

**T.C.  
MANİSA CELAL BAYAR ÜNİVERSİTESİ  
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ**

**YÜKSEK LİSANS TEZİ  
METALURJİ VE MALZEME MÜHENDİSLİĞİ ANABİLİM DALI  
METALURJİ VE MALZEME MÜHENDİSLİĞİ BİLİM DALI**

**METAL OKSİT KATKILI NANOFİBER ÜRETİMİ VE KARAKTERİZASYONU**

**Almila ÖZTEN**

**Danışman  
Prof. Dr. Ahmet TÜRK**



**MANİSA-2023**

ALMILA  
ÖZTEN

METAL OKSİT KATKILI NANOFİBER ÜRETİMİ VE KARAKTERİZASYONU

2023

## TEZ ONAYI

**Almila Özten** tarafından hazırlanan "**Metal Oksit Katkılı Nanofiber Üretimi ve Karakterizasyonu**" adlı tez çalışması 25/07/2023 tarihinde aşağıdaki jüri üyeleri önünde Manisa Celal Bayar Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü **Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Anabilim Dalı**'nda **YÜKSEK LİSANS** olarak savunulmuş ve **oybirliği** ile başarılı olarak kabul edilmiştir.

**Danışman**

**Prof. Dr. Ahmet TÜRK**  
Manisa Celal Bayar Üniversitesi

**Jüri Üyesi**

**Prof. Dr. Mücahit SÜTÇÜ**  
Manisa Celal Bayar Üniversitesi

**Jüri Üyesi**

**Dr. Öğr. Üyesi Garip ERDOĞAN**  
Sakarya Üniversitesi

## TAHHÜTNAME

Bu tezin Manisa Celal Bayar Üniversitesi Mühendislik Fakültesi Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Bölümü'nde, akademik ve etik kurallara uygun olarak yazıldığını ve kullanılan tüm literatür bilgilerinin referans gösterilerek tezde yer aldığını beyan ederim.

Almila ÖZTEN



## İÇİNDEKİLER

TEZ ONAYI.....	iii
TAHHÜTNAME.....	iv
İÇİNDEKİLER .....	v
SİMGELER VE KISALTMALAR DİZİNİ.....	vii
ŞEKİLLER DİZİNİ.....	viii
TABLO DİZİNİ .....	x
TEŞEKKÜR.....	xi
ÖZET .....	xii
ABSTRACT.....	xiv
1 GİRİŞ .....	1
2 GENEL BİLGİLER.....	3
2.1 Polivinilalkol (PVA).....	3
2.2 Metal Oksitler.....	4
2.3 Metal Oksitlerin Üretim Yöntemleri .....	5
2.3.1 Sol-Gel Yöntemi .....	<b>Hata! Yer işareti tanımlanmamış.</b>
2.4 Elektroğirime Prosesi.....	7
2.5 Elektroğirime Prosesinde Parametrelerin Etkileri .....	8
2.5.1 Molekül Ağırlığı ve Viskozite.....	9
2.5.2 Yüzey Gerilimi.....	11
2.5.3 Çözeltinin Elektrik İletkenliği.....	12
2.5.4 Çözücünün Cinsi .....	14
2.5.5 Besleme Hızı .....	15
2.5.6 İğne Ucu ve Toplayıcı Arasındaki Mesafe .....	16
2.5.7 İğne Çapı.....	16
2.5.8 Voltaj .....	17
2.5.9 Sıcaklık.....	18
2.5.10 Nem ve Ortam Koşulları .....	19
2.6 Metal Oksit Katkılı Nanofiberler.....	19
2.7 Nanofiberlerin Uygulama Alanları .....	21
3 MATERYAL VE YÖNTEMLER.....	23
3.1 Materyal.....	23
3.2 Yöntem .....	24
3.3 Karakterizasyon.....	25

3.3.1	Partikül Boyutu Analizi.....	25
3.3.2	Viskozite Ölçümü.....	25
3.3.3	Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) ve Enerji Dispersiv Spektrum (EDS) 26	
3.3.4	X-Işını Difraktometresi (XRD).....	28
3.3.5	Fourier Dönüşüm Kızılötesi Spektroskopisi (FTIR).....	28
3.3.6	<i>In Vitro</i> Yapay Vücut Sıvısı (SBF) Analizi.....	28
3.3.7	Temas Açısı Ölçümü .....	30
3.3.8	Antibakteriyel Etki.....	32
3.3.8.1	Disk Difüzyon (Kirby Bauer) Yöntemi ile Antibakteriyel Aktivite Testi 32	
3.3.8.2	Koloni Sayımına Dayalı Antibakteriyel Test .....	33
4	BULGULAR VE TARTIŞMA.....	34
4.1	Bulgular.....	<b>Hata! Yer işareti tanımlanmamış.</b>
4.1.1	Molibden Oksit Tozlarının Analizi.....	34
4.1.1.1	Partikül Boyutu Analizi .....	34
4.1.1.2	FTIR Analizi .....	35
4.1.1.3	SEM ve EDS Analizi .....	36
4.1.1.4	XRD Analizi .....	39
4.1.2	Nanofiberlerin Analizi.....	40
4.1.2.1	Viskozimetre Analizi .....	40
4.1.2.2	SEM ve EDS Analizi .....	44
4.1.2.3	XRD Analizi .....	56
4.1.2.4	FTIR Analizi .....	58
4.1.2.5	<i>In Vitro</i> Yapay Vücut Sıvısı (SBF) Analizi.....	65
4.1.2.6	Temas Açısı Ölçümü.....	72
4.1.2.7	Antibakteriyel Aktivite Testleri.....	74
4.1.2.7.1	Disk Difüzyon (Kirby Bauer) Yöntemi ile Antibakteriyel Aktivite Testi 74	
4.1.2.7.2	Koloni Sayımına Dayalı Antibakteriyel Test .....	76
5	SONUÇ VE ÖNERİLER .....	80
	KAYNAKLAR.....	81

## SİMGELER VE KISALTMALAR DİZİNİ

<b>PVA</b>	Polivinil Alkol
<b>MoO<sub>3</sub></b>	Molibden Oksit
<b>TX-100</b>	Triton X-100
<b>SEM</b>	Taramalı Elektron Mikroskobu
<b>EDS</b>	Enerji Dispersiv Spektrum
<b>FTIR</b>	Fourier Dönüşümlü Kızılötesi Spektroskopisi
<b>XRD</b>	X-Işını Difraktometresi
<b>SBF</b>	Yapay Vücut Sıvısı
<b>PLA</b>	Polilaktasit
<b>PCL</b>	Polikaprolakton
<b>NaOH</b>	Sodyum Hidroksit
<b>MgO</b>	Magnezyum Oksit
<b>SiO<sub>2</sub></b>	Silisyum Dioksit
<b>MoO<sub>2</sub></b>	Molibden Dioksit
<b>WO<sub>2</sub></b>	Tungsten Dioksit
<b>TiO</b>	Titanyum Monoksit
<b>NbO</b>	Niyobyum Monoksit
<b>CrO<sub>2</sub></b>	Krom Dioksit
<b>CVD</b>	Kimyasal Buhar Biriktirme
<b>PEO</b>	Polietilenoksit
<b>NaCl</b>	Sodyum Klorür
<b>CA</b>	Selüloz Asetat
<b>DMF</b>	Dimetilformamid
<b>GL</b>	Jelatin
<b>AgNP</b>	Gümüş Nanopartiküller
<b>NiO</b>	Nikel Oksit
<b>HA</b>	Hidroksiapatit
<b>Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub></b>	Niyobyum Pentaoksit
<b>ZnO</b>	Çinko Oksit
<b>CuO</b>	Bakır Oksit

## ŞEKİLLER DİZİNİ

Şekil 2.1 Polivinil alkol polimer yapısı.....	3
Şekil 2.3. Elektro eğirme sistemi .....	7
Şekil 3.1. Taramalı elektron mikroskobu(SEM)(ZEISS Gemini 500) cihazı .....	27
Şekil 3.2. Numune kaplama cihazı (Leica EM ACE 200) .....	27
Şekil 3.3. Temas açısı ölçüm cihazı (Krüss) .....	31
Şekil 4.1. MoO <sub>3</sub> partikül boyutu boyu-hacim yoğunluğu-kümülatif hacim analizi grafiği.....	35
Şekil 4.2. MoO <sub>3</sub> tozlarına ait FTIR spektrumu .....	36
Şekil 4.3. MoO <sub>3</sub> tozlarına ait SEM görüntüsü-1 .....	37
Şekil 4.4. MoO <sub>3</sub> tozlarına ait SEM görüntüsü-2 .....	37
Şekil 4.5. MoO <sub>3</sub> tozlarına ait EDS analizi görüntüsü.....	38
Şekil 4.6. MoO <sub>3</sub> tozlarına ait XRD grafiği .....	40
Şekil 4.7. Katkısız PVA, %1 ,%3 ve %5 ' e ait Kayma Gerilimi-Kayma Oranı grafiği .....	41
Şekil 4.8. Katkısız PVA, %1 ,%3 ve %5 'e ait Viskozite-Kayma Oranı grafiği.....	41
Şekil 4.9. PVA, %1C ,%3C ve %5C 'e ait Kayma Gerilimi-Kayma Oranı grafiği ...	42
Şekil 4.10. PVA, %1C ,%3C ve %5C 'e ait Viskozite-Kayma Oranı grafiği .....	43
Şekil 4.11. Saf PVA' ya ait a) SEM görüntüsü ve b) ortalama nanofiber çapı grafiği	44
Şekil 4.12. Isıl işlem görmüş saf PVA' ya ait a) SEM görüntüsü ve b) ortalama nanofiber çapı grafiği .....	45
Şekil 4.13. %1 MoO <sub>3</sub> içeren PVA nanofiberlere ait a) SEM görüntüsü ve b) ortalama nanofiber çapı grafiği .....	45
Şekil 4.14. Isıl işlem görmüş %1 MoO <sub>3</sub> içeren PVA nanofiberlere ait a) SEM görüntüsü ve b) ortalama nanofiber çapı grafiği .....	46
Şekil 4.15. %1 MoO <sub>3</sub> ve sitrik asit içeren PVA nanofiberlere ait a) SEM görüntüsü ve b) ortalama nanofiber çapı grafiği.....	46
Şekil 4.16. Isıl işlem görmüş %1 MoO <sub>3</sub> ve sitrik asit içeren PVA nanofiberlere ait a) SEM görüntüsü ve b) ortalama nanofiber çapı grafiği.....	47
Şekil 4.17. %3 MoO <sub>3</sub> içeren PVA nanofiberlere ait a) SEM görüntüsü ve b) ortalama nanofiber çapı grafiği .....	47
Şekil 4.18. Isıl işlem görmüş %3 MoO <sub>3</sub> içeren PVA nanofiberlere ait a) SEM görüntüsü ve b) ortalama nanofiber çapı grafiği.....	48
Şekil 4.19. %3 MoO <sub>3</sub> ve sitrik asit içeren PVA nanofiberlere ait a) SEM görüntüsü ve b) ortalama nanofiber çapı grafiği.....	48
Şekil 4.20. Isıl işlem görmüş %3 MoO <sub>3</sub> ve sitrik asit içeren PVA nanofiberlere ait a) SEM görüntüsü ve b) ortalama nanofiber çapı grafiği.....	49
Şekil 4.21. %5 MoO <sub>3</sub> içeren PVA nanofiberlere ait a) SEM görüntüsü ve b) ortalama nanofiber çapı grafiği .....	49
Şekil 4.22. Isıl işlem görmüş %5 MoO <sub>3</sub> içeren PVA nanofiberlere ait a) SEM görüntüsü ve b) ortalama nanofiber çapı grafiği .....	50
Şekil 4.23. %5 MoO <sub>3</sub> ve sitrik asit içeren PVA nanofiberlere ait a) SEM görüntüsü ve b) ortalama nanofiber çapı grafiği.....	50
Şekil 4.24. Isıl işlem görmüş %5MoO <sub>3</sub> ve sitrik asit içeren PVA nanofiberlere ait a) SEM görüntüsü ve b) ortalama nanofiber çapı grafiği.....	51

Şekil 4.25. Isıl işlem görmüş %5 MoO <sub>3</sub> -C içeren PVA nanofiberlerin SEM görüntüsü .....	52
Şekil 4.26. Isıl işlem görmüş %5 MoO <sub>3</sub> -C içeren PVA nanofiberlere ait EDS analizi görüntüsü.....	53
Şekil 4.27. Isıl işlem görmüş %5MoO <sub>3</sub> -C içeren PVA nanofiberlerin SEM görüntüsü-2.....	54
Şekil 4.28. Isıl işlem görmüş %5 MoO <sub>3</sub> -C içeren PVA nanofiberlere ait EDS analizi görüntüsü.....	54
Şekil 4.29. Isıl işlem görmüş %5 MoO <sub>3</sub> -C içeren PVA nanofiberlerin SEM görüntüsü-3.....	55
Şekil 4.30. Isıl işlem görmüş %5 MoO <sub>3</sub> -C içeren PVA nanofiberlerin EDS analizi..	55
Şekil 4.31. %5 MoO <sub>3</sub> -C içeren ısıtılmış PVA nanofiberin SEM ve Mapping analizi görüntüleri .....	56
Şekil 4.32. %5 MoO <sub>3</sub> katkılı PVA nanofibere ait XRD grafiği .....	57
Şekil 4.33. Saf PVA nanofiberlerin FTIR spektrumu.....	58
Şekil 4.34. Saf PVA nanofiberlerin ve %1, %3 ve %5 MoO <sub>3</sub> içeren PVA nanofiberlerin FTIR spektrumu .....	59
Şekil 4.35. Sitrik asit içeren PVA nanofiber ve %1, %3 ve %5 MoO <sub>3</sub> ve sitrik asit içeren PVA nanofiberlerin FTIR spektrumu .....	60
Şekil 4.36. Isıl işlem uygulanmış a) %1, %3 ve %5 MoO <sub>3</sub> içeren PVA nanofiberlerin FTIR spektrumu ve b) kristalin bölge .....	61
Şekil 4.37. Isıl işlem uygulanmış a) %1, %3 ve %5 MoO <sub>3</sub> ve sitrik asit içeren PVA nanofiberlerin FTIR spektrumu ve b) kristalin bölge .....	63
Şekil 4.38. Elde edilen PVA nanofiberlerin SBF içerisinde konulduktan sonra etüv fırınındaki görüntüsü.....	66
Şekil 4.39. 72 saatlik SBF sonrası saf PVA nanofiber .....	67
Şekil 4.40. 72 saatlik SBF analizi sonrası %3 MoO <sub>3</sub> içeren PVA nanofiber .....	68
Şekil 4.41. 72 saatlik SBF analizi sonrası %3 MoO <sub>3</sub> ve sitrik asit içeren PVA nanofiber .....	68
Şekil 4.42. 168 saatlik SBF analizi sonrası saf PVA nanofiber.....	69
Şekil 4.43. 168 saatlik SBF analizi sonrası %3 MoO <sub>3</sub> içeren PVA nanofiber .....	70
Şekil 4.44. 1 hafta SBF analizi sonrası %3 MoO <sub>3</sub> ve sitrik asit içeren PVA nanofiber .....	70
Şekil 4.45. SBF sonrasında, ısıtılmış uygulanmış %1, %3 ve %5 MoO <sub>3</sub> ve sitrik asit içeren PVA nanofiberlerin FTIR spektrumu .....	72
Şekil 4.46. Isıl işlem sonrası PVA nanofiberin temas açısı ölçümü .....	73
Şekil 4.47. Isıl işlem sonrası MoO <sub>3</sub> katkılı PVA nanofiberlerin temas açısı ölçümü a)%1, b)%3, c)%5, d)%1C, e)%3C ve %5C.....	73
Şekil 4.48. Elde edilen ısıtılmış farklı Mo oranlarında PVA nanofiberlerin inhibisyon bölgeleri, S. aureus a)PVA-1,3,5MoO <sub>3</sub> ve b)PVA-1C,3C,5CMoO <sub>3</sub> , E. coli c)PVA-1,3,5MoO <sub>3</sub> ve d)PVA-1C,3C,5CMoO <sub>3</sub> .....	75
Şekil 4.49. <i>E.coli</i> 'ye ait koloni sayım grafiği .....	77
Şekil 4.50. <i>S. aureus</i> 'a ait koloni sayımına dayalı test .....	78

## TABLO DİZİNİ

Tablo 2.1. Çözücülerin elektrik iletkenlikleri[20].....	13
Tablo 3.1. Üretilen nanofiber numuneler .....	25
Tablo 3.2. SBF çözeltilerinin ve insan plazmasının iyon konsantrasyonları .....	29
Tablo 3.3. SBF çözeltilerinin kimyasal bileşimi .....	30
Tablo 4.1. MoO <sub>3</sub> tozlarının d10, d50 ve d90 değerleri.....	35
Tablo 4.2 Üretilen nanofiberlerin ortalama fiber çapları .....	51
Tablo 4.3. % Hesap olarak kontrol büyümesine karşı kalan bakteri sayısı.....	78



## TEŐEKKÜR

Çalıřmamın her ařamasında bana destek olan, bilgi ve deneyimleri ile yol gsteren danıřman hocam Sayın Prof. Dr. Ahmet TÜRK' e, bilgi ve tecrübeleri ile lisansüstü öğrenim hayatımın tüm zorlu ařamalarında maddi manevi her yönden yardımcı olan, tecrübeleri ile beni aydınlatan ve desteęini hiç eksik etmeyen, kendilerini tanımaktan büyük onur duyduęum sevgili hocalarım Sayın Arř. Gör. Kürřat KANBUR, Arř. Gör. Fatih SARGIN ve Dr. Öğr. İlyas TÜRKMEN' e, antibakteriyel testler ařamasında bana yardımcı olan sayın hocam Doç. Dr. Erdal EROĞLU' na ve çalıřmalarım sırasında bilgilerini benden esirgemeyen manevi desteęini her zaman hissettięim deęerli arkadařım Dr. Fatih ÇÖLLÜ' ye, öğrenim hayatım boyunca beni her anlamda destekleyen ve hep yanımda olan aileme teőekkür ederim.

Almila ÖZTEN  
Manisa, 2023

# ÖZET

## Yüksek Lisans Tezi

**Manisa Celal Bayar Üniversitesi  
Fen Bilimleri Enstitüsü  
Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Anabilim Dalı**

**Danışman: Prof. Dr. Ahmet TÜRK**

Antibiyotiklerin kötüye kullanılması ve bunun sonucunda ilaca dirençli bakterilerin ortaya çıkması sebebiyle bakteriyel enfeksiyonlar insanları etkileyen ve yaşamı tehdit eden bir sorun olarak ortaya çıkmıştır. Bu sebeple antibakteriyel özellik gösteren yeni malzemelerin geliştirilmesi son derece önemli bir konu olmaya devam etmektedir. Nanoteknolojinin gün geçtikçe artan gelişimi sayesinde, nanomalzemeler bakteriyel enfeksiyonla mücadele araştırmaları için önem kazanmaya başlamıştır. Nanoyapıdaki malzemeler, bakterilerin üremesini önleyerek güçlü antibakteriyel aktivite gösterdiği için sağlık uygulamalarında yeni gelişmekte olan bir alandır. Günümüzde polivinilalkol (PVA) hidrofilik, biyouyumlu ve toksik olmayan yapıya sahip en çok kullanılan biyomalzemelerden biridir. Çalışmalarda PVA nanofiberlerin kullanımı ile daha yüksek yüzey alanı sağlanması ve dolayısıyla hücrelerin daha kolay büyümesine olanak sağladığından biyomalzeme alanında kendisine geniş bir yer bulmaktadır. PVA nanofiberler, üç boyutlu yapısının hücre çoğalması ve büyümesindeki pozitif etkisi sayesinde doku mühendisliği uygulamalarında doku iskelesi çeşitlerinin yapımı veya onarımında kullanılmaktadır. Ayrıca PVA nanofiberlerin yara örtüsü, doku iskelesi, ilaç salınımı, membranlar ve yumuşak doku uygulamaları gibi birçok alanda kullanımı yaygınlaşmaktadır. Polimer esaslı nanofiberlerin üretiminde düşük maliyetli ve kolay uygulanabilir olması nedeniyle en çok kullanılan yöntem elektroçirme prosesidir. Elektroçirme yönteminde önceden belirlenmiş oranda hazırlanan polimer çözeltisine yüksek gerilim uygulanarak nanofiber yapısı oluşturulmakta ve bir toplayıcıda biriktirilmesi ile nanofiber mat üretimi gerçekleştirilmektedir. Bu tez çalışmasında antibakteriyel özellik göstermesi beklenen metal oksit katkılı PVA nanofiberlerin üretilmesi amaçlanmıştır. Bu kapsamda, molibden oksit ( $\text{MoO}_3$ ) katkısı ile PVA nanofiberler elektroçirme yöntemi ile elde edilmiştir. İlk olarak,  $\text{MoO}_3$  tozlarının partikül boyut analizi ve elektroçirmede kullanılmak için oluşturulan solüsyonların viskozite ölçümleri yapılmıştır. Üretim sonrası elde edilen numunelerin morfolojik özelliklerinin belirlenmesi için Taramalı Elektron Mikroskopu (SEM) kullanılmıştır. Bunların yanı sıra numunelerin yapısal özelliklerinin belirlenmesi için Enerji Dağılım Spektrometre (EDS), Fourier Dönüşümlü Kızılötesi Spektroskopisi (FTIR) ve X-Işını Kırınımı (XRD) analizleri yapılmıştır. Son kısımda ise ısıtma işlemi sonrası numunelere in vitro özelliklerini belirlemek amacıyla yapay vücut sıvısı (SBF) içinde biyoaktivite testi ve antibakteriyel aktivitesini belirlemek için ise disk difüzyon ve koloni sayımına dayalı yöntemler uygulanmıştır. Elde edilen sonuçlara göre  $\text{MoO}_3$  katkısının nanofiberin antibakteriyel özelliklerine pozitif etkisi olduğu belirlenmiştir.

**Anahtar Kelimeler:** Molibden oksit ( $\text{MoO}_3$ ), polivinilalkol (PVA), nanofiber, elektroęirme, karakterizasyon, antibakteriyel, SBF

**2023, 91 sayfa**



## **ABSTRACT**

**M.Sc. Thesis**

**Almila ÖZTEN**

**Manisa Celal Bayar University  
Graduate School of Natural and Applied Sciences  
Department of Metallurgical and Materials Engineering**

**Supervisor: Prof. Dr. Ahmet TÜRK**

As a result of the misuse of antibiotics, drug resistant bacteria strains have been emerged and arise as a life-threatening problem. Because of this reason, development of new materials that have antibacterial properties is still seen as an important topic. With the ever-increasing development of nanotechnology, nanomaterials are started to gain importance for the bacterial infection control research. Nanostructured materials can show strong antibacterial activity with the prevention of bacterial growth, and therefore, is a newly developing topic in the health industry. Nowadays, polyvinyl alcohol (PVA) is one of the most used biomaterials with the help of its hydrophilic, biocompatible, and non-toxic properties. In the studies, because of the advantage of wider surface area with the use of PVA nanofibers, therefore allowing cells to proliferate more easily, PVA nanofibers can find more widespread use in the field of biomaterials. Because of its three-dimensional structure, PVA nanofibers have positive effects on cell proliferation and cell growth, and therefore, have a field of use in the tissue engineering applications for building or repairing of tissue scaffold varieties. Besides, usage of PVA nanofibers is becoming more widespread in the field as wound dressing, tissue scaffold, controlled drug release, membranes and soft tissue applications. Because of the low cost of production and easy to do application of polymer-based nanofibers, electrospinning process is mostly used. In the electrospinning process, nanofibers are obtained by applying voltage between the polymer solution and the counter-collector. In this thesis, it is aimed to produce metal oxide added PVA nanofibers, which are expected to show antibacterial properties. In this context, PVA nanofibers has been produced by the electrospinning process with the molybdenum oxide ( $\text{MoO}_3$ ) addition. Firstly, particle size analysis of the  $\text{MoO}_3$  particles and viscosity analysis of the prepared solutions for the electrospinning has been done. Subsequently, SEM analysis is achieved to determine the morphological characterization of samples. Besides, for the structural analysis of the samples, EDS, FTIR and XRD analysis have been performed. In the last part, after the heat treatment, bioactivity test in SBF to determine the in vitro properties is carried out and disc diffusion and colony forming measurement methods is performed to determine the antibacterial properties. According to obtained results, it was determined that  $\text{MoO}_3$  additive had positive effect on antibacterial properties of nanofibers.

**Keywords:** Molybdenum oxide ( $\text{MoO}_3$ ), polyvinyl alcohol (PVA), nanofiber, antibacterial, SBF

**2023, 91 pages**



# 1 GİRİŞ

Biyopolimer malzemeler son yıllarda doku mühendisliği uygulamaları için kendisine geniş bir araştırma alanı oluşturmuştur. Bu alanda kullanılmak üzere araştırılan biyopolimer malzemelerden polilaktikasit (PLA), polikaprolakton (PCL) ve polivinilalkol (PVA) gibi polimerler biyoyumlu, biyobozunur, düşük toksik özellik ve en önemlisi düşük maliyet özellikleriyle dikkat çekmektedir. Bu polimerlerin çeşitli morfolojik yapılarda üretimi özellikle doku mühendisliği uygulamalarında doku iskelesi, ilaç salınımı ve yara örtüsü olarak kullanılmaktadır. Bu doku iskelelerinin porozite, yüzey alanı genişliği ve pürüzlülük özellikleri sebebiyle hücre büyümesine olanak sağlaması biyomedikal alanında güçlü bir aday malzeme olmalarına sebep olmaktadır. Biyopolimerler ve insan vücudu arasındaki bu mükemmel uyum doku iskelelerinin hücrelerin yapışmasını ve burada çoğalmasını desteklemek için hücre dışındaki matrisi taklit etmesiyle sağlanır[1].

Biyopolimer malzemelerin üretilmesinde en pratik ve yaygın kullanılan yöntem ise elektroğirme yöntemidir. Elektroğirme yönteminde 1-2 mikrometreden nano boyuta kadar nanofiberler elde edilebilir. Yöntemde, yüksek elektrik alan oluşturmak için bir voltaj kaynağı, bir şırınga ve toplayıcı olmak üzere üç ana bölüm bulunur. İşlem için hazırlanan polimer solüsyonu şırınga içerisine alındıktan sonra yüksek voltaja maruz bırakılır. Bu yüksek voltaj sonucu oluşan elektrik alan ile birlikte çözelti toplayıcıya doğru hareket etmeye başlar. Toplayıcı üzerinde nanofiberler elde edilir[2].

Elektroğirme yöntemiyle elde edilen nanofiberlerden; mekanik dayanım, biyoaktivite, antibakteriyel aktivite, biyoyumluluk sağlaması ve toksik özellik göstermemesi gibi bazı özellikler beklenmektedir. Yara örtüsü olarak kullanılmak istenen nanofiberlerde ise antibakteriyel aktivite önemli bir kriterdir. Nanofiberlerde bu özellik için katkılama işlemi yapılarak yara örtüsü olarak kullanılacak bölgede antibakteriyel aktivite sağlanabilmektedir.

Antibakteriyel aktivite, doku mühendisliği uygulamalarında yara örtüsü olarak kullanılması düşünülen nanofiber yapıdaki biyomalzeme çalışmaları halihazırda

üzerine arařtırmaların devam ettiđi önemli bir özelliktir. Bu kapsamda birçok metal oksit malzemeler, nanofiberlere katkılanarak antibakteriyel özellikleri incelenmektedir. Hong, yaptıđı çalıřmada elektroęirme yöntemiyle Ag katkılanmıř PVA nanofiberleri yara örtüsü malzemesi olarak kullanmayı amaçlamıřtır. Çalıřmada karakterizasyon işlemleri ile birlikte ayrıca nanofiberlere ısıl işlem uygulayarak matların kristallik ve nemli çevre kořullarına karřı çözünme özelliklerini geliřtirmiřtir. Aynı zamanda yapısal stabilitesini sađlamıř ve antibakteriyel aktivite etkisi sađlanmıřtır[3].

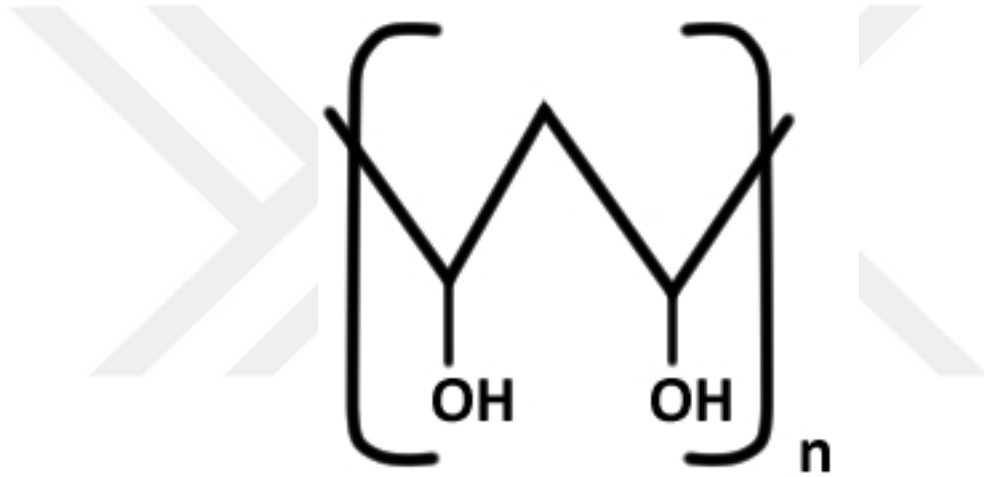
Yapılan çalıřmalarda birçok metal oksit malzemenin potansiyel bir antibakteriyel ajan olarak kullanılabileceđi arařtırılmıřtır. Bu metal oksit malzemelerin içerisinden MoO<sub>3</sub> üzerine yapılan bir çalıřmada Fakhri ve ark., sentezlediđi MoO<sub>3</sub> nanopartiküllere SEM, XRD ve TEM gibi karakterizasyon işlemleri uygulanmıřtır. Yapılan antibakteriyel aktivite testinde disk difüzyon yöntemiyle zon çapları ölçülmüř ve MoO<sub>3</sub> nanopartiküllerin Gram negatif ve pozitif bakteriler üzerinde yüksek antibakteriyel aktivite sađladığını göstermiřtir. Bu çalıřmayla MoO<sub>3</sub> nanopartiküllerin nanofiberlere katkılanarak antibakteriyel ajan olarak kullanılabileceđini kanıtlanmıřtır[4].

Bu tez kapsamında MoO<sub>3</sub> katkılı PVA nanofiberler elektroęirme yöntemiyle üretilerek yapısal, *in vitro* ve antibakteriyel özelliklerinin arařtırılması amaçlanmıřtır. Katkılamada kullanılan MoO<sub>3</sub> nanopartiküllerin yapısal ve morfolojik özellikleri partikül boyutu analizi, taramalı elektron mikroskobu (SEM) analizi, X-ışını kırınımı (XRD) analizi ve Fourier dönüşümlü kızılötesi spektroskopisi (FTIR) analizi ile incelenmiřtir. Ayrıca elektroęirme prosesinde kullanılacak olan solüsyonun viskozite analizi yapılmıřtır. Üretim sonrası elde edilen nanofiberlerin morfolojik özelliklerinin belirlenmesi için SEM analizi, yapısal özelliklerinin belirlenmesi için EDS, FTIR ve XRD analizleri yapılmıřtır. Son kısımda ise ısıl işlem sonrası numunelere biyoaktivite özelliđini belirlemek amacıyla SBF ortamında *in vitro* testi ve antibakteriyel aktivitelerinin belirlenmesi için ise disk difüzyon ve koloni sayımına dayalı testler uygulanmıřtır.

## 2 GENEL BİLGİLER

### 2.1 Polivinilalkol (PVA)

Polivinil alkol (PVA) ana zinciri C-C bağlarından oluşan yan zincirlerinde hidrofilik kısımlara (-OH grupları) sahip olan bu sayede yüksek hidrofilik, suda çözünür, belirli bir seviyede biyolojik olarak parçalanabilir ve mükemmel denilebilecek biyoyumluluğa sahip sentetik olarak elde edilen bir polimerdir. Ayrıca iyi işlenebilirliğe, iyi mekanik özelliklere ve film oluşturma kapasitesine de sahip olduğundan yoğun bir şekilde incelenmiştir. Şekil 2.1.1. 'de PVA 'nın zincir yapısı gösterilmektedir.



Şekil 2.1 Polivinil alkol polimer yapısı

Baum ve arkadaşları ilk kez 1924 yılında vinil asetat kullanarak PVA'yı hazırlamışlardır. O tarihten beri bu polimer birçok önemli özelliğinden dolayı ilgi görmüştür. PVA, monomer açısından vinil alkolün kararsız formu sebebiyle iki basamakta hazırlanır (a) vinil asetatın alkollü bir çözelti içinde serbest radikal polimerizasyonu ve (b) poli (vinil asetatın) kısmi hidrolizi. İlk adım, vinil asetat monomerinin poli(vinilasetat) (PVAc)'a polimerizasyonundan ve ardından PVAc'nin asetat gruplarının hidrolizinden oluşur. Bu dönüşüm tamamlanmayabileceğinden, farklı derecelerde hidroliz elde edilebilir. PVA, yaklaşık %80,0 oranında -OH gruplarının %98,5'ini sunduğunda kısmen hidrolize edilmiş olarak, -OH' lerin >%98,5'inin varlığında yüksek oranda hidrolize edilmiş olarak ve herhangi bir asetat grubunun yokluğunda tamamen hidrolize edilmiş olarak adlandırılır[5].

Kullanılan katalizöre bağı olarak PVA, alkalın hidroliz, aminoliz ve asidoliz yoluyla hidrolize edilebilir. Endüstriyel ölçekte, bu işlem genellikle sodyum hidroksit (NaOH) varlığında metanol ile ester eklenmesiyle alkali hidroliz ile yapılır. Hidroliz aşaması kontrol edilerek PVA polimerinin farklı dereceleri (hidroliz derecesi [DH] olarak) hazırlanabilir. Hidroliz derecesi; moleküler ağırlık (polimerizasyon derecesinden etkilenir), taktiklik, polimerin çözünürlük, kristallik, biyolojik bozunma vb. gibi kimyasal ve fiziksel özelliklerini etkiler. Düşük hidroliz derecesine sahip PVA, yüksek hidroliz derecesine sahip PVA'ya kıyasla düşük sıcaklıklarda suda daha yüksek çözünürlük gösterir. Gerçekten de artık asetat grupları (doğası gereği hidrofobik), bitişik –OH gruplarının molekül içi ve moleküller arası hidrojen bağlarını zayıflatabilir, bu durum da su sistemlerinde yüksek derecede hidroliz PVA'yı tamamen çözmek için sıcaklığı 70 °C'nin üzerine çıkarmayı gerektirir[6].

PVA'nın önemli özellikleri sebebiyle tıbbi sarma membranları, ilaç salınımı, yapışkan ve kalınlaştırıcı malzemeler, filtrasyon ve gaz bariyeri uygulamaları gibi alanlarda endüstriyel olarak kullanımına yol açmıştır. Fiber endüstrisinde beton takviyesi için kullanılmak üzere elektroğirme ile üretilmişlerdir. Özellikle son zamanlarda elektroğirme ile üretilen ultra ince PVA nanofiberler biyomedikal uygulamalar için kapsamlı olarak araştırılmıştır Potansiyel araştırma alanlarında uygulanabilirliğini keşfetmek için, PVA esaslı biyomalzemeler için kopolimerizasyon gibi diğer polimerizasyon prosedürleri de uygulanmıştır. Yüksek biyouyumluluk göstermesinden dolayı özellikle doku mühendisliği uygulamalarında PVA esaslı malzemeler büyük ilgi görmüştür[7].

## 2.2 Metal Oksitler

Yeryüzünde bulunan metaller çoğunlukla kararlı yapıya sahip değillerdir. Bu duruma karşın metaller daha yüksek kararlılığa sahip olan ve birçok işlevsellik gösteren metal oksit bileşiklerini oluştururlar. Metal oksitler genellikle katı toz yapıda katyon olarak metal ve anyon olarak oksijenden oluşur. Metal oksitler, dünyada bulunan en yaygın bileşiklerden biridir ve birçok kimyasal bileşimlere, farklı atomik yapıya ve çeşitli kristal şekillere sahiptir. Yüksek kararlılık, çeşitli kristal yapılar, faz geçişleri, bileşim, fiziksel, optik, elektriksel, kimyasal ve yüksek mukavemet gibi

birçok özelliğe sahiptir. Genel olarak, metal oksitler oda sıcaklığında kırılğan yapıdadır.

Fiziksel özelliklerine bağlı olmak üzere iki sınıfa ayrılabilir. Bunlar metal veya geçiş metali içeren metal oksit bileşikleridir. Metal içeren metal oksitlerde dolu değerlik bandı ve boş iletim bandı arasında büyük bir bant boşluğu bulunur. Magnezyum oksit (MgO) ve silisyum dioksit (SiO<sub>2</sub>) bu grubun en bilinen örnekleridir. Geçiş metali içeren metal oksitler ise geçiş metalinin kendisine ve oksijenle nasıl bağ oluşturduğuna göre üstün özellikler gösterebilir. Geçiş metali içeren metal oksitler d kısmen dolu durumda olduklarında yarı iletken davranış göstererek üstün özellikler sergileyebilirler. Geçiş metali içeren metal oksitlerin en bilinen örneklerine ise molibden dioksit (MoO<sub>2</sub>), tungsten dioksit (WO<sub>2</sub>), titanyum monoksit (TiO), niyobyum monoksit (NbO) ve krom dioksit (CrO<sub>2</sub>) verilebilir.

Metal oksit bileşiklerinin diğer bileşiklerde bulunmayan farklı ve üstün işlevselliklere sahip olduğu bilinmektedir. Ayrıca yalıtkanlıktan yarı iletkenliğe, metalik ve süper iletkenliğe kadar tam bir elektronik, optik, termal, fotoelektrik etkiler, lüminesans ve manyetizma gibi özellikler sergilediği için çeşitli ve üstün bir malzeme sınıfını oluşturur. Bu nedenle, metal oksitler birçok uygulamada kullanılan büyük potansiyele ve üstün özelliklere sahip çok işlevli malzemeler açısından öneme sahiptir[8].

### **2.3 Metal Oksitlerin Üretim Yöntemleri**

Metal oksit tozlarının büyük ölçekli üretimi için çeşitli kimyasal sentez yöntemleri bulunmaktadır. Metal oksit tozlarının hazırlanmasına yönelik kimyasal yollar, temel olarak hidrotermal yöntem ve sol-jel yöntemi gibi metal bileşiklerine dayanmaktadır. Bu yöntemler genel olarak bir metal prekürsör jelinin sentezini ve prekürsör veya jelin belirli bir sıcaklıkta istenen yapıya ve metal oksit tozlarının kristaline ayrışmasını içerir. Metal oksitlerin üretiminde yaygın olarak kullanılan kimyasal yöntemler, sol-jel yöntemi, hidrotermal yöntem, kimyasal buhar biriktirme (CVD) yöntemi ve termal ayrışma yöntemidir[9].

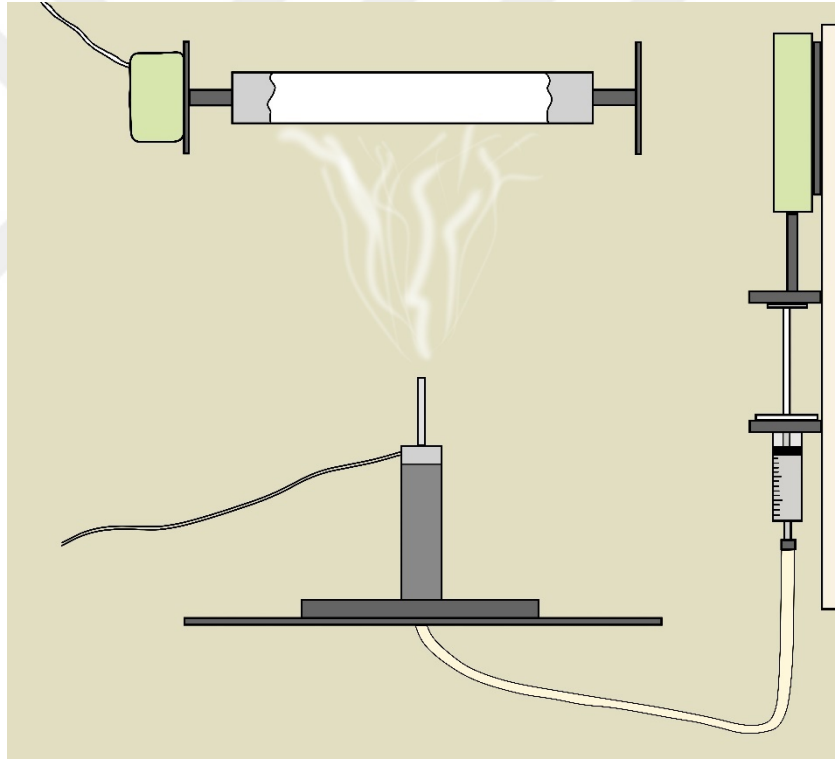
Son yıllarda  $WO_3$ ,  $NiO_x$  ve  $MoO_3$  gibi geçiş metalleri üstün bazı özellikleri sebebiyle dikkat çekmeye başlamıştır. Özellikle  $WO_3$  üzerine yapılmış olan geniş araştırmalar sonrasında  $MoO_3$  sistemleri optik geçirgenlik, elektrokromik özellikler ve geniş yüzey alanı gibi potansiyel özellikleri açısından önem kazanmaya başlamıştır. Araştırmalar yapılırken  $MoO_3$  ince filmleri üretmek için birçok yöntem geliştirilmiştir. Vakum buharlaştırma yöntemi birçok araştırmacı tarafından araştırılmasına rağmen ince filmlerin üretilmesi noktasında basit bir teknik ve ekipman gerektiren aynı zamanda hızlı üretime olanak sağlayan sol-jel yöntemi geliştirilmiştir[10].

Sol-jel yöntemi metal oksit malzemenin yani solun hazırlanması ve daha sonra solun jelleştirilmesi sonrasında çözücünün uzaklaştırılması olarak tanımlanabilir. Bu yöntemle, düşük sıcaklıkta fonksiyonel malzemeler kolaylıkla elde edilebilir. Sol-jel yöntemi düşük sıcaklık ve düşük maliyet sebebiyle metal oksit nano tozlarının sentezlenmesinde yaygın olarak kullanılan bir yöntemdir.  $ZnO$ ,  $TiO_2$  ve  $SnO_2$  gibi birçok metal oksit bu yöntem kullanılarak sentezlenebilir. Sol çözeltisini hazırlamak için az miktarda prekürsör kullanılır. Yüksek saflıktaki proses, yüksek homojenliğe, yüksek derecede uçucu maddelerin sentezlenmesine, yüksek erime sıcaklığına ve çeşitli yapı biçimlerini üretme olasılığı sağlar[9].

Genel olarak bakıldığında sol-jel işlemi katı maddenin sıvı bir çözelti ile karıştırıldığı bir prekürsör kullanımını içerir. Karışım hidroliz ve çoklu yoğunlaşma reaksiyonlarına girdikten sonra bir kolloidal çözelti (sol) oluşur. Metal alkoksitler ve metal tuzları (nitratlar, asetatlar, perkloratlar ve klorürler) solların hazırlanmasında kullanılan prekürsör maddelerdir. Prekürsörün hidrolizi ile başlayan işlem, sol-jel aktif türlerin alkol veya su kondenzasyonu ile devam eder. Daha sonra jelleşme ve yaşlanma adımları gerçekleşir. Jelleşme bölümünde kovalent bağ ile birbirine bağlı ağ şeklinde sert bir yapı meydana gelir. Yaşlanma adımında gözeneklilikte düşüş meydana gelir ve sonrasında dayanım artışı gözlenir. Son aşamada ise kurutma işlemi gerçekleştirilir. Ayrıca, bir çözücünün dielektrik sabiti, prekürsör maddenin çözeltideki polaritesini ve çözünürlüğünü belirlemede ana faktördür. Genel olarak, daha yüksek polariteye sahip çözücüler daha yüksek dielektrik sabitlerine sahiptir. Bunun dışında metal tuzları yüksek polar çözücülerde yüksek çözünürlük verir. Bu nedenle, kullanılan çözücünün metal tuzunu çözmek için yüksek bir dielektrik sabitine sahip olması gerekir[9].

## 2.4 Elektroğirme Prosesi

Elektroğirme, 1897'de Rayleigh tarafından icat edilen çok eski bir tekniktir. 1700'lü yıllarda su üzerinde elektrostatik etkiler gözlenmiştir. Cooley ve Morton yaptıkları çalışmalar sonucunda 20. yy 'ın başlarında, elektroğirme ile fiber üretmeyi başarmışlardır. Cooley tarafından elektroğirme yöntemine dönme hareketi yapan bir elektrot eklenmiştir. Fiberler, 1930'da Formhals tarafından iğnesiz bir şekilde elektroğirme ile üretilmiştir. Daha sonra Formhals, prosesi ve eklentiği patentlemiştir. Bundan sonra Formhals, başka bir elektroğirme prosesi ile fiber üretimi yöntemini kullanarak birden fazla polimer malzemedan kompozit fiber üretmek için bir patent daha almıştır[11]. Şekil 2.4.1. 'de elektro eğirme sisteminin temel elemanları görülmektedir.



Şekil 2.2. Elektro eğirme sistemi

Elektro eğirme prosesi oldukça düşük boyutlarda yapıya sahip nanofiberler elde etmek için kullanılan düşük maliyetli ve kolay uygulanabilir bir yöntemdir. Malzeme bilimi, biyoteknoloji, ilaç salımı ve doku yapı iskeleleri için prototipler olarak aşamalı olarak uygulanabilen yapıların geliştirilmesinde elektroğirilmiş fiberlerin potansiyel uygulamaları göz önüne alındığında, literatürde elektroğirme

çalışmasına artan ilgi açıkça görülmektedir. Elektro eğirme proseslerinin geliştirilmesi ile elde edilen nanofiberlerin birçok farklı alanda uygulamaya imkan sağlayacak şekilde üretilmesi ile önemli ilerlemeler kaydedilmiştir[12].

Elektroeğirme, farklı türdeki malzemelerden nano boyutta fiber üretmenin en bilinen yöntemlerinden biridir. Nanofiberler yüksek yüzey alanı/hacim oranı, gözeneklilik ve mekanik dayanım gibi istenen özellikler gösterir[13]. Elektroegirme, sürekli bir jet oluşturmak için bir sıvı damlacığa elektrik alanı uygulanması, ardından fiberleri oluşturmak için germe ve uzamanın olduğu bir elektrohidrokinamik süreci içerir[12].

Elektroeğirme prosesinde, bir polimer çözeltisine sıvı içindeki yükler indüklenecek şekilde yüksek bir voltaj uygulanır. İşlem sırasında başta yüzey gerilimi olmak üzere ayrıca etki eden yerçekimi ve uygulanan voltajdan dolayı bir koni yapısı elde edilir. Bu koniye Taylor konisi adı verilir. Yüzey gerilimi damlacığa küresel bir şekil verirken, elektrostatik kuvvet, iğne ucundaki polimer damlanın çevresinde bulunan bir Taylor konisine göre damlayı deforme etme eğilimindedir. Uygulanan yüksek voltaj sonucunda sıvı içindeki yükler kritik bir miktara ulaştığında, iğnenin ucundaki damlacıkta yüzey gerilimi aşılarak Taylor konisi ucunda bulunan çözeltide bir polimer jeti oluşur. Oluşan bu jet, topraklanmış bir toplayıcı olan düşük potansiyelli bölgeye doğru hareket edecektir. [14].

Elektroeğirme genellikle polimer çözeltisi kullanılarak gerçekleştirilir. Elektroegirmeyi ve fiberleri etkileyen parametreler, geniş bir şekilde polimer çözelti parametreleri, uygulanan voltajı, sıcaklığı ve toplayıcının etkisini ve ortam koşullarını içeren işleme koşulları olarak sınıflandırılabilir. Bu parametrelerin anlaşılabilirliği ile çeşitli şekil ve dizilişlerde nanofiber yapılar elde etmek mümkündür. Uygun parametrelerin bulunmasına kadar yapıda boncuk bulunması veya gözenekli yapıların oluşması gibi fiberlerin morfolojisini etkileyen durumlar gerçekleşebilir. Parametreleri istenilen özelliklere göre değiştirilerek farklı morfolojiye sahip nanofiberler oluşturmak bu yöntem ile mümkündür [15].

## **2.5 Elektroegirme Prosesinde Parametrelerin Etkileri**

Elektroeğirme işlemine etki eden birçok parametre vardır. Bunlar; (1) çözeltinin viskozitesi, elektrik iletkenliği, yüzey gerilimi ve çözücünün uçuculuğu, (2) çözeltinin akış hızı, iğne ucu ve toplayıcı arasındaki mesafe ve elektrik alan kuvveti, (3) ortam şartları olarak sıcaklık ve nem gibi parametrelerdir. Çözelti parametreleri içinde yüzey gerilimi oldukça önemli bir parametredir. Yüzey gerilimi sonucunda polimer jetin oluşumu, nanofiberlerin morfolojik yapısını ve eğirme sürecini etkiler[16].

### 2.5.1 Molekül Ağırlığı ve Viskozite

Çözeltinin sahip olduğu özellikler elektro eğirme prosesini ve elde edilen nanofiberlerin morfolojisini etkileyen en önemli parametredir. Çözeltinin yüzey gerilimi nanofiberlerin yapısında görülen boncuk oluşumu üzerinde etkin bir role sahiptir. Çözeltinin viskozitesi ve elektriksel özellikleri ise fiberlerin uzama oranını belirler ve bunun sonucunda elde edilen fiberlerin çapı üzerinde kritik bir etkisi bulunur.

Çözeltinin viskozitesini etkileyen en önemli faktörlerden biri kullanılan polimerin molekül ağırlığıdır. Çözelti hazırlanırken daha yüksek moleküler ağırlığa sahip bir polimer çözücü içerisinde çözüldüğündeki viskozitesi, aynı polimerin daha düşük moleküler ağırlığa sahip çözeltisinden daha yüksek olacaktır. Elektroeğirmenin meydana gelmesi sonucunda fiberlerin oluşabilmesi için gerekli koşullardan biri, çözeltinin yeterli moleküler ağırlığa sahip polimerden oluşması ve çözeltinin yeterli viskoziteye sahip olmasıdır[17].

Elektroeğirme esnasında polimer jeti iğnenin ucundan ayrılıp toplayıcıya doğru hareket ettiği sırada polimer solüsyonu üzerinde bir gerilim yaratır. Polimer solüsyonunun gerilmesi sırasında jetin parçalanmasını önleyen ve böylece sürekli solüsyon jetini koruyan molekül zincirlerinin birbirine dolanmasıdır. Polimerin moleküler ağırlığı içerdiği polimer zincirinin uzunluğunu belirtir ve bu da polimer zincirlerinin çözücü içindeki zincir dolaşıklığı miktarını dolayısıyla polimerin uzamasını belirleyeceğinden solüsyonun viskozitesi üzerinde önemli bir etkiye sahiptir[17].

Çözeltinin viskozitesini artırmanın bir diğer yolu ise polimerin konsantrasyonunu artırmaktır. Polimerin molekül ağırlığının fazla seçilmesine benzer şekilde konsantrasyondaki artış ile elektroğirme sırasında polimer jetinin sürekliliğini sağlamak için gerekli olan dolaşıklık daha fazla polimer zinciri sayesinde oluşturulması mümkün olur. Zincir dolaşıklıklarının polimer jetinin küçük damlacıklara ayrılıp ayrılmadığı veya elde edilen fiberlerin boncuk içerip içermediği üzerinde önemli bir etkiye sahip olduğu bulunmuştur. Elektroğirme prosesi için kritik miktarda polimer zincir dolanması ve dolayısıyla viskozite gerekli olsa da çok yüksek viskozite sebebiyle çözeltinin iğne ucundan pompalanmasını çok zorlaştırır. Ayrıca, viskozitenin çok yüksek olduğu durumda işlem başlamadan önce çözelti iğnenin ucunda kuruyabilir[18].

Birçok çalışma, boncuk içermeyen fiberler elde etmek için bir polimer çözeltisi için minimum seviyede viskozitenin gerekli olduğunu göstermiştir. Düşük viskozitede toplayıcı üzerinde biriken fiberler üzerinde boncuk oluşumu yaygındır. Viskozite arttırıldığı zaman boncuksuz fiberler elde edilene kadar boncukların şeklinde küreselden iğ benzeri bir biçime doğru bir değişiklik olur. Daha düşük viskozite demek daha yüksek miktarda çözücü molekülü ve daha az miktarda zincir dolanması demektir ve bu da yüzey geriliminin polimer jeti boyunca fiberler üzerinde boncukların oluşmasına sebep olan bir etkiye sahip olduğu anlamına gelir. Çözeltinin daha fazla polimer zinciri dolaşıklığına sahip olduğu anlamına gelen viskozite arttırıldığında polimer jeti üzerindeki yükler polimer zincirleri arasında dağılmış olan çözücü molekülleri ile birlikte çözeltiyi tamamen gerebilecektir. Artan viskozite ile birlikte fiberlerin çapında da artış görülür. Bu durum çözeltinin polimer jeti üzerindeki yükler tarafından gerilmeye karşı daha büyük direnç oluşturmasından kaynaklanmaktadır. Çözelti ve polimer jeti üzerindeki yükler arasındaki etkileşim elde edilen fiber çaplarının dağılımını belirleyecektir. Elektroğirme esnasında belirli bir viskozite değerinde daha düşük çaplı fiberler verecek kadar kararlı olan ana polimer jetinden çıkan ikincil bir polimer jeti olabilir. Bu bazı durumlarda gözlemlenen diferansiyel fiber çapı dağılımını açıklayabilir. Bununla birlikte viskozite yeteri kadar yüksek olduğunda ikincil polimer jetlerinin ana polimer jetinden ayrılmasını engelleyebilir ve fiber çapının artmasına sebep olabilir[19], [20].

Daha yüksek konsantrasyonun bir başka etkisi ise daha dar biriktirme alanı oluşturmaktadır. Artan konsantrasyon ile çözeltinin viskozitesi sebebiyle iğnenin ucundan çıkarken daha uzun bir mesafe katetmek için bükülme dengesizliğini kırarak kadar güçlü olduğu anlamına gelir. Böyle bir durumda polimer jetinin kateteceği yol azalır ve bükülme kararsızlığı daha dar bir alana yayılır. Bu azaltılmış polimer jeti yolu aynı zamanda solüsyonun daha az gerilmesi anlamına gelir ve daha büyük fiber çapı elde edilmesine sebep olur. Viskozite boncuksuz fiberlerin elde edilmesinde önemli bir role sahip olmasına rağmen elektroğirme işlemi sırasında fiberlerin oluşturduğu konsantrasyonu belirlemeyebilir[21].

### 2.5.2 Yüzey Gerilimi

Elektroğirme işleminde kullanılan çözücülerin yüzey gerilimine önemli bir etkisi vardır. Çözeltinin yüzey geriliminin düşürülmesiyle boncuk içermeyen elektroğirilmiş fiberler elde edilir. Çözeltinin yüzey gerilimi arttıkça püskürtme şeklindeki damlacıkları oluşturan kararsızlık sebebiyle elektroğirme işlemi engellenir. Ters bir durum olduğunda çözeltinin daha düşük yüzey gerilimine sahip olması daha dar bir alanda fiberlerin elde edilmesine neden olur[11].

Elektroğirme prosesinin minimum ve maksimum sınırları da elektroğirme çözeltisinin yüzey gerilimi sayesinde belirlenir. Ayrıca sabit iletkenlik, uygulanan gerilim ve akış hızının, çözeltinin yüzey gerilimini arttırarak boncuklu fiber morfolojisine neden olduğu gözlenmiştir[22].

Elektroğirme işleminin başlaması ile yüklenmiş çözeltinin kritik yüzey gerilimi değerini aşarak geçmesi gerektirir. Ayrıca jet, toplayıcıya doğru hareket ederken yüzey gerilimi jet boyunca boncuk oluşumuna neden olabilir. Yüzey gerilimi bir sıvının birim kütlesi başına yüzey alanını azaltma etkisine sahiptir. Bu durumda, yüksek konsantrasyonda serbest çözücü molekülleri olduğunda, çözücü moleküllerinin yüzey geriliminden dolayı toplanıp küresel bir şekil alması için daha büyük bir eğilim vardır[23].

Daha yüksek bir viskozite değeri çözücü ve polimer molekülleri arasında daha fazla etkileşim olduğu anlamına gelir ve bu nedenle çözelti yüklerin etkisi altında gerildiğinde çözücü molekülleri dolaşık polimer molekülleri üzerine yayılma

eğiliminde olacak ve böylece çözücü moleküllerinin yüzey geriliminin etkisi altında bir araya gelme eğilimini azaltacaktır. Örneğin etanol gibi çözücülerin yüzey gerilimi düşüktür ve bu nedenle boncuksuz fiberlerin elde edilmesini sağlamak için eklenebilir [23].

Yüzey gerilimini düşürmenin bir başka yöntemi de çözelti içerisine sürfaktant eklemektir. Sürfaktanın eklenmesi ile daha düzgün fiberler elde edildiği gözlenmiştir. Çözünmeyen bir sürfaktant çözelti içerisinde ince tozlar halinde dağıldığında bile fiber morfolojisinin daha düzgün olmasını sağlar[24].

### 2.5.3 Çözeltinin Elektrik İletkenliği

Genellikle polimer çözeltileri iletken olarak kabul edilir ve yüklü iyonlarının jet oluşumu üzerinde büyük etkisi vardır. Kullanılan polimerin cinsi, çözücü ve iyonik tuzlar çözeltinin iletkenliğini belirler. Çözeltinin iletkenliği arttıkça fiber çapında azalma görülür ve bunun tersi olduğu durumda da fiber çapında artış görülür. Yüksek iletkenliğe sahip polimer çözeltilerinin güçlü bölgelerde kararsız olduğu ve bükülme kararsızlığının ortaya çıktığı sonucuna varılmıştır. Bu durum geniş fiber çapı dağılımına ve küçük nanofiber çapı oluşumuna yol açmıştır[12], [25], [26].

Fong ve ark. yaptığı çalışmada, iletkenliğin nanofiberlerin boncuk oluşturmaları üzerindeki etkisi incelenmiştir. Polietilenoksit (PEO) sulu çözeltisine sodyum klorür (NaCl) eklenmiş ve çözeltinin yük yoğunluğunu arttırılmıştır. Bu artış PEO' nun boncuksuz nanofiberler oluşturmak için yapıda bulunan boncukların nanofiberlerden kademeli olarak kaybolmasına sebep olmuştur[27].

Elektroegirme prosesinde polimer çözeltisinde bulunan yükler kritik değeri geçerek çözeltinin yüzey gerilimini yenecek düzeyde olmalıdır. Bu yöntem yüzeydeki yüklerin itilmesi sonucunda oluşan gerilmeyi gösterir. Bu yüzden çözeltinin iletkenliği arttırılırsa polimer jeti tarafından daha fazla yük taşınabilir. Çözeltinin iletkenlik değeri iyon katkısıyla arttırılabilir. Ayrıca birçok ilaç ve protein suda çözündüğü zaman iyon oluşturur. Çözelti jeti tamamen gerilmediği durumda boncuk içeren fiberlerin oluşumuna neden olabilir. Bu yüzden çözeltiliye az miktarda tuz ilave edildiğinde bu artan yük sayısı çözeltinin esnemesini arttıracaktır. Sonuç olarak

bakıldığında, solüsyona tuz ilavesi olmadığı takdirde boncuk yapısı içeren düz fiberler elde edilebilir[28].

Çözelti jetinin gerilmesinin artışı aynı zamanda daha küçük çaplı fiberlerin elde edilmesine sebep olacaktır. Bununla beraber fiber çapındaki azalmanın bir sınır değeri vardır. Çözelti jeti içerisindeki yükler esnerken coulomb kuvvetlerine karşı daha büyük bir viskoelastik kuvvet oluşmasına yol açar. İyonların varlığı çözeltinin iletkenliğini arttırdığından elektroegirmenin sağlanması için gerekli olan kritik voltajı düşürür. Yüklerin artması sonucunda daha büyük bir bükülme kararsızlığı elde edilebilir. Bunun sonucunda fiberlerin birikme alanı artar ve aynı zamanda jetin ilerleyeceği yol arttığı için daha ince fiberlerin oluşumuna da yol açar[26].

Daha yüksek iletkenliğe sahip çözücüler kullanılarak hazırlanan çözelti genellikle boncuksuz fiberler verirken, çözelti sıfır iletkenliğe sahipse fiberler oluşmaz[20]. Tablo 2.5.3.1. 'de elektro egirme yönteminde sıklıkla kullanılan bazı çözücülerin iletkenlik değerleri verilmektedir.

Tablo 2.1. Çözücülerin elektrik iletkenlikleri[20]

Çözücü	İletkenlik(mS/m)
Aseton	0.0202
Bütanol	0.0036
Dimetilformamid	1.090
Distile Su	0.447
Etanol	0.554
Etanol (%95)	0.624
Etanol/Su (40/60)	0.150
Metanol	0.1207
Propanol	0.0385

İyonların boyutu da fiber morfolojisinde bir etkiye sahip olabilir. Çözünmüş NaCl içeriğine sahip bir çözücülerden elde edilen fiberlerin en düşük fiber çapına sahip olduğu, çözünmüş  $\text{KH}_2\text{PO}_4$  içeriğine sahip bir çözücülerden elde edilen fiberlerin en yüksek fiber çapına sahip olduğu ve çözünmüş  $\text{NaH}_2\text{PO}_4$  içeriğine sahip bir çözücülerden

elde edilen fiberlerin ise orta boyutlar fiber çapına sahip olduğu bulunmuştur. Na ve Cl iyonları, K ve P iyonlarından daha düşük atomik yarıçapa sahip olmasından dolayı elektrostatik alan üzerinde daha yüksek hareketliliğe sahip olabilirler. Sonuç olarak bakıldığında daha hareketli küçük iyonların neden olduğu jet üzerinde daha büyük uzama kuvveti daha düşük çaplı fiberlerin elde edilmesine neden olabilir[28].

Çözeltinin iletkenliğini arttırmak dolayısıyla yüzey gerilimini de düşürmek için iyonik surfaktantlar çözelti içerisine eklenebilir. Çözeltiye eklenen iyonik surfaktantların fiberlerin çapında önemli bir düşüşe sebep olduğu belirlenmiştir. Çözeltinin iletkenliğini artırmanın bir diğer yolu da çözeltinin pH 'ını değiştirmektir. Normal koşullarda selüloz asetat (CA) çözeltisi nötr koşulda elde edilen çözeltilere göre fiber çapında önemli bir düşüşe neden olur. CA normal koşullar altında deasetilasyona uğrayacağından OH<sup>-</sup> iyonları çözeltinin ilerlemesi ve gerilmesinde daha büyük bir etkiye neden olabilir. Bununla birlikte çözeltinin iletkenliğini arttırmak için eklenen surfaktant ile çözelti arasındaki etkileşimin de elde edilen fiberler üzerinde önemli bir etkisi olabilir. CA asidik koşullarda çözüldüğünde, çözeltinin iletkenliği iyileştirilmiş olmasına rağmen fiber çapında bir miktar artış görülmüştür[28].

Bazı durumlarda iyonik tuzun eklenmesi çözeltinin viskozitesinde artışa neden olabilir. Böylece, çözeltinin iletkenliği iyileştirilse de viskoelastik kuvvet, coulomb kuvvetten daha güçlüdür ve bunun yerine fiber çapında bir artışa neden olur[21].

#### **2.5.4 Çözücünün Cinsi**

Elektroegirme ile elde edilen fiberlerin morfolojisi büyük ölçüde çözücünün cinsine göre çözeltinin hem fiziksel hem de elektriksel özelliklerinden etkilenir[29]. Normal bir çözelti ağırlıkça %80-90 oranında çözücü ve %10-20 arasında değişen polimer ağırlığından oluşacaktır bu sebeple elektroegirme için çözücü cinsi ve bu çözücülerin fiberlerin morfolojisi üzerindeki etkisi son yıllarda temel araştırma alanlarından biri olmuştur[30], [31]. Wannatong ve ark., hem fiberlerin yoğunluğunun hem de fiberlerin boncuk içermesinin çözücü cinsinden etkilenebileceğini göstermiştir. Toplayıcı üzerinde biriken fiberlerin kuruluşundaki farklılıkların çözücünün yoğunluğuna ve kaynama noktasına bağlanabileceği belirtilmiştir.

Çözücünün yoğunluğu ve kaynama noktası düştükçe toplayıcı üzerindeki fiberlerin de kuruluğu artmıştır[32].

Çözelti içerisinde kullanılan çözücünün dielektrik sabiti elektroğirme prosesi üzerinde önemli bir etkiye sahiptir. Daha büyük bir dielektrik özelliği olan bir çözücü içeren çözeltilerden elde edilen fiberlerin boncuk oluşumu ve fiber çapı azalmıştır. Dimetilformamid (DMF) gibi çözücüler dielektrik özellikleri sebebiyle fiber morfolojisini iyileştirmek için çözeltilere eklenebilir. Çözelti jetinin bükülme kararsızlığı da daha yüksek dielektrik sabitine sahip çözücü kullanılması ile artar. Bu, fiberlerin artan birikme alanı ve artan çözelti jeti yolundan dolayı fiber çapının düşmesini kolaylaştırabilir. Bununla birlikte, çözeltinin elektroğirilebilirliğini geliştirmek için çözeltilere daha yüksek dielektrik sabitine sahip çözücü eklenirse, polimerin çözünürlüğü yani karışımlar arasındaki etkileşim de elde edilen fiberlerin morfolojisi üzerinde bir etkiye sahip olacaktır[28].

### 2.5.5 Besleme Hızı

Şırıngadaki polimer çözeltisinin akış hızı, jetin başlangıç hızını ve polimer hareket hızını etkilediği için elektroğirme yönteminde önemli faktörlerden bir tanesidir. Boncuksuz fiberlerin oluşumu, çözücünün buharlaşması için yeterli zamana sahip olmasına bağlıdır, bunun için de düşük akış hızı tercih edilir. Besleme hızı arttırıldığında polimer jetinin toplayıcıya ulaşmadan önce buharlaşması için yeterli zaman sağlanmamış olur bu da fiberlerin çapında artışa sebep olur[33].

Besleme hızı elektroğirme prosesi için gerekli olan çözelti miktarını belirleyecektir. Belirli bir voltaj değeri için kararlı bir Taylor konisi sağlanacaksa ona karşılık gelen uygun bir besleme hızı vardır. Besleme hızı arttırıldığında zaman fiberlerin çapında veya boncuk boyutunda bir artış meydana gelir. Bu durum iğne ucundan çekilen daha yüksek çözelti hacmi olduğu için oluşur. Bununla birlikte, daha yüksek besleme hızı nedeniyle fiber çapındaki artışın da bir sınırı vardır[25], [27], [34], [35].

Besleme hızı çözelti jeti tarafından taşınan yüklerle aynı oradaysa, besleme hızı arttığında yüklerde de buna karşılık bir artış görülmelidir ki böylece, artan hacme bağlı olarak artan fiber çapına karşı gelen çözeltinin gerilmesinde bir artış olsun.

İğnenin ucundan çıkan çözeltinin hacminin daha fazla olması sebebiyle çözelti jetinin kuruması zaman alacaktır. Sonuç olarak toplayıcı üzerinde biriken fiberlerdeki çözücü miktarı uçuş süresi göz önüne alındığında buharlaşmak için yeterli süreye sahip olmayabilir. Kalan bu çözücüler fiberlerle ağ oluşturdukları yerde kaynaşmaya sebep olabilir[32], [34].

### **2.5.6 İğne Ucu ve Toplayıcı Arasındaki Mesafe**

İğne ucu ve toplayıcı arasındaki mesafe fiberlerin morfolojisini ve fiberlerin çaplarının kontrol edilmesi için kullanılır. İğne ucu ve toplayıcı arasındaki mesafe kısaldıkça daha düşük çapa sahip fiberler elde edilir[36], [37].

Elektroçizme ile elde edilen nanofiberlerin kuruluğu, boncuksuz fiberler oluşturmak için oldukça önemlidir. Bu yüzden de çözücünün uygun bir şekilde buharlaşmasını sağlamak için iğne ucu ile toplayıcı arasında optimum bir mesafe belirlenir. Ayrıca yüksek voltaj ve iğne ucu-toplayıcı arasındaki mesafenin belirlenmesi ile daha küçük fiber çapına sahip nanofiberlerin elde edilmesi sağlanmıştır. Optimum değere ulaşılan kadar voltaj ve iğne ucu-toplayıcı mesafesi arttıkça fiber çapının minimum değere ulaştığı görülmüştür. Belirlenen bu optimum değere ulaştıktan sonra iğne ucu ve toplayıcı arası mesafe ile voltaj arttıkça fiber çapı da artmaya başlar[37], [38].

İğnenin ucu ve toplayıcı arasındaki mesafe çok kısa olursa çözücünün buharlaşması için yeterli zaman sağlanmamış olur ve düzgün fiber yapısı elde edilemeyebilir. Aralarındaki mesafe arttırıldığında ise boncuksuz yapıda daha düzgün fiberler veya daha küçük boyutlarda boncuk yapısı elde edilir. Bir diğer deyişle fiberlerin çapını etkileyebilecek olan durum çözelti jetinin uçuş süresidir. Uçuş süresinin arttığı durumda fiberlerin toplayıcı üzerinde birikmeden önce gerilmesi ve uzaması için daha uzun bir süre sağlayacaktır.

### **2.5.7 İğne Çapı**

Elektroegirme prosesinde iğne kullanıldığı durumlarda iğne çapı işlemi etkileyebilir. İğne çapı arttıkça iğne ucunda tıkanma olabilir[39]. İğnenin çapının azalması durumunda iğne ucundaki damlanın çapı da azalır. Sabit akış hızında ve elektrik alanında polimer jetinin çapı azaldıkça hızı artar, bu nedenle iğne ucundan toplayıcıya olan uçuş süresi azalır, bu da daha küçük çapa sabit ve homojen dağılıma sahip nanofiber elde edilmesi için çözücünün buharlaşmasını ve jetin ayrılmasını hızlandırır[39]–[41]. Böyle bir durumda yüzey gerilimi etkilidir. İğne çapını azaltmak demek damlanın çapının küçülmesine ve bu da damlanın yüzey geriliminin artmasına neden olur. Elektrostatik alan kuvvetinin sabit olduğu düşünülüğünde jetin başlangıç ivmesi artan polimer yüzey gerilimi ile düşer ve bu da ortalama hızın düşmesine neden olur. Bu çözelti jetinin iğneni ucundan başlayan ve toplayıcıda sona eren uçuş süresinin artması anlamına gelir. Çözücü buharlaşması olduğunda jetin zayıflamasına neden olur ve jetin ayrılma süresini arttırır. Bunun sonucunda küçük çapa sahip bir iğne kullanıldığında daha düşük çaplı ve birbirine yakın boyut dağılımına sahip fiberler elde edilebilir. Bununla birlikte iğnenin çapı çok küçükse çözeltinin yüzey gerilimine bağlı olarak polimer damlacıklarının oluşması zorlaşabilir[41].

### 2.5.8 Voltaj

Elektroegirme prosesinde en önemli unsurlardan biri de çözeltiye yüksek voltaj uygulanmasıdır. Çözeltiye uygulanan yüksek voltaj elektroegirme prosesinde iğne ucu ile toplayıcı arasındaki elektrik alanın büyüklüğünü ve çekim kuvvetinin yoğunluğunu kontrol eder[42].

Çözeltideki elektostatik kuvvet çözeltinin yüzey gerilimini aştığında, yüksek voltaj çözelti üzerinde gerekli yükleri indükleyecek ve harici elektrik alanla birlikte elektroegirme işlemi başlatacaktır. Genelde elektroegirme prosesinde 5kV 'nın üzerinde voltaj ile birlikte iğnenin ucunda damlanın oluşması ve çözelti jetinin başlaması sırasında Taylor konisinin şeklinin bozulmasına neden olabilir. Çözeltinin besleme hızına bağlı olarak Taylor konisinin kararlı yapıya sahip olabilmesi için uygulanan voltajdan daha yüksek bir voltaj uygulanması gerekebilir. Uygulanan voltajın daha yüksek olduğu durumda, daha fazla yük miktarı jetin hızlanmasına neden olur ve iğnenin ucundan daha fazla çözelti çekilir. Bu durum daha küçük boyutta ve daha kararsız bir Taylor konisi oluşması ile sonuçlanabilir. Çözelti toplayıcıya

birikirken iğnenin ucundan gelen besleme yetersiz kalır ise bu durumda Taylor konisi iğnenin içine çekilebilir[43].

Hem uygulanan voltaj hem de ortaya çıkan elektrik alanı çözelti jetinin gerilmesinde ve hızlanmasında önemli bir etkiye sahip olduğundan elde edilen fiberlerin morfolojisi üzerinde de bir etkiye sahip olacaktır. Bazı polimerler için, uygulanan voltajın daha yüksek olması çıkan jet üzerindeki elektrostatik itme kuvvetlerini artırır ve bu nedenle fiber çapını azaltır, çözücü hızla buharlaşır ve boncuk oluşmaz.

Viskozite arttıkça, hem yüzey geriliminin hem de viskoelastik kuvvetin üstesinden gelerek jeti zayıflatmak ve fiber oluşturmak için daha fazla kuvvet gerekir. Hem sağlanan voltaj hem de ortaya çıkan elektrik alanı, jetin gerilmesi ve hızlanması üzerinde bir etkiye sahip olduğundan, elde edilen liflerin morfolojisi ve çapı üzerinde bir etkiye sahip olacaktır[42].

İğne ucundaki damladan yüklü bir jeti çıkarmak için gereken eşik voltajı esas olarak çözelti konsantrasyonuna bağlıdır. Daha düşük viskoziteli bir çözelti kullanıldığında, daha yüksek bir voltaj, elektroğirme sırasında ikincil jetlerin oluşumunu destekleyebilir. Bu durumda, elektroğirme için kritik gerilime yakın bir gerilim, daha ince fiberler elde etmek için uygun olabilir.

Uygulanan voltajın ve iğne ucu-toplayıcı mesafesinin elde edilen fiber çapı üzerindeki etkisi belirlenmiştir. Ortalama fiber çapının, uygulanan voltajdaki ilk artıştan sonra minimum bir değere ulaştığı ve ardından uygulanan voltaj arttıkça büyüdüğü belirlenmiştir[44].

### **2.5.9 Sıcaklık**

Çözücü uçuculuğu, buharlaşma ve sıcaklık arasında doğrudan bir ilişki vardır. Ek olarak, polimer çözelti yüzey gerilimi ve viskozitesi sıcaklıktan etkilenir[26], [45], [46]. Çözeltinin sıcaklığının artması, viskozitenin düşmesine neden olur ve fiber çapı azalmış elektroğirme jeti ile nanofiberler elde edilir. Buradan, sıcaklığın artmasının

iki zıt etkisinin olduğu sonucuna varılabilir: çözücü buharlaşma hızının artması ve viskozitenin azalması[12], [47].

### 2.5.10 Nem ve Ortam Koşulları

Nemin artması fiber yüzeyinde gözenekler oluşturarak fiber morfolojisini etkiler. Modifiye edilmiş nanofiberler, nem kontrol edilerek oluşturulur[12]. Nem aynı zamanda nanofiberlerin çapını da etkiler. Çok düşük nem olduğu zaman uçucu çözücüler hızla buharlaşır ve iğne ucunun tıkanması gibi elektroğirme işleminde sorunlara neden olabilir[12], [48]. Bu nedenle, ortam parametrelerinin elektroğirme işlemi üzerinde büyük etkisi vardır. Nemin artmasıyla birlikte gözenekler ortaya çıkar ve %50 bağıl nemin üzerinde fiber oluşumu gözlenmez[49]–[51].

### 2.6 Metal Oksit Katkılı Nanofiberler

Nhi ve ark.'nın 2017 'deki çalışmasında elektroğirme yöntemi ile üretilmiş polikaprolakton (PCL) iskele, antibakteriyel aktivenin belirmesi ve yara iskelesi yapışmasını azaltmak için jelatin-gümüş nanopartiküller (AgNP'ler) ile kaplanmıştır. Doku iskelesinin hidrofilikliğinin belirlenmesi için temas açısı analizi yapılmıştır. Antibakteriyel aktivenin belirlenmesi için nanofiberler *P. aeruginosa* ve *S. aureus* üzerinde disk difüzyon yöntemi ile test edilmiştir[52].

Ramalingam ve ark. tarafından 2019 'da yapılan çalışmada ise gymnema ekstraktı kullanılarak nikel oksit (NiO) nanopartiküllerin yeşil sentezi yapılmıştır. Elde edilen nanopartiküller elektroğirme yöntemi ile elde edilmiş PCL/GL nanofiber matlara katkılanmıştır. Nanofiberlerin antibakteriyel aktivitelerinin belirlenmesi için *S. aureus*, *P. aeruginosa*, *E. coli* bakterileri üzerinde test edilmiştir. Ayrıca fiberlerin mekanik dayanımının belirlenmesi için çekme testi ve ıslanabilirliklerinin belirlenmesi için temas açısı ölçümü yapılmıştır. Elde edilen nanofiberler iyi ıslanabilirlik, biyoyumluluk ve antibakteriyel aktivite sergilemiştir. Bu özellikleri sayesinde nanofiberler matlar antibakteriyel yara örtüsü olarak kullanılabilirler[53].

Duygulu tarafından 2019 yılında yapılan çalışmada, TiO<sub>2</sub> katkı polilaktik asit (PLA) nanofiberler biyomedikal alanındaki uygulamalarda kullanılması için elektro

eğirme yöntemi ile üretilmiştir. Yapılan çalışmada çeşitli parametreler denenerek TiO<sub>2</sub> katkısının homojen olduğu optimum parametreler belirlenmiştir[54].

Aktürk ve ark. tarafından 2019 yılında yapılan çalışmada, gümüş nanopartiküller, antibakteriyel etkinin belirlenmesi ve yeşil kaplama olarak sentezlenmiştir. Üretilen bu Ag-NP 'ler elektro eğirme yöntemiyle üretilecek olan PVA matrisine katkılanmıştır. Nanofiber matları çözünmeye dayanıklı hale getirmek için iki farklı çapraz bağlama işlemi uygulanmıştır. Çalışmada çapraz bağlama işlemi sonrasında SBF içerisinde konulan nanofiber matların Ag salınımı yaptığı ve yapısını koruyarak stabilite göstermiştir. Ayrıca antibakteriyel aktivitesini belirlemek için *E.coli* ve *S.aureus* üzerinde test edilmiştir. Sonuçlar incelendiğinde üretilmiş olan nanofiber matların yara örtüsü uygulamalarında yapı iskelesi olarak kullanılabileceği gösterilmiştir[55].

Marins ve ark. tarafından yapılan 2019 'daki çalışmada polikaprolakton-jelatin-hidroksiapatit-niyobyum pentaoksit (PGHANb) kompozit membranlarını elektro eğirme yöntemi ile kemik dokusu mühendisliğinde kullanılmak üzere yapı iskeleleri üretilmiştir. Ortalama fiber çapları 123 ila 156 nm arasında değişen kompozit membranlar, bir PCL ve GL matrisine HA ve değişen konsantrasyonlarda Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub> partikülleri (%0, 3, 7 ve 10) eklenerek elde edilmiştir. Nanofiberlerin biyoaktiviteleri simüle edilmiş vücut sıvısı (SBF) kullanılarak değerlendirilmiştir ve membranların yüzeyinde HA kristallerinin oluşumları gözlenmiştir. Elde edilen nanofiberlerin kemik doku rejenerasyonu için uygun bir aday olduğu sonucu gösterilmiştir[56].

Harikrishnan ve Sivasamy 2020 'de yaptığı çalışmada elektro eğirme yöntemi ile ZnO katkılı PCL kompozit yapı iskelesi üretmişlerdir. Yapılan çalışmada nanofiberlerin doğal kemik yapısını taklit ederek kemik rejenerasyonu için kullanılması amaçlanmıştır. Bu doğrultuda PCL ve PCL/ZnO yapı iskeleleri elde edilmiştir. Nanofiberlerin karakterizasyonları için SEM ve EDS, FTIR, XRD ve temas açısı analizi yapılmıştır. Analiz sonucunda nanofiberler içerisinde dağılmış ZnO partikülleri belirlenmiş ve bu partiküllerin kemik dokusu rejenerasyonu için potansiyel bir malzeme olduğu belirlenmiştir[57].

Karuppattan ve ark. 2021 'de yaptığı çalışmada biyosentez ile CuO NP 'ler eklenmiş PCL/jelatin elektroğirme nanofiberlerin karakterizasyonuna ve bunların antibakteriyel yara örtüsü olarak kullanımını araştırmışlardır. Üretilen nanofiberler boncuksuz yapıda ve ~130 ila 160 nm arasında değişen boyutlarda elde edilmiştir. Nanofiberlerin antibakteriyel aktivitelerinin belirlenmesi için disk difüzyon yöntemi ile test edilmişlerdir. PCL/Jel nanofiberlerde herhangi bir antibakteriyel aktivite görülmezken CuO içeren nanofiberlerde *S. aureus*, *P. aeuginosa*, *E. coli* 'de antibakteriyel aktivite gözlenmiştir. Ayrıca nanofiberlerin ıslanabilirliği su temas açısı ile ölçülmüştür. Elde edilen nanofiberler hidrofilik, mekanik dayanımlı, yara patojenlerine karşı etkili olmasıyla birlikte fibroblast tutunmasını ve büyümesini desteklemiştir. Bu özelliklerinden dolayı üretilen nanofiberlerin yara örtüsü olarak kullanılabilir olduğu görülmüştür[58].

## 2.7 Nanofiberlerin Uygulama Alanları

Elektroğirme yöntemiyle hazırlanmış PVA nanofiberler yakıt hücresi sistemleri, yumuşak elektronik malzemeler, katalitik cihazlar, radyasyon tespiti ve filtrasyon uygulamalarında şablon olarak aşamalı olarak kullanılmıştır. Öte yandan, metal ve yarı iletken nanoparçacıkların dahil edilmesi, antibakteriyel etkiye dayalı uygulamaların sayısında bir artış gösterilmiştir.

Nanofiberler su filtrasyonu, doku mühendisliği iskelesi, yaralar, fiber kompozitler, ilaç salınımı ve koruyucu giysiler gibi çeşitli uygulamalar için performansını artıran geniş yüzey/hacim oranına sahip oldukça gözenekli ağ oluşturma yeteneğine sahiptir. Tek nanofiberler, potansiyel olarak ilaç dağıtımını için yumuşak mikro robotlar olarak kullanılabilir[11]. Ayrıca havacılık, kapasitörler, transistörler, pil ayırıcılar, enerji depolama, yakıt hücreleri ve bilgi teknolojisi gibi çok çeşitli uygulamalar için uygun hale getiren özel özelliklere sahip yeni bir malzeme sınıfıdır[13].

Son yıllarda nanofiber formunda elde edilen yapı iskeleleri yüksek yüzey alanı, mekanik stabilite ve yara üzerinde bulunan sıvıları emmelerine izin veren kontrol edilebilir fiber boyutu gibi özelliklerinden dolayı dokunun daha hızlı onarımı için yara örtüsü uygulamalarında büyük ilgi görmüştür[59]. Doku mühendisliği, biyolojik

işlevleri taklit edip geliştirmek ve organ kaybını önlemek amacıyla vücut dokularının yapısal organizasyonuna benzeyen işlevsel doku iskeleleri elde etmek için üzerine birçok çalışma yapılmakta olan ve oldukça yüksek potansiyele sahip bir alandır. Birçok yapı iskelesi üretim yöntemi arasından elektroğirme prosesi hücre dışı matris benzer boyutsal organizasyona sahip fiber yapıların elde edilmesini sağlaması sebebiyle yaygın olarak kullanılan bir üretim yöntemidir. Pek çok polimerler, üç boyutlu yapı iskeleleri şeklinde elektro eğirme yöntemiyle üretilebilir. Fakat belirli bir kısmı çevre dostu çözücüler kullanılarak başarıyla elde edilirler. Bunların içerisinde bir tanesi de dikkat çeken özelliklere sahip PVA 'dır. Sahip olduğu üstün biyouyumluluk, biyobozunurluk, termal kararlılık, mekanik stabilite ve en önemlisi sulu çözücüler içerisinde çözünebilme özellikleri sebebiyle doku iskelesi olarak kullanılması birçok çalışmada araştırılmıştır. Doku iskelesi olarak PVA esaslı malzemelerin kullanılması ile birlikte kemik, kıkırdak, deri, vasküler, nöral ve kornea biyotıp alanında önemli başarılar elde edilmiştir. Ayrıca elektroğirme prosesi ile üretilen PVA'nın stabilitesi ve çapraz bağlama alternatifleri ile dikkat çekmektedir[6].

Doku mühendisliği aynı zamanda yitirilen fizyolojik işlevlerin geri kazanılması için yeni bir yol sağlamıştır. Doğal veya sentetik doku iskelelerinin elde edilmesi ile aynı zamanda hücre çoğalmasını ve farklılaşmasını sağlamak için bu türdeki malzemelerin büyüme faktörleri ve/veya sinyal molekülleri ile kombinasyonuna izin verir ve hücre dışı matris (ECM) benzeyen yapılar gelişmesine sebep olur. Bu özellikleri sayesinde cerrahi işlemler sonrasında iyileşme sürelerini kısaltarak yüksek tedavi maliyetlerini önler ve aynı zamanda oto- ve allogreftlerin kısıtlamalarının üstesinden gelir[60], [61]. Fonksiyonel katkı maddeleri, ışık yayan boyalar, ilaçlar ve biyomolekülleri içine alabilen sıralanmış ultra ince fiberler gibi belirli özelliklere sahip yapı iskeleleri elektroğirme kullanılarak üretilirler[62], [63]. Bu üretim yöntemi, kolay elde edilmesi ve düşük bakım maliyeti ile elektro eğirme parametrelerini belirleyerek uygulamaların istenilen özelliklerini karşılayacak biçimde fiberlerin çapını kontrol etmeyi ve bu sayede doku iskelesinin morfolojisinin ayarlayabilmesine olanak sağlar[64].

Bu önemli uyarlanabilir özellikler, elektro eğirme tekniğini özellikle doku fonksiyonlarını eski haline getirmek, sürdürmek veya iyileştirmek için yeni nesil stratejiler sağlayarak biyomimetik nanofiber yapı iskelelerinin üretilmesi için uygun

bir yöntem haline getirir[1], [65]. Bu temel özellikler, fiber yapısı ile sağlanan biyouyumluluk, biyobozunurluk, mekanik stabilite ve besin taşınmasına ilişkin malzeme gereksinimlerini karşılarken hücre yapışmasını, bağlanmasını, çoğalmasını, farklılaşmasını ve göçünü teşvik eder[2], [59], [66]–[68].



### **3 MATERYAL VE YÖNTEMLER**

#### **3.1 Materyal**

Nanofiber üretiminde kullanılan PVA (Mw 85,000-124,000) ve yüzey gerilimini ayarlamak için Triton X-100 kimyasalları Sigma-Aldrich firmasından temin edilmiştir. Çözelti hazırlanmasında çözücü olarak saf su kullanılmıştır.

Bu çalışma kapsamında elektroğirme yöntemi ile üretilen PVA nanofiberlere antibakteriyel özellik sağlanması amacıyla MoO<sub>3</sub> katkısı yapılmıştır. Katkılama işlemi için PVA oranı sabit tutulurken üç farklı MoO<sub>3</sub> oranı belirlenmiştir. Fiziksel ve kimyasal çapraz bağlama işlemi için nanofiberlere ısı işlem ve sitrik asit katkısı yapılmıştır. Nanofiber üretiminde FYTRONIX marka elektroğirme cihazı kullanılmıştır.

Elde edilen nanofiberlerin yapısal karakterizasyon işlemi için Tane Boyutu Analizi, Viskozite, Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM), Fourier Dönüşümlü Kızılötesi Spektrometresi (FTIR) ve X-Işınları Difraktometresi (XRD) analizleri yapılmıştır. Nanofiberlerin antibakteriyel özelliklerinin belirlenmesi için ise Tüp Dilüsyon Testi ve ayrıca *in vitro* test için Yapay Vücut Sıvısı (SBF) hazırlanarak sıvı içerisinde önceden belirlenmiş sürelerde bekletilerek biyoaktivite gösterme özelliği incelenmiştir.

### 3.2 Yöntem

Nanofiber üretiminde ilk aşama PVA çözeltisi hazırlanmasıdır. PVA çözeltisi için öncelikle %8 oranında PVA saf su içerisinde yaklaşık 80°C sıcaklıkta 2 saat boyunca karıştırılarak çözündürülmüştür. Daha sonra solüsyonun sıcaklığı kapatılarak karıştırılmaya devam edilmiştir. Yüzey gerilimini düşürmek ve sonuç olarak polimerik çözeltinin sürekli bir şekilde düzenli besleme hızını oluşturmak için Triton X-100 kullanılmıştır. Solüsyon oda sıcaklığına ulaştığında %12,5 oranında Triton X-100 eklenmiştir. Bu oran daha önce yapılan çalışmaya bakılarak belirlenmiştir[14]. Çözelti belli bir süre karıştırıldıktan sonra, içerisine sırasıyla %1, %3, ve %5 oranlarında molibden oksit eklenmiştir. Hazırlanan solüsyon nanofiber üretimi için bir şırınga içerisine alınmıştır ve elektroğirme prosesine geçilmiştir.

Aynı adımlar sitrik asit katkılı nanofiberler elde edilmek için tekrarlanmıştır. Triton X-100 eklenmesinden bir süre sonra da sitrik asit belirlenen oranda çözelti içerisine eklenmiştir.

Elektroğirme işlemine başlamadan önce proses parametreleri belirlenmiştir. Elektroğirme prosesinde, iğne-kollektör mesafesi 10 cm, uygulanan voltaj 17.5 kV,

besleme oranı 1000 µl/h olacak şekilde parametreler seçilmiştir. Yaklaşık 5 ml çözelti bitirildikten sonra elektroğirme prosesi sonlandırılmış ve toplayıcı üzerinde biriktirilen nanofiberler gece boyunca kurumaya bırakılmıştır. Kuruyan nanofiber matlar pens yardımıyla alüminyum folyo üzerinden çıkarılarak numune poşetine konulmuştur. Elde edilen numuneler Tablo 3.2.1. 'de verilmiştir.

Tablo 3.1. Üretilen nanofiber numuneler

<u>Elde Edilen Nanofiberler</u>	<u>Kısaltmalar</u>
Katkısız PVA	PVA
%1 MoO <sub>3</sub> içeren PVA	%1
%3 MoO <sub>3</sub> içeren PVA	%3
%5 MoO <sub>3</sub> içeren PVA	%5
%5 sitrik asit içeren PVA	PVA-C
%1 MoO <sub>3</sub> ve %5 sitrik asit içeren PVA	%1C
%3 MoO <sub>3</sub> ve %5 sitrik asit içeren PVA	%3C
%5 MoO <sub>3</sub> ve %5 sitrik asit içeren PVA	%5C

### 3.3 Karakterizasyon

#### 3.3.1 Partikül Boyutu Analizi

Elde edilen MoO<sub>3</sub> tozlarının tane boyutunun belirlenmesi için Malvern Mastersizer (3000,UK) Tane Boyutu Analizi Cihazı kullanılmıştır. Cihazın çalışma prensibi lazer difraksiyon ve Mie teorisi ile saf su içerisine eklenen MoO<sub>3</sub> tozlarının lazer ışını yardımıyla taneler üzerinden saçılan ışığın yoğunluğunun ölçülmesine dayanır.

#### 3.3.2 Viskozite Ölçümü

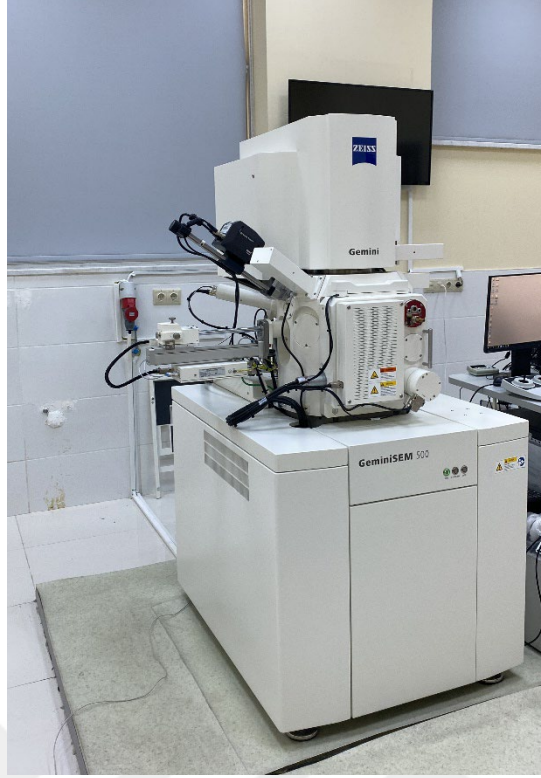
Çalışmada reolojik özelliklerin belirlenmesi için elektroğirme işlemi öncesinde solüsyonun viskozitesi ölçülmüştür. Ölçüm Viscotester (Thermo Scientific) cihazı kullanılarak yapılmıştır.

Analizde dönüş hızı, kullanılan silindir çapına bağlı olarak belirlenmiştir. Ölçüm sırasında sıcaklık 25<sup>0</sup>C olacak şekilde ve her ölçüm için ortalama değer hesaplanmıştır. En az 6 ölçüm olacak şekilde her bir solüsyon analiz edilmiştir.

### **3.3.3 Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) ve Enerji Dispersiv Spektrum (EDS)**

Bu çalışmada üretilen MoO<sub>3</sub> katkılı nanofiberlerin morfolojisini belirlemek için 5 kV voltajında ve değişen uzaklıklarda görüntülenme Manisa Celal Bayar Üniversitesi-Deneysel Fen Bilimleri Araştırma Merkezi (DEFAM)'nde taramalı elektron mikroskobu (ZEISS Gemini 500) kullanılarak yapılmıştır. Daha sonra elde edilen görüntülere EDS analizi yapılmıştır. İnceleme öncesinde SEM numunelerine yine DEFAM 'da bulunan kaplama cihazı (Leica, EM ACE 200) ile Au-Pd kaplaması yapılmıştır. Bu sayede incelenecek olan polimer numuneler elektriksel olarak iletken hale getirilmiştir. Analizde kullanılan cihazların görüntüleri Şekil 3.3.3.1 ve Şekil 3.3.3.2 'de verilmiştir.

Elde edilen görüntüler Image J programı ile analiz edilmiştir[69]. SEM görüntülerinden ortalama fiber çapı hesaplamak için nm cinsinden her bir numune için yaklaşık 80 tane fiber çapı ölçümü yapılmıştır.



Şekil 3.1. Taramalı elektron mikroskobu(SEM)(ZEISS Gemini 500) cihazı



Şekil 3.2. Numune kaplama cihazı (Leica EM ACE 200)

### 3.3.4 X-Işını Difraktometresi (XRD)

Her malzemenin kendi kristal fazına ait atomik dizilimine göre X-ışınlarını karakteristik bir düzen olacak şekilde kırması yöntemidir. Malzemelerin kristal yapısının belirlenmesinde kullanılan bu karakterizasyon yöntemi, yapılan çalışmada katkılama işleminde kullanılacak olan MoO<sub>3</sub> tozlarına ve elektroçirme yöntemi ile elde edilen nanofiber numunelere uygulanmıştır.

Bu çalışmada analiz için Cu X-ray kaynağı ve XRD dedektör sistemi bulunan PANalytical Empyrean X-ışını cihazı kullanılmıştır.

### 3.3.5 Fourier Dönüşüm Kızılötesi Spektroskopisi (FTIR)

Fourier dönüşümlü kızılötesi spektroskopisi, numunelere gönderilen kızılötesi ışınlarının numune tarafından soğurulması ile başlayan ve daha sonra spektrumdaki kızılötesi bölgede bulunan bağların titreşim, esneme, dönüş gibi hareketlerinin gerekli olan dalga enerjisi tarafından soğurulması ile gerçekleşen bir prensiptir. Bu karakterizasyon yönteminde moleküllerin kimyasal bağ türleri ve moleküler yapıları hakkında bilgi edinmemiz sağlanır. Numune içerisinde bulunan bilinen ve bilinmeyen veya oluşması beklenen bağların tespit edilmesi gerçekleşir.

Bu çalışmada analiz için Thermo Fisher Scientific FTIR spektrometre (Nicolet iS20) cihazı kullanılmıştır. Analizler yapılırken ATR modülü kullanılmış ve 400-4000 cm<sup>-1</sup> dalga boyu aralığında gerçekleştirilmiştir.

### 3.3.6 *In Vitro* Yapay Vücut Sıvısı (SBF) Analizi

SBF analizi biyoaktivitenin belirlenmesi için kullanılan bir analiz yöntemidir. Bu analiz, numuneler üzerine kaplanmış olan hidroksiapatit (HA) oluşumunun gözlenmesi ile gerçekleştirilir. Bu tip kaplama için yaygın olarak kullanılan çözeltiler, inorganik iyonlara göre kan plazmasının bileşimini taklit eden simüle edilmiş veya sentetik vücut sıvıları olarak adlandırılır. Kalsifikasyon çözeltileri (genellikle SBF olarak adlandırılır), insan kan plazmasınıninkine benzer iyon konsantrasyonlarında benzer yarı kararlı aşırı doymuş bir çözeltiden kimyasal çökelmeyi sağlar[70].

SBF'nin yarı kararlı bir tampon çözeltisi olduğu bilinmektedir ve hem hazırlama adımlarında hem de depolama sıcaklıklarında küçük, istenmeyen bir değişiklik bile üretilen HA tozlarının faz saflığını ve yüksek sıcaklık kararlılığını büyük ölçüde etkileyebilir[71].

Bu çalışmada yaygın olarak bilinen iki Tris tamponlu SBF çözeltisi 4.2 mM HCO<sub>3</sub> konsantrasyonuna sahip Kokubo-SBF[72] ve 27 mM HCO<sub>3</sub> Taş-SBF[71] hazırlanmıştır. Bu solüsyonların pH değerleri Tris/HCl çifti kullanılarak 7.4'e ayarlanmıştır. Tablo 3.3.6.1. 'de bu iki solüsyonun insan plazması ile karşılaştırılması verilmiştir.

Bu iki çözeltideki fark, Taş-SBF 'inin HCO<sub>3</sub><sup>-</sup> iyon konsantrasyonunun 4.2'den 27.0 mM'ye yükselmesi dolayısıyla insan plazmasıyla aynı konsantrasyonun elde edilmesi ve Cl<sup>-</sup> iyon konsantrasyonunun da 147,8 mM'den 125 mM'ye düşürülmesidir.

Tablo 3.2. SBF çözeltilerinin ve insan plazmasının iyon konsantrasyonları

<i>İyon</i>	<i>Kokubo (mM)</i>	<i>Taş (mM)</i>	<i>İnsan Plazması (mM)</i>
<b>Na<sup>+</sup></b>	142.0	142.0	142.0
<b>Cl<sup>-</sup></b>	147.8	125.0	103.0
<b>HCO<sub>3</sub><sup>-</sup></b>	4.2	27.0	27.0
<b>K<sup>+</sup></b>	5.0	5.0	5.0
<b>Mg<sup>2+</sup></b>	1.5	1.5	1.5
<b>Ca<sup>2+</sup></b>	2.5	2.5	2.5
<b>HPO<sub>4</sub><sup>2-</sup></b>	1.0	1.0	1.0
<b>SO<sub>4</sub><sup>2-</sup></b>	0.5	0.5	0.5
<b>Tris</b>	50	50	-

SBF çözeltileri, belirlenen kimyasalların uygun miktarlarının deiyonize suda çözülmesiyle hazırlanır. Reaktifler, 700 ml su içerisinde Tablo 3.3.6.2. 'de verilen sırayla her bir reaktif tamamen çözüldükten sonra teker teker ilave edilmiştir.

Tablo 3.3. SBF çözeltilerinin kimyasal bileşimi

<i>Sıra</i>	<i>Reaktif</i>	<i>Miktar</i>
1	NaCl	6.547
2	NaHCO <sub>3</sub>	2.268
3	KCl	0.373
4	Na <sub>2</sub> HPO <sub>4</sub> .2H <sub>2</sub> O	0.178
5	MgCl <sub>2</sub> .6HO	0.305
6	CaCl <sub>2</sub> .2H <sub>2</sub> O	0.368
7	Na <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	0.071
8	(CH <sub>2</sub> OH) <sub>3</sub> CNH <sub>2</sub>	6.057

SBF çözeltisinin hazırlanması sırasında pH ayarlaması için toplam 40 ml 1 M HCl solüsyonu tüketilmiştir. Bu miktarın 15 ml'lik kısmı 6. sıradaki reaktif eklenmeden hemen önce solüsyona ilave edilmiştir. HCl çözeltisinin kalan kısmı ise titrasyon işlemi aşamasında kullanılmıştır. Son aşamada 8. sıradaki Tris reaktifi ilave edildikten sonra çözeltinin sıcaklığı 37<sup>0</sup>C' ye yükseltilmiştir. Reaktif tamamen çözüldükten ve sıcaklık istenilen değere ulaştıktan sonra bu sıcaklıkta 1M HCl ile pH 7.4' e titre edilmiştir. Titrasyon işlemi sırasında, son hacmi 1.1 lt 'ye getirmek için çözeltiliye saf su ilave edilerek çözelti sürekli olarak seyreltilmiştir. Hazırlanan SBF çözeltilerinin 5<sup>0</sup>C de 1 ay süresince bozulmadan saklanabildiği gözlenmiştir[71]. Bu çalışmada iyon konsantrasyonlarının Kokubo-SBF' den daha fazla insan plazmasına yakın olduğu görülmüştür.

### 3.3.7 Temas Açısı Ölçümü

Temas açısı ölçümü, yüzeyin hidrofobik veya hidrofilik bir özelliğe sahip olup olmadığını değerlendirmenin niteliksel bir yoludur. Damla yüzeye bulduğunda yüzey ile küçük bir su damlası arasındaki moleküller arası etkileşimlerin

gözlemlenmesine dayanır. Esas olarak bir yüzeyin ıslanabilirliğini değerlendirmek için kullanılır. Temas açısı, sıvı/katı arayüzü ile sıvı/hava arayüzünün kesişmesiyle yapılan açı olarak tanımlanır. Yöntemin ana prensibi, bilinen bir yüzey enerjisi ve temas açısına sahip bir sıvı damlacığı yerleştirilerek katı alt tabakanın yüzey enerjisinin hesaplanabilmesidir.

Yara örtüsü olarak kullanılması amaçlanan nanofiber matların hidrofobikliği, bir temas açısı sistemi (Drop Shape Analyzer (DSA100E), Krüss, Almanya) kullanılarak su temas açısı ile değerlendirilmiştir. Bu testte kullanılan fiber matların boyutları 1x1cm olacak şekilde kesilmiş ve cihaz üzerinde kamera açısında olacak şekilde yerleştirilmiştir. Daha sonra numunelerin yüzeyine mikropipet ile 2  $\mu$ L deiyonize su damlatılmıştır. Katı/sıvı arayüzünün görüntüsü kamera yardımıyla kaydedilerek damla şekli analiz yazılımına aktarılmıştır. İlk önce görüntünün gri ölçekli analizine dayalı olarak bir kontur tanıma gerçekleşmiş ve ikinci adımda, damla şeklini tanımlayan bir geometrik model kontura uydurulmuştur. Analizde kullanılacak olan temas açısı cihazı Şekil 3.3.7.1. 'de görülmektedir.



Şekil 3.3. Temas açısı ölçüm cihazı (Krüss)

### 3.3.8 Antibakteriyel Etki

Çalışmada saf PVA nanofiber ve MoO<sub>3</sub> katkı PVA nanofiberlerin antibakteriyel aktivitelerinin belirlenmesi için disk difüzyon yöntemi ve koloni sayımına dayalı antibakteriyel testler uygulanmıştır.

Agar üzerinde büyütülen test bakterisinin bir kolonisi alınarak 5ml 2YT besiyerine aktarılmış ve 16 saat 37<sup>0</sup>C'deki çalkalamalı inkübatörde 200 rpm çalkalama hızında inkübe edilmiştir. Bir sonraki gün 100 µl bakteri kültürü 5 ml taze besiyerine aktarılarak 3 saat daha inkübasyona devam edilmiş ve böylece deneyde kullanılan bakteriler eksponansiyel büyüme fazına kadar büyütülmüştür. İnkübasyon sonunda kültürlerin 600 nm dalga boyundaki optik yoğunluğu 0,6 olarak ayarlanmıştır.

#### 3.3.8.1 Disk Difüzyon (Kirby Bauer) Yöntemi ile Antibakteriyel Aktivite Testi

Bu çalışmada, saf PVA nanofiber ve MoO<sub>3</sub> katkı PVA nanofiberlerin antibakteriyel aktiviteleri sırasıyla Gram-negatif bakterileri ve Gram-pozitif bakterileri temsil eden *E. coli* ve *S. aureus* bakterileri üzerinde Kirby-Bauer disk difüzyon yöntemi kullanılarak test edilmiştir. Bu yöntem, agar üzerinde büyüme gözlenmemesi sonucu oluşan zonların ölçümüne dayanır.

Hazırlanan bakteri kültürü 2YT besiyeri içerisinde 1x10<sup>7</sup> bakteri/ml olacak şekilde seyreltilen bakteri kültürü bir swab yardımıyla Muller Hinton agar yüzeyine yayılmıştır. Bakteri kültürü yayılan agar plakası oda sıcaklığında 5 dk bekletildikten sonra, 1x1 cm<sup>2</sup> şeklinde hazırlanan ve test öncesinde iki yüzeyi UV ışığa maruz bırakılarak sterilize edilen nanofiber matlar agar yüzeyine yerleştirilmiştir. Nanofiber matların yerleştirildiği agar plakaları 37<sup>0</sup>C'deki inkübatörde 24 saat bekletildikten sonra zonların varlığının belirlenmesi için agar plakaların fotoğrafı çekilmiştir.

### 3.3.8.2 Koloni Sayımına Dayalı Antibakteriyel Test

Bu yöntemde MoO<sub>3</sub> katkılı PVA nanofiberlerin *E. coli* ve *S. aureus* bakterileri üzerindeki antibakteriyel etkinliği agar plaka üzerindeki kolonilerin sayımı yöntemiyle belirlenmiştir. Burada bir besiyeri ortamı üzerindeki bakterilerin koloni oluşturması ile belirginleşmesi ve gözle görülebilir hale gelmesiyle agar plaka üzerinde oluşan koloniler sayılabilir duruma gelir. [73].

Öncelikle disk difüzyon testinde olduğu gibi numunelerin her iki yüzeyi de 20 dk UV ışığa maruz bırakılarak steril olması sağlanmıştır. Test öncesinde, kullanılacak olan agarlar ve tüpler otoklavda sterilize edilmiş ve daha sonra UV altında sterilize edilen 3 mg ağırlığındaki örnek tüp içerisine alınarak üzerlerine 3 ml PBS çözeltisi (3mg/3ml) eklenmiştir. Daha sonra inkübatörde 37<sup>0</sup>C’de 24 saat bekletilmiştir. Bu süre sonunda elde edilen süpernatant (film ekstraktı) steril bir tüpe aktararak antibakteriyel testlerde kullanılmıştır.

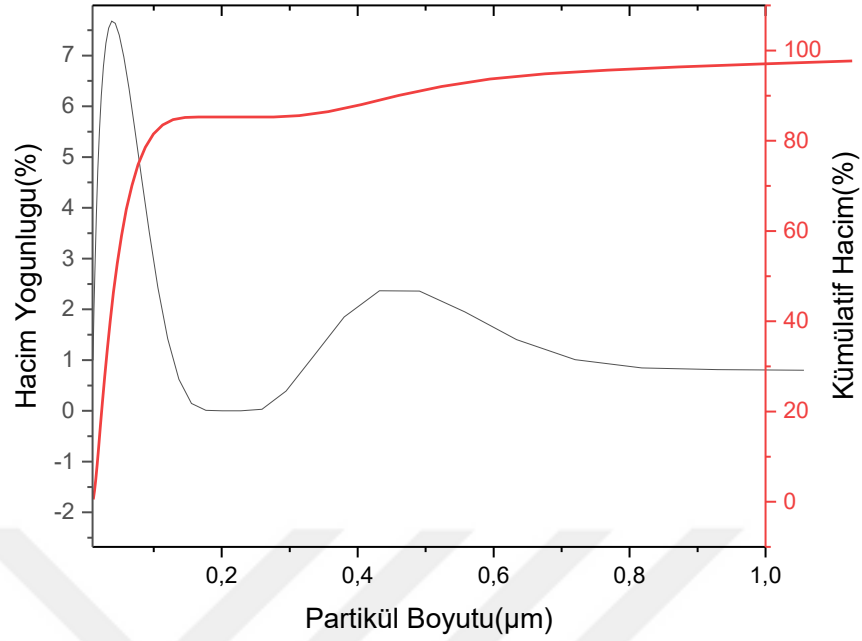
Eksponansiyel faza kadar büyütülen bakteri kültürünün sayısı 2x10<sup>6</sup> cfu/ml olacak şekilde PBS içerisinde seyreltme yapılmıştır.

## **4 BULGULAR VE TARTIŞMA**

### **4.1 Molibden Oksit Tozlarının Analizi**

#### **4.1.1 Partikül Boyutu Analizi**

Mastersizer cihazı ile elde edilen ölçüm sonuçları Şekil 4.1.1.1. 'de verilmiştir. MoO<sub>3</sub> tozlarının partikül boyutu grafiği incelendiğinde tanelerin %90'nın boyutlarının <0,5 µm'nun altında olduğu belirlenmiştir. Grafikteki partikül boyut dağılımı incelendiğinde, partiküllerin büyük çoğunluğunun 10-150 nm aralığında homojen dağılım gösterdiği görülmektedir. Bununla birlikte, az miktarda toz partikülünün aglomerasyon sebebi ile 400-500 nm bandında kendini gösterdiği tespit edilmiştir. Ayrıca Tablo 4.1.1.1. 'de MoO<sub>3</sub> tozlarının d10, d50 ve d90 değerleri verilmiştir. Tablodaki sonuçlara göre MoO<sub>3</sub> tozlarının d90 değerinin 460 nm civarında olduğu görülmüştür. Tozların boyutlarının bu anlamda küçük tane boyutlu olması aynı zamanda daha fazla yüzey alanı dolayısıyla daha yüksek etkileşim ve antibakteriyel anlamda daha etkin rol oynayacağını göstergesidir.



Şekil 4.1. MoO<sub>3</sub> partikül boyutu boyu-hacim yoğunluğu-kümülatif hacim analizi grafiği

Tablo 4.1. MoO<sub>3</sub> tozlarının d10, d50 ve d90 değerleri

MoO <sub>3</sub> Tozlarının Değerleri	Partikül Boyutu (nm)
d10	17
d50	41
d90	460

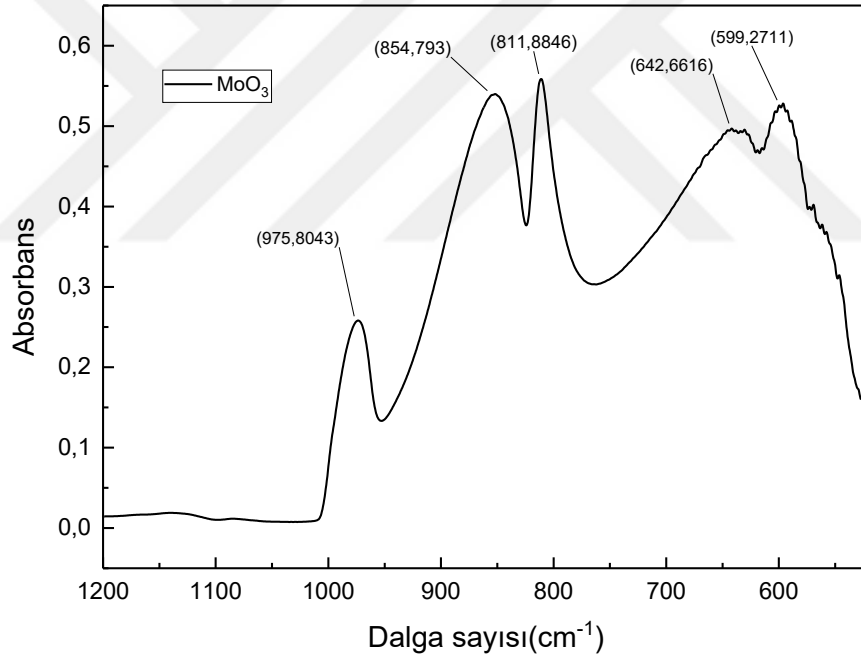
#### 4.1.2 FTIR Analizi

Bu çalışmada üretilecek olan nanofiberlere katılacak MoO<sub>3</sub> tozlarına ait FTIR analizleri yapılmıştır.

Şekil 4.1.2.1. 'de MoO<sub>3</sub> tozları bulunan numuneye ait FTIR spektrumu görülmektedir. MoO<sub>3</sub> tozlarının FTIR analizinde pikler ayrıntılı olarak verilmiş ve parmak izi bölgesindeki karakteristik pikler tanımlanmıştır. Şekilde absorpsiyon bantlarına bakıldığında 599cm<sup>-1</sup> 'de Mo-O-Mo esneme titreşimlerinin, 642cm<sup>-1</sup> 'de Mo-O-Mo ve Mo=O bağları içerisindeki oksijen esneme hareketlerinin, 811cm<sup>-1</sup> 'de

Mo-O-Mo simetrik titreşimlerinin ve  $854\text{cm}^{-1}$ 'de katmanlı ortorombik  $\text{MoO}_3$  fazına ait pik verdiği görülmüştür[74]–[77].

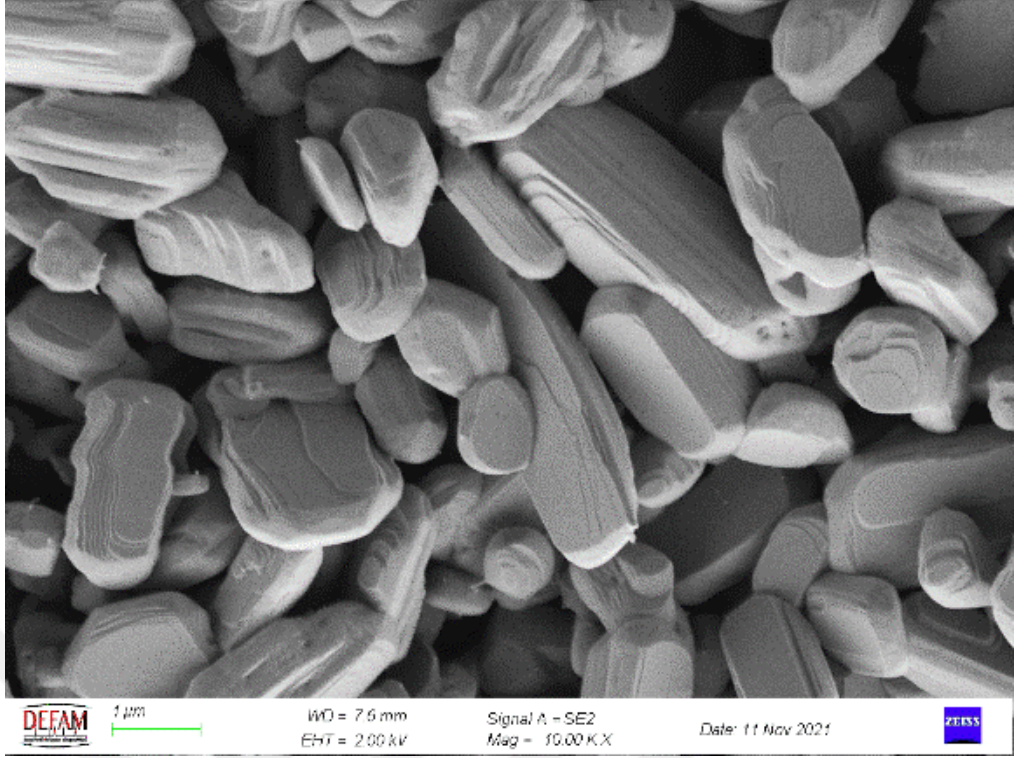
Hojabri ve ark. 'nın çalışmasında ise nanokristalin yapıda  $\text{MoO}_3$  ince filmlerin farklı sıcaklıklarda elde edilmesiyle beraber yapısal ve optik özellikleri incelendiğinde çalışmamızdaki FTIR spektrumları ile örtüşmektedir. Çalışmada farklı sıcaklıklarda üretim yapılmış ve birbirine çok yakın spektrumlar elde edilerek ortorombik fazın varlığı belirlenmiştir[76]. Ayrıca Chiang ve ark. 2013 yılında yaptığı çalışmada benzer şekilde belirlenmiş olan sıcaklarda kurutma işlemi yaparak kurutma işlemi olmayan durumla sentezlenen  $\text{MoO}_3$  'leri karşılaştırmıştır. Yapılan çalışmadaki FTIR spektrumunda çalışmamızdaki piklere benzer sonuçlar elde etmişlerdir[75].



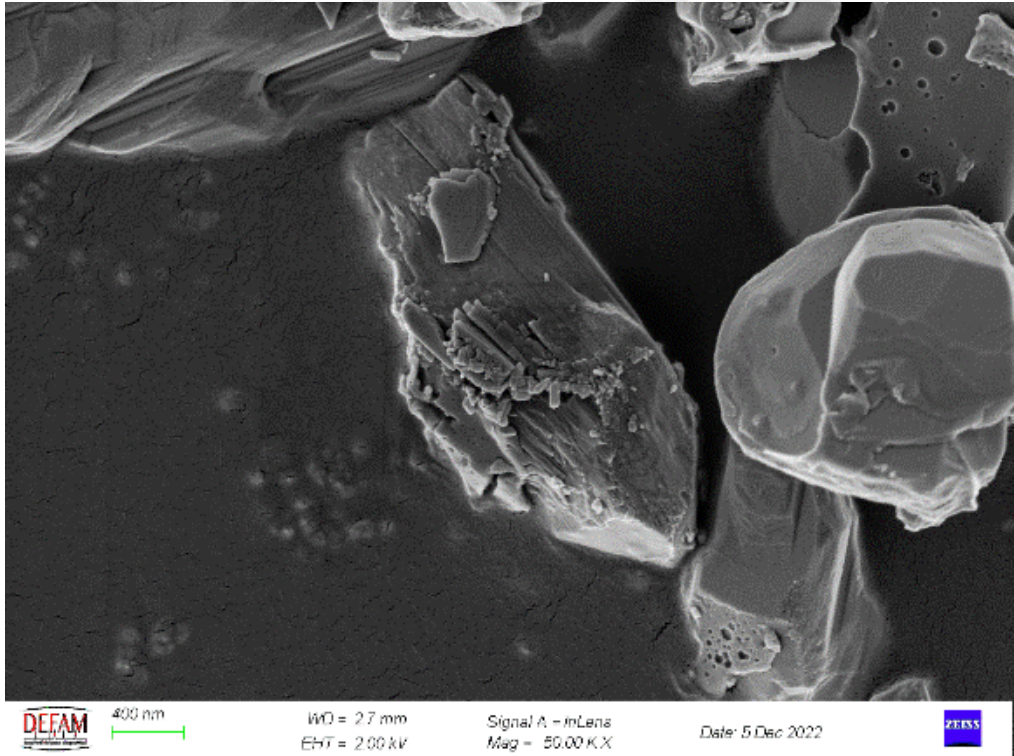
Şekil 4.2.  $\text{MoO}_3$  tozlarına ait FTIR spektrumu

#### 4.1.3 SEM ve EDS Analizi

$\text{MoO}_3$  tozlarına ait SEM analizi sonuçları Şekil 4.1.3.1. ve 4.1.3.2. 'de verilmiştir. Tozların SEM görüntülerine bakıldığında kurutma işlemi görmüş olan  $\text{MoO}_3$  tozlarının kümeleşerek üst üste birikme eğiliminde olduğu belirlenmiştir.

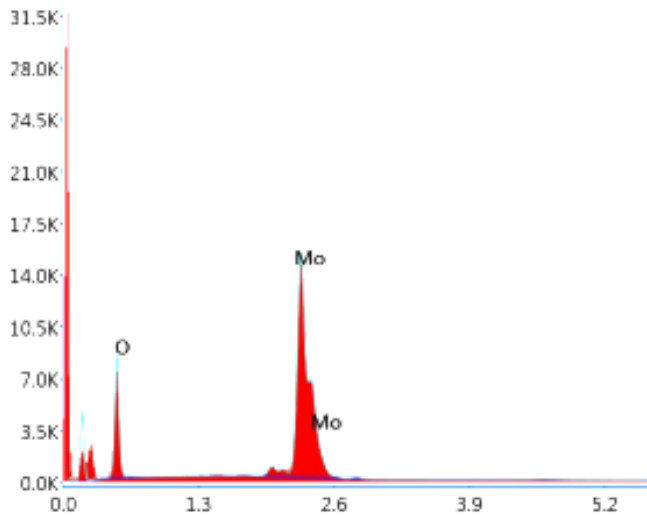
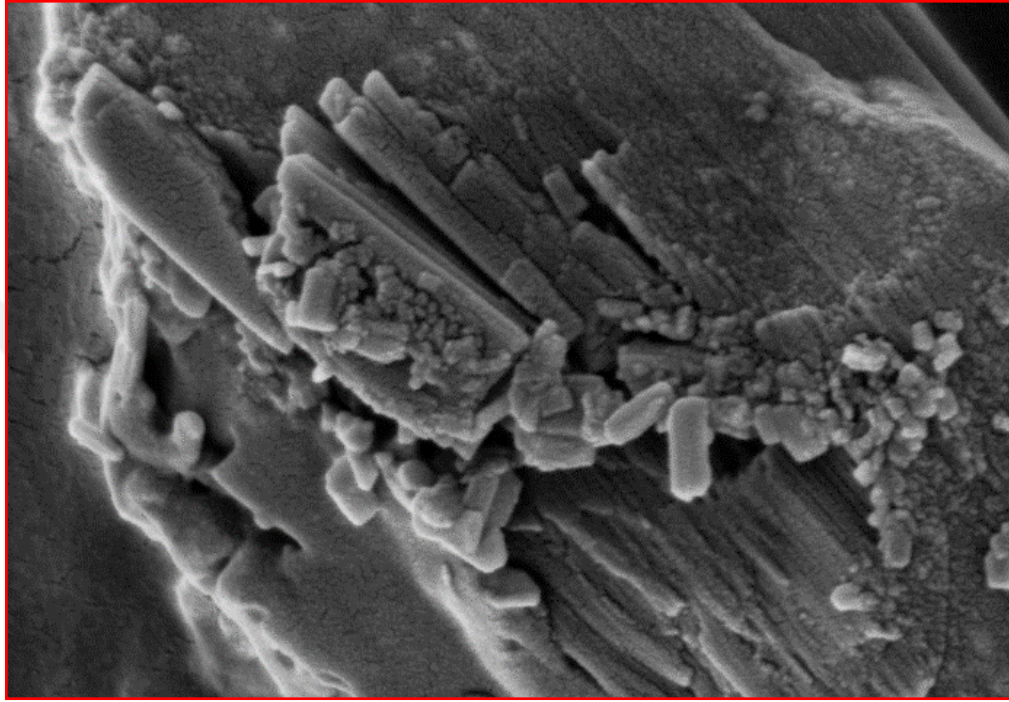


Şekil 4.3. MoO<sub>3</sub> tozlarına ait SEM görüntüsü-1



Şekil 4.4. MoO<sub>3</sub>tozlarına ait SEM görüntüsü-2

MoO<sub>3</sub> tozlarına yapılan EDS analizi sonucu ise Şekil 4.1.3.3. 'de verilmiştir. Yapılan alan analizinin sonuçları incelendiğinde tozların yapısında %83.2 oranında oksijen ve %16.98 oranında molibden elementlerinin bulunduğu belirlenmiştir. Yapıda bu iki elementin dışında başka bir elementin tespit edilmemesi kullanılan tozların yüksek saflıkta olduğunu göstermiştir.



Element	% Ağırlık	% Atomik
O K	44.91	83.2
Mo L	55.09	16.98

Şekil 4.5. MoO<sub>3</sub> tozlarına ait EDS analizi görüntüsü

Çalışmada gözlenen sonuçlara bakıldığında Maheswari ve ark. tarafından 2017 'de yapılmış olan nano yapıdaki MoO<sub>3</sub> sentezlenmesi çalışmasında mevcut çalışmamızla örtüşen MoO<sub>3</sub> yapıları elde edilmiştir. Ayrıca bu çalışmadaki FTIR spektrumları da çalışmamızda elde edilen sonuçlarla örtüşmektedir[74]. Chiang ve ark. tarafından etilen glikol ile MoO<sub>3</sub> sentezinin yapıldığı çalışmadaki karakterizasyon işlemlerinde çalışmamızla örtüşen kurutma işlemi ile üst üste birikmiş tabakalar şeklindeki SEM analizi sonuçları gözlenmiştir[75].

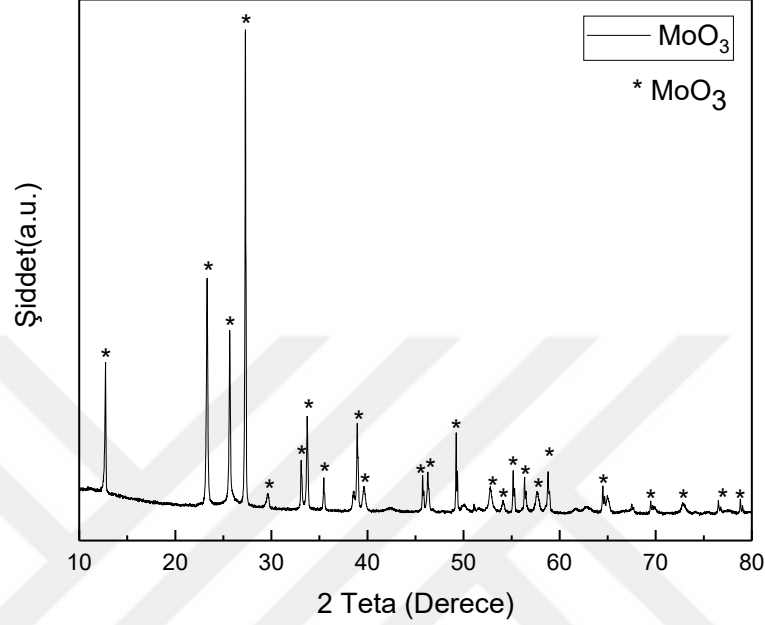
#### 4.1.4 XRD Analizi

MoO<sub>3</sub> tozlarının kristalografik özelliklerini ve içerisindeki faz simetrilerini belirlemek amacıyla yapılan XRD analizi sonuçları Şekil 4.1.4.1. 'de verilmiştir. Elde edilen grafikten MoO<sub>3</sub> tozlarının yüksek kristallik oranına sahip olduğu görülmüştür.

Genel olarak elde edilen, tüm pikler literatüre uygun olarak (010) düzlemine paralel kafes yüzleri (020), (040), (060), (080) MoO<sub>3</sub> ile ilişkili tipik tepe noktalarını güçlü bir şekilde gösterir. Ayrıca kafese karşılık gelen kırınım çizgileri (110), (021), (111), (140), (081) düzlemlerine sahiptir. Spektruma bakıldığında öncelikle  $2\theta=12,73^\circ$  değerine karşılık gelen (020) piki açıkça belirlenmiştir. Bu da monoklinik faz yerine ortorombik fazın varlığını belirtir[78].  $\alpha$ - MoO<sub>3</sub> 'ün en güçlü pik yoğunluğu (021) yansımasıyla  $27,30^\circ$  lik  $2\theta$  değerinde elde edilmiştir. Tozların ortorombik yapısını gösteren  $2\theta=23,30^\circ$  de (110),  $2\theta=25,67^\circ$  de (040) ve  $2\theta=38,93^\circ$  de (060) görülmüştür. Bunlara ek olarak (120), (021), (111), (140) ve (150) düzlemlerine karşılık gelen keskin piklerde gözlenmiştir[10], [77], [79], [80].

Çalışmada elde edilen sonuçlar Klinbumrung ve ark., tarafından 2011 yılında yapılan ortorombik  $\alpha$ -MoO<sub>3</sub> mikropalakaların karakterizasyonu çalışmasındaki XRD spektrumları ile örtüşmektedir. Ortorombik faz yapısının monoklinik yapıdan farkını gösteren (020) pikini  $2\theta=12,8^\circ$  'de belirlemişlerdir[78]. Ayrıca Wang ve ark. tarafından yapılan çalışmada da monoklinik fazdan ortorombik yapıya geçiş gözlenmiştir. Morfolojik ve renk değişimleri gösterilmiştir. Çalışmadaki XRD spektrumlarına bakıldığında ise ortorombik yapının en kuvvetli piki olan (021) 'de  $2\theta=27,36^\circ$  'da görülmüş ve bu da çalışmamızdaki XRD spektrumları ile örtüşmektedir[79]. Bununla beraber Fan ve ark. tarafından yapılan MoO<sub>3</sub> film üretimi

çalışmasındaki XRD spektrumlarında görülen piklerden (200), (002), (021) ve (110) ‘da mevcut çalışmadaki piklerle örtüşmektedir[81].



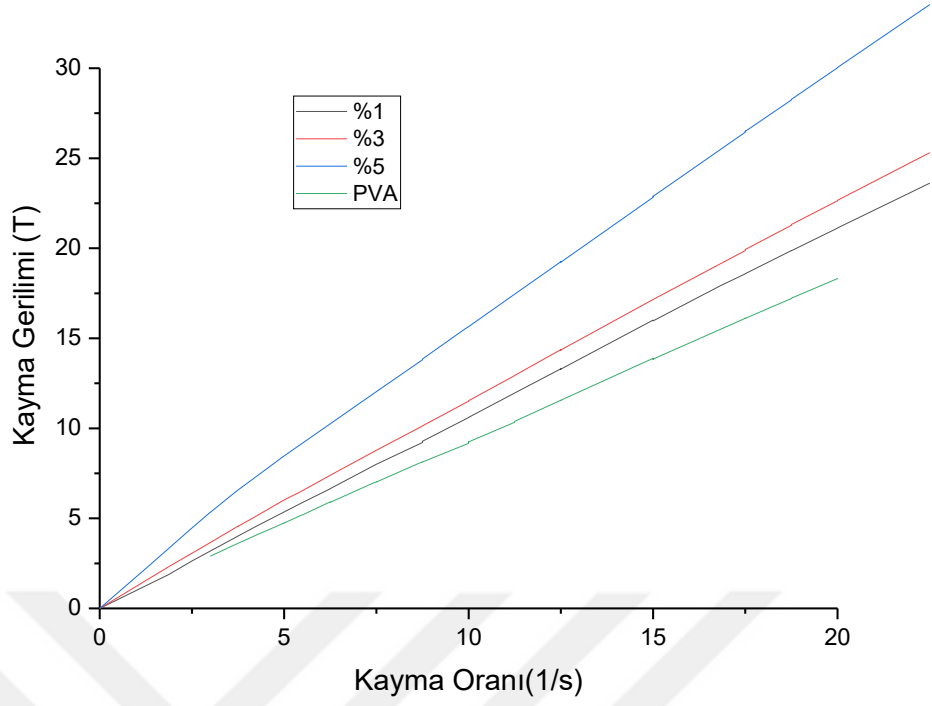
Şekil 4.6. MoO<sub>3</sub> tozlarına ait XRD grafiği

## 4.2 Nanofiberlerin Analizi

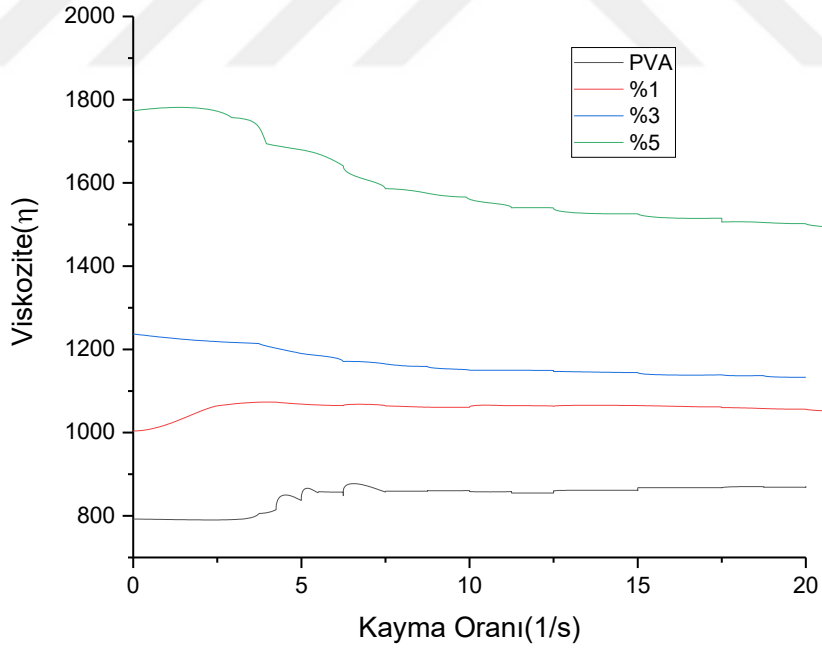
### 4.2.1 Viskozimetre Analizi

Viskozite analizi çözeltilerin reolojik özelliklerini belirlemek için en çok tercih edilen yöntemlerden birisidir. Bu çalışmada farklı MoO<sub>3</sub> oranlarının PVA çözeltisinin reolojik özelliklerine etkisini belirlemek için viskozite analizi yapılmıştır.

Şekil 4.2.1.1. ve Şekil 4.2.1.2. ‘de artan MoO<sub>3</sub> oranlarının viskoziteye etkisi gösterilmiştir. Katkıya bağlı olarak PVA ile karşılaştırıldığında %1, %3 ve %5 oranlarında viskozitede artış gözlenmiştir. Artan katkı ile viskozitede artış meydana gelmiştir. Katkısız PVA ‘da viskozite yaklaşık 800 $\eta$  ölçülürken bu oran sırasıyla yaklaşık 1000 $\eta$ , 1200 $\eta$  ve 1600 $\eta$  ‘e kadar çıkmıştır.



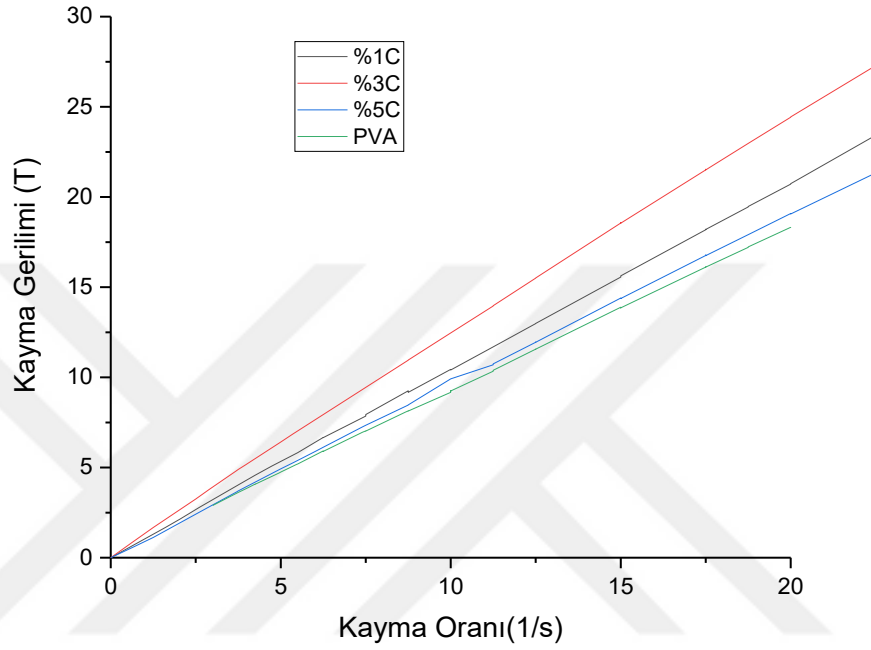
Şekil 4.7. Katkısız PVA, %1, %3 ve %5'e ait Kayma Gerilimi-Kayma Oranı grafiği



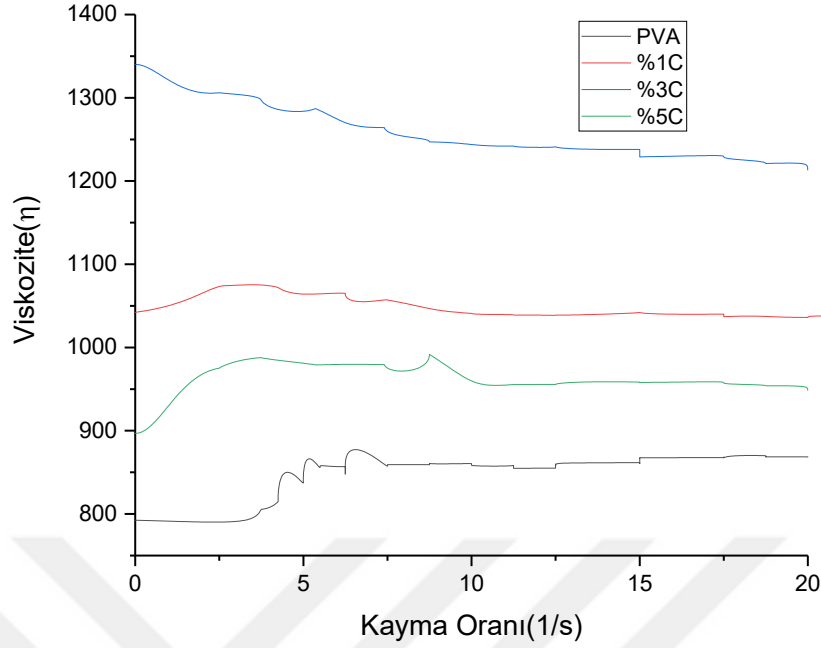
Şekil 4.8. Katkısız PVA, %1, %3 ve %5'e ait Viskozite-Kayma Oranı grafiği

Şekil 4.2.1.3. ve Şekil 4.2.1.4. 'e bakıldığında artan MoO<sub>3</sub> oranlarında %1C ve %3C 'de viskozitede artış görülürken %5C 'de viskozitede düşüş görülmektedir. Bunun sebebinin ise viskozitenin fazla olmasından dolayı dönüş hızına bağlı olarak

cihazın duvarlarına çarpmanın meydana gelmesi ve ölçümde hataya sebep olduğu tahmin edilmektedir. Katkısız PVA 'da yaklaşık 850 $\eta$  ölçülen viskozite %1 'de yaklaşık 1100 $\eta$  ve %3 'de yaklaşık 1250 $\eta$  olarak ölçülmüştür. %5 'de ise viskozite yaklaşık 950 $\eta$  olarak ölçülmüştür.



Şekil 4.9. PVA, %1C ,%3C ve %5C 'e ait Kayma Gerilimi-Kayma Oranı grafiği



Şekil 4.10. PVA, %1C, %3C ve %5C 'e ait Viskozite-Kayma Oranı grafiği

Zhang ve ark. yaptığı çalışmada elektro eğirme yöntemi ile elde edilen PVA nanofiber matların morfolojileri incelenmiştir. Çalışmada nanofiber matlar %6-%8 konsantrasyona sahip PVA solüsyonları ile üretilmiştir. Fiberlerin morfolojisini etkileyen parametreler değerlendirilmiştir. %6 'lık PVA konsantrasyonunda boncuklu yapı gözlenirken %8 'lik PVA konsantrasyonlarında boncuk yapısı gözlenmemiştir. Elektro eğirme prosesinde fiberlerin elde edileceği zincir dolaşmasının sağlanması için kritik konsantrasyon değerine ulaşılması gerekir. Bu değer altında stabil bir polimer jeti elde edilemez. Viskozite değeri çok yüksek değere ulaştığında ise jetin oluşması zorlaşmaktadır. Bu araştırma çalışmamızla değerlendirildiğinde %8 'lik hazırlanan PVA konsantrasyonunun uygun bir aday olduğu görülmüştür[5].

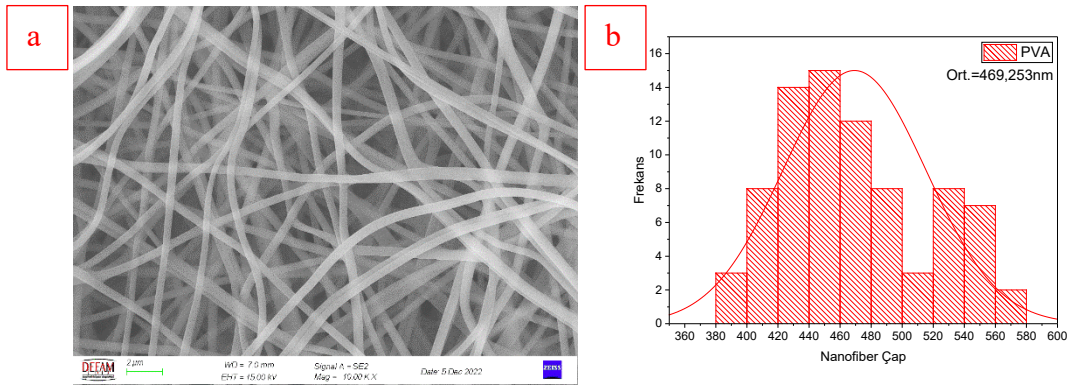
Mahmud ve ark. 'nın çalışmasında saf su içerisinde farklı PVA oranlarında ve farklı çözücüler kullanılarak elektro eğirme yöntemiyle nanofiberler elde edilmiş ve karakterizasyonları yapılmıştır. Çalışmadaki viskozite verilerine bakıldığında farklı çözücüler içindeki %10 'luk PVA ve farklı oranlarda PVA 'ya ait grafikler verilmiştir. Elektro eğirme işleminde ise %10 'dan daha yüksek PVA konsantrasyonlarında güçlü hidrojen bağları sebebiyle üretimin gerçekleşmediği görülmüştür. Ayrıca çalışmadaki

farklı çözücülere ait viskozite grafiği incelendiğinde saf su ile elde edilen PVA çözeltisinin en düşük viskozite değerine sahip olduğu çıkarımında bulunulmuştur. Çalışmamızdaki verilerle karşılaştırıldığında saf su kullanımı ile birlikte elektro eğirme işlemi için optimum parametrenin saf su olduğu görülmüştür[82].

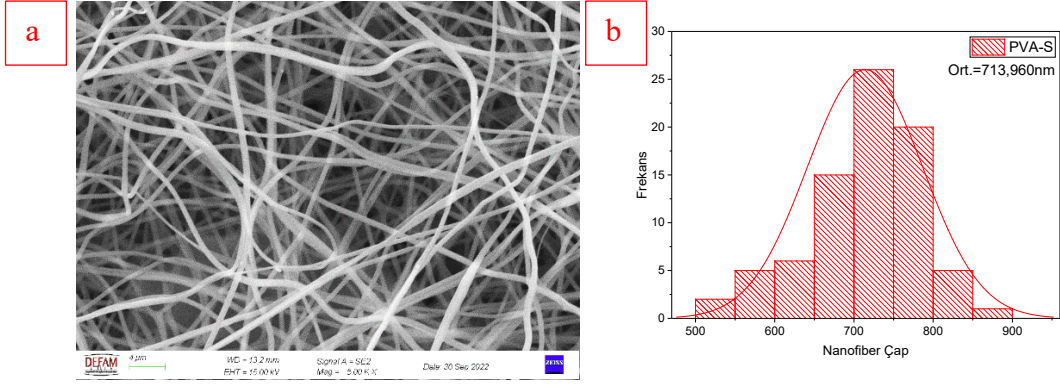
#### 4.2.2 SEM ve EDS Analizi

Üretilen nanofiberlerden elde edilen SEM analizi görüntüsü verilmiştir. Bu görsellerden nanofiber çapları ölçülmüş ve analiz sonuçları Şekil 4.2.2.1.-4.2.2.14. 'de gösterilmiştir. Ortalama fiber çapı, SEM görüntülerinin görüntü analiz yazılımı (Image J, National Institute of Health, USA) ile analiz edilmesiyle hesaplanmıştır.

Şekil 4.2.2.1.' de saf PVA nanofiberlere ait SEM görüntüsü ve nanofiberlerin çap ölçüm sonuçları görülmektedir. Buna göre, 395,829 nm ve 574,104 nm arasında değişen fiber çapına sahip nanofiberler görülmektedir. Ortalama fiber çapı ise 469,253 nm olarak hesaplanmıştır. Şekil 4.2.2.2.' de ısıl işlem görmüş saf PVA nanofiberlere ait SEM görüntüsü ve nanofiberlerin çap ölçüm sonuçları görülmektedir. Buna göre, 501,97 nm ve 717,571 nm arasında değişen fiber çapına sahip nanofiberler görülmektedir. Ortalama fiber çapı ise 713,960 nm olarak hesaplanmıştır.

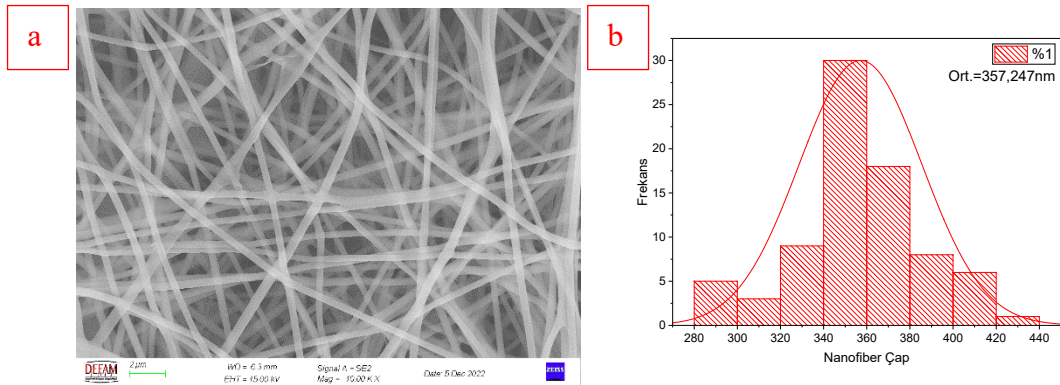


Şekil 4.11. Saf PVA' ya ait a) SEM görüntüsü ve b) ortalama nanofiber çapı grafiği

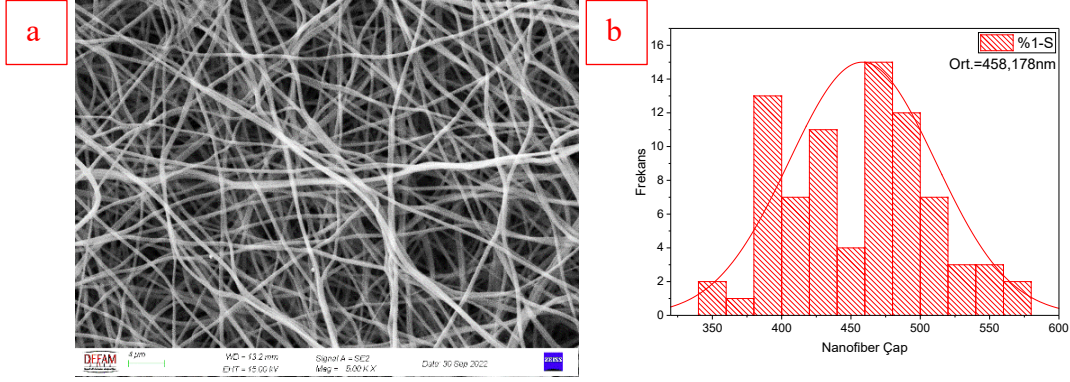


Şekil 4.12. Isıl işlem görmüş saf PVA' ya ait a) SEM görüntüsü ve b) ortalama nanofiber çapı grafiği

Şekil 4.2.2.3.' de %1 MoO<sub>3</sub> içeren PVA nanofiberlere ait SEM görüntüsü ve nanofiberlerin çap ölçüm sonuçları görülmektedir. Buna göre, 288,411 nm ve 440,121 nm arasında değişen fiber çapına sahip nanofiberler görülmektedir. Ortalama fiber çapı ise 357,247 nm olarak hesaplanmıştır. Şekil 4.2.2.4.' de ısıl işlem görmüş %1 MoO<sub>3</sub> içeren PVA nanofiberlere ait SEM görüntüsü ve nanofiberlerin çap ölçüm sonuçları görülmektedir. Buna göre, 342,008 nm ve 589,464 nm arasında değişen fiber çapına sahip nanofiberler görülmektedir. Ortalama fiber çapı ise 458,178 nm olarak hesaplanmıştır.

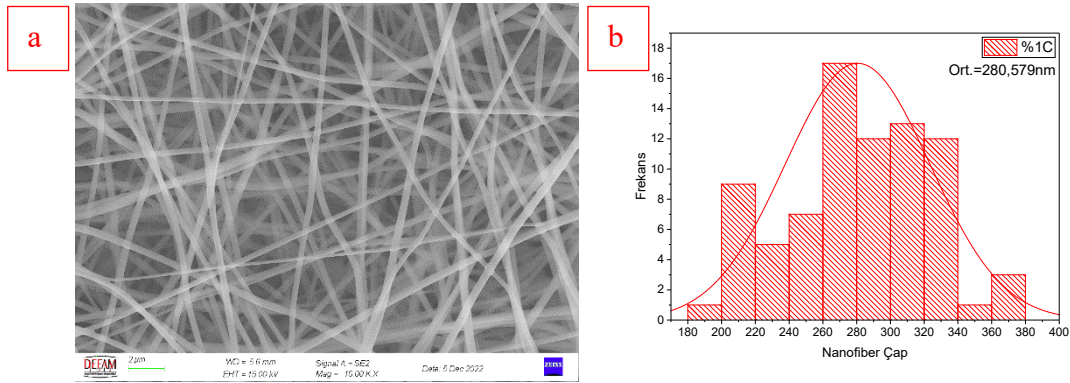


Şekil 4.13. %1 MoO<sub>3</sub> içeren PVA nanofiberlere ait a) SEM görüntüsü ve b) ortalama nanofiber çapı grafiği

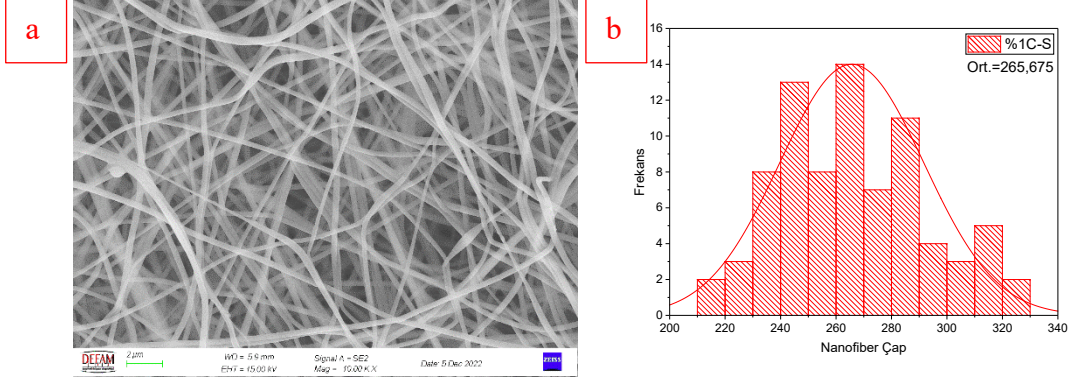


Şekil 4.14. Isıl işlem görmüş %1 MoO<sub>3</sub> içeren PVA nanofiberlere ait a) SEM görüntüsü ve b) ortalama nanofiber çapı grafiği

Şekil 4.2.2.5.' de %1 MoO<sub>3</sub> içeren ve sitrik asit ilave edilen PVA nanofiberlere ait SEM görüntüsü ve nanofiberlerin çap ölçüm sonuçları görülmektedir. Buna göre, 192,5 nm ve 283,529 nm arasında değişen fiber çapına sahip nanofiberler görülmektedir. Ortalama fiber çapı ise 280,579 nm olarak hesaplanmıştır. Şekil 4.2.2.6' da ısıl işlem görmüş %1 MoO<sub>3</sub> içeren ve sitrik asit ilave edilen PVA nanofiberlere ait SEM görüntüsü ve nanofiberlerin çap ölçüm sonuçları görülmektedir. Buna göre, 212,452 nm ve 327,056 nm arasında değişen fiber çapına sahip nanofiberler görülmektedir. Ortalama fiber çapı ise 265,675 nm olarak hesaplanmıştır.

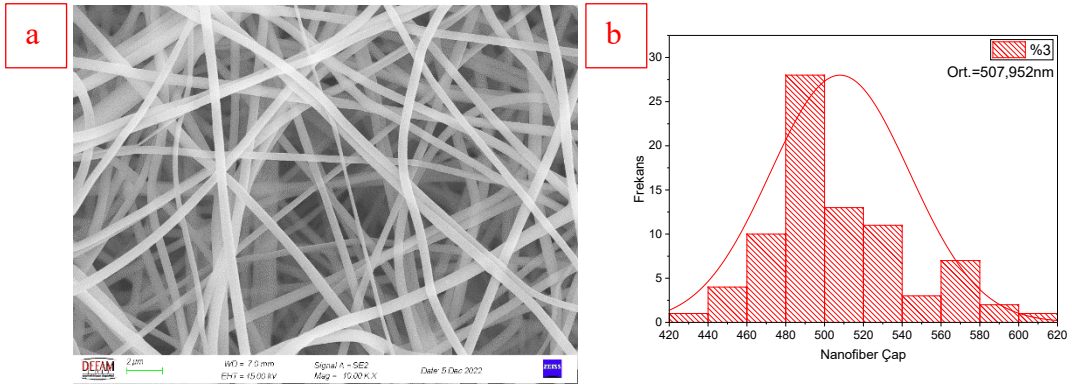


Şekil 4.15. %1 MoO<sub>3</sub> ve sitrik asit içeren PVA nanofiberlere ait a) SEM görüntüsü ve b) ortalama nanofiber çapı grafiği

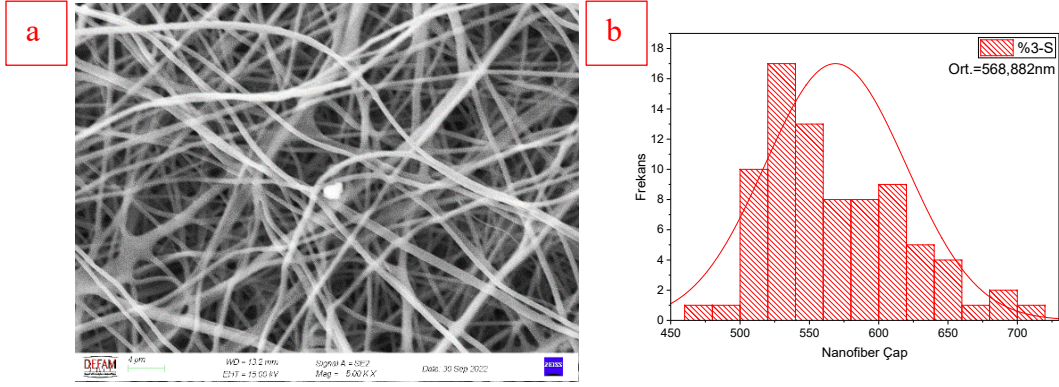


Şekil 4.16. Isıl işlem görmüş %1 MoO<sub>3</sub> ve sitrik asit içeren PVA nanofiberlere ait a) SEM görüntüsü ve b) ortalama nanofiber çapı grafiği

Şekil 4.2.2.7.' de %3 MoO<sub>3</sub> içeren PVA nanofiberlere ait SEM görüntüsü ve nanofiberlerin çap ölçüm sonuçları görülmektedir. Buna göre, 439,698 nm ve 608,348 nm arasında değişen fiber çapına sahip nanofiberler görülmektedir. Ortalama fiber çapı ise 507,952 nm olarak hesaplanmıştır. Şekil 4.2.2.8.' de ısıtılmış işlem görmüş %3 MoO<sub>3</sub> içeren PVA nanofiberlere ait SEM görüntüsü ve nanofiberlerin çap ölçüm sonuçları görülmektedir. Buna göre, 477,097 nm ve 714,638 nm arasında değişen fiber çapına sahip nanofiberler görülmektedir. Ortalama fiber çapı ise 568,882 nm olarak hesaplanmıştır.

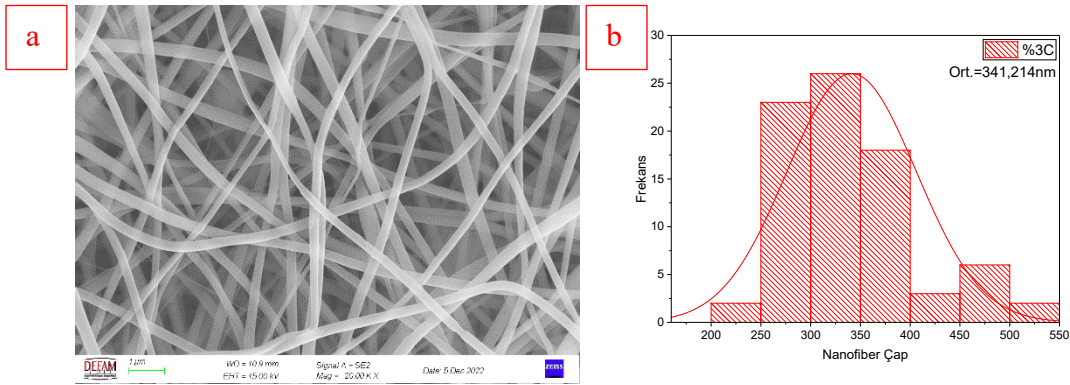


Şekil 4.17. %3 MoO<sub>3</sub> içeren PVA nanofiberlere ait a) SEM görüntüsü ve b) ortalama nanofiber çapı grafiği

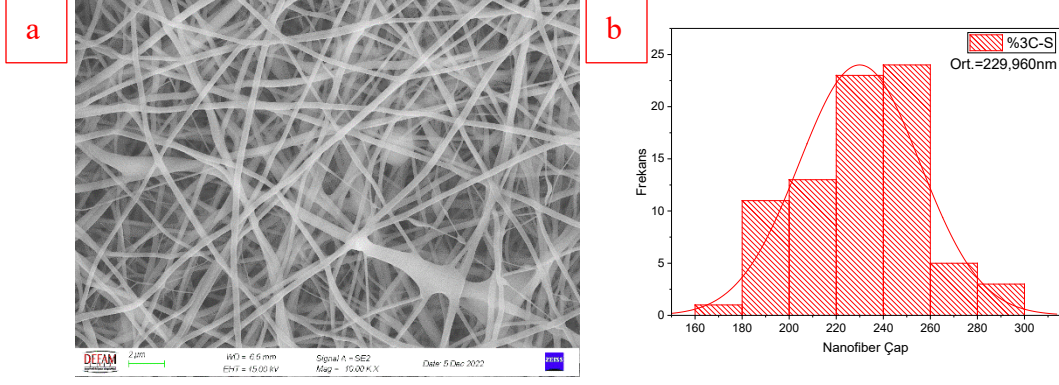


Şekil 4.18. Isıl işlem görmüş %3 MoO<sub>3</sub> içeren PVA nanofiberlere ait a) SEM görüntüsü ve b) ortalama nanofiber çapı grafiği

Şekil 4.2.2.9.' da %3 MoO<sub>3</sub> içeren ve sitrik asit ilave edilen PVA nanofiberlere ait SEM görüntüsü ve nanofiberlerin çap ölçüm sonuçları görülmektedir. Buna göre, 215,072 nm ve 514,218 nm arasında değişen fiber çapına sahip nanofiberler görülmektedir. Ortalama fiber çapı ise 341,214 nm olarak hesaplanmıştır. Şekil 4.2.2.10.' da ısıl işlem görmüş %3 MoO<sub>3</sub> içeren ve sitrik asit ilave edilen PVA nanofiberlere ait SEM görüntüsü ve nanofiberlerin çap ölçüm sonuçları görülmektedir. Buna göre, 167,189 nm ve 288,855 nm arasında değişen fiber çapına sahip nanofiberler görülmektedir. Ortalama fiber çapı ise 229,960 nm olarak hesaplanmıştır.

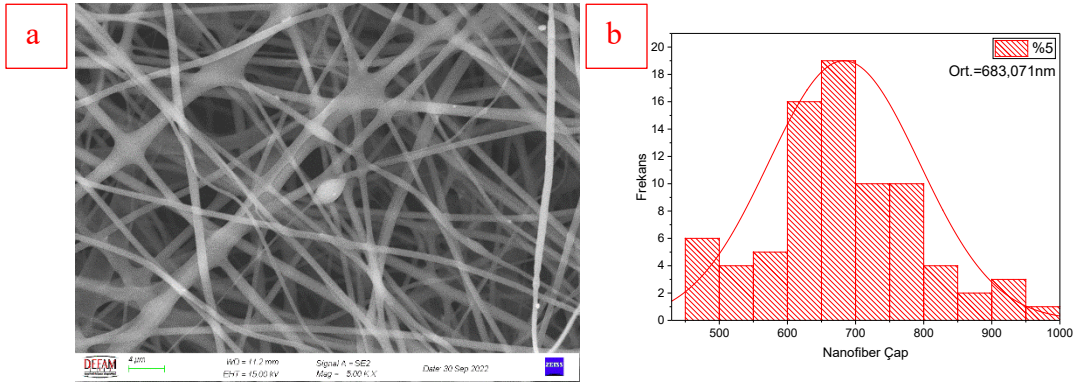


Şekil 4.19. %3 MoO<sub>3</sub> ve sitrik asit içeren PVA nanofiberlere ait a) SEM görüntüsü ve b) ortalama nanofiber çapı grafiği

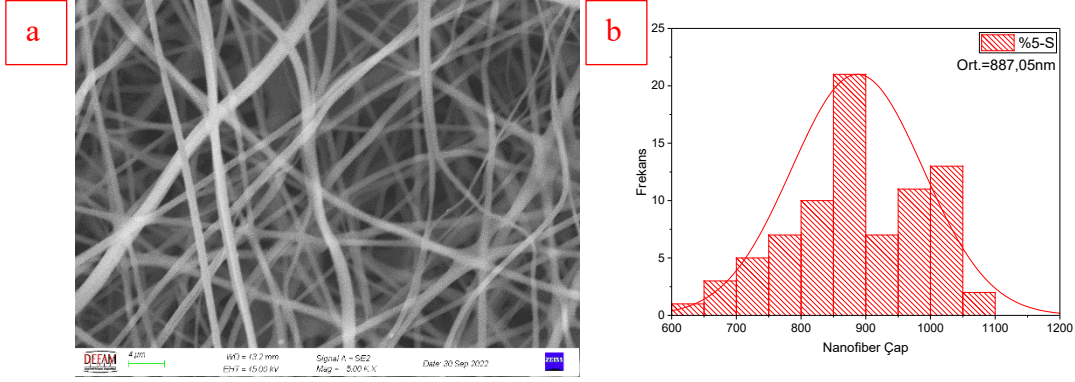


Şekil 4.20. Isıl işlem görmüş %3  $\text{MoO}_3$  ve sitrik asit içeren PVA nanofiberlere ait a) SEM görüntüsü ve b) ortalama nanofiber çapı grafiği

Şekil 4.2.2.11.' de %5  $\text{MoO}_3$  içeren PVA nanofiberlere ait SEM görüntüsü ve nanofiberlerin çap ölçüm sonuçları görülmektedir. Buna göre, 468,875 nm ve 993,103 nm arasında değişen fiber çapına sahip nanofiberler görülmektedir. Ortalama fiber çapı ise 683,071 nm olarak hesaplanmıştır. Şekil 4.2.2.12.' de ısıtılmış işlem görmüş %5  $\text{MoO}_3$  içeren PVA nanofiberlere ait SEM görüntüsü ve nanofiberlerin çap ölçüm sonuçları görülmektedir. Buna göre, 622,773 nm ve 1068,797 nm arasında değişen fiber çapına sahip nanofiberler görülmektedir. Ortalama fiber çapı ise 887,050 nm olarak hesaplanmıştır.

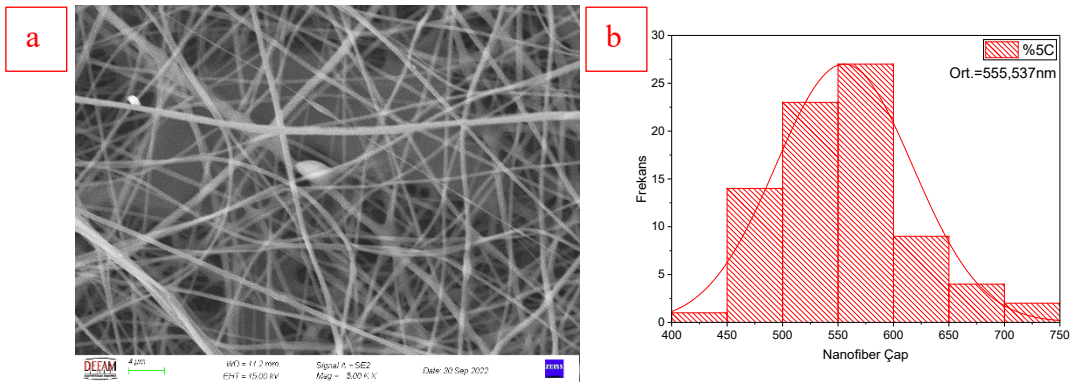


Şekil 4.21. %5  $\text{MoO}_3$  içeren PVA nanofiberlere ait a) SEM görüntüsü ve b) ortalama nanofiber çapı grafiği

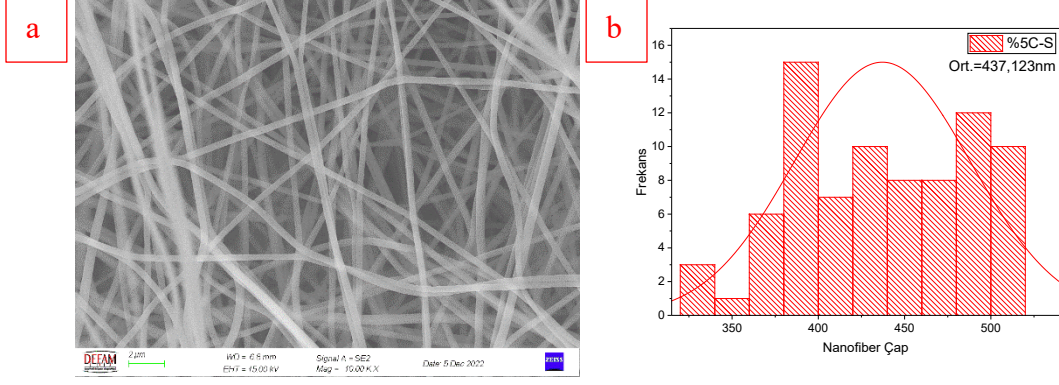


Şekil 4.22. Isıl işlem görmüş %5 MoO<sub>3</sub> içeren PVA nanofiberlere ait a) SEM görüntüsü ve b) ortalama nanofiber çapı grafiği

Şekil 4.2.2.13.' de %5 MoO<sub>3</sub> içeren ve sitrik asit ilave edilen PVA nanofiberlere ait SEM görüntüsü ve nanofiberlerin çap ölçüm sonuçları görülmektedir. Buna göre, 442,908 nm ve 721,998 nm arasında değişen fiber çapına sahip nanofiberler görülmektedir. Ortalama fiber çapı ise 555,537 nm olarak hesaplanmıştır. Şekil 4.2.2.14.' de ısıl işlem görmüş %5 MoO<sub>3</sub> içeren ve sitrik asit ilave edilen PVA nanofiberlere ait SEM görüntüsü ve nanofiberlerin çap ölçüm sonuçları görülmektedir. Buna göre, 325,971 nm ve 518,503 nm arasında değişen fiber çapına sahip nanofiberler görülmektedir. Ortalama fiber çapı ise 437,123 nm olarak hesaplanmıştır.



Şekil 4.23. %5 MoO<sub>3</sub> ve sitrik asit içeren PVA nanofiberlere ait a) SEM görüntüsü ve b) ortalama nanofiber çapı grafiği



Şekil 4.24. Isıl işlem görmüş %5MoO<sub>3</sub> ve sitrik asit içeren PVA nanofiberlere ait a) SEM görüntüsü ve b) ortalama nanofiber çapı grafiği

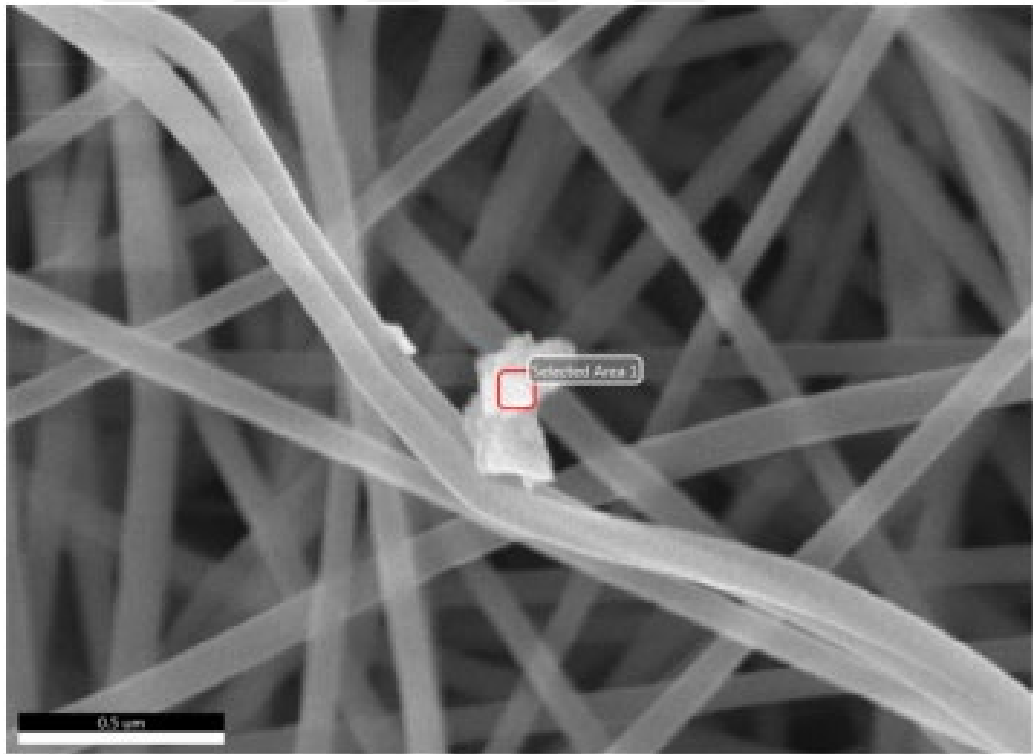
Elde edilen katkısız PVA nanofiberler incelendiğinde ısı işlem sonrasında sıcaklığın etkisiyle fiberlerin yapısında bozulma meydana geldiği ve yayılma eğiliminde olduğu görülmüştür. Bu durumda çap artışı görülür ve fiberlerde yassılaşıma meydana gelir. Yapılan çalışmalarda yüksek molekül ağırlığına sahip PVA solüsyonunun viskozitesinin artırılması veya yüksek konsantrasyona sahip olması fiberlerde yassılaşımanın meydana gelmesine sebep olmuştur[83].

Tablo 4.2 Üretilen nanofiberlerin ortalama fiber çapları

<u>Elde Edilen Nanofiberler</u>	<u>Ortalama Fiber Çapları(nm)</u>
PVA	469,253
Isıl işlem görmüş PVA	713,960
%1	357,247
Isıl işlem görmüş %1	458,178
%1C	280,579
Isıl işlem görmüş %1C	265,675
%3	507,952
Isıl işlem görmüş %3	568,882
%3C	341,214
Isıl işlem görmüş %3C	229,960
%5	683,071
Isıl işlem görmüş %5	887,050
%5C	555,537
Isıl işlem görmüş %5C	437,123

Stone ve ark. tarafından yapılan çalışmada sitrik asit katkısı ile elektro eğirme yöntemiyle nanofiberler üretilerek karakterizasyonları yapılmıştır. İlgili çalışmada katkılama işlemiyle birlikte ısıtılma işlemi uygulandığında yapıda bulunan su molekülleri uzaklaşarak nanofiber çapında azalmaya sebep olmuştur. Çalışmamızda ise sitrik asit katkılı numuneler de ısıtılma işlemi sonrasında yassılaşıma eğilimi görülmemiştir. İşlem sonrası fiberlerin çapında azalma meydana gelmiştir. Bu azalmanın nedeni ısıtılma işlemi sonrasında fiberlerin yapısında bulunan suyun matrislerden kaybedilmesi ile açıklanabilir[84].

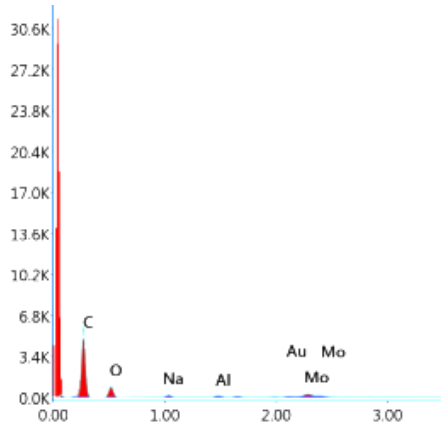
SEM görüntüleri alınan nanofiberlerin görüntüleme sırasında EDS analizi yapılmıştır. EDS analizi alan ve nokta olarak iki şekilde yapılmıştır. Şekil 4.2.2.15 'de ısıtılma işlemi görmüş %5 MoO<sub>3</sub>-C içeren PVA nanofiberlerin belirlenmiş olan alanda EDS analizi gösterilmiştir.



Şekil 4.25. Isıtılma işlemi görmüş %5 MoO<sub>3</sub>-C içeren PVA nanofiberlerin SEM görüntüsü

Elde edilen SEM görüntüsünün EDS analizi sonuçları Şekil 4.2.2.16. 'da verilmiştir. EDS analizi 15kV'da Mag 30000'de gerçekleştirilmiştir. Analizde şekilde belirlenen noktaya bakıldığında Mo oranının yaklaşık olarak %5,66 olduğu

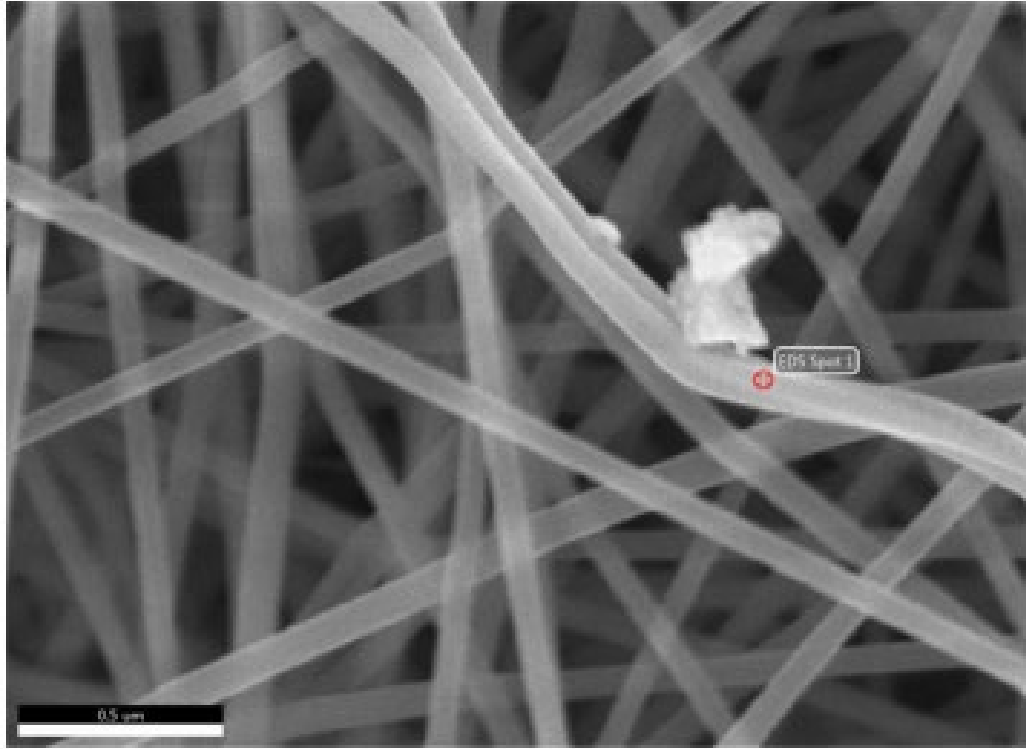
görülmüştür. Bu oran sonucunda MoO<sub>3</sub> tozlarının nanofiberler ile başarılı bir şekilde bir araya geldiği görülmüştür.



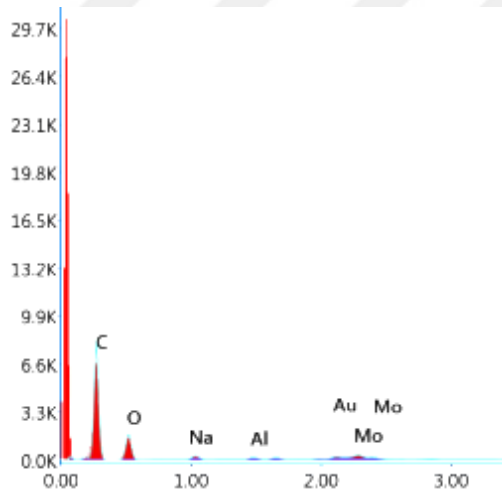
Element	% Ağırlık	% Atomik
C K	68,32	78,99
O K	21,11	18,32
Na K	2,01	1,22
Al K	1,01	0,52
Au K	1,89	0,13
Mo L	5,66	0,82

Şekil 4.26. Isıl işlem görmüş %5 MoO<sub>3</sub>-C içeren PVA nanofiberlere ait EDS analizi görüntüsü

Aynı bölgede başka bir noktaya EDS analizi yapılmıştır. Şekil 4.2.2.17. 'de görüldüğü gibi nokta nanofiberlerin üstü olarak belirlenmiştir. Yapılan analiz sonucu Şekil 4.2.2.18. 'de verilmiştir. Analiz sonucunda Mo oranı yaklaşık %4,34 olarak belirlenmiştir. Bu durumda MoO<sub>3</sub> tozları nanofiberler üzerinde solüsyon içerisine eklenen oranda bulunmaktadır. Elde edilen sonuçlara bakıldığında katkılamanın başarılı bir şekilde gerçekleştiği görülmüştür.



Şekil 4.27. Isıl işlem görmüş %5MoO<sub>3</sub>-C içeren PVA nanofiberlerin SEM görüntüsü-2

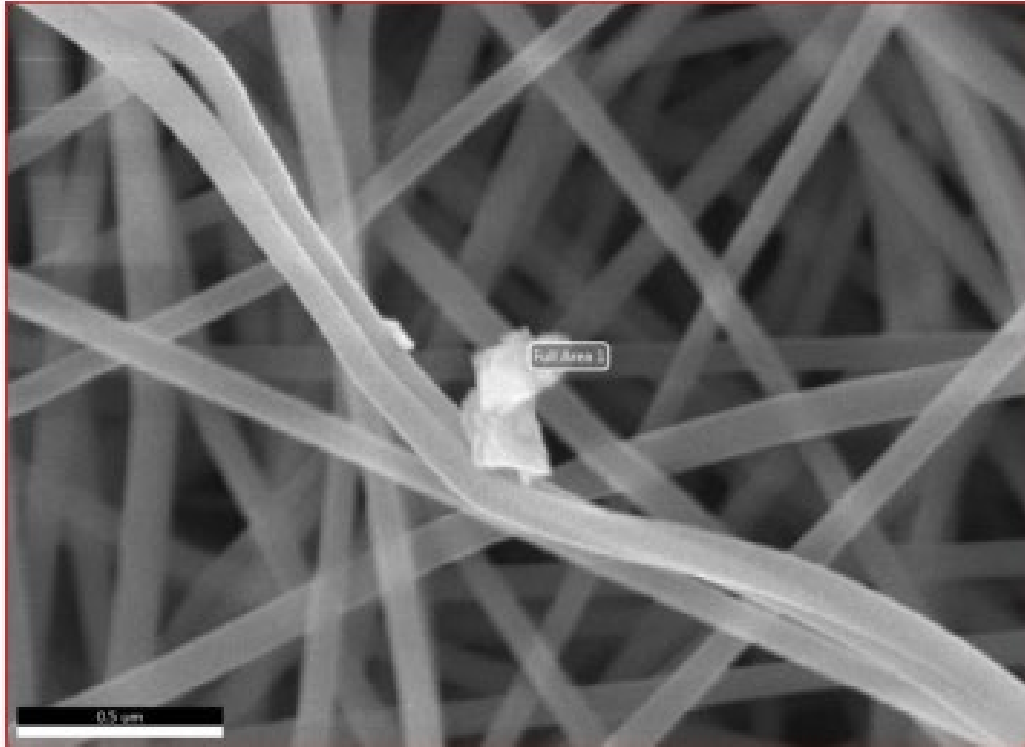


Element	% Ağırlık	% Atomik
C K	64,77	75,48
O K	25,31	22,15
Na K	1,92	1,17
Al K	0,69	0,36
Au M	2,98	0,21
Mo L	4,34	0,63

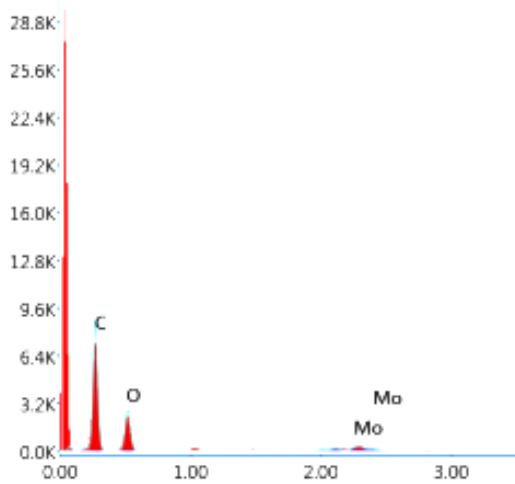
Şekil 4.28. Isıl işlem görmüş %5 MoO<sub>3</sub>-C içeren PVA nanofiberlere ait EDS analizi görüntüsü

Bir diğer EDS analizi ise Şekil 4.2.2.19 'da verilmiştir. Bu analizde ise alan taraması yapılarak katkılanan MoO<sub>3</sub> oranı belirlenmiştir. Şekil 4.2.2.20 'de elde edilen sonuçlara bakıldığında Mo oranı yaklaşık %4,89 olarak belirlenmiştir. Bu durum

MoO<sub>3</sub> tozlarının nanofiberlerin üzerinde ve içerisinde homojen biçimde dağılmış bulunduğunu gösterir.



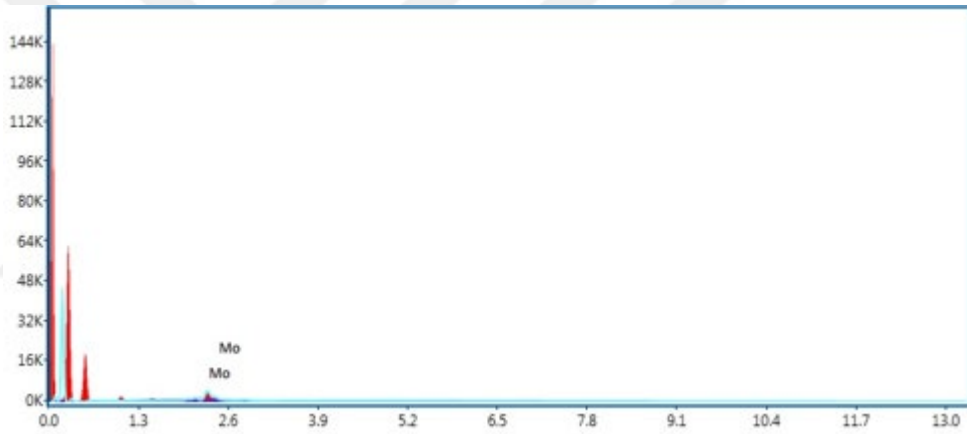
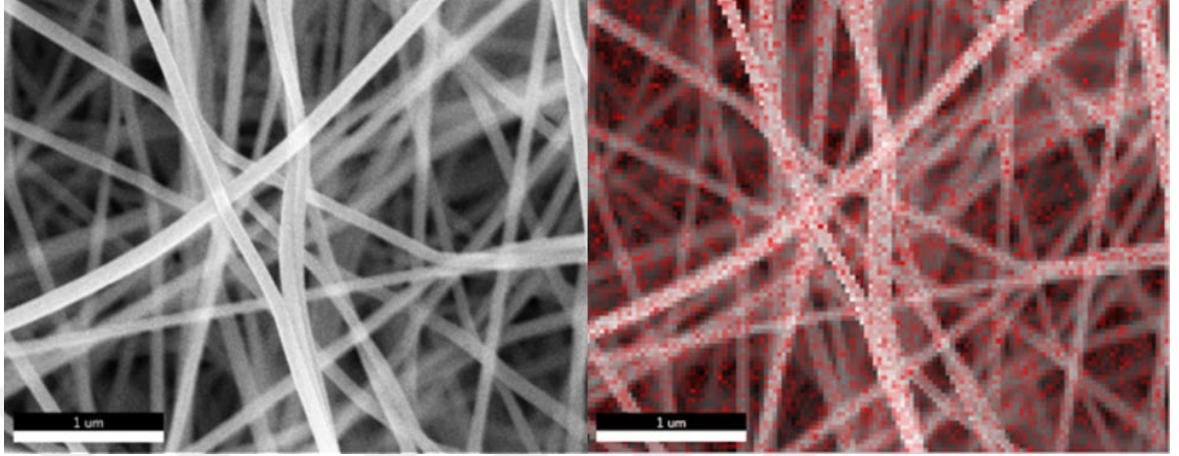
Şekil 4.29. Isıl işlem görmüş %5 MoO<sub>3</sub>-C içeren PVA nanofiberlerin SEM görüntüsü-3



Element	% Ağırlık	% Atomik
C K	61,70	70,61
O K	33,40	28,69
Mo L	4,89	0,70

Şekil 4.30. Isıl işlem görmüş %5 MoO<sub>3</sub>-C içeren PVA nanofiberlerin EDS analizi

Şekil 4.2.2.21. 'de %5 MoO<sub>3</sub>-C içeren ısıtılmış numuneye ait SEM görüntüsü görülmektedir. Analiz sırasında 'haritalama' işlemi yapılarak MoO<sub>3</sub> tozlarının nanofiber üzerindeki dağılımları belirlenmek istenmiştir.



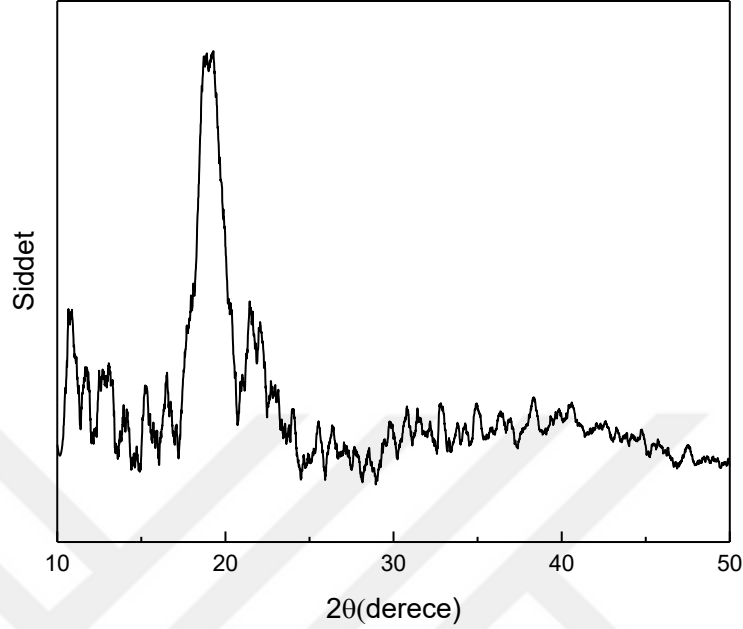
Şekil 4.31. %5 MoO<sub>3</sub>-C içeren ısıtılmış PVA nanofiberin SEM ve Mapping analizi görüntüleri

Elde edilen görüntüler sonucunda MoO<sub>3</sub> tozlarının nanofiberler üzerinde sıvanmış denilebilecek bir biçimde dağıldığı belirlenmiştir. MoO<sub>3</sub> tozları nanofiber matlar içerisine homojen olarak dağılım göstermiştir.

### 4.2.3 XRD Analizi

Elektroegirme yöntemi ile üretilen nanofiberlere uygulanan XRD analizi sonuçları Şekil 4.2.3.1. 'de %5 MoO<sub>3</sub> katkılı PVA nanofibere ait XRD grafiği ile verilmiştir. Grafiğe bakıldığında yaklaşık  $2\theta=20^\circ$  'de (101) düzleminde keskin bir pik gözlenmektedir. Gözlenen bu güçlü difraksiyon piki yarı kristalin PVA 'nın sadece bir

kuvvetli tepe noktası olduğunu göstermiştir. Bunun sebebi ise yapısında güçlü molekül içi ve moleküller arası hidrojen bağlarının bulunmasıdır[13], [16].



Şekil 4.32. %5 MoO<sub>3</sub> katkılı PVA nanofibere ait XRD grafiği

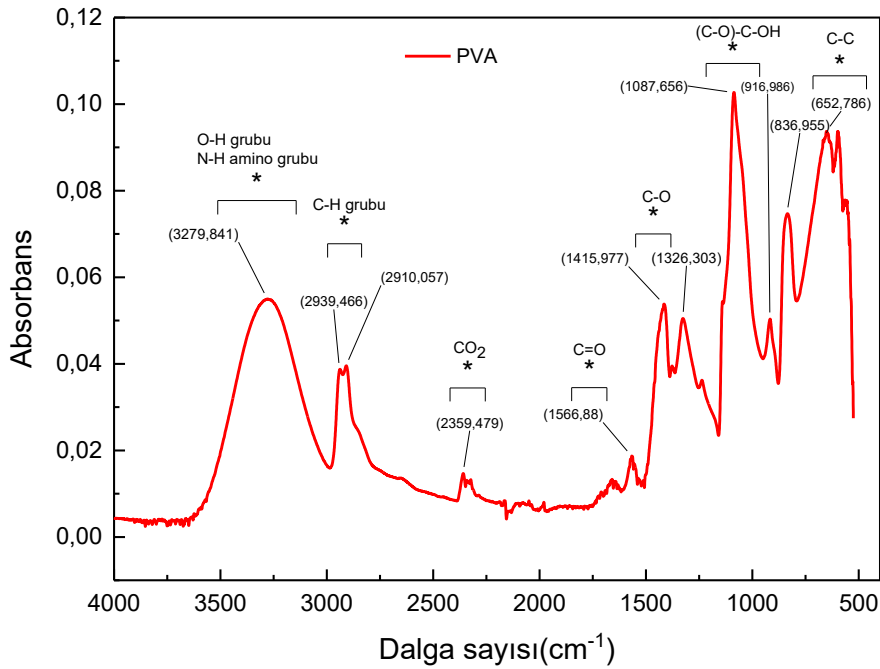
Bhargav ve ark. yaptıkları çalışmada sodyum florür katkılı PVA nanofiber elde etmiş ve XRD analizi ile karakterize etmişlerdir. Katkısız PVA 'ya ait XRD spektrumuna bakıldığında çalışmamızla örtüşen sonuçlar elde edilmiştir. Spektrumda görülen 20° 'deki keskin pik ortorombik kafes yapısını belirten yarı kristalin yapıyı belirtir[85].

Anjaneyulu ve ark. çalışmasında ise Ag katkılı HA/PVA nanofiberlerin üretimi gerçekleştirilmiş ve in vitro ortamda test edilerek doku mühendisliği uygulamaları için uygunluğu araştırılmıştır. Katkısız PVA 'ya ait XRD spektrumu incelendiğinde çalışmada da  $2\theta=19.5^\circ$  'da güçlü bir pik verdiği görülmüştür[86]. Bu çalışmalara ek olarak Sheikh ve ark. implant malzemesi olarak kullanılmak üzere HA içeren PVA nanofiberler üreterek karakterizasyonlarını yapmışlardır. Çalışmadaki XRD spektrumlarına bakıldığında PVA 'nın yarı kristalin yapıya sahip olması dolayısıyla  $19.5^\circ$  dışında bir pik gözlenmemiş ve çalışmamızla benzer bir spektrum ortaya çıkmıştır[87]

#### 4.2.4 FTIR Analizi

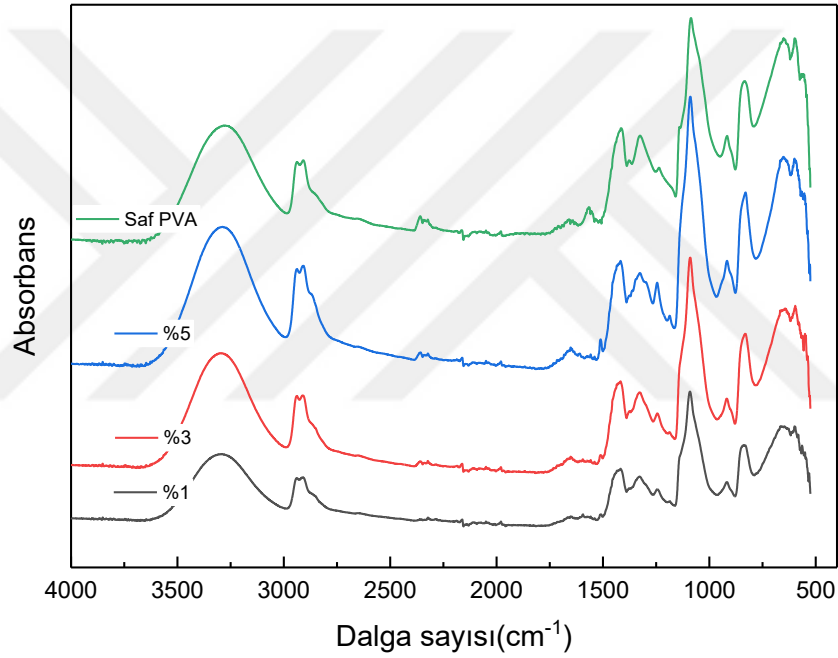
FTIR analizi, polimerik malzemelerin yapısal karakterizasyonunu belirlemek için kullanılmaktadır. Bu çalışmada elektroğirme yöntemi ile üretilen PVA nanofiberlerin sinterleme öncesi ve sonrasında FTIR analizleri yapılmıştır.

Şekil 4.2.4.1. 'de saf PVA nanofiber numuneye ait FTIR spektrumu görülmektedir. PVA nanofiberlerin FTIR analizinde pikler ayrıntılı olarak verilmiş ve önemli pikler tanımlanmıştır. Absorpsiyon bantlarına bakıldığında öncelikle -OH ile ilgili pikler şu şekildedir; 3286  $\text{cm}^{-1}$ 'de hidrojene bağlı olan -OH'nin yanı sıra 2939 ve 2910  $\text{cm}^{-1}$ 'de serbest -CH<sub>2</sub>'yi içeren pikler görülmektedir[6, 7]. 2360  $\text{cm}^{-1}$ 'deki pik ise yapıda CO<sub>2</sub> bulunduğunu belirtir. 1567  $\text{cm}^{-1}$ 'deki pik ise, PVA tarafından C=O'nun karakteristik absorpsiyonudur. 1416 ve 1327  $\text{cm}^{-1}$ 'de görülen pikler C-O arasındaki esneme hareketlerini belirtir[90]. 917  $\text{cm}^{-1}$ 'deki pik, PVA'nın kristalizasyonu ve ~840  $\text{cm}^{-1}$ 'de bulunan PVA'daki birincil hidroksil grubunun yanı sıra, ~650  $\text{cm}^{-1}$ 'deki pike karşılık gelen PVA'daki C-C bağları ile ilişkilidir. Tüm bu pikler incelendiğinde, saf PVA nanofibere ait absorpsiyon bantları fonksiyonel grupların elde edildiğini göstermiştir.

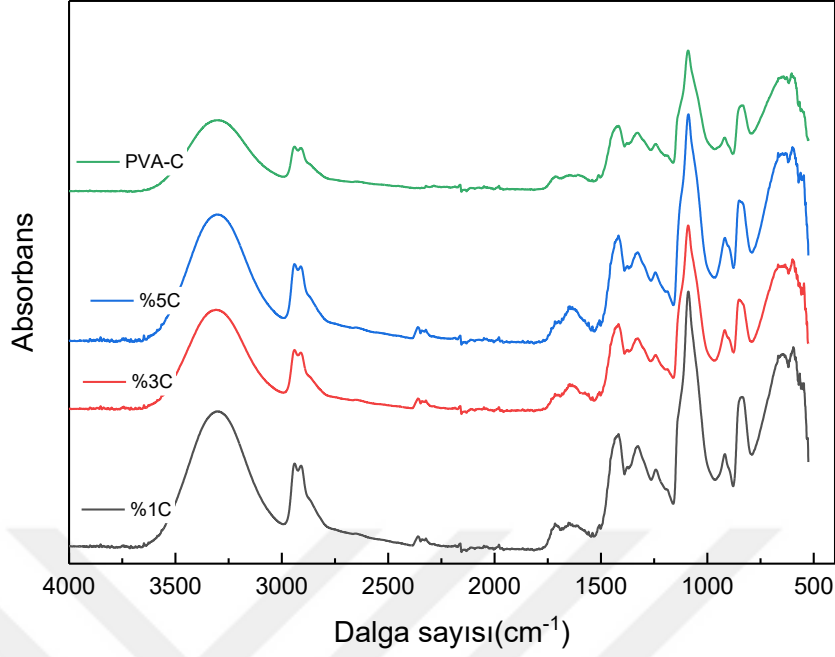


Şekil 4.33. Saf PVA nanofiberlerin FTIR spektrumu

MoO<sub>3</sub>'un PVA nanofiber yapısı üzerindeki etkisini belirlemek için de FTIR analizi yapılmıştır. Farklı oranlarda elde edilen nanofiberlerin spektrumları Şekil 4.2.4.2. ve 4.2.4.3. 'de gösterilmektedir. MoO<sub>3</sub> katkılı PVA nanofiberlere ait FTIR spektrumuna bakıldığında katkısız PVA ile aynı fonksiyonel grupların varlığı istenilen üretimin gerçekleştiğini göstermiştir. MoO<sub>3</sub> katkılı PVA nanofiberlere sitrik asit ilavesinin FTIR spektrumu incelendiğinde ise katkısız PVA' daki piklerin aynılarını elde edilmiştir.



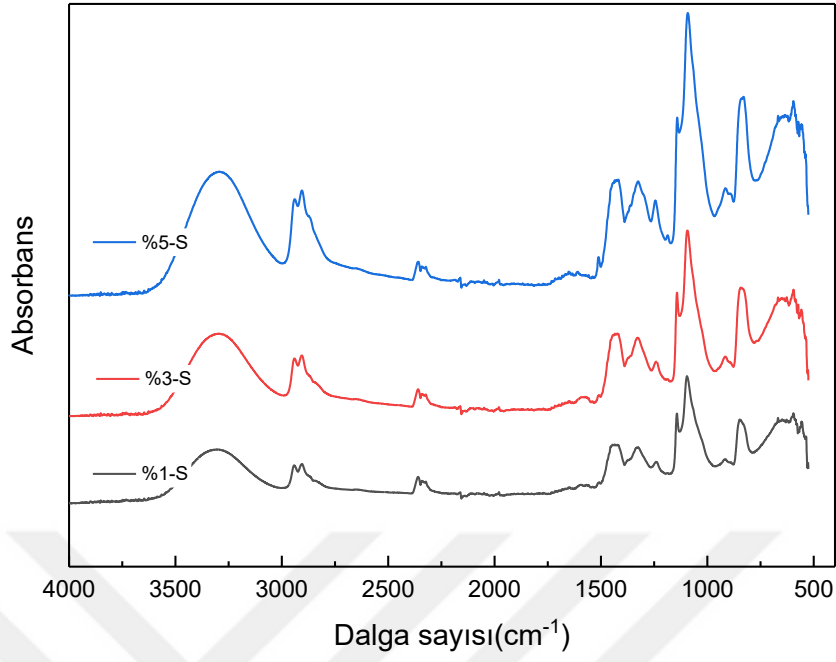
Şekil 4.34. Saf PVA nanofiberlerin ve %1, %3 ve %5 MoO<sub>3</sub> içeren PVA nanofiberlerin FTIR spektrumu



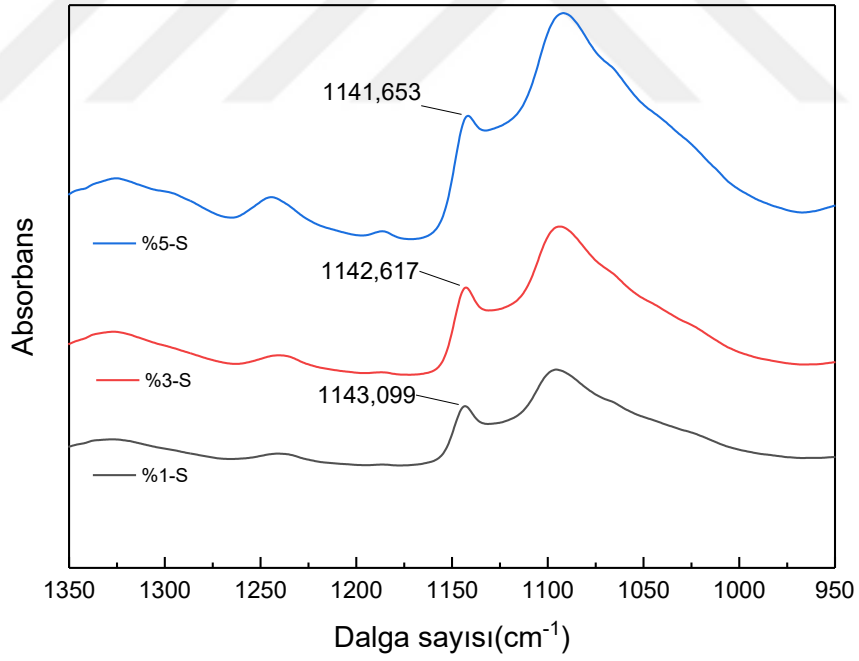
Şekil 4.35. Sitrik asit içeren PVA nanofiber ve %1, %3 ve %5 MoO<sub>3</sub> ve sitrik asit içeren PVA nanofiberlerin FTIR spektrumu

Daha sonra ise elde edilen MoO<sub>3</sub> katkılı nanofiberlere çapraz bağlama gerçekleştirmek için ısıtma işlemi uygulanmıştır. Çapraz bağlanması beklenen numunelere de FTIR analizi yapılmıştır. Isıtma işlemi ile birlikte iç yapıda çapraz bağlama işlemi gerçekleşmesi beklenmiştir. Şekil 4.2.4.4. 'e bakıldığında ise  $\sim 1140\text{cm}^{-1}$  'de C-C piki oluşması polimerin kristalin bölgesini tanımlar. Bu karakteristik pik ise PVA'nın kristallik derecesini belirlemek için önemli bir göstergedir. PVA'nın bu kristalin davranışının artması nanofiberlerin suda çözünürlüğünün önlenmesinde önemli bir rol oynar.

a



b



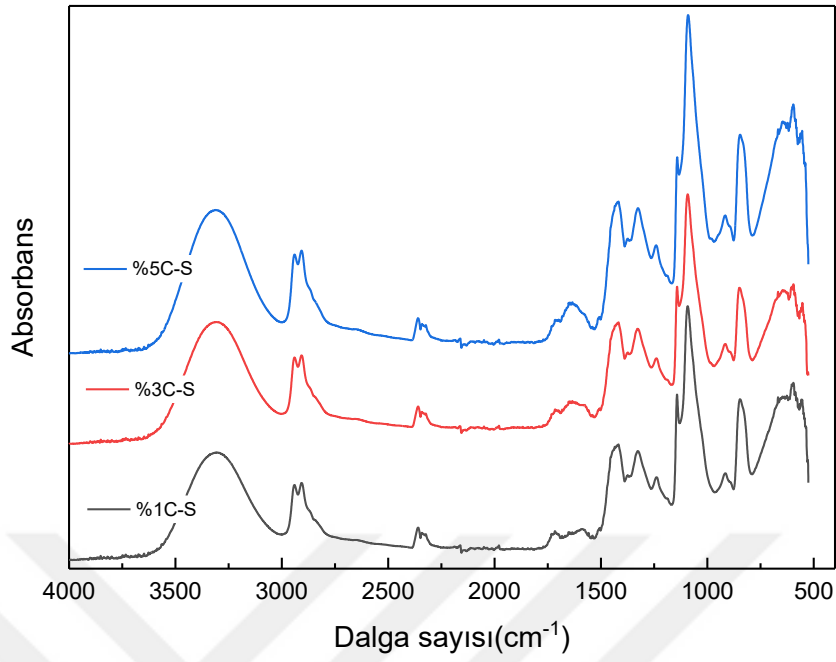
Şekil 4.36. Isıl işlem uygulanmış a) %1, %3 ve %5 MoO<sub>3</sub> içeren PVA nanofiberlerin FTIR spektrumu ve b) kristalin bölge

Şekil 4.2.4.5. 'de ısıl işlem uygulanmış ve aynı zamanda sitrik asit içeren PVA nanofiberlere ait FTIR spektrumu görülmektedir. Isıl işlem sonrasında hem ısı hem de

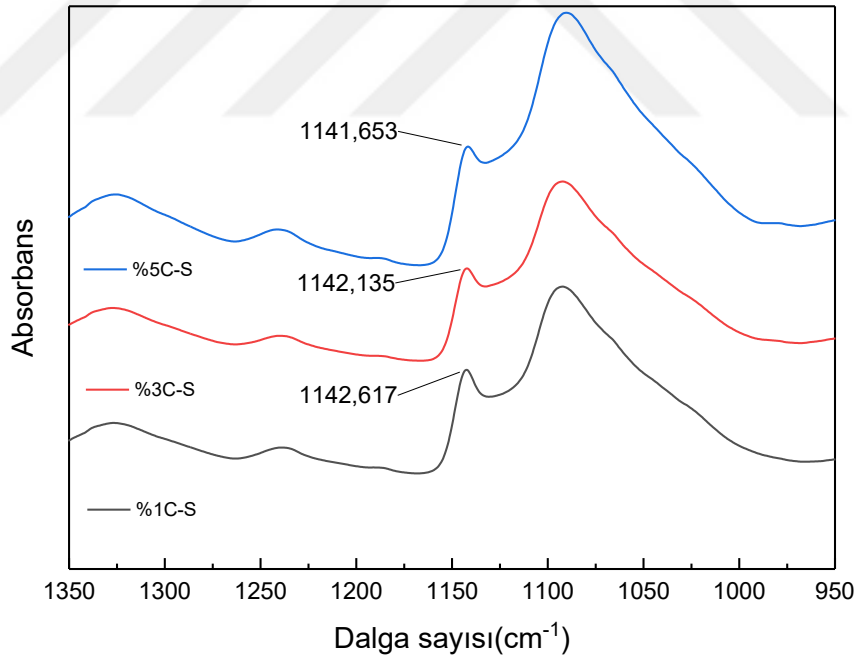
sitrik asit ile apraz baėlanmıř olan numunelerin pikleri incelendiėinde řiddetlerinin daha yoėun gcl olduėu gzlenmiřtir. Ayrıca ısıl iřlem sonrasında piklerin daha keskin olduėu da aıka grlmřtir. Katkısız PVA ve sitrik asit ieren PVA nanofiberler karřılařtırıldıėında oluřan pikler arasında farklılıklar belirlenmiřtir. Isıl iřlem sonrası sitrik asit ieren numunelerde de  $\sim 1140\text{cm}^{-1}$  'de C-C baėlarını belirten pik grlmřtir. Bu pikin varlıėı apraz baėlama iřlemini belirtir.



a



b



Şekil 4.37. Isıl işlem uygulanmış a) %1, %3 ve %5 MoO<sub>3</sub> ve sitrik asit içeren PVA nanofiberlerin FTIR spektrumu ve b) kristalin bölge

Isıl işlem sonrasında sitrik asit içeren nanofiberlerde PVA'nın yapısında bulunan hidroksit grupları ile sitrik asidin yapısında bulunan karboksil gruplarının

etkileşime girerek esterleşme reaksiyonu göstermesi sonucunda yaklaşık olarak 1650-1700  $\text{cm}^{-1}$  arasında pikler görülmüştür.

Hem fiziksel hem de kimyasal çapraz bağlama işlemi ile PVA nanofiberlerin yapısında bulunan C-C bağların sebep olduğu kristallik derecesinin artması PVA'nın amorf özelliği sebebiyle pik yoğunluğunu arttırmıştır. 1140 $\text{cm}^{-1}$  civarında oluşan bu pikler nanofiberlerin suya daldırıldığında yapısını koruyarak fiberlerin bozulmamasını sağlar.

Destaye ve ark. 'nın çalışmasında çapraz bağlama reaksiyonları sonrasında PVA nanofiberlerin yapısında 1000 ve 1140  $\text{cm}^{-1}$  'de asetal grupların oluşması ile O-C-O titreşimleri sonucunda bant gözlemlenmiştir[91]. Ayrıca Sui ve ark. yaptığı çalışmada FTIR spektrumlarında görülen 1140  $\text{cm}^{-1}$  'de oluşan yeni bant kristalin bölgedeki simetrik C-C esneme hareketlerini tanımlar. Bu karakteristik pik PVA 'nın kristallik derecesini tanımlayan önemli bir göstergedir. Bu kristallik derecesinin artması solüsyon içerisindeki nanofiberlerin çözünmesinin engellenmesinde önemli bir rol oynar. Bizim çalışmamızda da bu pikler FTIR spektrumları ile belirlenmiştir[92].

Sudhamani ve ark. yaptıkları çalışmada PVA nanofiberlerin FTIR spektrumları incelemişler ve moleküller arasındaki etkileşimleri belirlemişlerdir. Bu etkileşimlere bakıldığında FTIR spektrumunun ve çapraz bağlanma ile ilgili ilişkilerin çalışmamızla örtüştüğü görülmüştür[88]. Vilamova ve ark. tarafından yapılan çalışmada ise Ag katkılı PVA ve PVA 'nın FTIR spektrumlarını karşılaştırarak elde edilen pikleri belirtmişlerdir. Pikler incelendiğinde PVA nanofiberlere ait piklerin bizim çalışmamızla örtüştüğü görülmüştür. Fonksiyonel grupların 3336  $\text{cm}^{-1}$  'de O-H bağlarını, 2941 ve 2914  $\text{cm}^{-1}$  'de -CH<sub>2</sub> alkali gruplarını ve ayrıca 1735 ve 1715  $\text{cm}^{-1}$  'deki piklerin ise C=O ile bağlantılı olduğu tespit edilmiştir. Bu çalışmada da benzer pikler görülmüştür[93].

Nanofiberlerin çapraz bağlanmasıyla ilgili olarak Hulupi ve ark. 2018 'deki çalışmasında çapraz bağlama ajanı kullanarak elektro eğirme ile üretilmiş PVA nanofiberlerin sentezi ve karakterizasyon çalışmaları yapılmıştır. FTIR spektrumları karşılaştırıldığı çapraz bağlama ajanı eklenmiş olan nanofiberlerde 1103  $\text{cm}^{-1}$  'de

görülen pik çapraz bağlanmanın gerçekleştiğini göstermiştir[94]. Ayrıca Teixeira ve ark. PVA bazlı elektro eğirme ile üretilmiş doku iskeleleri üzerine yaptıkları çalışmada doku mühendisliğindeki uygulamalarından bahsetmişlerdir. Bu çalışmada doku mühendisliğinde kullanılacak olan malzemelerin belli özellikleri karşılayabilmesi için eklenen ajanlardan bahsedilmektedir. Bu ajanlardan bir tanesi de sitrik asittir. Sitrik asit ilavesiyle birlikte moleküller arası çapraz bağlanma durumu gerçekleşerek doku üzerine malzeme konulduğunda orada beklenen bir stabilite durumu söz konusu olur. Bu eklentiyle birlikte istenilen özellikler sağlanmış olur. Bizim çalışmamızda da literatürle bağlantılı olarak sitrik asit eklentisiyle birlikte yapıda stabilite sağlanmıştır[6].

#### **4.2.5 *In Vitro* Yapay Vücut Sıvısı (SBF) Analizi**

Elektro eğirme yöntemi ile elde edilen numunelerin yüzeylerinde hidroksiapatit tabakaları oluşturabilme davranışlarının belirlenmesi için yapay vücut sıvısı(SBF) analizi gerçekleştirilir. Bu amaçla ısı işlem görerek çapraz bağlanmış olan nanofiber numuneler belirlenen süre periyotları boyunca Tablo 3.3.6.2.' ye göre hazırlanmış olan SBF çözeltisi içinde bekletilmiştir. Şekil 4.2.5.1. 'de prosedüre göre kesilip hazırlanan numunelerin çözelti içerisine konulduktan sonra etüv fırınındaki görüntüleri verilmiştir.

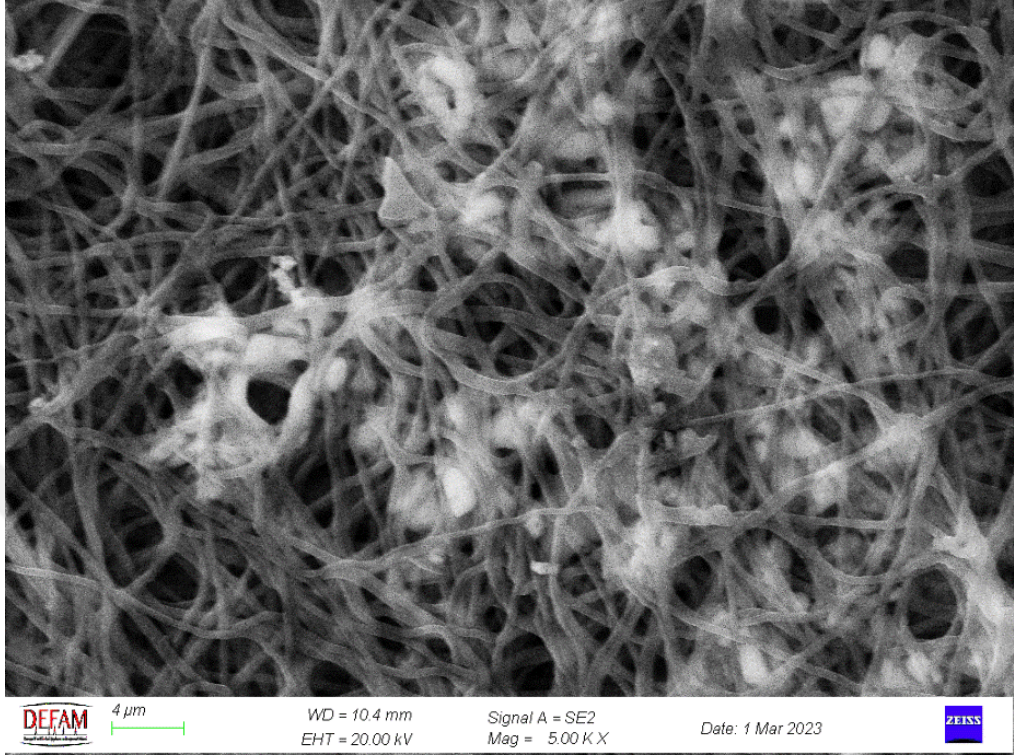


Şekil 4.38. Elde edilen PVA nanofiberlerin SBF içerisinde konulduktan sonra etüv fırınındaki görüntüsü

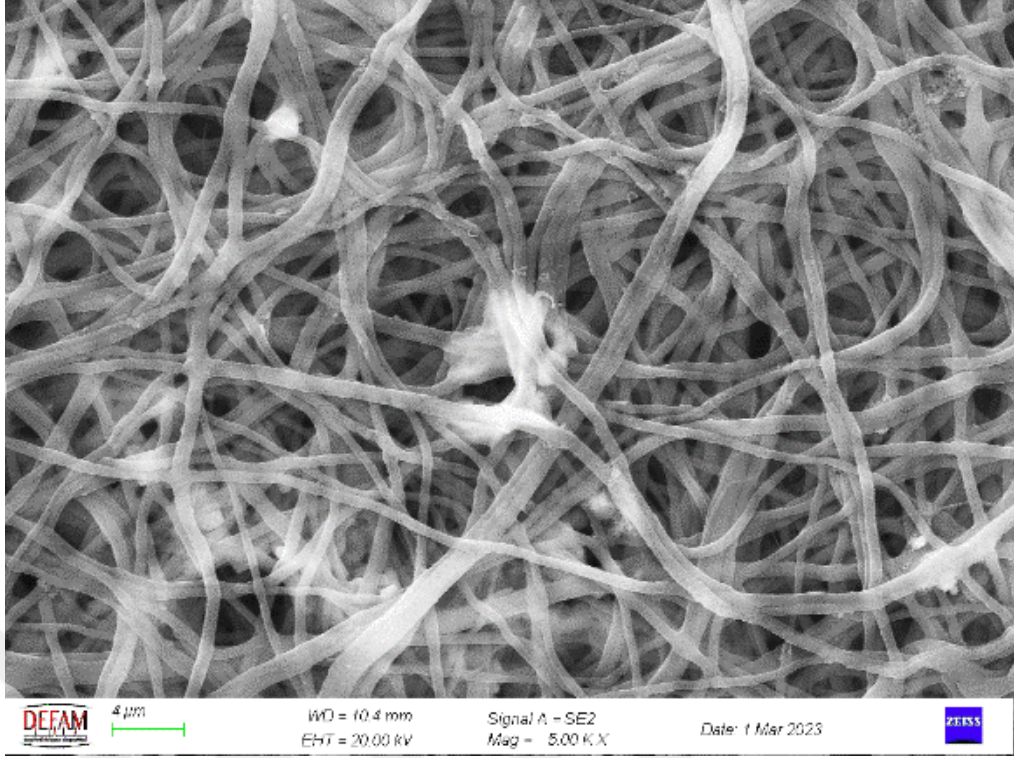
Şekil 4.2.5.2.-4.2.5.4. arasında farklı zaman periyotları boyunca SBF çözeltisi içerisinde bırakılan elektro eğirme yöntemi ile üretilmiş ısıl işlem görmüş nanofiberlerin SEM analizi görüntüleri gösterilmektedir. SBF içerisinde inkübasyondan sonra nanofiber numunelerin yüzeylerinde mineralize faz oluşup gelişmeye başlar. 72 saatlik inkübasyondan sonra incelenen numunelerin yüzeyinde mineral birikimi nanokristaller gibi kümelenmiş yapılar şeklinde birikmiş olarak görülür.

Chahal ve ark.'nın çalışmasında elektro eğirme yöntemiyle elde ettikleri PVA nanofiberleri farklı zaman periyotlarında SBF içerisinde bekleterek doku iskelesi üzerinde apatit tabakaları oluşumlarını gözlemlemişlerdir. Çalışmamızla örtüşen SEM analizi ve FTIR spektrumları elde etmişlerdir. Çalışmada 12 saat inkübasyon sonunda nanofiberlerin üzerinde düşük miktarda kristal benzeri biçime sahip mineral tabakalarının oluştuğunu kanıtlamışlardır. Daha sonrasında 24 saatlik inkübasyon sonucunda oldukça rahat görülen mineral tabakalarının biriktiğini görmüşlerdir. 48 saat inkübasyon sonunda ise oluşan kristallerin boyutlarının arttığını, daha uniform

şekle sahip olduğunu, pürüzsüz yüzey oluşturarak nanofiberlerin üzerini kapladığını belirlenmiştir[95].



Şekil 4.39. 72 saatlik SBF sonrası saf PVA nanofiber

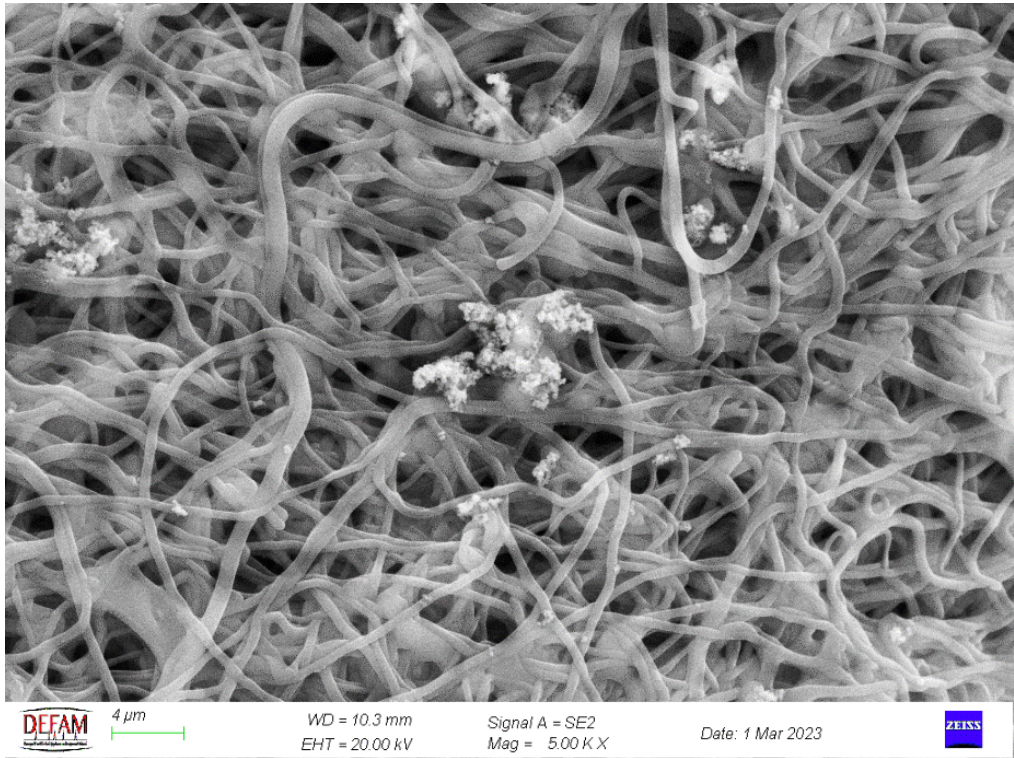


Şekil 4.40. 72 saatlik SBF analizi sonrası %3 MoO<sub>3</sub> içeren PVA nanofiber

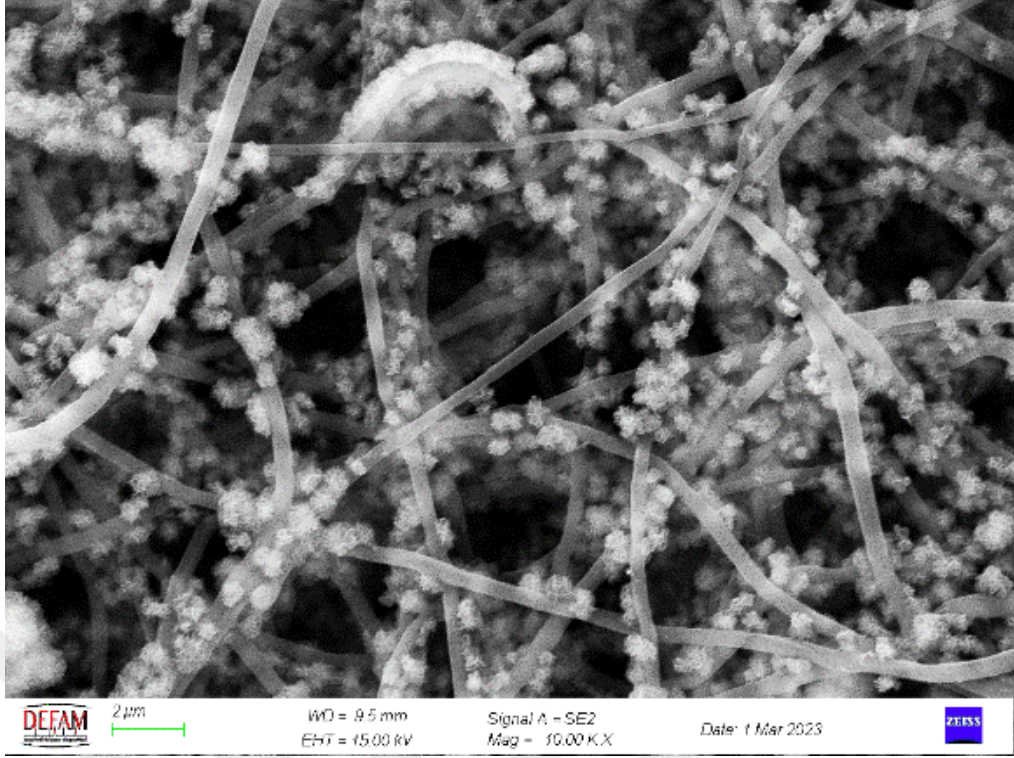


Şekil 4.41. 72 saatlik SBF analizi sonrası %3 MoO<sub>3</sub> ve sitrik asit içeren PVA nanofiber

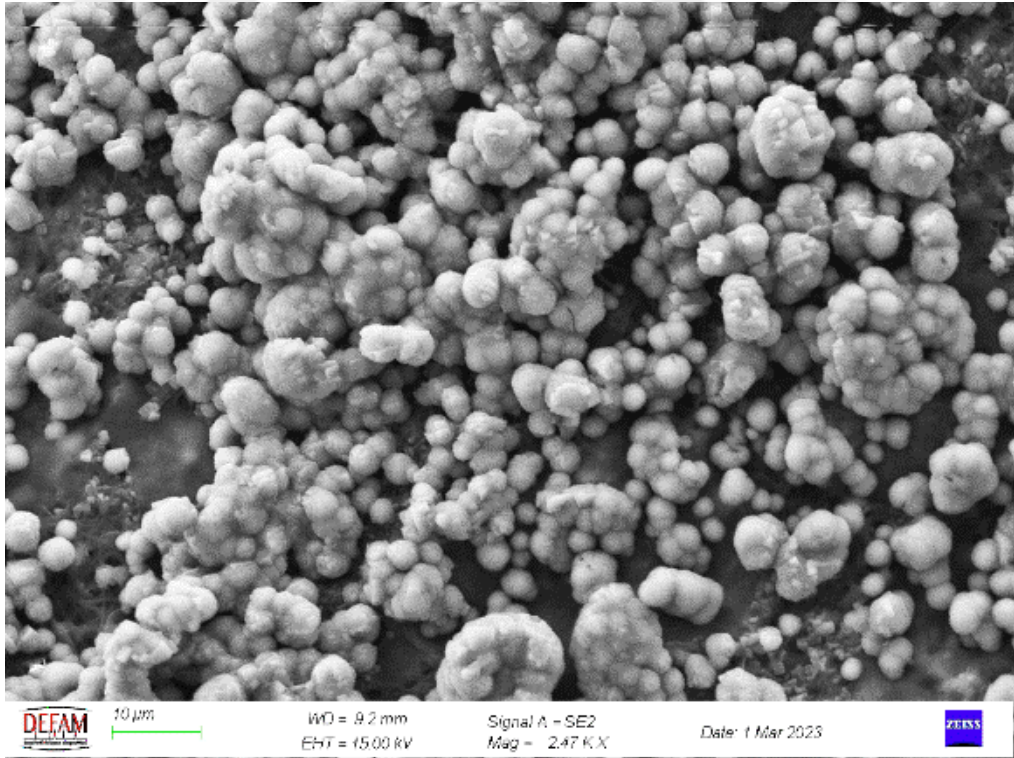
Şekil 4.2.5.5.- 4.2.5.7. arasında ise 1 hafta SBF çözeltisi içerisinde bekletilen numunelerin SEM görüntüleri görülmektedir. 168 saatlik bu inkübasyondan sonra görüldüğü gibi numune yüzeyi üzerinde oluşan bu fazlar literatür ile uyumlu olarak hidroksiapatit kümelenmesi şeklinde görülmektedir. İnkübasyon süresi arttıkça bu çökeltme birikmesi de artma eğilimi gösterir. 72 saatlik ve 168 saatlik inkübasyon sonrası numunelere bakıldığında SBF içerisinde bekleme süresi arttığında numune yüzeyinde biriken fazların çökeltme miktarları da artmaktadır[95].



Şekil 4.42. 168 saatlik SBF analizi sonrası saf PVA nanofiber



Şekil 4.43. 168 saatlik SBF analizi sonrası %3 MoO<sub>3</sub> içeren PVA nanofiber



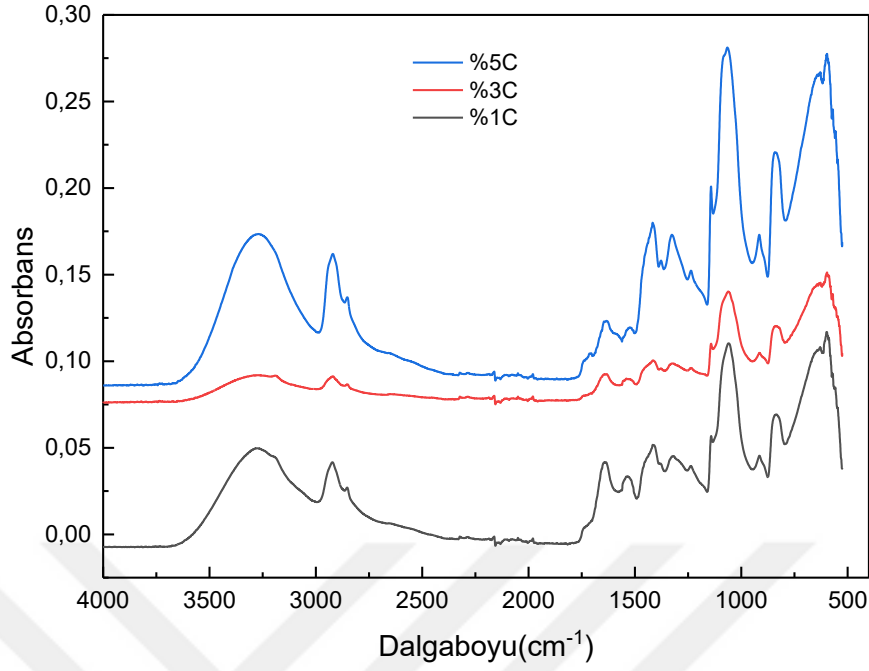
Şekil 4.44. 1 hafta SBF analizi sonrası %3 MoO<sub>3</sub> ve sitrik asit içeren PVA nanofiber

Sonuçlara bakıldığında PVA nanofiberlerdeki MoO<sub>3</sub> katkısı arttığında numune yüzeyinde biriken HA tabakası da artma eğilimi göstermiştir. Ayrıca tane boyutu düşük MoO<sub>3</sub> kullanılması daha fazla yüzey alanına sahip olunması demektir. Bu durumda çözelti ile etkileşimin yüksek olmasına sebep olarak fazların çökmesini arttırmıştır. Bütün numunelerde HA tabakası oluşumu görülmüştür. Bu durum numunelerin biyoaktif olduğunu göstermektedir.

Stone ve ark. yaptığı çalışmada PVA bazlı nanofiberlere sitrik asit katkısı ile çapraz bağlama işlemi sonrası 140°C 'de yaptığı kütleme işlemi sonrasında numuneleri analiz etmiştir. Sonuçlara bakıldığında iki faktör göz önüne alındığında numunelerin termal olarak stabil bir yapı göstererek su ve SBF içerisinde çözünme davranışı sergilediğini gözlemlemiştir. Çapraz bağlanmış olan nanofiberlerin su ve SBF içerisinde bekletilmesine rağmen yapısını koruyarak çözünme göstermediğini kanıtlamıştır. Buna karşılık çapraz bağlanmamış nanofiberler su ve SBF içerisine konulduğunda o anda çözünme gösterdiği gözlenmiştir[84].

Şekil 4.2.5.8. 'de, SBF sonrasında numunelerin FTIR spektrumu grafikleri görülmektedir. Grafikte bütün numunelerin parmak izi bölgesine bakıldığında yaklaşık olarak 1050 cm<sup>-1</sup>'de pikler görülmektedir. Bu pikler PO<sub>4</sub><sup>-3</sup> varlığının göstergesidir. HA 'e ait FTIR spektrumu ile karşılaştırıldığında numunelerin bu piklere sahip olduğu görülür ve bu durumda yapıda biyoaktiflik mevcuttur.

İnkübasyon süresi arttıkça PO<sub>4</sub><sup>-3</sup> oranı da artma eğilimi göstermiştir. Çalışmamızda FTIR spektrumunda 1050 cm<sup>-1</sup>'de görülen pik de Chahal ve ark. çalışmasıyla örtüşmektedir. C-O-C ile alakalı oluşan bu pik haricindeki diğer bütün pikler PVA'nın FTIR spektrumuyla tamamen aynıdır[95].

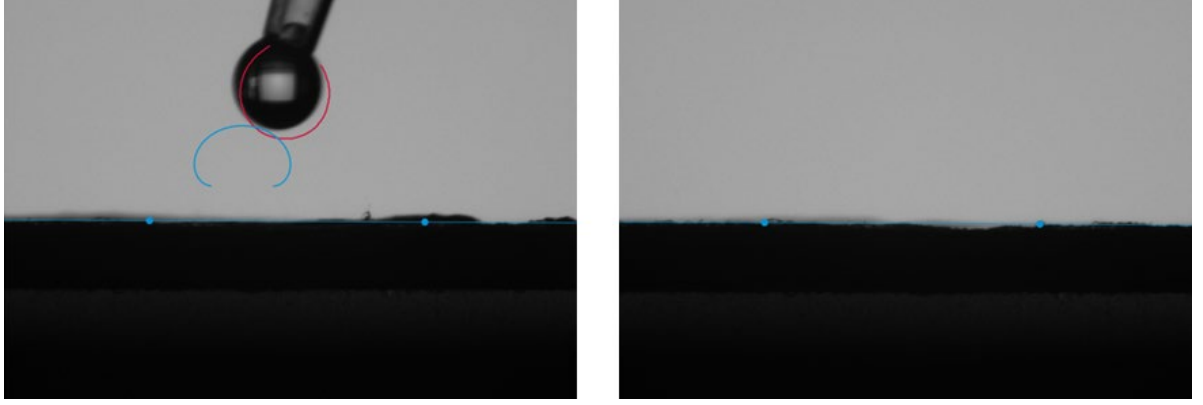


Şekil 4.45. SBF sonrasında, ısıtıl işlem uygulanmış %1, %3 ve %5 MoO<sub>3</sub> ve sitrik asit içeren PVA nanofiberlerin FTIR spektrumu

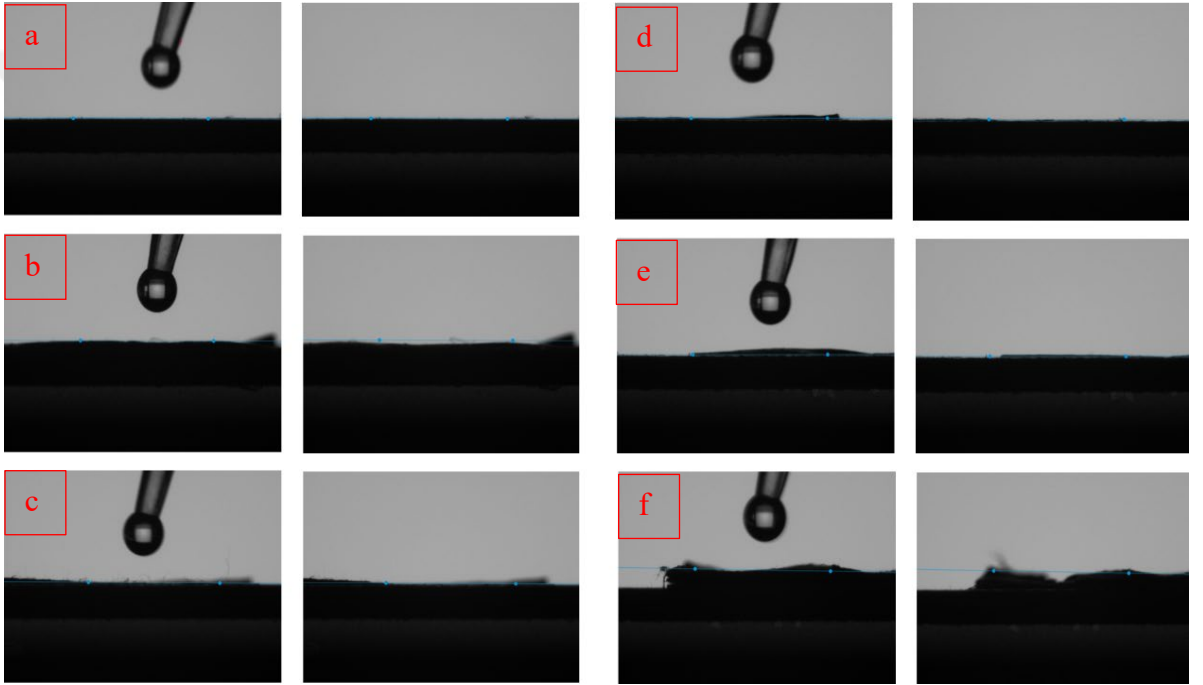
#### 4.2.6 Temas Açısı Ölçümü

Şekil 4.2.6.1. ve Şekil 4.2.6.2. 'de temas açısı ölçüm cihazına yerleştirilen numunelere ait damla damlatılmadan önce ve sonra olmak üzere görüntüler verilmiştir. Şekil 4.2.6.1. 'e bakıldığında katkısız PVA nanofibere ait görüntüde yüzeyde temas açısı görülmemiştir. Damla düz bir su birikintisine dönüştüğünde sıfır derecelik bir temas açısı oluşur ve buna tam ıslanma denir. Damla nanofiber mat tarafından tamamen emilmiştir.

Daha sonra Şekil 4.2.6.2. 'ye bakıldığında ise MoO<sub>3</sub> katkılı ve MoO<sub>3</sub>-sitrik asit katkılı nanofiberlerin görüntüleri verilmiştir. Katkı maddelerinin PVA nanofiberlerin hidrofilitik özelliğine karşın bir değişikliği olmamıştır. Numunelerin hepsi tam ıslanabilirlik göstermiştir.



Şekil 4.46. Isıl işlem sonrası PVA nanofiberin temas açısı ölçümü



Şekil 4.47. Isıl işlem sonrası MoO<sub>3</sub> katkılı PVA nanofiberlerin temas açısı ölçümü a)%1, b)%3, c)%5, d)%1C, e)%3C ve %5C

Veriler incelendiğinde elektro eğirme yöntemi ile üretilen PVA ve çeşitli oranlarda MoO<sub>3</sub> katkılı PVA nanofiberlerin tamamen ıslanma görüldüğü yani temas açısının 0° olduğu görülmüştür. Damlanın anında yayıldığı ve hemen nanofiberlere nüfuz ettiği belirlenmiştir. Numuneler karşılaştırıldığı suyla temas açısında önemli bir değişiklik gözlenmemiştir. Tipik olarak, temas açısı 90°'ye kadar olan yüzeyler hidrofilik ve temas açısı 90°'den büyük olanlar ise hidrofobik olarak tanımlanırlar. Yüksek oranda hidrofobik veya hidrofilik yüzeylere sahip biyomalzemeler, hücre bağlanması için uygun değildir. Normal hidrofiliklik, yüzeyi protein emilimi ve hücre

yapışması için kabul edilebilir kılar. Yara bölgesine nem sağlayan hidrofilik yara örtüleri, yara iyileşmesini hızlandırmaya yardımcı olabilir. Bu nedenle sonuçlar, yara örtüsünün tam ıslanabilirlik sağladığını yani hidrofilik olduğunu göstermiştir[96].

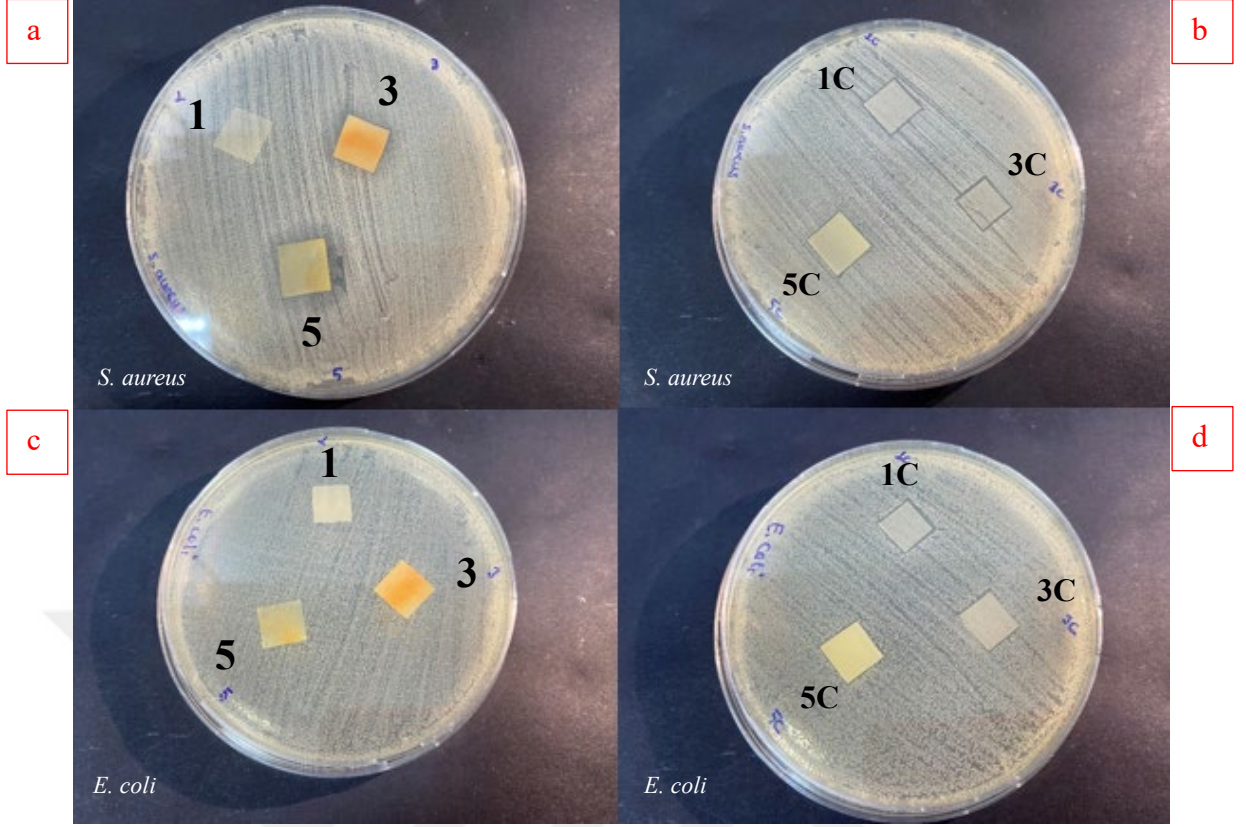
Çalışmamızla örtüşen Li ve ark. 2014 'teki çalışmasında elektro eğirme yöntemiyle elde edilen kompozit membranların su filtreleme özellikleri incelenmiştir. Çalışmada temas açısı ölçümü yapılmış ve elektro eğirme yöntemi ile üretilmiş PVA membrana ait temas açısı şekli incelendiğinde nanofiber üzerinde damla bırakıldığı anda anında membran tarafında emilim göstermiştir ve tamamen saf PVA membran içerisine penetre olmuştur[97].

#### **4.2.7 Antibakteriyel Aktivite Testleri**

Bu kısımda öncelikle disk difüzyon yöntemi kullanılarak MoO<sub>3</sub> katkılı PVA nanofiber matların antibakteriyel aktiveleri test edilmiştir. Daha sonra koloni sayımına dayalı antibakteriyel test uygulanarak nanofiber matların antibakteriyel aktiviteleri belirlenmiştir.

##### **4.2.7.1 Disk Difüzyon (Kirby Bauer) Yöntemi ile Antibakteriyel Aktivite Testi**

Çalışmada, kullanılan MoO<sub>3</sub> nanopartiküllerin küçük tane boyutu ve geniş spesifik yüzey alanı ile antibakteriyel aktivite göstermesi beklenmiştir. Disklerdeki agar yüzeyindeki inhibisyon zonları bakterilerin antibakteriyel ajana duyarlılığını, agardan difüzyon hızını ve agarın derinliğini, mikroorganizma türlerinin duyarlılıklarını ortaya koymuştur. Testte elde edilen sonuçlar Şekil 4.2.7.1.1 'de verilmiştir.



Şekil 4.48. Elde edilen ısıtılmış işlem görmüş farklı Mo oranlarında PVA nanofiberlerin inhibisyon bölgeleri, *S. aureus* a)PVA-1,3,5MoO<sub>3</sub> ve b)PVA-1C,3C,5CMoO<sub>3</sub>, *E. coli* c)PVA-1,3,5MoO<sub>3</sub> ve d)PVA-1C,3C,5CMoO<sub>3</sub>

Sonuçlar incelendiğinde PVA-5MoO<sub>3</sub> nanofiberler *S. aureus'* a karşı, PVA-1MoO<sub>3</sub> ve PVA-3MoO<sub>3</sub> nanofiberlerden daha yüksek antibakteriyel etki göstermiştir. Sitrik asit içeren fiberlerde de MoO<sub>3</sub> oranı arttıkça *S. aureus'* a karşı etki alanı genişlemiştir. *E. coli'* ye bakıldığında ise asit içermeyen nanofiberlerde herhangi bir zon oluşumu görülmemiştir. Fakat sitrik asit içeren nanofiberlerde artan MoO<sub>3</sub> oranlarında zon oluşumu gözlenmiştir. MoO<sub>3</sub> nanopartiküller ve bakterilerin hücre duvarı arasındaki etkileşimin Gram-pozitif bakterilerinde Gram-negatif bakterilerine kıyasla, MoO<sub>3</sub> nanopartiküllerinden daha fazla etkilendiği sonucuna varılmıştır.

Literatüre dayanarak görülen bu etki, bakteriyel sitoplazmik membran/hücre duvarının parçalanmasına ve patojenlerin sitoplazmaya sızmasına bağlanmıştır. Bununla birlikte önceki bir çalışmada membranların *S. aureus'*a karşı aktivitesinin, *E. coli'*ye karşı olduğundan daha güçlü olduğu bildirilmiştir. Gram-pozitif ve gram-negatif mikroorganizmaların hücre duvarı yapıları farklıdır. Gram-negatif bakterilerin

yapısını ve kimyasını daha karmaşık hale getiren, Gram-pozitiflerin peptidoglikan zarından daha kalın bir polisakarit zarına sahiptir. Dolayısıyla, membran Gram-pozitif karşı daha yüksek antibakteriyel aktivite sergilemiştir[98], [99].

Li ve ark. yaptığı çalışmada elektro eğirme yöntemiyle ürettikleri PVA bazlı nanofiberlerin antibakteriyel aktivitelerini incelemişler ve çalışmamızla örtüşen sonuçlar elde etmişlerdir. Yapılan çalışmada nanopartikül katkısıyla birlikte Gram negatif ve pozitif bakteriler üzerinde yapılan antibakteriyel aktivite testi ile yüksek aktivite gözlenmiştir. Antibakteriyel ajanların nano boyutları sebebiyle yüksek yüzey alanı sağlayarak özellikle Gram-pozitif bakteriler üzerinde etki göstermesi çalışmamızı destekler niteliktedir[100].

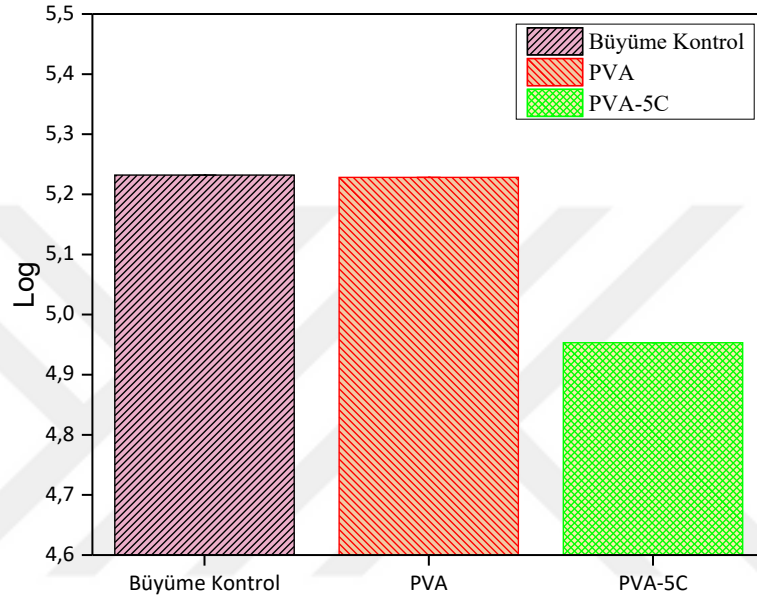
#### **4.2.7.2 Koloni Sayımına Dayalı Antibakteriyel Test**

Geliştirilmiş yara örtülerinin olmazsa olmaz şartlarından biri de yara bölgesinde bakteri tutunmasını ve kolonizasyonunu engellemektir. Ekstraktların elektroegirme yöntemi sonrasında antibakteriyel aktivite özelliklerini koruyup korumadığını belirlemek önemlidir.

Bu amaçla yöntemde MoO<sub>3</sub> içeren PVA nanofiberlerin *E. coli* ve *S. aureus* antibakteriyel aktivitesi agar plaka üzerinde oluşan koloni sayımına dayalı yöntem ile belirlenmiştir. *E. coli* ve *S. aureus* bakterileri kolonilerinin belirginleşmesi ve gözle görülebilir hale gelmesiyle agar plaka üzerinde oluşan koloniler sayılabilir duruma gelir.

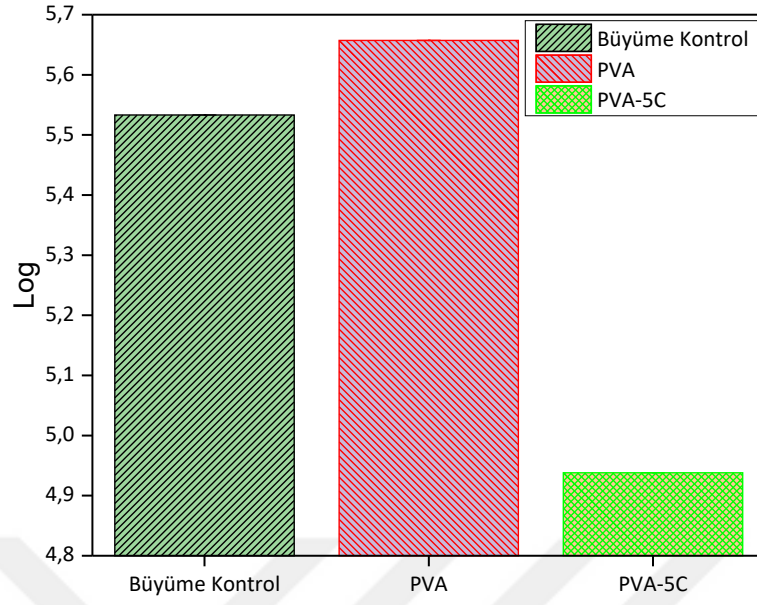
Bu testte elde edilen sonuçlar Şekil 4.2.7.2.1. ve 4.2.7.2.2. 'de verilmiştir. 24 saat boyunca inkübe edildikten sonra, deney grubunda hem Gram-negatif hem de Gram-pozitif bakterilerin hayatta kalan popülasyonları, kontrol grubuna kıyasla azalmıştır. Bu sonuç, test edilen bakterilerin verimli bir şekilde inhibe edildiği anlamına gelir. Sonuçlar, bakterilerin başarılı bir şekilde yok edilmesini sağlayan patojenlerin sitoplazmik içeriğe sızması ile sitoplazmik zarın ve hücre duvarının parçalanmasıyla açıklanabilir[73], [98], [101].

Şekil 4.2.7.2.1. 'e bakıldığında *E.coli* 'ye ait grafikte büyüme kontrolü ve saf PVA nanofiber özütü içeren grup arasında herhangi bir koloni sayısı farkı görülmemektedir. %5 MoO<sub>3</sub> ve sitrik asit içeren numuneye bakıldığında ise başlangıçta bulunan bakteri sayısına kıyasla yaklaşık 2 kat bir azalma gösterdiği belirlenmiştir. Yani bu azalma da bakteri sayısında önemli bir düşüşü bize kanıtlar.



Şekil 4.49. *E.coli* 'ye ait koloni sayım grafiği

Şekil 4.2.7.2.2. 'ye bakıldığında ise *S.aureus* 'a ait grafikte büyüme kontrolüne göre saf PVA nanofiber özütü içeren grupta bakteri sayısında bir artış görülmektedir. %5 MoO<sub>3</sub> ve sitrik asit içeren numuneye bakıldığında büyüme kontrolü ile kıyaslandığında yaklaşık 5 kat bir azalma gösterdiği belirlenmiştir. Bu azalma MoO<sub>3</sub> nanopartiküllerinin bakterilerin büyük bir bölümünde hücre ölümüne sebep olduğunu gösterir.



Şekil 4.50. *S. aureus* 'a ait koloni sayımına dayalı test

Tablo 4.2.7.2.1 'e bakıldığında saf PVA nanofiber mat özütü içeren gruplar, hem Gram-pozitif hem de Gram-negatif bakterilere karşı herhangi bir antibakteriyel aktivite göstermemiştir. MoO<sub>3</sub> katkılı PVA nanofiber mat özütü grupları beklenildiği gibi bir antibakteriyel aktivite göstererek *E.coli* 'ye karşı %47,33'lük bir bakteri ölümüne sebep olmuştur. *S.aureus*'a karşı ise %73,72'lik bir bakteri ölümüne sebep olmuştur. İki grup karşılaştırıldığında MoO<sub>3</sub> 'in antibakteriyel aktivitesi Gram-pozitiflerde Gram-negatiflere kıyasla daha yüksek olmuştur.

Tablo 4.3. % Hesap olarak kontrol büyümesine karşı kalan bakteri sayısı

%Hesap	<i>E. Coli</i>	<i>S. Aureus</i>
Kontrol	100	100
PVA	99,10714	137,9473
PVA-5C	52,67857	26,28036

Çeşitli araştırmalara göre, metal oksitlerin pozitif yük taşıdığına, mikroorganizmaların ise negatif yük taşıdığı düşünülmektedir. Bu sebeple metal

oksitler ve mikroorganizmalar arasında elektromanyetik çekim oluşur, bu da bakterinin hücre duvarında deliklere neden olan oksidasyona yol açar yani artan geçirgenlik ve sonucunda hücre ölümüne yol açar. Küçük tane boyutları ve yüksek yüzey/hacim oranları nedeniyle MoO<sub>3</sub> nanopartikülleri, bakteri hücrelerinin yüzeyi ile daha büyük tane boyutuna sahip parçacıklara göre daha yüksek düzeyde etkileşime girerek iyi bir antibakteriyel aktivite sağlar.

MoO<sub>3</sub> nanopartiküllerin, test edilen Gram-pozitif bakterileri üzerinde daha aktif olduğu kanıtlanmıştır; Gram-negatif ve Gram-pozitif bakterilerin nanoparçacıklara karşı bu diferansiyel duyarlılığı, hücre dış tabakası özelliklerine ve yüklü MoO<sub>3</sub> nanopartikülleri ile etkileşimlerine bağlıdır. Gram-pozitif bakteriler, birçok peptidoglikan polimer katmanından ve yalnızca bir plazma zarından oluşan nispeten kalın bir duvara sahiptir. Gram-negatif bakteriler, yalnızca ince bir peptidoglikan tabakasına ve iki hücre zarı, bir dış zar ve bir plazma zarı içeren daha karmaşık bir hücre duvarına sahiptir. Gram-negatif bakteri hücrelerinin dış zarının eklenmesi, birçok molekülün geçirgenliğini etkiler. Belirli koşullar altında, Gram-negatif bakteriler, birçok kimyasal maddeye Gram-pozitif hücrelere göre daha dirençlidir[102].

## 5 SONUÇ VE ÖNERİLER

Bu tez kapsamında MoO<sub>3</sub> katkılı PVA nanofiberler elektroğirme prosesi ile üretilmiştir. Aynı zamanda MoO<sub>3</sub> nanopartikülleri katkılanmış PVA nanofiberlere fiziksel ve kimyasal çapraz bağlama işlemi uygulanmıştır. Nanofiberler elektroğirme yöntemi ve çapraz bağlama ile başarılı bir şekilde elde edilmiştir. Elde edilen nanofiberlerin karakterizasyonları, SBF içerisindeki biyoaktivite davranışları ve antibakteriyel aktiviteleri araştırılmıştır.

Elde edilen numunelere ait SEM görüntülerine bakıldığında nanofiber matlar boncuksuz ve düzgün olarak üretilmiştir. MoO<sub>3</sub> katkısıyla birlikte nanofiberlerin çapında değişimler gözlenmiştir. Nanofiberlerde ısı işlem sonrasında sıcaklığın etkisiyle fiberlerin yapısında bozulma meydana geldiği ve yayılma eğiliminde olduğu görülmüştür. Bu durum da çap artışı görülür yani fiberlerde yassılaşıma meydana gelir. Ayrıca sitrik asit katkısı ile fiberlerin çaplarında düşüş meydana gelmiştir. Sitrik asit katkılı numuneler de işlem sonrası fiberlerin çapında azalma meydana gelmiştir. Yapılan EDS analizlerinde yapıda bulunan elementlerin beklenen oranlarda olduğu belirlenmiş ve haritalama işlemi ile birlikte MoO<sub>3</sub> nanopartiküllerinin yapı içerisinde homojen bir şekilde dağılım sağladığı görülmüştür. Bunlara ek olarak SBF içerisinde bekletilen numunelerde fiberlerde bir bozulma gözlenmemiş ve bu sebeple çapraz bağlama işleminin başarılı olduğu görülmüştür.

XRD analizi sonuçları incelendiğinde MoO<sub>3</sub> nanopartikülleri ve MoO<sub>3</sub> katkılı PVA nanofiberlerin literatür ile uyumlu olarak pikler verdiği belirlenmiştir. FTIR analizi; MoO<sub>3</sub> nanopartiküllerine, elde edilen numunelere ve ısı işlem uygulanmış numunelere yapılmıştır. MoO<sub>3</sub> nanopartikülleri kurutulma işlemine maruz kaldığı için grafiklerde parmak izi bölgesi üzerinden yorum yapılmıştır. Burada görülen pikler Mo-O bağları ile uyumludur. Katkısız PVA ve MoO<sub>3</sub> katkılı PVA nanofiberler karşılaştırıldığında aynı fonksiyonel gruplara rastlanmıştır. Isı işlem görmüş numunelerde ise 1140cm<sup>-1</sup> 'de görülen pik ile çapraz bağlama işleminin başarılı olarak gerçekleştirildiği görülmüştür.

SBF analizi ile *in vitro* biyoaktiviteleri belirlenmiştir. MoO<sub>3</sub> katkılı PVA nanofiberler ve ısı işlem görmüş MoO<sub>3</sub> katkılı PVA nanofiberler 72 saat ve 168 saat

süreyile SBF içerisinde bekletilmiştir. Biyoaktivitelerin belirlenmesi için SEM analizi ile apatit oluşumu gözlenmiştir. SEM görüntülerinden EDS alındığında yapıda Ca, Mg ve P gibi elementlerin varlığı belirlenmiştir. Ayrıca numunelere yapılan FTIR analizi sonucunda biyoaktivite pikleri görülmüştür. Yapılan bu iki analiz sonucunda MoO<sub>3</sub> katkısının numunelerin biyoaktivite göstermesini sağladığı kanıtlanmıştır.

Temas açısı analizi ile MoO<sub>3</sub> katkılı numunelerin katkısız PVA ile aynı özellik gösterdiğini PVA esaslı yapıda bir değişim olmadığı yani tam ıslanma gerçekleştirerek hidrofilik yapısını koruduğu belirlenmiştir.

Antibakteriyel aktivite testleri sonucunda MoO<sub>3</sub> katkılı numunelere yapılan, inhibisyon bölgesi çap ölçümü ve koloni sayımına dayalı yöntemler ile Gram-pozitiflerin Gram-negatiflere kıyasla daha yüksek antibakteriyel özellik gösterdiği belirlenmiştir. MoO<sub>3</sub> nanopartikülleri elde edilen nanofiberlerin antibakteriyel aktivitesine yol açar; bu, MoO<sub>3</sub> nanopartiküllerinin yüksek yüzey alanı ve gelişmiş parçacık yüzeyi reaktivitesi ile ilişkili olarak nanofiberlerin antibakteriyel aktivitelerini geliştirir. *E. coli* and *S. aureus* üzerinde yapılan analiz sonucunda numunelerin antibakteriyel özellik gösterdiği kanıtlanmıştır. Bu durumda MoO<sub>3</sub> katkılı PVA nanofiberlerin antibakteriyel aktivite göstermesi sebebiyle yara örtüsü uygulamaları için kullanılabilceği sonucuna varılmıştır.

Tez kapsamında yapılan çalışmalar dışında, MoO<sub>3</sub>' ün farklı konsantrasyonları nanofiberlere katılarak üretilen gerçekteştirip karakterizasyonlarının yapılabileceği, elde edilen nanofiberlere yapılan SBF analizine ek olarak ICP-OES analizinin de yapılabileceği, antibakteriyel özellik gösteren MoO<sub>3</sub> katkılı nanofiberlerin ayrıca hücre kültürü testi ile sitotoksitesite özelliklerinin belirlenebileceği ve son olarak elde edilen nanofiberlerin dayanım özelliklerinin saptanması için çekme testi yapılmasının faydalı olacağı düşünülmektedir.

## KAYNAKLAR

- [1] X. Wang, B. Ding, and B. Li, "Biomimetic electrospun nanofibrous structures for tissue engineering," *Mater. Today*, vol. 16, no. 6, pp. 229–241, 2013, doi:

10.1016/j.mattod.2013.06.005.

- [2] J. M. Holzwarth and P. X. Ma, "Biomimetic nanofibrous scaffolds for bone tissue engineering," *Biomaterials*, vol. 32, no. 36, pp. 9622–9629, 2011, doi: 10.1016/j.biomaterials.2011.09.009.
- [3] K. H. Hong, "Preparation and Properties of Electrospun Poly (vinyl alcohol)/Silver Fiber Web as Wound Dressings Kyung," *Society*, pp. 1–10, 2006, doi: 10.1002/pen.
- [4] A. Fakhri and P. A. Nejad, "Antimicrobial, antioxidant and cytotoxic effect of Molybdenum trioxide nanoparticles and application of this for degradation of ketamine under different light illumination," *J. Photochem. Photobiol. B Biol.*, vol. 159, pp. 211–217, 2016, doi: 10.1016/j.jphotobiol.2016.04.002.
- [5] C. Zhang, X. Yuan, L. Wu, Y. Han, and J. Sheng, "Study on morphology of electrospun poly(vinyl alcohol) mats," *Eur. Polym. J.*, vol. 41, no. 3, pp. 423–432, 2005, doi: 10.1016/j.eurpolymj.2004.10.027.
- [6] M. A. Teixeira, M. T. P. Amorim, and H. P. Felgueiras, "Poly ( Vinyl Alcohol ) -Based Nanofibrous Electrospun Sca ff olds for Tissue Engineering Applications," 2020.
- [7] Q. Li, Z. Jia, Y. Yang, L. Wang, and Z. Guan, "Preparation and properties of poly (vinyl alcohol) nanofibers by electrospinning," *2007 Int. Conf. Solid Dielectr. ICSD*, pp. 215–218, 2007, doi: 10.1109/ICSD.2007.4290790.
- [8] D. Pal, "Synthesis of metal oxide nanoparticles-A general overview," *Indian J. Chem.*, vol. 59, no. October, pp. 1513–1528, 2020.
- [9] Y. Al-Douri, *Metal oxide powder technologies : fundamentals, processing methods, and applications*. 2020.
- [10] S. Jiebing, X. Rui, W. Shimin, T. Wufeng, T. Hua, and S. Jing, "Preparation and characterization of molybdenum oxide thin films by sol-gel process," *J. Sol-Gel Sci. Technol.*, vol. 27, no. 3, pp. 315–319, 2003, doi: 10.1023/A:1024021003825.
- [11] H. M. Ibrahim and A. Klingner, "A review on electrospun polymeric nanofibers: Production parameters and potential applications," *Polym. Test.*, vol. 90, no. June, p. 106647, 2020, doi: 10.1016/j.polymertesting.2020.106647.
- [12] J. Xue, T. Wu, Y. Dai, and Y. Xia, "Electrospinning and electrospun nanofibers: Methods, materials, and applications," *Chem. Rev.*, vol. 119, no. 8, pp. 5298–5415, 2019, doi: 10.1021/acs.chemrev.8b00593.
- [13] T. J. Alwan, Z. A. Toma, M. A. Kudhier, and K. M. Ziadan, "Preparation and Characterization of the PVA Nanofibers produced by Electrospinning," *Madridge J. Nanotechnol. Nanosci.*, vol. 1, no. 1, pp. 1–3, 2016, doi: 10.18689/mjnn-1000101.
- [14] E. S. Araújo, M. L. F. Nascimento, and H. P. de Oliveira, "Influence of triton X-100 on PVA fibres production by the electrospinning technique," *Fibres Text. East. Eur.*, vol. 100, no. 4, pp. 39–43, 2013.
- [15] W. Purification, "Electrospinning process Bioinicia," pp. 1–10, 2019, [Online].

Available: <https://bioinicia.com/electrospinning-equipment-fiber-fabrication/electrospinning-process-bioinicia/>

- [16] J. Zhao, Z. Sun, Z. Shao, and L. Xu, "Effect of surface-active agent on morphology and properties of electrospun PVA nanofibres," *Fibers Polym.*, vol. 17, no. 6, pp. 896–901, 2016, doi: 10.1007/s12221-016-6163-y.
- [17] C. J. Buchko, L. C. Chen, Y. Shen, and D. C. Martin, "Processing and microstructural characterization of porous biocompatible protein polymer thin films," vol. 40, pp. 7397–7407, 1999.
- [18] S. L. Shenoy, W. D. Bates, and G. Wnek, "Correlations between electrospinnability and physical gelation," vol. 46, pp. 8990–9004, 2005, doi: 10.1016/j.polymer.2005.06.053.
- [19] M. M. Demir, I. Yilgor, E. Yilgor, and B. Erman, "Electrospinning of polyurethane fibers," vol. 43, pp. 3303–3309, 2002.
- [20] T. Jarusuwannapoom and W. Hongrojjanawiwat, "EUROPEAN POLYMER Effect of solvents on electro-spinnability of polystyrene solutions and morphological appearance of resulting electrospun polystyrene fibers," vol. 41, pp. 409–421, 2005, doi: 10.1016/j.eurpolymj.2004.10.010.
- [21] C. Mit-uppatham, M. Nithitanakul, and P. Supaphol, "Ultrafine Electrospun Polyamide-6 Fibers : Effect of Solution Conditions on Morphology and Average Fiber Diameter," pp. 2327–2338, 2004, doi: 10.1002/macp.200400225.
- [22] J. Yoon, H. S. Yang, B. S. Lee, and W. R. Yu, "Recent Progress in Coaxial Electrospinning: New Parameters, Various Structures, and Wide Applications," *Adv. Mater.*, vol. 30, no. 42, pp. 1–23, 2018, doi: 10.1002/adma.201704765.
- [23] H. Fong, I. Chun, and D. H. Reneker, "Beaded nanofibers formed during electrospinning," vol. 40, pp. 4585–4592, 1999.
- [24] J. Zeng *et al.*, "Biodegradable electrospun fibers for drug delivery," vol. 92, pp. 227–231, 2003, doi: 10.1016/S0168-3659(03)00372-9.
- [25] C. J. Angamma and S. H. Jayaram, "Fundamentals of electrospinning and processing technologies," *Part. Sci. Technol.*, vol. 34, no. 1, pp. 72–82, 2016, doi: 10.1080/02726351.2015.1043678.
- [26] N. Bhardwaj and S. C. Kundu, "Electrospinning: A fascinating fiber fabrication technique," *Biotechnol. Adv.*, vol. 28, no. 3, pp. 325–347, 2010, doi: 10.1016/j.biotechadv.2010.01.004.
- [27] W. Zuo, M. Zhu, W. Yang, H. Yu, Y. Chen, and Y. Zhang, "Experimental study on relationship between jet instability and formation of beaded fibers during electrospinning," *Polym. Eng. Sci.*, vol. 45, no. 5, pp. 704–709, 2005, doi: 10.1002/pen.20304.
- [28] S. Ramakrishna, "An Introduction to Electrospinning and Nanofibers," pp. 90–154, 2004.
- [29] G. Eda, J. Liu, and S. Shivkumar, "Solvent effects on jet evolution during electrospinning of semi-dilute polystyrene solutions," *Eur. Polym. J.*, vol. 43,

no. 4, pp. 1154–1167, 2007, doi: 10.1016/j.eurpolymj.2007.01.003.

- [30] J. Stephen, B. Ghorani, S. J. Russell, and P. Goswami, “University of Huddersfield Repository Controlled Morphology and Mechanical Characterisation of Electrospun Cellulose Acetate Fibre Webs,” vol. 2013, 2013.
- [31] C. Lu, P. Chen, J. Li, and Y. Zhang, “Computer simulation of electrospinning. Part I. Effect of solvent in electrospinning,” *Polymer (Guildf.)*, vol. 47, no. 3, pp. 915–921, 2006, doi: 10.1016/j.polymer.2005.11.090.
- [32] L. Wannatong, A. Sirivat, and P. Supaphol, “Effects of solvents on electrospun polymeric fibers: Preliminary study on polystyrene,” *Polym. Int.*, vol. 53, no. 11, pp. 1851–1859, 2004, doi: 10.1002/pi.1599.
- [33] P. P. Rutledge, Gregory C Li, Y Fridrikh S Warner S B Kalayci V E, “Electrostatic Spinning and Properties of Ultrafine Fibers G.C. Rutledge, Y. Li, S. Fridrikh,” *Natl. Text. Cent. Rep.*, no. November, pp. 1–10, 2001.
- [34] X. Y. Yuan, Y. Y. Zhang, C. Dong, and J. Sheng, “Morphology of ultrafine polysulfone fibers prepared by electrospinning,” *Polym. Int.*, vol. 53, no. 11, pp. 1704–1710, 2004, doi: 10.1002/pi.1538.
- [35] D. W. Schubert, “Revealing Novel Power Laws and Quantization in Electrospinning Considering Jet Splitting—Toward Predicting Fiber Diameter and Its Distribution,” *Macromol. Theory Simulations*, vol. 28, no. 4, pp. 1–9, 2019, doi: 10.1002/mats.201900006.
- [36] T. D. Brown, P. D. Dalton, and D. W. Hutmacher, “Melt electrospinning today: An opportune time for an emerging polymer process,” *Prog. Polym. Sci.*, vol. 56, pp. 116–166, 2016, doi: 10.1016/j.progpolymsci.2016.01.001.
- [37] Q. P. Pham, U. Sharma, and A. G. Mikos, “Electrospun poly ( $\epsilon$ -caprolactone) microfiber and multilayer nanofiber/microfiber scaffolds: Characterization of scaffolds and measurement of cellular infiltration,” *Biomacromolecules*, vol. 7, no. 10, pp. 2796–2805, 2006, doi: 10.1021/bm060680j.
- [38] Z. Yang, H. Peng, W. Wang, and T. Liu, “Crystallization behavior of poly( $\epsilon$ -caprolactone)/layered double hydroxide nanocomposites,” *J. Appl. Polym. Sci.*, vol. 116, no. 5, pp. 2658–2667, 2010, doi: 10.1002/app.
- [39] X. M. Mo, C. Y. Xu, M. Kotaki, and S. Ramakrishna, “Electrospun P(LLA-CL) nanofiber: A biomimetic extracellular matrix for smooth muscle cell and endothelial cell proliferation,” *Biomaterials*, vol. 25, no. 10, pp. 1883–1890, 2004, doi: 10.1016/j.biomaterials.2003.08.042.
- [40] J. Han, L. Xiong, X. Jiang, X. Yuan, Y. Zhao, and D. Yang, “Bio-functional electrospun nanomaterials: From topology design to biological applications,” *Prog. Polym. Sci.*, vol. 91, pp. 1–28, 2019, doi: 10.1016/j.progpolymsci.2019.02.006.
- [41] S. Zhao, X. Wu, L. Wang, and Y. Huang, “Electrospinning of Ethyl – Cyanoethyl Cellulose / Tetrahydrofuran Solutions,” 2003.
- [42] T. Mazoochi and V. Jabbari, “Chitosan nanofibrous scaffold fabricated via electrospinning: The effect of processing parameters on the nanofiber

- morphology,” *Int. J. Polym. Anal. Charact.*, vol. 16, no. 5, pp. 277–289, 2011, doi: 10.1080/1023666X.2011.587943.
- [43] X. Zong, K. Kim, D. Fang, S. Ran, B. S. Hsiao, and B. Chu, “Structure and process relationship of electrospun bioabsorbable nanofiber membranes,” vol. 43, pp. 4403–4412, 2002.
- [44] T. Lin and X. G. Wang, “Controlling the morphologies of electrospun nanofibres,” *Nanofibers Nanotechnol. Text.*, pp. 90–110, 2007, doi: 10.1533/9781845693732.1.90.
- [45] S. De Vrieze, T. Van Camp, A. Nelvig, B. Hagström, P. Westbroek, and K. De Clerck, “The effect of temperature and humidity on electrospinning,” *J. Mater. Sci.*, vol. 44, no. 5, pp. 1357–1362, 2009, doi: 10.1007/s10853-008-3010-6.
- [46] F. E. Ahmed, B. S. Lalia, and R. Hashaikeh, “A review on electrospinning for membrane fabrication: Challenges and applications,” *Desalination*, vol. 356, pp. 15–30, 2015, doi: 10.1016/j.desal.2014.09.033.
- [47] A. Mehrdad, I. Talebi, and R. Akbarzadeh, “Effect of temperature on the intrinsic viscosity of poly(ethylene glycol)/poly(vinyl pyrrolidone) blends in aqueous solutions,” *Fluid Phase Equilib.*, vol. 284, no. 2, pp. 137–143, 2009, doi: 10.1016/j.fluid.2009.07.015.
- [48] B. Ghorani and N. Tucker, “Fundamentals of electrospinning as a novel delivery vehicle for bioactive compounds in food nanotechnology,” *Food Hydrocoll.*, vol. 51, pp. 227–240, 2015, doi: 10.1016/j.foodhyd.2015.05.024.
- [49] C. L. Casper, J. S. Stephens, N. G. Tassi, D. B. Chase, and J. F. Rabolt, “Controlling surface morphology of electrospun polystyrene fibers: Effect of humidity and molecular weight in the electrospinning process,” *Macromolecules*, vol. 37, no. 2, pp. 573–578, 2004, doi: 10.1021/ma0351975.
- [50] X. Huang *et al.*, “Hierarchical electrospun nanofibers treated by solvent vapor annealing as air filtration mat for high-efficiency PM2.5 capture,” *Sci. China Mater.*, vol. 62, no. 3, pp. 423–436, 2019, doi: 10.1007/s40843-018-9320-4.
- [51] L. Huang, N. N. Bui, S. S. Manickam, and J. R. McCutcheon, “Controlling electrospun nanofiber morphology and mechanical properties using humidity,” *J. Polym. Sci. Part B Polym. Phys.*, vol. 49, no. 24, pp. 1734–1744, 2011, doi: 10.1002/polb.22371.
- [52] N. Tra Thanh *et al.*, “Optimization and characterization of electrospun polycaprolactone coated with gelatin-silver nanoparticles for wound healing application,” *Mater. Sci. Eng. C*, vol. 91, no. 2017, pp. 318–329, 2018, doi: 10.1016/j.msec.2018.05.039.
- [53] R. Ramalingam, M. H. U. T. Fazil, N. K. Verma, and K. D. Arunachalam, “Green synthesis, characterization and antibacterial evaluation of electrospun nickel oxide nanofibers,” *Mater. Lett.*, vol. 256, p. 126616, 2019, doi: 10.1016/j.matlet.2019.126616.
- [54] N. E. Duygulu, “Elektro Eğirme Yöntemiyle Nano Boyutlu TiO<sub>2</sub> Parçacık katkılı PLA Nano Fiber Üretimi. (Turkish),” *Prod. Nano Sized TiO<sub>2</sub> Blended PLA Nano Fiber with Electrospinning Method.*, vol. 10, no. 1, pp. 7–18, 2020,

doi: 10.7212/zkufbd.v10i1.1451.

- [55] A. Aktürk, M. Erol Taygun, F. Karbancıoğlu Güler, G. Goller, and S. Küçükbayrak, “Fabrication of antibacterial polyvinylalcohol nanocomposite mats with soluble starch coated silver nanoparticles,” *Colloids Surfaces A Physicochem. Eng. Asp.*, vol. 562, no. November 2018, pp. 255–262, 2019, doi: 10.1016/j.colsurfa.2018.11.034.
- [56] N. H. Marins, B. E. J. Lee, R. M. e Silva, A. Raghavan, N. L. Villarreal Carreño, and K. Grandfield, “Niobium pentoxide and hydroxyapatite particle loaded electrospun polycaprolactone/gelatin membranes for bone tissue engineering,” *Colloids Surfaces B Biointerfaces*, vol. 182, no. May, 2019, doi: 10.1016/j.colsurfb.2019.110386.
- [57] P. Harikrishnan and A. Sivasamy, “Preparation, characterization of Electrospun Polycaprolactone-nano Zinc oxide composite scaffolds for Osteogenic applications,” *Nano-Structures and Nano-Objects*, vol. 23, p. 100518, 2020, doi: 10.1016/j.nanoso.2020.100518.
- [58] S. K. Karuppanan *et al.*, “Copper oxide nanoparticles infused electrospun polycaprolactone/gelatin scaffold as an antibacterial wound dressing,” *Mater. Lett.*, vol. 294, p. 129787, 2021, doi: 10.1016/j.matlet.2021.129787.
- [59] R. Alipour, A. Khorshidi, A. F. Shojaei, F. Mashayekhi, and M. J. M. Moghaddam, “Skin wound healing acceleration by Ag nanoparticles embedded in PVA/PVP/Pectin/Mafenide acetate composite nanofibers,” *Polym. Test.*, vol. 79, no. May, p. 106022, 2019, doi: 10.1016/j.polymertesting.2019.106022.
- [60] M. S. Enayati *et al.*, “Development of electrospun poly (vinyl alcohol)-based bionanocomposite scaffolds for bone tissue engineering,” *J. Biomed. Mater. Res. - Part A*, vol. 106, no. 4, pp. 1111–1120, 2018, doi: 10.1002/jbm.a.36309.
- [61] L. J. Villarreal-Gómez, J. M. Cornejo-Bravo, R. Vera-Graziano, and D. Grande, “Electrospinning as a powerful technique for biomedical applications: A critically selected survey,” *J. Biomater. Sci. Polym. Ed.*, vol. 27, no. 2, pp. 157–176, 2016, doi: 10.1080/09205063.2015.1116885.
- [62] L. Persano, A. Camposeo, C. Tekmen, and D. Pisignano, “Industrial upscaling of electrospinning and applications of polymer nanofibers: A review,” *Macromol. Mater. Eng.*, vol. 298, no. 5, pp. 504–520, 2013, doi: 10.1002/mame.201200290.
- [63] A. M. Al-Enizi, M. M. Zagho, and A. A. Elzatahry, “Polymer-based electrospun nanofibers for biomedical applications,” *Nanomaterials*, vol. 8, no. 4, pp. 1–22, 2018, doi: 10.3390/nano8040259.
- [64] A. C. Alavarse *et al.*, “Tetracycline hydrochloride-loaded electrospun nanofibers mats based on PVA and chitosan for wound dressing,” *Mater. Sci. Eng. C*, vol. 77, pp. 271–281, 2017, doi: 10.1016/j.msec.2017.03.199.
- [65] H. P. Felgueiras, T. D. Tavares, and M. T. P. Amorim, “Biodegradable, spun nanocomposite polymeric fibrous dressings loaded with bioactive biomolecules for an effective wound healing: A review,” *IOP Conf. Ser. Mater. Sci. Eng.*, vol. 634, no. 1, 2019, doi: 10.1088/1757-899X/634/1/012033.

- [66] K. Kanimozhi, S. Khaleel Basha, and V. Sugantha Kumari, "Processing and characterization of chitosan/PVA and methylcellulose porous scaffolds for tissue engineering," *Mater. Sci. Eng. C*, vol. 61, pp. 484–491, 2016, doi: 10.1016/j.msec.2015.12.084.
- [67] F. Mehrabi, T. Shamspur, A. Mostafavi, A. Saljooqi, and F. Fathirad, "Synthesis of cellulose acetate nanofibers and its application in the release of some drugs," *Nanomedicine Res. J.*, vol. 2, no. 3, pp. 199–207, 2017, doi: 10.22034/NMRJ.2017.03.008.
- [68] S. Agarwal, J. H. Wendorff, and A. Greiner, "Use of electrospinning technique for biomedical applications," *Polymer (Guildf)*., vol. 49, no. 26, pp. 5603–5621, 2008, doi: 10.1016/j.polymer.2008.09.014.
- [69] S. Waheed, A. L. Butcher, and M. L. Oyen, "The viscoelastic response of electrospun poly(vinyl alcohol) mats," *J. Mech. Behav. Biomed. Mater.*, vol. 77, no. September 2017, pp. 383–388, 2018, doi: 10.1016/j.jmbbm.2017.09.029.
- [70] A. Pasinli, M. Yuksel, E. Celik, S. Sener, and A. C. Tas, "A new approach in biomimetic synthesis of calcium phosphate coatings using lactic acid-Na lactate buffered body fluid solution," *Acta Biomater.*, vol. 6, no. 6, pp. 2282–2288, 2010, doi: 10.1016/j.actbio.2009.12.013.
- [71] D. Bayraktar and A. C. Tas, "Chemical preparation of carbonated calcium hydroxyapatite powders at 37°C in urea-containing synthetic body fluids," *J. Eur. Ceram. Soc.*, vol. 19, no. 13–14, pp. 2573–2579, 1999, doi: 10.1016/s0955-2219(99)00132-6.
- [72] T. Kokubo and H. Takadama, "How useful is SBF in predicting in vivo bone bioactivity?," *Biomaterials*, vol. 27, no. 15, pp. 2907–2915, 2006, doi: 10.1016/j.biomaterials.2006.01.017.
- [73] H. Cui, S. Siva, and L. Lin, "Ultrasound processed cuminaldehyde/2-hydroxypropyl- $\beta$ -cyclodextrin inclusion complex: Preparation, characterization and antibacterial activity," *Ultrason. Sonochem.*, vol. 56, no. March, pp. 84–93, 2019, doi: 10.1016/j.ultsonch.2019.04.001.
- [74] N. Maheswari and G. Muralidharan, "Controlled synthesis of nanostructured molybdenum oxide electrodes for high performance supercapacitor devices," *Appl. Surf. Sci.*, vol. 416, no. April, pp. 461–469, 2017, doi: 10.1016/j.apsusc.2017.04.094.
- [75] T. H. Chiang and H. C. Yeh, "The Synthesis of  $\alpha$ -MoO<sub>3</sub> by ethylene glycol," *Materials (Basel)*., vol. 6, no. 10, pp. 4609–4625, 2013, doi: 10.3390/ma6104609.
- [76] A. Hojabri, F. Hajakbari, and A. E. Meibodi, "Structural and optical properties of nanocrystalline  $\alpha$ -MoO<sub>3</sub> thin films prepared at different annealing temperatures," *J. Theor. Appl. Phys.*, vol. 9, no. 1, pp. 67–73, 2015, doi: 10.1007/s40094-014-0161-5.
- [77] S. Kothaplamoottil Sivan *et al.*, "Greener assembling of MoO<sub>3</sub> nanoparticles supported on gum arabic: cytotoxic effects and catalytic efficacy towards reduction of p-nitrophenol," *Clean Technol. Environ. Policy*, vol. 21, no. 8, pp. 1549–1561, 2019, doi: 10.1007/s10098-019-01726-9.

- [78] A. Klinbumrung, T. Thongtem, and S. Thongtem, "Characterization of orthorhombic  $\alpha$ -MoO<sub>3</sub> microplates produced by a microwave plasma process," *J. Nanomater.*, vol. 2012, 2012, doi: 10.1155/2012/930763.
- [79] L. Wang, M. C. Li, G. H. Zhang, and Z. L. Xue, "Morphology evolution and quantitative analysis of  $\beta$ -MoO<sub>3</sub> and  $\alpha$ -MoO<sub>3</sub>," *High Temp. Mater. Process.*, vol. 39, no. 1, pp. 620–626, 2020, doi: 10.1515/htmp-2020-0093.
- [80] C. A. Kumar *et al.*, "Synthesis, Characterization, and Application of Molybdenum Oxide Nanomaterials by Michael S. McCrory A dissertation submitted in partial fulfillment of the requirements for the degree of Doctor of Philosophy Department of Mechanical Engineering College," 2017.
- [81] X. Fan *et al.*, "Deposition temperature effect of RF magnetron sputtered molybdenum oxide films on the power conversion efficiency of bulk-heterojunction solar cells," *J. Phys. D: Appl. Phys.*, vol. 44, no. 4, 2011, doi: 10.1088/0022-3727/44/4/045101.
- [82] M. M. Mahmud, A. Perveen, M. A. Matin, and M. T. Arafat, "Effects of binary solvent mixtures on the electrospinning behavior of poly (vinyl alcohol)," no. 111, pp. 0–13, 2018.
- [83] A. Koski, K. Yim, and S. Shivkumar, "Effect of molecular weight on fibrous PVA produced by electrospinning," *Mater. Lett.*, vol. 58, no. 3–4, pp. 493–497, 2004, doi: 10.1016/S0167-577X(03)00532-9.
- [84] S. A. Stone, P. Gosavi, T. J. Athauda, and R. R. Ozer, "In situ citric acid crosslinking of alginate/polyvinyl alcohol electrospun nanofibers," *Mater. Lett.*, vol. 112, pp. 32–35, 2013, doi: 10.1016/j.matlet.2013.08.100.
- [85] P. B. Bhargav, V. M. Mohan, A. K. Sharma, and V. V. R. N. Rao, "Investigations on electrical properties of (PVA:NaF) polymer electrolytes for electrochemical cell applications," *Curr. Appl. Phys.*, vol. 9, no. 1, pp. 165–171, 2009, doi: 10.1016/j.cap.2008.01.006.
- [86] U. Anjaneyulu, B. Priyadarshini, A. Nirmala Grace, and U. Vijayalakshmi, "Fabrication and characterization of Ag doped hydroxyapatite-polyvinyl alcohol composite nanofibers and its in vitro biological evaluations for bone tissue engineering applications," *J. Sol-Gel Sci. Technol.*, vol. 81, no. 3, pp. 750–761, 2017, doi: 10.1007/s10971-016-4243-5.
- [87] F. A. Sheikh, N. A. M. Barakat, M. A. Kanjwal, S. J. Park, D. K. Park, and H. Y. Kim, "Synthesis of poly(vinyl alcohol) (PVA) nanofibers incorporating hydroxyapatite nanoparticles as future implant materials," *Macromol. Res.*, vol. 18, no. 1, pp. 59–66, 2010, doi: 10.1007/s13233-009-0111-2.
- [88] S. R. Sudhamani, M. S. Prasad, and K. Udaya Sankar, "DSC and FTIR studies on Gellan and polyvinyl alcohol (PVA) blend films," *Food Hydrocoll.*, vol. 17, no. 3, pp. 245–250, 2003, doi: 10.1016/S0268-005X(02)00057-7.
- [89] B. Nalbandi and S. Amiri, "Antibacterial activity of PVA-based nanofibers loaded with silver sulfadiazine/cyclodextrin nanocapsules," *Int. J. Polym. Mater. Polym. Biomater.*, vol. 68, no. 11, pp. 647–659, 2019, doi: 10.1080/00914037.2018.1482465.

- [90] M. Ranjbar-Mohammadi, S. H. Bahrami, and M. T. Joghataei, "Fabrication of novel nanofiber scaffolds from gum tragacanth/poly(vinyl alcohol) for wound dressing application: In vitro evaluation and antibacterial properties," *Mater. Sci. Eng. C*, vol. 33, no. 8, pp. 4935–4943, 2013, doi: 10.1016/j.msec.2013.08.016.
- [91] A. G. Destaye, C. K. Lin, and C. K. Lee, "Glutaraldehyde vapor cross-linked nanofibrous PVA mat with in situ formed silver nanoparticles," *ACS Appl. Mater. Interfaces*, vol. 5, no. 11, pp. 4745–4752, 2013, doi: 10.1021/am401730x.
- [92] C. Sui *et al.*, "Facile synthesis of silver nanoparticles-modified PVA/H 4 SiW 12 O 40 nanofibers-based electrospinning to enhance photocatalytic activity," *Appl. Surf. Sci.*, vol. 258, no. 18, pp. 7105–7111, 2012, doi: 10.1016/j.apsusc.2012.04.007.
- [93] Z. Vilamová *et al.*, "Ag-AgCl Nanoparticles Fixation on Electrospun PVA Fibres: Technological Concept and Progress," *Sci. Rep.*, vol. 9, no. 1, pp. 1–10, 2019, doi: 10.1038/s41598-019-51642-7.
- [94] M. Hulupi and H. Haryadi, "Synthesis and characterization of electrospinning PVA nanofiber-crosslinked by glutaraldehyde," *Mater. Today Proc.*, vol. 13, pp. 199–204, 2019, doi: 10.1016/j.matpr.2019.03.214.
- [95] S. Chalal, F. S. J. Hussain, and M. B. M. Yusoff, "Biomimetic growth of bone-like apatite via simulated body fluid on hydroxyethyl cellulose/polyvinyl alcohol electrospun nanofibers," *Biomed. Mater. Eng.*, vol. 24, no. 1, pp. 799–806, 2014, doi: 10.3233/BME-130871.
- [96] T. Mirmajidi, F. Chogan, A. H. Rezayan, and A. M. Sharifi, "In vitro and in vivo evaluation of a nanofiber wound dressing loaded with melatonin," *Int. J. Pharm.*, vol. 596, no. September 2020, p. 120213, 2021, doi: 10.1016/j.ijpharm.2021.120213.
- [97] X. Li *et al.*, "Water filtration properties of novel composite membranes combining solution electrospinning and needleless melt electrospinning methods," *J. Appl. Polym. Sci.*, vol. 132, no. 10, pp. 1–8, 2015, doi: 10.1002/app.41601.
- [98] H. Cui, J. Wu, C. Li, and L. Lin, "Improving anti-listeria activity of cheese packaging via nanofiber containing nisin-loaded nanoparticles," *Lwt*, vol. 81, pp. 233–242, 2017, doi: 10.1016/j.lwt.2017.04.003.
- [99] C. Wu *et al.*, "Preparation and characterization of konjac glucomannan-based bionanocomposite film for active food packaging," *Food Hydrocoll.*, vol. 89, no. November 2018, pp. 682–690, 2019, doi: 10.1016/j.foodhyd.2018.11.001.
- [100] S. Li *et al.*, "Electrospun antibacterial poly(vinyl alcohol)/Ag nanoparticles membrane grafted with 3,3',4,4'-benzophenone tetracarboxylic acid for efficient air filtration," *Appl. Surf. Sci.*, vol. 533, no. June, p. 147516, 2020, doi: 10.1016/j.apsusc.2020.147516.
- [101] H. Cui, H. Zhou, and L. Lin, "The specific antibacterial effect of the Salvia oil nanoliposomes against Staphylococcus aureus biofilms on milk container," *Food Control*, vol. 61, pp. 92–98, 2016, doi: 10.1016/j.foodcont.2015.09.034.

- [102] N. Dighore, S. Jadhav, P. Anandgaonker, S. Gaikwad, and A. Rajbhoj, "Molybdenum Oxide Nanoparticles as Antimicrobial Agents," *J. Clust. Sci.*, vol. 28, no. 1, pp. 109–118, 2017, doi: 10.1007/s10876-016-1048-1.



**ÖZGEÇMİŞ**

Adı Soyadı : Almila ÖZTEN

Doğum Yeri ve Yılı :

Medeni Hali : Bekar

Yabancı Dili : İngilizce

E-posta :

### **Eğitim Durumu**

Lise : Fatih Anadolu Lisesi, 2015

Lisans : Yıldız Teknik Üniversitesi, Metalurji ve Malzeme Mühendisliği  
Bölümü, 2020

Yüksek Lisans : Manisa Celal Bayar Üniversitesi, Metalurji ve Malzeme  
Mühendisliği Bölümü, 2023