçüncü kısımda ise lif kütleleri 900°C'ye kadar neredeyse düzenli bir azalış göstermiştir ve %20 oranına kadar gerilemiştir. Bu seviyedeki kütle tamamen yanmış ve kül halini almıştır.



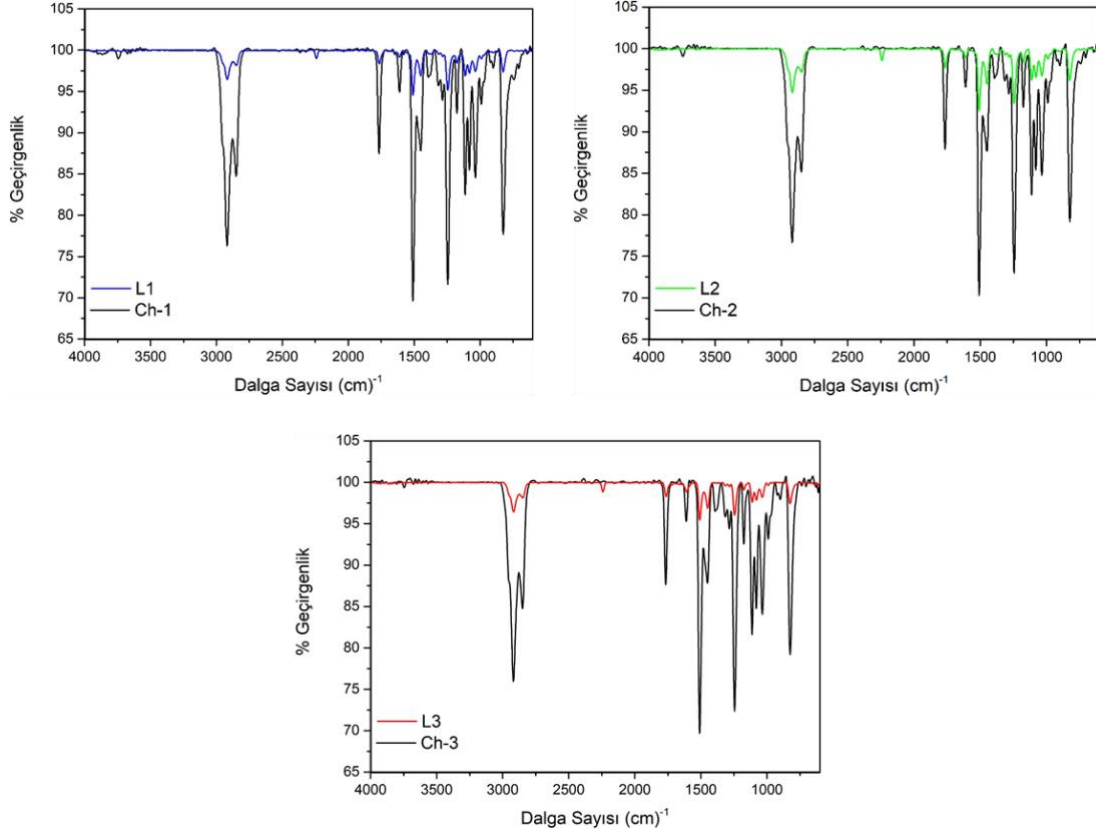
Şekil 10. L1, L2 ve L3 örneklerinin termogravimetrik analiz eğrileri. Mavi eğri L1 örneği, Yeşil eğri L2 örneği ve kırmızı eğri L3 örneğini temsil etmektedir.

Eğirilen liflerin FT-IR ile moleküler düzeyde titreşim pikleri incelenmiştir. FT-IR spektroskopisinde, numune, kızılötesi bölgede dalga sayısı 4000-400  $\text{cm}^{-1}$  aralığında yer alan fotonlarla uyarılır. Molekül, kızılötesi radyasyonu doğrudan soğurarak daha yüksek bir titreşim durumuna uyarılır. IR seçim kuralı gereği titreşim sırasında molekülün dipol momentinde bir değişiklik olduğunda kızıl ötesi enerji seviyeleri arası geçişler oluşur. Bu enerji seviyeleri arasındaki geçişler molekül yalın iken ve farklı bir molekülle koordinasyon kurmuşken farklı spektrumlar sergiler. Bu analizler sayesinde Ch sıvı kristallerin ve Ch sıvı kristal katkılı liflerin yapı ile bir araya gelip gelmediği değerlendirilecektir. L1, L2 ve L3 örneklerinin ve sırasıyla bu örneklerde bulunan Ch-1, Ch-2 ve Ch-3 sıvı kristallerine ait IR spektrumları Şekil 11’de verilmektedir. Her üç spektruma bakıldığında da sıvı kristallerin titreşim piklerinin konum ve geometrilerinin neredeyse birbirleri ile aynı oldukları açıkça görülmektedir. Bunun nedeni ise her üç sıvı kristalde de N mezofaz olarak E-7 sıvı kristal karışımının ve R5011 kiral katkı maddesinin bulunmasıdır. Pik geometrilerindeki bir miktar farkın ise sıvı kristal içerisindeki N mezofaz – kiral katkı maddesi oranının farklılığından kaynaklanmaktadır. L1, L2 ve L3 liflerine ait IR spektrumlarında ise liflerde bulunan Ch sıvı kristallerin sergilemiş oldukları titreşim pikleri ile aynı dalga sayısında pikler vermişlerdir. Bu piklerin büyüklükleri sıvı kristallerinki ile aynı olmamakla birlikte bu durum beklenen bir durumdur. Çünkü liflerin yapısında sadece sıvı kristal bulunmamaktadır aynı zamanda polimer olarak PAN’da bulunmaktadır. PAN’ın IR spektrumunda ise genel olarak %1 altında geçirgenlik titreşim pikleri bulunmaktadır ki bu değerler sıvı kristal titreşim pikleri ile kıyaslanamayacak kadar zayıf piklerdir. Liflerin sıvı kristallerin sergilediği titreşim pikleri ile aynı dalga sayılarında pikler vermesi lif yapılarında sıvı kristallerin varlığını göstermektedir. Ayrıca, sıvı kristallerde ve liflerde tespit edilen titreşim piklerinin listesi Tablo 4’de verilmektedir.

**Tablo 4.** Sıvı kristaller ve liflere ait IR spektrumunda bulunan temel titreşim pikleri ve fiziksel anlamları.

Dalga Sayısı ( $\text{cm}^{-1}$ )	Titreşim Piki
2919	alkil zincirinin $\text{CH}_2$ asimetric gerilme titreşimi
2852	alkil zincirinin $\text{CH}_2$ simetric gerilme titreşimi
1766	$\text{C}=\text{O}$ gerilme titreşimi
1610	fenil halkasındaki $\text{C}=\text{C}$ gerilme titreşimi
1509	$\text{N}-\text{O}$ asimetric gerilme titreşimi
1450	$\text{C}-\text{H}$ büküm titreşimi
1392	fenil halkasındaki $\text{C}=\text{C}$ gerilme titreşimi
1317	$\text{N}-\text{O}$ simetric gerilme titreşimi
1286	$\text{C}-\text{N}$ gerilme titreşimi
1245	$\text{C}-\text{O}-\text{C}$ antisimetric gerilme titreşimi
1176	fenil halkasındaki $\text{C}-\text{H}$ gerilme titreşimi
1112	$\text{C}-\text{C}$ hidrokarbon zincirlerinin gerilmesi ve $\text{CH}_2$ bükümü

1081	<i>C-O</i> gerilme titreşimi
1035	<i>C-N</i> gerilme titreşimi
991	<i>C=C</i> bükülme titreşimi
900	<i>C=C</i> bükülme titreşimi
825	fenil halkasındaki <i>C-H</i> düzlem dışı sallanma titreşimi



Şekil 11. L1, L2 ve L3 örneklerinin FT-IR analiz eğrileri.

#### 4. Sonuçlar ve Öneriler

Çalışmamızda hazırlanan sıvı kristallerin başarılı şekilde Ch mezofaz sergilediği yapılan POM ölçümleri ile belirlenmiştir. POM görüntülerinde Ch sıvı kristallerde sıklıkla gözlenen karakteristik oily-streak tekstürleri bulunmaktadır. Ayrıca, üç ayrı spiral adım uzunluğuna sahip kolesterik hazırlanmıştır. Hazırlanan kolesteriklerin spiral adım uzunluklarının planlanan değerlerde olup olmadığı UV-VIS spektrofotometresi ile kontrol edilmiştir. Şekil 3'te görülen optik geçirgenlik değerleri göstermektedir ki planlanan değerler ile uyumlu olarak spiral adım uzunluklarına sahip kolesterikler hazırlanmıştır. Bu Ch fazlarla PAN karıştırılarak lifler eğrilmiştir.



İletim modunda alınan POM görüntülerinde lif yapılarının içeriğinde bulunan sıvı kristallerden dolayı lifler boyunca parlamalar tespit edilmiştir. Bu parlamalar polimer liflerinin içerisine kolesterik sıvı kristallerin yerleştiğini göstermektedir. Liflerde sıvı kristal varlığının tespitine yönelik benzer analizler literatürde birçok çalışmada raporlanmıştır (Buyuktanir et al., 2010; Guan, Zhang, Li, et al., 2018; Williams et al., 2023). Tüm örnekler için liflerin yapıları uygulama voltajlarına bağlı olarak değişim göstermiştir. Genel olarak tüm liflerde lif boyunca uzanan boncuk yapılar gözlenirse de bu yapıların geometrisi örnekler arasında değişiklik göstermiştir.

SEM görüntüleri tüm uygulama voltajlarında eğirilen lifler için ayrı ayrı elde edilmiştir. 10000x büyütmede yapılan görüntülemeler lif boyunca uzanan boncuk yapıların morfolojilerini tespit etmemizi sağlamıştır. Bu boncuk yapıların elektro-eğirik sıvı kristal-polimer liflerinde gözleendiği sıklıkla raporlanmıştır (Buyuktanir et al., 2010; Nguyen et al., 2020; Wang et al., 2016). Lif boyunca gözlenen boncuk yapılar homojensizliği oluşturmaktadır ve istenmeyen bir durumdur. Ancak, çalışmamızda uygulama voltajının artırılması ile birlikte boncuk yapıların (lif homojensizliklerinin) azaldığı tespit edilmiştir. Lif kalınlıkları her bir örnekte farklı uygulama voltajlarında eğirilen liflerde değişiklik göstermiştir. Elektro-eğirme işleminde lif kalınlıklarının ve morfolojilerinin değişimi hem üretim parametreleri (uygulama voltajı, iğne-toplayıcı arası mesafe, besleme hızı, vs.) hem de ortam parametrelerinden (ortam sıcaklığı, ortam nemi, vs.) etkilenmektedir. Uygulama voltajının artması ile lif kalınlıklarının arttığı tüm örnekler için tespit edilmiştir. Liflerin TGA ölçümleri de gerçekleştirilmiştir. Buna göre L1, L2 ve L3 örneklerinin davranışı yaklaşık olarak aynıdır. Temelde üç ayrı kütle azalma bölgesi tespit edilmiştir. İlk sıcaklık bölgesinde yaklaşık %5'lik bir azalma gerçekleşmişken, ikinci azalma bölgesi yaklaşık olarak 450°C'de sonlanmıştır ve bu bölgede lif kütlelerinin %30' kadar düştüğü belirlenmiştir. Bu sıcaklıktan sonra 900°C'ye kadar kısımda kütle azalması neredeyse doğrusal seyretmiştir ve bu sıcaklıkta sadece kül kalmıştır. Kolesterik içeren PAN liflerinin sıcaklığa bağlı kütlelerindeki azalma davranışı tüm lif örnekleri için literatürde bulunan ve yapısında büyük oranda PAN bulunan kompozitler ile uyumludur (Salim et al., 2019; W. X. Zhang et al., 2007). FT-IR analizleri göstermiştir ki Ch sıvı kristal katkılı liflerde, sıvı kristaller ile aynı dalga sayısında ve benzer geometrilere titreşim pikleri açıkça görülmektedir. Bu durum liflerin içerisinde kolesterik sıvı kristallerinin varlığını göstermektedir. Çalışmamızda elde edilen sonuçlar aşağıda maddeler halinde özetlenmiştir:

- E-7 N mezofazı kullanılarak başarı şekilde üç ayrı spiral adım uzunluğuna sahip sıvı kristal karışımlar hazırlanmıştır.
- İletim modunda alınan POM görüntüleri ve FT-IR analizleri göstermiştir ki sıvı kristaller lif yapısında bulunmaktadır.
- Eğirme parametreleri ve ortam parametrelerine bağlı olarak lif morfolojilerinin tüm örneklerde farklılık gözlenmesine sebep olmuştur. Ancak, uygulama voltajının artması ile lif homojensizliklerinin azaldığı tespit edilmiştir.

- TGA analizleri sonucunda yaklaşık 450°C'ye ulaşıldığında liflerin büyük oranda kütlelerini kaybetmiş ve bu sıcaklık itibari ile kütlelerin tamamen yandığı ve kül yapısına dönüşmüştür.

### **Teşekkür**

Bu çalışma 2209-A - Üniversite Öğrencileri Araştırma Projeleri Destekleme Programı tarafından desteklenmiştir. Malzeme üretimi ve ölçümlerin gerçekleştirilmesinde Muğla Sıtkı Koçman Üniversitesi bünyesinde bulunan Araştırma Laboratuvarları Merkezi'ne ve Moleküler Nano Malzeme Laboratuvarı'na, ayrıca, Dr. Çiğdem Elif Demirci'ye verdikleri teknik destekten dolayı teşekkür ederiz.

### **Yazarların Katkısı**

M.K. liflerin üretilmesi; M.C. liflerin üretilmesi; N.A. kolesteriklerin hazırlanması ve UV-VIS ölçümleri; A.E.M. liflerin üretilmesi, POM ölçümleri, analizler ve makalenin yazılması kısımlarında katkı vermişlerdir.

### **Çıkar Çatışması Beyanı**

Yazarlar arasında herhangi bir çıkar çatışması bulunmamaktadır.

### **Araştırma ve Yayın Etiği Beyanı**

Yapılan çalışmada araştırma ve yayın etiğine uyulmuştur.

### **Kaynaklar**

- Bagiński, M., Tupikowska, M., González-Rubio, G., Wójcik, M., & Lewandowski, W. (2020). Shaping Liquid Crystals with Gold Nanoparticles: Helical Assemblies with Tunable and Hierarchical Structures Via Thin-Film Cooperative Interactions. *Advanced Materials*, 32(1), 1904581. <https://doi.org/10.1002/adma.201904581>
- Buyuktanir, E. A., Frey, M. W., & West, J. L. (2010). Self-assembled, optically responsive nematic liquid crystal/polymer core-shell fibers: Formation and characterization. *Polymer*, 51(21), 4823–4830. <https://doi.org/10.1016/j.polymer.2010.08.011>
- Büyüktanir, E. A., Gheorghiu, N., West, J. L., Mitrokhin, M., Holter, B., & Glushchenko, A. (2006). Field-induced polymer wall formation in a bistable smectic-A liquid crystal display. *Applied Physics Letters*, 89(3), 031101. <https://doi.org/10.1063/1.2221887>
- Cramariuc, B., Cramariuc, R., Scarlet, R., Manea, L. R., Lupu, I. G., & Cramariuc, O. (2013). Fiber diameter in electrospinning process. *Journal of Electrostatics*, 71(3), 189–198. <https://doi.org/10.1016/j.elstat.2012.12.018>

- Demus, D., Goodby, J., Gray, G. W., Spiess, H. -W., & Vill, V. (1998). Handbook of Liquid Crystals. In *Handbook of Liquid Crystals*. <https://doi.org/10.1002/9783527620760>
- Dierking, I. (2003). Textures of Liquid Crystals. In *Textures of Liquid Crystals*. <https://doi.org/10.1002/3527602054>
- Enz, E., & Lagerwall, J. (2010). Electrospun microfibres with temperature sensitive iridescence from encapsulated cholesteric liquid crystal. *Journal of Materials Chemistry*, 20(33), 6866. <https://doi.org/10.1039/c0jm01223h>
- Finkelmann, H., Kim, S. T., Muñoz, A., Palffy-Muhoray, P., & Taheri, B. (2001). Tunable Mirrorless Lasing in Cholesteric Liquid Crystalline Elastomers. *Advanced Materials*, 13(14), 1069–1072. [https://doi.org/10.1002/1521-4095\(200107\)13:14<1069::AID-ADMA1069>3.0.CO;2-6](https://doi.org/10.1002/1521-4095(200107)13:14<1069::AID-ADMA1069>3.0.CO;2-6)
- Fong, H., Chun, I., & Reneker, D. (1999). Beaded nanofibers formed during electrospinning. *Polymer*, 40(16), 4585–4592. [https://doi.org/10.1016/S0032-3861\(99\)00068-3](https://doi.org/10.1016/S0032-3861(99)00068-3)
- Froyen, A. A. F., Debije, M. G., & Schenning, A. P. H. J. (2022). Polymer Dispersed Cholesteric Liquid Crystal Mixtures for Optical Time–Temperature Integrators. *Advanced Optical Materials*, 10(22). <https://doi.org/10.1002/adom.202201648>
- Guan, Y., Zhang, L., Li, M., West, J. L., & Fu, S. (2018). Preparation of temperature-response fibers with cholesteric liquid crystal dispersion. *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, 546(March), 212–220. <https://doi.org/10.1016/j.colsurfa.2018.03.011>
- Guan, Y., Zhang, L., Wang, D., West, J. L., & Fu, S. (2018). Preparation of thermochromic liquid crystal microcapsules for intelligent functional fiber. *Materials & Design*, 147, 28–34. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2018.03.030>
- Jangizehi, A., Schmid, F., Besenius, P., Kremer, K., & Seiffert, S. (2020). Defects and defect engineering in Soft Matter. *Soft Matter*, 16(48), 10809–10859. <https://doi.org/10.1039/d0sm01371d>
- Kim, M. S., Mishra, R. K., Manda, R., Murali, G., Kim, T. H., Lee, M. H., Yun, M., Kundu, S., Kim, B. S., & Lee, S. H. (2017). Reduced graphene oxide (RGO) enriched polymer network for highly-enhanced electro-optic performance of a liquid crystalline blue phase. *RSC Advances*, 7(27), 16650–16654. <https://doi.org/10.1039/c6ra28465e>
- Lagerwall, J. P. F., & Scalia, G. (2012). A new era for liquid crystal research: Applications of liquid crystals in soft matter nano-, bio- and microtechnology. *Current Applied Physics*, 12(6), 1387–1412. <https://doi.org/10.1016/j.cap.2012.03.019>
- Li, M.-H., & Keller, P. (2006). Artificial muscles based on liquid crystal elastomers. *Philosophical Transactions of the Royal Society A: Mathematical, Physical and Engineering Sciences*, 364(1847), 2763–2777. <https://doi.org/10.1098/rsta.2006.1853>
- Lin, J.-D., Chen, C.-P., Chen, L.-J., Chuang, Y.-C., Huang, S.-Y., & Lee, C.-R. (2016). Morphological appearances and photo-controllable coloration of dye-doped cholesteric liquid crystal/polymer coaxial microfibers fabricated by coaxial electrospinning technique. *Optics Express*, 24(3), 3112. <https://doi.org/10.1364/OE.24.003112>
- Mashchenko, V. I., Goponenko, A. V., Udra, C. A., Filyakin, A. M., & Gerasimov, V. I. (2001). Use of polyacrylonitrile as promising material for matrix of liquid crystal composite. In V. V. Belyaev & I. N. Kompanets (Eds.), *Advanced Display Technologies: Basic Studies of Problems in Information Display (FLOWERS 2000)* (Vol. 4511, Issue Flowers 2000, pp. 127–132). <https://doi.org/10.1117/12.431273>
- Nguyen, J., Stwodah, R. M., Vasey, C. L., Rabatin, B. E., Atherton, B., D'Angelo, P. A., Swana, K. W., & Tang, C. (2020). Thermochromic fibers via electrospinning. *Polymers*, 12(4). <https://doi.org/10.3390/POLYM12040842>
- Özden, P., Mamuk, A. E., & Avcı, N. (2019). Investigation of the viscoelastic properties of 4-propoxy-biphenyl-4-carbonitrile. *Liquid Crystals*, 46(15), 2190–2200. <https://doi.org/10.1080/02678292.2019.1614236>
- Reneker, D. H., & Chun, I. (1996). Nanometre diameter fibres of polymer, produced by electrospinning. *Nanotechnology*, 7(3), 216–223. <https://doi.org/10.1088/0957-4484/7/3/009>
- Reyes, C. G., Sharma, A., & Lagerwall, J. P. F. (2016). Non-electronic gas sensors from electrospun mats of liquid crystal core fibres for detecting volatile organic compounds at room temperature. *Liquid Crystals*, 43(13–15), 1986–2001. <https://doi.org/10.1080/02678292.2016.1212287>
- Salim, N. V., Jin, X., & Razal, J. M. (2019). Polyacrylonitrile/liquid crystalline graphene oxide composite fibers – Towards high performance carbon fiber precursors. *Composites Science and Technology*, 182(December 2018), 107781. <https://doi.org/10.1016/j.compscitech.2019.107781>
- Sharma, A., & Lagerwall, J. (2018). Electrospun Composite Liquid Crystal Elastomer Fibers. *Materials*, 11(3), 393. <https://doi.org/10.3390/ma11030393>

- Stephenson, S. W., Johnson, D. M., Kilburn, J. I., Mi, X.-D., Rankin, C. M., & Capurso, R. G. (2004). Development of a Flexible Electronic Display Using Photographic Technology. *SID Symposium Digest of Technical Papers*, 35(1), 774. <https://doi.org/10.1889/1.1821394>
- Thum, M. D., Ratchford, D. C., Casalini, R., Wynne, J. H., & Lundin, J. G. (2021). Azobenzene-Doped Liquid Crystals in Electrospun Nanofibrous Mats for Photochemical Phase Control. *ACS Applied Nano Materials*, 4(1), 297–304. <https://doi.org/10.1021/acsanm.0c02654>
- Vats, S., Honaker, L. W., Basoli, F., & Lagerwall, J. P. F. (2022). Combining responsiveness and durability in liquid crystal-functionalised electrospun fibres with crosslinked sheath. *Liquid Crystals*, 49(5), 690–698. <https://doi.org/10.1080/02678292.2021.2005166>
- Wang, J., Jáklí, A., & West, J. L. (2016). Morphology Tuning of Electrospun Liquid Crystal/Polymer Fibers. *ChemPhysChem*, 17(19), 3080–3085. <https://doi.org/10.1002/cphc.201600430>
- Wang, J., Jáklí, A., & West, J. L. (2018). Liquid crystal/polymer fiber mats as sensitive chemical sensors. *Journal of Molecular Liquids*, 267, 490–495. <https://doi.org/10.1016/j.molliq.2018.01.051>
- Wei, Q., Lv, P., Zhang, Y., Zhang, J., Qin, Z., De Haan, L. T., Chen, J., Wang, D., Xu, B. Bin, Broer, D. J., Zhou, G., Ding, L., & Zhao, W. (2022). Facile Stratification-Enabled Emergent Hyper-Reflectivity in Cholesteric Liquid Crystals. *ACS Applied Materials and Interfaces*. <https://doi.org/10.1021/acsami.2c16938>
- Williams, M. W., Wimberly, J. A., Stwodah, R. M., Nguyen, J., D'Angelo, P. A., & Tang, C. (2023). Temperature-Responsive Structurally Colored Fibers via Blend Electrospinning. *ACS Applied Polymer Materials*, 5(4), 3065–3078. <https://doi.org/10.1021/acsapm.3c00222>
- Zappone, B., Mamuk, A. E., Gryn, I., Arima, V., Zizzari, A., Bartolino, R., Lacaze, E., & Petschek, R. (2020). Analogy between periodic patterns in thin smectic liquid crystal films and the intermediate state of superconductors. *Proceedings of the National Academy of Sciences*, 117(30), 17643–17649. <https://doi.org/10.1073/pnas.2000849117>
- Zhang, W. X., Wang, Y. Z., & Sun, C. F. (2007). Characterization on oxidative stabilization of polyacrylonitrile nanofibers prepared by electrospinning. *Journal of Polymer Research*, 14(6), 467–474. <https://doi.org/10.1007/s10965-007-9130-x>
- Zhang, Z., Bolshakov, A., Han, J., Zhu, J., & Yang, K. L. (2022). Electrospun Core-Sheath Fibers with a Uniformly Aligned Polymer Network Liquid Crystal (PNLC). *ACS Applied Materials and Interfaces*. <https://doi.org/10.1021/acsami.2c23065>