

**T.C.
SÜLEYMAN DEMİREL ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ**

**ELEKTROSPİN YÖNTEMİYLE ÜRETİLEN
GÜMÜŞ KATKILI KİTOSAN NANOFİBERLERİN BAKTERİLER
ÜZERİNDEKİ ETKİLERİNİN İNCELENMESİ**

Bilal BOZKURT

**Danışman
Doç. Dr. Nalan ÇİÇEK BEZİR**

**YÜKSEK LİSANS TEZİ
FİZİK ANABİLİM DALI
ISPARTA - 2019**



© 2019 [Bilal BOZKURT]

TEZ ONAYI

Bilal BOZKURT tarafından Hazırlanan " **Elektrospin Yöntemiyle Üretilen Gümüş Katkılı Kitosan Nanofiberlerin Bakteriler Üzerindeki Etkilerinin İncelenmesi** " adlı tez çalışması aşağıdaki jüri üyeleri önünde Süleyman Demirel Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü **Fizik Anabilim Dalı**'nda **YÜKSEK LİSANS TEZİ** olarak başarı ile savunulmuştur.

Danışman

Doç. Nalan ÇİÇEK BEZİR
Süleyman Demirel Üniversitesi



Jüri Üyesi

Prof. Dr. Esengül KIR
Süleyman Demirel Üniversitesi



Jüri Üyesi

Dr. Öğretim Üyesi Tuğba SARDOHAN KÖSEOĞLU
Isparta Uygulamalı Bilimler Üniversitesi



Enstitü Müdürü

Doç. Dr. Şule Sultan UĞUR



TAAHHÜTNAME

Bu tezin akademik ve etik kurallara uygun olarak yazıldığını ve kullanılan tüm literatür bilgilerinin referans gösterilerek tezde yer aldığını beyan ederim.

Bilal BOZKURT

A handwritten signature in blue ink, appearing to read 'Bilal Bozkurt', followed by a period.

İÇİNDEKİLER

	Sayfa
İÇİNDEKİLER.....	i
ÖZET	ii
ABSTRACT	iii
TEŞEKKÜR.....	iv
ŞEKİLLER DİZİNİ	v
ÇİZELGELER DİZİNİ	vi
SİMGELER VE KISALTMALAR DİZİNİ.....	vii
1. GİRİŞ.....	1
2. KAYNAK ÖZETLERİ.....	4
3. TEORİ.....	12
3.1. Nanofiber Nedir?.....	12
3.2. Nanofiberlerin Kullanım Alanları.....	12
3.2.1. Nanofiberlerin yara örtü malzemesi olarak kullanımları	14
3.3. Antimikrobiyal Maddeler	14
3.3.1. Gümüş.....	15
3.3.2. Kitosan	16
3.3.2.1. Kitin ve kitosanın uygulama alanları.....	18
3.4. Bakteriler	18
3.4.1. <i>Escherichia coli</i>	18
3.4.2. <i>Pseudomonas aeruginosa</i>	19
3.4.3. <i>Staphylococcus aureus</i>	19
3.5. Nanofiber Üretim Yöntemleri	20
3.6. Elektrospınleme Yöntemi ile Nanofiber Üretimi.....	20
3.6.1. Damlacık oluşumu	23
3.6.2. Taylor koni oluşumu.....	23
3.6.3. Jet oluşumu.....	24
3.6.4. Kararlı bölgede jetin uzaması	24
3.6.5. Karasız bölgede jetin uzaması.....	24
3.6.6. Jetin katılaşması	25
3.7. Elektrospın Yöntemini Etkileyen Parametreler	25
4. MATERYAL VE YÖNTEM	27
4.1. Kullanılan Kimyasal Maddeler.....	27
4.2. Nanofiberlerin Hazırlanması.....	27
4.3. Mineralojik (Faz) Analizi (X-Işını Kırınımı, XRD).....	29
4.4. Mikro Yapı (Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM-EDX) Analizi.....	30
4.5. DTA/TG Analizi.....	31
5. ARAŞTIRMA BULGULARI VE TARTIŞMA (ARAŞTIRMA BULGULARI)	33
5.1. SEM Analizi Sonuçları	33
5.2. XRD Analizi.....	37
5.3. DTA/TG Analizi	38
5.4. Antibakteriyel Ölçümlerin Sonuçları	39
5.4.1. Agar disk difüzyon metodu.....	39
5.4.2. Yayma plak metodu.....	40
6. SONUÇ VE ÖNERİLER (TARTIŞMA VE SONUÇLAR)	41
KAYNAKLAR	42
ÖZGEÇMİŞ.....	46

ÖZET

Yüksek Lisans Tezi

ELEKTROSPİN YÖNTEMİYLE ÜRETİLEN GÜMÜŞ KATKILI KİTOSAN NANOFİBERLERİN BAKTERİLER ÜZERİNDEKİ ETKİLERİNİN İNCELENMESİ

Bilal BOZKURT

Süleyman Demirel Üniversitesi
Fen Bilimleri Enstitüsü
Fizik Anabilim Dalı

Danışman: Doç. Dr. Nalan ÇİÇEK BEZİR

Bu tez çalışmasında, elektrospın yöntemiyle 0,1 mL/h akış oranı, 8 cm yükseklik ve 25kV voltaj uygulanarak katkısız ve ağırlıkça % 1, 2, 3, 4 ve 5 oranında Ag-katkılı kitosan nanofiberler üretilmiştir. Katkısız ve Ag katkılı kitosan nanofiberlerin antibakteriyel özellikleri *Staphylococcus aureus* bakterisi üzerinden nanofiber test edilmiştir.

Üretilen nanofiberlerin antibakteriyel etkileri disk difüzyon ve Baird parker yöntemleriyle incelenmiştir. Sonuçlar, Ag katkılı kitosan nanofiberlerin saf kitosan nanofiberlere kıyasla mükemmel bir antibakteriyel etkiye sahip olduğunu göstermiştir. Geliştirilen nanofiberlerin biyomedikal sektöründe ve doku mühendisliği gibi çeşitli alanlarda kolaylıkla uygulanabileceği sonucuna ulaşılmıştır.

Ayrıca, nanofiberlerin kimyasal bileşenleri, morfolojisi ve kristal yapısı, taramalı elektron mikroskobu ve enerji dağılım analizi (SEM-EDX), diferansiyel termal analiz/termal gravimetrik analiz (DTA/TG) ve X-ışını kırınımı (XRD) yöntemleri ile incelenmiştir.

Anahtar Kelimeler: Nanofiber, karakterizasyon, antibakteriyel, Ag, kitosan, sol-gel

2019, 46 sayfa

ABSTRACT

M.Sc. Thesis

INVESTIGATION OF THE EFFECTS ON BACTERIA OF SILVER DOPED CHITOSAN NANOFIBERS PRODUCED BY ELECTROSPIN METHOD

Bilal BOZKURT

Süleyman Demirel University
Graduate School of Natural and Applied Sciences
Department of Physics

Supervisor: Assoc. Prof. Dr. Nalan ÇİÇEK BEZİR

In this thesis, undoped and 1, 2, 3, 4, and 5 wt % Ag-doped chitosan nanofibers have been fabricated by electrospinning method applying 25 kV voltages at 8 cm height and with a flow rate 0.1 mL/h. The antibacterial properties of undoped and doped Ag chitosan nanofibers were tested on *Staphylococcus aureus* bacteria.

The antibacterial effect of these fabricated nanofibers has been determined by disc diffusion and Baird parker methods. The results have shown that Ag-doped chitosan nanofibres have an excellent antibacterial effect on this bacterium compared to pure chitosan nanofibers. As a result, developed nanofibers can easily be applied in various fields such as biomedical sector and tissue engineering.

In addition, the chemical components, morphology, and crystal structure of the nanofibers have been performed by scanning electron microscopy energy dispersive analysis (SEM-EDX), differential thermal analysis/the thermal gravimetric analysis (DTA/TG), and X-ray diffraction (XRD) methods.

Keywords: Nanofiber, characterization, antibacterial, Ag, chitosan sol-gel

2019, 46 pages

TEŞEKKÜR

Yüksek lisans eğitimim boyunca bilgi ve tecrübesiyle bilimsel çalışmalarına yol gösteren, karşılaştığım zorlukları bilgi ve tecrübesi ile aşmamda yardımcı olan değerli Danışman hocam Doç. Dr. Nalan ÇIÇEK BEZİR 'e en içten saygılarımı ve teşekkürlerimi sunarım.

Tez yazım aşaması ve karşılaştığım sorunlar ile ilgili bana desteğini ve yardımını eksik etmeyen Sayın İkm. Teğmen Murat BOZKURT'a teşekkürlerimi ve şükranlarımı sunarım. Ayrıca tezimin deney kısmının yürütülmesinde danıştığım ve bilgi edindiğim Sayın Burcu ÖZCAN 'a çok teşekkür ederim.

4689-YL1-16 no`lu proje ile tezimi maddi olarak destekleyen Süleyman Demirel Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri Yönetim Birimi Başkanlığı'na teşekkür ederim.

Desteklerini benden esirgemeyen beni yalnız bırakmayan ve her zaman yanımda olan babam Ahmet BOZKURT' a, annem ve kardesim Ziraat Tek. Recep BOZKURT' a ve Gecenin bir saatinde beni yalnız bırakmayan uyukladığımda sürekli kahve ve çay servisi yapan canım kızkardeşim coğrafya öğretmeni Meral BOZKURT 'a ve diğer kardeşlerime sonsuz sevgi ve şükranlarımı sunarım.

Bilal BOZKURT
ISPARTA, 2019

ŞEKİLLER DİZİNİ

	Sayfa
Şekil 3.1. Gümüş iyonlarının kullanıldığı nanofiberlerin görüntüsü	12
Şekil 3.2. Nanofiberin kullanım alanlarından birkaç örnek	12
Şekil 3.3. Nanofiberlerin diğer kullanım alanları	13
Şekil 3.4. Kitinden kitosan elde edilmesi	17
Şekil 3.5. Elektrospın yöntemiyle nanofiber üretiminin şematik gösterimi.	21
Şekil 3.6. Elektrospın işleminin çalışma prensibini gösteren bir resim	22
Şekil 3.7. Taylor konisinin oluşumu (a) Yarı küresel polimer yüzey şekli (b) Taylor konisi (c) Stabil polimer çıkışı, (d) Stabil olmayan polimer çıkışı	23
Şekil 3.8. Whipping kararsızlığı ve taylor konisi	25
Şekil 4.1. Elektroğırme deney düzeneği	29
Şekil 4.2. Shimadzu XRD-6000 markalı XRD Cihazı	30
Şekil 4.3. LEO 1430vp markalı SEM.....	31
Şekil 4.4. DTA/TG Cihazı.....	32
Şekil 5.1. Katkısız Kitosan nanofiberlerin SEM görüntüleri (a)20 kv, 0.5 mL/h, 8 cm, (b) 20 kv, 1.0 mL/h, 8 cm, (c) 15 kv, 0.1 mL/h, 8 cm, (ç) 25 kv, 0.1 mL/h, 8 cm	33
Şekil 5.2. Ag- Kitosan nanofiberlerin SEM görüntüleri (d) 20 kv, 1.0 mL/h, 8 cm, (e) 15 kv, 0,1 mL/h, 8 cm, (f) 25 kv, 0,1 mL/h, 8 cm içten görünüşü	34
Şekil 5.3. %Ag- Kitosan nanofiberlerin 25 kv, 0.1 mL/h, 8 cm deki SEM görüntüleri (g) %1 AgNO ₃ , (ğ) %2 AgNO ₃ , (h) %3 AgNO ₃ , (ı) %4 AgNO ₃ , (i) %5 AgNO ₃	35
Şekil 5.4. Kitosan nanofiberlerin SEM-EDX analiz sonuçları	36
Şekil 5.5. Kitosan nanofiberlerin histogramları.....	37
Şekil 5.6. Kitosan nanofiberlerin XRD analizi	37
Şekil 5.7. DTA/TG analiz sonuçları a) Katkısız kitosan ve b) 5 % Ag katkılı kitosan nanofiberler	38
Şekil 5.8. Disk difüzyon metoduyla antibakteriyel etkinlik testi.....	39

ÇİZELGELER DİZİNİ

	Sayfa
Çizelge 4.1. Çalışmada kullanılan kimyasal maddeler ve formülleri	27
Çizelge 5.1. Nanofiberlerin ortalama çaplarının ölçüm sonuçları	36
Çizelge 5.2. Bakteriye Karşı İnhibitör Bölgenin Çapı.....	39
Çizelge 5.3. %Ag nanofiberlerin bakterisidal özellikleri	40



SİMGELER VE KISALTMALAR DİZİNİ

Ag	Gümüş
ATCC	American Type Culture Collection
CS	Kitosan
DMA	Termomekanik karakterizasyonu dinamik mekanik analiz
DSC	Diferansiyel taramalı kalorimetri analizleri
FTIR	Fourier Dönüşümlü Kızılötesi Spektroskopisi
IR	Infrared spectroscopy
MIC	Minimum inhibitör konsantrasyonu
Np	Nanotanecek
nm	Nanometre
PP	Polipropilen
PVA	Polivinilalkol
PEO	Polietilen oksit
PVB	Polivinil borat
PMMA	polimetil metakrilat
SEM	Taramalı elektron mikroskobu
TEM	Geçirgenli elektron mikroskobu
TGA	Termo gravimetrik analiz
TPU	Termoplastik Poliüretandan
UV	Mor ötesi, Ultraviyole
TGA	Termogravimetrik Analiz
XRD	X-Işını Difraksiyon Spektroskopisi
°C	Santigrat derece (sıcaklık birimi)
AgNO ₃	Gümüş Nitrat
CaCO ₃	Kalsiyum Karbonat
CH ₃ COOH	Asetik asit
C ₃ H ₇ NO	Dimetil formamid (DMF)
C ₁₆ H ₃₆ O ₄ Ti	Tetra-n-butylorthotitanat
C ₄ H ₁₁ NO ₂	Dietonolamin
HO(C ₂ H ₄ O) _n H	Polietilen glikol

1. GİRİŞ

Nano terimi çok küçük anlamına gelmektedir. Nano, herhangi bir ölçünün milyarda birini ifade eder. Bir nanometre, metrenin milyarda birini ($1\text{nm} = 0.000000001\text{ m}$) ifade etmektedir. Nano boyutta malzemelerin yapılabileceği Nobel ödüllü Amerikalı fizikçi Richard Feynman tarafından ilk defa 1959 yılında ifade edilmiştir. Malzemelerin minyatürize edilmiş cihazlar ile ölçülebileceğini öngörmüş, atom atom manipüle edilebileceğini ifade etmiş ve ortaya yeni bir vizyon çıkarmıştır. Bir boyutu diğer boyutuna göre çok büyük olan malzemeler 'fiber' olarak tanımlanmaktadır. Nanofiber terimi ile nano boyuttaki fiberler anlaşılır. 100 nm çapındaki bir nanofiber saç telinin yaklaşık binde biridir (Selbes 2013, Yer 2012, Zeytuncu 2014).

Genellikle 1 mikrondan daha küçük çapa sahip olan lifler "nanofiber" olarak ifade edilir. Yeni nesil malzemelerden Nanofiberler hem çok hafif ve gözenekleri olan, hem de geniş yüzey alanına sahip oluşuyla dikkatleri çekmiştir. Kendilerine özgü bu özelliklerinden dolayı günümüzde kompozit destekleyicisi, filtrasyon, sensörde, polimerik pillerde, doku mühendisliğinde, adsorpsiyon gibi birçok uygulamada kullanılmaktadır. Nanofiber sentezinde birçok yöntem kullanılır. Bunlar; faz ayrımı ve elektroğirme (elektrospining) yöntemi, çift bileşenli ekstrüzyon yöntemi, çekme yöntemi, kalıp sentez yöntem ve teknikleri en çok kullanılanlardır. Bu teknik ve yöntemler arasında daha çok tercih edilen elektroğirme metodudur. Bu yöntemde nano çaplı polimerik lif üretiminde basit ve çok yönlü kullanılan bir teknik biçimidir. Elektroğirme, 1930'da geliştirilen ve birçok alanda değişik uygulamalar için nano düzeyde lifli yapı oluşturmada kullanılan yöntemdir. Diğer metotlara göre, elektroğirme ile elde edilen liflerin yüzey alanı ve lif uzunluk/çap oranı büyük; liflerin rastgele bir araya gelmesinin porozite değerleri yüksektir (Zeytuncu, 2014).

Nanoteknoloji ifadesini ilk kez 1974 yılın da Tokyo Bilim Üniversitesi"den Profesör Norio Taniguchi kullanılmış ve "nanoteknolojinin genel olarak malzemelerin atom ya da molekül seviyesinde ayrılması, birleştirilmesi işlemlerinden oluştuğunu" söylemiştir. Nanoteknoloji de madde tamamen yeni

fiziksel, kimyasal ve biyolojik özellikler kazandırılmaya çalışılmakta. Hızla gelişen yeni bir bilim teknoloji alanıdır. Nano düzeydeki maddeler, bilinen özelliklerinden çok farklı olarak yeni ve değişik fonksiyonel özellikler gösterdiklerinden farklı uygulamalarda kullanılmaktadır. Bu yeni bilim dalı; elektronik, optik, , kimya, eczacılık, kozmetik, , tekstil, uzay ve uçak sanayisi, biyoloji, tıp gibi birçok alanı kapsamakta ve malzemelerin nanotüpler, nanokapsüller, nanorobotlar ve nanofiberler gibi sentezlenmesiyle ilgilenmekte (Zeytuncu, 2014).

Nanofiberlerin küçük boyutlu olması onların yapısal olarak daha az kusur taşımalarına neden olur. Bunun sonucunda mekanik özellikleri oldukça iyidir. Küçük çaplara sahip olmaları yüzey/kütle oranlarının veya yüzey/hacim oranlarının yüksek olmasını sağlar. Yani yüksek spesifik yüzey alanlarına sahiplerdir. Nanofiberlerin meltblown tekniği, bikomponent tekniği, fibrilasyon tekniği ve elektroğirme (elektrospinning) gibi üretim teknikleri vardır. Bu teknikler arasında en avantajlısı elektroğirme tekniği diyebiliriz. Bunun nedeni yüksek yüzey alanına sahip nanofiberlerin hacmine oranla sağlam şekilde elde edilmesine olanak sağlamasıdır. Başka bir nedeni ise ucuz bir yöntem olması ve hızlı üretim kapasitesine sahip olmasıdır (Oktay, 2014).

Elektroğirme makinesi, besleme ünitesi, güç kaynağı ve topraklanmış bir toplayıcı ekran plakadan oluşmaktadır. Oluşturulan çözelti, bir pompa ile şırınga ucuna gönderilir. Şırınga ucuna bağlı güç kaynağı ile elektrik alan oluşturulur. Oluşturulan voltaj arttıkça, elektriksel kuvvetler, şırınga ucundaki çözeltinin visko elastik kuvvetlerini yenmektedir. Kritik olan voltajdan sonra, şırınga ucunda bir fıskiye (jet) oluşumu gözlenir. Fıskiyedeki çözelti, elektriksel alanda yayılarak çok küçük çaplı fiberler şeklinde toplama plakasında rastgele bir şekilde birikir. Çözeltideki çözücü, fiberlerin plakada toplanmasından önce yada sonra buharlaşmaktadır. Elektroğirme metoduyla nanofiber üretiminde etkileyen faktörler; polimerin cinsi, kullanılan çözücü iletkenliği ve dielektrik özellikleri, kullanılan çözeltinin viskozitesi, şırınga ünitesi ve toplayıcı plaka arasındaki mesafe, çözelti hızı (debisi), kullanılan güç kaynağı (Zeytuncu, 2014).

Elektroęirme yöntemi ile üretilen polimerik, kompozit ve seramik kompozit esaslı nanofiberler çok iyi mekanik özellikler gösterirler. Buna baęlı olarak kullanım alanları oldukça geniştir. Nanofiberler kontrollü ilaç salınımında, doku mühendisliğinde, yara örtülerinde, kozmetik ürünlerde, medikal protezlerde, koruyucu giysilerde, optik ve elektriksel uygulamalarda, kompozitlerde, sensörlerde, filtrasyon uygulamalarında ve tarım uygulamalarında kullanılmaktadır (Baştürk, 2012).

Polivinilalkol (PVA), çeşitli ve doğal, yenilenebilir polimerler ile karışımları ve kompozitlerin ön hazırlanması için yaygın olarak kullanılmaktadır. PVA, iyot bozunurluęuna, mükemmel kimyasal dirence ve OH gruplarının varlığına ve hidrojen baęı formasyon yeteneğine baęlı iyi mekanik özelliklere sahip yarı kristalli, suda çözünebilir sentetik polimerdir. Kitosan (CS), bir polisakkarittir. Kitosan antibakteriyel özellik göstermektedir. Kitosanın antibakteriyel etkisinin esas nedeni moleküler aęırlığı ve konsantrasyonudur. Gümüş (Ag) iyonları güçlü antibakteriyel aktiviteye sahiptirler. Gümüş, çok eski tarihlerden beri yaraların ve yanıkların tedavisinde kullanılmıştır. Son yıllarda, özellikle gümüş (Ag) nanoparçacıkların antibakteriyel etkisi üzerine çalışmalar yoğunlaşmaktadır. Bu manada gümüş, yara örtülerinden tıbbi amaçlı kullanılan birçok malzemeye kadar birçok üründe antimikrobiyal özellik sağlayan madde olarak kullanılmaktadır. Kitosan-gümüş nanotanecikleri, antibakteriyel özellik gösteren polimere gümüş iyonlarının nano boyutta eklenmesiyle elde edilir. Kitosan ve gümüşün tek başlarına sahip oldukları antibakteriyel özelliğın kompozit oluştuktan sonra artması söz konusudur (Özcan, 2019).

Bu tez çalışmasında elektrospin yöntemi kullanılarak CS/PVA/Ag içerikli nanofiberler hazırlandı ve karakterize edildi. Nanofiberlerin hazırlanmasında destek tabakası olarak alüminyum folyo kullanıldı. Hazırlanan nanofiberler morfolojik olarak SEM-EDS ve AFM teknikleri kullanılarak incelendi. Hazırlanan nanofiberlerin seçilen bakterilerine karşı antibakteriyel özellikleri de incelendi.

2. KAYNAK ÖZETLERİ

Daşdemir (2006), bu çalışmada termoplastik poliüretandan (TPU) nanofiber elde etmek için solüsyon elektro-üretim düzeneği ile eriyik elektro-üretim düzeneği kurulmuştur. Solüsyon elektro-üretim düzeneğinde TPU konsantrasyonu, uygulanan voltaj ve iğne ucu ile toplayıcı arası uzaklık değerleri deney değişkenleri olarak kullanılmıştır. Eriyik elektro-üretim düzeneğinde ise işlem sıcaklığı, uygulanan voltaj ve düze ile toplayıcı arası uzaklık deney değişkenleri olarak kullanılmıştır. İki farklı düzeneğin kullanıldığı TPU liflerinin elektro-üretimi gözlemlenmiştir. Sonuçlar, bu sistemlerle üretilmiş örneklerin ve örneklerden alınan taramalı elektron mikro fotoğraflarının (SEM = Scanning Electron Micrographs) incelenmesi ile görsel ve istatistiksel olarak yorumlanmıştır.

Kozanoğlu (2006), bu çalışmada farklı düzeneklerde farklı polimerler (Polivinilalkol (PVA), Polipropilen (PP), Silikon) ile farklı sıvılar (su, boya) kullanılarak elektro üretim metodu ile nanofiber üretim teknolojisi incelenmiş, Araştırma sonucunda, çözelti konsantrasyonunun artması ile lif çapının arttığı ve liflerin daha düzgün bir yapıda oluştuğu; konsantrasyonun azalması ile nanofiberlerin incelendiği fakat hata olarak nitelendirilen boncuk yapılarının oluştuğu görülmüştür. Ayrıca ekstruder ile yapılan deneyler sonucunda polipropilenden de nanofiber elde edilmiştir.

Düzyer (2009), bu çalışmada elektro çekim yöntemi ile polietilen tereftalat liflerinin üretimi ve üretilen nanofiberlerin karakterizasyonu amaçlanmıştır. İlk olarak ağırlıkça %13, %16 ve %20 oranında polietilen tereftalat içeren nanofiberler solüsyondan çekim ile üretilmiştir. Oluşan nanoyüzeylerin yüzey karakterizasyonu optik mikroskop, taramalı elektron mikroskobu (SEM) görüntüleri ve temas açısı ölçümleri ile mekanik karakterizasyonu ise kopma mukavemeti ve uzaması testleri, termal karakterizasyonu diferansiyel taramalı kalorimetri analizleri (DSC), termomekanik karakterizasyonu dinamik mekanik analiz (DMA) ve iç yapı karakterizasyonu X ışını difraksiyonu analizleri ve Fourier transform infrared spektrometresi analizleri ile yapılmıştır.

Süslü (2009), bu çalışmada karbon nanofiber üretimi için elektrospın yöntemi ile poliakrilonitril nanofiberler kullanılarak voltaj ve çözelti konsantrasyonun nanofiber yapısı üzerine etkisi incelenmiştir. İnceleme sonucunda Nanofiber ve tüplerdeki bağ yapıları ile ısıl işlem öncesi ve sonrası mevcut fazlar, FTIR ve XRD cihazları kullanılarak saptanmıştır. Liflerin ve tüplerin yapıları ve boyutları SEM cihazı ile belirlenmiştir. Araştırmada poliakrilonitril nanofiberlere uygulanan ısıl işlemler sonucunda başarılı bir şekilde karbon nanofiberler elde etmiştir.

Yazıcı (2009), bu çalışmada, gümüş nanopartikülleri, ultrasonik sprey piroliz metodu ile 800 °C sıcaklıkta, farklı konsantrasyonlardaki (0.05-0.4 M arasında değişen) gümüş nitrat başlangıç çözeltisi kullanılarak elde etmiştir. Çalışmada Taşıyıcı/redukleyici gaz olarak azot ve hidrojen kullanılmıştır. Bununla beraber farklı sıcaklıklarda (200-800 °C arasında değişen) gümüş nanopartikülü hidrojen gazı ortamında üretimi gerçekleştirilmiştir. Deneysel çalışmalarında azot ve hidrojenin, gümüş nitrat çözeltisinden gümüş nanopartikülü üretimi için uygun olduğunu ve başarılı sonuçlar elde edildiğini göstermiştir.

Adıgüzel (2011), bu çalışmada kitosan-gümüş nanotanecik kompozitinin antibakteriyel etkinliği incelenmiştir. Kitosan-gümüş nanotanecik kompoziti, 95 °C 'de kitosanın NaOH çözelti ortamında AgNO₃ çözeltisiyle karıştırılmasıyla elde edilmiştir. 0.02 M, 0.04 M ve 0.06 M AgNO₃ kullanılarak farklı gümüş konsantrasyonlarına sahip kitosan-gümüş nanotanecik sentezi yapılmıştır. Daha sonra Geçirgen Elektron Mikroskobu (Transmission electron microscopy, TEM) , Ultraviyole (UV) Spektrometresi, X-Işını kırınım cihazı (X Ray difraktogramı (XRD)) ve Infrared (IR) Spektrometresi kullanılarak, kitosan-gümüş nanotanecik kompozitinin yapısı tanımlanmıştır. Yeni sentezlenmiş kitosan-gümüş nanotanecik kompozitinin antibakteriyel etkinliğinin testi için Escherichia coli (ATCC 25922), Acinetobacter baumannii (ATCC 19606), Staphylococcus aureus (ATCC 25923), Enterococcus faecalis (ATCC 29212), Pseudomonas aeruginosa (ATCC 27853), Streptococcus pneumoniae (ATCC 49619) bakterileri kullanılmıştır. Minimum inhibitör konsantrasyonu (Minimum Inhibitory Concentration, MIC) ile kompozitin biyolojik aktivitesi

belirlenmiştir. Yapılan çalışmada, aynı konsantrasyonlardaki bileşenlerin, kompozit oluşturduklarında tek başlarına olduklarından daha fazla antibakteriyel aktiviteye sahip oldukları bulunmuştur. İşlenmemiş kitosana göre, antibakteriyel aktiviteyi önemli ölçüde arttırmak üzere kompozit içindeki metal nanotaneceklerin küçük bir yüzdesinin varlığının yeterli olduğu saptanmıştır. Ayrıca kompozit içindeki gümüş konsantrasyonu arttıkça tanecik boyutuyla birlikte antibakteriyel aktivitede de artışlar söz konusudur.

Parlak (2011), bu çalışmada, Polivinilalkol (PVA) polimerinden farklı konsantrasyonda çözeltiler hazırlanarak elektro çekim yöntemiyle nanofiber üretimi gerçekleştirilmiştir. Elektroçekim yöntemi esnasında işlem değişkenleri olarak; çözelti konsantrasyonunun etkisi, uygulanan voltajın etkisi ve pipet ucu ile toplayıcı arasındaki mesafenin etkisi incelenmiştir. Sonuç olarak, çözelti konsantrasyonunun artması ile lif çapının arttığı ve boncuk oluşumunu azaldığı, uygulanan voltajın artırılması ile genelde lif çapının küçüldüğü ve boncuk oluşumunun arttığı, pipet ucu ile toplayıcı arasındaki mesafenin arttırılmasıyla genelde lif çapının arttığı görülmüştür.

Abdelgawad vd. (2012), yapmış oldukları çalışmada antimikrobiyal uygulamalar için yeni hibrid nanomalzemeler geliştirmişlerdir. Burada glikoz ile indirgemenen sonra kitosani saran (25 nm çapında Ag-NP) gümüş nano ile yüklü antibakteriyel nanofiberleri üretmişlerdir. Nanollifler polivinil alkol ile harmanlanmış kitosan bazlı Ag-NP'lerin koloidal dispersiyonlarından elde edilmiştir. Nanofiberler (150 nm ortalama çap ve dar boyut dağılımı) elektrospin ile elde edildi ve glutaraldehyde ile çapraz bağlandı. Çapraz bağlanmanın gümüş salımı üzerindeki etkisi atomik absorpsiyon spektroskopisi ile incelenmiştir. Canlı hücre sayımı ile antimikrobiyal aktivite incelenmiştir; Gümüş yüklü nanofiberler ve farklı çapraz bağlanma derecelerine sahip kontrol numuneleri (kitosan/PVA), aerobik bakterilerin büyümesini azaltma veya durdurmadaki etkinlikleri bakımından karşılaştırılmıştır. Sonuçlar, kitosanın Ag-NP'lerle birleştirilmesiyle üstün özellikler ve sinerjik antibakteriyel etkiler göstermiştir.

Yer (2012), bu tezde, ark deşarj yöntemiyle gümüş nanopartiküller sentezlenmiştir. Sentezlenen gümüş nanopartiküller dört farklı yolla sentezlenmiştir. Sentezleme çalışmaları de-iyonize su ve sıvı azot içerisinde yapılmıştır. Ayrıca bu çalışmada, gümüş ile grafit tozu karıştırılarak ortak bir nanopartikül yapısı elde edilmiştir. Sentezlenen malzemelerin karakterizasyonu transmisyon elektron mikroskobu (TEM), X-ışını kırınımı (XRD), görünür bölge absorpsiyon spektroskopisi (UV-VIS), fourier transform infrared spektroskopisi (FTIR) ve parçacık boyutu analizleriyle yapılmıştır. Çalışma sonucunda saf gümüş çubuklarla yapılan deneylerden küresel gümüş nanopartiküller, grafit tozu ve katalizör kullanılan deneylerden de gümüş nanopartiküllerle ortak bir yapıda grafit nano partiküller sentezlenmiş ve karakterizasyonu yapılmıştır.

Dinç (2013), bu çalışmada, elektrospin yöntemi kullanılarak polivinil borat sentezi ile nanofiber üretimi amaçlanmaktadır. Polivinil borat (PVB); polivinil alkol ve borik asitin kondenzasyon reaksiyonuyla sentezlenmiştir. FTIR sonuçlarına göre, bor atomlarının polimer ağına entegre olduğu tespit edilmiştir. PVB/PVA kaplamaların SEM görüntülerine göre, polivinil borat içeriğinin lif morfolojisi üzerine herhangi bir etkisine rastlanmamıştır. TGA sonuçlarına göre; en yüksek bor içeriğine sahip polimer karışım kompozisyonunun, termal olarak kararlı nanofiber oluşumu için uygun olduğu tespit edilmiştir.

Erdem (2013), bu çalışmada çeşitli karışım oranlarında hazırlanan (%30/70, %50/50, %70/30) Kitosan/PEO bazlı (nanogümüş katkılı ve katkısız) çözeltilerden elektroçekim yöntemiyle elde edilen nanofiber bazlı kompozit yüzeylerin fiziksel, mekanik, termal ve antimikrobiyal özellikleri ile sitotoksitesite seviyeleri ve iyileştirmeyi hızlandırıcı etkileri incelenmiştir. Denemelerde kullanılan Kitosan'ın molekül ağırlığı 60.000-120.000 g/mol, Polietilen oksit'in (PEO) molekül ağırlığı ise 600.000 g/moldür. Kitosan, sulu asetik asit'de (%90), PEO ise suda çözülerek homojen çözeltiler hazırlanmıştır. Çözeltideki toplam polimer miktarı (TPM) ağırlıkça %4 olarak belirlenmiştir. Nanogümüş disperisyonu ise saf suda ağırlıkça %10 olacak şekilde seyreltilerek %50/50 karışım oranındaki çözeltilere eklenmiştir. Her bir çözeltinin pH, viskozite ve

iletkenlik tayinleri yapılmıştır. Elektroçekim işlemi sonucu, incelikleri 63 ± 23 nm ve 108 ± 51 nm aralığında değişen hatasız ve düzgün lifler elde edilmiştir. Elektroçekim işlemi sonunda elde edilen nanofiberlerin fiziksel, termal ve mekanik özelliklerini tespit etmek amacıyla DSC, FTIR, SEM, TEM analizleri ve mukavemet testleri uygulanmıştır. Nanofiber bazlı yüzeylerin antimikrobiyal etkinlikleri ise, Gram-pozitif (*Staphylococcus aureus*) ATCC 6538, Gram-negatif (*Escherichia coli*) bakterilere ATCC 25922 ve mantarlara (*Candida albicans*) ATCC 10231 karşı yürütülen test prosedürleri ile tespit edilmiştir. Sitotoksosite testi ISO 10993-5 protokolüne göre gerçekleştirilmiş, L-929 (ATCC, CCL- 1 fare fibroblast hücre hattı) kullanılmıştır. Yara iyileşme testleri için Sprague-Dawley (SD) cinsi sıçanlardan faydalanılmıştır.

Selbes (2013), bu çalışmada, 25-85 g/m² gramaj arasındaki mikrofiber hava filtrelerinin üzeri nanopartikül yakalama performansını arttırmak için elektro-eğirme yöntemiyle nanofiber tabaka kaplanmıştır. Elektro-eğirme deneyi, polimer solusyonu besleme debisi 21-30 mL/h, uygulanan gerilim 28-32 kV ve elektrotlar arası mesafe 19-23 cm deney parametreleri kullanılarak yapılmış ve beş farklı nanofiber filtre tabakası elde edilmiştir. Üretilen nanofiber tabaka ağırlıkları 2-4 g/m² ve nanofiber çapları 77-200 nm arasında olup, filtrelerin performans tayini için deney setleri hazırlanmıştır. Mikrofiber filtrelerin ve nanofiber tabakaların performans tespiti için basınç kaybı ve partikül tutma testleri gerçekleştirilmiştir. Basınç kaybı testleri 0.3, 0.8 ve 1.3 m/s alın hızlarında, partikül tutma testleri ise 0.3 m/s hava hızında yapılmıştır. Partikül testlerinde 80-120 nm çapa sahip toksik olmayan CaCO₃ nanopartikülleri kullanılmıştır. Partikül testleri 25 dakika boyunca yapılmış basınç kaybı artışı ölçülerek yakalanan partikül miktarı tartılmıştır. Deneylerin sonunda, nanofiber katmanların karakteristikleri ve mikrofiber filtrelerin performans artış miktarı tespit edilmiştir. Partikül yakalama performansının nanofiber katmanlı filtrelerde yüksek olduğu belirlenmiştir. En çok nanopartikül yakalayan filtrenin, 85 g/m² gramaja sahip mikrofiber filtre (sekizinci numune) kullanılarak üretilen ikinci nanofiber tabaka olduğu tespit edilmiştir. Sekizinci mikrofiber filtre 2.2 mg nanopartikülü 1.5 mmHgS basınç kaybı oluşturarak yakaladığı, nanofiber tabakadan oluşan ikinci numunenin ise 8.6 mg

nanopartikülü 14.5 mmHgS basınç kaybı oluşturarak yakaladığı tespit edilmiştir. Sonuç olarak, nanofiber tabakanın filtrasyon performansını arttırdığı, nanofiber tabakası gramajının artmasıyla performansın yükseldiği fakat kritik bir değerden sonra filtrenin tıkanarak ömrünü doldurduğu belirlenmiştir.

Oktay (2014), bu çalışmada, katkısız ve Ag katkılı TiO₂ nanofiberler farklı voltaj değerleri (10, 15, 20 kV), farklı uzaklıklar (16, 14, 12, 10, 8 cm) ve sabit 0.5 mL/sa akış hızı ile üretilmiştir. Örneklerin X-ışını difraksiyonu (XRD), taramalı elektron mikroskopu (SEM), elektron difraksiyon spektroskopisi ve UV ölçümleri 500 °C ısıtma işlemi öncesi ve sonrasında yapılmıştır. XRD ölçümleri örneklerin anataz kristal yapıda olduğunu göstermiştir. SEM görüntüleri örneklerin morfolojisinin ısıtma işlemiyle nasıl değiştiğini göstermiştir. UV ölçümlerinden elde edilen verilerle örneklerin enerji bant aralığı bulunmuştur. Katkısız ve Ag katkılı TiO₂ nanofiberlerin enerji bant aralıkları sırasıyla 3.6 eV ve 2.6 eV bulunmuştur. Sonuç olarak karakterizasyon sonuçlarının literatürle uyumlu olduğu görülmüştür.

Beypınar (2014), bu çalışmada, elektrospun tekniğiyle, polivinil alkol (PVA) sulu çözeltisinden nanofiber membranlar hazırlanmıştır. Değişik miktarlarda akrilli polietilenimin (PEI) içeren çözeltiler PVA çözeltisiyle karıştırılmıştır. UV ve elektrospun tekniğinin eş zamanlı kullanılmasıyla çapraz bağlı akrilli polietilenimin (PEI) esaslı nanofiberler elde edilmiştir. Nanofiberlerin kimyasal yapıları fourier transform infrared spektroskopisi (FT-IR) ile karakterize edilmiştir. Nanofiberlerin termal özellikleri termo gravimetrik analiz (TGA) ve diferansiyel taramalı kalorimetri (DSC) ile incelenmiştir. Nanofiberlerin yüzey morfolojileri ve ortalama fiber çapları, taramalı elektron mikroskopuyla (SEM) ile gözlenmiştir. Gaz geçirgenlik ölçümleri için PVA/PEI esaslı membranlar hazırlanmıştır. CO₂ gaz geçirgenliği Brügger GGP C-2000 cihazıyla ölçülmüştür. PVA/PEI esaslı membranlarda PEI miktarı arttıkça, CO₂ gaz tutuculuğu artmıştır.

Lee vd. (2015), ağır metal iyonlarının filtrelenmesi için biyobozunur nano elyaf polilaktid/kitosan membranlar geliştirdik. Polilaktid ve kitosan ilk önce

trifloroasetik asit içinde ayrı ayrı çözüldü. Çözeltiler daha sonra karıştırıldı ve bir elektrospınleme işlemi yoluyla nanofiberli zarlara elektrospun haline getirildi. Bükülmüş nanofiberlerin morfolojisi taramalı elektron mikroskobu kullanılarak incelenmiştir. Elektrospun nanofiberlerin ortalama çapı 419 ila 695 nm arasında değişmiştir. Nanofiber polilaktid/kitosan membranların metal uzaklaştırma kabiliyeti ölçüldü ve toplu kitosan ile karşılaştırıldı. Çeşitli işlem koşullarının metal çıkarma kabiliyeti üzerindeki etkisi de incelenmiştir. Deney sonuçları, elektrospun nanofiber polilaktid/kitosan membranların iyi ağır metal iyon alım yetenekleri sergilediğini göstermiştir. Nanofiberli membranların metal uzaklaştırma kabiliyeti, ilk metal iyon konsantrasyonları ve pH değeri ile artarken, sıcaklık ve çözeltilerin filtreleme oranı ile azalmıştır. Ayrıca, elektrospun membranı geri kazanım işleminden sonra tekrar kullanılabilir. Bu çalışmadaki ampirik sonuçlar, elektrospun nanofiberli polilaktid/kitosan membranların, ağır metal iyonlarının çıkarılması için iyi adaylar olabileceğini göstermiştir.

Oflaz (2016), bu çalışmada iyonik sıvı ortamında PBI polimerleri ile kaplanmış olan Fe_3O_4 ve $NiFe_2O_4$ naoparçacıklarının PVDF/DMF içerisinde çözelti hazırlanarak elektrospın cihazında Al folyo ve Nafion üzerine kaplanması amaçlanmıştır. Hazırlanan homojen çözelti ile uygun pompa hızı, levha mesafesi ve voltaj kullanılarak alüminyum folyo ve nafion yüzeyin fiberler ile kaplanması sağlanmıştır. Nanofiberlerin yüzey morfolojisi, kimyasal yapısı ve içeriği, termal dayanımı, iletkenlik ve manyetizasyon değerlerinin ölçümleri, taramalı elektron mikroskobu (SEM), atomik kuvvet mikroskobu (AFM), yüzey temas açısı ölçümü, iletkenlik değer tayini, termogravimetrik analiz (TGA), fourier transform infrared spektroskopisi (FT-IR), enerji dağılımı x- ışını spektroskopisi (EDX), titreşen örnek magnetometresi (VSM) ve diferansiyel taramalı kalorimetre (DSC) analizleri kullanılarak yapılmıştır. FTIR ve TGA sonuçlarından PBI/PVDF hibrit yapısının elde edildiği belirlenmiştir. Fiber yüzeylerinin SEM analizine göre yüzey morfolojisi incelendiğinde $NiFe_2O_4$ /PBI/PVDF fiber yapılarının Fe_3O_4 /PBI/PVDF'e göre daha kalın ve düzgün fiberlere sahip olduğunu belirlenmiştir. TGA analizinde PVDF ve PBI yüzde içerikleri kütle kaybına göre hesaplanmış ve PBI yüzdesi arttıkça termal

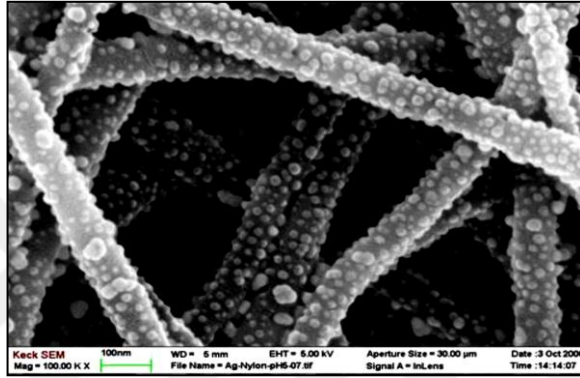
dayanımın arttığı ve DSC analizinde de PVDF yüzdesi arttıkça camsı geçiş sıcaklığının (T_g) düştüğü gözlemlenmiştir.

Kiremitler (2016), bu çalışmada öncelikle elektroğirme metoduyla biyouyumlu ve biyobozunur sentetik polikaprolakton (PCL) nano lifleri üretimi amaçlanmıştır. Bu süreçte uygun morfoloji ve karakterde nanofiber üretimi için gerekli olan polimer solüsyonu ve elektroğirme parametreleri araştırılmıştır. Farklı parametrelerde yapılan üretimler sonucunda en uygun parametreler belirlenerek nano gümüş katkılı polikaprolakton hidroksiapatit (PCL/HA-Ag) lifleri üretilmiştir. En uygun parametrelerde üretilen lifler SEM, STEM, EDX, UV vis, Raman Spektroskopisi ve QCM-D gibi karakterizasyon metodları kullanılarak karakterize edilmiştir. Çalışmanın son aşamasında yapay kemik dokusu uygulamasında kullanılması için üretilen lifler, modellenmiş doygun vücut sıvısı (SBF, 3xSBF) içerisinde farklı zaman aralıklarında bekletilerek doğal apatit yapısının biyomineralizasyon sonucu üzerlerindeki çekirdeklenmesi ve büyümesi araştırılmıştır. Üretilen saf PCL, HA katkılı PCL (PCL/HA) ve nano gümüş katkılı (PCL/HA-Ag) lifleri morfolojik olarak karakterize edilmiş karşılaştırılmıştır. Ayrıca lifler üzerinde biyomineralizasyon ile zamanla oluşan apatit benzeri yapıların kimyasal içerikleri ve büyüme hızları karşılaştırılmıştır. Son olarak QCM-D yöntemi ile gerçek zamanlı biyomineralizasyon miktarı ve özellikleri araştırılmıştır. Sonuç olarak, elektroğirme metoduyla PCL, PCL/HA ve PCL/HA-Ag uniform liflerini üretmek için gerekli olan parametreler çalışılmış ve bu parametrelerle ortalama 300-400 nm çaplarında lifler üretilmiştir. SBF içerisinde bekletilen lifler üzerinde doğal kemik yapısı benzeri apatit formları kendiliğinden biyomineralizasyon ile çekirdeklenip büyümüştür. HA ve HA-Ag katkısının biyomineralizasyonu arttırdığı ve Ca/P oranı doğal kemik yapısındaki Ca/P oranlarına yaklaştığı görülmüştür.

3. TEORİ

3.1. Nanofiber Nedir?

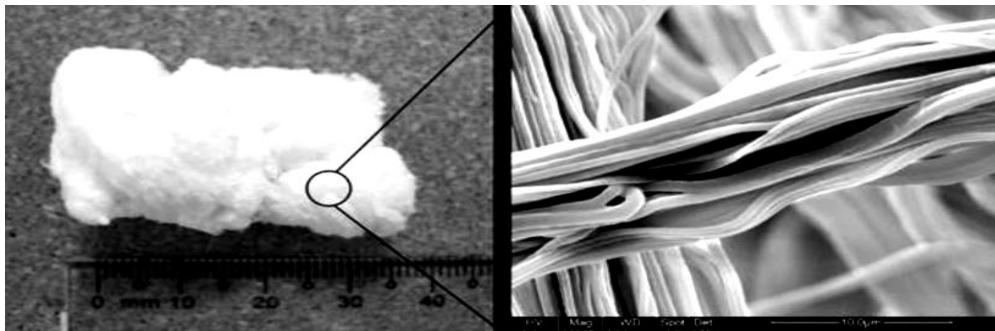
Günümüzde birçok seramik ve polimer malzemelerden farklı üretim teknik ve metotlar kullanılarak nanofiber üretimleri gerçekleştirilebilmektedir. Çeşitli metotlarla polimer çözeltisinden ve polimer solüsyonundan mikro metre altındaki elde edilen fiberlere nanofiber denilmektedir (Dinç, 2013).



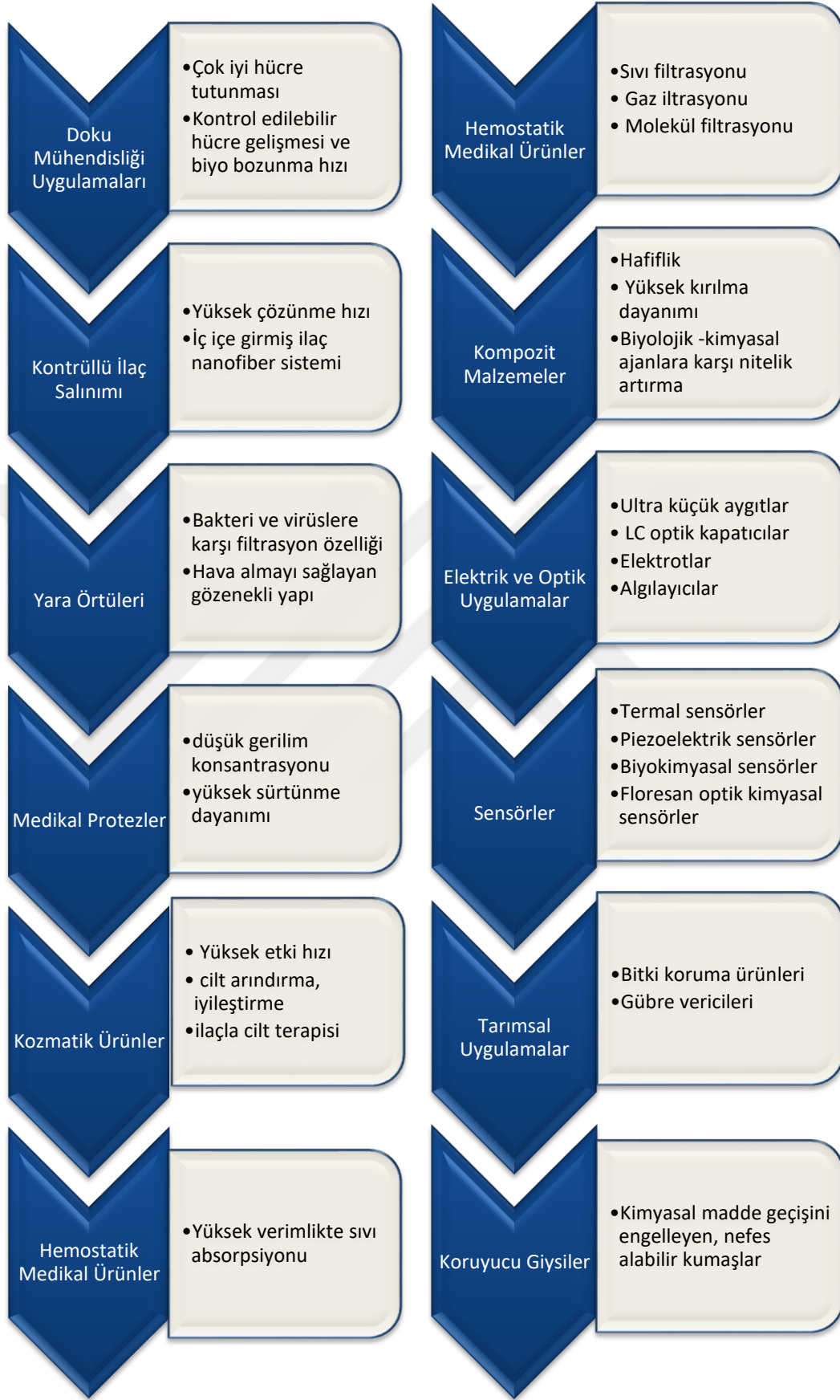
Şekil 3.1. Gümüş iyonlarının kullanıldığı nanofiberlerin görüntüsü (Dinç, 2013)

3.2. Nanofiberlerin Kullanım Alanları

Elektrospın yöntemiyle çeşitli malzeme üretimi gerçekleştirilebilir. Bu yöntem ile üretilmiş nanofiberlerin kullanım alanı oldukça yüksektir. Nanofiberlerden oluşturulan yapıların, birim ağırlıkta sağlanan yüksek alan özelliği ile birim ağırlık, iyi mukavemet gibi özellikler, başlıca kullanım sebeplerindedir (Çakmak, 2011).



Şekil 3.2. Nanofiberin kullanım alanlarından birkaç örnek (Çakmak, 2011).



Şekil 3.3. Nanofiberlerin diğer kullanım alanları (Söylemez, 2016)

3.2.1. Nanofiberlerin yara örtü malzemesi olarak kullanımları

Elektrospın ile elde edilmiş nanofiberlerin, gözenekli yapıya sahip olmaları yara ve yanıkların tedavisinde önemli bir yer teşkil etmektedir. İnsan yarası akıntı üreten bir yapıya sahip olduğundan, böyle bir yüzey yaranın kurummasını önlerken, yaranın akan sıvısını dışarı alınmasını ve tabaka altında birikmemesini de sağlar. Ayrıca oksijen ve hava iletimi ile bakterilerin engellemesi gibi önemli faktörlere de sahiptir (Çakmak, 2011).

Geleneksel yöntemle yapılan yara tedavi sonrasında iz kalırken, nanofiberle üretilen yara örtü malzemeleri uygulamasından sonra herhangi bir iz kalmadığı görülmüştür. Yara örtüsü olarak kullanılan polimerlerden başlıcaları kolajen, kitosan, jelatindir. Kitin, antibakteriyel ve antiosteroprotik ajan olarak aktiftir.

Son zamanlarda Chitomed projesi çerçevesinde, kitinin bir esteri olan, lif ve film olma özelliklerini barındıran, insan vücuduna biyolojik olarak uygunluğu ve organların iyileştirilmesinde desteklendiği bilinen dibütirilkitin (DBC) sentezi geliştirilmiştir. Bu nedenle özellikle derideki yanıklarda DBC polimeri yara örtü malzemesi olarak kullanılmaktadır. DBC polimerinden film eldesi için son kullanılan yöntem olarak elektroğirme metodu önerilmektedir (Çakmak, 2011)

3.3. Antimikrobiyal Maddeler

Günümüzde, antibakteriyel özelliğe sahip yeni malzemelerin keşfi konusunda araştırmalar artmıştır. Bakterinin materyal yüzeyinde büyümesini engelleyen ya da bakterinin ölümüne yol açan etkiye antibakteriyel aktivite denir. Çeşitli kimyasallar ve antibiyotikler antibakteriyel etkiye sahip maddelerdir. Günümüzde nanogümüş ürünlerinin güçlü antimikrobiyal aktivite olarak kullanımı yaygındır. Nanogümüş, malzemelere yerleştirilmiş olarak veya tamamen nanogümüşle kaplanmış olarak, yara bandajlama ekipmanları, doğum

kontrol hapları, ameliyat ekipmanları ve kemik protezleri gibi ilaç alanında kullanılır (Adıgüzel, 2011).

Tercih edilen, insan sağlığı için toksik olmayan ve doğada bozunabilen maddelerdir. Bakteriler yüzeylere bağlanıp biyofilm denen yoğun kümeler oluştururlar. Bu filmler birkaç mikrometre kalınlıktan yarım metre derinliğe kadar değişebilir ve birden çok bakteri, protista ve arke türü içerebilir. Biyofilmlerde yaşayan bakteriler, hücre ve hücre dışı bileşenler ile karmaşık bir düzen oluştururlar. Meydana gelen ikincil yapılar arasında mikrokoloniler de sayılabilir, bunların içinde bulunan kanal şebekeleri gıdaların daha kolay difüzyonunu sağlar (Branda vd., 2005). Doğal ortamlarda, toprak ve bitkilerin yüzeyinde, bakterilerin çoğunluğu biyofilm aracılığıyla yüzeye bağlanır. Biyofilmler tıpta da önemlidir, çünkü bu yapılar kronik bakteriyel enfeksiyonlarda ve vücut içine yerleştirilmiş tıbbi cihazlarda bulunurlar. Biyofilmler içinde kendini koruyan bakterilerin imhası, tek başına ve izole durumda olan bakterilerinkinden çok daha zordur (Donlan, 2002).

3.3.1. Gümüş

Eski Yunan ve Roma uygarlıkları zamanında suyu saklama amaçlı kullanılan gümüşün koruyucu ve medikal etkisi iki bin yıldan beri bilinmektedir (Khaydarov vd., 2008). Yüzyıllardır pek çok alanda kullanılan Gümüş; antibakteriyel, antifungal ve antiviral özellikleri ile geniş spektrumlu bir antimikrobiyal madde olarak güvenle kullanılmaktadır. Gümüş; metalik gümüş, gümüş nitrat ve gümüş sülfadiazin formlarında uzun yıllardır bakteriyel enfeksiyonlarda, yanık, ve yaraların tedavisinde de kullanılmaktadır (Rai vd., 2008). Altın, bakır, çinko, titanyum, gibi diğer metal iyonlarının da antimikrobiyal özellikte oldukları bilinmektedir. Ancak virüslere, ökaryotik mikroorganizmalara ve bakterilere, karşı en iyi etkinliği gümüş göstermektedir. Gümüş metalinin diğer metallere göre daha sık kullanılmasının nedenleri; bakterileri engelleyen en etkili metal iyonu olması, belirli bir sınıra kadar vücuda karşı zararlı etkilerinin bulunmaması ve kolay üretilmesidir (Üreyen vd., 2008). Suda kolayca çözünebilmesi ve tekstil yüzeylerinde oluşturduğu renk değişimi sebebiyle tekstil malzemeleri için uygun bir antibakteriyel ajan olarak

görülmemektedir (Üreyen vd., 2012). Gümüş nitratın yanık tedavisinde ilk olarak 2. Dünya savaşı sırasında kullanılmasının ardından 1960'lı yıllarda gümüş nitrat sülfonimidele kombine edilerek gümüş sülfadiazin krem elde edilmiştir. Bu krem pek çok mikroorganizmaya karşı etkili olması nedeniyle yanık tedavisinde yaygın olarak kullanılmıştır (Deepak vd., 2011). Gümüşün *Staphylococcus aureus*, *Pseudomonas aeruginosa* ve *Escherichia coli* gibi bakterilere karşı etkinliği kanıtlanmıştır (Rai vd., 2008).

Gümüşün en çok tercih edilen antibakteriyel olmasının başlıca nedenleri bakterilere karşı en dirençli metal olması, kontrollü kullanımında vücuda karşı zararlı etkilerinin bulunmaması, çoğu malzemeye göre son ürün haline getirilmesinin daha ucuz olması ve kolay üretim işlemidir (Adıgüzel, 2011).

Literatürde nanogümüşün antimikrobiyal etki mekanizması 3 farklı şekilde ifade edilmektedir. Bunlar;

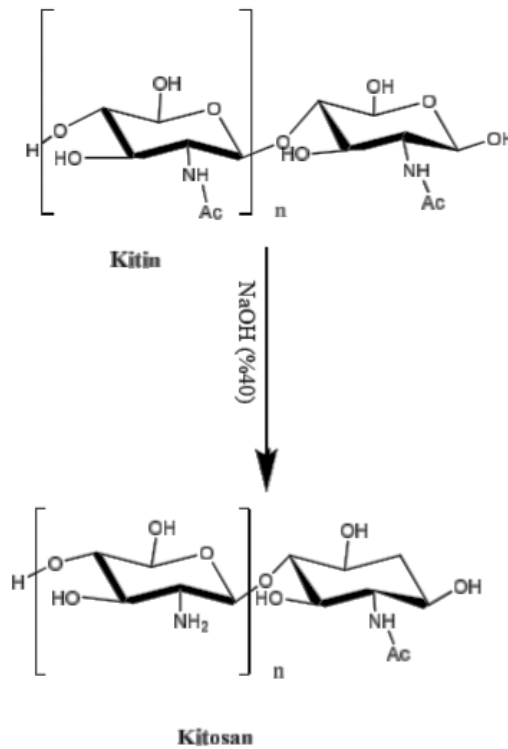
- i. Hücre içine girerek DNA'nın yapısını bozar.
- ii. İyonik gümüş hücre yapısında bulunan sülfür, azot ve oksijen içeren fonksiyonel gruplar ile etkileşime girerek antimikrobiyal etki sağlayabilir. Bunun sonucunda oluşan enzimatik aktivitedeki kritik azalma mikroorganizmanın metabolizmasının değişmesine, hücre gelişiminin azalmasına ve böylece hücrenin ölümüne kadar sebep olur.
- iii. Hücre yüzeyine yerleşen gümüş nanopartikülleri liposakkarit moleküllerinin bozulmasına ve membran içinde yaptıkları birikme ile hücrenin geçirgenliğini çok yüksek seviyelere çıkararak yapının bozulmasına neden olur. (Tolaymat vd. 2010)

3.3.2. Kitosan

Fransız bilim adamı Henri Braconnot tarafından 1811 yılında kitin ilk olarak mantardan izole edilip bulunmuştur. Odier, 1823 yılında böceklerin kabuklarında yapılan incelenme sonucunda kitin yapısına da rastlamış ve

Yunanca kökenli olan kitin ismi Odier tarafından verilmiştir (Winterowd vd., 1995).

Kitin, kitosan ve bunların oligomerleri yara tedavi edici ajan gibi medikal kullanımda, hipokolesterolemik ajan gibi beslenmede, antitümöral ve antiülser ajan olarak, yapay bacak, kol ve diğer uzuvlar gibi yapıların kaplanmasında kullanılır (Adıgüzel, 2011). Antibakteriyal ve antifungal ajan olması ve asidite düzenleyici ile deniz gıdalarının ve meyvelerin bozulmadan saklanmasında kullanılır (Kumar, 2000).



Şekil 3.4. Kitinden kitosan elde edilmesi (Adıgüzel, 2011).

Kitin mikrofibrillerinin alfa, beta ve gamma olmak üzere üç farklı yapısı vardır. Alfa yapısı doğada en fazla bulunan formudur ve antiparalel zincir yapısına sahiptir. Kabuklu su canlılarının kabuklarında, küflerin hücre duvarlarında, mayalarda ve böceklerde bulunmaktadır. Beta formu paralel zincir yapısına sahiptir ve doğada daha az görülmekte olup mürekkep balığının kollarında bulunur. Gamma formu ise paralel ve antiparalel yapıların karışımı olarak böceklerin kozalarında görülür (Zhang vd., 2000).

3.3.2.1. Kitin ve kitosanın uygulama alanları

Kitosanın bazı kullanım alanları ve uygulamaları (Kumar, 2000).

Medikal kullanım alanında;

Yara bandı, İlaç salım sistemlerinde, diş uygulamalarında pıhtılaşma etkeni ve cerrahi uygulamalarda kullanılmaktadır.

Biyoteknoloji uygulama alanlarında;

Enzim immobilizasyonu, Hücre geri kazanımı, Kromatografi Protein saflaştırma işlemlerinde kullanılmaktadır.

Kozmetik sanayisinde;

Nemlendirici, Saç ve cilt bakımı, Banyo losyonu vb. işlemlerinde aktif rol oynar.

Atık su arıtımında kullanımı;

Metal iyonların, radyoaktif bileşiklerin ve boyaların uzaklaştırılması, Koagülasyon ve flokülasyon işlemlerinde kullanılmaktadır.

Ziraat ve tarım uygulamalarında;

Bitki tohumu kaplanması, Gübre yapımında Fungusit ilaç yapımında önemli bir yer teşkil etmektedir.

3.4. Bakteriler

Çalışmamızda kullanacağımız bakteriler ile ilgili önemli bilgiler aşağıda belirtilmiştir.

3.4.1. *Escherichia coli*

1885 yılında Theodor Escherich tarafından *Escherichia coli* ilk kez bir çocuğun dışkılarından izole edilmiş ve önce *Bacterium coli commune* olarak, daha sonra *Escherichia coli* olarak adlandırılmıştır. Bugün üzerinde en çok çalışılan ve

genetik yapısı en iyi bilinen canlı türüdür. *E.coli*'nin doğada bulunduğu tek yer sıcakkanlı hayvanlar olarak bilinen memeli ve kanatlı hayvanların bağırsak sistemleri ve bunların dışkılarıdır. Gram negatif bir bakteridir. Gıda maddesinde, içme ya da kullanma suyunda *E.coli*'ye rastlanması o örneğe doğrudan ya da lağım suyu aracılığı ile dışkı bulaştığının göstergesidir (Adıgüzel, 2011). *E.coli* özelliklerine baktığımızda vucutta toksin etkisi yaparak bağırsak duvarlarından geçer ve organlarda enfeksiyona neden olarak güvercin bağışıklığını azaltır.

3.4.2. *Pseudomonas aeruginosa*

Doğada yaygın olarak bulunabilen *Pseudomonas aeruginosa*, sporsuz, kapsülsüz, gram negatif, çiftli veya kısa zincirler halinde görülen bakterilerdir. Yüzeyde zar yaparak yoğun ve homojen bir üreme gösterir ve zarın hemen altında mavi yeşil pigmenti belirir. Genellikle 30 – 37 °C'lerde ürer. Sularda ve organik maddeler içinde, uzun süre canlı kalabilirler. İnsan ve memeli hayvanların bağırsağında flora elemanı olarak bulunur. Hastane ortamları organik madde (kan, irin, deri döküntüleri) yönünden zengin olduğu için ve direnç gösteren kökenlerin bu ortamlarda daha fazla oluşması nedeniyle sık rastlanılan bir patojen olarak görülür. Yüksek ısı ve kuruluğa dirençsizdirler. *Pseudomonas*'lar; yara ve yanık enfeksiyonları, menenjit, bronşit, idrar yolu ve bronkopnömoni, septisemi, osteomyelit, göz, dış kulak, orta kulak, psödomembranöz kolit gibi hastalıklardan izole edilebilirler (Adıgüzel, 2011). *Pseudomonas aeruginosa* özelliklerine baktığımızda; İdrar yolu, göz, dış kulak, orta kulak, yanık ve yara enfeksiyonları, menenjit, bronşit ve bronkopnömoni, septisemi, osteomyelit, psödomembranöz kolit gibi hastalıklara neden olur.

3.4.3. *Staphylococcus aureus*

Staphylococcus aureus mikroskopik olarak incelendiğinde kok şeklinde, çift, kısa zincirli ve salkım halinde olduğu gözlenen gram pozitif bir bakteridir. İnsanlarda hastalığa neden olan bazı suşları yüksek ısıya dayanıklı protein toksinleri üretme eğilimindedir. *Staphylococcus aureus*, mikroorganizmaların

indirgenmesine yönelik tüm uygulamalara ve ısıl işleme karşı yüksek duyarlılık gösterir. Dolayısıyla gıdalarda ve proses ekipmanında bu bakteriye rastlanması zayıf bir sanitasyon örneğidir. Son yıllarda domuz etleri, tavşan, sığır, süt, beyaz peynir ve krema başta olmak üzere çeşitli gıdalara ilişkin gıda zehirlenmeleri giderek artmasının sebebi de budur. Bu bakteri deri ve mukozada enfeksiyon oluştururlar. Bunlar; sakal ve kıl kökü iltihabı, kan çıbanı, abseler, sivilce, dolama, ter bezi iltihabı, bademciklerin iltihaplanması, göz kapağı iltihabı, ve farenjitler sayılabilir. Antibiyotiklere karşı *Staphylococcus aureus* çoğul direnç gösterse de, antiseptiklere ve dezenfektan duyarlıdır (Adıgüzel, 2011). *Staphylococcus aureus* özelliklerine baktığımızda Gıda zehirlenmesine sebep olur. Abseler, sivilce, sakal ve kıl kökü iltihabı, kan çıbanı, dolama, ter bezi iltihabı, göz kapağı iltihabı, bademciklerin iltihaplanması ve farenjitler gibi hastalıklara neden olur.

3.5. Nanofiber Üretim Yöntemleri

Bilinen 8 tane nanofiber üretim metodu vardır (Dinç, 2013). Bunlar;

1. Çekme yöntemi
2. Faz ayırma
3. Kendiliğinden tutunma
4. Kimyasal buhar biriktirme yöntemi (CVD)
5. Nano-kalıp
6. Eriyik Püskürtme
7. Lazer buharlaştırma
8. Elektrospin (Elektro eğirme) yöntemi

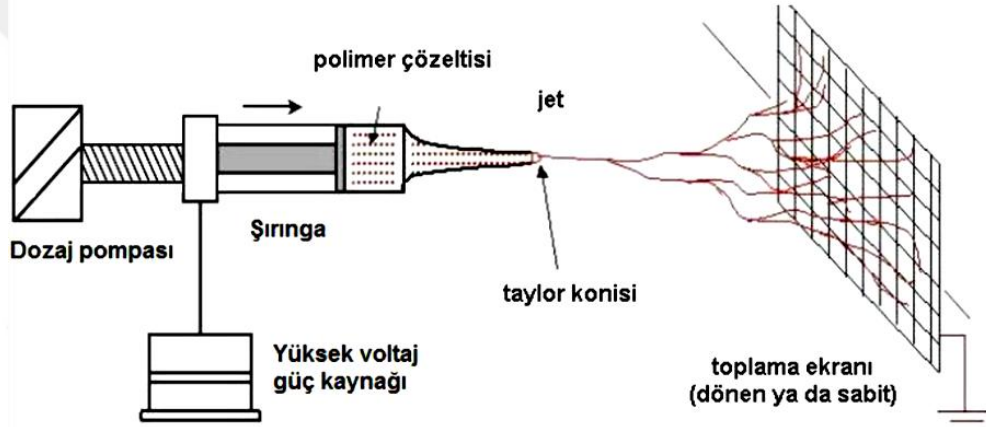
3.6. Elektrospinleme Yöntemi ile Nanofiber Üretimi

William Gilber'in 1600'lü yıllarda, manyetizma çalışmaları esnasında elektromanyetizmanın sıvılar üzerindeki etkisini tesadüfen gözlemlemesiyle elektrospinleme başlamıştır. Nanofiber üretim yöntemleri arasında en etkili ve en kolay uygulanabilen yöntemdir (Söylemez, 2016). Elektrospin homojen

çapta, uzun boylarda, katı ve boşluklu iç yapılı, ve çeşitli bileşimlerden nanofiber üretimi sağlayan bir yöntemdir. Elektrosprin sol-jel yöntemi ile birleştirildiğinde, polimer veya seramik çözültiden belirli bir elektrik alan altında sürekli nanofiber, nanotüp ve dolgulu nanofiber üretimi gerçekleştirmektedir (Dinç, 2013).

Laboratuvar tipi elektrosprin cihazı 3 temel bileşenden oluşur.

- ✓ Pompa
- ✓ Toplayıcı yüzeyi.
- ✓ Yüksek voltaj güç kaynağı



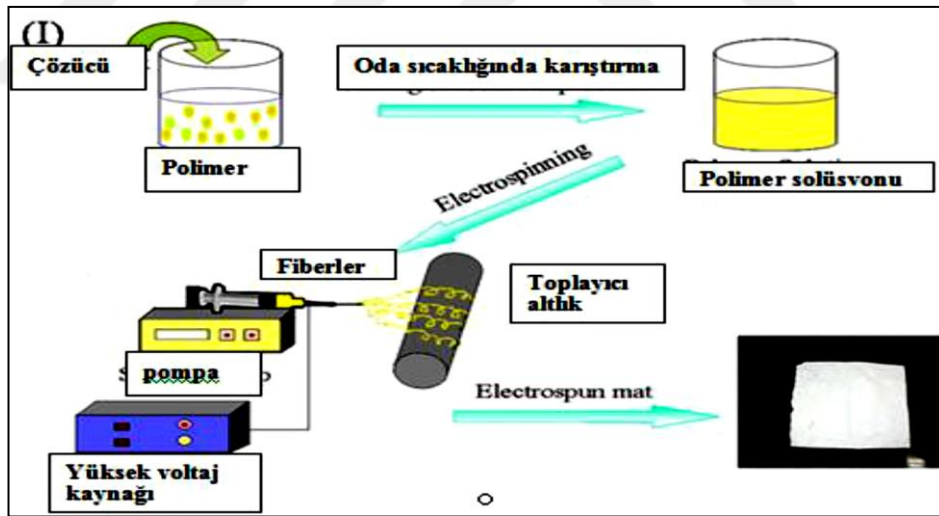
Şekil 3.5. Elektrosprin yöntemiyle nanofiber üretiminin şematik gösterimi (Uslu, 2009).

Elektrosprin işleminde polimerin fiber olarak taşınması için polimer sıvı halde ya da polimer solüsyonu şeklinde olması gerekmektedir. Oda sıcaklığında Polimer ve çözücüsü karıştırılarak homojen bir polimer solüsyonu hazırlanır. Daha sonra şırıngaya solüsyon enjekte edilir. Polimer çözültisinin yavaş ve kontrollü beslenmesini sağlamak için şırınganın arka kısmına yerleştirilmiş otomatik bir pompa bulunmaktadır. Otomatik pompa, şırıngadaki polimer çözültisini istenilen hızda düzelerine gönderecek şekilde ayarlanır. Polimer çözültisine verilen elektrik akımı ile elektriksel alan oluşturulur ve çözültinin yüzeyinde bir elektriksel yüklenme meydana gelir. Polimer damlası, kritik bir voltaj değerine kadar yüzey geriliminin uyguladığı kuvvetlerden dolayı küresel bir biçimde bulunur. Uygulanan potansiyel fark bir eşik değerine ulaştığında, elektrostatik

kuvvetler yüzey gerilimi kuvvetlerine eşitlenir. Bu noktada polimer damlası şekil değiştirerek konik bir şekil oluşturur. Bu şekle “Taylor Konisi (Taylor cone)” denilmektedir. Elektrik alandaki bir miktar artış sonunda yüzey gerilimi daha fazla elektrostatik kuvveti dengeleyemez ve Taylor konisinden yüklü ince bir jet fırlatılır. Polimer jeti çok ince lifler halinde ayrılarak metal bir plaka üzerine düşmektedir (Süpüren vd., 2007)

Elektrospınleme sürecini oluşturan basamaklar aşağıdaki gibi sıralanabilir (Üstün, 2011)

- a. Damlacık oluşumu
- b. Taylor konisi
- c. Elektro çekim jetinin oluşumu
- d. Kararlı bölgede jetin uzaması,
- e. Kararsız bölgenin oluşumu
- f. Lif formunda katılma



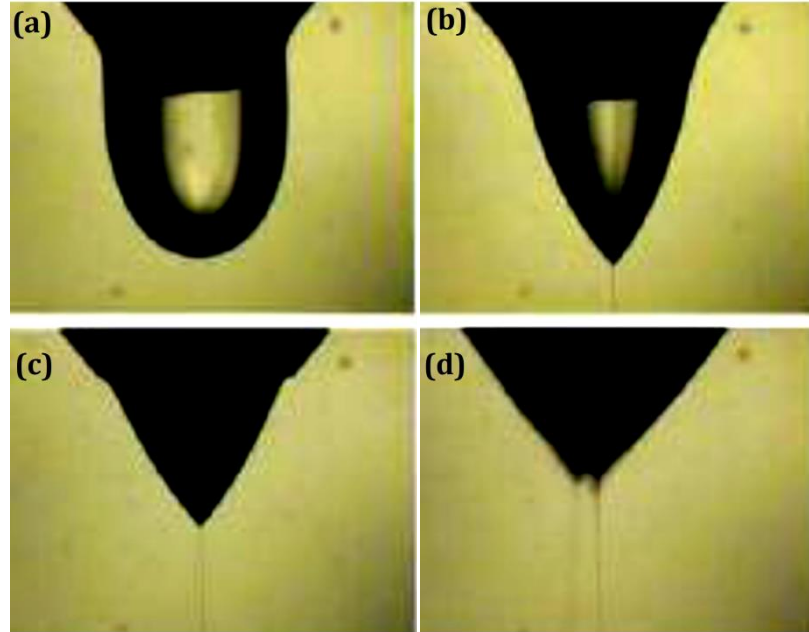
Şekil 3.6. Elektrospın işlemi çalışma prensibini gösteren bir resim (Dinç, 2013)

3.6.1. Damlacık oluşumu

Elektrolif çekimi sırasında herhangi bir voltaj uygulanmadığı durumda kılcal boru ya da şırınga ucunda bir sıvı damlacığı oluşur. Bu damlacık 2 kuvvet etki etmektedir. Etki eden kuvvetlerden biri yer çekimi kuvveti diğeri de Sıvının yüzey gerilimidir. Voltaj uygulanmadığı takdirde bu sıvı damlacığı belirli bir süre sonra düşer. Voltaj artışı ile damlacık büyür (Ekrem, 2015).

3.6.2. Taylor koni oluşumu

1969 yılında Taylor elektrik alan etkisiyle iğne ucunda koni şeklini alan polimer damlacığı ile ilgili çalışmalar yapmıştır (Dinç, 2013). Kılcal boru ucunda asılı duran çözelti damlacığı, yüzey gerilimi kuvvetlerinin etkisi ile kritik bir voltaj değerine kadar küresel bir formda bulunur. Uygulanan voltaj kritik değere ulaştığında, elektrostatik kuvvetler yüzey gerilimi kuvvetlerine eşitlenir. Bu anda polimer damlası şekil değiştirerek koni biçimini alır. Bu koniye Taylor konisi adı verilir (Deniz, 2015).



Şekil 3.7. Taylor konisinin oluşumu (a) Yarı küresel polimer yüzey şekli, (b) Taylor konisi, (c) Stabil polimer çıkışı, (d) Stabil olmayan polimer çıkışı (Dinç, 2013).

3.6.3. Jet oluşumu

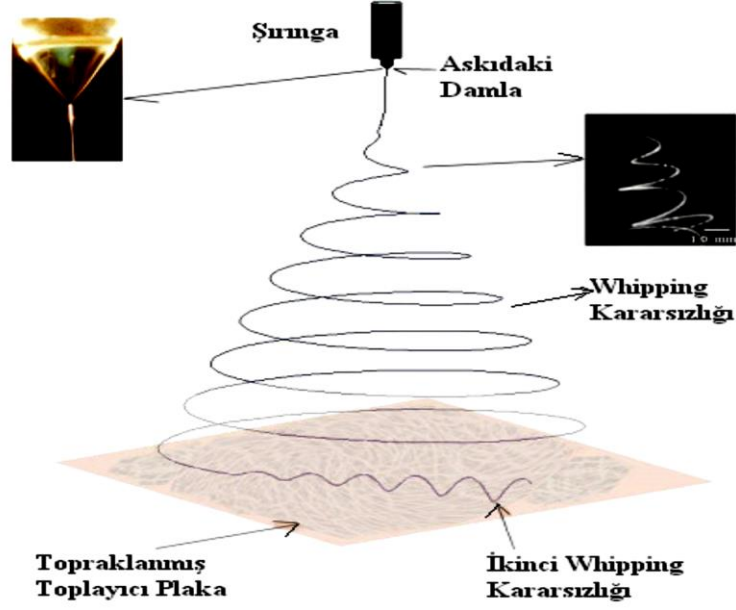
Taylor konisi oluşuktan sonra elektrik alandaki bir miktar artış sonunda yüzey gerilimi daha fazla elektrostatik kuvveti dengeleyemez ve yüklü ince bir jet fırlatılır (Deniz, 2015).

3.6.4. Kararlı bölgede jetin uzaması

Polimer çözeltilisine uygulanan voltaj, kritik voltaj değerini geçtiği anda itibaren aniden jet başlangıcı gerçekleşir. Oluşan polimer jetinin yüzeyindeki yüklerin coulomb itme kuvvetleri, jeti toplayıcıya doğru harekete ettiren aksel bir bileşene sahiptir. Yapılan akışkan hızı ölçümleri sonucunda, Taylor konisinden uzaklaştıkça jet hızının yanı sıra jet hızının değişimi de artış göstermektedir. Taylor konisinden oluşan jet hızlanarak lineer bir yolda ilerler. İlerlerken jetin çapı uzama ve çözücünün buharlaşmaya başlamasına bağlı olarak hızla düşmektedir. Bu jet kararlı bölgede gerçekleşir ve bu bölgenin uzaması artan viskoziteyle birlikte artar (Ekrem, 2015). Jet çapının küçülerek jetin birim alana düşen yük miktarı ile jetin incilmesi azalırken, birim kütledeki yüzey alanı artmaktadır (Üstündağ, 2009).

3.6.5. Kararsız bölgede jetin uzaması

Polimer jeti, metal ucu ile toplayıcı arasında ilerlerken taylor konisinden kopan yüklü jet kararlı bir şekilde bir süre doğrusal bir yol izler. Daha sonra yüklü jet, elektrik alanda denge halinden çıkarak, bölgede jet spiraller çizerek kararsız ve karmaşık bir yol izleyerek dallanmaya başlar. Jet üzerindeki aynı yüke sahip moleküller, toplayıcı plakaya yaklaşırken birbirlerini iterek, artan bir alana yayılmaktadır (Şekil 3.8). Bu Polimer jetin bu bölgedeki karmaşık hareketine ilişkin, farklı çözeltili ve işlem parametrelerine bağlı olarak değişen, üç kararsızlık hali mevcuttur. Polimer jet bu kararsızlık hallerinden sadece birini gösterebileceği gibi, üç kararsızlık halini bir arada da gösterebilir (Kozanoğlu, 2006).



Şekil 3.8. whipping kararsızlığı ve taylor konisi (Ekrem, 2015)

3.6.6. Jetin katılaşması

Elektrospinin işleminin son basamağıdır. Polimer jetinin aşırı hızlanmasıyla beraber yüzey alanındaki artış maksimum düzeye ulaşmakla birlikte jet içerisindeki çözücünün buharlaşması ile gerçekleşmektedir. Jet içerisindeki çözücünün buharlaşma hızı yüksekse jetin viskozitesi artacak ve jet Whipping kararsızlığı bölgesinde kısa sürede hareket edecek ve böylece toplayıcı üzerinde daha kalın nanofiberlerin olduğu görülecektir (Söylemez, 2016).

3.7. Elektrospinin Yöntemini Etkileyen Parametreler

Elektrospinin (elektrospinning) yöntemine etki eden 3 temel parametreler vardır. Bunlar;

1. Çözelti özellikleri
 - Moleküler ağırlık ve Viskozite
 - Yüzey gerilimi
 - Elektrik iletkenliği
 - Çözücünün dielektrik sabiti

2. Proses deęişkenlikleri

- Uygulanan voltaj
- özelti besleme hızı
- özelti sıcaklığı
- Toplayıcı-ięne mesafesi

3. evre koşulları

- Sıcaklık
- Nem
- Basınç
- Atmosfer cinsi



4. MATERYAL VE YÖNTEM

4.1. Kullanılan Kimyasal Maddeler

Deneyleerde kullanılan kimyasal maddeler Çizelge1.'de verilmiştir. Tüm kimyasal maddeler Merck, Carlo Erba ve Fluka firmalarından temin edilmiştir ve analitik saflıktadır.

Çizelge 4.1. Çalışmada kullanılan kimyasal maddeler ve formülleri

Kimyasal Madde	Formülü
Polivinil alkol	PVA
Kitosan	CS
Gümüş Nitrat	AgNO ₃
Asetik asit	CH ₃ COOH
Dimetil formamid (DMF)	C ₃ H ₇ NO
Tetra-n-butylorthotitanat	C ₁₆ H ₃₆ O ₄ Ti
Dietonolamin	C ₄ H ₁₁ NO ₂
Polietilen glikol	HO(C ₂ H ₄ O) _n H

4.2. Nanofiberlerin Hazırlanması

Çalışmanın deneysel kısmında öncelikle elektrospin işlemi için gerekli olan farklı ölçülerde çözeltiler hazırlanmıştır. Hazırlanan tüm bu çözeltiler alüminyum folyo üzerinde elektrospin ile üretilerek nanofiberler hazırlanmıştır. Bu çözeltiler aşağıda verilmiştir.

- Katkısız Kitosan nanofiberlerin üretimi: 20 mL saf su içerisinde 2 g PVA (polivinil alkol) çözüldü. Ayrı bir beher içerisinde %3'lük 1 g kitosan 20 mL %2'lik asetik asit çözeltisi içerisinde çözüldü. Çözünen PVA çözeltisinden 14 mL, çözünen kitosan çözeltisinden de 3 mL alınarak homojen bir şekilde karıştırıldı. Hazırlanan bu çözelti 10 mL'lik şırıngaya çekilerek elektrospin düzeneğine yerleştirildi. 8 cm sabit uzaklık ile, süre ise herbir nanofiber için 10 dk olarak ayarlanmıştır.

- Ag - Kitosan nanofiberlerin üretimi: 20 mL saf su içerisinde 2 g PVA (polivinil alkol) çözüldü. Ayrı bir beherde %3'lük 1 g kitosan 20 mL %2'lik asetik asit çözeltisi içerisinde çözüldü. Çözünen PVA çözeltisinden 14 mL, çözünen kitosan çözeltisinden de 3 mL alınarak homojen bir şekilde karıştırıldı. Toplam Kitosan ve PVA miktarları 17 mL ve gümüş miktarı toz halinde 0.2 gr gümüş eklenerek homojen şekilde karıştırıldı. Hazırlanan bu çözelti 10 mL'lik şırıngaya çekilerek elektrospin düzeneğine yerleştirildi. 8 cm sabit uzaklık ile süre ise herbir nanofiber için 5 dk olarak ayarlandı.
- %Ag Kitosan nanofiberlerin üretimi: 20 mL saf su içerisinde 2 g PVA (polivinil alkol) çözüldü. Ayrı bir beherde %3'lük 1 g kitosan 20 mL %2'lik asetik asit çözeltisi içerisinde çözüldü. Çözünen PVA çözeltisinden 14 mL, çözünen kitosan çözeltisinden de 3 mL alınarak homojen bir şekilde karıştırıldı. Toplam Kitosan ve PVA miktarları 17 mL ve gümüş miktarları;

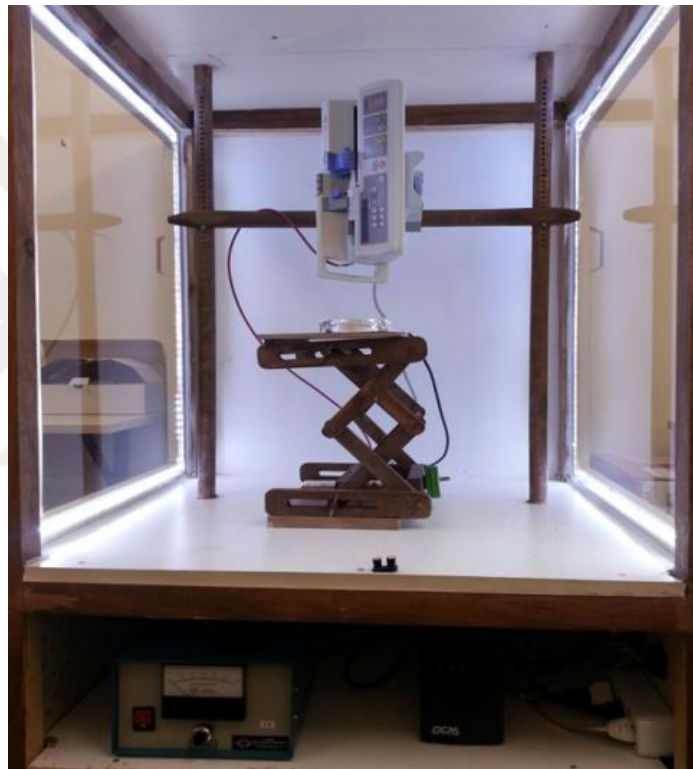
%1 lik Ag çözeltisini hazırlamak için: 0.17 gr Ag tartıldı. 3 mL DMF içerisinde çözüldü. Yukarıda hazırlanan PVA çözeltisinden 14 mL, kitosan çözeltisinden 3 mL alındı ve üzerine DMF içerisinde çözünen 0.17 gr Ag eklenerek homojen bir şekilde karıştırıldı.

%2 lik Ag çözeltisini hazırlamak için: 0.34 gr Ag tartıldı. 6 mL DMF içerisinde çözüldü. Yukarıda hazırlanan PVA çözeltisinden 14 mL, kitosan çözeltisinden 3 mL alındı ve üzerine DMF içerisinde çözünen 0.34 gr Ag eklenerek homojen bir şekilde karıştırıldı.

%3 lük Ag çözeltisini hazırlamak için: 0.51 gr Ag tartıldı. 9 mL DMF içerisinde çözüldü. Yukarıda hazırlanan PVA çözeltisinden 14 mL, kitosan çözeltisinden 3 mL alındı ve üzerine DMF içerisinde çözünen 0.34 gr Ag eklenerek homojen bir şekilde karıştırıldı.

%4 lük Ag çözeltisini hazırlamak için: 0.68 gr Ag tartıldı. 12 mL DMF içerisinde çözüldü. Yukarıda hazırlanan PVA çözeltisinden 14 mL, kitosan çözeltisinden 3 mL alındı ve üzerine DMF içerisinde çözünen 0.68 gr Ag eklenerek homojen bir şekilde karıştırıldı.

%5 lik Ag çözeltisini hazırlamak için: 0.85 gr Ag tartıldı. 15 mL DMF içerisinde çözüldü. Yukarıda hazırlanan PVA çözeltisinden 14 mL, kitosan çözeltisinden 3 mL alındı ve üzerine DMF içerisinde çözünen 0.85 gr Ag eklenerek homojen bir şekilde karıştırıldı.



Şekil 4.1. Elektroğirme deney düzeneği

- Hazırlanan bu çözeltiler 10 mL'lik şırıngaya çekilerek elektrospin düzeneğine yerleştirildi (Şekil 4.1). 8 cm uzaklık, 0.1 mL akış hızı, 25 Kv voltaj, süre ise her bir nanofiber için 15 dk olarak ayarlandı.

4.3. Mineralojik (Faz) Analizi (X-Işını Kırınımı, XRD)

İlgili çalışmada gümüş katkılı kitosan nanofiberlerin XRD analizi yapılmıştır. Bu analizde, bakır X-ışını tüpü kullanılmış olup analiz 40 kV voltaj ve 30 mA akım

değerlerinde yapılmıştır. Tarama 20-90 derece aralığında olup tarama modu devamlı mod, tarama hızı dakikada 2 derece olarak sabitlenmiştir. Analiz, Afyon Kocatepe Üniversitesi Teknoloji Uygulama ve Araştırma Merkezinde bulunan Shimadzu XRD-6000 markalı cihaz (Şekil 4.2) ile yapılmıştır.



Şekil 4.2. Shimadzu XRD-6000 markalı XRD Cihazı

4.4. Mikro Yapı (Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM-EDX) Analizi

SEM analizi; nanofiberlerin kalınlıklarının ölçümü ve bu kaplamaların mikroyapılarının incelenmesi için yapılmıştır. EDX analizleri ise kaplama yapılan numunelerin elementel kompozisyonunu tanımlamak amacıyla kullanılmıştır.

SEM-EDX incelemesi yapılabilmesi için tarama yapılacak yüzeyin iletken olması yani elektron akışını sağlayabilmesi gerekir. Numunelerde görülen kırık yüzeylerin SEM-EDX analizini olumsuz etkilememesi için ilgili kırıklar Baltec Sputtering marka cihazla karbonla Kaplama Baltec Sputtering markalı kaplama cihazında karbon kaplanmıştır.

Numunelerin mikroyapı analizleri ise Afyon Kocatepe Üniversitesi Teknoloji Uygulama ve Araştırma Merkezinde bulunan LEO 1430 VP markalı SEM cihazında yapılmıştır (Şekil 4.3).



Şekil 4.3. LEO 1430vp markalı SEM

4.5 DTA/TG Analizi

nanofiberlerin termal özellikleri, O₂ atmosferinde 20 °C - 1 dakika ısıtma hızında TG-DSC (Netzsch STA449F3) ile karakterize edilmiştir. Şekil 4.4 de, Netzsch marka DSC cihazını göstermektedir. Netzsch marka DSC cihazı yönteminde malzeme ve referans maddesine aynı sıcaklık programı uygulanırken malzemede bir değişiklik olması halinde, malzemeyi veya referansa bir elektrik devresi yardımı ile dışarıdan ısı eklenerek her ikisinin de aynı sıcaklıkta kalması sağlanır. DSC eğrileri, eklenen eğrilerin ısının sıcaklığa karşı çizilen grafikleridir. Bu grafikte gözlemlenen pikin altında kalan alan tepkimede emilen veya açığa çıkan ısıyla, pik yükseklikleri de tepkime hızı ile doğru orantılıdır. dH pozitif ise (endotermik), malzeme ısıtıcısına ısı eklenir ve

pozitif bir sinyal elde edilir. dH negatif ise (ekzotermik), referans ısıtıcısına ısı eklenir ve bir negatif sinyal elde edilir. Bu piklerin integrali numunenin aldığı veya verdiği ısı miktarına bağlıdır. DSC yalnız entalpi değişiminin olduğu olaylara karşı değil, aynı zamanda numune ile referansın ısı kapasiteleri arasındaki farka karşı da çok duyarlıdır. Ayrıca cihaz ile DSC-TG, DTA-TG ve iri malzemeler için (en fazla 5 cm³ lük hacmi dolduracak numuneler için) sadece TG gibi üç farklı analiz yapılabilmektedir.

Cihaz ile, kütle değişimi, dekompozisyon, termal kararlılık, oksidasyon, dönüşüm entalpisi, spesifik ısı (Cp), faz geçiş sıcaklıkları, cam geçiş sıcaklığı, kristalizasyon davranışları, vb. analizler yapılabilmektedir.

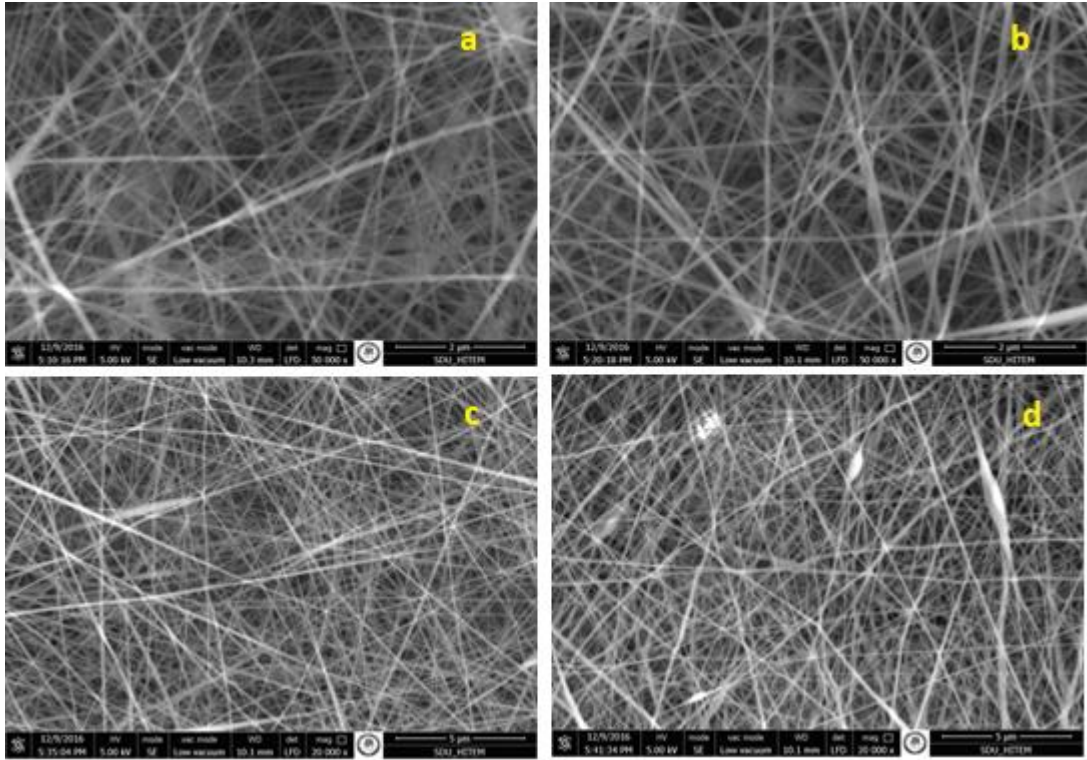


Şekil 4.4. DTA/TG Cihazı

5. ARAŐTIRMA BULGULARI VE TARTIŐMA

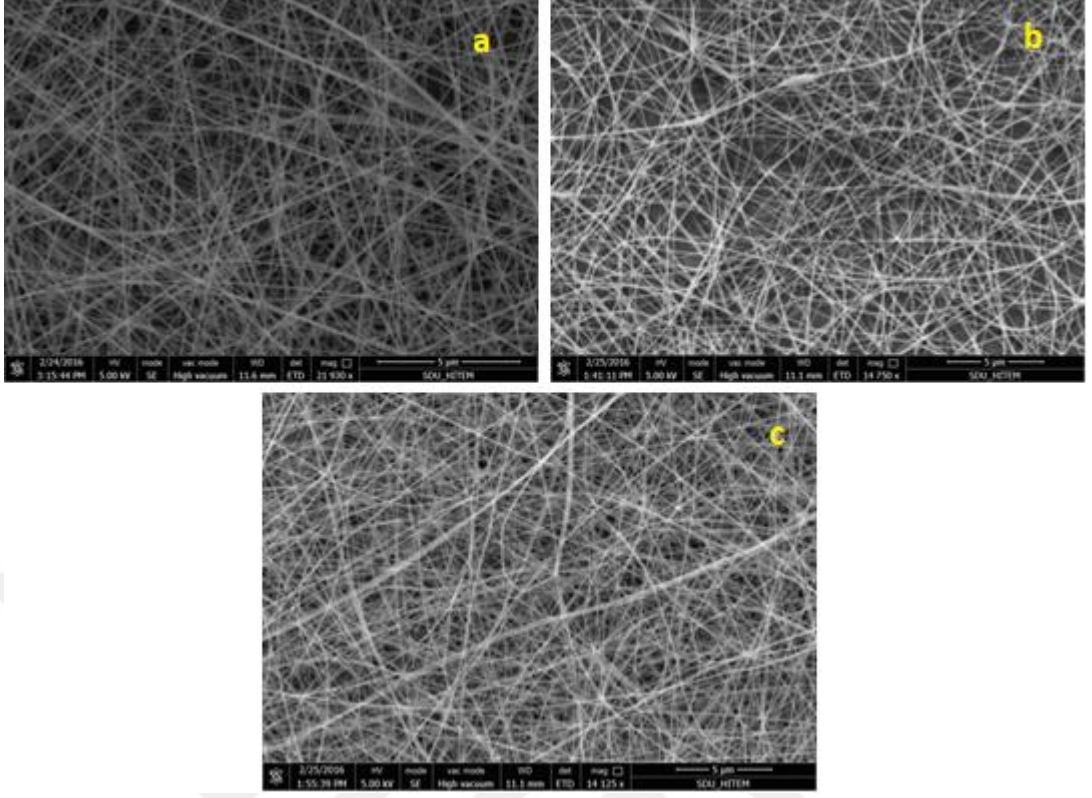
5.1. SEM Analizi Sonuları

Hazırlanan tüm nanofiberlerin SEM(EDS) görüntüleri Őekil 5.1-5.3'de verilmiŐtir.



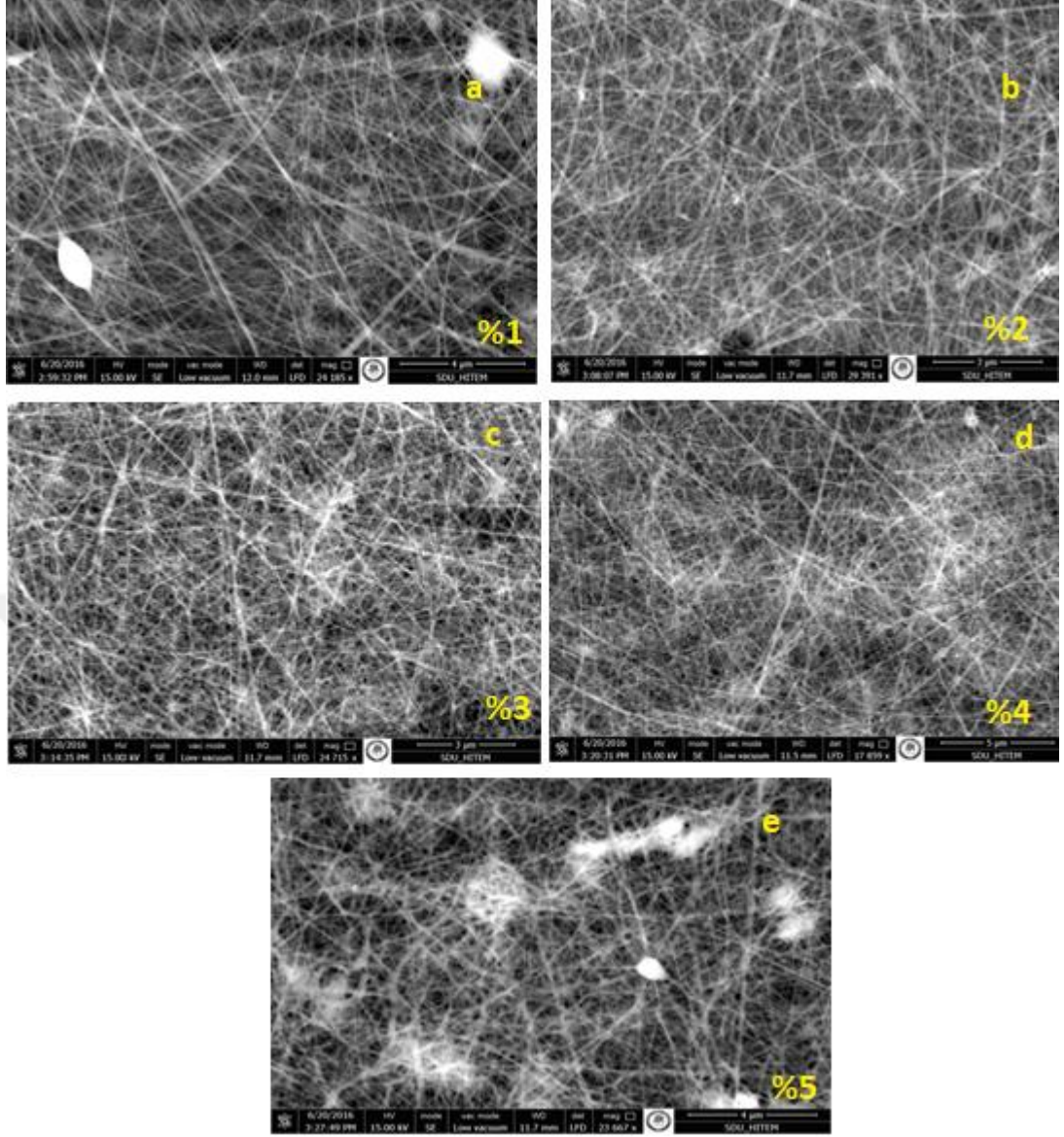
Őekil 5.1. Katkısız Kitosan nanofiberlerin SEM görüntüleri (a)20 kv, 0,5 mL/h, 8cm, (b) 20 kv, 1,0 mL/h, 8 cm, (c) 15 kv, 0,1 mL/h, 8 cm, () 25 kv, 0,1 mL/h, 8 cm

Őekil 5.1.de görüldüğü gibi farklı parametrelerle üretilmiŐ nanofiberlerin homojen ve düzenli olduđu görülmektedir.



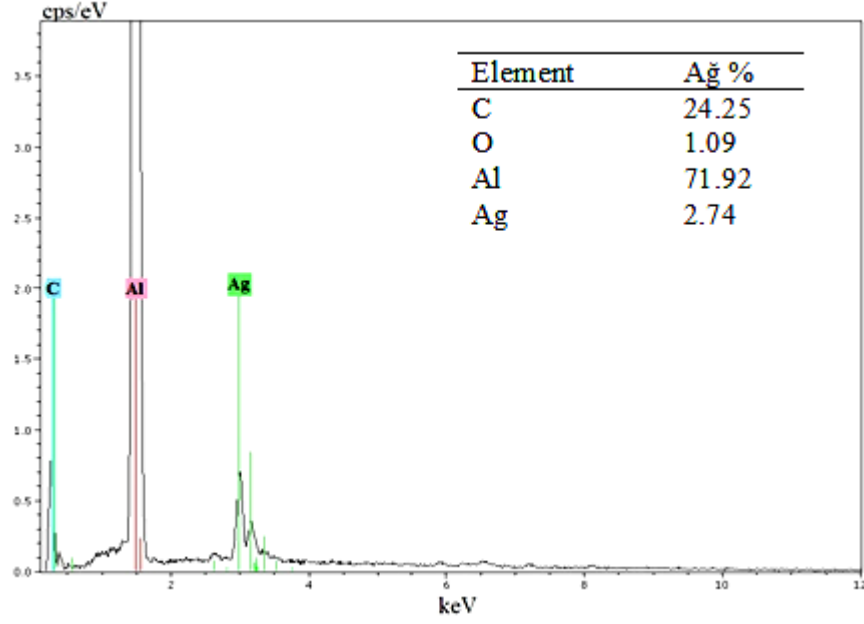
Şekil 5.2. Ag- Kitosan nanofiberlerin SEM görüntüleri (a) 20 kv, 1.0 mL/h, 8 cm, (b) 15 kv, 0,1 mL/h, 8 cm, (c) 25 kv, 0,1 mL/h, 8 cm

Şekil 5.2. de Gümüş katkılı nanofiberlerin SEM görüntüleri verilmiştir. Elde edilen nanofiberlerin düzenli homojen ve boncuksuz olduğu, mikronaltı (nano) boyutta üretildiği görülmektedir.



Şekil 5.3. %Ag- Kitosan nanofiberlerin 25 kv, 0.1 mL/h, 8 cm deki SEM görüntüleri (a) %1 AgNO₃, (b) %2 AgNO₃, (c) %3 AgNO₃, (d) %4 AgNO₃, (e) %5 AgNO₃

Şekil 5.3 te farklı ağırlıkça yüzde bileşiminde gümüş katkısının kitosan nanofiberlere olan etkisi görülmektedir. %1 ve % 5 katkılı kitosan nanofiberlerde boncuk oluşumun olduğu görülmektedir.



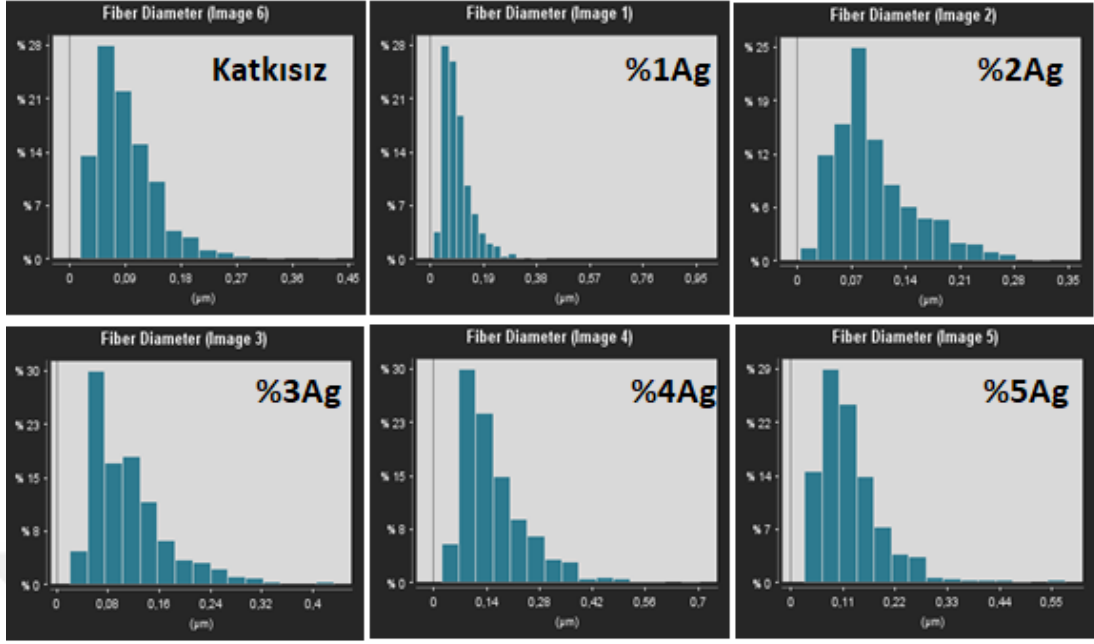
Şekil 5.4. Kitosan nanofiberlerin SEM-EDX analiz sonuçları

Şekil 5.4'de SEM-EDX analiz sonuçları verilmiş olup, yapıdaki Ag elementinin varlığı yüzde miktarıyla görülmektedir.

Çizelge 5.1. Nanofiberlerin ortalama çaplarının ölçüm sonuçları

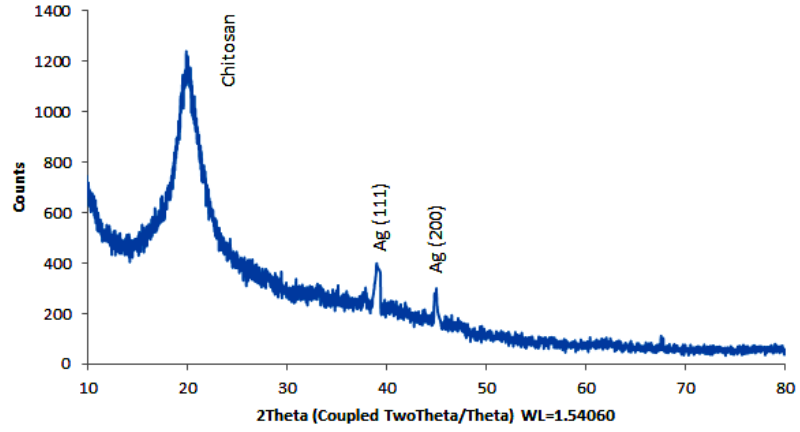
Numune	Nanofiber Çapları (nm)		
	Average	Std Dev	Median
Kitosan	92	50	80
%1 Ag- Kitosan	95	56	82
%2 Ag- Kitosan	100	52	90
%3 Ag- Kitosan	113	63	97
%4 Ag- Kitosan	126	73	111
%5 Ag- Kitosan	161	93	142

Çizelge 5.1 ve Şekil 5.5'den katkısız ve % 1, 2, 3, 4 ve 5 Ag katkılı Kitosan nanofiberlere ait ortalama çap ve standart sapma ölçümleri ile bu nanofiberlerin histogramları verilmiştir.



Şekil 5.5. Kitosan nanofiberlerin histogramları

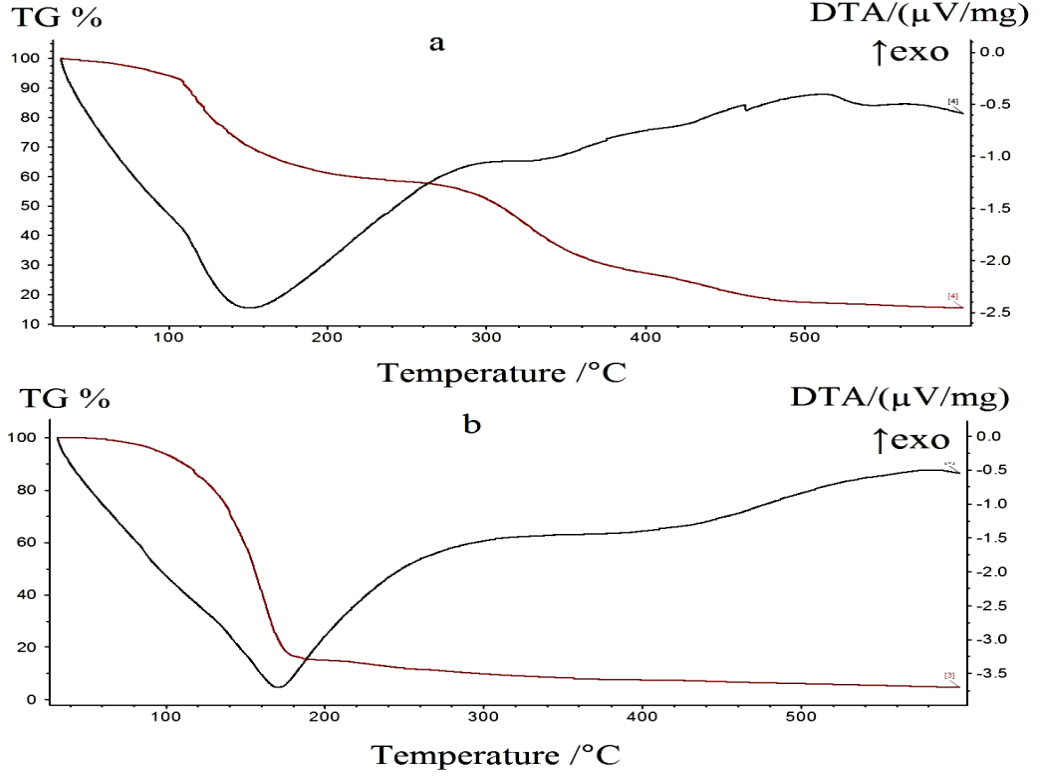
5.2 XRD Analizi



Şekil 5.6. Kitosan nanofiberlerin XRD analizi

Şekilden 5.6'da üretilen Ag katkılı Kitosan nanofiberlerin XRD analizi görülmektedir. Kitosana ait standart piklere ilaveten katkılandırmada kullanılan gümüşe ait karakteristik pikler görülmektedir. Liretatürde de buna benzer sonuçlar elde edilmiştir.

5.3 DTA/TG Analizi



Şekil 5.7. DTA/TG analiz sonuçları a) Katkısız kitosan ve b) 5 % Ag katkılı kitosan nanofiberler

Şekil 5.7’de katkısız ve katkılı nanofiberlere ait DTA/TG analizi verilmiştir. Her iki analizde de 150 °C’de yapıdaki su ve çözücünün uzaklaşmasından kaynaklanan endotermik pik görülmektedir. 500 °C civarındaki ekzotermik pik ise başlangıç maddelerinin dekompozisyonundan kaynaklanmaktadır.

5.4. Antibakteriyel Ölçümlerin Sonuçları

5.4.1. Agar disk difüzyon metodu



Şekil 5.8 Disk difüzyon metoduyla antibakteriyel etkinlik testi.

Çizelge 5.2. Bakteriye Karşı İnhibitör Bölgenin Çapı.

% Ag/TiO ₂	Bakteriye Karşı İnhibitör Bölgenin Çapı (mm)		
	Silikon	Selüloz	Boş disk
Saf	100 µl 0.5 Mc Farland		
1	35 mm	23 mm	-
5	21 mm	18 mm	-

Çizelge 5.2'de görüldüğü gibi, *S. aureus* için silikon madde üzerinde %1 ve %5 Ag-katkılı kitason nanofiberlerin inhibisyon bölgelerinin çapları sırasıyla 35 mm ve 21 mm olarak ölçüldü. Benzer şekilde, *S. aureus* için selüloz madde üzerinde %1 ve %5 Ag katkılı kitason nanofiberin inhibisyon bölgelerinin çapları sırasıyla 23 mm ve 18 mm olarak ölçüldü. En büyük bölge çapı (35 mm) selüloz madde üzerinde % 1 Ag-katkılı örnek için elde edildi. Kültür plakaları üzerindeki tüm numuneler için inhibisyon bölge çapları Şekil 5.8 de görülmektedir. Elde edilen sonuçlara göre *S. aureus*'a karşı mükemmel antibakteriyel etkiler elde edildi.

5.4.2. Yayma plak metodu

Çizelge 5.3. %Ag nanofiberlerin bakterisidal özellikleri

% Ag (Kitosan) Katkı Miktarı	Bakteri Sayımı (kob/cm ²)		
	Karanlık	UV	Aydınlık
Katkısız	1.10 ⁶		
1	1,9.10 ³	2,0.10 ³	9,7.10 ³
2	9.10 ²	1,1.10 ²	1,4.10 ³
3	7.10 ²	0	1,2.10 ³
4	3.10 ²	0	6.10 ²
5	2.10 ²	0	1.10 ²

Çizelge 5.3 den gümüş katkılı kitosan nanofiberlerin antibakteriyel özellikte olduğu görülmektedir. Ag katkısının artmasıyla antibakteriyel etkinliği artmıştır. Aynı şekilde UV altında % 3 Ag katkısından sonra hiçbir bakterinin kalmadığı görülmektedir.

6. SONUÇ VE ÖNERİLER

Gümüş katkılı kitosan nanofiberler elektro eğirme yöntemiyle başarılı bir şekilde üretilmiştir. Çalışmada elektro eğirme yönteminin parametrelerinin nanofiber morfolojik yapısına etkisi ortaya konulmuştur.

DTA/TG analizinde hazırlanan çözeltilerden elde edilen tozların oda sıcaklığından 600 °C kadar termal karakterizasyonunda endotermik ve ekzotermik reaksiyonların meydana geldiği sıcaklıklar sırasıyla 150 °C ve 500°C olarak tespit edilmiştir.

Nanofiberlerin XRD analizinde organik kökenli kitosanın amorf yapısı içerisinde katkıda kullanılan gümüşe ait karakteristik pikler elde edilmiştir.

Gümüş katkılı kitosan nanofiberlerin morfolojik yapısının incelenmesi için SEM analizleri gerçekleştirilmiş ve elde edilen nanofiberlerin uniform, homojen ve boncuksuz olduğu görülmüştür. Katkısız kitosan nanofiberlere nazaran gümüş katkısının %1 den %5 e artırılmasıyla ortalama fiber çaplarında artış gözlenmiştir. EDX sonuçlarında yapı içerisindeki gümüş varlığı ispatlanmıştır. Nanofiberlerin ortalama çaplarının 92 nm den 161 nm ye kadar değiştiği gözlemlenmiştir.

Üretilen nanofiberlerin antibakteriyel özellikleri Baird Parker agar plakası ve disk difüzyonu yöntemleri kullanılarak araştırılmıştır. Disk difüzyon yöntemine göre kültür plakaları üzerindeki tüm örnekler için inhibisyon bölgelerinin çapları ölçülmüştür. Sonuçlara göre, iyi antibakteriyel etkiler elde edilmiştir. En büyük bölge çapı *S. aureus* için 35 mm olarak elde edilmiştir.

Baird Parker agar yöntemine göre, gümüş katkılı kitosan nanofiberlerin Ag katkı miktarının artmasıyla antibakteriyel etkinliğinin de arttığını gözlemlenmiştir. Aynı şekilde UV altında % 3 Ag katkısından sonra hiçbir bakterinin kalmadığı görülmektedir.

KAYNAKLAR

- Abdelgawad A, M., Hudsona S, M., Rojas O, J., 2012. Antimicrobial Wound Dressing Nanofiber Mats From Multicomponent (Chitosan/Silver-Nps/Polyvinyl Alcohol) Systems. *Carbohydrate Polymers* 100 (2014), 166-178
- Adıgüzel, D. E., 2011. Kitosan - Gümüş Nanotaneciklerinin Dezenfektan Olarak Üretimi ve Biyolojik Aktivitelerinin Belirlenmesi. Yüksek Lisans Tezi, İstanbul Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul.
- Baştürk, E., 2012. Thermal and morphological properties of PVA/4-vinylbenzene boronic acid hybrid nanofibrous, polymer composites, 33(5), 829-837
- Beyyınar, F., 2014. Polietilenimin Esaslı Nanofiberlerin Hazırlanması ve Karbon Dioksit Gazı Geçirgenliğinin İncelenmesi. Yüksek Lisans Tezi, Marmara Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Kimya Anabilim Dalı, İstanbul
- Branda, S., Vik, S., Friedman, L., Kolter, R., 2005. Biofilms: the matrix revisited, *Trends microbiology*, 13 (1): 20-26.
- Çakmak, S., 2011. Nanobülten Aylık Nanoteknoloji ve Nanotıp Bilim Dergisi Sayı : 14 Eylül , 12-20
- Daşdemir M., 2006. Electrospinning Of Thermoplastic Polyurethane (Tpu) For Producing Nanofibers. M. Sc. Thesis, Gaziantep University Graduate School Of Natural & Applied Sciences, Textile Engineering, Gaziantep
- Deepak, V., Kalishwaralal, K., Pandian, S.R.K. ve Gurunathan, S., 2011. An Insight into the Bacterial Biogenesis of Silver Nanoparticles, Industrial Production and Scale-up
- Deniz, D.Y., 2015 Hibrit Nanofiber Membranlarının Hazırlanması, Karakterizasyonu ve Hücre Kültürü Uygulamaları, Doktora Tezi Marmara Üniversitesi, İstanbul
- Düzyer, Ş., 2009. Nanofiberlerin Yüzey Özelliklerinin İncelenmesi. Yüksek Lisans Tezi, Uludağ Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Tekstil Mühendisliği Anabilim Dalı, Bursa
- Dinç, H., 2013. Polivinil Borat Sentezi ; Elektrospin Yöntemiyle Nanofiber Hazırlanması ve Karakterizasyonu, Yüksek Lisans, Selçuk Üniversitesi, Kimya Mühendisliği Anabilim Dalı , Tezi. Konya
- Donlan, R., 2002. Biofilms: microbial life on surfaces, *Emerging infectious diseases* 8 (9): 881-90.

- Erdem, R.,2013. Nanofiber Bazlı Yara Örtüsü Yüzeyi Geliştirilmesi. Doktora Tezi, Marmara Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Tekstil Eğitimi Anabilim Dalı, İstanbul
- Ekrem, M., 2015 Karbon Nanotüp ve Polivinil Alkol Nanoelyafla Güçlendirilmiş Epoksi Yapıştırıcıların Alüminyum Bağlantılar Üzerindeki Kırılma Davranışları, Selçuk Üniversitesi Doktora Tezi Konya.
- Kiremitler, B,M., 2016. Elektroçirime Yöntemiyle Nano Gümüş Katkılı Polikaprolakton Hidroksiapatit (Pcl/Ha-Ag) Nanofiber Üretimi ve Karakterizasyonu. Yüksek Lisans Tezi , Erciyes Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Malzeme Bilimi ve Mühendisliği Anabilim Dalı, Kayseri
- Khaydarov, R.R., Khaydarov, R.A., Estrin, Y., Evgrafova, S., Scheper, T., Endres, C. ve Cho, S.Y., 2008. "Silver Nanoparticles", *Nanomaterials: Risk and Benefits*, Springer Science, Faro, Portugal.
- Kozanoğlu, G.S., 2006. Elektrospinleme Tekniğiyle Nanofiber Üretim Teknolojisi. Yüksek Lisans Tezi, İstanbul Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul.
- Kumar, M.N.V.R., 2000. A review of chitin and chitosan applications, *Reactive & Functional Polymers*, 46, 1-27.
- Lee, D., Dave Wei-Chih Chen , Shih-Fan Chiu And Shih-Jung Liu, 2015. Electrospun Nanofibrous Polylactide/ Chitosan Mats For The Filtration Of Silver İons. *Textile Research Journal*, 85(4), 346–355
- Oflaz, K., 2016. Manyetik Nanofiber Membranlar. Yüksek Lisans Tezi, Selçuk Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Kimya Mühendisliği Anabilim Dalı, Konya
- Oktay, A., 2014. Metal Katkılı Tio₂ Nanofiberlerin Elektroçirime Yöntemi İle Hazırlanması ve Karakterizasyonu. Yüksek Lisans Tezi, Süleyman Demirel Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Fizik Anabilim Dalı, Isparta
- Özcan, B., 2019. Nanofiber Membranların Hazırlanması, Karakterizasyonu, Antibakteriyel Özellikleri Ve Ayırma İşlemlerinde Kullanılması. Yüksek Lisans Tezi, Süleyman Demirel Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Kimya Anabilim Dalı Isparta
- Parlak, R.,2011. Elektro Çekim Yöntemi İşlem Parametrelerinin Polivinilalkol (Pva) Nano Liflerin Yapısal Özelliklerine Etkileri, Yüksek Lisans Tezi, Marmara Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Tekstil Eğitimi Anabilim Dalı, İstanbul
- Rai, M., Ingle, A., Gade, A., Pierrat, S., Sonnichsen, C., 2008. Myco synthesis of silver nanoparticles using the fungus *Fusariumacuminatum*and its activity against some human pathogenic bacteria. *Curr. Nano.*; 4:141-44.

- Selbes, M., 2013. Elektro-Eğirme Yöntemiyle Nanofiber Tabakalı Hava Filtresi Üretimi ve Performans Testleri. Yüksek Lisans Tezi, Selçuk Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Makine Mühendisliği Anabilim Dalı, Konya
- Süslü A., 2009 .Elektro-Eğirme Yöntemi İle Nanofiber ve Nanotüp Üretimi. Yüksek Lisans Tezi, Dokuz Eylül Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Bölümü, İzmir
- Söylemez, E., 2016 Polivinil Alkol-Polietilenimin (Pva-Peı) Kompozit Nanofiberlerin Elektrosinleme Yöntemi ile Üretimi, Karakterizasyonu ve Çeşitli Kullanım Alanlarına Uygulanması Hitit üniversitesi, Yüksek Lisans Tezi, Çorum.
- Süpüren, G., Kanat, E., Çay, A., Kırcı, T., Gülümser, T., Tarakçiođlu, I., 2007. Tekstil ve Konfeksiyon Dergisi Sayı 1, 83-89.
- Tolaymat, T.M., Badawy, A.M.E, Genaidy, A., Scheckel, K.G., Luxton, T.P. ve Suidan, M. 2010. "An evidence-based environmental perspective of Manufactured Silver Nanoparticles in Synthesis and Applications: A Systematic Review and Critical Appraisal of Peer-reviewed Scientific Papers," Science of the Total Environment, 408, 999-1006.
- Uslu İ., (2009). Elektro-eđirme yöntemi bor katkılı alüminyum asetat nanofiber malzemelerin eldesi, Tübv Bilim Dergisi, (267), 266-270.
- Üreyen, M.E., Çavdar, A., Koparal, A.S. ve Dođan, A., 2008. "Yeni Geliştirilen Gümüş Katkılı Antimikrobiyal Tekstil Kimyasalı ve Bu Kimyasal ile İşlem Görmüş Kumaşların Antibakteriyel Performansları," Tekstil ve Mühendis, 69/15, 25-31.G
- Üreyen, M.E., Dođan, A., ve Koparal, A.S., 2012. Antibacterial functionalization of cotton and polyester fabrics with a finishing agent based on silver-doped calcium phosphate powders, Textile Research Journal, 82/17, 1731-1742.
- Üstün, A., 2011. Hava Filtrasyonu İçin Nanofiber Üretimi. Yüksek Lisans Tezi, Pamukkale Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Tekstil Mühendisliği Anabilim Dalı, Denizli.
- Üstündađ, G. C, 2009. Elektrosinleme Yöntemi ile Biyomedikal Kullanıma Yönelik Nanofiber Yüzey Üretimi ve Uygulaması. Yüksek Lisans Tezi, Uludađ Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Bursa.
- Winterowd J.G., Sandford P.A., 1995. Chitin and Chitosan, *Food Polysaccharides and Their Applications*, (eds: Stephen, A.M.) Marcel Dekker Inc., New York, 441.
- Yazıcı, E., 2009. Ultrasonik Sprey Piroiliz Tekniđiyle Küresel Gümüş Nano-Partiküllerinin Üretimi. Yüksek Lisans Tezi, İstanbul Teknik Üniversitesi , Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul

Yer, M., 2012. Gümüş Nanopartiküllerin Sentezlenmesi ve Karakterizasyonu. Yüksek Lisans Tezi, Selçuk Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Makina Mühendisliği Anabilim Dalı, Konya

Zeytuncu, B., 2014. Elektrospinning Tekniği ve Uv Işımasının Eşzamanlı Olarak Uygulanması İle Nanofiber Membranların Hazırlanması ve Kıymetli Metallerin Adsorpsiyonunda Uygulanması. Doktora Tezi, İstanbul Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Kimya Anabilim Dalı , İstanbul

Zhang, M., Haga, A., Sekiguchi, H., Hirano, S., 2000. Structure of insect chitin isolated from beetle larva cuticle and silkworm (*Bombyx Mori*) pupa exuvia, *International Journal of Biological Macromolecules*, 27, 99-105.



ÖZGEÇMİŞ

Adı Soyadı : Bilal BOZKURT
Doğum Yeri ve Yılı : Viranşehir, 1975
Medeni Hali : Bekar
Yabancı Dili : İngilizce
E-posta : bzkrbilal@hotmail.com

Taranmış
Fotoğraf
(3.5cm x 3cm)

Eğitim Durumu

Lise : Yunus Emre Anadolu Lisesi, 1994
Lisans : SDÜ, Fen Edebiyat Fakültesi, Fizik, 1998

Mesleki Deneyim

SDÜ Fen Edebiyat Fakültesi 1994-1998

Yayımlar