

**T.C.**  
**FIRAT ÜNİVERSİTESİ**  
**FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ**



**ELEKTROSPİNNİNG YÖNTEMİYLE NANOLİFLİ**  
**BIYOKOMPOZİT ÜRETİMİ**

**Özlem AYDIN**

Yüksek Lisans Tezi

MAKİNA MÜHENDİSLİĞİ ANABİLİM DALI

Makina Mühendisliği Teknolojileri Programı

Konstrüksiyon ve İmalat Bilim Dalı

NİSAN 2023

**T.C.**  
**FIRAT ÜNİVERSİTESİ**  
**FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ**

Makina Mühendisliği Anabilim Dalı  
Makina Mühendisliği Teknolojileri Programı

Yüksek Lisans Tezi

# **ELEKTROSPINNING YÖNTEMİYLE NANOLIFLİ BİYOKOMPOZİT ÜRETİMİ**

Tez Yazarı  
**Özlem AYDIN**

Danışman  
Prof. Dr. Gül TOSUN

NİSAN 2023  
ELAZIĞ

**T.C.**  
**FIRAT ÜNİVERSİTESİ**  
**FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ**

Makina Mühendisliği Anabilim Dalı  
Makina Mühendisliği Teknolojileri Programı

**Yüksek Lisans Tezi**

---

Başlığı: Elektrospinning Yöntemiyle Nanolifli Biyokompozit Üretimi  
Yazarı: Özlem AYDIN  
İlk Teslim Tarihi: 05.01.2023  
Savunma Tarihi: 27.04.2023

---

**TEZ ONAYI**

Fırat Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü tez yazım kurallarına göre hazırlanan bu tez aşağıda imzaları bulunan jüri üyeleri tarafından değerlendirilmiş ve akademik dinleyicilere açık yapılan savunma sonucunda OYBİRLİĞİ ile kabul edilmiştir.

|           |                                                                            |                          |
|-----------|----------------------------------------------------------------------------|--------------------------|
| Danışman: | Prof. Dr. Gül TOSUN<br>Fırat Üniversitesi, Teknoloji Fakültesi             | <i>İmza</i><br>Onayladım |
| Başkan:   | Prof. Dr. Latif ÖZLER<br>Fırat Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi         | Onayladım                |
| Üye:      | Dr. Öğr. Üyesi Aybars MAHMAT<br>Munzur Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi | Onayladım                |

Bu tez, Enstitü Yönetim Kurulunun ...../...../20..... tarihli toplantısında tescillenmiştir.

*İmza*  
Prof. Dr. Burhan ERGEN  
Enstitü Müdürü

## BEYAN

Fırat Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü tez yazım kurallarına uygun olarak hazırladığım “Elektrospinning Yöntemiyle Nanolifli Biyokompozit Üretimi” Başlıklı Yüksek Lisans Tezimin içindeki bütün bilgilerin doğru olduğunu, bilgilerin üretilmesi ve sunulmasında bilimsel etik kurallarına uygun davrandığımı, kullandığım bütün kaynakları atıf yaparak belirttiğimi, maddi ve manevi desteği olan tüm kurum/kuruluş ve kişileri belirttiğimi, burada sunduğum veri ve bilgileri unvan almak amacıyla daha önce hiçbir şekilde kullanmadığımı beyan ederim.

27.04.2023

**Özlem AYDIN**



# ÖNSÖZ

Bu tez çalışması, Fırat Üniversitesi Teknoloji Fakültesi Makine Mühendisliği Bölümü Konstrüksiyon ve İmalat Anabilim Dalı Öğretim Üyesi olan Prof. Dr. Gül Tosun' un yönetiminde yapılmış olup, Fırat Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsüne Yüksek Lisans tezi olarak sunulmuştur.

Değerli fikir ve düşünceleriyle çalışmalarım boyunca yanımda olan hocam Prof. Dr. Gül TOSUN ve Prof. Dr. Nihat TOSUN'a ayırdığı zaman ve sağladığı destek için teşekkür ederim.

Bu tez çalışması, Fırat Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri Koordinasyon Birimi (FÜBAP) tarafından **TEKF.20.04** protokol numaralı proje ile desteklenmiştir.

**Özlem AYDIN**  
ELAZIĞ, 2023



# İÇİNDEKİLER

Sayfa

|                                                                           |           |
|---------------------------------------------------------------------------|-----------|
| ÖNSÖZ.....                                                                | iv        |
| İÇİNDEKİLER .....                                                         | v         |
| ÖZET .....                                                                | vii       |
| ABSTRACT .....                                                            | viii      |
| ŞEKİLLER LİSTESİ .....                                                    | ix        |
| TABLolar LİSTESİ .....                                                    | xi        |
| SİMGELER VE KISALTMALAR .....                                             | xii       |
| <b>1. GİRİŞ .....</b>                                                     | <b>1</b>  |
| <b>2. NANOTEKNOLOJİ VE NANOLİFLER .....</b>                               | <b>4</b>  |
| 2.1. Nanoliflerin Tanımı .....                                            | 6         |
| 2.2. Nanoliflere Has Özellikler .....                                     | 6         |
| 2.3. Elektro Eğirme Yöntemiyle Üretilen Nanoliflerin Özellikleri .....    | 6         |
| 2.3.1. Lif Boyu .....                                                     | 6         |
| 2.3.2. Yüzey Özellikleri .....                                            | 7         |
| 2.3.3. Moleküler Seviyede Dizilim .....                                   | 7         |
| 2.4. Elektro Eğirme Yöntemiyle Elde Edilen Nanoliflerin Avantajları ..... | 7         |
| 2.5. Nanoliflerin Kullanım Alanları.....                                  | 7         |
| 2.5.1. Kompozitler.....                                                   | 7         |
| 2.5.2. Filtrasyon.....                                                    | 8         |
| 2.5.3. Yara Örtücüler.....                                                | 8         |
| 2.5.4. Doku Şablonu .....                                                 | 8         |
| 2.5.5. Enerji ve Elektriksel Uygulamalar .....                            | 8         |
| 2.5.6. Sensörler.....                                                     | 8         |
| 2.5.7. Savunma Uygulamaları .....                                         | 8         |
| 2.5.8. Uzay Uygulamaları .....                                            | 9         |
| 2.5.9. Enzim ve Katalizörlerde Nanolifler.....                            | 9         |
| 2.6. Nanolif Üretim Metotları.....                                        | 9         |
| 2.6.1. Kendiliğinden Tutunma (Self Assembly) Metodu .....                 | 9         |
| 2.6.2. Faz Ayırımı (Phase Separation) Metodu .....                        | 10        |
| 2.6.3. Şablon Sentez (Template Synthesis) Yöntemi .....                   | 11        |
| 2.6.4. Çift Bileşenli Ekstrüzyon (Bicomponent) Yöntemi .....              | 12        |
| 2.6.5. Çekme (Drawing) Metodu.....                                        | 14        |
| 2.6.6. Eriyik Üfleme (Meltblown) Metodu .....                             | 14        |
| 2.6.7. Eğirmeli Bağlama (Spunbond) Metodu.....                            | 15        |
| 2.6.8. Elektro Eğirme Yöntemi (Electrospinning).....                      | 16        |
| <b>3. LİTERATÜR ÇALIŞMASI .....</b>                                       | <b>27</b> |
| <b>4. METARYAL METOT .....</b>                                            | <b>36</b> |
| 4.1. Kullanılan Metaryaller.....                                          | 36        |
| 4.1.1. Sıgır Kemiğinden HA'ın Hazırlanması .....                          | 36        |
| 4.1.2. Biyokompozit Üretimi İçin Gerekli Solüsyonların Hazırlanması ..... | 38        |
| 4.2. Yapısal Karakterizasyon Çalışmaları .....                            | 39        |
| 4.2.1. FTIR Analizi .....                                                 | 39        |

|                                                                                    |           |
|------------------------------------------------------------------------------------|-----------|
| 4.2.2. Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM)/EDX Analizi.....                         | 40        |
| 4.2.3. DSC Analizi .....                                                           | 40        |
| 4.2.4. TGA/DTA Analizi.....                                                        | 40        |
| <b>5. MATERYAL VE METOT .....</b>                                                  | <b>40</b> |
| 5.1. Biyoseramik ve Biyokompozitlerin Karakterizasyonu .....                       | 40        |
| 5.1.1. FT-IR (Fourier Transform Infrared Spektrofotometre) Analizi Sonuçları ..... | 40        |
| 5.1.2. Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM)/ EDX Analizi.....                        | 42        |
| 5.1.3. TGA VE DTA Analizi .....                                                    | 49        |
| 5.1.4. DSC Analizi .....                                                           | 54        |
| <b>6. SONUÇLAR.....</b>                                                            | <b>60</b> |
| ÖNERİLER .....                                                                     | 61        |
| KAYNAKLAR.....                                                                     | 62        |
| ÖZGEÇMİŞ                                                                           |           |

# ÖZET

---

## Elektrospinning Yöntemiyle Nanolifli Biyokompozit Üretimi

Özlem AYDIN

Yüksek Lisans Tezi

FIRAT ÜNİVERSİTESİ  
Fen Bilimleri Enstitüsü

Makina Mühendisliği Anabilim Dalı  
Makina Mühendisliği Teknolojileri Programı  
Nisan 2023, Sayfa: xii + 64

---

Yaşam kalitesinin yükseltilmesi amacıyla, biyomalzemeler geniş çapta kullanım alanına sahip olmaya başlamıştır. HA ve benzeri biyoseramikler farklı alanlarda (estetik, ortopedi, diş hekimliği vb.) alanlarda yaygın olarak kullanılmaktadır. Bu yapıların biyouyumlulukları yüksek olurken mukavemet özellikleri düşük değerlerdedir. Kullanılacak alanına ve miktarına bağlı olarak maliyeti yükselebilen yapılardır. Çalışma iki aşamadan ibarettir. Projenin birinci aşamasında, sığır kemiği kullanılarak doğal HA biyouyumlu ve biyoaktif seramik yapıları elde edilecektir. Sığır kemiği ve 100 mikrometre altı boyutlara indirilerek, kimyasal çökeltme yöntemi uygulanacaktır.

Kimyasal çöktürme esnasında yüksek saflıkta orto fosforik asit ( $H_3PO_4$ ) kullanılacaktır. Karışım 8 saat süresince karıştırılarak reaksiyonun tamamlanması sağlanacaktır. Biyoseramik tozlar,  $850\text{ }^{\circ}\text{C}$  da 4 saat kalsinasyon işlemi sonucunda ise HA elde edilecektir. Böylece doğal kaynaklar kullanılarak HA üretimi yapılmış olacaktır. Projenin ikinci aşamasında ise, polimerik kompoziti oluşturmak amacıyla farklı sistem parametreleri (şırınga iç çapı, voltaj, polimer çözelti sistemleri, şırınga ve toplayıcı tambur arası uzaklık, pompa hızı vb.) değiştirilerek atış yapılacaktır. Böylece nanolif membran yüzeyli biyomalzemelerin eldesi amaçlanmaktadır.

**Anahtar Kelimeler:** Elektro eğirme yöntemi, biyokompozit, HA

## ABSTRACT

---

### Production of Biocomposite with Nanofiber Using Electrospinning Method

Özlem AYDIN

Master's Thesis

FIRAT UNIVERSITY  
Graduate School of Natural and Applied Sciences

Department of Mechanical Engineering  
Mechanical Engineering Technologies  
April 2023, Pages: xii + 64

---

In order to improve the quality of life, biomaterials have become widely used. Apatitic calcium phosphates are bioceramic. Hydroxyapatite and its derivatives are used to create new bone cells in aesthetics, orthopedics and dentistry. Apatitic structures have high biocompatibility but poor mechanical properties. Synthesis of apatitic structures is high cost because it requires advanced technologies.

The study consists of two stages. In the first phase of the project, natural HA biocompatible and bioactive ceramic structures will be obtained using bovine bone. Bovine bone will be reduced to less than 100 micrometers and a chemical precipitation method will be applied. In this method, the Ca / P ratio will be adjusted to stoichiometric ratios of 1.5 for HA structures. High purity ortho phosphoric acid (H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>) will be used during chemical precipitation. HA bioceramic powders will be respectively obtained using calcination process for 4 hours at 450 ° C and using calcination process for 4 hours at 450 ° C. In the second phase of the project, biocomposites will be produced by changing production parameters and using electrospinning method. Thus, it is aimed to obtain biomaterials with nanofiber membrane surface.

**Keywords:** Electrospinning, biocomposite. HA

## ŞEKİLLER LİSTESİ

Sayfa

|             |                                                                                                 |    |
|-------------|-------------------------------------------------------------------------------------------------|----|
| Şekil 1.1.  | Elektro eğirme yöntemi düzeneği .....                                                           | 2  |
| Şekil 2.1.  | Nanoteknoloji kullanım alanları .....                                                           | 5  |
| Şekil 2.2.  | Dünya'nın en küçük Türk bayrağı .....                                                           | 5  |
| Şekil 2.3.  | Küçültülmüş yazı ve nanoteknolojik pil .....                                                    | 6  |
| Şekil 2.4.  | Kendiliğinden tutunma metodu gösterimi.....                                                     | 10 |
| Şekil 2.5.  | Faz ayrımı metodu ile lif elde edilmesi.....                                                    | 11 |
| Şekil 2.6.  | Şablon sentez metodu ile lif elde edilmesi.....                                                 | 11 |
| Şekil 2.7.  | Bicomponent metoduyla üretilmiş görüntüleri .....                                               | 12 |
| Şekil 2.8.  | Çift bileşenli yan yana lif kesiti .....                                                        | 12 |
| Şekil 2.9.  | Çift bileşenli kabuk lif kesiti.....                                                            | 12 |
| Şekil 2.10. | Çift bileşenli denizde adacık lif kesiti.....                                                   | 13 |
| Şekil 2.11. | Çift bileşenli dış merkezli lif kesiti.....                                                     | 13 |
| Şekil 2.12. | Çift bileşenli dilimli pasta lif kesiti .....                                                   | 13 |
| Şekil 2.13. | İki farklı polimer bileşenini yan yana getirilmesi .....                                        | 14 |
| Şekil 2.14. | Çekme metodu üretim gösterimi.....                                                              | 14 |
| Şekil 2.15. | Metblown metodu çalışma şekli .....                                                             | 15 |
| Şekil 2.16. | Spunbond metodunda üretim akışı.....                                                            | 16 |
| Şekil 2.17. | Elektro eğirme yöntem düzeneği .....                                                            | 16 |
| Şekil 2.18. | İğne ucundaki solüsyonun taylor konisi oluşturarak liflenmesi.....                              | 17 |
| Şekil 2.19. | Elektro Üretimde Whipping Kararsızlığı ve Taylor Konisi .....                                   | 18 |
| Şekil 2.20. | Elektro eğirme yöntemine etki eden parametrelerin şematik gösterimi .....                       | 23 |
| Şekil 2.21. | Nylon 6,6 a-2cm mesafe b- 0,5cm mesafe.....                                                     | 25 |
| Şekil 2.22. | 190000 g/mol PS/THF liflerinin farklı nem oranlarındaki FESEM görüntüsü .....                   | 26 |
| Şekil 4.1.  | Femur kemiğinin kaynatılıp mikroorganizmalardan uzaklaştırılması.....                           | 36 |
| Şekil 4.2.  | HA üretim şeması .....                                                                          | 37 |
| Şekil 4.3.  | Femur kemiğinin 850 °C derecede pişirme anı ve soğumasından sonrası .....                       | 37 |
| Şekil 4.4.  | 200 mikronluk eleğin kullanıldığı eleme makinası .....                                          | 38 |
| Şekil 4.5.  | Elektrospinning cihazında voltaj, pompa basınç hızı, tambur döndürme hızı ayarlama paneli ..... | 39 |
| Şekil 4.6.  | Nanolif üretimi.....                                                                            | 39 |
| Şekil 5.1.  | %2PCL, %4 HA eklenen numune FT-IR analiz sonucu .....                                           | 40 |
| Şekil 5.2.  | %2PCL, %2 HA eklenen numune FT-IR analiz sonucu .....                                           | 40 |
| Şekil 5.3.  | %4PCL, %4 HA eklenen numune FT-IR analiz sonucu .....                                           | 40 |
| Şekil 5.4.  | %4PCL, %4 HA eklenen numune FT-IR analiz sonucu .....                                           | 41 |
| Şekil 5.5.  | %6PCL, %2 HA eklenen numune FT-IR analiz sonucu .....                                           | 41 |
| Şekil 5.6.  | %6 PCL, %4 HA eklenen numune FT-IR analiz sonucu .....                                          | 42 |
| Şekil 5.7.  | %2 HA takviyeli %2PCL-PLA kompozitinin SEM görüntüsü.....                                       | 43 |
| Şekil 5.8.  | %4 HA takviyeli %2 PCL-PLA kompozitinin SEM görüntüsü.....                                      | 43 |
| Şekil 5.9.  | %2PCL, %4 HA eklenen numunenin 2196 noktasal analiz sonucu ve elementel pikler .....            | 44 |
| Şekil 5.10. | %2 HA takviyeli %4 PCL-PLA kompozitinin SEM görüntüsü.....                                      | 45 |
| Şekil 5.11. | %4 PCL, %2 HA eklenen numunenin 2198 noktasal analiz sonucu ve elementel pikleri .....          | 46 |
| Şekil 5.12. | %4 HA takviyeli %4 PCL-PLA kompozitinin SEM görüntüsü.....                                      | 47 |
| Şekil 5.13. | %2 HA takviyeli %6 PCL-PLA kompozitinin SEM görüntüsü.....                                      | 47 |
| Şekil 5.14. | %6 PCL, %4 HA eklenen numunenin 2199 noktasal analiz sonucu ve elementel pikleri .....          | 48 |

|                    |                                                            |    |
|--------------------|------------------------------------------------------------|----|
| <b>Şekil 5.15.</b> | %4 HA takviyeli %6 PCL-PLA kompozitinin SEM görüntüsü..... | 49 |
| <b>Şekil 5.16.</b> | %4 HA takviyeli %6 PCL kompozitinin TGA/DTA analizi.....   | 49 |
| <b>Şekil 5.17.</b> | %2 HA takviyeli %6 PCL kompozitinin TGA/DTA analizi.....   | 50 |
| <b>Şekil 5.18.</b> | %4 HA takviyeli %2 PCL kompozitinin TGA/DTA analizi.....   | 51 |
| <b>Şekil 5.19.</b> | %2 HA takviyeli %4 PCL kompozitinin TGA/DTA analizi.....   | 51 |
| <b>Şekil 5.20.</b> | %2 HA takviyeli %2 PCL kompozitinin TGA/DTA analizi.....   | 52 |
| <b>Şekil 5.21.</b> | %2 HA takviyeli %4 PCL kompozitinin TGA/DTA analizi.....   | 53 |
| <b>Şekil 5.22.</b> | %2 HA takviyeli %2PCL kompozitinin DSC analizi .....       | 55 |
| <b>Şekil 5.23.</b> | %4 HA takviyeli %2 PCL kompozitinin DSC analizi .....      | 56 |
| <b>Şekil 5.24.</b> | %2 HA takviyeli %4 PCL kompozitinin DSC analizi .....      | 56 |
| <b>Şekil 5.25.</b> | %4 HA takviyeli %4 PCL kompozitinin DSC analizi .....      | 57 |
| <b>Şekil 5.26.</b> | %2 HA takviyeli %6 PCL kompozitinin DSC analizi .....      | 58 |
| <b>Şekil 5.27.</b> | %4 HA takviyeli %6 PCL kompozitinin DSC analizi .....      | 58 |



## TABLolar LİSTESİ

|                                                                                            | Sayfa |
|--------------------------------------------------------------------------------------------|-------|
| <b>Tablo 2.1.</b> Elektro eğirmede kullanılan farklı polimerler ve uygulama alanları ..... | 19    |
| <b>Tablo 4.1.</b> Deney tasarımı .....                                                     | 38    |
| <b>Tablo 5.1.</b> %4 HA içeren numuneler .....                                             | 53    |
| <b>Tablo 5.2.</b> %2 HA içeren numuneler .....                                             | 54    |
| <b>Tablo 5.3.</b> %2 HA takviyeli kompozitlerin DSC tablosu.....                           | 59    |
| <b>Tablo 5.4.</b> %4 HA takviyeli kompozitlerin DSC tablosu.....                           | 59    |

## SİMGELER VE KISALTMALAR

### Simgeler

---

|           |                    |
|-----------|--------------------|
| %         | : Yüzde            |
| °C        | : Santigrad derece |
| µm        | : Mikrometre       |
| cm        | : Santimetre       |
| g         | : Gram             |
| kV        | : Kilovoltaj       |
| ml        | : Mililitre        |
| mm        | : Milimetre        |
| MPa       | : Megapaskal       |
| nm        | : Nanometre        |
| $\alpha$  | : Alfa             |
| $\beta$   | : Beta             |
| $\theta$  | : Teta             |
| $\lambda$ | : Lambda           |
| $\pi$     | : Matematik sabiti |

### Kısaltmalar

---

|                  |                                               |
|------------------|-----------------------------------------------|
| C                | : Karbon                                      |
| Ca               | : Kalsiyum                                    |
| DSC              | : Diferansiyel taramalı kalorimetre           |
| DTA              | : Diferansiyel termal analiz                  |
| FTIR             | : Fourier dönüşümlü kızılötesi spektroskopisi |
| H                | : Hidrojen                                    |
| HA               | : Hidroksi Apatit                             |
| O                | : Oksijen                                     |
| PCL              | : Polikaprolakton                             |
| PLA              | : Polilaktik Asit                             |
| SEM              | : Taramalı elektron mikroskobu                |
| TGA              | : Termogravimetrik analiz                     |
| TiO <sub>2</sub> | : Titanyum Dioksit                            |

# 1. GİRİŞ

Biyomalzemeler sanılanın aksine uzun bir geçmişe sahiptir. 1930'lu yıllarda çeliğin kullanımının ardından metalik protezler 1938'lerde kullanılmaya başlanmıştır. 1950'lerde ilk damar değişimi yapılmış, 1960'lar da kalp kapakçıklarında kullanılmaya başlanmıştır. Bunun sonucunda yeni arayışlar içerisine girilmiştir. Gelişmelerde birlikte hayatımızın her alanına yavaş yavaş girmeye başlayan biyokompozitler sadece fizik, kimya alanında değil tekstil, tıp vb. geniş alanlarda kullanılmıştır (Elçin, 2020).

Biyomalzeme; canlılarda kullanılan ve vücut eksiklerine karşı destek olması amacıyla kullanılan doğal veya sentetik yapılardır. D.F. Williams'a göre biyomalzeme; vücudun herhangi bir doku, organ vb. bir durumuyla yer değiştiren ve onun yerine kullanılan ya da iyileştiren belli bir süre kullanılabilen doğal veya sentetik yapılardır. (Elçin, 2020).

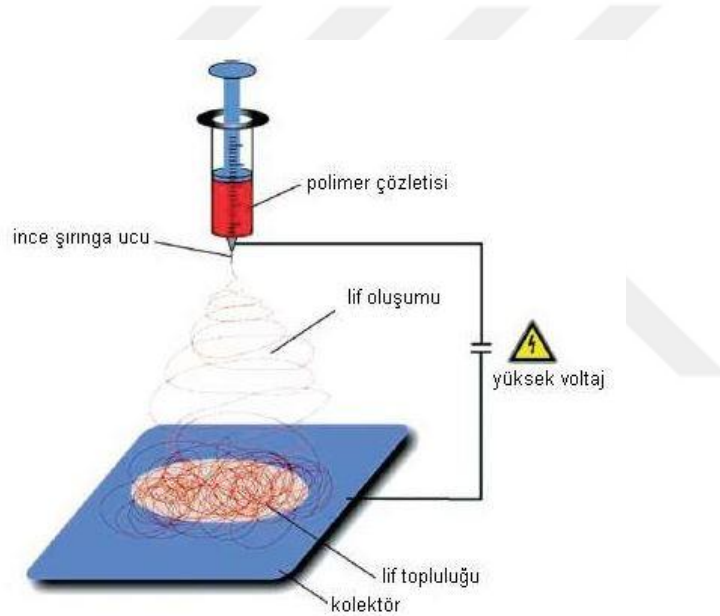
Canlılarda biyomalzemelerin kullanılabilmesi için gerekli şartları sağlaması gerekir. Birincisi biyoyumluluktur ve bu bir biyomalzemenin vücut içerisindeki fiziksel kimyasal değerlere karşı olan uyumudur. Bütün biyomalzemeler kendine has özelliklere sahip olduğu için biyoyumlulukları da farklılık gösterir. Vücut içerisindeki hasarı en aza indirmek için yüksek biyoyumlu biyomalzemeler kullanılmalıdır. Fakat günümüzde %100 biyoyumlu bir biyomalzeme yoktur. Biyomalzemenin, vücutta kullanılacağı şartlara göre seçimi yapılmalı ve böylece özelliklerini yitirmeden kullanılabilmelidir. Polimerler kan torbalarında, ilaç taşıyıcılarında ve birçok malzeme yapımında kullanılırlar. Metalik olan biyomalzemelerin sert ve güçlü yapılarından yararlanılarak eklem protezleri, diş kökü malzemeleri vb. alanlarda kullanılır. Seramik olan biyomalzemeler korozyona karşı yüksek dirençlerinden ve biyoyumlu yapılarından dolayı kalça ve diş kökü oyuklarında kullanılırlar. Biyomalzeme açısından geniş bir alana sahip kompozitler de güçlü mekanik özellikleri dolayı kalp kapakçıklarında kullanılmaktadırlar (Elçin, 2020).

Günümüzde, teknolojik çok hızlı bir şekilde ilerlemektedir. Hızlı bir şekilde ilerleyen teknoloji, nanoteknoloji alanına daha çok yönelmeye neden olmuştur. Yapılan nanoteknolojik ürünlerin teknolojinin gelişmesiyle raflarda yerini aldığı görülmektedir. Bunun sonucunda da hayatımıza girmeye başlamıştır. Nanoteknolojik ürünler, optik materyaller, ilaç sanayi, uzay çalışmaları, tarım, savunma sanayi, implantlar, sensörler, tekstil, enerji depolama-aktarım gibi birçok alanda kullanılmaya başlanmıştır (Haverkamp, 2009).

Nanoteknoloji; atomları değiştirerek farklı yapılar elde edilmesini amaçlar. Yaradılıştaki atomlar değiştirilebilirse daha fazla malzeme ve çeşitlendirme elde edilebilir fikri nanomalzemelere yönelişi sağlamıştır. Geçilmeyecek olan sınırlar geçilip farklı alanlardaki farklı malzemeler bir arada kullanılabilir. Bütün bilim dallarında özellikle kimya ve tıp alanında

nanomalzemelerin kullanımı fazladır. Tekstil alanındaki gelişimi de göz adı edilmeyecek duruma gelmiştir (Türk, 2019).

Küçük çaplı olmalarının yanında küçük gözenekli yapılarının sayesinde nanolifler oldukça büyük bir değeri vardır. Bu özellikleri sayesinde farklı alanlarda ve çeşitli ortamlarda kullanıma sahiptirler. Mikro boyuttaki lifleri elde etmek için farklı nanolif yöntemleri vardır. Fakat yaygın kullanılan yöntem elektrospinning (elektro eğirme) yöntemidir. Elektrospinning yönteminin temeli 1600 yıllara William Gilbert'in yaptığı çalışmaya dayanmaktadır. Bu çalışmada su damlasının elektriksel olarak çekilmesi, elektro sprey ve elektrospinning işleminin ilki olarak sayılmaktadır. Kullanılan nanolif üretim yöntemlerinden farklı olarak elektro eğirmede gerilim uygulanarak oluşan elektrik alanından etkilenen solüsyondan lif oluşması yapısı vardır.



**Şekil 1.1.** Elektro eğirme yöntemi düzeneği

Bu çalışma şeklinde ilk aşamada polimer kendine has olan bir çözücünde çözünür. Hazırlanan solüsyon şırıngalara alınır ve şırınga pompasına yerleştirilir. Şırınga pompası istenilen düzeye getirildikten sonra gerilim kaynağı çalıştırılır. Metal tambur ile şırınga destekleyici üniteye verilen gerilim, kritik değere ulaştığında, iğnenin uç kısmında olan solüsyon, jet biçiminde ve elektriksel olarak yüklenmiş bir şekilde metal toplayıcıya doğru hareket etmeye başlar. Uygulanan gerilim sonucunda oluşan itme kuvvetlerinin etkisinde kalan solüsyon iğnenin ucunda damla şeklinde bir yapıya dönüşür. Bu yapıda daha sonra “Taylor konisi” adı verilen bir yapı meydana gelir. Taylor konisinin oluşumundan sonra metal toplayıcı üzerinde liflenme gerçekleşerek, nanolifler toplanmaya başlanır (Li, 2006) (Şekil 1.1).

Bu alıřmada doęal kaynaklar kullanarak biyouyumlu HA retilmiř ve retilen HA'ın takviye olarak kullanıldıęı polimer esaslı kompozitlerin elektro eęirme yntemiyle nanolif řeklinde retimi yapılmıřtır.



## 2. NANOTEKNOLOJİ VE NANOLİFLER

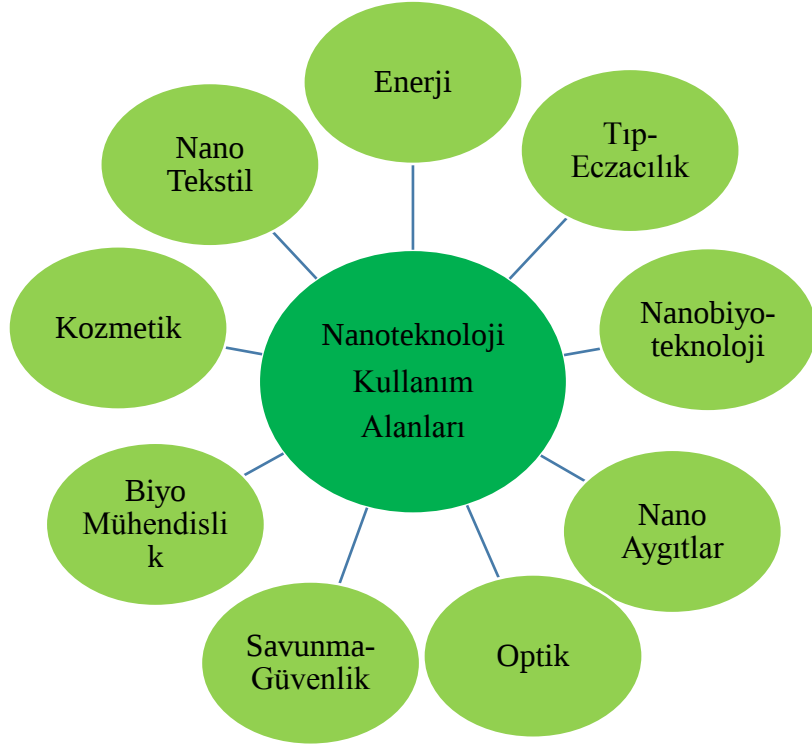
Nano cüce manasına gelen, teknik olarak da ölçü birimi olarak kullanılan yapıdır. Uluslararası sistemde nanometre olarak bilinir ve kullanılır. Yapılan tanımlamalar sonucunda metrenin milyarda birinin bir nanometreye karşılık olarak geldiği görülmüştür (Berker, 2009).

Metrenin milyarda birine denk gelen nanoboyutlar nanoteknolojide kullanılmaktadır. Nanoteknolojide moleküller ve bunlara bağlı atomlar hassas bir oranda ve nano boyutta bir araya getirilirler. Yani nano boyuta indirgenen atom ve moleküllerin arasındaki dizilişlerle farklı özellikler (fiziksel, kimyasal, biyolojik vb.) kazanması amaçlanır. Bu amaç doğrultusunda bilim adamlarının bir malzemenin neden var olduğunu sorgulamalarına sebep olmuştur. İlk olarak da dünyadaki, doğadaki malzemelerin atomik dizilimlerine bakılmıştır (Gök, 2007).

Nanoteknolojinin gelişimiyle akla gelmeyecek en küçük araçlar bile yapılabilecektir. Gerekirse damar içlerinde bile dolaşabilecek küçüklükte ve yapıda yapılan cihazlar insanların yararına kullanılabilecektir. Gelecekte insanlığın karşısına çıkabilecek olan su sorunları gibi olaylarda çözümlemeler bile bu teknoloji ile yapılabilecektir (Türk, 2019).

Nanoteknoloji:

- Biyoalgılayıcılar
- Nanoelektronik cihazlar– nanoelektronik, nanotüpler, tek-molekül anahtarlar
- İlaç taşıyıcılar
- Nanoyapılı katalizler
- Nanokompozitler: nanoparçacık katkılı polimerler / fiberler
- Manyetik kayıt uygulamalar için büyük manyetodirenç
- Su arıtmak için nano gözenekli filtreler gibi alanlarda kullanılmakla beraber Şekil 2.1’de görüldüğü gibi geniş kullanım alanlarına da sahiptir (Erkoç, 2014).



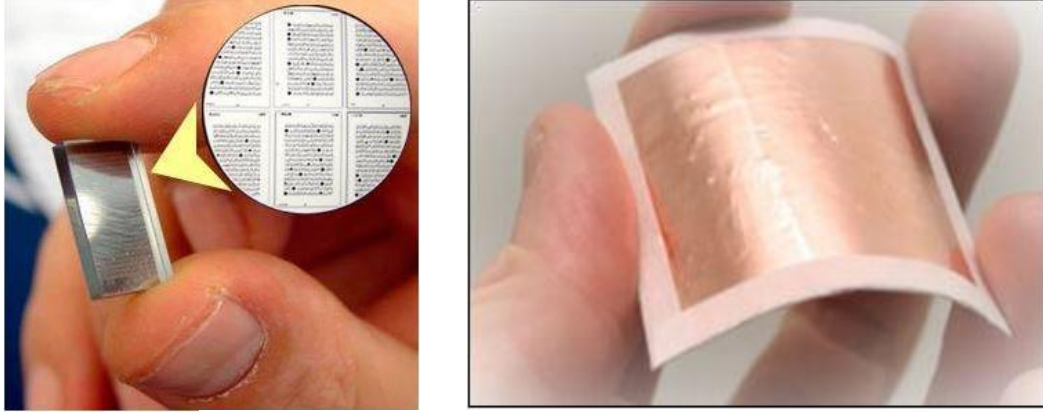
Şekil 2.1. Nanoteknoloji kullanım alanları

Dünya'nın nano boyuttaki Türk bayrağı (100 nm\* 2 nm) Bilkent Üniversitesi'nde yapılan bir çalışmadır (Şekil 2.2).



Şekil 2.2. Dünya'nın en küçük Türk bayrağı

Nanoteknoloji kullanım alanlarına örnek olarak Şekil 2.3'de küçültülmüş yazılar, nanoteknolojik pil ve nanoteknoloji ile üretilen lens kamera üretimi gösterilmiştir (Türk, 2019).



Şekil 2.3. Küçültülmüş yazı ve nanoteknolojik pil

## 2.1. Nanoliflerin Tanımı

Nanolifler, genel yapı olarak bir mikrondan küçük çaplara sahiptirler. Nanoliflerin fiziksel ve yapısal özellikleri sayesinde farklı alanlarda kullanılabilmektedirler (Süpüren, 2007).

## 2.2. Nanoliflere Has Özellikler

1. Eksenel mukavemet, yüksek değerlerde porozite, nano-mikro boyutta gözenek gibi özellikleri farklı ve geniş alanlarda kullanılmasını sağlamıştır.
2. Boyut: Nanoliflerin sahip oldukları küçük yapıları sayesinde kullanım alanı dar olan alanlarda da kullanılabilmektedir.
3. Yüzey-Hacim Oranı: Nano boyutta oldukları için yüze alanları oldukça geniştir.
4. Nanolifler farklı ve çeşitli alanlarda kullanılırlar (Evcin, 2017).

## 2.3. Elektro Eğirme Yöntemiyle Üretilen Nanoliflerin Özellikleri

Elektro eğirme yöntemi nanolif sentezinde kullanılan en yaygın yöntemdir. Farklı oranlardaki çap ve uzunluğa sahip lif üretimi sürekli bir şekilde gerçekleştirilebilir.

### 2.3.1. Lif Boyu

Elektro eğirme yönteminde lif sentezinde süreklilik olduğu için diğer yöntemlere kıyasla daha uzun lifler elde edilebilir. Bu uzunluk kilometre değerleri alana kadar gidebilir. Ortaya çıkan gözenekli ürünler istenilen alanda istenilen şekillerde kullanılabilir (Li, 2004).

### **2.3.2. Yüzey Özellikleri**

Elektro eğirme yoluyla üretimdeki liflerde nano boyutta çap üretimi, hacim başına düşen yüksek yüzey alanı oluşabilir. Bu yöntemle yapılan gözenekli yapı arttırılarak yüzey alanında bir o kadar arttırılabilir (Li, 2004).

### **2.3.3. Moleküler Seviyede Dizilim**

Elektro eğirme prensibi elektrik alanına giren jetin uzaması ve solüsyonun hızla uçması olayına dayanır. Üretim sırasında moleküller arası zincirler maksimum seviyedeki kayma direncine maruz kalır. Kaymaya karşı direnci ve solüsyonun uçmasıyla oluşan katılaşma durumuyla oluşan lifler diğer yöntemlerle yapılan liflerden farklılık gösterir (Li, 2004).

## **2.4. Elektro Eğirme Yöntemiyle Elde Edilen Nanoliflerin Avantajları**

Bu yöntemin en büyük avantajı üretilen liflerde hacim başına düşen yüzey alanının bir o kadar büyük olmasıdır. Diğer avantajları:

1. Maliyeti uygundur.
2. Çeşitli polimere empoze edilebilir.
3. Nano boyuttaki liflerin çap kontrolü sağlanabilir.
4. Üretim hızı oldukça yüksektir.
5. Üç boyutlu yüzeyler kaplanabilir.
6. Yapısı gereği kullanılacak metaryellerde çeşitlilik sağlanabilir (Çakmakçı, 2009)

## **2.5. Nanoliflerin Kullanım Alanları**

### **2.5.1. Kompozitler**

Üretilen nano boyuttaki kompozit liflerin sahip olduğu mukavemet ve yüzey özellikleri sayesinde otomotiv, havacılık sektöründe, tekstilde ve elektrik ürünlerinde kullanıldığı görülmektedir. Bu yöntemdeki hacim başına düşen büyük yüzey alanları, lif destekli kompozit üretiminde kritik bir değere sahiptir (Ramakrishna, 2005).

Kompozit uygulamalarında polimer kullanımı fazladır. Buna örnek olarak yapılan bir çalışmada poli (benzimidazole) (PBI) polimeri kullanılmasıyla elde edilen nano boyuttaki lifler epoksi matrisini takviyelendirecek yapı olarak kullanılmıştır. Takviyede kullanılan nanolif oranının arttırılması çatlak direncinin de artmasını sağlamıştır (Kim, 1999).

### **2.5.2. Filtrasyon**

Kullanıldıkları alana göre filtreler ortamdaki toz, kir, yağ gibi kirleticileri o ortamdan uzaklaştırmaya yarayan yapılardır. Bu nedenle bu yapılarda lifler kullanılır. Liflerin filtre etme özellikleri iyi olup hafif bir yapıya sahiptirler. Bunun yanında diğer filtre malzemelerinden ayırıcı en önemli özelliği ince bir yapıya sahip oluşlarıdır (Huang, 2003).

### **2.5.3. Yara Örtücüler**

Hasar görmüş yapıyı örtmek ve onarmak için kullanılırlar. Elektrospinning yöntemiyle üretilen lifli yapılar bu alanda kullanılabilir. Herhangi bir sıvı (kan vb.) toplanması olmadan yara yüzeyine eşit bir şekilde yapıştırılır (Ramakrishna, 2005).

### **2.5.4. Doku Şablonu**

İnsan vücudunda herhangi bir hasara uğramış yapılarda kullanılırlar. Damar, kırık dokular, deri gibi yapıların nanolifli bir yapıda olduğu ortaya çıkınca, bilim adamları farklı malzemelerde nanolifli yapılar çalışılmaya ve üretilmeye yönelmişlerdir (Ramakrishna, 2005).

### **2.5.5. Enerji ve Elektriksel Uygulamalar**

Polimer piller mini boyutlu olarak kullanılabilirler. Telefonlarda ve bilgisayarlarda genel olarak kullanılırlar. Boyutsal ayrıcalığı ve yüzey özelliklerini elde etmek için elektro eğirme yöntemiyle üretilen lifler kullanılır. Bunun yanı sıra polimer kondansatör yapımı da mevcuttur (Ramakrishna, 2005).

### **2.5.6. Sensörler**

Fiziksel veya kimyasal uyarılar sensörlerle elektrik sinyallerine dönüştürülür. Nanoliflerden üretilen lifler gaz sensörleri, kimyasal ve optik sensörlerde kullanılmıştır. Gözenekli yapıları sayesinde yüksek hassasiyete sahiptirler. Buda kullanımını ihtimalini arttırmaktadır (Ramakrishna, 2005).

### **2.5.7. Savunma Uygulamaları**

Askeri alanlarda istenilen durum hayati şartların devamının sağlanmasıdır. Kullanılan malzemeler maksimum seviyede ve sürede koruma sağlayarak herhangi bir çevresel etkende bozulmamalıdır (kimyasallara karşı direnç vb.). Kullanılan koruyucu giysiler insanların kaldırabileceği boyutta ve hafiflikte olmalıdır. Normal giysiler kimyasallar ve çeşitli çevre şartları sonucunda bozulmaya başlar. Fakat nanoliften yapılan giysilerin gözenekli ve yüksek yüzey

alanına sahip olması sayesinde kimyasalları uzaklaştırıp, hava geişini saėlamaktadır (Şenol, 2005).

#### **2.5.8. Uzay Uygulamaları**

Nano boyutlu biyokompozitler yüksek mukavemet ve hafif yapıları sayesinde uzay malzemelerinde geniş bir kullanıma sahiptir. Bunun yanı sıra uzay araçlarında kullanılan paneller (güneş ve ışık) nanolifli bir yapıdan oluşmaktadır (Kozanoėlu, 2006).

#### **2.5.9. Enzim ve Katalizörlerde Nanolifler**

Farklı yapıda ve özellikte oluşturulan nanolifler, sahip oldukları yüzey genişliėiyle kullanıldıklarında enzimlerde ve katalizörlerde destek görevi görürler (Süslü, 2009).

### **2.6. Nanolif Üretim Metotları**

- Self assembly (Kendiliėinden tutunma) yöntemi
- Şablon sentez (template synthesis) metodu
- Eğirmeli bağlama (spunbond) metodu
- Çekme (drawing) metodu
- Faz Ayırımı (phase separation) yöntemi
- Çift bileşenli ekstrüzyon (bicomponent)
- Eriyik üfleme (meltblown) metodu
- Elektro eğirme (electrospinning) metodu (Evcil, 2017).

#### **2.6.1. Kendiliėinden Tutunma (Self Assembly) Metodu**

Bu metot, küçük yapılardan büyük yapılar elde edilmesidir. İlk başta küçük yapılar yanyana getirilir, daha sonra büyük yapılarla nanolifler elde edilir. Ortaya çıkan en küçük yapı, makro moleküler fiberlerin yapısını oluşturur (Evcil, 2017) (Şekil 2.4).



Şekil 2.4. Kendiliğinden tutunma metodu gösterimi

Bu yöntemin artısı diğer yöntemlere göre ucuz olmasıdır ve makineye ihtiyaç duyulmamasıdır. Fakat her malzemeye uygulanmaz, uzun ve karmaşık bir yapım aşaması vardır.

#### 2.6.2. Faz Ayırımı (Phase Separation) Metodu

Bu yöntemde 5 aşamada nanolif üretilir.

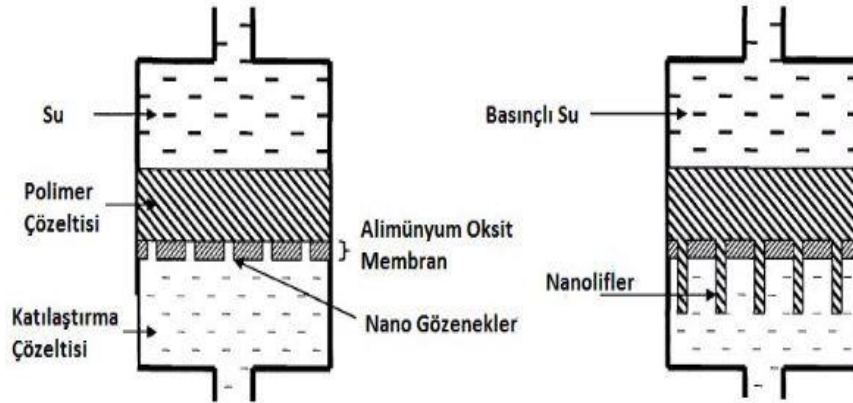
1. Polimer çözme: Polimere kendine has çözücünde çözülme işlemi yapılır.
2. Dondurma: sudan çıkarılan jel, süzgeç kağıdından geçirildikten sonra donması için belirli bir süre bekletilir.
3. Soğuk kurutma: soğutma kanallarına dökülen jel yapı bir hafta beklemeye alınır.
4. Jelleşme: polimere uygun kimyasal madde koyularak, teflon şişeye konulduktan sonra jelleşme için buzdolabına konulur.
5. Çözücü uzaklaştırma: saf suyun düzenli değiştirilmesiyle çözücü ortamdan uzaklaştırılır (Evcil, 2017) (Şekil 2.5).



Şekil 2.5. Faz ayrımı metodu ile lif elde edilmesi

### 2.6.3. Şablon Sentez (Template Synthesis) Yöntemi

Bu yöntemde yapıyı oluşturmada şablonlardan yararlanılır. Polimer solüsyonu, gözeneklerden verilen basınçla içeriye girer. Daha sonra katılaştırıcıyla karışır (Evcil, 2017) (Şekil 2.6).

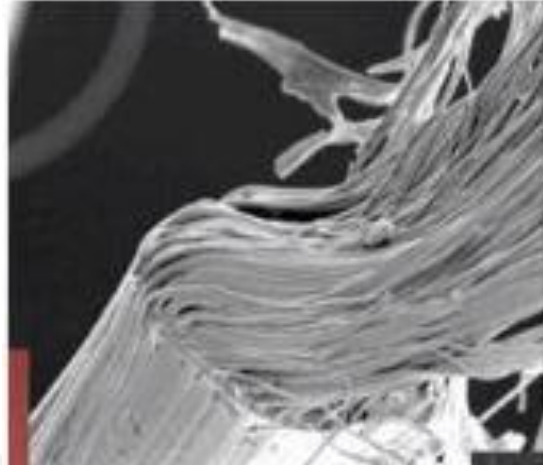


Şekil 2.6. Şablon sentez metodu ile lif elde edilmesi

Çalışma mekanizması basittir ve laboratuvar ortamında yapılabilir. Çok çeşitli malzemeler kullanılarak yapılar elde edilebilir. Solüsyon ile katılaştırıcının karışmasıyla birlikte hemen üretim gerçekleştirilebilir ve bunun sonucunda nano boyutta fiberler elde edilebilir (Evcil, 2017).

#### 2.6.4. Çift Bileşenli Ekstrüzyon (Bicomponent) Yöntemi

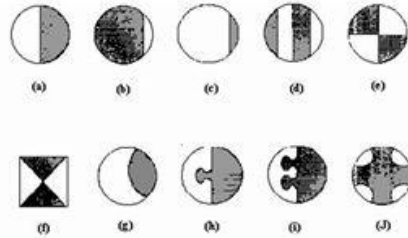
Aynı lif ortamından çıkan 2 polimerin farklı düzeylerde üretilmesi olayıdır. Şekil 2.7’de bicomponent ile üretilmiş lif kesitleri yer almaktadır (Evcil, 2017).



Şekil 2.7. Bicomponent metoduyla üretilmiş lif görüntüleri

Çift bileşenli lifler;

- Sıra-sıra (side by side) (Evcil, 2017) (Şekil 2.8).



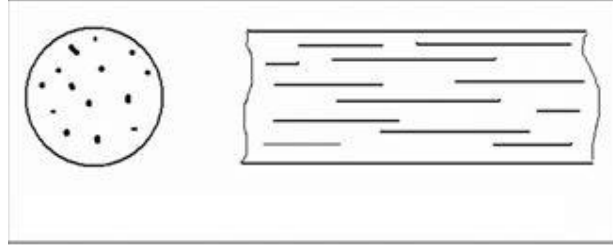
Şekil 2.8. Çift bileşenli yan yana lif kesiti

- Kabuk /öz (sheath core) (Evcil, 2017) (Şekil 2.9).



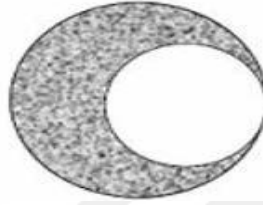
Şekil 2.9. Çift bileşenli kabuk lif kesiti

- Denizde adacık (island in the sea) (Evcil, 2017) (Şekil 2.10).



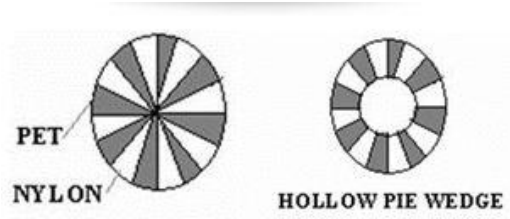
**Şekil 2.10.** Çift bileşenli denizde adacık lif kesiti

- Dış merkezli (exantric) (Evcil, 2017) (Şekil 2.11).



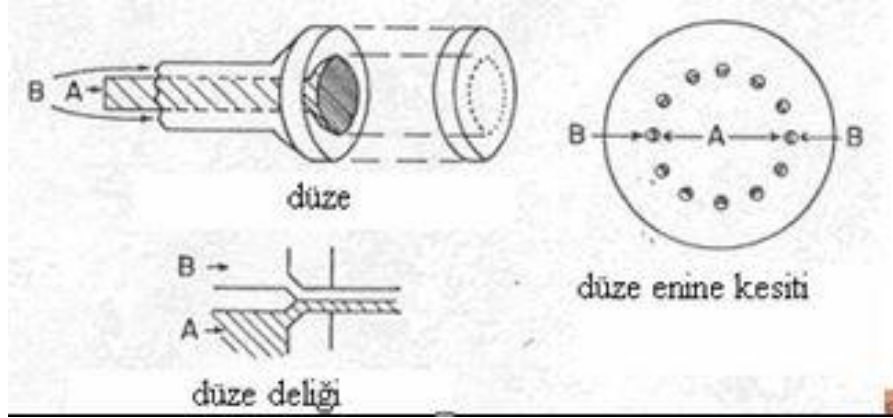
**Şekil 2.11.** Çift bileşenli dış merkezli lif kesiti

- Dilimli pasta (segmented pie) bicomponent olarak ayrılırlar (Evcil, 2017) (Şekil 2.12).



**Şekil 2.12.** Çift bileşenli dilimli pasta lif kesiti

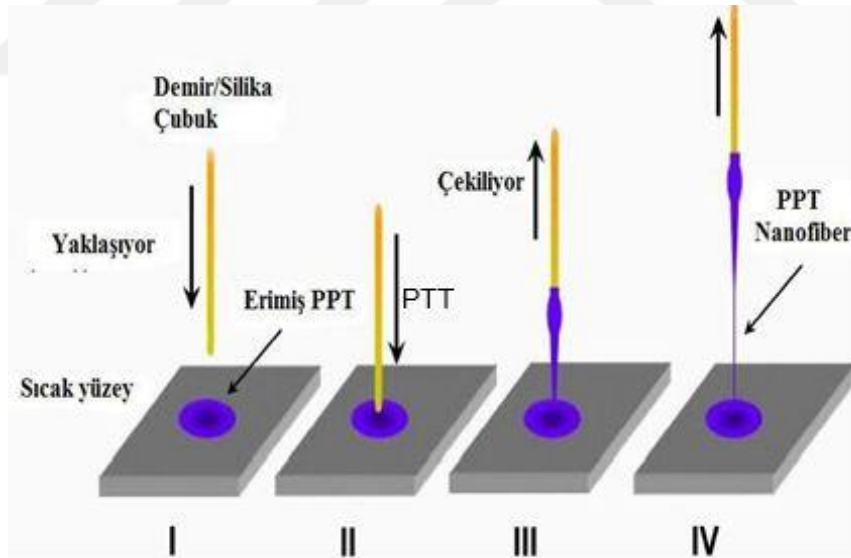
Çift bileşenli ekstrüzyon yönteminde, 2 ayrı polimer materyali art arda getirildiği yapılar düze deliğine doğru hizalanırlar (Evcil, 2017) (Şekil 2.13).



Şekil 2.13. İki farklı polimer bileşenini yan yana getirilmesi

### 2.6.5. Çekme (Drawing) Metodu

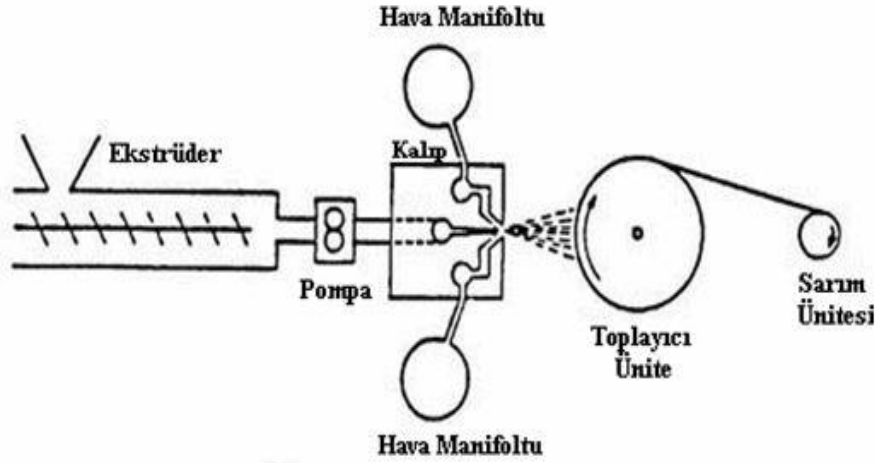
Drawing metoduyla nanolif oluşturulması aynı metre yarıçapında mikro pipet polimer solüsyonunun içerisine daldırılır. Daha sonra mikro pipet solüsyondan 10-4 m/s hız civarında alınır. Lifler bu şekilde toplanmış olur. Çekme işlemi birkaç kez tekrarlanır (Evcil, 2017) (Şekil 2.14).



Şekil 2.14. Çekme metodu üretim gösterimi

### 2.6.6. Eriyik Üfleme (Meltblown) Metodu

Çözücü gerektirmeyen bir yöntem olduğu için daha kullanışlıdır ve bu yöntem birçok farklı polimerle kullanımı yapılabilir. Şekil 2.15’de yöntem şekil üzerinde anlatılmıştır. Lifleri çekmek için sıcaklıktan yararlanılır. Çekilen liflere soğuk hava verilerek katılaşma sağlanır (Evcil, 2017).



Şekil 2.15. Metblown metodu çalışma şekli

Oluşturulan liflerin çapları yarım nanometre ile on nanometredir. Bu yöntemle oluşturulan liflerin sabit yapısı yoktur. Fakat fazla lif elde edilmesi yöntem üzerinde yapılan çalışmaları arttırmaktadır (Evcil, 2017).

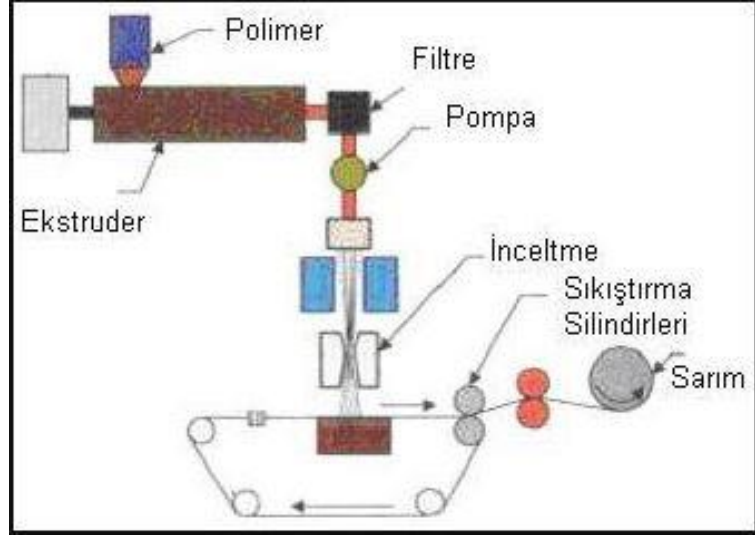
#### 2.6.7. Eğirmeli Bağlama (Spunbond) Metodu

Bu teknikte erimiş polimerin çekilmesiyle lifler elde edilir.

Teknik;

- Polimerin eritilmesi,
- Liflerin bant üzerine yığılması ile
- Lif çekimi,
- Erimiş polimerin taşınması ve filtrasyonu,
- Lif ekstrüzyonu,
- Fiksaj adımlarından oluşur.

Eriyik üfleme ile teknik olarak benzetmektedir. Ama liflerin çekilirken kullanılan sıcaklık ve soğutulurken kullanılan hava farklılık gösterebilir (Evcil, 2017) (Şekil 2.16).

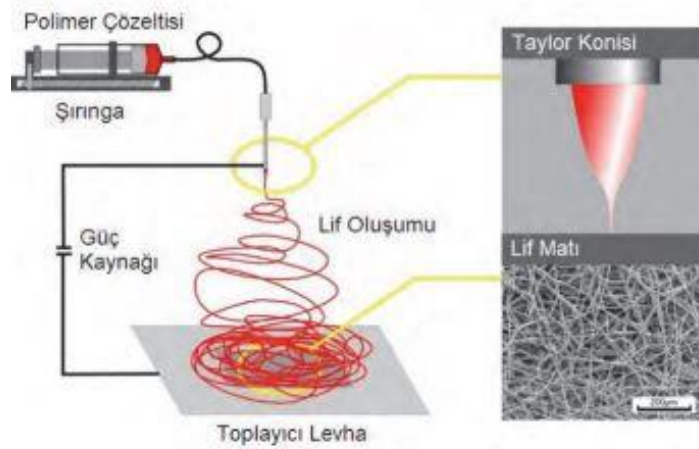


Şekil 2.16. Spunbond metodunda üretim akışı

#### 2.6.8. Elektro Eğirme Yöntemi (Electrospinning)

İngilizceden dilimize giren elektro eğirme elektro iplik anlamına gelmektedir. Hazırlanan solüsyon elektrik alanına bırakıldığında içerisindeki moleküller birbirini itmeye başlar. Bunun sonucunda solüsyon katılaşarak uzamaya başlar ve ipliksi fiberler elde edilmiş olur (Kozonoğlu 2006).

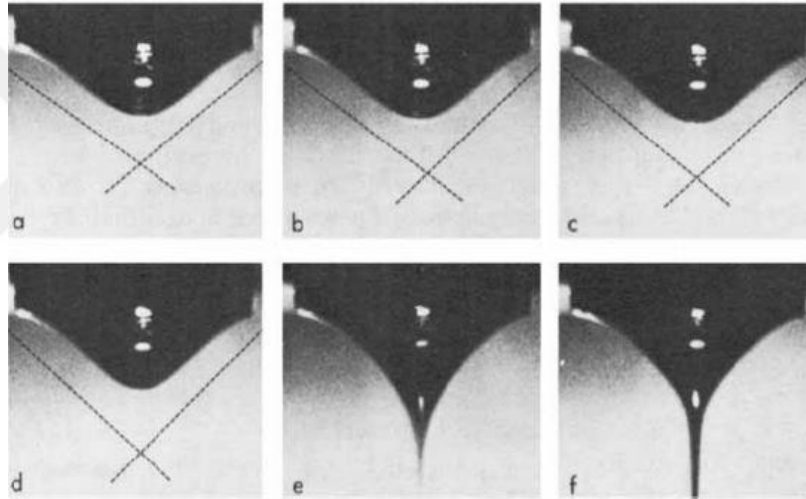
Elektrospinningde şırıngaya konan solüsyon, besleme hızının ayarlanmasıyla elektrik alanın etkisiyle de iğne ucundan damlacık şeklini alır (Şekil 2.17). Bundan sonra taylor konisi oluşarak lif üretimi gerçekleşir. Gerilimin tam ayarlanamaması iğne ucunda topaklanmalara, liflerde kopmalara sebebiyet verebilir (Erkan. 2005).



Şekil 2.17. Elektro eğirme yöntem düzeneği

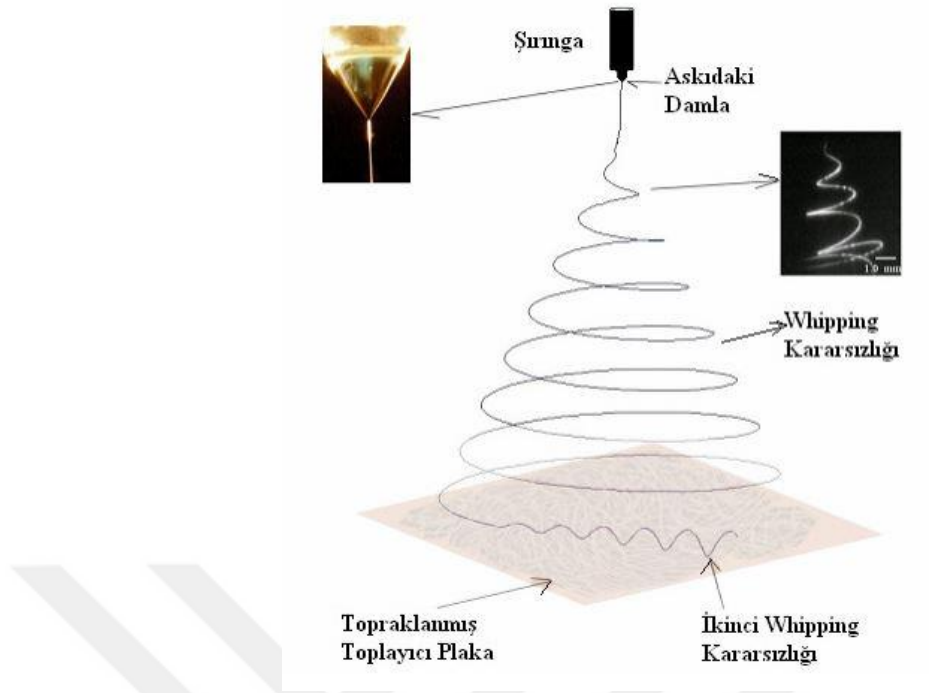
Elektroeğirme farklı alanlarda kullanılabilme özelliği sayesinde çok dikkat çekmekte ve yapılan çalışmaları gün geçtikçe katlanmaktadır (Kozanoğlu 2006).

Elektroeğirme metodunda ilk olarak polimerlerin eklendiği solüsyonlar hazırlanmalıdır. Hazırlanan solüsyon, şırıngaya koyularak elektroeğirme cihazında kullanıma koyulabilir. Solüsyon cihaza koyulduktan sonra besleme hızı belirlenir. Gerilim değeri girilir. Oluşan elektrik alanının etkisiyle belli bir mesafede olan tamburdaki toplayıcıya oluşan lifler yavaş yavaş toplanmaya başlar. Liflerin oluşması için iğnenin ucunda damlacık şekline gelen solüsyonda sakız gibi bir noktada uzamalar gerçekleşir. Oluşan bu yapıya taylor konisi denir. Taylor konisinden giden lifler elektrik alanında içerisindeki sıvıyı buharlaştırarak katı bir yapı oluşumunu sağlar. Tamburda toplanan lifler nano boyutta çaplara kadar üretilebilirler (Kozanoğlu 2006) (Şekil 2.18).



**Şekil 2.18.** İğne ucundaki solüsyonun taylor konisi oluşturarak liflenmesi

Lif oluşumu gerçekleşirken herhangi etkenden dolayı kararsızlık meydana gelebilir. Whipping kararsızlığı en çok karşılaşılan kararsızlıktır. Bunun nedeni, jet ortamındaki karşılıklı iteme güçlerinin oluşturduğu radyal torktur (Kozanoğlu 2006) (Şekil 2.19).



**Şekil 2.19.** Elektro Üretimde Whipping Kararsızlığı ve Taylor Konisi

#### 2.6.8.1. Elektro Eğirme Yönteminin Aşamaları

Elektro eğirme yönteminde lif oluşumuna kadar geçen süre basamakları aşağıdaki şekilde gerçekleşir. Bu aşamalar;

- . Damlacık oluşması,
- . Taylor konisinin gerçekleşmesi,
- . Elektro eğirme jetinin oluşması,
- . Kararlı yapıda jetin büyümesi,
- . Kararsız yapının oluşması,
- . Lif yapısının sabitleşmesi, gibi sıralanabilir (Üstün 2011).

#### 2.6.8.2. Elektro Eğirme Metodunda Kullanılan Malzemeler

Bu yöntemde kullanılacak malzemeler yerine ve çevresel şartlarına uygun olarak seçildiği için çok farklı malzeme grupları kullanılabilir.

##### 2.6.8.2.1. Polimerler

Bir polimer, birden fazla monomer yapıdan oluşmuş zincirli moleküllerdir. Polimerler yapısal olarak organik ya da sentetik olabilirler. Farklı alanlarda ve özelliklerde kullanılabilirler. Kolay şekil alırlar. Kullanım yapısı ve çeşitliliğinden dolayı doku mühendisliğinde de kullanılan

bir yapıdır. Isıya göre termoplastikler ve termoset olarak iki gruba ayrılırlar. Termoplastik polimerler; amorf ya da kristal yapı şekilleri olarak meydana gelirleri birbirine bağlanabilmeleri için yüksek derecede ısıya gereksinimleri vardır. Hareketleri halinde aralarında bir sıvı meydana gelir. Böylece ikincil bağların ortadan kaybolduğu gözlemlenebilir. Polimer soğutulduğunda bir kısmı eski kısıtlı durumuna döner (Ramakrishna, 2005).

Termosetler çapraz bağ ile birbirine bağlı olan polimerlerdir. Çapraz bağlama, yüksek sıcaklıkta bozunmaya neden olur ve parçalanma meydana gelir (Ramakrishna, 2005).

Aşağıdaki Tablo 2.1’de elektro eğirmede sıklıkla tercih edilen farklı polimerler ve kullanım alanları verilmiştir (Ding, 2019). Bunun yanında kollojen, kitosan, jelatin ve nişasta yaygın olarak kullanılan biyopolimerlerdir (Torres, 2019).

**Tablo 2.1.** Elektro eğirmede kullanılan farklı polimerler ve uygulama alanları

| Polimer                                      | Çözücü                           | Konsantrasyon  | Kullanıldıkları Uygulamalar      |
|----------------------------------------------|----------------------------------|----------------|----------------------------------|
| Polyamide (PA)                               | HFIP:N,N-dimethylformamide (DMF) | 10 wt%         | Fiber                            |
| nylon-4,6 (PA-4,6)                           | HFIP                             | 10 wt%         | Şeffaf Kompozit                  |
| PA-6,6                                       | Formic acid                      | 15 wt%         | Nanokompozit demet               |
| PA-6,6/Chitosan                              | HFIP:Acetic acid (AA)            | 20 wt%         | Doku Mühendisliği                |
| PA-6/Poly(m-phenylene isophthalamide) (PMIA) | Formic acid                      | 7.5 wt%        | Cam lifi, Filtre orta cidarı     |
| PAAM/Chitosan                                | AA                               | 14 wt%         | Hava ve su filterleri            |
| Polyacrylonitrile (PAN)                      |                                  | 12 wt%         | Yüzeye tutan                     |
| PAN/Gold                                     | DMF                              | 10 wt%         | Biyoyakıt hücreler               |
| PAN/MWCNTs                                   |                                  | 8 wt%          | Elektronik ambalajlama           |
| PANI/PEG                                     | Chloroform (CF)                  | 2 wt%          | NH <sub>3</sub> sensör           |
| PANI/Polystyrene (PS)                        | Azobenzene sulfonic acid:DMF     | 3.72 wt%       | Statik elektrik önleyici kaplama |
| Polycarbonate (PC)                           | DMF:Tetrahydrofuran (THF), DMF   | 10 wt%, 20 wt% | Sensör, Elektret filtre          |
| PCL                                          | DMF, THF:DMF                     | 15 wt%         | Biomimetik kompozit iskele       |

**Tablo 2.2.** Elektro eğirmede kullanılan farklı polimerler ve uygulama alanları (Devamı)

|                                                |                                                                                 |                    |                                                                 |
|------------------------------------------------|---------------------------------------------------------------------------------|--------------------|-----------------------------------------------------------------|
| PCL/Gelatin                                    | THF                                                                             | 6 wt%              | Anti enfektif doku yenileme zarı                                |
| PCL/PVP-b-PCL                                  | THF:DMF                                                                         | 11–15 wt%          | Nanofiber iskele                                                |
| PEG                                            | CF,                                                                             | 9 wt%              | Esnek ışık yayan tabaka                                         |
| PEG/Silk                                       | Distilled water:CF:ACE<br>Silk aqueous solutions,<br>Hydrochloric acid (pH 2.0) | 6–8% (W/V)         | Sütürsüz dural yerine                                           |
| PEG/Cellulose                                  | CF:Methanol                                                                     | 9–11 wt%           | Gıda ambalaj malzemesi                                          |
| Poly(ethylene terephthalate) (PET)             | DCM:Trifluoroacetic (TFA)                                                       | 4wt%,<br>12–18 wt% | Bataryadaki lityum iyon ayırıcı                                 |
| PEVA/PLA                                       | CF                                                                              | 14% (W/V)          | Çıkış matrisi                                                   |
| PEVA/PCL                                       | CF:Methanol                                                                     | 12% (W/V) 30 wt%   | İlaç dağıtım sistemi<br>Nanofiber                               |
| Poly(ferrocenyl dimethylsilane) (PFDMS)        | THF:DMF                                                                         | 30 wt%             | Nanofiber                                                       |
| PLA                                            | CF, CF:DMF                                                                      | 14% (W/V)          | İlaç dağıtım sistemi                                            |
| PLA/PHB                                        | CF:DMF                                                                          | 8 wt%              | Tarım malç filmleri, gıda paketlenme filmleri                   |
| PLGA/Chitosan (CS)                             | THF                                                                             | 24% (W/V)          | Doku mühendisliği için iskele                                   |
| Poly(methyl methacrylate) (PMMA)               | DMAc:ACE,<br>DMAc,<br>DMF:THF                                                   | 12 wt%,<br>3 wt%   | HIV tanısı, Biyokimyasal ayırma                                 |
| PMMA/Tetrahydropyran fluorooctylacrylate (TAN) | DMF:Toluene                                                                     | 10 wt%             | Doku mühendisliği için iskele,<br>Yarı geçirgen membran, Filtre |
| PMMA/PEG                                       | DMF, DMF:BC                                                                     | 25 wt%             | Biyomedikal                                                     |

Polilaktik asit veya polilaktit (PLA) omurga formülü  $(C_3H_4O_2)_n$  ya da  $[-C(CH_3)HC(=O)O-]$  olan, su kaybı ile laktik asit  $C(CH_3)(OH)HCOOH$  yoğunlaştırılmasıyla elde edilmiştir. Ayrıca temel tekrarlayan birimin döngüsel dimeri olan laktit  $[-C(CH_3)HC(=O)O-]_2$ 'in halka açma polimerizasyonu ile de hazırlanabilir. Bozunma ürünü olan polilaktik asit, canlılar tarafından üretildiği için toksik değildir. İnsanlarda kaslarda ve kırmızı kan hücrelerinde üretilir. İnsan vücudunda, hayvanlarda veya hidrolitik bozunma olarak adlandırılan mikroorganizmalarda

hidroliz yoluyla termal olarak parçalanabilir. Fiziksel, kimyasal ve biyolojik özellikleri, uygun modifikasyonlar ve aşılama yoluyla özelleştirilebilirler (Hunt, 2023).

PLA vücut içerisinde zamanla zararsız laktik aside dönüşür, bu nedenle ankrajlar, vidalar, plakalar, pimler, çubuklar ve ağ şeklinde tıbbi implantlar olarak kullanılır. Kullanılan tam tipe bağlı olarak 6 aydan 2 yıla kadar vücutta parçalanır (Auras vd., 2010). Bu kademeli bozulma destek yapısı için istenir çünkü bu alan iyileştikçe yükü yavaş yavaş vücuda (örneğin kemiğe) aktarır. PLA ve PLLA implantlarının güç özellikleri hakkında bolca tıbbi kayıt bulunmaktadır. PLA ayrıca döküm, enjeksiyonla kalıplanmış veya eğilerek ayrıştırılabilir bir ambalaj malzemesi olarak da kullanılabilir (Paul vd., 2022). Bu malzemeden kaplar ve torbalar yapılır. Torba ambalajlar, kompost poşetleri, gıda ambalajları ve tek kullanımlık sofra takımları üretmek için uygundur. Lifler ve dokunmamış kumaş olarak PLA'nın birçok potansiyel kullanımı da vardır, örneğin döşeme, tek kullanımlık giysiler, tente, kadınlar için hijyen ürünleri ve çocuk bezleri gibi. Biyolojik uyumluluğu ve biyolojik olarak parçalanabilirliği sayesinde PLA ilaç dağıtım amaçları için polimerik bir yapı iskelesi olarak büyük ilgi görmüştür (Auras vd., 2010).

PCL veya polikaprolakton (polikaprolakton) biyolojik olarak parçalanabilen termoplastik bir polimerdir. Düşük erime noktasına sahiptir, bu nedenle 60°C'nin üzerinde şekillendirilebilir hale gelir. Termoplastik olarak, bozulana kadar istediğimiz kadar tekrar kullanmak için onu ısıtabiliriz. Kimyasal formülü  $(C_6 H_{10} O_2)_n$  şeklindedir. Kullanım alanları geniş olup tıp alanında, vücudun daha sonra emebileceği ameliyat için iplik oluşturulmuştur. Polikaprolaktonun emilmesi birkaç yıl alır, ancak daha hızlı bir varyantı vardır. Hobi alanında, bir plastiğin ellerimizle kalıplanması için, herhangi bir buluş geliştirmek veya onarım yapmak için kullanılmıştır. Bazı projelerde parçalardan (uçurtmalar, radyo kontrol, robotlar) kalıplara veya "tutkal" olarak farklı parçaları birleştirmede kullanılmıştır (Em, 2015).

#### 2.6.8.2.2. Seramikler

Seramikler ısıtıldıktan sonra soğutulan inorganik yapılardır. Bu malzemeler kristal formda olabildikleri gibi yarı kristal şeklinde de oluşabilirler. Kullanılan seramiklerde yaygın olanı kristalli olanlarıdır (Ramakrishna, 2005).

Hidroksiapatit  $Ca_{10}(PO_4)_6(OH)_2$  formülüne sahip hem doğal yollarla hem de sentetik olarak üretilen mineral, diş minesini ve dentin tabakası ile kemiklerde bulunan bir seramiktir. Günümüzde kemik yerine kullanılabilen bir materyaldir (Url-2). Silika ve kalsiyum karbonat gibi bazı mineral elementleri, biyo-uyumlu, toksik olmayan ve sert doku taklit eden doğaları nedeniyle biyomedikal uygulamalarda sıklıkla kullanılmaktadırlar (Torres, 2019). Diğer kalsiyum fosfatlara karşı mükemmel stabilitesi, kemiklere karakteristik sertliklerini vererek fizyolojik koşullara dayanmasını sağlar. Hidroksiapatit tek başına değildir. Bağ dokularında bulunan lifli bir protein

olan kolajen eşliğinde işlevini yerine getirir. İyonlar yoğunlaşır ve güçlü ve sert bir biyokristal oluşturmak için büyür. Bu, kemiklerin mineralizasyonu için bir biyomateryal olarak kullanılır.

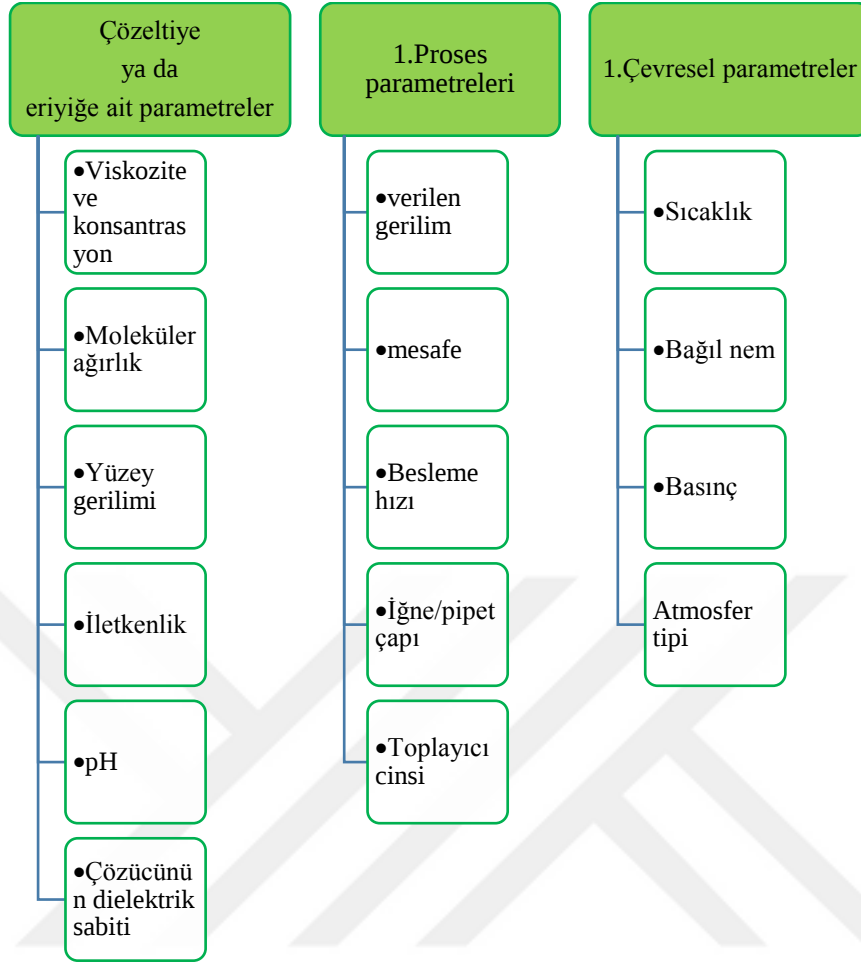
Bununla birlikte, büyümesi için bir kalıp görevi gören organik bir destek olan kolajene ihtiyacı vardır. Bu kristaller ve karmaşık oluşum süreçleri kemiğe (veya dişe) bağlı olacaktır.

HA kristalleri organik madde ile emprenye edilmiş olarak büyür ve elektron mikroskobu tekniklerinin uygulanması onları dişlerde prizma adı verilen çubuklar şeklinde agregalar olarak detaylandırılırlar. Nanohidroksiapatit seramiğin aşağıdakiler dahil çeşitli uygulamaları vardır:

- Kemik dokusu cerrahisinde ortopedik, travma, çene, yüz ve diş ameliyatlarında boşlukları doldurmak için kullanılır.
- Ortopedik ve diş implantları için kaplama olarak kullanılır. Diş beyazlatma sonrası kullanılan duyarsızlaştırıcı bir ajandır. Diş macunlarında ve çürüklerin erken tedavisinde remineralize edici ajan olarak da kullanılır.
- Titanyum ve paslanmaz çelik implantlar, reddedilme oranlarını azaltmak için genellikle hidroksiapatit ile kaplanır.
- Allojenik ve ksenojenik kemik greftlerine alternatiftir. İyileşme süresi, hidroksiapatit varlığında, yokluğundan daha kısadır.
- Sentetik nanohidroksiapatit, dentin ve mine apatitinde doğal olarak bulunan hidroksiapatiti taklit ederek, diş macunlarının yanı sıra diş macunlarına dahil edilmesinde kullanım için avantajlı hale getirir (Porter, 2023).

#### **2.6.8.3. Elektro Eğirme Yöntemine Etki Eden Parametreler**

Elektrospinning işlemini etkileyen faktörler genel olarak 3'e ayrılmaktadır. Bunlar Şekil 2.20'de şematik olarak gösterilmektedir.



Şekil 2.20. Elektro eğirme yöntemine etki eden parametrelerin şematik gösterimi

### 2.6.8.3.1. Çözeltiye Ya Da Eriyiğe Ait Parametreler

#### 2.6.8.3.1.1. Viskozite ve Konsantrasyon

Birbiri ile yakından etkileri olan bu değerler solüsyon konsantrasyonunun artmasıyla viskozitenin de artması kanıtlanmış bir durumdur. Konsantrasyonla viskozite değişirken aralarında sabitlenmiş bir orantı yoktur (Yener, 2010).

Elektrospinning yönteminde bu iki değer belirleyici olan faktörlerdendir. Solüsyon viskozitesinin polimerlerin iç moleküler arası etkileşimiyle ilişkili olduğu göz önünde bulundurulduğunda elektro eğirmenin yapılabilmesi için viskozitenin belli bir değerde olması gerekir (Yener, 2010).

Viskozite düşük olursa liflenme gerçekleşmez (Kılıç, 2008). Viskozite büyük olursa mikron çapta lifler meydana gelir (Gümüş, 2009). Bunun yanısıra yüksek viskozite whipping kararsızlığını önler ama kalın çaplı lif oluşumuna sebep verir.

#### **2.6.8.3.1.2. Moleküler Ağırlık**

Çözeltiyi etkileyen faktörlerden biridir (Ramakrishna vd., 2005). Çözeltinin lif oluştururken birbirinden ayrılmaması moleküllerin zincir şeklinde bağlı olmalarındandır. Elektroëğimeyle lif üretiminin olması için uygun moleküler ağırlık ve viskozitenin olması gerekmektedir (Üstün, 2011).

#### **2.6.8.3.2. Proses Parametreleri**

##### **2.6.8.3.2.1. Uygulanan Voltaj**

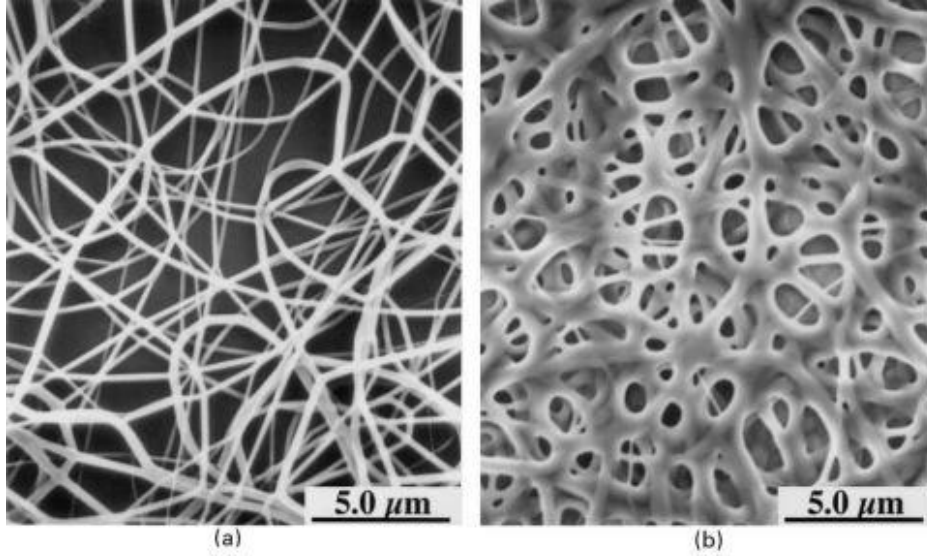
Yüksek voltaj elektroëğirmenin en önemli faktördür. Elektro eğirme metodunun en önemli özelliği, voltaja bağlı olarak üretilecek olan lif oluşumunu destekleyen elektromanyetik alanın oluşturulmasıdır. Oluşacak elektromanyetik alan şiddetini oluşturacak etki ise üretim aşamasında verilen gerilimdir (Ramakrishna vd., 2005).

Gerilimin artmasıyla boncuk oluşumu azalır ve lifler incelir. Fakat yükselen voltajla, solüsyonun toplayıcı tambura çekilme hızı, besleme hızından geri kalır. Jet kararsızlığı sonucunda boncuk oluşumu gözlenebilir (Şahintürk, 2010).

##### **2.6.8.3.2.2. Mesafe**

Elektro eğirme yönteminde istenilen özellikteki liflerin oluşması için besleme şırıngası ile tambur arasındaki mesafe uygun şekilde ayarlanmalıdır (Üstün, 2011).

Mesafenin doğru ayarlanamaması sonucunda solüsyonun nemli kalıp toplayıcı üzerinde birbirine yapışmış olarak toplanmış lif görüntüsün meydana gelir (Şahintürk, 2010) (Şekil 2.21).



**Şekil 2.21.** Nylon 6,6 a-2cm mesafe b- 0,5cm mesafe

#### **2.6.8.3.2.3. Besleme Hızı**

Besleme hızındaki artış oluşacak olan lif çapının artmasına sebep verir (Kozanoğlu 2006). Besleme hızı iğne ucundan çıkan damlacıktan toplayıcıda toplanan life kadar nemin atılması lifin oluşması için geçen süreyi karşılayacak seviyede olmalıdır (Üstün, 2011).

#### **2.6.8.3.2.4. İğne/Pipet Çapı**

Pipet/iğne iç çapının elektro eğirme yönteminde ciddi bir etkisi vardır. İğne çapı küçüldüğünde, lif çapı küçülür. Fakat, iğne iç çapı çok düşük olduğunda püskürtme işleminde zorluk oluşabilir (Şahintürk, 2011). İğne çapı arttığında ise lif çapı artacaktır.

#### **2.6.8.3.2.5. Toplayıcı Cinsi**

Toplayıcı cinsi, elektrik alanın oluşturulabilmesi için önemli bir gereksinimdir. Birçok proseste, elektrik alanın oluşabilmesi için iletken plakalar kullanılmalıdır. Bununla beraber topraklama işlemleri de yapılır (Andrady, 2008).

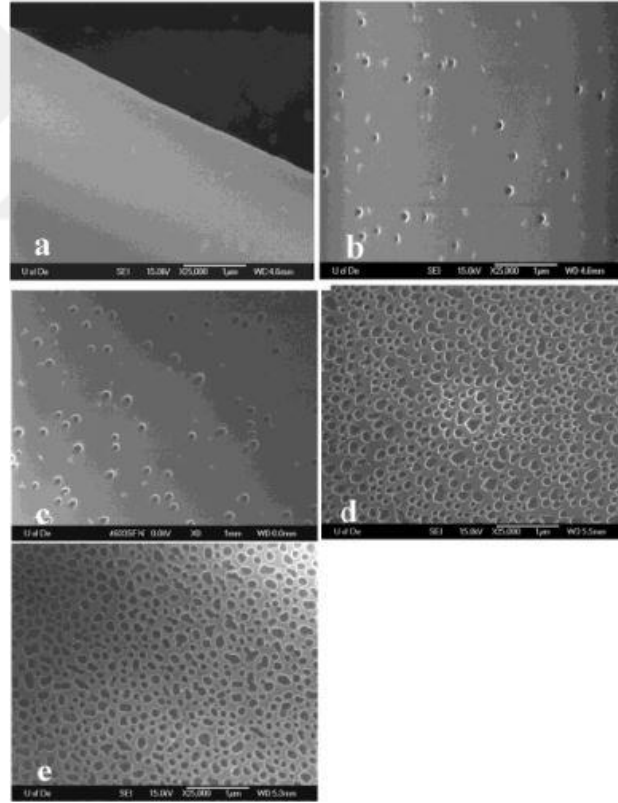
Liflerin toplayıcılardaki toplanma şekli, elde edilecek olan yüzeyin özellikleri üzerinde önemli bir etkidir. Sabitlerde biriken lifler rastgele dağılım gösterir. Bunun için farklı şekillerdeki lif toplayıcılar kullanılır. Bunlar; hareketli toplayıcılar (disk, tambur vb.) ve sabit toplayıcılar (bilezik, çerçeveler vb.) şeklindedir (Ramakrishna vd., 2005).

### 2.6.8.3.3. Çevresel Parametreler

Elektro eğirme prosesinde ortam şartlarının değişiminin polimer jetine etkileriyle ilgili çalışmalar, çözelti ve proses parametrelerini inceleyen çalışmalardan az olduğu görülmektedir. Çalışma yapılan ortamın fiziksel koşulları (nem, rutubet, sıcaklık vb.) liflerin özelliklerini etkileyen parametreler arasında girmektedir (Üstündağ, 2009).

Sıcaklık parametresi, solüsyonun buharlaşmasını ve çözelti viskozitesini değiştirmektedir. Solüsyonun sıcaklıkla uçucu hale gelme hızı sıcaklık doğru orantıda arttıkça artacaktır. Çözelti ile viskozite arasında da ters orantı mevcuttur (Ramakrishna vd., 2005).

Elektro eğirme işlemi boyunca ortamdaki nem polimer solüsyonuna etki ederek oluşacak olan lifin çapında değişimlere sebebiyet verir. Her polimerin farklı özelliklerinin oluşu bağlı neminde o polimerle oluşacak lif üretimine etkisi o oranda farklı olacaktır (Özkoç, 2010) (Şekil 2.22).



Şekil 2.22. 190000 g/mol PS/THF liflerinin farklı nem oranlarındaki FESEM görüntüsü

### 3. LİTERATÜR ÇALIŞMASI

Scaffaro vd. (2017), GO ve GO-g-PEG'un, yapısal ve pekiştirici etkileri üzerinde karşılaştırılmalı bir çalışma yapmışlardır. Poli (etilen glikol) (GO-g-PEG) ile aşılınmış farklı konsantrasyonlarda grafen oksit (GO) ve GO yüzeyli polikaprolakton (PCL) biyokompozit nanofiber matları elektrospinleme ile hazırlanmıştır. Elektrospinlemede 19 ayar paslanmaz çelik iğne, 10 m'lik bir cam şırınga, akış hızı 1 ml/h, iğne ucuyla toplayıcı arasındaki mesafe 15 cm, sağlanan yüksek voltaj 15 kV, sıcaklık 25 C° ve bağıl nem %40 olarak uygulanmıştır. XRD, karmaşık viskozite tayini (Mars – Thermofisher), ıslanabilirlik analizi (FTA 1000), morfolojik analiz, SEM, fiber çapı tespiti, diferansiyel taramalı kalorimetre analizi (DSC), termogravimetrik analiz (TGA), çekme analizi ile yapı incelemeleri yapılmıştır. PCL / GOG-PEG süspansiyonlarının karmaşık viskozitesindeki artış, PCL matlarla karşılaştırıldığında ortalama fiber çapında artış olduğu görülmüştür. PCL/GO süspansiyonlarının karmaşık görünürlüğü, PCL çözümü ile karşılaştırıldığında daha düşüktür ve bu PCL/GO nanofiber çaplarında azalmaya neden olmuştur. WCA ölçümleri, hem PCL /GO hem de PCL/GO-g- PEG kompozit fiberin PCL ıslanabilirliğini arttırdığı görülmüştür. Ayrıca PCL/GO-g-PEG'in ve PCL/GO'dan daha düşük su temas açıları ile daha iyi performans gösterdiği görülmüştür. PCL/GO-g-PEG gelişmiş mekanik mukavemete ve iyi hücre proliferasyonuna sahip kemiğin, doku mühendisliğinde kullanımı için umut verici olduğu gösterilmiştir.

Dippold vd. (2017), ilk kez hizalanmış ve homojen PCL-Collagen nanofiberleri solvent olarak seyreltilmiş asetik asit kullanılarak elektrospinleme ile imal edilmiştir. Ayrıca, PCL'in AcOH içindeki kendinden zayıf çözünürlüğünü arttırmak için ultrasonik işlem uygulanmıştır. Eğirme işlemini optimize etmek ve iplik hizalamadan vazgeçmeden mümkün olan en yüksek iplikçik verimi elde etmek için çeşitli eğirme parametreleri incelenmiştir. Elektrospinleme işleminde eğirme mesafesi 15-20 cm, gerilim 15-20-25 kV, çubuk mesafesi 2-3-4 cm, akış hızı 1-2-3 ml/h olarak uygulanmıştır. Her eğirme işlemi aynı sürede yapılmıştır. 15 cm'lik eğirme mesafesi, 2 cm'lik çubuk mesafesi, 25 kV ve 2 ml/saat'lik bir akış hızı ile eğirme yapılırken en yüksek miktarda fiber toplanmıştır. Tüm fiber yapı iskeleleri çapları, 100 ila 250 nm  $\pm$  40 nm arasında değişen sabit çaplara sahiptirler ve ideal bir mesafede ya da dikey olarak yönlendirilmiş yapılardan sapanlar yaklaşık olarak  $\pm$  3.58 şeklindedir. Eğirme işleminin stabilitesini belirli bir parametre aralığında dengelemek için bir 3D çizim (taslak) formunda temel bir model geliştirilmiştir. Çalışmada tek tip kollajen kullanılmıştır. Chen vd. (2017), elektrospinleme yoluyla ilk olarak ince hidroksiapatit nanoparçacık (nHA)/poli-hidroksibutirat (PHB) tabakaları hazırlanmıştır. Daha sonra hücre tohumlaması ve kemik dokusu mühendisliği için bir iskele elde etmek üzere nHa/PHB ince tabakaları lamine edilmiştir. Elektrospinleme işleminde 5 ml'lik bir şırınga, iğne ucuyla toplayıcı arasındaki mesafe 20 cm, voltaj 15 kV, akış hızı 1 ml/h, sıcaklık 25

C° ve bağıl nem %55 olarak uygulanmıştır. Altınla püskürtüldükten sonra, PHB ve nHA/ PHB yapı iskelelerinin mikro yapıları ve yüzey morfolojileri SEM ile incelenmiştir. Fareler üzerinde yapılan çalışmada, farelere anestezi uygulandıktan sonra sırttaki deri kesilerek bir cep yapılmıştır. Dört MSC-PHB iskele kompleksi ve dört MSC-nHA/PHB iskele kompleksi, dört çıplak farenin dorsal deri altlarına implant edilmiştir. Kesitler H&E ve Masson'un trikrom boyaması (MTS) ile boyanmıştır ve ışık mikroskobu ile yeni kemik oluşumu değerlendirilmiştir. İletilen ışık yüzdesi, ince tabaka fiber membranlarının (PHB ve nHA/PHB) geleneksel membran ile karşılaştırıldığında şeffaflığı önemli ölçüde arttırdığı görülmüştür. FTIR ve ağırlık analizinin her ikisi de PCL ve kollejenin, fizyolojik sıvılarla daha ileri işlemlerde ve sterilizasyon işleminde endişe etmeden kullanılabilecek stabil bir fiber kompozit sistemi oluşturmak için hidrojen bağıyla etkileşime girdiğini göstermektedir. Hayvanların hepsi hayatta kalmıştır ve reaksiyonlarında, enfeksiyonlarında veya ekstrüzyonlarında gözle görülür bir durum gözlenmemiştir. Numune yüzeyinde kan damarları açık bir şekilde görülmüştür. İskelede osteoid dokunun oluştuğunu ve saç derisinin çoğunun implantasyondan 2 ay sonra örneklerde emildiği görülmüştür. Lamine nHA/PHB iskeleleri, çok fonksiyonel sentetik kemik ECM ikameleri için rasyonel tasarıma uygun bir çözüm olarak görünmektedir.

Grande vd. (2017), bu çalışmada elektrospun nanofiber PHB bazlı matların biyofonksiyonelleşmesi fiziksel veya kimyasal yöntemlerle karşılaştırılmıştır. Fiziksel yöntem kullanılarak, bir PHB/GEL/HA karışımının basit elektrospınlemesi ve PHB/GEL çözeltisinin elektrospınlemesi ve HA dispersiyonunun elektrospınlenmesi kombinasyonu gibi iki farklı yaklaşımla tasarlanan yeni nanofiber biyokompozit malzemelerin üretimi yapılmıştır. Kimyasal yöntem olarakta hem elektro eğirme hem de elektrospreyleme işlemlerini birleştiren değiştirilmiş bir elektrospinning kullanılmıştır. Kimyasal yöntemle Ayg-Gly-Asp (RGD) dizisi, hücre gelişimini geliştirmek için fonksiyonel PHA bazlı yapı iskelelerine kovalent olarak bağlanmıştır. Elektrospınlemede iğne ucuyla toplayıcı arasındaki mesafe 25 cm, akış hızı 1 ml/h, voltaj 25 kV, döndürme hızı 2500 rpm olarak uygulanmıştır. SEM analizinden önce numuneler palladyum/platin alaşımı tabakası ile vakumla kaplanmışlardır. Ortalama fiber çapı için SEM görüntüleri, her bir görüntüden 20 rastgele seçilen ölçümler Image J yazılımı ile analiz edilmiştir. Bunun yanında TEM, FTIR analizleride yapılmıştır. Kısa vadede biyolojik araştırmalarda iskelelerin daha hızlı bir hücre evrimi ile hücre çoğalmasının meydana geldiği görülmüştür. Uzun vadeli biyolojik araştırmalarda da nHA püskürtmeli iskeleye ekilen hMSC'lerin yüksek bir biyomineralizasyon hızı geliştirdiğini göstermiştir. nHA spreyleneş çerçeve osteoblastiklerin farklılaşmayı artırma kapasitesini ve kök hücre gelişimi için kemik rejenerasyonuna uygunluğunu göstermiştir. RGD sekansı, enzimlerin veya proteinlerin daha da hareketsizleştirilmesini sağlamış ve gelişmiş hücre yapışmasını ve çoğalmasını teşvik etmiştir. Tüm PHA bazlı tamponların mekanik özellikleri insanlarınkiyle karşılaştırılmamış olsada biyoyumlu veya biyobozunur temelli polimer (3-

hidroksialllkanoat) doku rejenerasyonunda yüksek iyileştirici potansiyele sahip yüksek hMSC gelişimi ve farklılaşması için geçici destek olarak önem taşıyacağı gösterilmiştir.

Mahdavia vd. (2017), çalışmada at adipoz türevli kök hücrelerin (e-ASC'ler) nano biyoaktif cam (nBGs) kaplı poli (l- laktik asit) (PLLA) nanofiber iskelesi (nBG-PLLA) üzerindeki ostojenik farklılaşma kapasitesi araştırılmıştır. Atlar yatırıldıktan sonra cilt ve deri altı dokular, tersine çevrilmiş bir L bloğu kullanılarak %2'lik lidokain ile duyarsızlaştırılmıştır. 10-15 cm'lik bir insizyon paralel olarak ve omur kolonuna 15 cm abaxial olarak yapılmıştır. Yaklaşık 15 ml adipoz doku toplanmıştır. Elektrosinning yöntemiyle PLLA iskelesi hazırlanmıştır ve nBG'lerle kaplanmıştır. Elektrosinleme işleminde 5 ml'lik bir şırınga, iğne ucuyla toplayıcı arasındaki mesafe 15 cm, akış hızı 1 ml/h, voltaj 20 kV şeklinde uygulanmıştır. İmal edilen nanofiberler MTT, SEM ve FTIR analizleriyle karakterize edilmiştir. MTT analizi sonucunda nBGs-PLLA iskelesinde ekilmiş e-ASC'lerin proliferasyon oranının tohumlamadan sonra ( $p>0.05$ ) kaplanmamış PLLA iskeleriyle 1., 4. ve 7. günde aynı olduğunu ancak aynı TCPS grubundan daha az ( $p<0.05$ ) olduğunu göstermiştir. BG nanopartükülleri ile kaplandığında elektrosun PLLA'nın, kaplanmamış PLLA iskele ile karşılaştırıldığında üstün osteoindüktif özelliklere sahip olduğunu göstermiştir. Bu BG'lerin elektrosun nanofiberlerin biyolojik olarak aktif olduklarından ve uygulanabilirliklerinin geliştirebileceği anlamına gelmektedir.

Mahmoudi vd., (2017), çalışmada GO-modifiye nano fiber polimerleri (GO), GO nano levhalar (0-2) içeren polivinil piroldon (%15), polietilen oksit (%5) ile harmanlanmış çözeltilerin elektrosinlenmesiyle hazırlanmıştır (ağırlık olarak %). Kitosan ve PVP solüsyonları sırasıyla asetik asite damıtılmış su içinde hazırlanmıştır. Çözelti bükülebilirliğini artırmak ve yüksek homojenliğe sahip nanofiberler elde etmek için karışıma PEO çözeltisi de ilave edilmiştir. Son polimer çözeltisi CS: PVP: PEO: 80: 15: 5 hacim şeklindedir. Farklı GO süspansiyonları (ağırlıkça %0.05, 1, 1.5 ve %2) CS/PVP/PEO karışımına ilave edilip 24 saat boyunca karıştırılıp elektrosinleme işlemine alınmıştır. Elektrosinlemede iç çapı 0,55 mm'lik bir iğne, iğne ucuyla toplayıcı arasındaki uzaklık 10,11,12 ve 13 cm, uygulanan voltaj 20, 22 ve 24 kV olacak şekilde işlem gerçekleştirilmiştir. Elektrosin işlemi 0,3 ml/saat sabit bir besleme hızı ile gerçekleştirilmiştir. TEM, AFM, SEM morfolojik analiz, çekme analizi ile karakterizasyon incelemeleri yapılmıştır. AFM görüntüsünde grafit yapısının tek tek ince tabakalara başarılı bir şekilde dökülmesinin desteklendiği görülmüştür. Birkaç yüz nanometreden 60 nm' ye kadar kontrol edilebilir boyutlarda GO nano levhalar içeren kitosan bazlı nanofiberler hazırlanmıştır. %1,5 GO içeren nanofiberler kompozit membranları, MSC'lerin daha iyi yapışmasıyla birlikte gelişmiş biyo uyumluluk göstermiştir. GO nano levhalarının, yüksek konsantrasyonlu kitosan çözeltilerinin iletkenliğini ve viskozitesini önemli ölçüde değiştirdiği, böylece ortalama çapı 60 nm olan ultra ince ve uçların döndürülebilir olduğu gösterilmiştir. Canlı organizmalardaki test de fareler üzerinde yapılmıştır. Fareler traş edilip karnosus tabakası boyunca  $1.5 \times 1.5 \text{ cm}^2$  deriden

kesilmiştir. Yaralara  $2 \times 2 \text{ cm}^2$  nano fiber matlar yerleştirilmiştir. 14 gün sonra alan incelenmiştir. İncelemeler sonucunda gözenekli yapıya ve doğal cilde yakın mekanik ve fiziksel özelliklere sahip yeni GO/CS bazlı fiber membranların geçici cilt grefti ve/veya doku mühendisliği iskeleleri için umut verici adaylar olabileceği sonucuna varılmıştır.

Zhang vd. (2017), burada, poli-3-hidroksibütirat-co-3-hidroksivalerat (PHBV) / poliakartik asitten (PAA) oluşan yeni bir iskele, elektrospinleme ile imal edilip ve nano-hidroksiapatit (nHA), kemik dokusu yenilenmesi için kalsiyum-fosfat daldırma işlemi ile biriktirilmiştir. Elektrospinleme işleminde standart 5 ml'lik şırınga, 13 kV'lık voltaj, 1 ml/h'lık akış hızı, iğne ucuyla toplayıcı arasındaki mesafe 12 cm olarak uygulanmıştır. BTE için potansiyel osteokondüktif elektrospin yapı iskelelerini imal etmek için yeni bir biyolojik kimyasal çöktürme stratejisi uygulanmıştır. Morfoloji, hidrofilik, çekme testi ve fonksiyonel grup tespitinin sonucunda, PHBV / PAA-nHA yapı iskeleleri gibi akıllı biyomalzemelerin uygun fiziksel ve kimyasal özelliklere sahip kemik dokusu onarımı için uygulanabileceği kanıtlanmıştır. Ayrıca, orijinal hücre yapışması, proliferasyon ve diğer osteojenik mineralizasyona uygun olarak, hFOB'un nanofiber yüzeyler üzerindeki in vitro tepkileri araştırılmıştır. Bu değerlendirmeden, biyokompozit PHBV / PAA-nHA yapı iskelelerinin kemik dokusu rejenerasyonu için potansiyel uygulamasını onaylamıştır, çünkü nHA depolaması oldukça pürüzlü bir yüzey sağlamıştır ve hücreler ve biyoseramikler arasında doğrudan ve etkili etkileşimler sağlamıştır.

Naghieh vd., (2017), araştırmada poli (laktik asit) (PLA) mikro destekler ve nanokompozit jelatin forsterit fiber tabakaları içeren hiyerarşik yapı iskeleleri, kaynaşık biriktirme modellemesi (FDM) ve elektrospinleme (ES) kullanılarak sırasıyla geliştirilmiştir. FDM makinesi tarafından ilk ve ikinci PLA iskele katmanlarının imal edilmesiyle, nanocomiteit jelatin forsterit fiber tabakası iskelenin tepesinde elektrospin olmuştur. Elektrospinlemede 1 ml/h'lık akış hızı, iğne ucuyla toplayıcı arasında 18 cm'lik mesafe, 1 ml'lik standart şırınga, 17 kV'lık voltaj kullanılmıştır. Kemik dokusu mühendisliği uygulaması için nanokompozit jelatin forsterit fiber tabakası ile birleştirilmiş yeni PLA mikrofiber yapı iskelelerinin geliştirilmesine odaklanılmıştır. Bu çalışmanın ana yeniliği olarak, PLA'ninkinden daha düşük gözenek boyutuna sahip PLA / jelatin-forsterit iskele oluşumuna vurgu yapılmıştır. FDM ve ES kullanılarak imal edilen hiyerarşik yapı iskelelerinin, jelatin matris içinde yer alan forsterit nano kristal varlığı nedeniyle saf olandan ziyade elastik modülde %52 artış gösterdiği gösterilmiştir. Ek olarak, PLA / jelatin forsterit yapı iskelelerinin SBF çözeltisine daldırılması, desteklerin yüzeyinde belirgin kemik benzeri apatit oluşumunu göstermiştir. Önerilen iskele yapılarının, bir kombinasyon eğilimi kullanılarak üretilen bir biyo-kompozit olarak, uygun mekanik ve biyolojik özellikler sağladığı sonucuna varılmıştır. PLA ve jelatin forsterit iskeleleri uygun mekanik ve biyolojik özelliklere sahip olduğundan, böylece maksillofasiyal uygulamalarda biyoaktif kemik ikamesi olarak uygulanabilmektedir.

Scaffaro vd. (2018), grafen nano trombositleri (GnP) ile doldurulmuş, hizalanmış ve rastgele olarak yönlendirilmiş polilaktik asit (PLA) biyokompozit nanofiber matları elektrospindleme ile hazırlanmıştır. Bu çalışmada elektrospindlemede 10 cm'lik bir cam şırınga, 19 ayar paslanmaz çelik iğne, akış hızı 1 ml/h, iğne ucu ile toplayıcı arasındaki mesafe 13 cm, sağlanan yüksek voltaj 17 kV, sıcaklık 26 C° ve bağıl nem %40 olarak uygulanmıştır. Morfolojik analizi, SEM, fiber çapı tespiti, diferansiyel taramalı kalorimetre analizi (DSC), termogravimetrik analiz (TGA), çekme analizi ile yapı incelemeleri yapılmıştır. İncelemeler sonucunda PCI / GnP süspansiyonlarının kompleks viskozitesinin artması, temiz PLA matlara kıyasla ortalama fiber çapının artmasına neden olmuştur. PLA'ya GnP'lerin eklenmesinin, malzemelerin elastik özelliklerinde önemli bir iyileşmeye neden olduğu görülmüştür. Polimer matrisindeki artık çözücünün, GnP'nin çözücü karışımının buharlaşma hızını azaltma yeteneğine göre GnP miktarının artması üzerine arttığı bulunmuştur. Aynı hızda ve rastgele yönlendirilmiş matlarda GnP'lerin PLA elektrospun matlarına dahil edilmesinin, temiz PLA ile karşılaştırıldığında kompozitlerin daha iyi bir termal stabilitesine yol açtığı görülmüştür. Hem hizalı hem de rastgele yönlendirilmiş matların DSC analizi benzerdir ve GnP'lerin PLA için bir çekirdek maddesi olarak görev yapan kompozitlerin kristallliğini hafifçe arttırabildikleri görülmüştür.

Didekhanian vd. (2018), biyolojik olarak parçalanabilen ve biyoyumlu poli (L-laktid) ile birlikte bir biyoseramik olarak istiridye kabuğu (OS), yeni bir doku mühendisliği kompoziti hazırlamak için kullanılmıştır. PLLA/OS çözeltisinde %7 (ağırlık/hacim) konsantrasyonuna sahip PLLA, bir klorform ve DMF karışım çözücü içinde 3:1 oranında çözölmüştür. Daha sonra OS, PLLA çözeltisinde ultrasonik olarak dağıtılmış ve homojen PLLA/OS kompozit çözeltileri elde etmek için sürekli mekanik karıştıma yapılmıştır. Hazırlanan kompozit çözelti elektrospindleme işlemine alınmıştır. Elektrospindlemede 5 ml'lik bir şırınga kullanılmış ve voltaj 18 kV olarak uygulanmıştır. Numunelerin morfolojisi, gözenekliliği, su temas açısı ve mekanik özellikleri incelenmiştir. SEM sonuçları, elektrostatik tomurcukların nanoyapılı olduklarını ve OS'nin fiber eksenini boyunca yönlendirildiğini göstermiştir. ATR-FTIR analizleriyle PLLA içerisindeki OS'lerin varlığı ortaya konmuştur. PLLA/OS ölçümleri, kök hücrelerin yapışmasını ve çoğalmasını desteklemiştir. AT-MSC'nin osteojenik farklılaşması kontrol yüzeyleri ile karşılaştırıldığında PLLA/OS'de arttığı gözlemlenmiştir. PLLA/OS nanofiberlerin kemik doku mühendisliği uygulamaları için uygun tarayıcılar olarak hizmet verme kabiliyetine sahip oldukları gösterilmiştir.

Ghelicha vd., (2018), çalışmada PVP/Zr (OPr)<sub>4</sub> liflerinin üretilmesi için sırasıyla eğirme yardımcısı ve zirkonyum kaynağı olarak polivinilpirrolidon ve zirkonyum (IV) propoksikitten elde edilen karışık bir çözeltinin elektrospindlemesi ile yeni bir yaklaşım uygulanmıştır. Elde edilen çözelti elektrospindleme işlemine alınmıştır. Burada 2 ml'lik plastik bir şırınga, 12-15 kV'luk voltaj kullanılarak nano lifleri toplamak için iğne ucunun altına yassı bir alüminyum folyo parçası

yerleştirilmiştir. Elde edilen malzemeler TGA, SEM, EDX, XRD ve FTIR teknikleri ile karakterize edilmiştir. İncelemeler sonucunda, birkaç inç uzunluğunda 1-D nano lifler 98 nm çapıyla elde edilmiştir. Scherer yöntemi kullanılarak ortalama kristalit  $ZrO_2$  partikül boyutunun kalsinasyon sıcaklığını 650 °C'den 850 °C'ye yükseltilerek 15'ten 29 nm'ye yükseldiği görülmüştür. Lif formundaki mevcut malzeme özellikle, diş kompozitleri ve kemik dokusu mühendisliği gibi biyolojik uygulamalarda kullanılan takviye elemanlarda yararlı olacağı kanısına varılmıştır.

Perumal vd., (2020), çalışmada elektroegirme yöntemiyle nano magnezyum fosfat (nMP) pullarının hazırlanması açıklanmıştır. Nanokompozit solüsyonu için %10 w/v PCL, DMF/kloroform 1:3 oranında hazırlanan çözücüde çözündürülmüştür. %10 nHA ve magnezyum fosfat tozu metanol içerisinde çözündürülüp %20 w/v oranındaki PCL/HPG 24 saat boyunca oda sıcaklığında manyetik karıştırıcıda karıştırılmıştır. Kullanılan elektroegirme parametreleri 9-13 kV gerilim, 500 µl/dak besleme hızı, şırınga ucuyla tambur arasındaki mesafe 11 cm olarak ayarlanmıştır. FITR analizi sonucunda hidroksil grup (-OH) ve C-C gerilemesi 3434-1649  $cm^{-1}$  aralığında olduğu saptanmıştır. Karbonil grup (C=O) 1730  $cm^{-1}$ , 1157-1290  $cm^{-1}$  aralığında C-O-C ve C-C gruplarının bulunduğu gözlemlenmiştir. 1242  $cm^{-1}$  ve 1160  $cm^{-1}$  piklerinde asimetrik O-C-O, simetrik C-O-C gerilemesi olduğu görülmüştür. FTIR analizi PCL, nHA ve nMP'in nanokompozit liflerinde olduğunu göstermiştir. nMP ve HPG polimerlerinin nanoliflerinde öncelikle erime sıcaklığının etkili olduğu DSC analizleri sonucunda gösterilmiştir. Bunun nedeni  $Mg^{+2}$  ve HPG içindeki -OH grubu içerisindeki reaksiyon sonucu eksik kristalleşmeye yol açtığı düşünülmektedir. TGA analizinde PCL, PCL/nHA, PHAMP ve PGHAMP liflerinde %69-83,6-89,3-89,6 kütle kaybının olduğu ortaya koyulmuştur. EDX analizinde magnezyum, fosfor ve oksijen elementlerinin olduğu pikler üzerinde gösterilmiştir. Çalışma sonucunda PGHAMP nanokompozit liflerinin doku mühendisliği ve ilaç sanayi alanı için potansiyel bir biomimetik materyal olduğunu ortaya koymuştur

## 4. METARYAL METOT

### 4.1. Kullanılan Metaryaller

Tezde biyoseramik olarak kullanılan HA doğal kaynak olan sığır kemiğinden (femur veya uyluk) üretilmiştir. Femur kemiği kasaptan alınmış olup 4,2 kg'dır. Elde edilen HA üretilen kompozite takviye olarak kullanılmıştır. Biyokompozitlerin üretiminde, 60000 g/mol PLA (%98 şeffaflıkta Sigma-Aldrich/Türkiye) ve molekül ağırlığı 60000 g/mol PCL (%97 saflıkta Sigma-Aldrich/Türkiye) kullanılmıştır. Çözücü olarak molekül ağırlığı 88,105 g/mol Etil Asetat ( $C_4H_8O_2$ ) (Sigma-Aldrich / Türkiye), Dimetilformamit (DMF-HCON ( $OH_3$ )<sub>2</sub>) (Sigma-Aldrich / Türkiye), molekül ağırlığı otuz iki nokta iki g/mol Metanol ( $CH_3OH$ ) (Sigma-Aldrich/Türkiye) ve molekül ağırlığı 119.38 g/mol Kloroform ( $CHCl_3$ ) (Sigma-Aldrich/Türkiye), gibi çözücülerle elde edilmiştir. Elektroegirme yönteminde lif oluştururken toplayıcı üzerine alüminyum folyo serilerek lifler toplanmıştır.

#### 4.1.1. Sığır Kemiğinden HA'in Hazırlanması

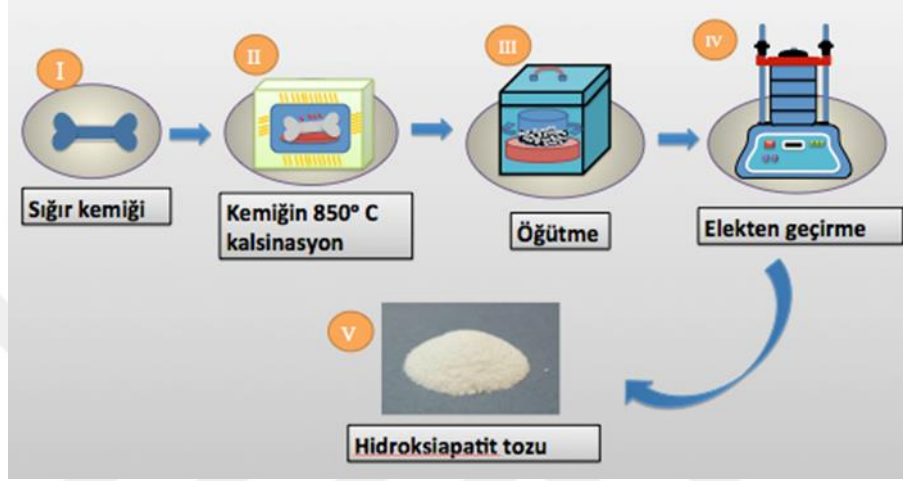
Sığır kemiği, temin edildikten sonra içerisindeki mikroorganizmalardan temizlemek için 7 gün boyunca kaynatıldı. Daha sonra 72 saat atmosfer ortamında kurumaya bırakılan kemik parçaları fırınlanmak için hazır hale getirilirdi (Şekil 4.1).



Şekil 4.1. Femur kemiğinin kaynatılıp mikroorganizmalardan uzaklaştırılması

HA tozu femur kemiğinin kalsine edilip öğütülmesiyle elde edilecektir. Sığırın femur kemiği önce kaynatılarak üzerindeki dokulardan temizlendikten sonra, kaynatılarak üzerindeki bütün mikroorganizmalardan uzaklaştırıldı. Şekil 4.1'de femur kemiğinin kaynatıldığı

mikroorganizmalardan uzaklaştırılması gösterilmiştir. Temizlenme işleminden sonra arındırılmış örnekler Şekil 4.3’de görüldüğü gibi 4 saat boyunca 850°C’de ısıtılma işlemine tabi tutulmuştur. Sinterleme dediğimiz bu süreçten sonra kemik ince bir toz elde edilene kadar değirmende öğütüldü. 200  $\mu$ ’luk elekten geçirildikten sonra HA tozları elde edildi (Şekil 4.4). Bütün işlemlerin genel özet şablonu Şekil 4.2’de gösterilmiştir.



Şekil 4.2. HA üretim şeması



Şekil 4.3. Femur kemiğinin 850 °C derecede pişirme anı ve soğumasından sonrası



**Şekil 4.4.** 200 mikronluk eleğin kullanıldığı eleme makinası

#### 4.1.2. Biyokompozit Üretimi İçin Gerekli Solüsyonların Hazırlanması

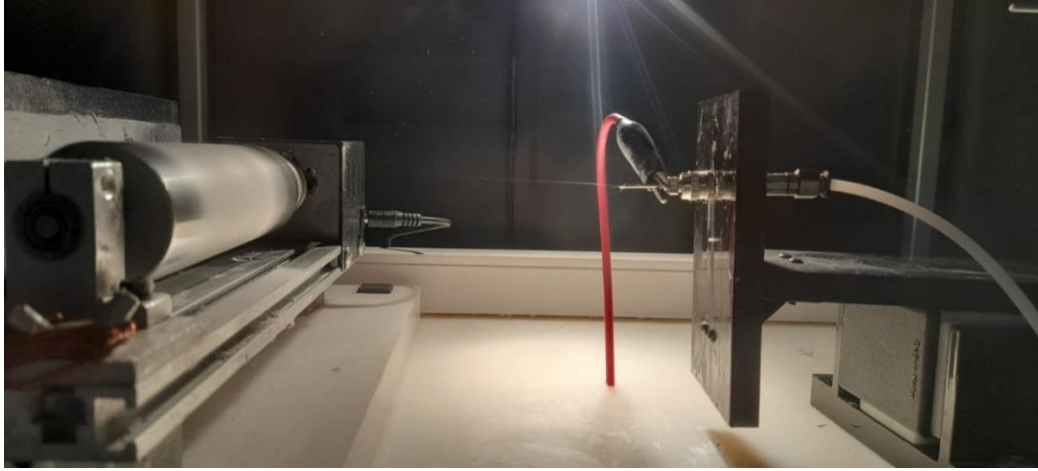
Farklı oranlarda PCL (polycaprolactone) ile HA katkılı polimerik çözelti oluşturulması, elektrospinning metodu kullanılarak nanolif membran yüzeyli biyokompozit malzeme elde edilmesi; %10 w/v PLA, 10 ml kloroform/aseton (9:1 karışım) çözeltisine katılarak oda sıcaklığında 30 dakika karıştırılarak elektroegirme solüsyonu hazırlanıp, aynı solüsyona farklı konsantrasyonlarda %2, %4, %6 PCL polimeri ile birlikte farklı oranlarda %2, %4 HA eklenmiştir. Böylece elektroegirme işlemi için gerekli çözelti oluşturulmuş oldu. Oluşan çözeltiler şırıngaya 10 ml seviyesine kadar dolduruldu ve elektro egirme (Elektrospinning) cihazına bağlanarak, sistem parametreleri girildi. Çalışma mesafesi 15 cm olarak, 10 ml'lik şırıngaya doldurularak çözeltiler ayrı ayrı, 20 kV'lık voltaj ayarında yapılmıştır (Şekil 4.5). Bu üretim parametre değerleri ilgili çalışmalar taraması sonucunda ve ön deneyler neticesinde elde edilen değerlerdir. Sonuç olarak nanolif membran yüzeyli biyokompozit malzeme elde edilmiştir (Şekil 4.6). Tablo 4.1'de deney için kullanılan parametreler gösterilmiştir.

**Tablo 4.1.** Deney tasarımı

| PLA Oranı<br>(%w/v) | HA Oranı<br>(%w/v) | PCL Oranı<br>(%w/v) | Mesafe (cm) | Besleme hızı<br>(µl/dak) | Tambur dönme<br>hızı (dev/dak) |
|---------------------|--------------------|---------------------|-------------|--------------------------|--------------------------------|
| %10                 | %2                 | %2                  | 15          | 50                       | %42                            |
| %10                 | %2                 | %4                  | 15          | 50                       | %42                            |
| %10                 | %2                 | %6                  | 15          | 50                       | %42                            |
| %10                 | %4                 | %2                  | 15          | 50                       | %42                            |
| %10                 | %4                 | %4                  | 15          | 50                       | %42                            |
| %10                 | %4                 | %6                  | 15          | 50                       | %42                            |



Şekil 4.5. Elektrospinning cihazında voltaj, pompa basınç hızı, tambur döndürme hızı ayarlama paneli



Şekil 4.6. Nanolif üretimi

## 4.2. Yapısal Karakterizasyon Çalışmaları

### 4.2.1. FTIR Analizi

Üretilen biyokompozitlerin ve biyoseramiklerin FTIR analizleri Thermo Scientefic marka Nicolet IS 5 model analiz cihazında yapılmıştır. Cihazda gönderilen ışık yoğunluğuna göre dalga sayısı ölçüldükten sonra bu dalga sayılarına göre numunelerin moleköl yapıları hakkında analiz yapılmıştır.

#### **4.2.2. Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM)/EDX Analizi**

Zeiss marka EVA MA10 model SEM cihazında üretilen numunelerin görüntüleri elde edildi. Taramalı elektron mikroskobu (SEM) analizinde elektron demeti yardımıyla farklı büyüklüklerde numunelerden istenilen görüntü elde edilerek bilgisayara aktarılır. Aktarılan görüntüler sonucunda numunelerin lif yapıları hakkında analizler gerçekleştirilir. EDX analiziyle de numunenin herhangi bir noktasındaki kimyasal bileşimler incelenebilmektedir.

#### **4.2.3. DSC Analizi**

Diferansiyel taramalı kalorimetre (DSC) analizinde Hitachi DSC 7010 marka cihaz kullanılarak, numunenin ısı kapasitesinin ( $C_p$ ) sıcaklıkla değişimi incelenmektedir. Endotermik ve ekzotermik reaksiyonlarla bu kapasitedeki ( $C_p$ ) değişimler incelenmektedir.

#### **4.2.4. TGA/DTA Analizi**

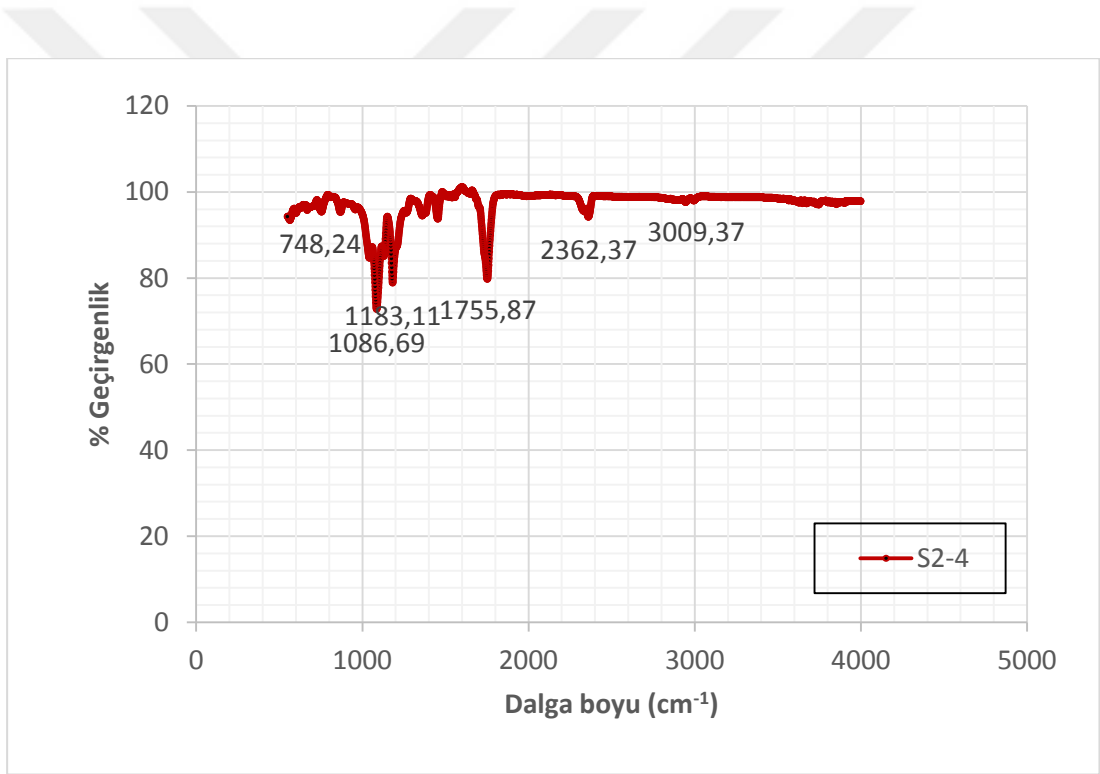
Diferansiyel termal analiz (TGA/DTA) enerji değişimleriyle numunelerde termal analiz yapılan bir incelemedir. Perkin Elmer Pyris TG/DTA marka cihaz incelemelerde kullanılmıştır. Sıcaklığın kontrollü bir şekilde kullanıldığı, bu sıcaklık farklarından sonra oluşan kütle kayıplarını ortaya çıkaran analiz çeşididir.

## 5. MATERYAL VE METOT

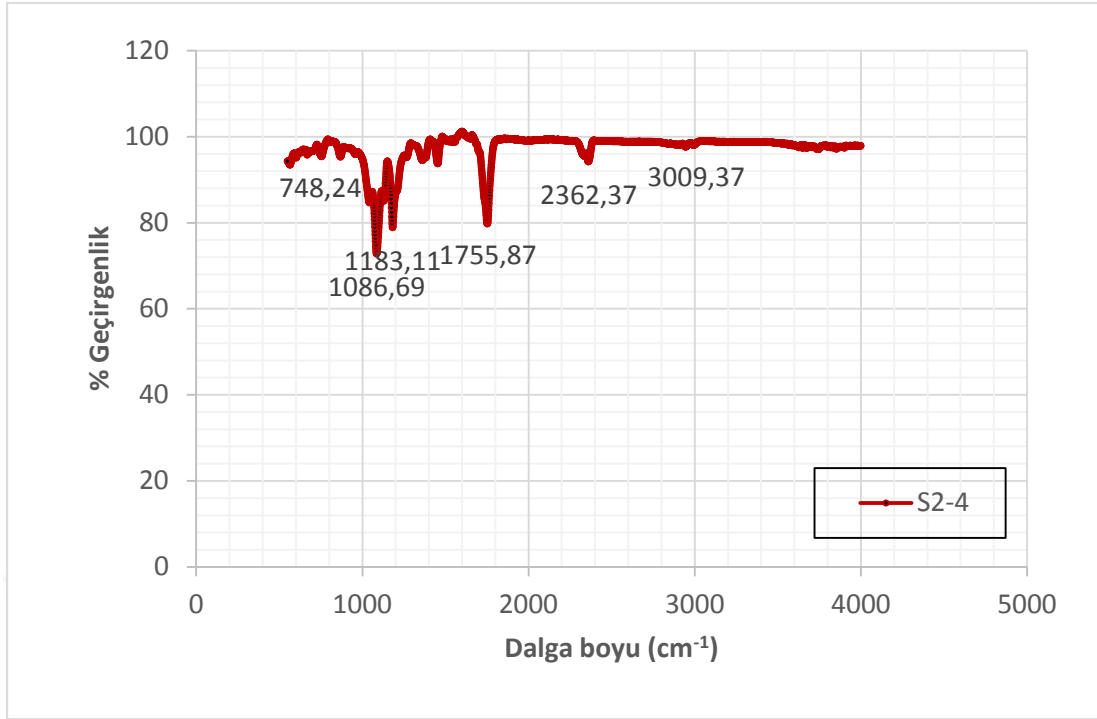
### 5.1. Biyoseramik ve Biyokompozitlerin Karakterizasyonu

#### 5.1.1. FT-IR (Fourier Transform Infrared Spektrofotometre) Analizi Sonuçları

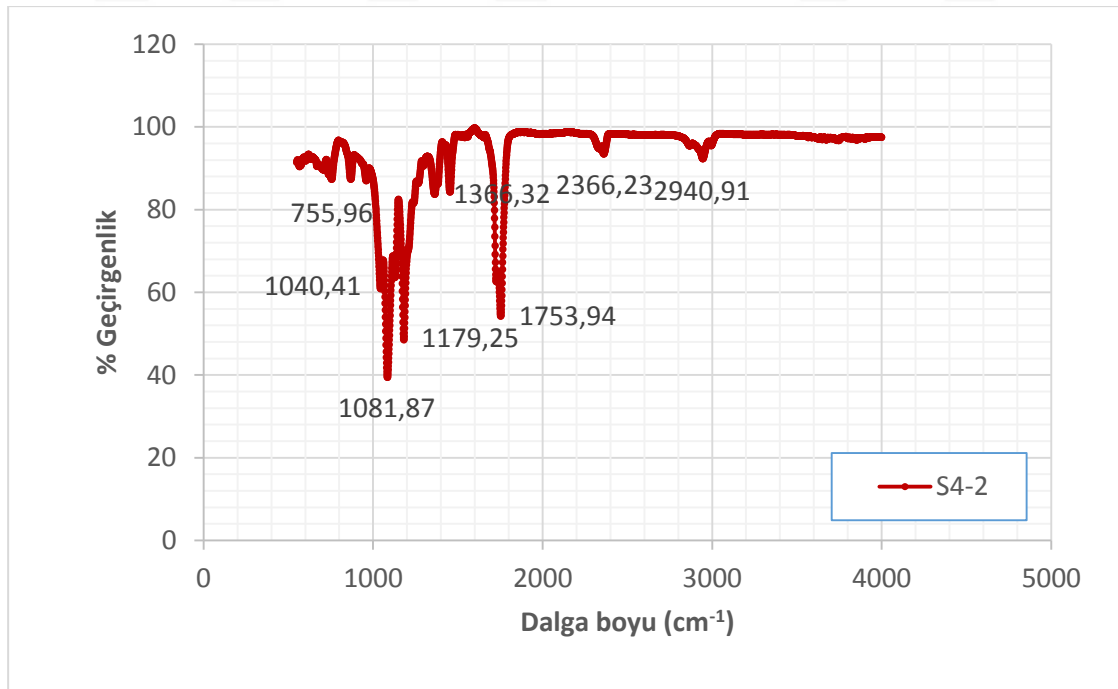
FT-IR analizinde incelenmek istenen numunenin oluşturduğu molekül içi bağların üzerine kızılötesi ışınlar düşürülür. Bu ışınlar, bağların titreşim yapmasıyla ve dönme yaparak hareket etmesiyle absorbe edilir. Bu analiz sayesinde numunenin moleküler yapısında oluşan fonksiyonel gruplar tespit edilir. Kimyasal yapılarında oluşan değişimin veya oluşan etkileşimin incelemesi yapılır.



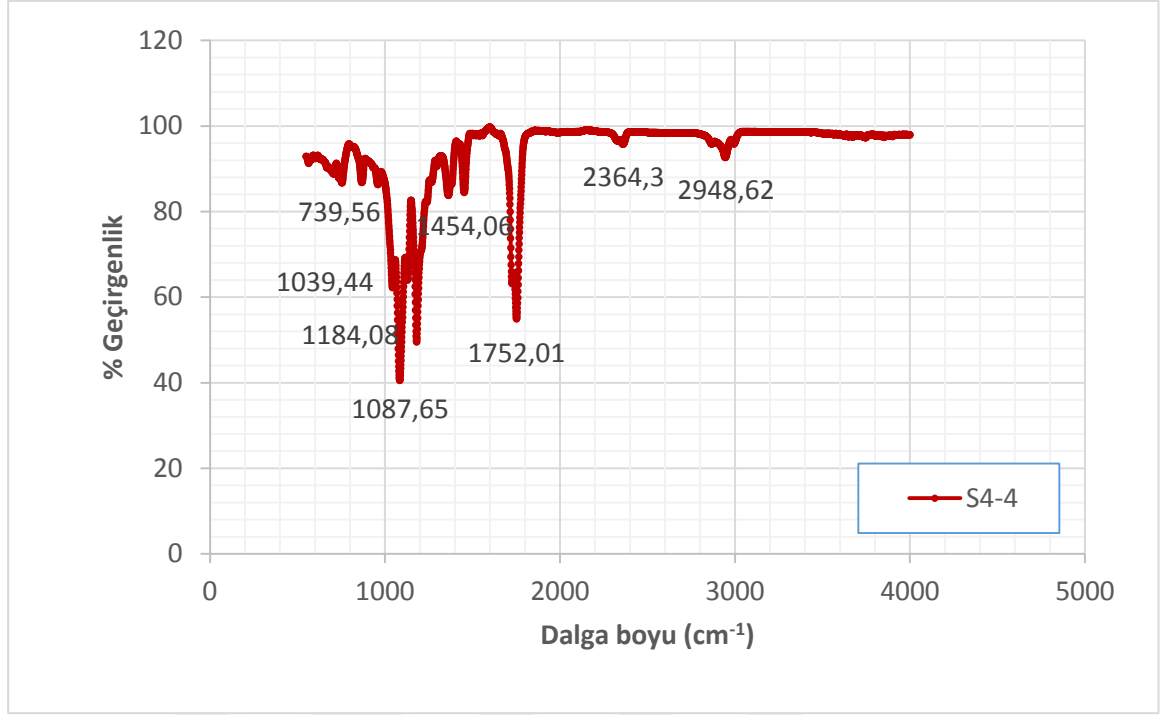
Şekil 5.1. %2PCL, %4 HA eklenen numune FT-IR analiz sonucu



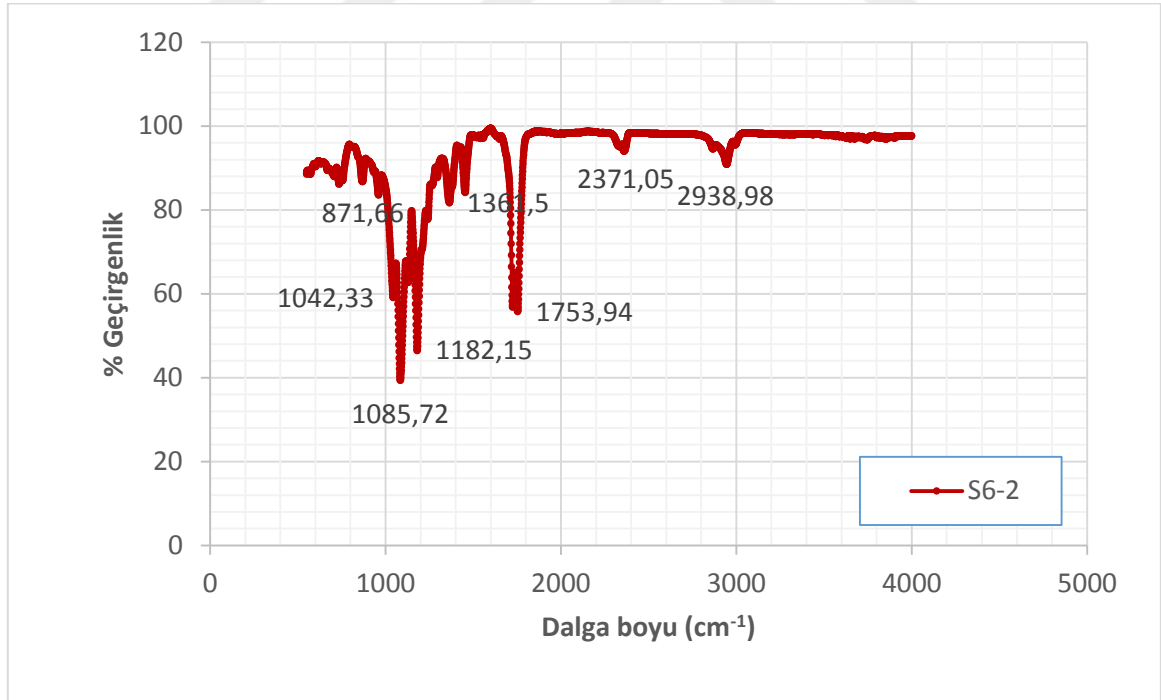
Şekil 5.2. %2PCL, %2 HA eklenen numune FT-IR analiz sonucu



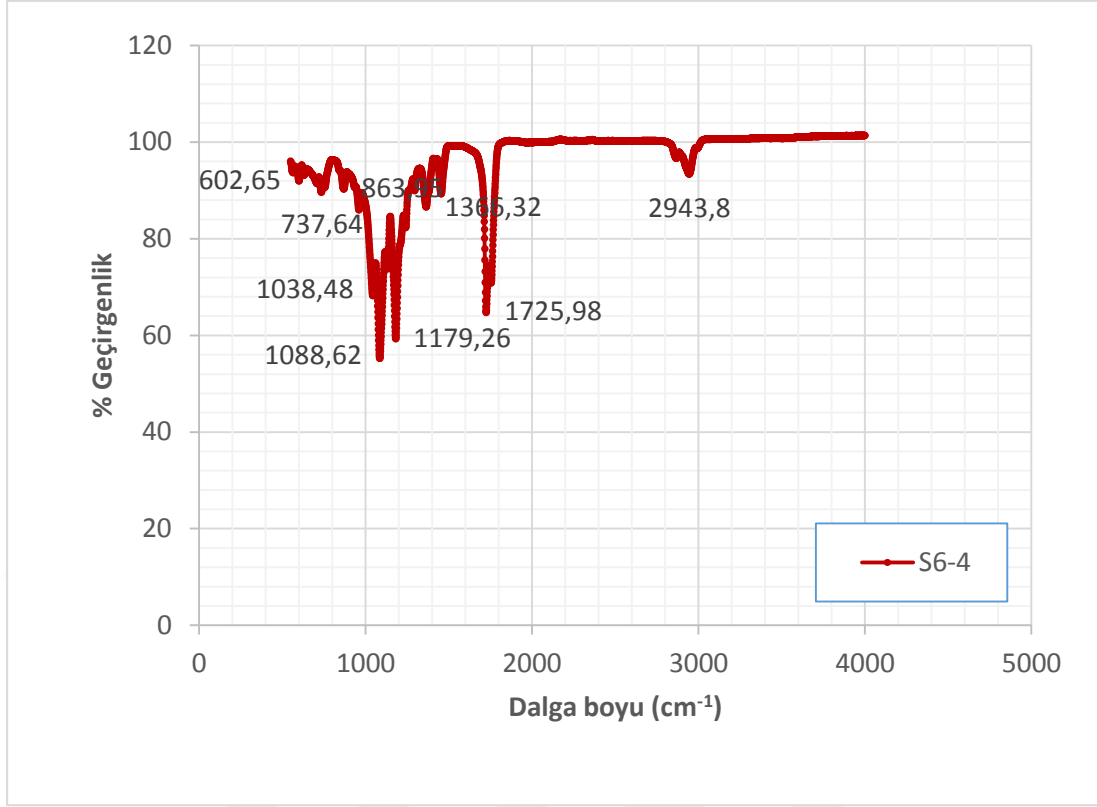
Şekil 5.3. %4PCL, %4 HA eklenen numune FT-IR analiz sonucu



Şekil 5.4. %4PCL, %4 HA eklenen numune FT-IR analiz sonucu



Şekil 5.5. %6PCL, %2 HA eklenen numune FT-IR analiz sonucu



**Şekil 5.6.** %6 PCL, %4 HA eklenen numune FT-IR analiz sonucu

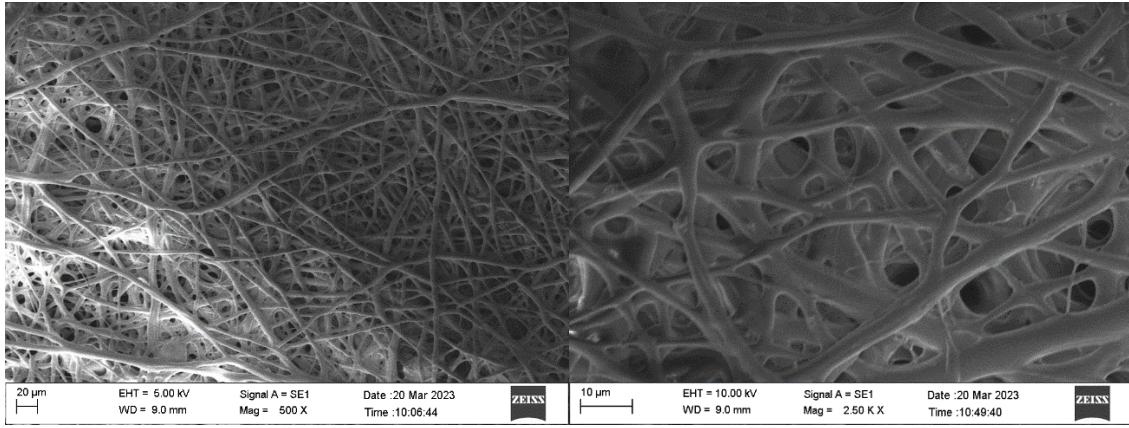
FT-IR analiz sonuçları incelendiğinde tüm deney sonuçlarında olağandışı bir farklılığa rastlanmamıştır (Şekil 5.1-Şekil 5.6). 2700-3200  $\text{cm}^{-1}$  bandında karşılaşılan piklerde O-H (alkol) gerilemesine ait olduğu (Şekil 5.4-Şekil 5.5), 2000-2400  $\text{cm}^{-1}$  bandında karşılaşılan piklerde O=C=O (karbondioksit) gerilemesine ait olduğu (Şekil 5.2), 1650-2000  $\text{cm}^{-1}$  bandında karşılaşılan piklerde C=O (vinyl/phenyl ester) gerilemesine ait olduğu (Şekil 5.3), 1000-1400  $\text{cm}^{-1}$  bandında karşılaşılan piklerde C-O (ester) gerilemesine ait olduğu, 755±20  $\text{cm}^{-1}$  bandında karşılaşılan piklerde C-H eğilmesine ait olduğu söylenebilir (Şekil 5.6). PCL'nin Moleküler formülü  $(\text{C}_6\text{H}_{10}\text{O}_2)_n$  ve Polilaktik asit veya polilaktit (PLA) omurga formülü  $(\text{C}_3\text{H}_4\text{O}_2)_n$  ya da  $[-\text{C}(\text{CH}_3)\text{HC}(=\text{O})\text{O}-]_n$  olduğu dikkate alınır, birbirinden oldukça farklı piklerin oluşmamasının sebebi, analizi yapılan deney numunelerinin moleküler yapısını koruduğunu ve numuneyi oluşturmuş bileşenlerde yalnızca fiziksel bir reaksiyon gerçekleştiği ve kimyasal bir reaksiyonun gerçekleşmediği şeklinde açıklanabilir.

#### 5.1.2. Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM)/ EDX Analizi

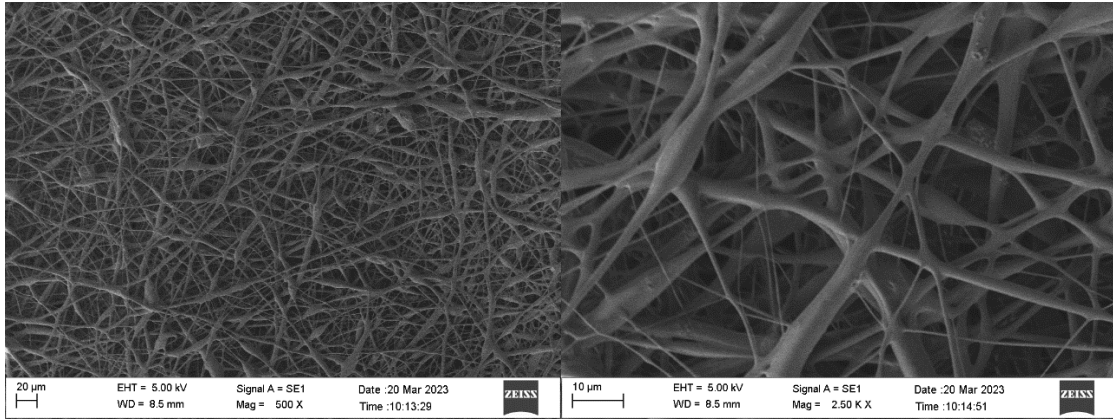
Yapılan çalışmada PLA matrisine %2, %4 ve %6 farklı oranlarda PCL ve %2, %4 HA eklenerek farklı kimyasal kompozisyonlarda nanolifli polimer esaslı biyokompozit üretilmiştir. Elde edilen kompozitlerin SEM görüntüleri incelenmiştir.

Şekil 5.7’de farklı büyültmelerde alınan %2 HA takviyeli %2PCL-%10 PLA kompozitinin SEM görüntüsü verilmektedir.

Üretilen liflerin üniform bir şekilde oluştuğu rastgele yönlendiği topaklanmanın oluşmadığı görülmüştür. Ancak oluşan liflerin hepsinin aynı kalınlıkta olmadığı görülmektedir. Bu yapılanma membran özelliği açısından herhangi bir öneme sahip değil iken amaçlanan, aynı kalınlığa sahip üniform liflerin oluşumunu elde etmektir. SEM görüntüsünde ana dallanmaların mevcut olup bunların birbirine ikincil dallanmalar ile bağlandığı görülmektedir. Fiberlerdeki ana dallanmalar esas iskeleti oluştururken ikincil dallanmalar ise bağlantıyı oluşturmaktadır. Bu yapılanma membran olarak kullanım için uygundur.



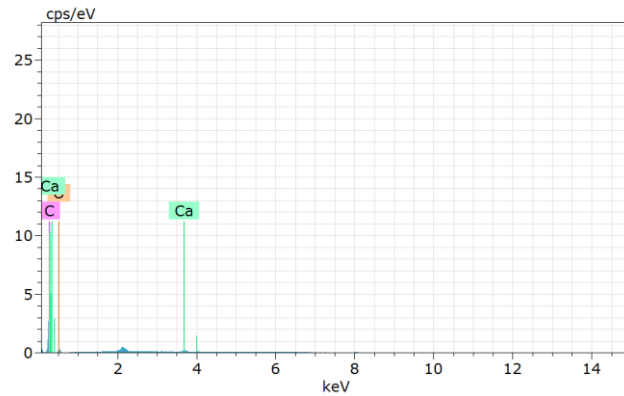
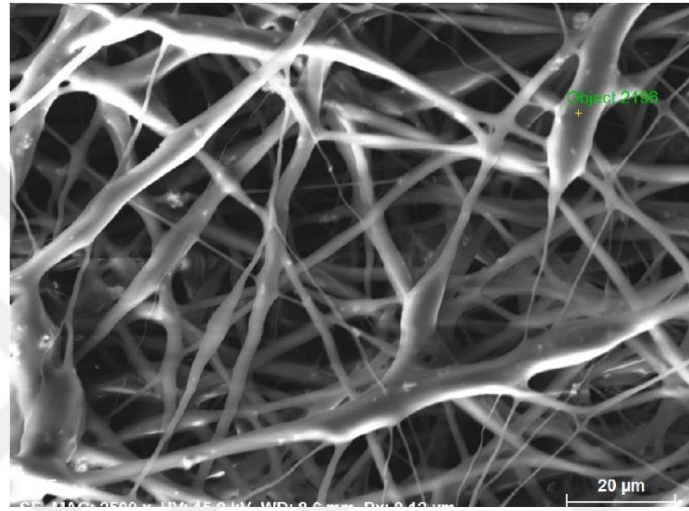
Şekil 5.7. %2 HA takviyeli %2PCL-PLA kompozitinin SEM görüntüsü



Şekil 5.8. %4 HA takviyeli %2 PCL-PLA kompozitinin SEM görüntüsü

%2 HA takviyeli %4 PCL-%10 w/v PLA kompozitinin SEM görüntülerinde liflerin oluşumunda yer yer incelmeler ve kalınlaşmaların (boncuk oluşumu) olduğu görülmüştür (Şekil 5.8). Solüsyonda kullanılan HA ve PCL oranlarının değiştirilmesinin yanında voltaj ve iğne

ucuyla tambur arasındaki mesafenin bu duruma etki ettiği görülmüştür. HA miktarının %2'den %4'e artırılmasıyla beraber liflerin çapları arasındaki farklılıklar arttığı ve bazı fiberlerin çok ince bazılarının ise çok kalın olarak meydana geldiği ve kalın liflerde ise bölgesel kısımlarda boncuk oluşumunun meydana geldiği görülmüştür. HA miktarının artırılması liflerin çap üniformluğunu bozduğu görülmektedir. Liflerde görülen boncuk oluşumu ise istenilmeyen bir durumdur. Bu ise ideal şartlarda elektroegirme işleminin yapılmadığı anlamına gelir. Ayrıca boncuk oluşumu ideal yapı olan membran yapı dokusunu bozmaktadır.



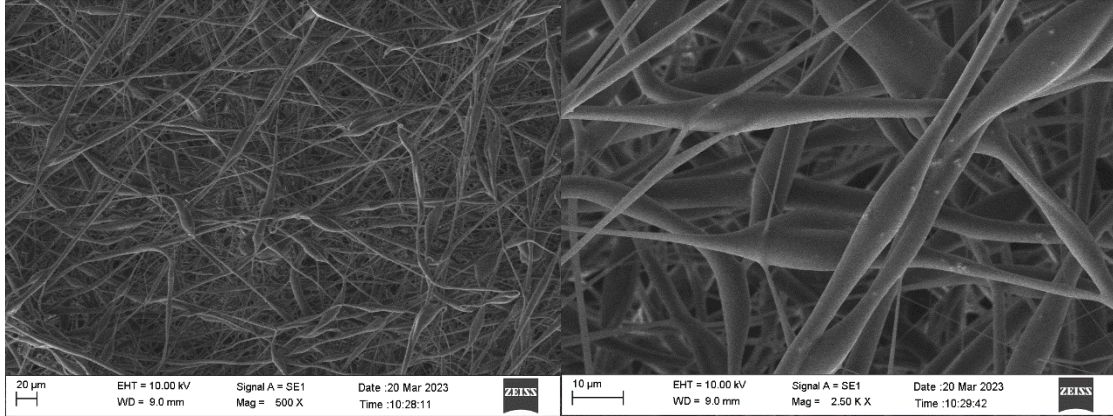
Spectrum: Object 2196

| El | AN | Series   | Net unkn. | C norm. | C Atom. |
|----|----|----------|-----------|---------|---------|
|    |    |          | [wt.%]    | [wt.%]  | [at.%]  |
| C  | 6  | K-series | 50916     | 74.84   | 81.45   |
| O  | 8  | K-series | 5032      | 21.08   | 17.22   |
| Ca | 20 | K-series | 4466      | 4.08    | 1.33    |

**Şekil 5.9.** %2PCL, %4 HA eklenen numunenin 2196 noktasal analiz sonucu ve elementel pikler

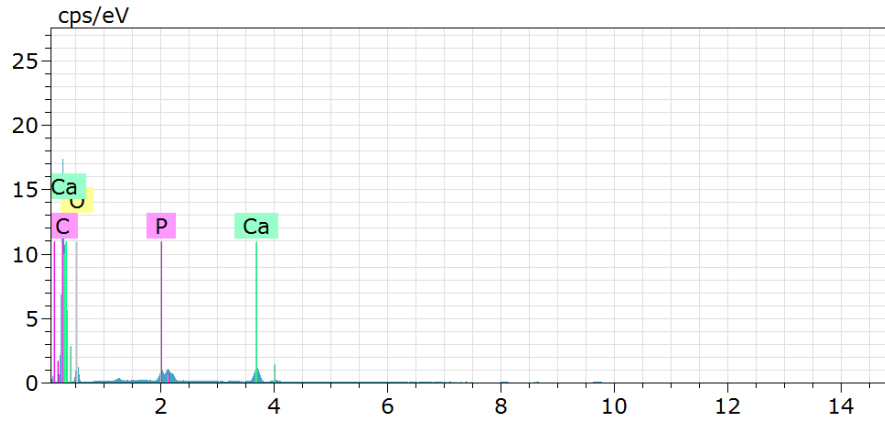
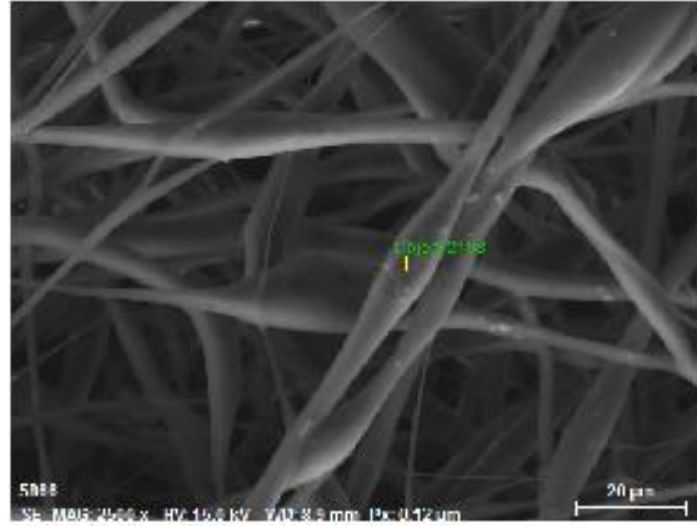
EDX (Enerji Dağıtıcı X ışını, Energy Dispersive X-Ray), analiz yapılmak istenen numunenin tahrip edilmeden elementel yapısının görüntülenmesini sağlayan bir analiz

yöntemidir. Nano mertebede numuneler üzerinde analiz yapma imkânı sunar. Malzemenin içyapısının hangi elementlerin oluşturduğunu görüntüleme olanağı sağlar. Şekil 5.9’da %4 HA takviyeli %2 PCL-%10 w/v PLA kompozitine ait EDX analizi verilmiştir. EDX analizleri incelendiği zaman C-Ca-O elementel pikleri görülmektedir. Elde edilen bu değerler ise FT-IR sonuçları ile uyumlu olduğu görülmektedir.



**Şekil 5.10.** %2 HA takviyeli %4 PCL-PLA kompozitinin SEM görüntüsü

Şekil 5.10’da görülen SEM görüntüleri solüsyonuna %2 HA takviyeli %4 PCL-%10 w/v PLA kompozitine aittir. Alınan görüntüler %2 HA takviyeli PCL kullanılan kompozit numunesindeki gibi yer yer incelme ve kalınlaşmalar oluştuğu, liflerin üzerinde topaklanmalar mevcut olduğu görülmüştür. Şekil 5.10, %2 HA takviyeli %4 PCL-%10 w/v PLA kompozitinin SEM görüntüsü Şekil 5.7 ile karşılaştırma yapıldığında PCL miktarının artmasıyla birlikte yapılanmadaki boncuk oluşumunun mevcut olduğu görülmüştür Bunun HA biyoseramiğinin homojen bir şekilde karıştırılmaması ve lif üretimi sırasında HA’nın dibe çökerek çözeltinin konsantrasyonunu değiştirdiğinden kaynaklandığı düşünülmektedir.

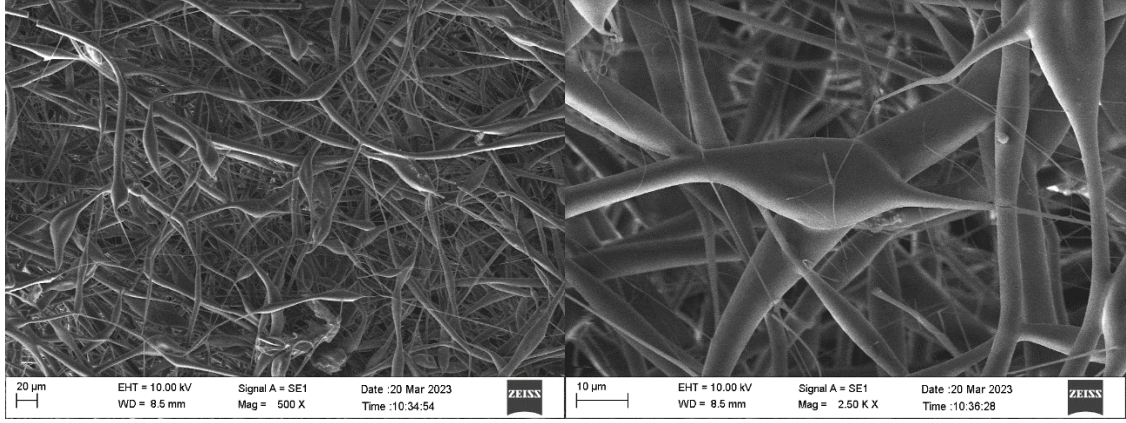


Spectrum: Object 2198

| El | AN | Series   | Net un. | C norm. | C Atom. |
|----|----|----------|---------|---------|---------|
|    |    |          | [wt.%]  | [wt.%]  | [at.%]  |
| C  | 6  | K-series | 111920  | 73.55   | 82.00   |
| O  | 8  | K-series | 10696   | 17.72   | 14.83   |
| Ca | 20 | K-series | 18368   | 6.23    | 2.08    |
| P  | 15 | K-series | 11026   | 2.50    | 1.08    |

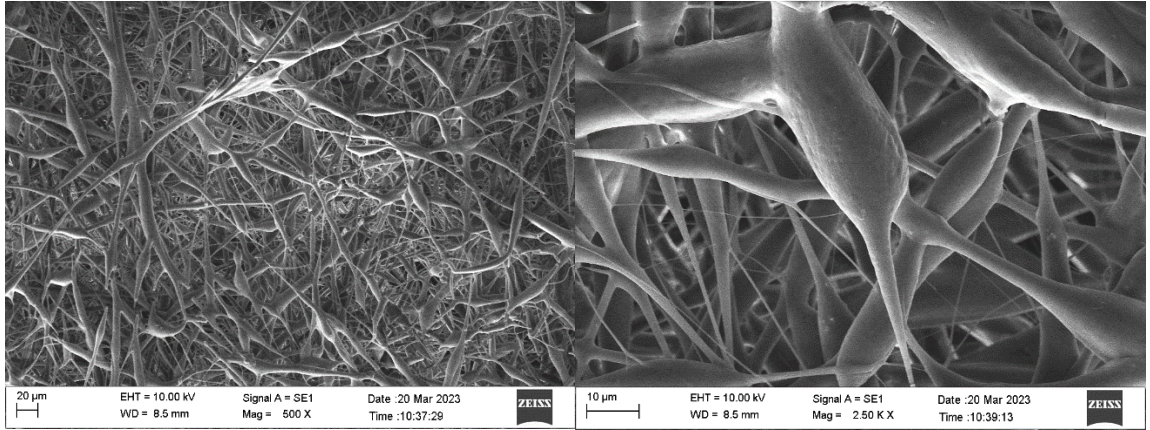
Şekil 5.11. %4 PCL, %2 HA eklenen numunenin 2198 noktasal analiz sonucu ve elementel pikleri

Şekil 5.11’de ise %2 HA takviyeli %10 PLA-%4 PCL kompozitinden alınan EDX analizi ve elementel pikleri (C-Ca-O-P) görülmektedir. Elde edilen verilerden yine elektrospining esnasında polimer yapının korunduğu görülmektedir.



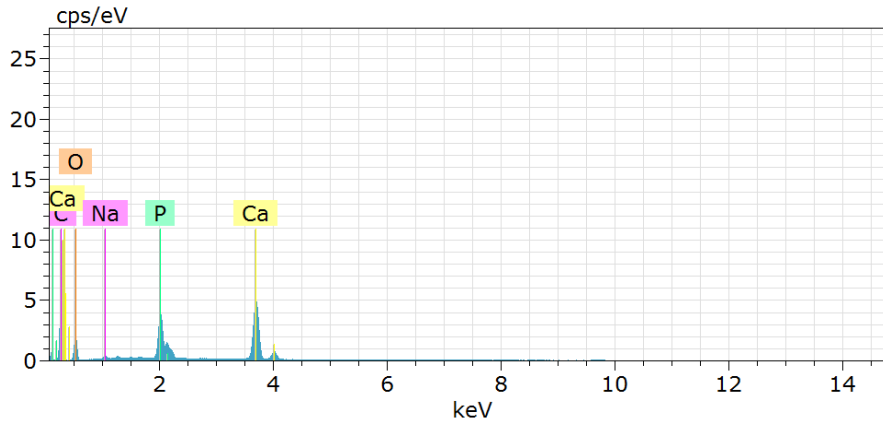
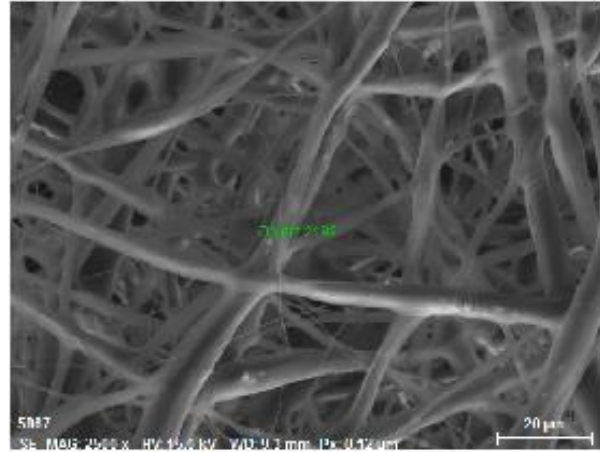
**Şekil 5.12.** %4 HA takviyeli %4 PCL-PLA kompozitinin SEM görüntüsü

%4 HA takviyeli %4 PCL-%10 w/v PLA kompozitinin SEM görüntüleri incelenecek olunursa (Şekil 5.12) liflenmelerin, %2 HA takviyeli %4 PCL kompozitinin yapısal örgüsüne benzediği görülmüştür (Şekil 5.10). Takviye oranının değişmesinin yapının örgüsünü değiştirdiği sonucuna ilaveten matrisin kompozisyonun değişmesiyle beraber özellikle PCL miktarının yapının örgüsünü oluşturmada daha baskın bir faktör olduğu sonucuna varılmıştır.



**Şekil 5.13.** %2 HA takviyeli %6 PCL-PLA kompozitinin SEM görüntüsü

Şekil 5.13'te %2 HA takviyeli %6 PCL kompozitinin SEM görüntüleri verilmiştir Şekil 5.7, Şekil 5.10 ile karşılaştırmalar yapıldığı zaman görülmüştür ki matristeki PCL miktarının artması ile boncuk oluşumunun meydana gelmiş ve oluşan boncukların boyutlarında artışların meydana gelmiştir. İncelemeler sonucunda liflenmelerin düzgün şekilde oluşmadığı görülmüştür. Özellikle 500x ile alınan Sem görüntüsünde yer yer kopmalar ve bozulmalar olduğu gözlemlenmiştir.

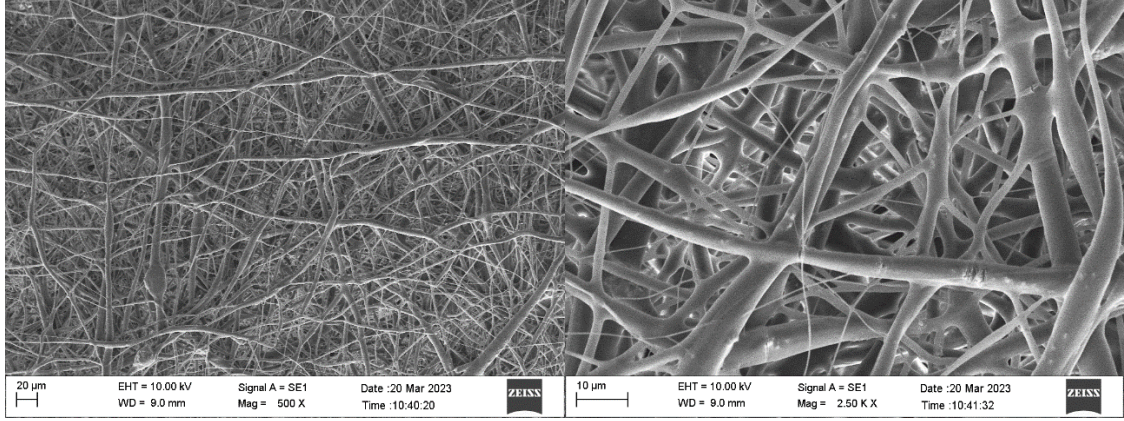


Spectrum: Object 2199

| El | AN | Series   | Net   | unn. C | norm. C | Atom. C |
|----|----|----------|-------|--------|---------|---------|
|    |    |          |       | [wt.%] | [wt.%]  | [at.%]  |
| C  | 6  | K-series | 32263 | 28.51  | 41.84   | 59.25   |
| Ca | 20 | K-series | 62417 | 16.65  | 24.43   | 10.37   |
| O  | 8  | K-series | 11159 | 15.51  | 22.77   | 24.20   |
| P  | 15 | K-series | 35565 | 6.87   | 10.08   | 5.53    |
| Na | 11 | K-series | 1572  | 0.60   | 0.89    | 0.66    |

**Şekil 5.14.** %6 PCL, %4 HA eklenen numunenin 2199 noktasal analiz sonucu ve elementel pikleri

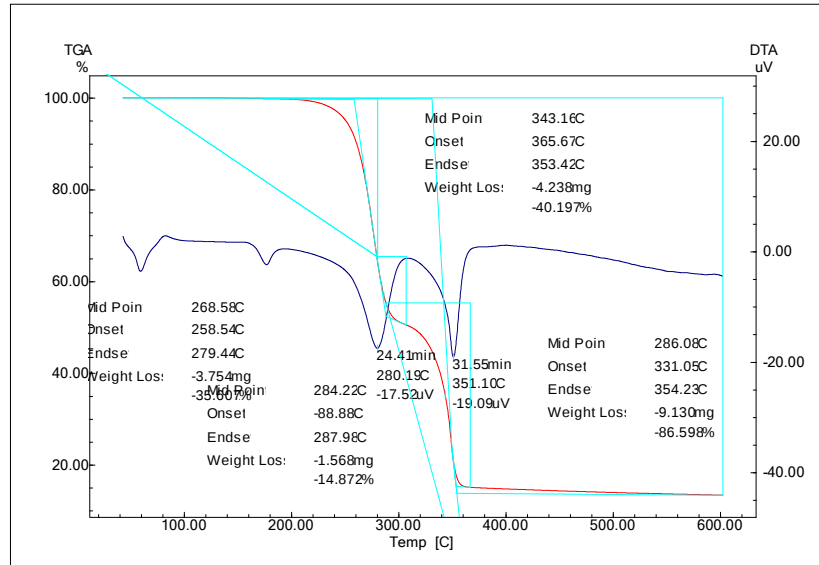
Şekil 5.14’de %10 PLA matrisine %6 PCL ve %4 HA takviye edilerek oluşturulan numuneye ait 2198 noktalı EDX analizi ve elementel pikleri (C-Ca-O-P-Na) görülmektedir. Burada farklı olarak Na elementinin varlığı söz konusudur. Bunun sebebinin ise proseslerden kaynaklanabileceği veya numunelerin üretimi sırasında kimyasallar vasıtasıyla bulaşmış olabileceği düşünülmektedir.



**Şekil 5.15.** %4 HA takviyeli %6 PCL-PLA kompozitinin SEM görüntüsü

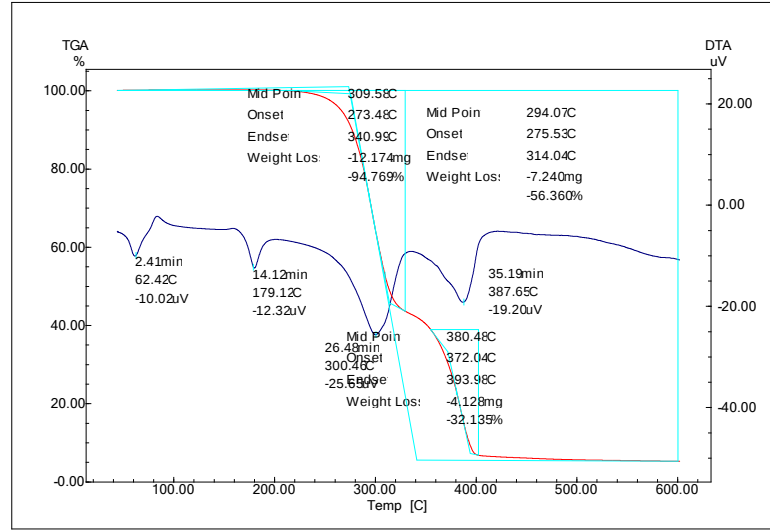
Şekil 5.15 %4 HA takviyeli %6 PCL-%10 PLA içeren kompozitin SEM görüntüsüne aittir. Düzenli bir lif yapısının olduğu boncuklanmanın görülmeyeceği ancak düzenli yapının içerisinde çok ince lifçiklerin de olduğu da görülmüştür.

### 5.1.3. TGA VE DTA Analizi



**Şekil 5.16.** %4 HA takviyeli %6 PCL kompozitinin TGA/DTA analizi

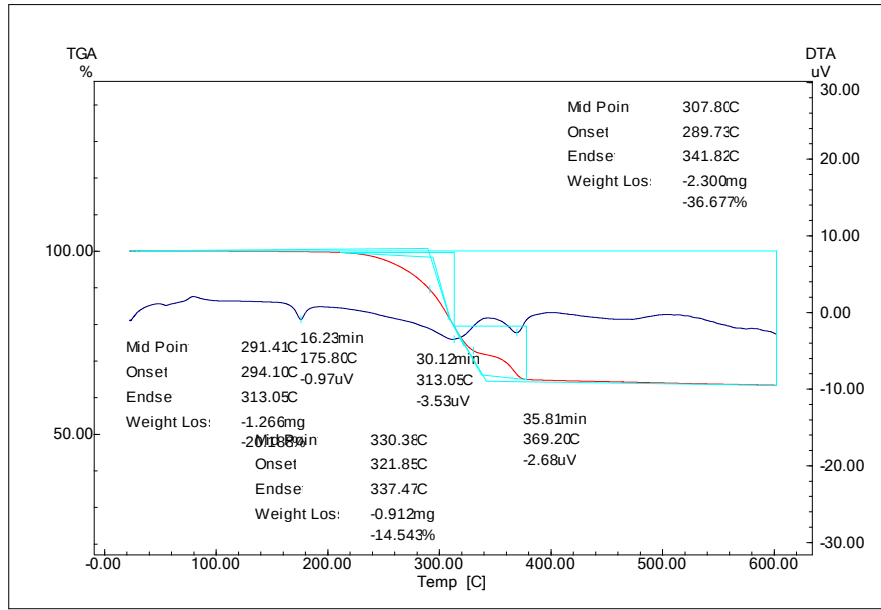
Şekil 5.16'da %4 HA takviyeli %6 PCL-%10 PLA içeren kompozitin TGA/DTA analizinde kütle kaybı en fazla 31,58. dakikada meydana gelmiştir. Bu noktada ilk sıcaklık 331°C, son sıcaklık 354,2°C derece ölçülerek oluşan kütle kaybı 9,130 mg'dır. Bu da %86,59'luk bir kayba tekabül etmektedir.



**Şekil 5.17.** %2 HA takviyeli %6 PCL kompozitinin TGA/DTA analizi

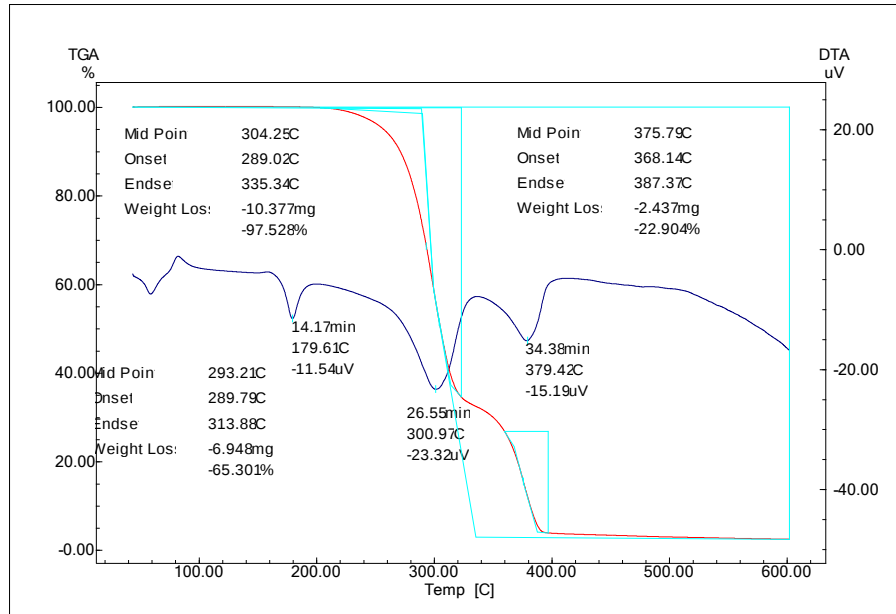
Şekil 5.17’de %2 HA takviyeli %6 PCL-%10 PLA içeren kompozitin, TGA/DTA analizinde kütle kaybı en fazla 26,48. dakikada meydana gelmiştir. Bu noktada ilk sıcaklık 273,48 °C, son sıcaklık 340,99°C ölçülerek oluşan kütle kaybı 12,174 mg’dır. Bu da %94,769 kayıp anlamına gelmektedir. Elde edilen veriler değerlendirildiğinde, PCL matrisi aynı kalmak şartıyla takviye miktarında meydana artışla beraber ilk sıcaklık, son sıcaklık ve maksimum kütle kaybının meydana geldiği zamanının ise arttığı, kütle kaybının da azaldığı görülmektedir. Böylece üretilen kompozitin çözünme sıcaklığının artması kararlılığını koruması anlamına gelmektedir.

Elde edilen bu sonuç ise takviye üzerinde meydana gelecek olan bu değişikliğin ilk sıcaklık, son sıcaklık üzerinde önemli etkisinin olduğu ancak kütle kaybını büyük oranda etkilemediğini göstermektedir.



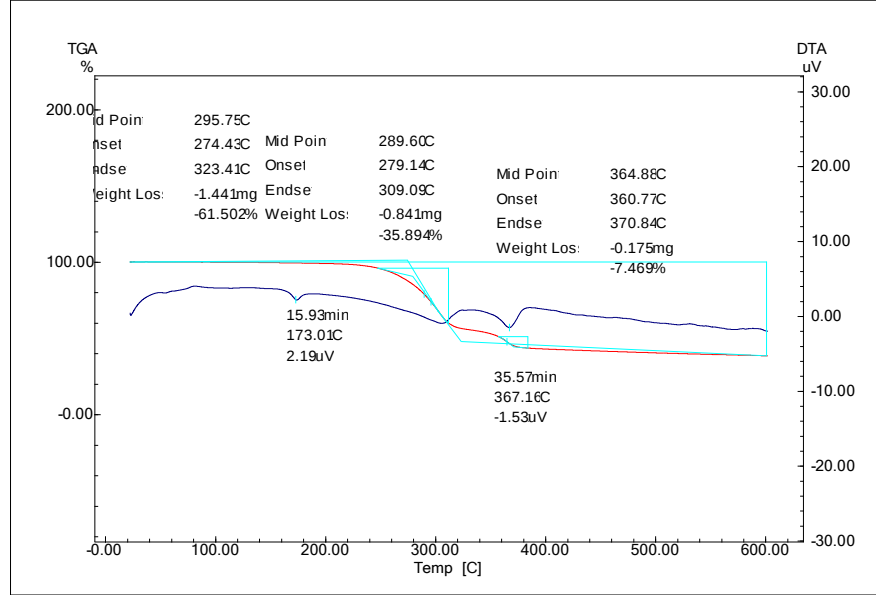
**Şekil 5.18.** %4 HA takviyeli %2 PCL kompozitinin TGA/DTA analizi

Şekil 5.18’de %2 HA takviyeli %2 PCL-%10 PLA kompozitinin TGA/DTA analizinde kütle kaybı en fazla 30,12. dakikada meydana gelmiştir. Bu noktada ilk sıcaklık 289,73 °C, son sıcaklık 341,82 °C derece ölçülerek oluşan kütle kaybı 2,300 mg’dır, %36,67’lik bir kütle kaybı vardır.



**Şekil 5.19.** %2 HA takviyeli %4 PCL kompozitinin TGA/DTA analizi

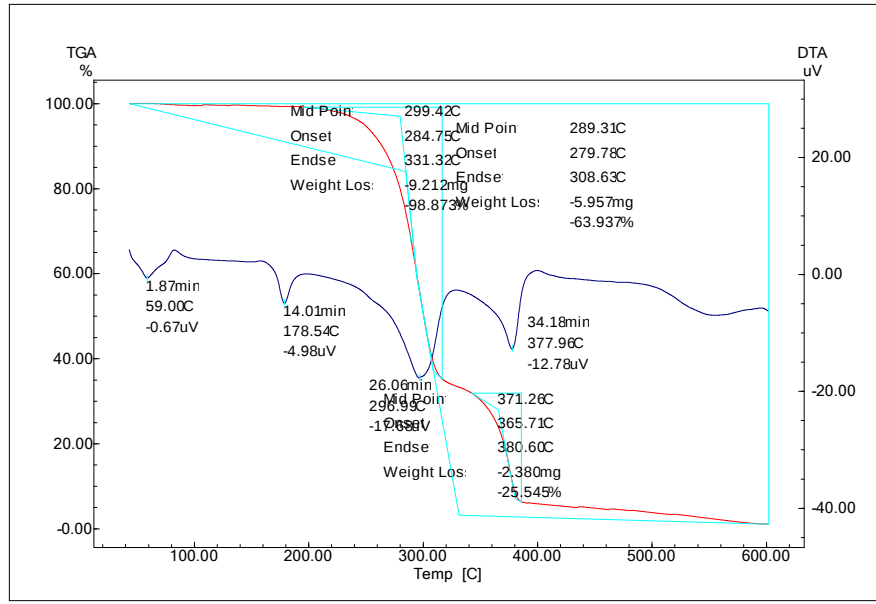
Şekil 5.19'da %2 HA takviyeli %4 PCL-%10 PLA kompozitin TGA/DTA analizinde kütle kaybı en fazla 26,55. dakikada meydana gelmiştir. Bu noktada ilk sıcaklık 289,02 °C, son sıcaklık 335,34 °C derece ölçülerek oluşan kütle kaybı 10,377 mg'dır. %97,528'lik bir kayıp vardır.



Şekil 5.20. %2 HA takviyeli %2 PCL kompozitinin TGA/DTA analizi

Şekil 5.20'de %2 HA takviyeli %2 PCL-%10 PLA kompozitin TGA/DTA analizinde kütle kaybı en fazla 35,57. dakikada meydana gelmiştir. Bu noktada ilk sıcaklık 274,43 °C, son sıcaklık 323,41°C derece ölçülerek oluşan kütle kaybı 1.441 mg'dır. %61,550'lik bir kayıp mevcuttur.

Takviye miktarı %2 HA olan tüm kompozitlerde matrisin kompozisyonunda değişiklikler yapıldığı zaman ise PCL miktarının artırılmasıyla beraber ilk sıcaklık, son sıcaklık az miktarda artmış, max kütle kaybının meydana geldiği süre azalmış, kütle kaybı ise %61,550'den %97,528'e çıkmıştır. Elde edilen bu sonuç ise matristeki değişikliğin ilk sıcaklık, son sıcaklık üzerinde büyük bir etkisinin olmadığı ancak kütle kaybını büyük oranda etkilediğini göstermektedir.



**Şekil 5.21.** %2 HA takviyeli %4 PCL kompozitinin TGA/DTA analizi

Şekil 5.21’de %2 HA takviyeli %4 PCL-%10 PLA kompozitin TGA/DTA analizinde kütle kaybı en fazla 26,06. dakikada meydana gelmiştir. Bu noktada ilk sıcaklık 284,75 °C, son sıcaklık 331,32°C derece ölçülerek oluşan kütle kaybı 9,212 mg’dır.

Şekil 5.18’de %4 HA takviyeli %2 PCL-%10 PLA içeren kompozitte kütle kaybı en fazla 30,12. dakikada meydana gelmiştir. Bu noktada ilk sıcaklık 289,73 °C, son sıcaklık 341,82 °C derece ölçülerek oluşan kütle kaybı 2,300 mg’dır. %36,67’lik bir kütle kaybı vardır. %4 HA içeren tüm kompozitlerde ise matristeki PCL miktarının artmasıyla, max kütle kaybı süresi, ilk sıcaklık ve son sıcaklık az miktarda düşmüş, miktarı artmakla beraber kütle kaybı %’si %36,67’den %98,73’e çıkmıştır.

**Tablo 5.1.** %4 HA içeren numuneler

| PCL oranı (%) | Kütle kaybı (mg) | Ortalama sıcaklık (°C) |
|---------------|------------------|------------------------|
| 2             | 2,300            | 307,80                 |
| 4             | 9,212            | 299,42                 |
| 6             | 9,130            | 286,08                 |

Aynı oranda (%4) HA içeren numunelerde (Tablo 5.1) analiz sonucunda benzer sıcaklıklarda en fazla kütle kaybı PCL oranının %4 olarak kullanılan numunede olduğu tespit edilmiştir. PCL’nin %’sinin 6’ya çıkarılmasıyla kütle kaybında bir miktar düşmenin olduğu belirlenmiştir. En düşük ortalama sıcaklığın ise 286,08°C ile yine %6 PCL içeren kompozitlerde

elde edilmiştir. PCL oranının düşük tutulması durumunda kütle kaybının diğer numunelere oranla daha az olduğunu görülmüştür.

**Tablo 5.2. %2 HA içeren numuneler**

| PCL oranı (%) | Kütle kaybı (mg) | Ortalama sıcaklık (°C) |
|---------------|------------------|------------------------|
| 2             | 1,441            | 295,78                 |
| 4             | 10,377           | 304,25                 |
| 6             | 12,174           | 309,58                 |

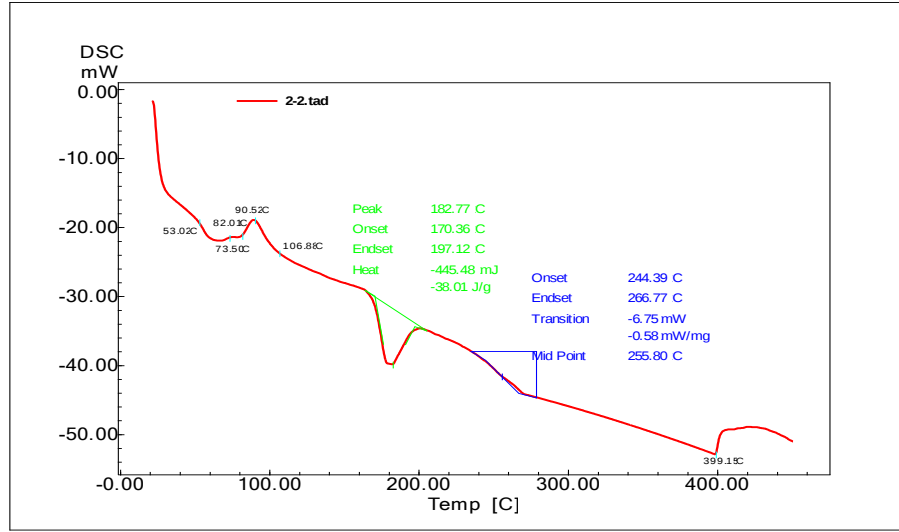
Aynı oranda (%2) HA içeren numunelerde (Tablo 5.2) PCL oranının artmasıyla kütle kaybının da arttığı gözlemlenmiştir. En az kütle kaybının en düşük ortalama sıcaklığın %2 PCL ile üretilen numunede olduğu tespit edilmiştir.

Her iki (%2-4) HA oranıyla oluşturulan numuneler aynı elektrospinning değerleriyle (mesafe 15 cm, gerilim 20 v, pompa hızı 50 µl/min) nanolif oluşumuna tabi tutulmuştur. Bu üretim sonucunda da PCL oranının kütle kaybı üzerinde ciddi bir değişken olduğu ortaya koyulmuştur. Her iki durumda da %2 PCL kullanımı daha az kütle kaybına uğrayan nanolif numunelerini oluşturduğu görülmüştür.

Bunun yanı sıra HA oranının da %2 olarak uygulandığı numunede en az kütle kaybı olduğu görülmüş ve böylece hem HA hem de PCL'in kütle kaybında önemli rol oynayan takviyeler olduğu saptanmıştır.

#### **5.1.4. DSC Analizi**

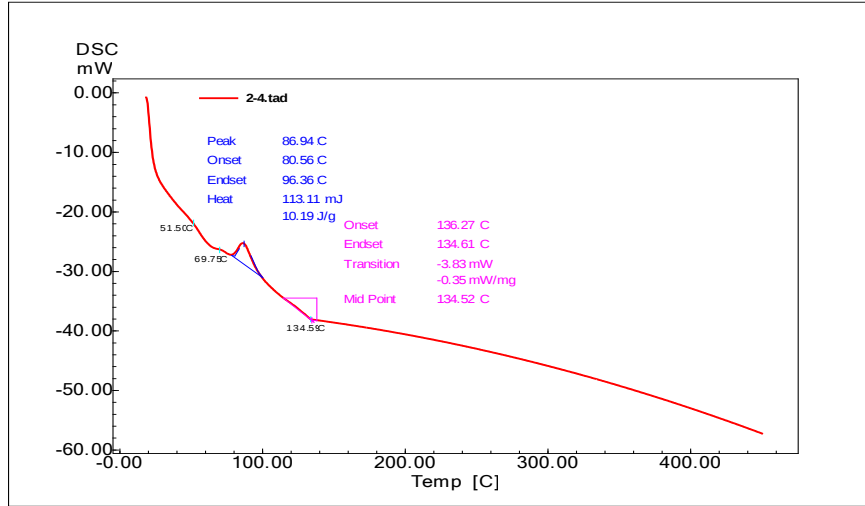
Şekil 5.22'teki grafikte %2 HA takviyeli %10 PLA-%2PCL kompozitinin DSC analiz görülmektedir. DSC analizi incelenecek olursa 182,77 °C de bir endotermik reaksiyonun gerçekleştiği ve buradaki ısı kapasitesindeki değişikliğin pozitif yönde 38.01 J/g olduğu söylenebilir. İlk reaksiyonun, numunenin içinde barındırdığı sıvının dışarı atılmasından kaynaklı olduğu söylenebilir. Asıl bozulmanın ise 244,39 °C' den sonra gerçekleştiği ifade edilebilir.



**Şekil 5.22.** %2 HA takviyeli %2PCL kompozitinin DSC analizi

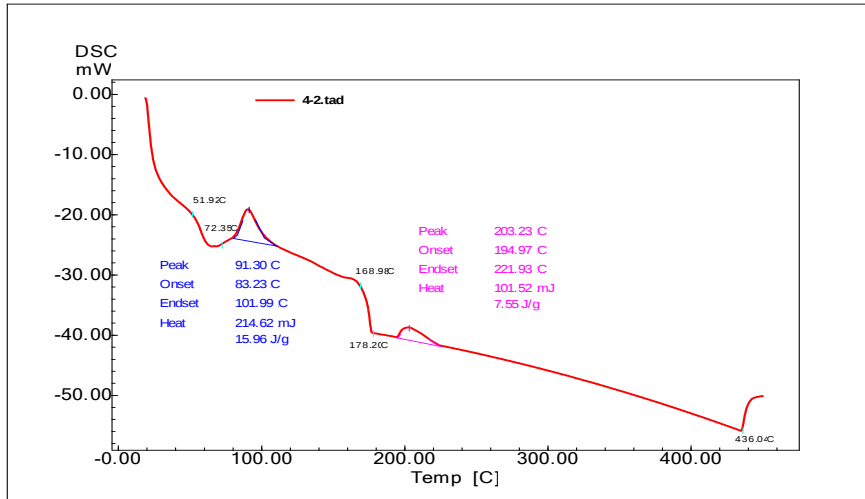
Şekil 5.23'teki görselinde verilmiş olan DSC analiz sonuçları %10 PLA matrisli %2 PCL ve %4 HA takviyesi içeren numunedir. DSC analizi incelenecek olursa 86,94 °C de bir ekzotermik reaksiyonun gerçekleştiği ve buradaki ısı kapasitesindeki değişikliğin negatif yönde 10,19 J/g olduğu söylenebilir. Asıl bozulmanın ise 136,27 °C' den sonra gerçekleştiği ifade edilebilir.

%10 PLA-%2 PCL matrisli kompozitlerde HA takviye miktarının artması asıl bozunmanın 244,39 °C' den 136,27 °C'ye düştüğü görülmüştür. HA miktarının artması yüksek sıcaklıktaki endotermik reaksiyondan daha düşük sıcaklıktaki ekzotermik reaksiyonun meydana gelmesine, ısı kapasitesindeki değişikliğin pozitif yönde 38,01 J/g'dan negatif yönde 10,19 J/g olmasına asıl bozunmanın ise 244, 39°C'den 136,27°C'ye düşmesine neden olmuştur.



**Şekil 5.23.** %4 HA takviyeli %2 PCL kompozitinin DSC analizi

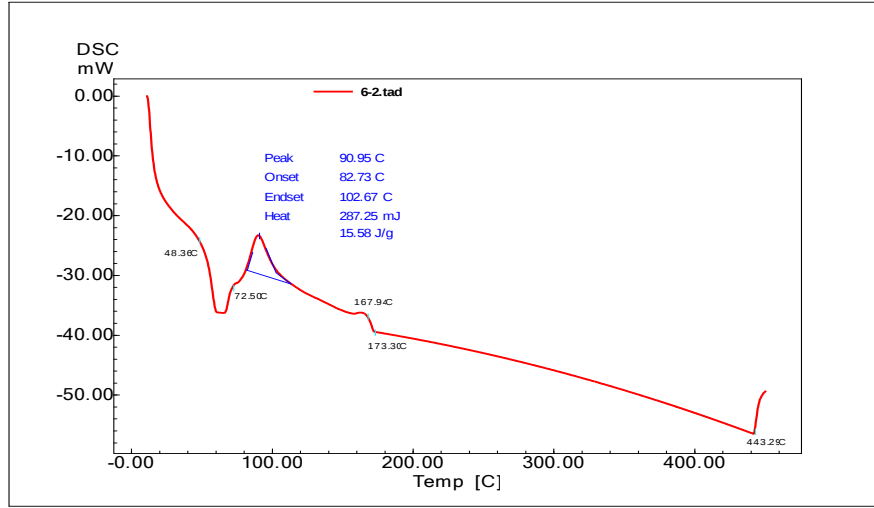
Şekil 5.24'teki görsellerde verilmiş olan DSC analiz sonuçları %10 PLA matrisli %4 PCL ve %2 HA takviyesi içeren numunenindir. DSC analizi incelenecek olursa 91,30 °C de bir ekzotermik reaksiyonun gerçekleştiği ve buradaki ısı kapasitesindeki değişikliğin negatif yönde 15.96 J/g olduğu söylenebilir. İkinci reaksiyon 203,23°C de ekzotermik reaksiyonunun gerçekleştiği ve burada da negatif yönde 7.55 J/g' lık bir ısı kapasitesinde değişim olduğu gözlemlenmiştir.



**Şekil 5.24.** %2 HA takviyeli %4 PCL kompozitinin DSC analizi

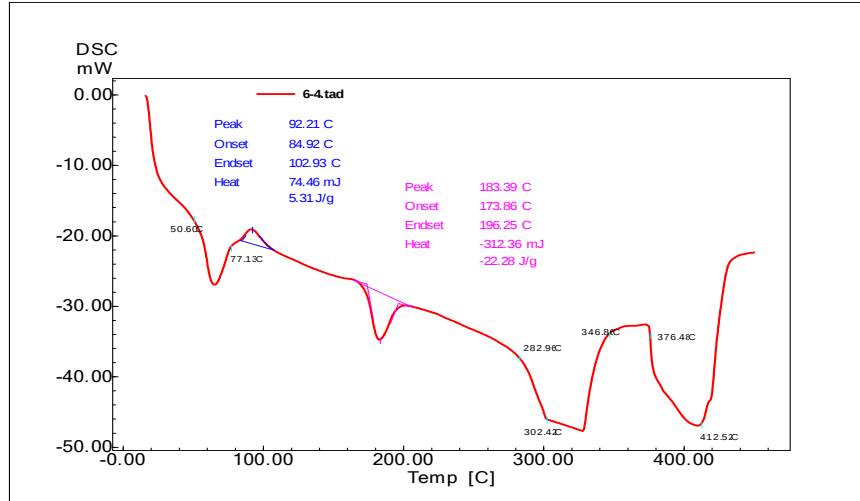
Şekil 5.25'teki görsellerde verilmiş olan DSC analiz sonuçları %10 PLA matrisli %4 PCL ve %4 HA takviyesi içeren numunenindir. DSC analizi incelenecek olursa 90,00 °C de bir





**Şekil 5.26.** %2 HA takviyeli %6 PCL kompozitinin DSC analizi

Şekil 5.27'deki görsellerde verilmiş olan DSC analiz sonuçları %10 PLA matrisli %6 PCL ve %4 HA takviyesi içeren numunenindir. DSC analizi incelenecek olursa 92,21 °C de bir ekzotermik reaksiyonun gerçekleştiği ve buradaki ısı kapasitesindeki değişikliğin negatif yönde 5.31 J/g olduğu söylenebilir. İkinci reaksiyon 193,39°C de endotermik reaksiyonunun gerçekleştiği ve burada da pozitif yönde 22.28 J/g'lık bir ısı kapasitesinde değişim olduğu gözlemlenmiştir.



**Şekil 5.27.** %4 HA takviyeli %6 PCL kompozitinin DSC analizi

Genel yapılan analizler sonucunda SEM, TGA/DTA ve DSC analizlerinde (Tablo 5.3) %2 HA içeren kompozitlerden %2 PCL içeren numunede en uygun lif oluşumu ve kütle kayıplarının olduğu görülmüştür (Şekil 5.7, Tablo 5.2).

**Tablo 5.3.** %2 HA takviyeli kompozitlerin DSC tablosu

| %2 HA Takviyeli kompozitler | Reaksiyon Tipi | Reaksiyon Sıcaklığı (°C) | Isı kapasitesi (J/g) |
|-----------------------------|----------------|--------------------------|----------------------|
| %2 PCL                      | Endotermik     | 182,77                   | 38,01                |
| %4 PCL                      | Ekzotermik     | 91,30                    | 15,96                |
| %6 PCL                      | Ekzotermik     | 90,95                    | 15,58                |

Yapılan karşılaştırmalar sonucunda %2 HA kullanılan kompozitlerin DSC analizlerinde ısı kaybının daha fazla olduğu, %4 HA kullanılan kompozitlerin daha az ısı kaybı oluşturduğu görülmüştür. HA oranının artması yüksek sıcaklıktaki endotermik reaksiyondan daha düşük sıcaklıktaki ekzotermik olaylarının oluşmasına neden olmuştur (Tablo 5.4).

**Tablo 5.4.** %4 HA takviyeli kompozitlerin DSC tablosu

| %4 HA takviyeli kompozitler | Reaksiyon Tipi | Reaksiyon Sıcaklığı (°C) | Isı Kapasitesi (J/g) |
|-----------------------------|----------------|--------------------------|----------------------|
| %2 PCL                      | Ekzotermik     | 86,94                    | 10,19                |
| %4 PCL                      | Ekzotermik     | 90                       | 13,07                |
| %6 PCL                      | Ekzotermik     | 92,21                    | 5,31                 |

PCL oranının artmasıyla her iki HA (%2-%4) takviyesinde oluşan kompozitlerde boncuk oluşumu, liflerde bozunmalar ve kütle kayıplarının meydana geldiği şekil ve tablolarla ortaya koyulmuştur (Şekil 5.10-Şekil 5.15, Tablo 5.1). Deney şartları sonucunda en uygun kompozit numune %2 HA takviyeli %2 PCL-%10 PLA w/v olan kompozit olduğu görülmüştür.

## 6. SONUÇLAR

Yapılan çalışmada, farklı kompozisyonlarda nanolifli polimer esaslı kompozit biyomalzemeler elektrospinning yöntemiyle üretilmiştir. Elde edilen numunelerin SEM/EDX, DSC/TGA/DTA analizleri yapılarak morfolojik yapıları incelenmiştir. Yapılan tüm incelemeler neticesinde;

- FT-IR analizine göre yapılan çalışmada kullanılan malzemelerin (PLA, PCL, HA) oluşturduğu, C=O=C, C=O, C-O ve C-H grupları meydana gelmiştir.
- SEM analizinde %10 PLA içerisine %2 PCL ve %2 HA takviye edilen numunede düzgün liflenmenin meydana geldiği ve diğer numunelerde yer yer boncuk oluşumunun olduğu gözlemlenmiştir. Bunun sebebinin HA ve PCL oranının arttıkça viskozitenin de artması sonucu kullanılan elektrospinning parametrelerinin yetersiz olması düşünülmektedir.
- EDX analizi sonuçlarında numunelerde kullanılan matris ve takviyeler sonucunda Ca, C ve O elementlerinin piklerinin numunelerde alınan noktalarda olduğu tespit edilip sadece %6 PCL-%2 HA içeren numunede Na elementinin olduğu görülmüştür. Bunun da proseslerden veya solüsyon hazırlamada kullanılan kimyasallar sonucunda meydana geldiği düşünülmektedir.
- TGA/DTA analizi sonucunda PCL ve HA oranının arttırılmasının kütle kayıplarına etkisinin olduğu saptanmış olup en az kütle kaybının %2 PCL- %2 HA kullanılan numunede meydana geldiği tespit edilmiştir.
- DSC analizi sonucunda genel olarak tüm numunelerde ekzotermik reaksiyon sonucunda negatif yönde ısı kapasitesinde değişim olduğu gözlemlenmiştir.

## ÖNERİLER

Bu deneysel çalışmanın ileri safhalardaki aşamaları için yapılacak öneriler aşağıda sıralanmıştır:

- Kullanılan polimerler değiştirilerek yeni çalışmalar oluşturulabilir.
- Elektrospinning cihaz parametreleri değiştirilerek oluşturulan numuneler incelenebilir.
- Biyokompozit olarak üretilen bu malzemelerde kültür analizleri yapılarak tıpta farklı alanlarda kullanılabilirliği ortaya koyulabilir.
- Kullanılan polimerlerin kimyasal çözücüler, biyouyumlu diğer kimyasallar ile değiştirilerek yeni incelemeler yapılabilir.



## KAYNAKLAR

- Andrady, A.L. 2008 :Science and Technology of Polymer Nanofibers. Wiley Pres, New Jersey.
- Auras, R., Lim, L., Selke, S., 2010, Poly(Lactic Acid): Synthesis, Structures, Properties, Processing, and Applications
- Berker, N., 2009 . Bilim ve teknoloji haberleri, Bilim ve Teknik Dergisi 11.
- Beypazar, Ö., 2013. "Nanolif Üretiminde Çap Kontrolü" Namık Kemal Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Tekstil Mühendisliği Anabilim Dalı, Yüksek Lisans Tezi, Tekirdağ
- Chen, Z., Songa, Y., Zhang, J., Liua, W., Cuia, J., Lia, H., Chen, F., 2017. Laminated electrospun nHA/PHB-composite scaffolds mimicking bone extracellular matrix for bone tissue engineering
- Çakmakçı, E., 2009.. "Elektro eğirme yöntemi ile yeni polimerik malzemelerin sentezi ve karakterizasyonu," Marmara Üniversitesi
- Çiftçi, Ş., Özek, S., Aksoy, S., Aksoy, K., Göde, F., 2015. Nanokil Katkılı PVA/Kitosan Nanolif Sentezi ve Karakterizasyonu
- Didekhania, R., Sohrabia, M.R., Seyedjafarib, E., Soleimanic, M., Ahvaz , H.H., 2018. Electrospun composite PLLA/Oyster shell scaffold enhances proliferation and osteogenic differentiation of stem cells
- Ding, J., Zhang, Li, J., Li, D., Xiao, C., Xiao, H., Yang, H., Zhuang, X., Chen, X., 2019. Electrospun polymer biomaterials
- Dippold, D., Cai, A., Hardt, M., Boccaccini, A.R., Horsch, R., Beier, J.P., Schubert, D.W., 2017. Novel approach towards aligned PCL-Collagen nanofibrous constructs from a benign solvent system
- Erkoç, Ş., 2014. METU Department of Physics ODTÜ, 06800 Ankara
- Evcin, A., 2017. <https://tr.scribd.com/document/405834460/2-Nanolif-Uretim-Teknik-leri>. Erişim Tarihi: 11.05.2019 . Konu: Nanolif Üretim ve Teknikleri
- Ghelicha, R., Aghdama, R.M., Torknik, F.S., Jahannama, M.R., 2018. Synthesis and characterization of biocompatible zirconia nanofibers based on electrospun PVP/Zr(OPr)<sub>4</sub>
- Gök, H., 2007. Fiziksel tıp ve rehabilitasyon uzmanlarının nanoteknolojiden beklen-tileri,Türkiye Fiziksel Tıp ve Rehabilitasyon Dergisi. 53(2):13 – 20.
- Grande, D., Ramier, J., Versace, D.L., Renard, E., Langlois, V., 2017. Design of functionalized biodegradable PHA-based electrospun scaffolds meant for tissue engineering applications
- Gümüş T., 2009. Design and Manufacture of polymeric nanofiber membranes via electrospinning method, İstanbul Teknik Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Tekstil Mühendisliği Anabilim Dalı, Yüksek Lisans Tezi, İstanbul
- Huang, Z., Zhang, Y., Kotaki, M. and Ramakrishna, S., 2003. A review on polymer nanofibers by electrospinning and their applications in nanocomposites, Composites science and technology, vol. 63, pp. 2223-2253,
- Hunt, 2023, [Polilaktik asit: yapı, özellikler, sentez, kullanımlar-Bilim 2023 \(warbletoncouncil.org\)](https://warbletoncouncil.org)
- Kılıç, A., 2008, Eriyikten elektroüretim yöntemiyle polipropilen nanolif üretimi, İstanbul Teknik Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Tekstil Mühendisliği Anabilim Dalı, Yüksek Lisans Tezi, İstanbul
- Kim, J. ve Reneker, D. H., 1999. Mechanical properties of composites using ultrafine electrospun fibers, Polymer composites, vol. 20, pp. 124-131
- Kozanoğlu G., 2006. Elektrosponing yöntemiyle nanolif üretim teknolojisi" İstanbul Teknik Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Tekstil Mühendisliği Anabilim Dalı, Yüksek Lisans Tezi, İstanbul
- Li D. ve Xia Y., 2004. Electrospinning of nanofibers: reinventing the wheel?, Advanced materials, vol. 16, pp. 1151-1170

- Mahdavia, F.S., Salehia, A., Seyedjafari, E., Sangcheshmeh, A.M., Ardeshtyrlajimi, A., 2017. Bioactive glass ceramic nanoparticles-coated poly(l-lactic acid) scaffold improved osteogenic differentiation of adipose stem cells in equine
- Mahmoudi, N. ve Simchi, A., 2017. On the biological performance of graphene oxide-modified chitosan/polyvinyl pyrrolidone nanocomposite membranes: In vitro and in vivo effects of graphene oxide
- Naghieh, S., Foroozmehr, E., Badrossamay, M., Kharaziha, M., 2017. Combinational processing of 3D printing and electrospinning of hierarchical poly(lactic acid)/gelatin-forsterite scaffolds as a biocomposite: Mechanical and biological assessment
- Okay, B., 2016. Elektro eğirme Yöntemi İle Poli(4-Vinilpiridin) Nanoliflerinin Hazırlanması Ve Karakterizasyonu, Hacettepe Üniversitesi, Öğretim Ve Sınav Yönetmeliğinin Kimya Anabilim Dalı, Yüksek Lisans Tezi, İstanbul
- Özkoç, Ü., 2010, Experimental Investigation of Optimal Spinning Parameters for Nanofibers Gaziantep Üniversitesi, Tekstil Mühendisliği Anabilim Dalı, Yüksek Lisans Tezi, Gaziantep
- Paul, J., Robert, F., 2022, Theoretical Strength Comparison of Bioabsorbable (PLLA) Plates and Conventional Stainless Steel and Titanium Plates Used in Internal Fracture Fixation, 53, 978-0-8031-1897-3
- Perumal, G., Sivakumar, P., Nandkumar, A., 2020. Synthesis of magnesium phosphate nanoflakes and its PCL composite electrospun nanofiber scaffolds bone tissue regeneration
- Porter, M., 2023, Hidroksiapatit: Yapısı, Sentezi, Kristaller ve kullanımları
- Ramakrishna, S., Fujihara, K., Teo, W., Lim, T. and Ma, Z., 2005. An Introduction to Electrospinning and Nanofibers, ed, p. 333.
- Ramakrishna, S., Fujihara, K., Teo, W.E., Yong, T., Ma, Z. 2006, Electrospun Nanofibers: Solving Global Issues. Materials Today.
- Scaffaro, R. ve Lopresti, F., 2018. Properties-morphology relationships in electrospun mats based on polylactic acid and graphene nanoplatelets
- Scaffaro, R., Lopresti, F., Maio, A., Botta, L., Rigogliuso, S., Gherzi, G., 2017. Electrospun PCL/GO-g-PEG structures: Processing-morphology- properties relationships
- Shin, Y.M., Hohman, M.M., Brenner, M.P. and Rutledge, G.C., 2001. Experimental Characterization of Electrospinning: The Electrically Forced Jet and Instabilities, Polymer, 42, 9955-9967.
- Silver, F. ve Doillon, C., 1989. Biocompatibility: interactions.
- Süslü, A., 2009. Elektro eğirme Yöntemiyle Nanofiber ve Nanotüp Üretimi, Dokuz Eylül Üniversitesi.
- Şahintürk, Y., 2010, " poliakrilonitril bazlı nanoelyafların elektro eğirme yöntemi ile üretimi ve karakterizasyonu" Hacettepe Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Kimya Bölümü, Yüksek Lisans Tezi, Ankara
- Torres, F.G., Arroyo, J.J., Troncoso, O.P., 2019. Bacterial cellulose nanocomposites: An all-nano type of material
- Türk, M., 2019. <https://www.bilgiustam.com/nanoteknoloji-nedir-faydalari-ve-kullanim-alanlari-nelerdir/>. Erişim Tarihi: 11.05.2019. Konu: Nanoteknoloji.
- Tüylek, Z., 2014. <https://dergipark.org.tr/download/article-file/609375> Erişim Tarihi: 11.05.2019. Konu: Nanoteknolojinin Çevre ve İnsan Sağlığı Üzerindeki Riskleri
- URL-1, Tekstilde Nanolifler, Kullanım Alanları ve Nanolif Üretim Yöntemleri, <https://slideplayer.biz.tr/slide/2449956/>, Erişim : 11.05.2019.
- URL-2, Hidroksiapatit - Vikipedi (wikipedia.org) Erişim Tarihi: 13.04.2023. Konu: Hidroksiapatit
- Üstün, A., 2011., " hava filtrasyonu için nanolif üretimi" Pamukkale Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Tekstil Mühendisliği Anabilim Dalı, Denizli
- Üstündağ, G. C., 2009, "Elektro eğirme Yöntemi ile Biyomedikal Kullanıma Yönelik Nanolif Yüzey Üretimi ve Uygulamaları" Uludağ Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Tekstil Mühendisliği Anabilim Dalı, Yüksek Lisans Tezi, Bursa

- Üstündağ, G. ve Karaca, E., 2009. Poli (Vinil Alkol) /Sodyum Alginat Karışımlarından Elektro Çekim Yöntemi İle Elde Edilen Nanolifli Yüzeylerin İncelenmesi
- Yener, F., 2010, "Klasik Ve İğnesiz Elektro eğirme Yöntemleriyle Elde Edilen Nano Liflerin Kıyaslanması Ve Bu Yöntemlerdeki Sistem Parametrelerinin Lif Üzerindeki Etkileri" Kahramanmaraş Sütçü İmam Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Tekstil Mühendisliği Anabilim Dalı, Yüksek Lisans Tezi, Kahramanmaraş
- Yener, F., Yalçinkaya, B., Jırsak, O., 2011, „Materyal Parametrelerinin Lif Çekim Yöntemiyle Oluşturulan Polivinil Butiral Nano Lifleri Üzerindeki Etkisi Tekstil Teknolojileri Dergisi.
- Zhang, S., Jiang, G., Prabhakaran, M.P., Qina, X., Ramakrishna, S., 2017. Evaluation of electrospun biomimetic substrate surface-decorated with nanohydroxy-apatite precipitation for osteoblasts behavior

ÖZGEÇMİŞ

Özlem AYDIN

|            |            |
|------------|------------|
| [REDACTED] |            |
| [REDACTED] | [REDACTED] |
| [REDACTED] | [REDACTED] |
| [REDACTED] | [REDACTED] |
| [REDACTED] | [REDACTED] |
| [REDACTED] | [REDACTED] |
| [REDACTED] | [REDACTED] |
| [REDACTED] |            |
| [REDACTED] | [REDACTED] |
| [REDACTED] | [REDACTED] |
| [REDACTED] |            |
| [REDACTED] | [REDACTED] |
| [REDACTED] | [REDACTED] |
| [REDACTED] |            |
| [REDACTED] | [REDACTED] |
| [REDACTED] | [REDACTED] |
| [REDACTED] | [REDACTED] |
| [REDACTED] |            |
| [REDACTED] | [REDACTED] |