

**DİŐ KOMPOZİT MALZEME MEKANİK ÖZELLİKLERİNİN
NANOFİBER TASARIMLARIYLA GELİŐTİRİLMESİ**

**IMPROVING THE MECHANICAL PROPERTIES OF
DENTAL COMPOSITES WITH NANOFIBER APPROACHES**

TANSEL UYAR

Hacettepe Üniversitesi

Lisansüstü Eğitim – Öğretim ve Sınav Yönetmeliğinin

NANOTEKNOLOJİ ve NANOTIP Anabilim Dalı İçin Öngördüğü

YÜKSEK LİSANS TEZİ

olarak hazırlanmıştır.

2012

Fen Bilimleri Enstitüsü Müdürlüğü'ne,

Bu çalışma jürimiz tarafından **NANOTEKNOLOJİ ve NANOTIP ANABİLİM DALI**
'nda YÜKSEK LİSANS TEZİ olarak kabul edilmiştir.

Başkan

.....
(Prof. Dr. Mehmet Mutlu)

Üye (Danışman)

.....
(Prof. Dr. Emir Baki Denkbaş)

Üye

.....
(Doç. Dr. Selim Erkut)

Üye

.....
(Yrd. Doç. Dr. Dilek Çökeliler)

Üye

.....
(Yrd. Doç. Dr. Memed Duman)

ONAY

Bu tez/...../..... tarihinde Enstitü Yönetim Kurulunca kabul edilmiştir.

Prof.Dr. Fatma Sevin DÜZ
Fen Bilimleri Enstitüsü Müdürü

DIŐ KOMPOZİT MALZEME MEKANİK ÖZELLİKLERİNİN NANOFİBER TASARIMLARIYLA GELİŐTİRİLMESİ

Tansel Uyar

ÖZ

Bu alıŐmanın amacı, diŐ hekimliğinde kullanılan kompozit (Polimetilmetakrilat + katkı malzemesi) malzemelerin mekanik özelliklerinin nanofiber tasarımları ile geliştirilmesidir. Polimetilmetakrilat son yıllarda restoratif diŐ hekimliğinde sıklıkla tercih edilen bir polimerdir. Literatürde PMMA içerikli kompozit üretimlerinde ok eŐitli katkı malzemeleri göze arpmaktadır. Bunlardan en yenisi polimerik nanofiber yapılarıdır. İncelenen alıŐmalarda genellikle dolgu malzemesi olarak kullanılan bisfenol A-glikol metakrilat maddesi kompozit üretiminde kullanılmış PMMA - nanofiber kompozit yapılar üzerine bir alıŐmaya rastlanılmamıştır. Bu yönüyle bir ilk olan alıŐmanın ikinci özgün noktası ise nanofiber tasarımların eŐitli düzenlenme ve desenlerde üretimi ve kullanımı ile mekanik özelliklerdeki deęişimin incelenmesidir.

alıŐmada nanofiber üretimleri için elektrostatik eğirme cihazı üretilmiştir. Üretilen bu cihaz, düzenlenme alıŐmalarında kullanılan ve elektrik alanın manipölasyonuna imkan veren yardımcı sistemlerle kullanılabilir şekilde üretilmiştir. alıŐma içerisinde farklı düzenlenmeler için eŐitli tasarımlarda elektrot sistemleri kullanılmıştır. İmal edilen elektrostatik eğirme ve elektrot sistemleri ile farklı aplar ve düzenliliklerde PVA ve PE fiberler üretilmiştir. Üretim sonucu elde edilen fiberler, PMMA ile kompozit malzeme üretiminde kullanılmıştır. Fiber yapıların fiziksel karakterizasyonunda taramalı elektron mikroskopisi (TEM) kullanılarak incelemeler yapılmıştır. Üretilen PE mikro fiberlerin yüzey fonksiyonel gruplarının deęiŐtirilmesinde plazma polimerizasyon teknięi kullanılırken modifiye edilen yüzey temas açısı düzeneęi ile karakterize edilmiştir.

alıŐmanın son kısmında, üretilen kompozit malzemeler üç nokta testi ile mekanik performans açısından incelenerek fiber katkıların etkisi ortaya konmuŐtur. alıŐma sonucunda eklenen PVA nanofiber katkıların mekanik performansı artırdığı bu durumun düzenli yapılar ile daha da iyileŐtirildięi gözlemlenmiştir. Bununla birlikte PE mikro fiberlerin alıŐmada kullanılan daha küçük aptaki ticari olarak kullanılan

PE fiberlerle yakın deęerlerde mekanik performans gsterdięi belirlenmiřtir. Gelecekteki alıřmalarda daha kk apta PE fiberler elde edilebildięi takdirde mekanik performansın daha da geliřtirilebileceęi sonucuna varılmıřtır.

Anahtar Kelimeler: Polimetilmetakrilat, polietilen, polivinilalkol, elektrostatik eęirme, dzenlenme, diř kompozitleri

Danıřman: Prof. Dr. Emir Baki DENKBAŐ, Hacettepe niversitesi, Kimya Blm, Nanoteknoloji ve Nanotıp Anabilim Dalı

Eř Danıřman: Yrd. Doę Dr. Dilek KELİLER, Bařkent niversitesi, Biyomedikal Mhendislięi

IMPROVING THE MECHANICAL PROPERTIES OF DENTAL COMPOSITES WITH NANOFIBER APPROACHES

Tansel Uyar

ABSTRACT

The aim of this study is to improve mechanical properties of dental composites used in dentistry via nanofiber approaches. Polymethylmethacrylate is a dental resin that is frequently used in restorative dentistry in recent years. A wide variety of fillers that are used to produce PMMA composites draw the attention in literature. A brand new approach in fillers is polymeric nanofibers. Bisphenol A-glycidyl methacrylate dental resins frequently are used with nanofiber fillers in literature in recent developments but PMMA resins haven't been used yet until this thesis. Using PMMA resins with nanofibers is our first novelty. Also the producing and using aligned fibers as a filler is our second novelty of this thesis.

Electrospinning system is used for producing nanofibers. This device is manufactured that allows manipulation of electric field used in the application of alignment. In this work, various auxiliary electrode systems are used for different patterns of alignment. The manufactured device and electrode systems produce fibers in different range of diameter and different patterns of alignment. These produced fibers with different features are used in producing PMMA dental composites. Scanning electron microscopy (SEM) is used for physical characterization also the modified fibers with plasma polymerization technique that are characterized with contact angle measurement.

The last part of the work PMMA dental composites are produced with aligned and formless fibers that are characterized with three-point bending test. As a result, mechanical properties of PMMA dental composites are improved with using PVA nanofibers as a filler also with the usage of aligned fibers instead of the formless ones the effects of improvement gets better. The experiments showed that PE micro fibers we used indicate similar values of mechanical performance to the less diametered manufactured PE micro fibers. Undoubtedly, if we can provide less diametered PE fibers, higher levels of mechanical performance can be achieved in the forthcoming studies.

Keywords: Polymethylmethacrylate, polyethylene, polyvinylalcohol, electrospinning, alignment, dental composites

Advisor: Prof. Dr. Emir Baki DENKBAŞ, Hacettepe University, Chemistry Department, Nanotechnology and Nanomedicine Division

Co-Advisor: Asst. Prof. Dilek ÇÖKELİLER, Başkent University, Biomedical Engineering

TEŞEKKÜR

Çalışmalarım boyunca daima destek veren, yakın ilgi ve önerileri ile beni yönlendiren, engin bilgi ve tecrübelerini çalışmalarımın her aşamasında benimle paylaşan danışman hocam Sayın Yrd. Doç. Dr. Dilek ÇÖKELİLER'e en derin şükranlarımı ve teşekkürlerimi sunarım.

Çalışmalarımın tamamlanmasında çalışma grubunun tüm imkanlarını sunarak danışmanlığını, yol göstericiliğini, ilgi ve desteğini hiçbir zaman eksik etmeyen danışman hocam Sayın Prof. Dr. Emir Baki DENKBAŞ'a teşekkürlerimi sunarım.

Çalışmalarımda kullandığım diş hekimliği malzemelerinin temini konusunda bana yardımcı olan ve çalışmalarımıda diş hekimliği konuları ile uygulamalarında yol gösteren Sayın Doç. Dr. Selim ERKUT'a teşekkürlerimi sunarım.

Çalışmalarımda kullandığım deneysel cihazların üretiminde engin bilgi ve birikimlerini esirgemeyen Sayın Yrd. Doç. Dr. İsmail Cengiz KOÇUM'a teşekkürlerimi sunarım.

Çalışmalarımda tecrübesi, bilgi birikimi ve manevi desteği ile her zaman bana yardımcı olan Sayın Yrd. Doç. Dr. Mustafa DOĞAN'a teşekkürlerimi sunarım.

Çalışmalarımda kullandığım deneysel cihazların üretiminde yardımcı olan ve beni bilgilendiren Sayın Dr. Okan KARATAY'a teşekkürlerimi sunarım.

Çalışmalarımın tamamlanmasında tüm imkanlarını sunarak yardımlarını esirgemeyen Sayın Yrd. Doç. Dr. Cenk BALÇIK'a ve Sayın Uzman Ali CAN'a teşekkürlerimi sunarım.

Tez çalışmalarım maddi destek veren ve tamamlanmasını sağlayan TÜBİTAK-Mühendislik Araştırma Grubu, ARDEB 1002 (Proje No:110M802), Hızlı Destek Programı'na teşekkürlerimi sunarım.

Tez çalışmalarım boyunca yardım ve desteklerini esirgemeyen çalışma arkadaşlarım, dostlarım ve özellikle de kıymetli aileme en derin saygı, sevgi ve şükranlarımı sunarım.

İÇİNDEKİLER DİZİNİ

Sayfa

ÖZ.....	i
ABSTRACT.....	iii
TEŞEKKÜR.....	v
İÇİNDEKİLER DİZİNİ.....	vi
ŞEKİLLER DİZİNİ.....	ix
ÇİZELGELER DİZİNİ.....	xii
SİMGELER ve KISALTMALAR DİZİNİ.....	xiii
1. GİRİŞ.....	1
2.GENEL BİLGİLER.....	2
2.1. Dişler, Diş Anatomi ve Fizyolojisi.....	2
2.2. Diş Protezleri.....	5
2.2.1. Sabit protezler (Metal destekli veya metal içermeyen porselen kron-köprüler).....	6
2.2.2. Hassas tutucu protezler.....	6
2.2.3. İmplant üstü protezler.....	6
2.2.4. Hareketli protezler.....	6
2.2.5. Parsiyel (Bölümlü) hareketli protez.....	7
2.2.6. Tam (Total) protez.....	7
2.3. Diş Protezlerinde Kullanılan Biyomalzemeler.....	7
2.3.1. Ortodontik malzemeler.....	7
2.3.2. İmplant çivi malzemeleri.....	9
2.3.3. Diş seramik malzemeleri.....	10
2.3.3.1. Porselen dişler.....	10
2.3.3.2. Porselen laminate veneerler.....	11
2.3.4. Diş dolgu ve protez malzemeleri.....	11
2.4. Nanofiber Üretim Teknikleri ve Diş Hekimliği Uygulamaları.....	13
2.4.1. Nanofiber üretim teknikleri.....	13
2.4.1.1. Çekme yöntemi.....	13
2.4.1.2. Kalıp sentezi yöntemi.....	14
2.4.1.3. Faz ayrımı yöntemi.....	15

2.4.1.4. Kendiliğinden düzenlenme.....	15
2.4.1.5. Elektrostatik eğirme yöntemi.....	16
2.4.2. Nanofiber yapıların dış hekimliği uygulamaları.....	22
2.5. Plazma Polimerizasyon Tekniği.....	23
2.6. Karakterizasyon Testleri.....	25
2.6.1 Taramalı elektron mikroskopisi (TEM).....	25
2.6.2 Temas açısı ölçümü.....	27
2.6.3. Üç nokta eğme testi.....	27
3. MATERYAL VE METOD.....	29
3.1. Elektrostatik Eğirme Cihazı Üretimi.....	30
3.1.1 Mekanik bölümler.....	30
3.1.2. Elektronik bölümler.....	33
3.1.2.1. Doğrultma bölümü.....	34
3.1.2.2. Kontrol bölümü.....	35
3.1.2.3. Güç kartı bölümü.....	37
3.1.2.4. Yüksek gerilim bölümü.....	39
3.2. Elektrostatik Eğirme Yöntemi ile Nano Fiber Sentezi.....	39
3.2.1. Nanofiber üretimi: Polimer PVA.....	39
3.2.1.1. Düzensiz fiber üretimi: Polimer PVA.....	40
3.2.1.2. Düzenli nanofiber üretimi: Polimer PVA.....	41
3.2.2 Fiber üretimi: Polimer PE.....	54
3.2.2.1. Yüksek yoğunluklu polietilen (HDPE) ile fiber üretim denemeleri....	54
3.2.2.2. Düşük yoğunluklu polietilen (LDPE) ile fiber üretimi.....	57
3.2.2.3. Düşük yoğunluklu polietilen (LDPE) fiberlerin yüzey özelliklerinin geliştirilmesi.....	58
3.2.2.4. Karşılaştırma amaçlı ticari PE fiberlerin temini ve hazırlanışı.....	59
3.4. Karakterizasyon Testleri.....	60
3.4.1. Taramalı Elektron Mikroskopisi.....	60
3.4.2. Temas açısı ölçüm düzeneği.....	61
3.5. Kompozit hazırlama.....	61
3.6. Mekanik test uygulaması.....	65
4.DENEYSEL SONUÇLAR VE TARTIŞMA.....	66
4.1. Cihaz Üretimi.....	66
4.2. Fiberlerin TEM Karakterizasyonu.....	66

4.2.1. Nanofiber üretimi: Polimer PVA.....	67
4.2.1.1. Düzensiz nanofiber: Polimer PVA.....	67
4.2.1.2. Düzenli fiber üretimi: Polimer PVA, Tasarım 1.....	75
4.2.1.3. Düzenli fiber üretimi: Polimer PVA, Tasarım 2.....	72
4.2.1.4. PVA düzenli fiber üretimi: Polimer PVA, Tasarım 3.....	74
4.2.2. Fiber üretimi: Polimer PE.....	79
4.2.2.1. HDPE.....	79
4.2.2.2. LDPE.....	81
4.2.2.3. Ticari PE.....	84
4.3. Fiberlerin Temas Açısı Ölçümü.....	85
4.3.1. PVA fiberler.....	85
4.3.2. PE fiberler.....	85
4.4. Mekanik Sonuçlar.....	86
4.4.1. PVA.....	88
4.4.2. LDPE ve Ticari PE.....	94
5. SONUÇ.....	98
KAYNAKLAR.....	101
ÖZGEÇMİŞ.....	107

ŞEKİLLER DİZİNİ

Sayfa

Şekil 2.1. Dişin iç yapısı a) Molar bir diştten sagital bir kesit b) Sağlıklı bir insan dişi röntgeni.....	2
Şekil 2.2. a) Süt dişleri b) Kalıcı dişler.....	4
Şekil 2.3. Çekme yöntemi ile nanofiber üretimi.....	14
Şekil 2.4. Kalıp sentezi ile nanofiber üretimi.....	14
Şekil 2.5. Faz ayrımı ile nanofiber üretim yöntemi.....	15
Şekil 2.6. Kendiliğinden düzenlenme.....	16
Şekil 2.7. Elektrostatik eğirme cihazı ve nano lif görüntüleri.....	18
Şekil 2.8. Polimer jetinin hareketi süresince izlediği yol.....	19
Şekil 2.9. Taramalı elektron mikrokobisi.....	26
Şekil 2.10. Temas açısı düzeneği.....	27
Şekil 2.11. Kiriş modeli.....	28
Şekil 3.1. Sistemde kullanılan şırınga iğnesi.....	31
Şekil 3.2. Alüminyum folyo ile kaplı cam örnek.....	32
Şekil 3.3. Özgün elektrostatik eğirme cihazının mekanik bölümü.....	33
Şekil 3.4. Güç kaynağı blok diyagramı.....	34
Şekil 3.5. LM3524 devre şeması.....	35
Şekil 3.6. Kontrol ünitesi devre şeması.....	36
Şekil 3.7. Kompanzasyon girişine uygulanan voltaj ile darbe-genişlik oranı değişimi	37
Şekil 3.8. Güç kartı bölümü.....	38
Şekil 3.9. PVA'nın kimyasal yapısı.....	40
Şekil 3.10. Kullanılan elektrostatik eğirme sistem konfigürasyonu.....	41
Şekil 3.11. Eş yüklü parçacıklar arasında oluşan elektrostatik kuvvet.....	43
Şekil 3.12. Çalışmada kullanılan fiber düzenleme sistemine ait şematik görünüm.....	48
Şekil 3.13. Yükselteç katı.....	49
Şekil 3.14. Yükselteç besleme katı.....	50
Şekil 3.15. Fiber düzenleme sistemine ait genel bir görüntü.....	51
Şekil 3.16. Düzenli fiber üretimi için kullanılan sistem tasarımı (Tasarım 1).....	52
Şekil 3.17. Düzenli fiber üretimi için kullanılan sistem tasarımı (Tasarım 2).....	52

Şekil 3.18. Düzenli fiber üretimi için kullanılan sistem tasarımı (Tasarım 3).....	53
Şekil 3.19. Halkalar ve levhalar sistemi.....	53
Şekil 3.20. PE'nin kimyasal yapısı.....	54
Şekil 3.21. Şırınga tasarımları a) İğnesiz şırınga, b) İğneli şırınga.....	55
Şekil 3.22. Isıtıcı voltajının ayarlandığı transformatörler.....	56
Şekil 3.23. Manyetik karıştırıcı üzerine yerleştirilen ısıtıcı şırınga.....	56
Şekil 3.24. Çalışmada kullanılan plazma polimerizasyon sistemi.....	59
Şekil 3.25. PMMA içerisine yerleştirilen PE fiberler a)Paralel, b)Kafes.....	60
Şekil 3.26. Kullanılan TEM cihazı.....	61
Şekil 3.27. Kullanılan temas açısı düzeneği.....	61
Şekil 3.28. Test örneği boyutlarında kestirilen kalıp.....	62
Şekil 3.29. Alçı içerisine yerleştirilen kalıplar.....	63
Şekil 3.30. Brit ile sıkıştırılan mufla kalıplar.....	63
Şekil 3.31. PMMA yerleştirilmeye uygun hale gelen mufla kalıplar.....	64
Şekil 3.32. PMMA örnek için kullanılan toz ve likit malzemeler.....	64
Şekil 3.33. Mekanik karakterizasyon için kullanılan Instron 8874 cihazı.....	65
Şekil 3.34. Üç nokta eğme testi için yerleştirilen PMMA örnek.....	66
Şekil 4.1. 1000x büyütmedeki PVA fiberlerin TEM görüntüleri, a) Ağırlıkça % 22.5 b) Ağırlıkça % 25 c) Ağırlıkça % 27.5.....	67
Şekil 4.2. 4000x büyütmedeki PVA fiberlerin TEM görüntüleri, a) Ağırlıkça % 22.5 b) Ağırlıkça % 25 c) Ağırlıkça % 27.5.....	68
Şekil 4.3. 60000x büyütmedeki PVA fiberlerin TEM görüntüleri, a) Ağırlıkça % 22.5 b) Ağırlıkça % 25 c) Ağırlıkça % 27.5.....	69
Şekil 4.4. Ağırlıkça % 25'lik PVA çözeltisinin birikim çapı (R = 5cm).....	70
Şekil 4.5. 4000x büyütmede TEM görüntüleri, Tasarım 1 ile üretilen fiberler.....	70
Şekil 4.6. 60000x büyütme ile incelenen fiber çapları, Tasarım 1 ile üretilen fiberler.....	71
Şekil 4.7. Tasarım 1 ile elde edilen fiber matın birikim çapı (R=3.3cm).....	71
Şekil 4.8. 4000x büyütme ile elde edilen TEM görüntüleri, Tasarım 2.....	72
Şekil 4.9. 60000x büyütme ile elde edilen TEM görüntüleri, Tasarım 2.....	73
Şekil 4.10. Tasarım 2 ile birikimin optik olarak incelenmesi (R=1.6 cm).....	73
Şekil 4.11. 4000x büyütme ile elde edilen TEM görüntüleri, Tasarım 3.....	74
Şekil 4.12. 60000x büyütme ile elde edilen TEM görüntüleriyle çapların incelenmesi, Tasarım 3.....	75

Şekil 4.13. 1000x büyütme ile elde edilen TEM görüntülerinin saptırıcı levhalar için incelenmesi, Tasarım 3 a) Odaklayıcı halka var b) Odaklayıcı halka yok.....	75
Şekil 4.14. Tasarım 3'te odaklayıcı halka olmadan saptırıcı levhaların kullanılması (4000x).....	76
Şekil 4.15. Optik olarak elde edilen birikim çapları, a) Tasarım 3 b) Odaklayıcı halkası olmayan Tasarım 3.....	77
Şekil 4.16. HDPE fiberlerin 70x büyütme ile TEM'de incelenmesi.....	79
Şekil 4.17. HDPE fiberlerin çap analizleri, a) 1200x büyütme b) 2400x büyütme..	80
Şekil 4.18. HDPE fiberlerin morfolojik yapılarının incelenmesi.....	80
Şekil 4.19. HDPE fiberlerin alüminyum üzerindeki birikimi.....	81
Şekil 4.20. LDPE ile gerçekleştirilen konsantrasyon optimizasyon çalışmasının TEM görüntüleri a) Ağırlıkça % 15 b) Ağırlıkça % 18 c) Ağırlıkça.....	82
Şekil 4.21. LDPE ile gerçekleştirilen tuz konsantrasyonu optimizasyon çalışmasının TEM görüntüleri a) Ağırlıkça % 1.5 b) Ağırlıkça % 2.5 c) Ağırlıkça % 3.5.....	83
Şekil 4.22. Ticari olarak üretilen PE'nin mikroskopik görüntüleri ve çap incelemesi, a) 400x büyütme b)1000x büyütme.....	84
Şekil 4.23. Temas açısı ölçüm düzeneği ile alınan görüntüler, a) LDPE ile kaplanmamış silikon plaka, b) Modifiye edilmemiş LDPE ile kaplı silikon plaka c) Modifiye edilmiş LDPE ile kaplı silikon plaka.....	86
Şekil 4.24. Farklı ağırlık yüzdelerine karşılık gerilim değişimleri.....	89
Şekil 4.25. Farklı ağırlık yüzdelerine karşılık elastik modülüs değişimleri.....	90
Şekil 4.26. Farklı ağırlık yüzdelerine karşılık tokluk değişimleri.....	91
Şekil 4.27. Ağırlıkça % 0.025'lik katkılı üç grup için gerilim değerleri.....	93
Şekil 4.28. Ağırlıkça % 0.025'lik katkılı üç grup için elastik modülüs değerleri.....	93
Şekil 4.29. Ağırlıkça % 0.025'lik katkılı üç grup için tokluk değerleri.....	94
Şekil 4.30. Gerilim değerlerinin fiber düzenlenmesi ve gruplarına göre incelenmesi.....	96
Şekil 4.31. Elastik modülüs değerlerinin fiber düzenlenmesi ve gruplarına göre incelenmesi.....	97
Şekil 4.32. Tokluk değerlerinin fiber düzenlenmesi ve gruplarına göre incelenmesi.....	98

ÇİZELGELER DİZİNİ

Sayfa

Çizelge 2.1. Nanolif üretim yöntemleri arası karşılaştırma.....	21
Çizelge 4.1. Tasarımlar ile üretilen fiberlerin karşılaştırması.....	77
Çizelge 4.2. PE için konsantrasyon optimizasyonu.....	82
Çizelge 4.3. T-BAHS için konsantrasyon optimizasyonu.....	84
Çizelge 4.4. Temas açısı ölçümleri.....	86
Çizelge 4.5. PVA örneklerin gerilim, elastik modülüs ve tokluk değerleri.....	87
Çizelge 4.6. LDPE örneklerin gerilim, elastik modülüs ve tokluk değerleri.....	88
Çizelge 4.7. PVA örneklerin kontrol grubuna göre yüzde değişimleri.....	92
Çizelge 4.8. PE örneklerin kontrol grubuna göre yüzde değişimleri.....	95

SİMGELER VE KISALTMALAR DİZİNİ

PVA	: Polivinilalkol
PE	: Polietilen
HDPE	: Yüksek yoğunluklu polietilen
LDPE	: Düşük yoğunluklu polietilen
T-BAHS	: Tetrabütil amonyum hidrojen sülfat
PMMA	: Polimetilmetakrilat
Bis-GMA	: Bis fenol A-glisidil dimetakrilat
TEM	: Taramalı elektron mikroskopisi

h: Kollektör - şırınga ucu mesafe

V: Elektrostatik eğirme gerilimi

Pa: Basınç, Paskal

MPa: Basınç, Megapaskal

GPa: Basınç, Gigapaskal

1. GİRİŞ

Son yıllarda biyouyumlu, uzun ömürlü, direkt kullanıma imkan veren, ağız içi ortam koşullarına dayanıklı restoratif malzeme seçimi ve geliştirilmesi önem kazanan bir konudur. Daha sağlıklı ve estetik olması gerekçeleriyle yaklaşık 40 yıl öncesi ilk uygulamalarına başlanan polimerik restoratif materyaller, geleneksel uygulama olarak tanımlanabilecek dental amalgamların yerini almaya başlamıştır. İnorganik doldurucu içeren kuvvetlendirilmiş polimer matriks kompozitlerinde, akrilik reçineler özellikle tercih edilen ana yapı bileşenidir. Bu çalışmaların çoğunluğunda diş hekimliğinde kullanılan organik matriks içeren restoratif materyallerde, makro ölçekli cam, polietilen fiber, silika ya da cam partiküllerle mekanik özellikler geliştirilmiştir. Ancak bu doldurucular yeterli sertlikte olmamakta ya da düzensiz şekilleri nedeniyle matriks boyunca stresin yoğunlaştığı noktalar oluşturabilmektedir. Doldurucunun kırılması ya da partikül etrafında birikmeler nedeniyle materyallerde çatlaklar oluşabilmektedir. Bu nedenle, geniş ara yüzey alanları sayesinde uygulanan yükün doldurucu-matriks arasına transferine imkan veren nanometre ölçekli doldurucular, polimer yapının mekanik özelliğinin geliştirilmesinde önemli bir potansiyel olarak görülmektedir.

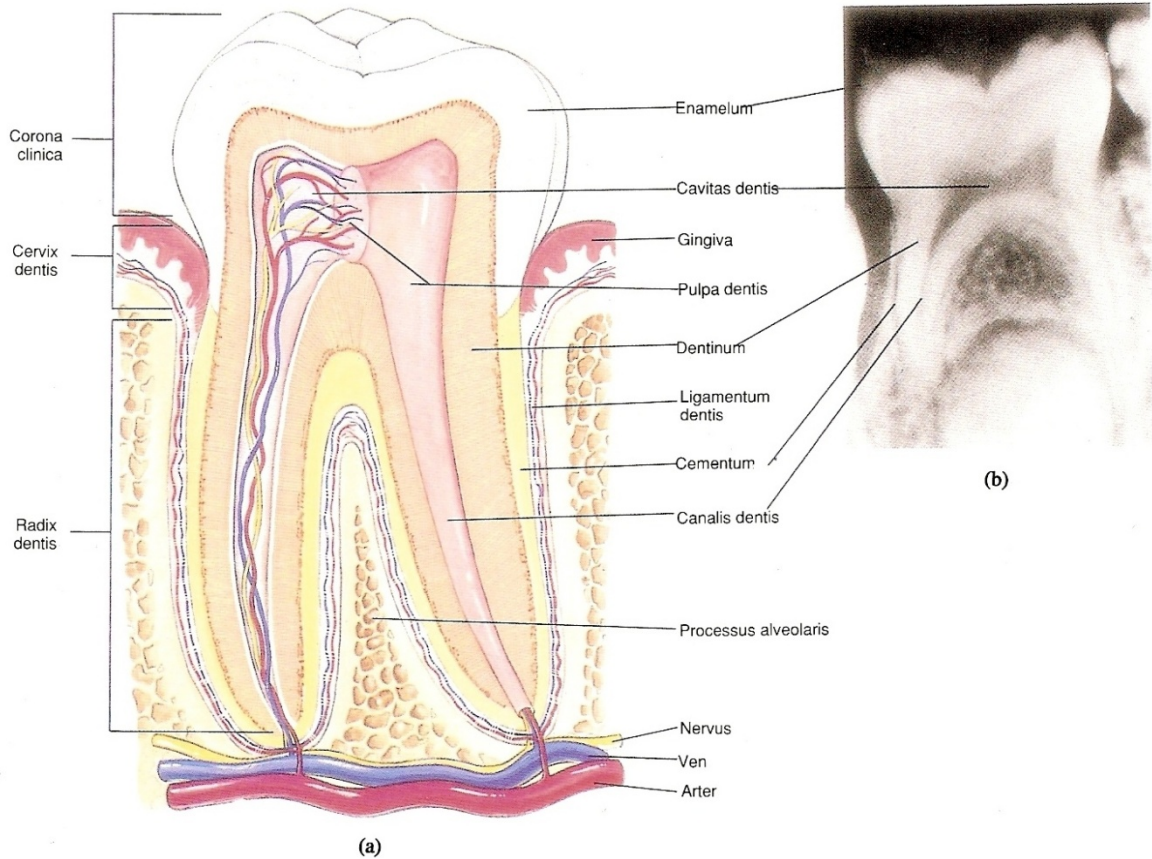
Bu amaçla tez kapsamında, polivinilalkol (PVA) ve polietilenin (PE) elektrostatik eğirme yöntemiyle nanofiber halinde farklı düzenlenme formlarında üretilerek restoratif diş materyalleri içerisine katkı malzemeleri olarak hazırlanması hedeflenmiştir. Bu aşamada literatürde incelenen çalışmalarda genellikle farklı mekanik ve elektromekanik yapıların kullanıldığı düzenlenme çalışmaları mevcuttur. Elektrik alanın yardımcı sistemlerle manipüle edilmesine yönelik çalışmalar daha az göze çarpmakta ve nano-desenleme hedefli çalışmalarımız için daha hassas bir yaklaşım olarak karşımıza çıkmaktadır. Bu sebeple sunulan çalışmada elektrik alanın manipüle edilebileceği bir sistem tasarımının gerçekleştirilmesi de ayrıca hedeflerimiz arasındadır. Bir sonraki hedefte üretilen PE ve PVA fiberlerin, polimetilmetakrilat bazlı akrilik reçine matriksine entegrasyonu sağlanmış restoratif bir materyal hazırlanmasıdır. Hazırlanan bu materyallere fiber katkıların yüzdesel ağırlıklarca farklı oranlarda ve farklı düzenlenme formlarında eklenmesiyle mekanik performansı nasıl etkilediğinin incelenmesi nihai hedefimizdir. Üretilen fiber formların yapısal karakterizasyon çalışmalarında taramalı elektron mikroskopisi tekniği kullanılmış

olup mekanik performans standart üç noktalı eğme testi ile belirlenmiştir. Ayrıca, üretilen PE fiberlerin yüzeyi plazma polimerizasyon yöntemi ile hidroksietilmetilmetakrilat monomeri kullanılarak hidrofilik hale getirilmiş ve kompozit üretiminde kullanılmıştır. Bu işlem, sadece PE fiberlerde yapılmış ve yüzey karakterizasyonun da ise temas açısı ölçüm düzeneği kullanılmıştır.

2.GENEL BİLGİLER

2.1. Dişler, Diş Anatomi ve Fizyolojisi

Diş, sindirim sisteminin başlangıcı olan ağız boşluğunu dolduran, ana işlevi besinlerin mekanik sindirimini gerçekleştirmekle görevli olan organdır. Dişler (dentes) besinlerin daha küçük parçalara ayrılmasını ve öğütülmesini sağlar. Alt (mandibula) ve üst (maksilla) çene kemiğinin dış çukurlarına (arkus alveolaris) yerleşmiş sert organlardır (Şekil 2.1.).



Şekil 2.1. Dişin iç yapısı a) Molar bir dişten sagittal bir kesit b) Sağlıklı bir insan dişi röntgeni

Dişler, süt dişleri ve daimi dişler olmak üzere iki grupta incelenirler. Bir diş üç tabakadan oluşur:

- Dış tabaka (Diş minesi - sert tabakadır)
- Orta tabaka (Sementum)
- İç tabaka (Dentin)
- Diş boşluğu (Kavitas dentis)

Diş boşluğu içerisinde diş özü (pula dentis) bulunur.

Diş görünüşü bakımından dişin üç kısmı vardır:

- Taç (Corona dentis)
- Boyun (Cervix dentis)
- Kök (Radix dentis)

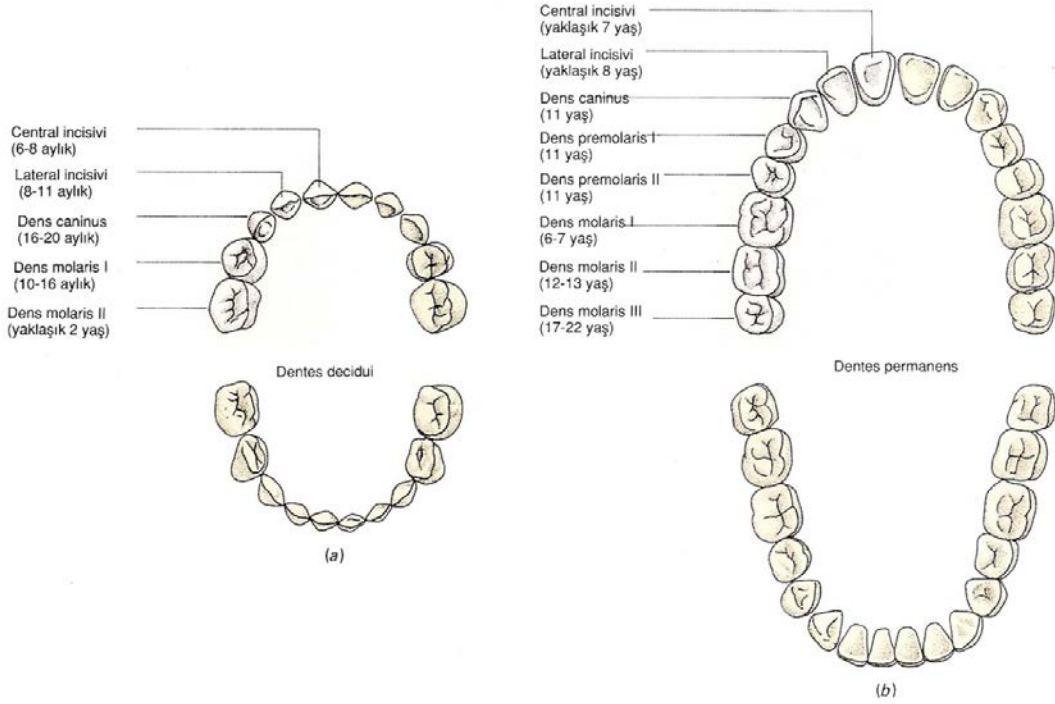
Süt dişleri (Dentes decidui) 6 aylıkken çıkmaya başlar ve 2.5 - 3 yaşında tamamlanır. Her yarım çenede 5 tane olmak üzere tamamı 20 tanedir.

Bu dişler;

2 tane kesici diş (dentes incisivi)

1 tane köpek diş (dentes canini)

2 tane süt azı dişi (dentes molares) (Şekil 2.2.).



Şekil 2.2. a) Süt dişleri b) Kalıcı dişler

6 yaşından itibaren süt dişlerinin yerini kalıcı dişler (dentes permanentes) almaya başlar. Erişkinlerde her yarım çenede 8 diş olmak üzere toplam 32 diş vardır.

2 tane kesici diş (dentes incisivi)

1 tane köpek diş (dentes canini)

2 tane küçük azı dişi (dentes premolares)

3 büyük azı dişi (dentes molares) dir (Şekil 2.2.).

Diş kemiği, yoğun bir sert doku değildir; "dentin lifleri" olarak adlandırılan lifli, yumuşak bir dokuyu içerir. Bu lifler aslında sinirsel oluşumlardır ve bu nedenle de oldukça duyarlıdır. Başlangıçlarını odontoblast'lardan alırlar. Dişin iç tarafında "pulpa boşluğu" ya da "dişözü boşluğu" olarak adlandırılan bir boşluk bulunur. Diş minesinin altındaki dentin liflerinin diğer ucunda ise, şiddetle duyarlı olan piston biçiminde kalınlaşmalar vardır. Dişözü boşluğu kron dan kök ucuna dek uzanır. Genellikle yanlış biçimde "sinir" olarak tanımlanan dişözü, sinirlerden başka kan damarlarını (Arterler ve Venler) ve lenf damarlarını içerir. Sement ve çene kemiği arasında da "periodontal membran", "periodontal ligament", "Periodontal aralık" ya da "Dişçukuru bağı" olarak adlandırılan diğer bir yumuşak doku bulunur. Bu, dişin

çenede asma aygıtıdır. Dişeti kenarının yakınında da "Epitelyal ataşman" olarak adlandırılır. Bu halka artırılmış sayıda periodontal lifleri içerir ve periodontal aralığa saldırınlara karşı bir koruyucudur. Çene kemiği, periodontal membran, sement ve dişeti birlikte "diş yatağı" olarak isimlendirilir. Dişeti, vücudun birçok organının iç tarafını kaplayan "mukoza"nın bir parçasıdır. Diş dolaylarında ve çenelerde "Dişeti" olarak adlandırılır. Diş boynu çevrelerinde kemer biçiminde uzanır ve dişler arasında "Papil" olarak adlandırılan tepeler oluşturur. Dişeti, ağız mikroplarına ve diğer yabancı maddelere karşı bir koruma biçimi olan ve sümüksel bezlerden salgılanan mukoza ile örtülmüştür (Solomon, 2002; Yıldırım, 2004).

Dişler zamanla farklı sebeplerden ötürü işlevlerini yitirip fizyolojik sindirim sistemi içerisinde bazı problemlere sebebiyet verebilir. Bu problemlerin çözülmesinde protez adı verilen insan organ ve parçalarını taklit edebilen yapılarla kaybedilen dişlerin yerini alması ve fonksiyonelliğın geri kazandırılabilmesi mümkündür.

2.2. Diş Protezleri

Ağızda çeşitli nedenlerle estetik bozuklukların veya kaybedilmiş olan dişlerin yerine konan, kişilerin estetik ve fonksiyonel olarak ihtiyaçlarını gideren tüm yapay oluşumlar protezdir. Genel olarak diş kayıpları, diş eti hastalıklarını tedavi edilmemesi sonucunda oluşabilmektedir. Bunun yanında bazı kazalar sonucunda da diş kayıpları meydana gelmektedir. Bu nedenle kaybedilen dişler yerine , fonksiyonel ve estetik olarak sağlıklı dişlerle aynı görevi göreceğ protezler yapılmalıdır.

Proteizde, hastanın kaybolan fonksiyonları tekrar kazandırılmaya çalışılırken, aynı zamanda bozulan konuşmasının da düzeltilmesi ve estetik görünümün de daha iyi olması amaçlanmaktadır. Böylelikle büyük oranda kaybedilen ağız sağlığı düzeltilirken toplum içinde eksik ya da harap olmuş dişlerle yaşamak zorunda kalan bireylerin psikolojik açıdan da desteklenmesi sağlanır.

Protez dişler amacına uygun olarak ve kişilerin taleplerine göre değişik şekillerde kullanılabilir. Protez diş çeşitlerini sıralamak gerekirse; sabit protez dişler, hareketli protez dişler, total protez dişler, parsiyel protez dişler, hassas tutuculu protez dişler ve implant üstü protez dişler şeklindedir:

2.2.1. Sabit protezler (Metal destekli veya metal içermeyen porselen kron-köprüler)

Kron ve köprü protezini tanımlamak amacıyla kullanılan genel terimdir. Diş eksikliklerinde fonksiyon olarak en fazla tercih edilen protez tipidir. Ancak diş eksikliğinin bulunduğu bölgeye göre bazen yapılması mümkün değildir. Sabit protez yapılırken ağızdaki bazı dişlerin destek olmak amacıyla küçültülmeleri genellikle hastaların endişe duyduğu bir işlemdir.

2.2.2. Hassas tutucu protezler

Kısmen diş eksikliği olan hastalarda uygulanır. Kanca vb. dışarıdan görünen bir parçası olmayan estetik görünümlü protez dişlerdir.

2.2.3. İmplant üstü protezler

Bu tarz protezler sabit ve hareketli olmak üzere ikiye ayrılır. Sabit olanlarında implanttan destek alınarak yapılan kron veya köprülerdir. Hareketli olanlarında ise kemiklerin yetersiz olduğu durumlarda implanttan destek alınarak yapılan protezlerdir.

2.2.4. Hareketli protezler

Hareketli protez terimi, genellikle hastanın eksik dişlerinin yerine yapılan protezini kendisinin takip çıkartabilmesi anlamında kullanılmaktadır. Bu tip protezler ağızda kalmış dişler yanında dişleri çevreleyen yumuşak dokulardan da destek almak zorundadır. Protez, çiğneme sırasında üzerine gelen yük sonucunda, ağızdaki yumuşak dokulara bir miktar gömülmekte, yani hareket etmektedir. Tek diş eksikliğinden (çok nadir olarak), tüm diş eksikliğine kadar yapılabilirler. Metal bir alt yapı üzerine yapılabilirler gibi, diş eti rengindeki Polimetilmetakrilat (Akrilik) üzerinde veya metal+akrilik kombinasyonu şeklinde yapılabilirler. Eksik doğal dişler yerine ise, yine akrilik veya porselen hazır takım dişler kullanılır.

Bir ya da birden fazla dişin eksik olduğu durumlarda yapılan hareketli protez tipine; "Hareketli Parsiyel (Bölümlü) Protez", tüm doğal dişlerin eksik olduğu durumda yapılan tipine ise; "Tam Protez" adı verilir (Açıkalin, 2007).

2.2.5. Parsiyel (Bölümlü) hareketli protez

Ağızda eksilen dişlerin yerini doldurmak amacıyla, metal gövdeli ve mevcut dişlere metal kroşeler (teller) veya özel hassas tutucular yardımıyla tutunan, eksik dişleriniz yerine yapay hazır dişlerin yerleştirildiği, hasta tarafından takılıp çıkartılabilen protezlerdir.

2.2.6. Tam (Total) protez

Ağızda hiç dişi kalmamış hastalara yapılan protez olarak adlandırılmaktadır. Tam protezler genellikle polimetilmetakrilat (PMMA) kullanılarak, çok nadir ve çok özel durumlarda da metal destekli olarak yapılmaktadır. Bu yapının üzerine yerleştirilen yapma dişlerde genellikle akrilik materyalinden hazır olarak piyasada bulunmaktadır. Tam protezlerde porselen dişlerin kullanılması özel durumlara bağlı olarak tercih edilmektedir. Bu nedenle, kullanılacak materyale hekimler tarafından karar verilir.

Bu protezler bir adet malzeme ile üretilebilirken birden fazla (kompozitler vb.) malzeme kullanılarak da üretilebilirler.

2.3. Diş Protezlerinde Kullanılan Biyomalzemeler

2.3.1. Ortodontik malzemeler

Diş hekimliğinin bir uzmanlık dalı olan ortodonti, diş, çene ve yüz kompleksini normal yapı ve gelişim, anomaliler ve anomalilerin tedavisi yönünden ele alan bilim dalıdır. Ortodontik tedavinin yaş yelpazesi çok geniştir. Süt dişlenme dönemi olarak adlandırılan okul öncesi yıllarda; parmak emme, dudak yeme, ağza yabancı cisim sokma gibi alışkanlıklara bağlı olarak ortaya çıkan sorunların mümkün olduğu kadar azaltılmasına yönelik uygulamalar şeklinde koruyucu tedaviye başlanır. Bu alışkanlıklar süt dişlenme döneminde ortadan kaldırılırsa iskelet yapıda kalıcı bir bozukluk oluşmadan iyileşme sağlanır. Bunun için de birtakım ağız içi veya ağız dışı aygıtlardan yararlanır.

İlkokul çağı çocuklarını kapsayan, ağızda hem daimi hem de süt dişlerinin bulunduğu karışık dişlenme döneminde, zamanından önce veya sonra süt dişlerinin kaybedilmesi ve alttan gelen daimi dişlere rehberlik edememesi sonucunda birtakım yer darlığı problemleri oluşabilir. Oluşan çapraşıklık

giderilmesi ortodontinin ilgi alanına girer. Yine bu dönemde başlayıp ergenlik çağının sonuna kadar devam eden çeneler arası uyumsuzlukların giderilmesi de ortodontinin konusudur.

Dişeti hastalıklarına bağlı olarak meydana gelen diş düzensizlikleri veya diş kaybına bağlı olarak ya da olmayarak meydana gelen düzensizliklerin tedavileri de ortodontinin konusudur.

Ortodontik tedavide diş üzerine yay, tel veya özel lastiklerle bir kuvvet uygulanarak kuvvetin yönünde bir hareket oluşturulur. Hareket eden dişin önünde geçici bir süre için kemik dokusu yıkımı olurken hareketin aksi yönde ise yeni kemik dokusu yapılır ve böylece dişler, yeni bir kemik yuvasına otururlar (Ratner et al., 1996).

Diş hekimliğinde teller ortodontik donanımların ve parsiyel protez diye adlandırılan bölgesel protezlerin kroşelerinin yapımında kullanılır. Gerek kroşeler için gerekse ortodontik donanımlar için kullanılacak teller yuvarlak, oval veya kare kesitlerinde üretilebilirler. Tellerin kesitleri ince olduğundan tercih edilen üretim yöntemi tel çekme yöntemidir.

Ortodontik tedaviler esnasında teller ortodontist hekim tarafından bükülerek şekillendirilir. Bu işlem göz önünde bulundurulduğunda tellerden beklenen en önemli özelliğin kırılmadan bükülebilmesi olduğundan, tellerin bükülürken kopmayacak ve büküm tekrarlanabilirliği uygun olacak malzemedan yapılması gerekmektedir.

Ortodontik tellerin daimi deformasyona uğramadan büyük yer değiştirmelerine uğrayabilmesi yani yaylanabilme özelliğine sahip olması, tedavide kullanımı için gerekli özelliklerden biridir. Bu özellik aynı zamanda telin kırılmadan bükülebilme özelliğini de sağlamaktadır. Telin yaylanabilme özelliği bir mekanik özellik olup şu şekilde açıklanabilir:

Yaylanabilme potansiyeli = Akma dayanımı / Elastiklik modülü

Yaylanabilme özelliği telin çekilmesi esnasında oluşan, talaşsız şekillendirmeye has olan fibröz yapı yani lif dokusuna sahip yapı ile sağlanabilmektedir. Ortodontik tedavi esnasında, diş hareketi için telin uygun kuvvet uygulaması, elastiklik modülü ile yakından alakalıdır. Uygulama farkına göre bu özellik farkından yararlanılabilir.

Örneğin bazı durumlarda dayanıklı tel ile hızlı hareket gerekirken bazı durumlarda da esnek tel kullanılarak yavaş hareket sağlanabilir. Ortodontik tellerin bazı birleştirme istenen durumlarda lehimlenebilmesi istenmektedir. Böyle bir durumda da tellerin mekanik özelliklerini yitirmemesi istenir. Son olarak değinilmesi gereken, en önemli konulardan biri olan korozyona karşı dayanımdır. Teller, sabit veya hareketli bir ortodontik aygıtın parçası olarak ağızda uzun süre bulunabilir ve ağız sıvısı, yiyecek, içecek gibi her türlü durumla karşılaşabilir. Bu sebeple tellerin ağız sıvıları ve çokça karşılaşacakları ortamlarda korozyona karşı dirençli olmaları gerekmektedir.

Tel malzemelerinin seçim kriterlerinin başında yeterli çekme, bükme ve burulma dayanımlarının yanı sıra korozyon direnci de önemlidir. Ortodontik teller; başta östenitik paslanmaz çelik olmak üzere, nikel-titanyum alaşımları, kobalt-krom-nikel alaşımları ve beta-titanyum malzemelerinden yapılmaktadır (Ratner et al., 1996).

2.3.2. İmplant çivi malzemeleri

Vücut içersine yerleştirilerek bir doku veya organın işlevini yerine getiren yapay cisimlere medikal bilimlerde “implant” adı verilir. Sözcük kökeni olarak “implant”, Latince “implantare”, bitki ekmek fiilinden türemiştir. Ağız içersinde diş kökü işlevini görmek üzere yerleştirilen yapay malzemelere de diş implantı denilmektedir. Diş implantı; sabit veya hareketli proteze destek ve tutuculuk sağlamak amacıyla mukoza ve/veya periost tabakasının altına ve/veya çene kemiğinin içine yerleştirilen, alloplastik materyalden yapılmış protetik bir gereçtir. Kullanılan diğer eşanlamlı isimleri, oral implant, kemik içi implant ve endosseöz implant sözcükleridir.

İmplant uygulamalarında monokristal safir, alüminyum oksit ve Ti_6Al_4V alaşımların yanı sıra en çok kullanılan materyal saf titanyum olmuştur. Yüzey özelliklerine göre ele alındığında cilalı saf titanyum, titanyum plazma sprey veya hidroksiapatit kaplı implantlar karşımıza çıkmaktadır. Al_2O_3 , paslanmaz çelik vb. birçok materyal ile başlangıçta osseointegrasyonu elde etmek mümkündür. Önemli olan yüklenecek bu materyallerin fiziko-kimyasal yapısal özelliklerini devam ettirmeleridir. Örneğin paslanmaz çelik vücut sıvıları ile temas halinde olması durumunda korozivdir. Titanyum oksit yüzeyi implant için koruyucu bir tabakadır. Tantalyum, niyobyum gibi metallerin de vücutta titanyum gibi kabul gördükleri bilinmektedir ancak bu

alanda uzun döneme ait bilimsel verileri olan ve en iyi dökümente edilmiş metal titanyumdur (Ratner et al., 1996).

2.3.3. Diş seramik malzemeleri

Biyoseramikler, polikristalin yapılı seramik (alümina ve hidroksiapatit), biyoaktif cam, biyoaktif cam seramikler veya biyoaktif kompozitler (polietilen–hidroksiapatit) şeklinde hazırlanabilmektedir. İnorganik malzemelerin önemli bir grubunu oluşturan bu malzemeler, sağlık sektöründe çok çeşitli uygulamalarda kullanılmaktadırlar. Bunlar arasında, gözlük camları, teşhis cihazları, termometreler, doku kültür kapları ve endoskopide kullanılan fiber optikler örnek olarak verilebilir. Ayrıca sert doku implantı olarak iskeletteki sert bağ dokusunun tamiri veya yenilenmesinde ve dişçilikte dolgu malzemesi olarak da yaygın bir biçimde kullanılıp, “diş seramikleri” olarak da isimlendirilirler.

2.3.3.1. Porselen dişler

Porselen dişlerin yapımı ile ilgili ilk çalışmalar 18.yüzyıl ortalarında görülür.1776’da Duchateau, porselen uzmanı Guerard’ın yardımı ile ilk, fakat oldukça kaba görünüşte olan porselen dişleri imal etmeyi başarmışlardır. Bu iki araştırmacıdan önce 1710 yılında Guillemeau inci ve mercan tozlarını karıştırarak ilk suni diş yapımı ile ilgili denemeleri yapmış, daha sonra 1728’de Fauchard, madenden yaptığı dişler üzerine mineleme yapmak suretiyle porselen dişle ilgili çalışmalara devam etmiştir. Fransa kralının dişçisi Dubois-Foucou,1790’da porselen dişlerle ilgili çalışmaları incelemiş ve onları daha mükemmel hale getiren yenilikleri ortaya koymuştur. Bugün kullanılan dişlere kalite ve renk bakımından en yakın olan porselen dişleri 1808’de İtalya’da Fonzi yapmıştır. Fonzi, önceden yapılan ve blok halinde imal edilen dişler yerine porselen dişleri tek olarak yapmayı, öne dişlerde tutucu olarak tutmalık kullanmayı ve diş renklerinin mümkün olduğu kadar doğal olmasını sağlayan özellikleri geliştirmiş ve bu hususta önemli başarılar elde etmiştir.

Porselen dişler değişik şekillerde sınıflandırılabilirler. Bir kısmı kullanılma yerlerine göre, bir kısmı yapılarına göre sınıflandırılabilirler. Yapılarına ve tutucu vasıtalarına göre porselen dişler iki sınıfa ayrılır:

- Kramponlu porselen dişler,

- Kramponsuz (Diyatorik) porselen dişler.

2.3.3.2. Porselen laminate veneerler

Porselen laminate veneerler, mine defektlerinde, diş renklenmelerinde, malpoze ve aşınmış dişlerde ve özellikle pulpa boyutlarının büyük olduğu genç hastalarda, full kronlara alternatif olarak, özellikle ön grup dişlerde az miktarda diş kesimi yapılarak uygulanan estetik restorasyonlardır.

2.3.4. Diş dolgu ve protez malzemeleri

Diş çürüğü, bütün dünyada en yaygın görülen enfeksiyon hastalıklarında birisidir. Diş çürükleri veya travmatik nedenlerle hasara uğramış diş sert dokularını onarmak için, çeşitli dolgu malzemeleri kullanılmaktadır. Arka dişlerin restorasyonunda en sık kullanımı olan dolgu malzemesi, “amalgam” adı verilen bir alaşımdır. Son 40 yıldır ise, dişin doğal rengindeki estetik dolgu malzemelerinin geliştirilmesi için büyük çaba harcanmaktadır. Bu türün ilk malzemesi Bis fenol A-glisidil dimetakrilat (Bis-GMA) esaslı organik matris içerisinde cam esaslı doldurucu parçaların katılmasıyla hazırlanmış ve “kompozit rezin” adıyla kullanıma sunulmuş bulunuyor.

Diş rengindeki restorasyon maddeleri bugüne dek uzun bir evrim geçirmiştir, bunlar:

- 1) Silikat simanlar
- 2) Akrilik dolgular (doldurucu içermeyen rezinler)
- 3) Akrilik dolgular (doldurucu içeren rezinler)
- 4) Kompozit rezinler şeklinde sıralanabilir.

Ancak son dönemde estetik, ekonomik, yapımı ve tamiri kolay olan polimetil metakrilat (PMMA) protez kaide materyali olarak yaygın kullanıma sahiptir. Belirtilen bu avantajlarına karşın PMMA'nın darbe ve yorulma dirençleri zayıftır. Bu nedenle de protez kırıklarına rastlanmaktadır (Ekstrand et al., 1987; McCabe, 1994; Katsikas et al., 1994; Muhtarogulları et al., 1999; Özdemir, 2002).

PMMA'nın darbe ve yorulmaya karşı direncini artırmak için çeşitli yöntemler geliştirilmiştir. Bunlar;

- PMMA'a alternatif yeni bir madde geliştirmek,
- PMMA'nın kimyasal yapısını modifiye etmek,
- Çeşitli güçlendiriciler ile PMMA'ı desteklemek (De Boer et al., 1984; Ekstrand et al., 1987; Vallittu et al., 1994; Karacaer, 1998; Jagger et al., 1999; Karacaer, 2001).

PMMA'a alternatif bir madde olarak poliamid, epoksi rezin, polistren, vinil akrilik, plastik greft kopolimer, polikarbonat ve naylon gibi değişik polimerler kullanıma sunulmuş ancak tatmin edici bir sonuç elde edilememiştir (Jagger et al., 1999).

PMMA'nın kimyasal yapısını modifiye etmek için Radford düşük moleküler ağırlıklı butadinstiren lastik ilave ederek yüksek darbe direncine sahip bir materyal geliştirmiştir. Stafford ve arkadaşları lastikle güçlendirilmiş rezinin darbe direncinin ve boyutsal stabilitesinin iyi, ancak yorulma ve eğilme testlerine karşı daha dirençsiz olduğunu ve renk stabilitesinin de düşük olduğunu bildirmişlerdir. Ayrıca maliyetinin çok yüksek olması rutin kullanımlarını sınırlamıştır (Karacaer, 2001). PMMA'nın çeşitli materyaller ile güçlendirilmesinde karbon, safir, aramid polietilen (PE), cam gibi çeşitli fiberler kullanılmaktadır.

Karbon fiberin PMMA'nın darbe ve transvers direncini artırdığı buna karşın esneme direncini azalttığı bildirilmiştir. Renginin siyah olması estetik nedenlerle kullanımı kısıtlanmaktadır (Grant and Greener, 1967; Yazdanie and Mahood, 1985; Grave et al., 1985; Dixon and Breeding, 1992; Vallittu and Lassila, 1992; Gutteridge, 1988; Chow et al., 1993; Vallittu, 1995; Stipho, 1998; Jagger and Harrison, 1999).

Aramid fiber PMMA'nın darbe ve kırılma direncini artırır (Grave et al., 1985). Buna karşın parlatma gücü ve sarı renginden dolayı estetik olmaması dezavantajdır (Jagger and Harrison, 1999). Son yıllarda protez kaidesinin polietilen (PE) fiber ile güçlendirilmesi çalışmaları ağırlık kazanmıştır. Doğal rengi, düşük yoğunluğu, biyolojik uyumluluğu PE'nin ilgi görmesine neden olmuştur. Ladizesky ve arkadaşları çalışmalarında PE ile dirençlendirilen PMMA'nın mekanik dayanıklılığının iyi olduğunu bildirmişlerdir (Karacaer, 2001). Karacaer, PE ve

karbon fiber kullandığı çalışmalarında PE miktarı arttıkça direncin arttığını bildirmiştir (Karacaer, 1998; Karacaer, 2001). Üst orta hat kırığından şikayetçi olan hastaların protezlerinin PE ile desteklendiği klinik bir çalışmada sonucun olumlu olduğu belirtilmiştir. PE'nin belirtilen avantajlarına karşın yüzey enerjisinin düşük olması nedeni ile akrile bağlantısının zayıf olması ve akril içine yerleştirme güçlüğü sebebi ile farklı güçlendirme tasarımlarının kullanılması günümüzde söz konusu olmaktadır.

Bunlardan en yenisi dolgu ve protez malzemelerinin nanofibriler ya da nanopartikül yapılarla yeni kompozit malzemeler oluşturularak mekanik olarak incelenmesidir (Sun et al., 2010; Zebarjad et al., 2011). Yakın geçmişten günümüze gerçekleştirilen çalışmalarda nanofibriler ve nanopartikül yapıların çok çeşitli üretim teknikleri göze çarpmaktadır.

2.4. Nanofiber Üretim Teknikleri ve Diş Hekimliği Uygulamaları

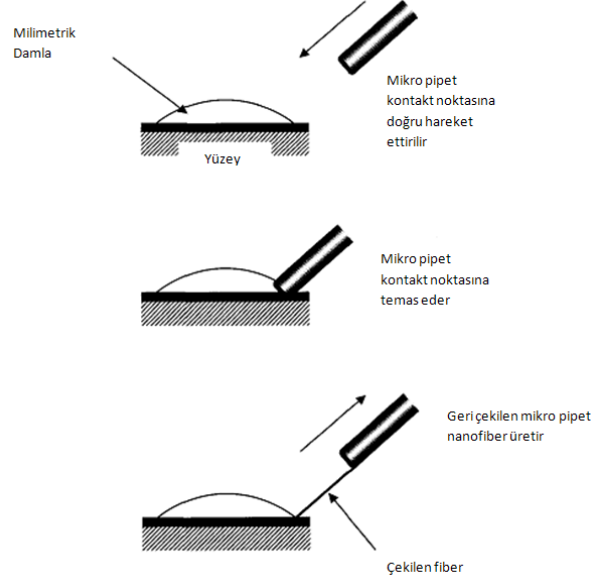
2.4.1. Nanofiber üretim teknikleri

Nanofiberler üretim yöntemleri bakımından beş ayrı teknikte üretilmektedirler. Bu beş ana yöntem şu şekilde özetlenebilir:

- Çekme yöntemi
- Kalıp sentezi yöntemi
- Faz ayrımı yöntemi
- Kendiliğinden düzenlenme
- Elektrostatik eğirme yöntemi

2.4.1.1. Çekme yöntemi

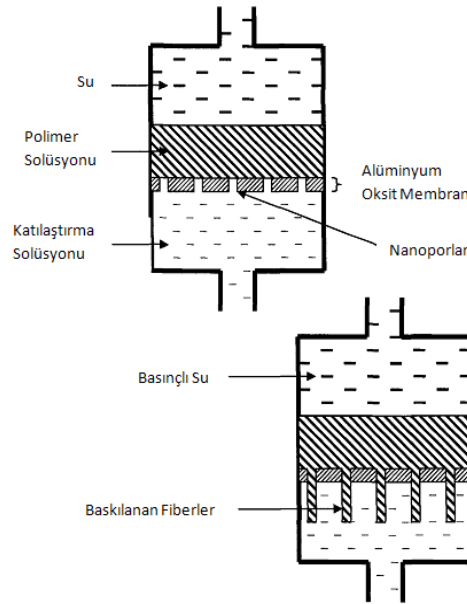
Çapı birkaç mikrometre olan bir mikro pipet ile mikro yönlendirici kullanılarak bir damlacığa daldırıp çıkarma işlemi uygulanarak fiber elde edilir. Diğer yöntemlere göre çok basit bir tekniktir (Şekil 2.3.). Literatürde bu yöntem kullanılarak sitrat molekülleri ile nanofiberler elde edilmiş çalışmalar bulunmaktadır (Ondarcuhu and Joachim, 1998; Feng, 2002).



Şekil 2.3. Çekme yöntemi ile nanofiber üretimi

2.4.1.2. Kalıp sentezi yöntemi

Kalıp sentezi yöntemi ile istenilen şekilde ve yapıdaki kalıp kullanılarak nano boyuttaki fiberler elde edilir. Sistem içerisinde basınç uygulanıp polimer çözeltisi kalıptan geçirilerek kalıbın şeklinde ve ebatlarındaki fiberler elde edilir (Şekil 2.4.).

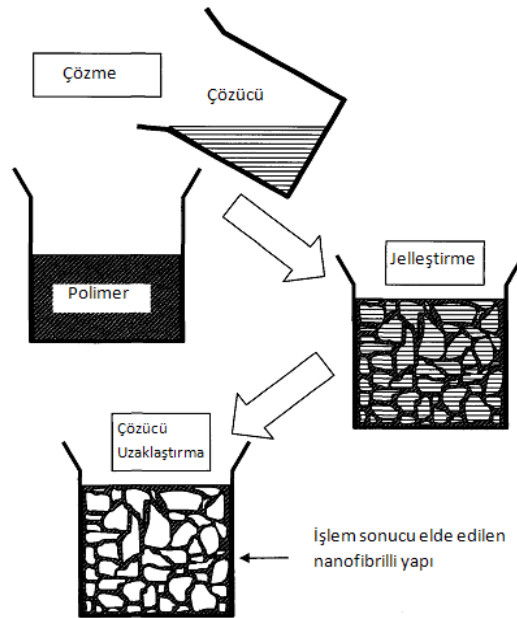


Şekil 2.4. Kalıp sentezi ile nanofiber üretimi

Kalıp basınca dayanıklı metal oksit bir membrandan oluşturulmuş olup por ölçüleri de istenilen nitelikteki fiberlerin eldesine göre ayarlanır. Basınçlı su yardımı ile baskılanan fiberler katılaştırma çözeltilisinden geçerek son halini alır (Ramakrishna et al., 2005).

2.4.1.3. Faz ayrımı yöntemi

Faz ayrımı yönteminde, jelleştirme işleminden önce polimer bir çözücü ile karıştırılır. Ana mekanizma fiziksel uyumsuzluğa bağlı olarak fazların ayrışmasıdır. Bu teknik beş ana işlem basamağından oluşmaktadır: Polimer çözme, Jelleştirme, Çözücü uzaklaştırma, Dondurma ve Dondurarak kurutma (Şekil 2.5.).

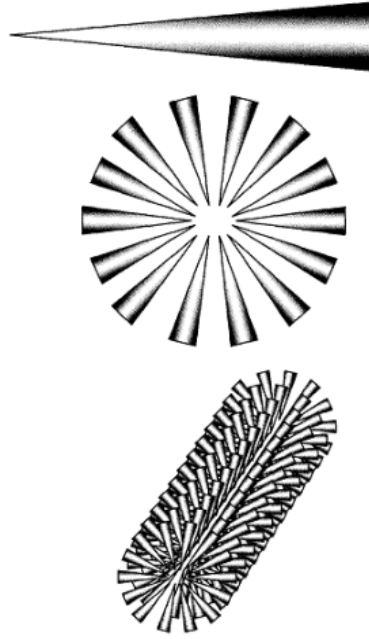


Şekil 2.5. Faz ayrımı ile nanofiber üretim yöntemi

2.4.1.4. Kendiliğinden düzenlenme

Kendiliğinden düzenlenme, moleküler birimlerin kendiliğinden ve tersinir şekilde kovalent olmayan etkileşimlerle düzenli bir yapı oluşturmalarıdır. Lokal düzeydeki etkileşimler sonucu, nano yapı kendi kendini oluşturur. Bu sürecin, daha büyük yapıların oluşmasını sağlayan diğer kimyasal süreçlerle (örn. çökeltme) karıştırılmaması gerekir: Kendiliğinden düzenlenme sürecinde, oluşan yapı, şekli ya da işlevi bakımından tek tek bileşenlerden daha yüksek bir düzeye sahiptir. Kimyasal süreçlerde ise (çoğu zaman) düzenli halden düzensiz hale geçiş görülür.

KD'nin bir başka farkı, kovalent, iyonik ve metalik bağlardan ziyade zayıf kuvvetlerin (van der Waals kuvvetleri, kılcal kuvvetler, pi-pi etkileşimleri, hidrojen bağları) etki etmesidir. Üçüncü olarak, kendiliğinden düzenlenme sürecindeki yapı taşları sadece atom ve molekülleri değil, nano ve mezoskopik yapıları da içerir. Şekil 2.6'daki küçük molekül bir merkez etrafında önce tek eksenli bir oluşturup daha sonra bu yapılar da farklı eksenler hizasında gelişmeye başlarlar bu şekilde elde edilen yapılanmalar ise fiber formunu alır (Liu et al, 1996; Liu et al, 1999; Yan et al, 2001; Hartgerink et al., 2001).



Şekil 2.6. Kendiliğinden düzenlenme

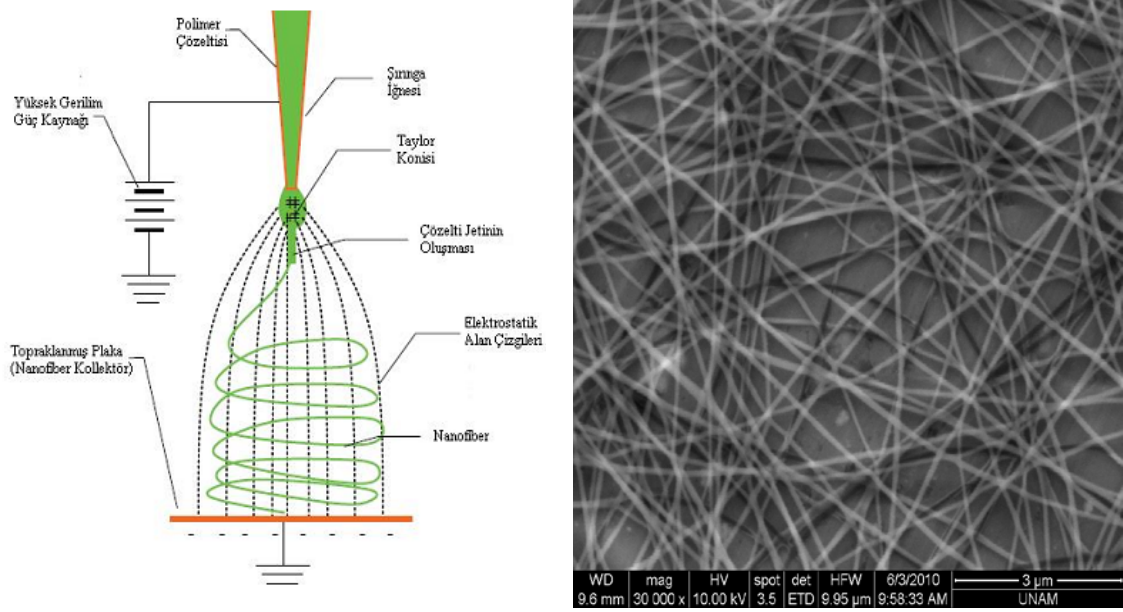
2.4.1.5. Elektrostatik eğirme yöntemi

1934 yılında Formhals tarafından, elektrostatik kuvvetler kullanılmak suretiyle polimerlerden filament lif üretilmesi işleminin patenti alınmış ve kullanılan bu yöntem “elektrostatik eğirme” olarak tanımlanmıştır. 5 kV ile 30 kV arasındaki elektrik akımı bir polimerin yüzey gerilimini yok etmektedir. Herhangi bir yüzey gerilimine sahip olmayan polimer çözeltisi, özel tasarlanmış ve çok ince yapıdaki jet düzeneğinden geçirilerek düzenin karşısına yerleştirilmiş olan topraklanmış hedefe doğru akmaktadır. Lif ışını şeklinde topraklanmış yüzeyde biriken lifler ise sürekli olarak çekilmektedir. Böylece elektrostatik eğirme yöntemi, polimerlerin önce çok yüksek voltajlı elektrik akımı ile yüklenmesi

daha sonrada bir yüzeyden topraklı bir plakaya doğru akması esnasında katılaşması ve lif halini alması şeklinde özetlenebilmektedir.

Yapılan ilk çalışmalarda su damlacıklarına yeterince yakın bir noktada elektrostatik bir alan oluşturulduğunda damlacıkların konik bir yapı oluşturarak, spiral bir yörünge üzerinden saçıldıkları görülmüştür (Taylor, 1964; Grafe and Graham, 2002; He et al., 2004; Ramakrishna et al., 2005). Takip eden yıllardaki incelemelerde değişik sıvıların davranışları araştırılmış ve sıvıların bu davranışlarının matematiksel modellemeleri yapılmıştır (Zeleny, 1914). Elektrostatik eğirme yönteminin nano lif üretim teknolojisine uygulanması ise ilk 1990'ın yılların başlarında olmuştur. Reneker ve ekibi yaptıkları çalışmalar ile organik polimer çözeltilerinin yüksek gerilimin oluşturduğu elektrostatik alanda saçılarak nanolif yapısını oluşturduğunu göstermişlerdir (Doshi and Reneker, 1995). Bugün elektrostatik eğirme tekniği tekstil endüstrisinden doku mühendisliğine kadar birçok alanda uygulanabilir olması nedeniyle aktif bir çalışma alanı olmuştur. Polimer esaslı nanoliflerin üretimi için elektrostatik eğirme yöntemi çok yaygın olarak kullanılmıştır (Khil et al., 2004; Berdy et al., 2005; Teo and Ramakrishna, 2006; Rutledge and Fridrikh, 2007; Shin et al., 2007). Y. Ishii, D. Reneker, H. Kim gibi araştırmacılar tarafından da yapılan araştırmada fiber ağ yapısının düzgünlüğü konusunda ilerleme sağlanmıştır (Reneker et al., 2000; Ishii et al., 2008).

Elektrostatik eğirme yöntemi ile temelde polimer çözeltisi ya da eriyiğinden lif çekiminde, yüksek bir potansiyel gerilim kullanılarak polimer elektriksel olarak yüklenmekte, ince jet düzesinden çıkan polimer jeti, düzenin karşısına yerleştirilmiş olan topraklanmış hedefe doğru akmaktadır. Bu akım sırasında polimer jeti çok ince lifçikler halinde saçılmakta ve bu sayede nano seviyede çapa sahip lifler elde edilebilmektedir. Şekil 2.7'de elektrostatik eğirme sistemi ve bu sistem kullanılarak oluşturulmuş nano çaptaki fiberler görülmektedir (Ramakrishna et al., 2005).



Şekil 2.7. Elektrostatik eğirme cihazı ve nano lif görüntüleri

Elektrostatik eğirme yönteminde, enerji kaynağı ve kollektör (toplayıcı levha) bir uçlarından toprak bağlantılı olduklarından, sistem kapalı devre görünümündedir. Devredeki iki elektrottan biri lif çekim çözeltisi ya da eriyiğinin içine doğru yerleştirilmekte, diğeri ise karşıdaki kollektöre bağlanmaktadır. Tüpün arka kısmına yerleştirilmiş olan bir pompa, cam tüp içerisindeki polimer eriyiği ya da lif çekim çözeltisini, pipet boyunca uç kısma doğru itecek sürekli bir basınç meydana getirmektedir. Polimer eriyiğine/çözeltisine verilen elektrik akımı ile elektriksel alan oluşturulmaktadır. Sıvının yüzeyinde bir elektriksel yüklenme meydana getirilmekte ve yüzey gerilimine zıt yönde bir kuvvet oluşmaktadır. Sisteme yüklenen gerilim 30 kV'a kadar çıkabilmektedir. Elektriksel alanın şiddeti arttığında düze ucundaki yarı küresel haldeki sıvı, konik bir şekil oluşturacak şekilde uzamaktadır. Bu konik şekil, literatürde "Taylor Cone" (Taylor Konisi) olarak geçmektedir. Elektriksel kuvvet yüzey gerilimini yendiği anda elektriksel olarak yüklenmiş polimer jeti hızla düzeden dışarıya doğru yönlenecek ve aynı elektriksel yüke sahip partiküllerin birbirini itmesi ilkesinden hareketle de, polimer jeti çok ince lifler halinde ayrılarak metal bir plaka üzerine düşmektedir (Ramakrishna et al., 2005).

da paralel kenar kanunu ile diyagonalin yönünde hareketi gerektirmektedir ve polimer jeti bu kuvvetlerin bileşkesi yönünde hareketine devam etmektedir. Elektrostatik eğirme yönteminde, bu stabil olmayan hareket, sarkaç hareketine benzemektedir. İşlem sırasında polimer jeti önce hızlanmakta, hız arttıkça hava direnci artmakta, bir müddet sonra ivme sıfıra düşmekte ve sabit hızla hareketine devam etmektedir (Hartgerink et al., 2001). Elektrostatik eğirme yönteminde üretilen nano liflerin özelliklerini çözültü konsantrasyonu, şırınga iğnesi ucu ve metal kollektör arasındaki mesafe, en uç noktadaki potansiyel, akış hızı gibi parametreler etkilemektedir (Beachley and Wen, 2009).

Elektrostatik eğirme tekniği üzerine yapılan ilk yayınlardan biri 1971 yılında Baumgarten tarafından gerçekleştirilmiştir (Baumgarten, 1971). Çalışmada dimetil formamid içersinde çözülen polimer, çelik bir yapıya sahip bir tüpe yerleştirilmiştir. Yüksek gerilim ve pompanın uyguladığı itme kuvveti ile tüpten saçılan polimerler karmaşık bir hareket karakteristiği göstererek topraklanmış metal plakanın üzerine toplanmıştır. Çözültü hareketinin incelenmesi amacıyla ise yüksek çözünürlüklü bir kamera kullanılmıştır.

Çalışma sonucunda çözültü akışkanlığı artırıldığında tüpten ayrılan polimer jetlerinin boyutlarının ve oluşan fiber yapılarının kalınlığının arttığı gözlenmiştir. Tüpe uygulanan itme kuvveti arttırıldığında ise de polimer jetlerinin boyutları arttığı, buna karşın fiber kalınlıklarının kayda değer bir oranda artmadığı gözlenmiştir.

Bir diğer çalışma Martin ve arkadaşları tarafından yapılmıştır (Martin et al., 1977). Söz konusu çalışma çeşitli nedenlerle oluşan yara dokularının yapay olarak fiber ağ yapıları ile giydirilmesi amacı ile gerçekleştirilmiştir. Deneyde polimer çözültüsü metal uçlu şırınga içersine yerleştirilmiş ve şırınga iğnesi topraklanmıştır. Bir pompa yardımı ile çözültü, 20kV gerilim ile yüklenen ve gözenekli bir yapıya sahip hareketli bir kayış üzerinden, toplayıcı düzeneğine doğru püskürtülmüştür. Yapılan çalışma neticesinde mikrometre ile santimetre aralığında değişen çaplarda fiber ağ yapısı elde edilmiştir.

Srinivasan tarafından yapılan çalışmada ise daha önceki yapılan deneylerden farklı olarak plastik şırınga içersindeki polimer çözültüsüne yüksek gerilim doğrudan uygulanmıştır (Srinivasan, 1994). Şırıngadan pompa yardımı ile püskürtülen

çözelti bir banyoda toplanmış ve daha sonra vakum ortamında kurutulmuştur. Deney sonucunda elde edilen fiber yapılarının kalınları birkaç yüz nanometre olarak Atomik Güç Mikroskobu (Atomic Force Microscope, AFM) altında gözlenmiştir.

Çizelge 2.1.'de elektrostatik eğirme yönteminin diğer nanolif üretim yöntemi ile karşılaştırması özetlenmiştir.

Çizelge 2.1. Nanolif üretim yöntemleri arası karşılaştırma

Yöntem	Teknolojik Avantajlar	İşlem ölçeklendirilebilir mi?	Tekrarlanabilirlik	Pratiklik	Fiber boyutlarında kontrol
Çekme	Laboratuvar	X	√	√	X
Kalıp Sentezi	Laboratuvar	X	√	√	√
Faz Ayrımı	Laboratuvar	X	√	√	X
Kendiliğinden Düzenlenme	Laboratuvar	X	√	X	X
Elektrostatik Eğirme	Laboratuvar (potansiyel endüstriyel işleme)	√	√	√	√

Çizelge 2.1.'de görüldüğü üzere elektrostatik eğirme yöntemi diğer nanofiber üretim tekniklerine göre çok daha avantajlı bir yöntem olması sebebi ile önem kazanmaktadır.

Yarin 2004 yılında gerçekleştirdiği çalışmada çeşitli toplayıcı yüzeylerde oluşan karmaşık nano lif yapılarını ayırtmak ve düzenli bir yapıda toplayabilmek amacıyla farklı bir mekanik sistem kullanmıştır (Reneker et al., 2007). Düzenek şırınga ucundan ayrılan polimer çözeltisini çok ince bir kalınlığa sahip döner merdane üzerinde toplamayı amaçlamaktadır. Deneylerde 1 kV/cm elektrik alan oluşturulmuş ve 100nm civarında fiber yapıları elde edilmiştir. Döner merdane üzerindeki keskin uç yardımıyla toplanan nano lifler daha önceki çalışmalara göre daha düzenli bir dizilime sahiptir.

Elektrostatik eğirme yönteminin güncel araştırma konularından biri de fiber düzenlenmeleri olmuştur. Yaklaşık olarak son on beş yıl içerisindeki çalışmalarda

hem mekanik hem de elektriksel olarak çeşitli yöntemler ve araçlar kullanılarak kaotik olarak biriken fiberlere belirli bir desen verilmesi amaçlanmıştır. Mekanik olarak yapılan çalışmalarda toplayıcı aksam değiştirilerek fiber düzenlemesi üzerindeki etkisi incelenmiştir (Boland et al., 2001; Matthews et al., 2007). Elektriksel bakımdan yapılan çalışmalar da ise yardımcı elektrot kullanımı, elektrik alanının cinsindeki değişiklikler (Kesikli Voltaj – AC – DC), farklı büyüklükteki voltajların aynı alanda kullanılması gibi yöntemler denenerek fiber düzenlenmesi üzerine etkisi incelenmiştir (Theron et al., 2001, Huanga et al. 2003).

2.4.2. Nanofiber yapıların diş hekimliği uygulamaları

Restoratif amaçlı diş dolgu ve protezlerin mekanik olarak geliştirilmesinde katkı malzemelerinin kullanımı 40 yılı aşkın bir süredir önemli bir araştırma konusu olmuştur. Bu süreçte makro ölçekli cam, polietilen fiber, camfiber, silikadan cam partiküllere kadar bir çok materyal katkı malzemesi olarak mekanik performansın iyileştirilmesinde kullanılmıştır.

Son 10 yıllık süreç içerisinde ise yeni bir yaklaşım olarak nanofiber içerikli dolgu malzemelerin üretimi dikkat çekmektedir. Gerçekleştirilen bu çalışmalarda Nylon 6, Polivinilalkol ve Poli-L-Laktik asit gibi polimerik yapıların Bis fenol A-glisidil dimetakrilat içerisindeki mekanik dayanımı çeşitli parametrik değişimlerle incelemiştir (Fonga, 2004; Dodiuk-Kenig et al., 2008). Literatürde incelenen çalışmalarda TiO_2 , Fe_2O_3 , nano elmas ve gümüş nanopartikül katkıların kullanıldığı mekanik performansların kısmen arttığı ya da daha da kötüleştiği yaklaşımlar bulunsa da PMMA için nanofiber katkı malzemesi kullanımında herhangi bir çalışmaya rastlanmamıştır (Acosta-Torres et al., 2011; Protopapa et al., 2011; Sodagar et al., 2012). Bu noktada, sunulan çalışmada ilk özgün nokta olarak nanofiber içerikli PMMA kompozit malzemesinin üretimi göze çarpmaktadır. Ayrıca nanofiber katkıların mekanik performans incelemelerinde fiber düzenlenmelerinin etkisi literatürde yer almayan yeni bir bakış açısı olarak bu çalışmada ortaya çıkan ikinci özgün noktadır. Çalışmada PVA'nın kullanımının tercih sebeplerinden en önemlisi düzenlenme çalışmalarında çok tercih edilen bir polimer olmasıdır. Ayrıca kolay çalışılabilirliği de tercih edilme nedenlerindedir. PE kullanımı ise dayanıklı yapısı ve iyi mekanik özellikleri sebebi ile tercih edilmiştir. Ayrıca literatürde nanofiber olarak üretimine sadece bir çalışmada

rastlanan PE'nin ticari olarak mikro boyutta kullanılan yapılara göre nasıl bir farklılık yaratacağı yönü ile tercih edilmiştir.

2.5. Plazma Polimerizasyon Tekniği

İyonlarına ayrılmış gaz olan plazma, içerisinde iyon, elektron, uyarılmış atom, foton, nötral atom veya molekül içeren bir karışımdır. Plazma maddenin dördüncü hali olarak da ifade edilir. İki tür plazmadan söz edebilir; Sıcak plazma ve soğuk plazma. Sıcak plazmanın gaz sıcaklığı 1000 K'nın oldukça üzerinde olup, genelde $10^4 - 10^5$ K arasındadır. Soğuk plazma ise laboratuvar koşullarında elektriksel boşalım veya ışık kaynaklarıyla oluşturulabilmektedir. Soğuk plazmanın gaz sıcaklığı 300-400 K civarındadır. Düşük sıcaklık plazmalarında moleküller, iyonlar, elektronlar termodinamik olarak dengede değildirler. Elektron sıcaklığı 10^4-10^5 K (1-10 eV) ulaşırken, iyon sıcaklığı ise oda sıcaklığına yakındır. Bu nedenle bu plazmalara soğuk plazma denmektedir (Christian, 2003).

Plazma haline geçiş için, gaz halindeki maddeye enerji vermek gerekir. Gerekli olan bu enerjiyi, ısı, ışın, manyetik ve elektrik enerjisi şeklinde vermek mümkündür. Bunlardan pratikte en çok kullanılan ve en önemli olan elektrik boşalmasıyla plazma elde etmektir. Bu tür plazma için güç kaynakları doğru akım (DC), düşük frekans, radyo frekansı (RF) veya mikrodalga frekansıdır (MW).

Radyo frekansı yük boşalımı polimerizasyon tekniği adhezyon, ıslanabilirlik, membran geçirgenliği, dayanıklılık, aşınmaya karşı direnç, su-tutmama, yüzey sertliği ve biyouyumluluk gibi özelliklerin geliştirilmesi için materyal yüzeylerinin modifikasyonunda kullanılmaktadır. Modifikasyonlar sonucunda alışılmış yüzeylerden tamamen farklı özelliklere sahip yeni yüzeyler elde etmek mümkün olmaktadır. Bu durum, yüzeyin çok ince bir tabakasında meydana gelen oksidasyon, bozulma ve aşınma, çapraz bağlanma ve yapısal değişimler gibi farklı işlemlerin bir sonucudur. Tüm yöntemlerin kendine özgü avantajları ile dezavantajları mevcut olmakla beraber, düşük-basınç plazma modifikasyon ile yüzey özelliklerinin değiştirilmesi diğer yöntemlere göre çok daha avantajlı bir teknik olarak dikkat çekmektedir. Bu avantajlar aşağıdaki şekilde sıralanabilir:

- Proses çözücü kullanımını gerektirmez.
- Karmaşık geometrili malzemelerin kaplanması mümkündür.

- Ultra-ince gözeneksiz filmler hemen hemen tüm malzemeler üzerine kaplanabilir. Örneğin; fiber, polimer, metal, cam, seramik.
- Geleneksel kimyasal teknikler ile polimerleşmeyen monomerler (örneğin; metan, etan gibi doymuş hidrokarbonlar) ile de plazma filmler üretilebilir.
- Kaplanmak istenen malzeme düşük gaz basıncı altındaki kapalı sistem içine yerleştirilir. Dolayısıyla diğer kaplama tekniklerine göre kaplanan yüzey daha steril olmaktadır.
- Kaplanacak yüzeye iyi yapışma kabiliyetine sahiptir.

Plazma polimerizasyon tekniği diş hekimliğinde fiber katkıların kimyasal yapılarının değiştirilmesinde kullanılan çok yaygın bir tekniktir. Fiber yüzeyi için literatürde Ar, H₂, O₂, CO₂, NH₃ ve hava plazmaları kullanılmıştır (Cioffi et al., 2005; We, et al., 2007; Ren et al., 2008). Bu çalışmalarda daha çok gaz plazması uygulamaları ile yüzey enerjisinin geliştirilmesi sağlanmıştır. Sıvı monomerlerin plazma ortamında polimerleştirilmesi ise geliştirilmeye çalışılmaktadır. Bunun nedeni, plazma polimerizasyonu ile yapılan kaplamaların diğer geleneksel yöntemlere göre daha homojen, ucuz ve kolay uygulanabilir olmaktadır. Gerçekleştirilen başka çalışmada plazma ile aşındırma yerine farklı parametrelerde hidrofilik / hidrofobik monomerlerle kaplama yapılmış ve yüzey üzerinde oluşan ince homojen tabakanın, fiber-PMMA kompozitlerinin mekanik özelliğine etkisi incelenmiştir. Sonuçta hidrofilik karakterli yüzeylerin mekanik dayanımlarının daha iyi olduğu gözlemlenmiştir (Çökeliler et al., 2007).

Bu yöntem sadece PE fiberlerin karakterizasyonunda kullanılırken PVA için prosedür uygulanmamıştır. Çünkü PVA diş hekimliği uygulamalarında tercih edilen hidrofilik yüzey karakterine sahip bir polimerdir. Dolayısıyla PVA fiberlerin modifikasyonuna ihtiyaç duyulmamıştır. Ancak PE fiberler hidrofobik yüzey karakteri gösterdiği bilindiği üzere hidrofilik yüzey karakteri kazandırılmak amacıyla plazma polimerizasyon tekniği ile modifiye edilmektedir. Bunun bir örneği olarak Ribbond firması örgü PE katkılarını plazma polimerizasyon tekniği ile fiber yüzeyleri hidrofilik özellik kazanacak şekilde modifiye etmekte ve bu şekilde ticari satışa sunmaktadır.

2.6. Karakterizasyon Testleri

2.6.1 Taramalı elektron mikroskopisi (TEM)

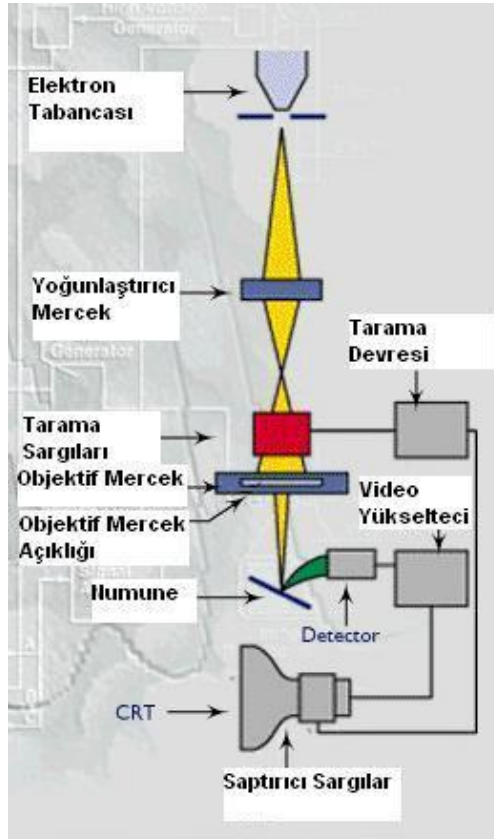
Temel olarak Taramalı elektron mikroskopu, Tungsten, Lantan hekza borit katottan veya alan emisyonlu (FEG) tabancadan ortaya çıkan elektronların kullanımı incelenecek malzeme yüzeyine gönderilmesi sonucu oluşan etkileşmelerden yararlanılması esasına dayanır. TEM'ler genel olarak bu elektron enerjisi 200-300 eV dan 100 keV a kadar değişebilir. Bu amaçla, yoğunlaştırıcı elektromanyetik mercekle toplanan, objektif mercekle odaklanan elektron demeti, yine elektromanyetik saptırıcı bobinlerle örnek yüzeyinde tarama işlemini gerçekleştirir. Bir taramalı elektron mikroskopunda görüntü oluşumu temel olarak; elektron demetinin incelenen örneğin yüzeyi ile yaptığı fiziksel etkileşmelerin (elastik, elastik olmayan çarpışmalar ve diğerleri) sonucunda ortaya çıkan sinyallerin toplanması ve incelenmesi prensibine dayanır.

Bunlardan ilki, gelen elektron demetindeki elektronların, malzemedeki atomlarla yapmış olduğu elastik olmayan çarpışma sonucu (yani, örnek yüzeyindeki atomlardaki elektronlara enerjilerini transfer ederek) ortaya çıkan ikincil elektronlardır. Bu elektronlar örnek yüzeyinin yaklaşık 10 nm'lik bir derinliğinden ortaya çıkarlar ve bunların tipik enerjileri en fazla 50 eV civarındadır. İkincil elektronlar foto çoğaltıcı tüp yardımıyla toplanıp, örneğin tarama sinyali konumuyla ilişkilendirilerek yüzey görüntüsü elde edilir.

Elektron demeti ile incelenen örnek yüzeyindeki malzeme arasındaki etkileşimde ortaya çıkan diğer bir elektron grubu ise geri saçılma elektronları adı verilen elektronlardır (bu elektronlar, yüzeye gelen elektron demeti ile yaklaşık 180° açı yapacak biçimde saçılırlar). Geri saçılma elektronları, yüzeyin derin bölgelerinden (yaklaşık 300 nm'ye kadar) gelen daha yüksek enerjili elektronlardır. Bu enerjideki elektronlar bir foto çoğaltıcı tüp tarafından tespit edilemeyecek kadar yüksek enerjiye sahip olduklarından, genellikle quadrant foto detektörlerle (yani katı hal detektörleri) yardımıyla tespit edilir. Bilindiği üzere bu tür detektörler üzerine gelen elektronların indüklediği elektrik akımının şiddetine göre çıkış sinyali verirler (kısaca hatırlatmak gerekirse, incelenecek örnekteki yüksek atom numarasına sahip bir atomdan saçılan elektronun enerjisi küçük atom numaralı bir atomdan saçılana

göre daha yüksektir). Sonuç olarak ikincil elektronlar incelenen örneğin kompozisyonu hakkında bilgi verir.

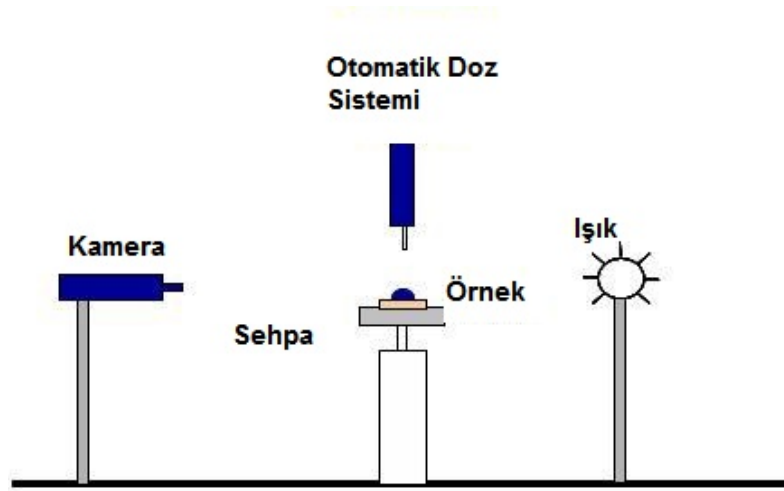
Gelen elektron demetinin incelenen örnek yüzeyi ile yapmış olduğu diğer bir etkileşme ise (yaklaşık 1000 nm derinlik civarında), karakteristik X ışınlarının çıktığı durumdur (enerjileri keV mertebesindedir). Buna göre örneğe çarpan elektron, örnekteki atomun iç yörüngesinden bir elektron kopmasına neden olunca, enerji dengelenmesi gereği bir üst yörüngedeki elektron bu seviyeye geçer ve geçerken de ortama bir X ışını yayar ve buna da karakteristik X ışını adı verilir. Bu X ışını mesela 10 mm² çapındaki bir Si (Li) detektörle algılanır, ortaya çıkan sinyal yükselticiye, oradan çok kanallı analizöre ve daha sonra da TEM sistemin bilgisayarına gönderilir. Sonuçta ortaya çıkan karakteristik X ışını (ki bu ışının enerjisi her atoma özeldir), TEM'de incelenen malzemenin element bakımından muhtevasının nitel ve nicel olarak tespit edilmesine yardımcı olur (Şekil 2.9.).



Şekil 2.9. Taramalı elektron mikroskopüsü

2.6.2 Temas açısı ölçümü

Temas açısı ölçümü yüzey analiz tekniklerinden biri olup yüzey yükü, yüzey hidrofilitesi veya hidrofobitesi ve yüzey enerjisi, parametreleri hakkında hızlıca fikir veren bir yöntemdir (Şekil 2.10.). Temas açısı ölçümleri yüzeye damlatma (durağan veya hareketli damlatma) tekniği ile gerçekleştirilmiştir.



Şekil 2.10. Temas açısı düzeneği

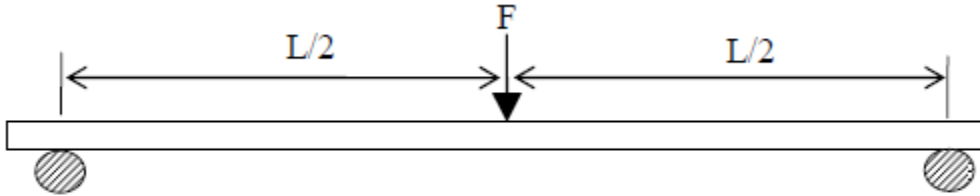
2.6.3. Üç nokta eğme testi

Yemek yeme ve temizleme gibi her gün meydana gelen işlemlerin mekanizmalarının anlaşılması; diş hekimlerinin ve çene cerrahlarının, sağlıklı dişlerin devamlılığını sağlayan en uygun yöntemi bulmalarına yardımcı olabilmektedir. Kozmetik hususlarının yanında kron gibi diş restorasyonları; ağrısız, kullanışlı servisleri uzun yıllar sağlaması ve sürdürmesi gerekmektedir. Restoratif malzemelerin mekanik davranışlarının değerlendirilmesi; işlevlerinin oluşturulmasında önem teşkil etmektedir.

Restoratif ve takma diş malzemelerinin yorulma ve aşınma davranışlarına ek olarak; restorasyon sırasında kullanılan yapıştırıcıların dayanıklılığı, implantın uzun ömürlü olması açısından oldukça önemlidir. Ayrıca diş teli, teller ya da postlar ya da dişeti ve ağız hastalıkları için olan genel doku ürünleri gibi ortodontik aletlerin laboratuvar ortamında gerçekleştirilen mekanik testleri; klinik koşullar altındaki performanslarının ve uygunluklarının oluşturulmasına yardımcı olabilmektedir. Son zamanlarda diş hekimliği implantlarının kullanılması, her gün

gerçekleşen bir olay haline gelmekte ve bu tür ihtiyaçların karmaşık yüklemelerinin laboratuvar ortamında kurulması gerekmektedir.

Üç noktalı eğilme deneyi, eğilme testleri içerisinde en yaygın kullanılan deney yöntemidir. Deneyin temel prensibi, kullanılan malzemeyi “kiriş” modeli (Şekil 2.11.) olarak kabul etmesidir. Kiriş denklemi ideal moment durumuna göre çıkarıldığından dolayı, kirişte oluşan kayma gerilmesinin normal gerilmelere göre ihmal edilebilir düzeyde kalması istenmektedir. Bu sebeple malzemenin sabit kesit alanlı olması ve uzunluk değerinin en geniş değerine oranla en az 16 katı büyük olması gerekmektedir. Deneyin sınır koşulları “basit kiriş” modellemesi ile aynıdır. Test numunesi uzunlamasına yatay bir pozisyonda destekler üzerine konurken, üzerine tam ortasından kuvvet uygulanır.



Şekil 2.11. Kiriş modeli

Deney boyunca, F kuvveti arttırılırken, malzemenin tam ortasında oluşan sehim değeri ölçülür. Ölçülen değerler sonucu kuvvete karşılık gelen sehim grafiği elde edilir. Bu ölçümler, tüm malzeme için en yüksek sehim ve momentin oluştuğu orta noktasında yapılır. Mukavemet bilgileri kullanarak, üç noktalı eğilme deneyi için gerekli hesaplamalar elde edilir.

$$M_{\max} = \frac{FL}{4} \quad , \quad \sigma_{\max} = \frac{M_{\max} c}{I} \quad (2.3)$$

Kiriş denklemi (küçük deformasyonlar hipotezi):

$$\frac{d^2 y}{dx^2} = \frac{M}{EI} \quad (2.4)$$

Burada;

y : Sehim (mm)

M : Moment (Nmm) F : Kuvvet (N)

E : Young's modülü (GPa, 1 GPa=103 MPa)

I : Kesitin atalet momenti (mm⁴ , Dikdörtgen kesit : 1/12*b*h³, Dairesel kesit : π/4*r⁴)

L : Test uzunluğu (mm)

c : Nötral eksenden kesitin en uç noktasının mesafesi (mm)

Üç noktalı eğilme deneyi sınır koşulları ile giriş denkleminin malzeme orta noktasındaki çözümü,

$$y_{\max} = \frac{FL^3}{48EI} \quad (2.5)$$

denklemini verir. Bu denklem sayesinde malzemenin Young's modülü hesaplanır. Elastik bölge için ise Hooke kanunu kullanılabilir ($\sigma = E \times \epsilon$). Plastik bölgede ise boyun verme olmayacaktır. Sünek malzemeler kolaylıkla şekil verilebilir olduklarından dolayı, bu malzemelerde kırılma gözükmeden deney sonuçlandırılır.

3. MATERYAL VE METOD

Sunulan tez kapsamında kısaca şu basamaklar uygulanmıştır:

- Manipülasyona uygun tüm bileşenleri dahil elektrostatik eğirme cihazı üretimi
- PVA ile düzensiz nanofiber üretimi
- PVA ile düzenli nanofiber üretimi
- PE için nano boyutta fiber üretim denemeleri
- PE fiberlerin plazma polimerizasyon tekniği ile modifikasyon
- Üretilen PE fiberlerle karşılaştırmada kullanılacak Ticari PE ürünün hazırlanması

- Karakterizasyon testleri: Taramalı elektron mikroskopisi, Temas açısı ölçümü, Üç nokta eğme testi
- Kompozit üretimine uygun fiberlerin seçimi ve kompozitlerin hazırlanması
- Mekanik testler

Bu basamaklar detaylı olarak aşağıdaki başlıklarda incelenmiştir.

3.1. Elektrostatik Eğirme Cihazı Üretimi

Elektrostatik eğirme cihazı temelde yüksek voltaj kaynağı, kollektör (toprak) ve şırınga pompası gibi basit parçalardan oluşan bir sistemdir. Ancak bu cihazın endüstriyel uygulamaları kapalı sistemler olmaları sebebi ile herhangi bir modifikasyon ya da yenilik eklemeye yönelik bir esnekliğe sahip değildir. Düzenlenme çalışmalarında en öngördüğümüz elektrot ve saptırıcı levha sistemlerinin farklı voltaj kontrolleri için farklı voltaj kaynakları gereksinimi bu özgün cihaz üretimini zorunlu kılmıştır.

Bu sebeple özgün bir elektrostatik eğirme sistem tasarımı yapılmış ve Başkent Üniversitesi Biyomedikal Mühendisliği laboratuvarlarında üretimi gerçekleştirilmiştir.

3.1.1 Mekanik bölümler

Elektrostatik eğirme sistemine ait mekanik bölümler şu şekilde sıralanabilir: Şırınga ve iğnesi, yüksek hassasiyette düşük hızda akış sağlayabilen pompa, toplayıcı ve ikincil elektrik alan oluşturan plakalar, kablo tutucuları, yükseklik ayarlanabilir laboratuvar ayaklığı ve sistemin dış etmenlerden etkilenmesini en aza indirmek için kullanılan koruyucu kaptan oluşmaktadır.

Elektrostatik eğirme işleminde önemli noktalardan biri de iğnenin polimerin yüksek gerilimle yüklenebilmesi için iletken bir malzemedan imal edilmesi ve kesit alanının yeterli polimer akışkanlığı sağlayabilecek özellikte olmasıdır. İğnenin bu özellikleri, oluşacak olan Taylor konisi yapısını ve toplayıcı plakada birikecek olan nano fiberin homojenliğini etkilemektedir. Bu doğrultuda 0.3 mm kalınlığında ve 5,08 cm uzunluğunda şırınga iğnesi (Mehode Electronics, Londra, İngiltere) tercih edilmiş ve yüksek gerilim kaynağına iğne ucundan bağlanmıştır (Şekil 3.1.).



Şekil 3.1. Sistemde kullanılan şırınga iğnesi

Sistemin toprağını oluşturan alüminyum plaka ise aynı zamanda polimer nano liflerin toplanacağı plakadır. Tasarlanan sistemde toplayıcı plakası sabit yalıtkan bir yüzeyin üzerinde sabit durmaktadır fakat şırınga sistemi laboratuvar ayaklığı üzerinde yüksekliği ayarlanabilir şekilde sabitlenmiştir. Böylelikle değişken toplayıcı plaka-şırınga ucu mesafeleri oluşturularak yükseklik değişiminin fiber çapları ve dizilimi üzerindeki etkileri incelenebilmiştir.

Polimer çözeltileri çok yüksek hızlarda şırınga ucundan ayrıştığında toplayıcı plakalar üzerinde nanometre kalınlığında lif yapıları oluşturamamaktadır. Bu nedenle akış hızları ml/saat seviyesinde olan pompalama sistemine gereksinim duyulmaktadır. Böyle bir düzenek redüksiyonlu DC motor ve bu motor tarafından sürülen sonsuz dişli sistemi ile elde edilmiş ve oluşturulan sistemin bulunduğu bölümde zemine paralel olarak monte edilmiştir. Polimer çözeltisinin taşınması ise kılcal boru yardımıyla gerçekleştirilmiş ve laboratuvar ayaklığındaki iğneye bağlanmıştır.

Elektrostatik eğirme düzeneğinde toplayıcı plaka olarak ise aynı zamanda yüksek gerilim kaynağını topraklanmasında da kullanılabilir olan alüminyum bir levha tercih edilmiştir. Literatürde yer alan pek çok çalışmada da toplayıcı malzeme olarak alüminyumun tercih edildiği görülmüştür. Deneysel gözlemlerde buna benzer bir şekilde, TEM görüntülemelerin de kolaylıkla yapılabilmesi için, özel olarak kesilen cam bir parça alüminyum folyo ile kaplanarak toplayıcı plaka olarak kullanılmıştır (Şekil 3.2.).

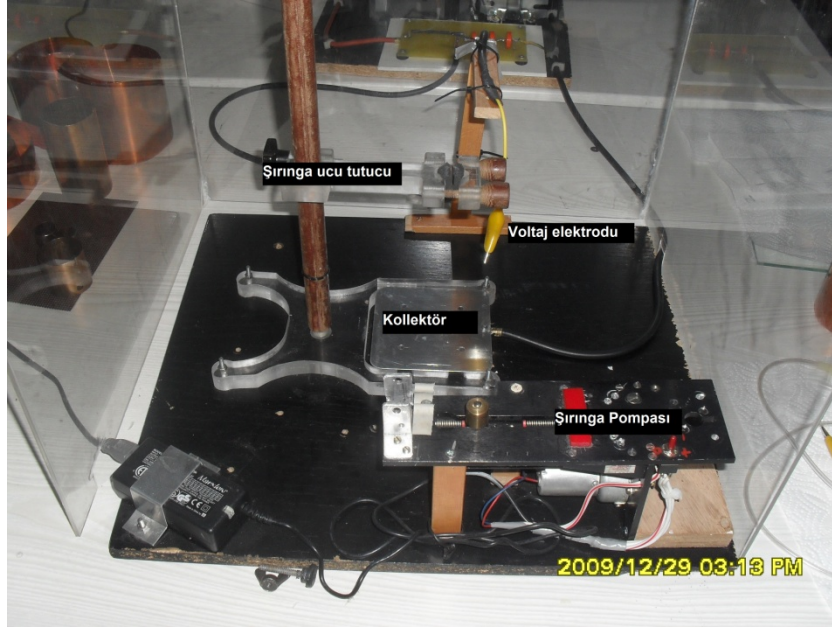


Şekil 3.2. Alüminyum folyo ile kaplı cam örnek

Kablo tutucuları, yüksek gerilimden dolayı önem kazanmaktadır. 6–20 KV seviyesindeki gerilimlerin taşınması için en az 3–4 mm et kalınlığına sahip silikon yalıtımlı kablolar kullanılmış ve bunların arasında havada oluşabilecek olan deşarjlara karşı birbirinden yeterince uzak (en az 10 kV/15 mm) olmasına dikkat edilmiştir.

Elektrostatik eğirme düzeneğinde yüklü polimer moleküllerinin iletim ortamının hava olması nedeniyle dış etmenlerdeki değişikliklerden etkilenmesi kaçınılmaz olmaktadır. Bu nedenle sistemin laboratuvar ortamında ve kontrollü bir şekilde yapılması önem arz etmektedir. Tasarlanan sistemde iletim ortamının yalıtılması amacıyla saydam bir tür plastik türevi malzeme kullanılarak kapaklı bir koruyucu düzenek imal edilmiştir.

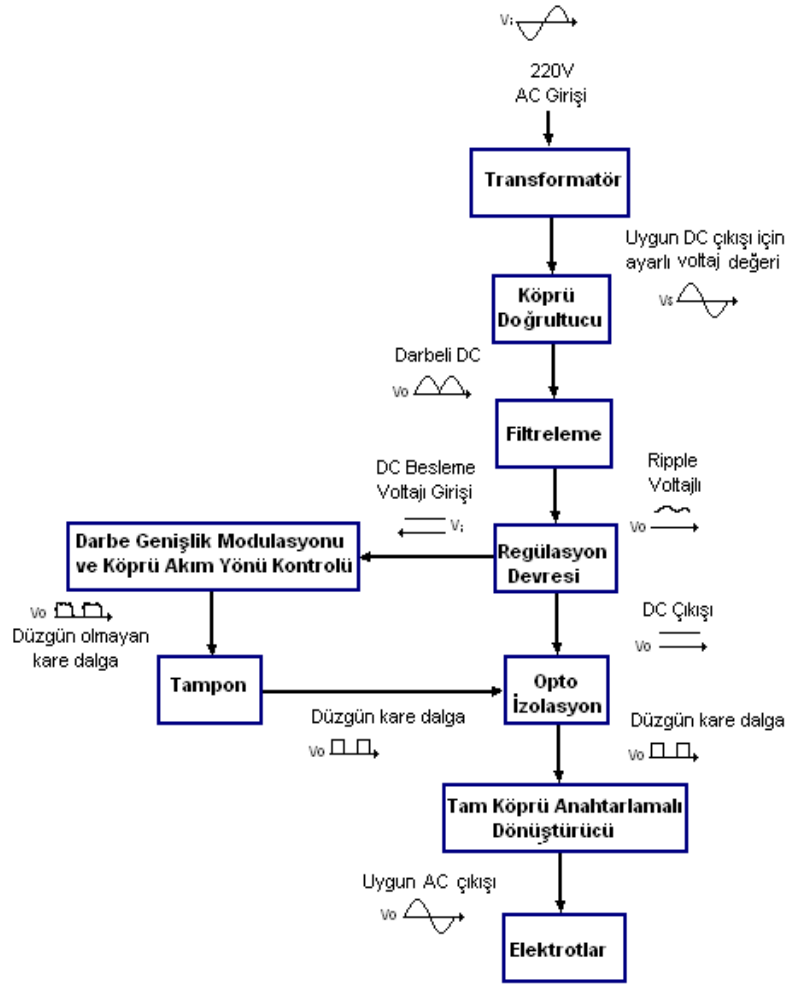
Sistemin mekanik aksamalarının genel bir görüntüsü Şekil 3.3'de görülmektedir.



Şekil 3.3. Özgün elektrostatik eğirme cihazının mekanik bölümü

3.1.2. Elektronik bölümler

Eğirme sisteminin elektronik olarak en temel bölümü ise yüksek gerilim güç kaynağıdır. Özgün olarak üretilen güç kaynağı ile DC yüksek gerilim beslemesi olarak 20KV_{DC} 'a kadar olan değerler elde edilebilmektedir. Sisteme ait blok çizim Şekil 3.4'de gösterilmiştir. Tasarlanan yüksek gerilim kaynağı, doğrultma bölümü, kontrol bölümü, güç kartı ve yüksek gerilim olmak üzere dört ana bölüm altında incelenebilir.



Şekil 3.4. Güç kaynağı blok diyagramı

3.1.2.1. Doğrultma bölümü

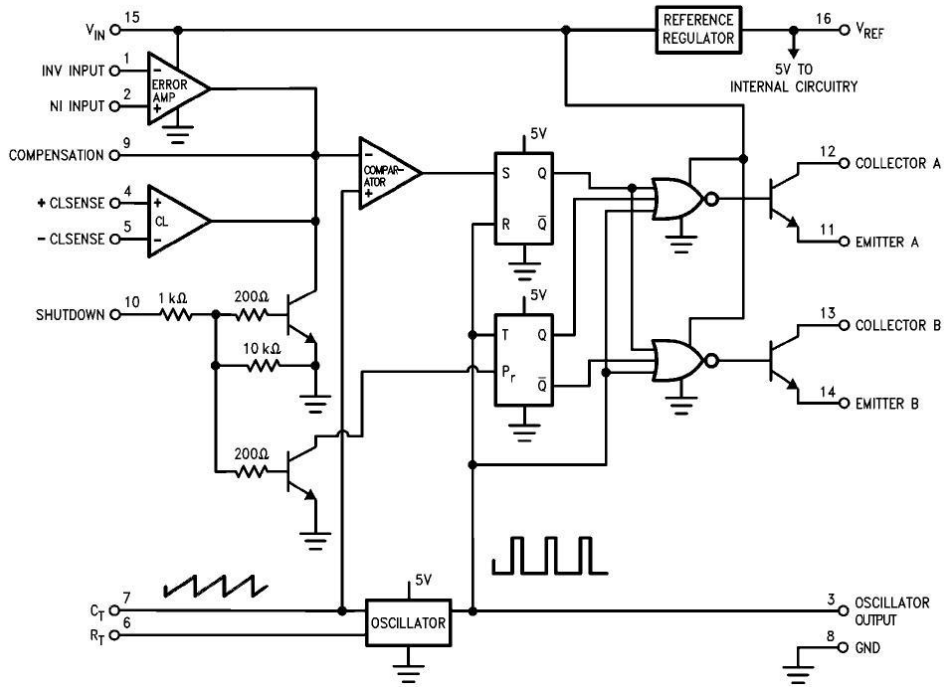
Bu bölümde yüksek gerilim kaynağı içerisinde bulunan güç katı ve kontrol katını beslemek amacıyla AC gerilimi DC gerilime çeviren birbirinden bağımsız iki adet güç kaynağı devresi tasarlanmıştır.

Güç katı için tasarlanan besleme devresi transformatör, köprü diyot ve kapasitelerden oluşan ve yaklaşık 300W gücünde, 40-50V değerinde gerilim üreten basit bir kaynaktır. Kontrol ünitesi için tasarlanan güç kaynağı ile oluşturulan besleme gerilimi ise güç katı bölümünde kullanılan her bir N kanal MOSFET'in birbirinden elektriksel olarak izole edilmiş olarak sürülmesi gerektiğinden birbirinden bağımsız 5 sargıdan oluşan bir transformatör yardımı ile elde edilmiştir.

Elde edilen gerilimleri doğrultmak üzere ise her sargıda ayrı bir köprü doğrultucu, süzgeç kapasitörü ve gerilim düzenleyici kullanılmış, böylelikle birbirinden bağımsız beş ayrı güç kaynağı elde edilmiştir. Her bir sargı $15V_{AC}$ ve yaklaşık 1 A verebilecek şekilde tasarlanmıştır. Bu kaynaklardan bir tanesi kontrol kartını beslemek, diğerleri ise optik yalıtımlı MOSFET sürücülerini beslemek için kullanılmıştır.

3.1.2.2. Kontrol bölümü

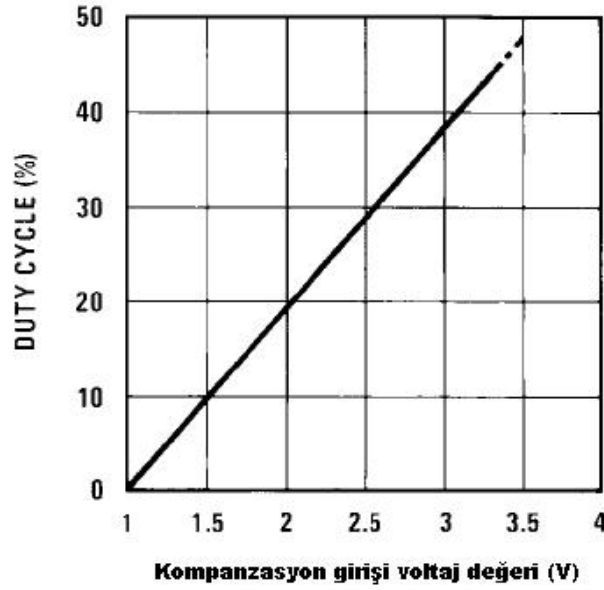
Kontrol kartı bölümü temelde anahtarlamalı güç kaynakları için tasarlanmış bir tümleşik devre olan LM3524 entegresinin darbe genişlik modülatörü olarak kullanılması esasına dayanmaktadır. LM3524 tümleşik devresi kendi üzerinde dışarıdan ayarlanabilir bir osilatör bulundurmaktadır. Osilatörün çalışma frekansı dışarıdan 6 ve 7 nolu pinler üzerinden bağlanan direnç ve kapasitörler aracılığı ile belirlenir (Şekil 3.5.).



Şekil 3.5. LM3524 devre şeması

Çalışma frekansının direnç ve kapasite ile değişimi yaklaşık olarak aşağıdaki ifade ile yaklaşık olarak hesaplanabilir.

Böylece darbe-genişlik modülasyonu regülasyon amaçlı değil, gücün istenilen değere elle ayarlanabilmesi için kullanılmıştır. Darbe-genişlik oranı, açılıp kapanma sırasında anahtarlama elemanlarının birbirini kısa devre etmemesi için, maksimum olarak %45 değerinde tümleşik devre üreticisi tarafından sınırlandırılmıştır. Şekil 3.7.'de kompanzasyon girişine uygulanan voltaj ile darbe-genişlik oranı değişimi "duty cycle" görülmektedir.

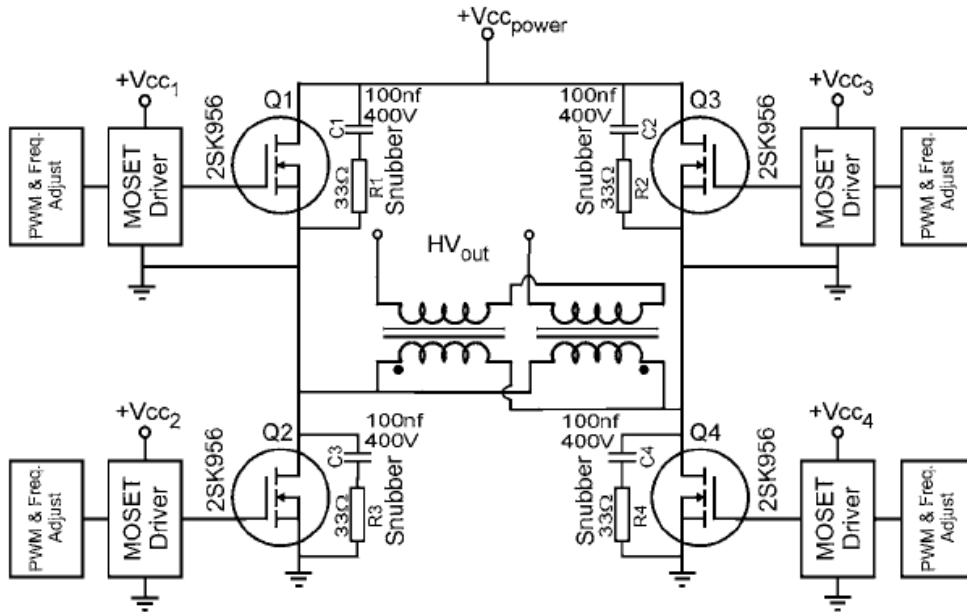


Şekil 3.7. Kompanzasyon girişine uygulanan voltaj ile darbe-genişlik oranı değişimi

Üretilen darbe-genişlik sinyali tümleşik devre içindeki bir mantık devresi aracılığı ile aralarında 180° faz farkı bulunan iki çıkıştan dışarı verilmektedir. Bu sinyal faz farkını bozmayacak şekilde, tampon olarak kullanılan bir "VE DEĞİL" (4093B) kapısını beslemektedir. Ayrıca bu mantık kapılarının çıkışları da yarım köprü eşlenik anahtarlama düzenine sahip olduğu için kapasitif yüklerin şarj ve deşarj edilmesi, tırmanma ve inme zamanının iyileştirilmesi açısından kullanım kolaylığı sağlar. Bu da optik yalıtım elemanlarında ışık kaynağı olarak kullanılan LED'in hızlı açılıp kapanması için önemlidir.

3.1.2.3. Güç kartı bölümü

Anahtarlama yöntemi ile çalışan yüksek gerilim üreticinin güç katında, anahtarlama tekniğinde tam köprü olarak bilinen devreden yararlanılmıştır. Bu bölümün çalışma prensibi 3.8'de verilmiştir. Optik yalıtımlı MOSFET sürücüleri, kontrol, güç ve yüksek gerilim katlarını fiziksel olarak birbirinden ayırır. MOSFET'lerin girişi tamamen kapasitif davrandığı için, önceki bölümde anlatıldığı gibi hızla şarj ve deşarj edilmeleri gerekir. MOSFET'lerde tırmanma ve inme zamanları kayıp enerji miktarını artırmaktadır. Bu enerji transistörler üzerinde ısı enerjisine dönüşerek anahtarlama elemanlarının sıcaklığının hızlı ve aşırı bir şekilde artmasına neden olmaktadır. Bu nedenle optik sürücülerin çıkışı da yarım köprü düzeninde üretilmiştir. İstenmeyen kapasitanslar yüzünden ani yüksek gerilim değerleri transistörlerin kolaylıkla bozulmasına neden olmaktadır.



Şekil 3.8. Güç kartı bölümü

Bu nedenle kullanılan MOSFET'ler 40-50V gerilim altında çalışmasına rağmen 800V, 9A yük altında çalışabilecek özellikte seçilmişlerdir. Bu da yeterli olmadığından ayrıca (snubber) olarak bilinen RC süzgeçleri her MOSFET'e bir filtre paralel olacak şekilde bağlanmışlardır. Şekil 3.8.' da verildiği gibi Q1-4 mosfetleri aynı anda iletimdeyken Q2-3 mosfetleri kesimdedir. Daha sonra Q1-4 mosfetleri kesime, Q2-3 mosfetleri iletime geçmektedir (Koçum and Ayhan, 2007).

Böylece transformatörler üzerinden sürekli birbirine zıt yönde akım geçmesi sağlanmıştır.

3.1.2.4. Yüksek gerilim bölümü

Bu bölümün tasarımında yüksek gerilim elde edilmesi amacıyla otomotiv endüstrisinde kullanılan 1:100 sarımlı transformatörler kullanılmıştır. Bu tür bobin yapılarında izolasyon açısından sağladıkları avantajlar nedeniyle polimer kaplama kullanılmaktadır. Güç kartı çıkış gerilimin 50 volt olduğu düşünülürken bobin çıkışında 5000V gerilim elde edilebilmektedir. Elektrostatik eğirme için bu değer düşük kalması nedeniyle iki transformatör seri bağlanarak gerilim iki katına çıkarılmıştır.

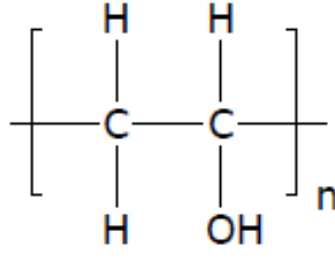
Bu üretilen yüksek gerilim sinyali alternatif olduğundan, ek olarak, 3 adet (1 nF, 20 kV) yüksek gerilim kapasitesi ve 4 adet (16kV) diyot aracılığıyla oluşturulan yarım dalga doğrultucu ile doğru akım sinyaline dönüştürülmüştür. Oluşabilecek en büyük akımı sınırlamak için yüksek güçlü 110 M Ω değerinde direnç toplayıcı plaka ile toprak arasına bağlanmıştır.

3.2. Elektrostatik Eğirme Yöntemi ile Nano Fiber Sentezi

Protez malzemelerinin mekanik performanslarının iyileştirilmesinde geçmişten günümüze çok çeşitli katkı malzemeleri kullanılmıştır. Sunulan bu çalışmada ise polimerik malzemelerin elektrostatik eğirme yöntemi ile nanofiber matlar formunda bir katman şeklinde katkı malzemesi olarak hazırlanması amaçlarımızdan biridir. Bu nanofiber matların oluşturulmasında kullanılan iki tip polimerle çalışılmıştır; PVA ve PE.

3.2.1. Nanofiber üretimi: Polimer PVA

Polivinilalkol ($M_w = 30.000$, Merck Chemicals), su ile 80°C de çözelti oluşturulabilen bir yapıdır. Sıcaklığı düştükçe viskozitesi artan bir özellik gösteren bu yapıdan farklı konsantrasyon ve iletkenlik değerlerinde nanofiber yapılar oluşturulmuştur. Polivinilalkole ait kimyasal yapı aşağıdaki şekilde gösterilmektedir (Şekil 3.9.).



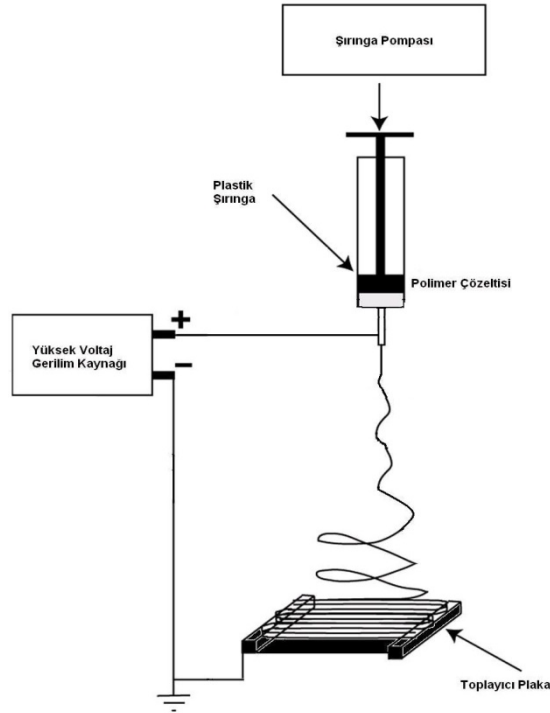
Şekil 3.9. PVA'nın kimyasal yapısı

PVA ile çeşitli sistem tasarımları ve parametreleri kullanılarak farklı fiber çapları ve düzenlenmelerinde matlar üretilmiştir. Gerçekleştirilen çalışmalar izleyen başlıklarda detaylı olarak anlatılmaktadır. Sistemde şırınga ucu - kollektör mesafesi 10 cm ve sistem voltajı 12 kV sabit olacak şekilde kullanılmıştır.

PVA kullanımının tercih sebepleri Bölüm 2.4.2.'de de detaylandırıldığı üzere düzenlenme çalışmalarında sıklıkla kullanılması ve kolay çalışılabilir olmasından kaynaklanmaktadır.

3.2.1.1. Düzensiz fiber üretimi: Polimer PVA

Sunulan tez çalışmasında, Bölüm 3.1.'de detaylı olarak anlatılan elektrostatik eğirme cihazı kullanılarak düzensiz fiberlerin üretimi gerçekleştirilmiştir. Çalışmada, ilk olarak hem polimer çözeltisinin konsantrasyonuna karar vermek hem de hiç manipüle edilmemiş fiber matlar elde etmek için ağırlıkça % 22.5 - 25 - 27.5 konsantrasyonlarında nanofiber üretimleri yapılmıştır. Sistemde hiç bir modifikasyon yapılmayarak ilk hali ile kullanılmıştır (Şekil 3.10.).



Şekil 3.10. Kullanılan elektrostatik eğirme sistem konfigürasyonu

Bu adımda hem literatürde rastlandığı üzere hem de uygulamada en küçük fiber çaplarının elde edilmesi sebebi ile ilerleyen adımlarda konsantrasyonun ağırlıkça % 25 oranında kullanılmasına karar verilmiştir (Koski et al., 2004).

3.2.1.2. Düzenli nanofiber üretimi: Polimer PVA

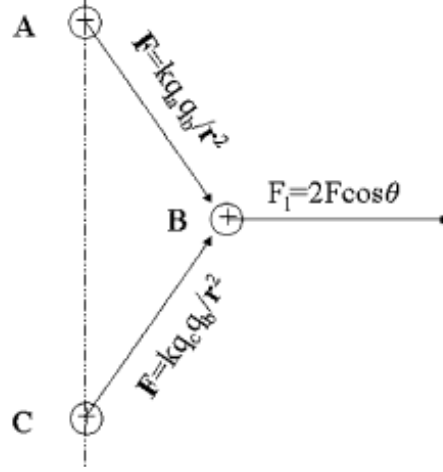
Çalışma kapsamında hazırlanan tasarımlarımız ve gerekçelerini açıklamadan önce fiber düzenlenmesi ile ilgili daha evvel literatürde yer alan stratejiler üzerinde durulacaktır. Bu ön bilgiler kullanılan sistemlerin seçiliş amaçlarıyla çalışma prensiplerini ortaya koymaktadır. Detaylandırılacak olan çalışmaların tamamı elektrik alanın manipülasyonuna odaklanmış yenilikçi çalışmalardır. Literatürde karşılaşılan diğer düzenlenme çalışmaları fiber jetin kaotik hareketinin engellenmesi ve fiber jetin yönlendirilmesinden çok mekanik tasarımlarla birikim sağlanarak sadece düz fiberler üretilmesini amaçlamaktadır. Oysaki elektrik alanın kontrol edilerek fiber jetlerin yönlendirilmesini içeren gerçekleştirilmiş ya da gerçekleştirilecek çalışmalarla fiber birikimlerine istenilen desen ve düzenlenmenin verilmesi mümkün olabilecektir.

Elektrostatik eğirme ile düzenli ağ yapılarının elde edilmesi üzerinde elektrik alanın değişken olarak kontrollü ağ yapılarının oluşturulmasında kullanıldığı dört önemli çalışma bulunmaktadır. Bunlar: J.M. Deitzel ve arkadaşları tarafından 2001 yılında yayınlanan “Controlled deposition of electrospun poly(ethylene oxide) fibers” (Deitzel et al., 2001). Geun Hyung Kim’e ait 2005 yılında yayınlanan “Electrospinning process using field-controllable electrodes” (Kim, 2006). Belan ve Craighead’e ait 2006 yılında yayımlanan “Control of an electrospinning jet using electric focusing and jet-steering fields” ve Ishii ve arkadaşları tarafından 2008 yılında yayımlanan “A new electrospinning method to control the number and a diameter of uniaxially aligned polymer fibers” isimli makalelerdir (Bellana and Craighead, 2006; Ishii et al., 2008).

2001 yılında M. Deitzel ve arkadaşları tarafından yayınlanan çalışmada şırınga iğnesi ile toplayıcı plaka üzerinde oluşan elektrik alanın yapısı incelenmiş ve elde edilen teorik sonuçlardan yola çıkarak alternatif bir sistem modeli oluşturulmuştur (Deitzel et al., 2001).

Elektrostatik eğirme hareketinin oluşumu, elektrik alan etkisi altında kalan şırınga iğnesi içersindeki, polimer iyonlarının pozitif olarak kutuplanarak toprak doğrultusunda hareket etmesiyle başlamaktadır. Bu etkileşim sonucunda pozitif yükler iğne ucunda toplanır. Eğer uygulanan gerilim yeteri kadar büyükse elektrostatik kuvvet polimer yüzey gerilimini yenerek toprağa doğru akışı başlatır. M. Deitzel ve arkadaşları çalışmalarında Quick field programını kullanılarak tipik bir elektrostatik eğirme sisteminde, polimer jetinin hareket yörüngesi boyunca, oluşan elektrik alanının yapısının bilgisayar benzetimini gerçekleştirmişlerdir (Deitzel et al., 2001).

Toplayıcı plakaya doğru gerçekleşen akış, başlangıçta şırıngadan çıkan çözelti üzerindeki elektrik alan şiddetinin büyüklüğüne bağlı olarak bir süre düzgün doğrultuda gerçekleşir. Bu hareket sırasında Polimer jetinin içersinde bulunan eş yüklü iyonlar arasında elektrostatik etkileşimler meydana gelir. Söz konusu elektrostatik kuvvet, elektrostatik eğirme tekniğinde görülen kaotik ve spiral hareketin başlamasını tetikler.



Şekil 3.11. Eş yüklü parçacıklar arasında oluşan elektrostatik kuvvet

Şekil 3.11. jet yapısı içerisinde oluşan elektrostatik kuvveti basit bir örnekle açıklamaktadır. Eş yüklü A ve C parçacıkları ile B parçacığı arasında $F_1 = 2F \cos \theta$ ile ifade edilen bir elektrostatik kuvvet oluşur. Benzer şekilde jet içerisinde bulunan tüm parçacıklar arasında oluşan bu F_1 kuvveti karşıt dengeleyici bir kuvvet ile karşılaşmadığında katlanarak artar ve jet'in kaotik ve spiral hareketinin başlamasına neden olur.

J.M. Deitzel ve arkadaşları Elektrostatik eğirme sisteminde ortaya çıkan kaotik hareketin yüklü parçacıklar arasındaki elektrostatik etkileşim kaynaklı olması nedeniyle sisteme uygulanan elektrik alan yapısını değiştirerek kaotik hareketin bastırabileceği fikrini ortaya atmışlardır (Deitzel et al., 2001).

Çalışmada oluşturulan yeni sistem ile elektrik alan bakır halkalar yardımıyla toplayıcı plakaya doğru odaklanarak polimer jetinin kaotik hareketinin bastırılması hedeflenmiştir. Gerçekleştirilen deneylerde elektrik alanının etkisi kuvvetlendirmek için toplayıcı plaka negatif gerilimle yüklenmiştir. Odaklama sistemi için 10'ar cm çapında 8 adet bakır halka, 1.9 cm aralıklarla jetin hareket yörüngesi doğrultusunda toplayıcı plakaya paralel olarak yerleştirilmiş ve 4-5 kV değerlerinde gerilim uygulanmıştır. Yüksek hızlı kamera kullanılarak toplayıcı plakadan 10 cm yükseklikteki bir noktada elde edilen görüntüler bakır halkalara uygulanan gerilim artırıldığında jet yapısındaki kaotik hareketin bastırıldığı ortaya koymuştur.

Araştırma sonucunda sentezlenen nano fiber lif çaplarının standart elektrostatik eğirme tekniklerine oranla azaldığı (400 nm'den – 270 nm'ye) ve jet saçılmasının indirgenmesi ile oluşan fiber yığın çapının 7 cm'den 1 cm'ye düştüğü görülmüştür.

Geun Hyung Kim tarafından 2005 yılında yayınlayan araştırmada polimer jet'inin tek ekseninde düzgün doğrultuda diziliminin sağlanması hedeflenmiştir (Kim, 2006). Nano fiber lif yapısının elde edilmesi amacıyla kurulan deneysel sistem iki ana bölümden oluşmuştur:

- Yardımcı bir elektrot aracılığı ile şırınga iğnesinden saçılan polimer jet'inin kaotik hareketinin bastırılması
- Toplayıcı plaka üzerine yerleştirilen paralel elektrotlar tarafından oluşturulan değişken elektrik alan ile fiber lif oluşumunun kontrol edilmesi

Şırınga iğnesinden toplayıcı plakaya doğru hareket eden yüklü parçacıkların Taylor konisi yapısından ayrıldıkları andaki kararlılığı, jet yapısındaki akışkanlık, yüzey gerilimleri, elektrostatik kuvvet, hava sürtünmesi ve yer yer çekimi gibi sınır değer değişkenlerine bağlıdır. Jet'in başlangıç anından toplayıcı plakaya kadar olan yol boyunca iç ve dış kuvvetlerin etkisi altındaki davranışını tanımlamak için elektrik alan yoğunlaşma faktörü (EFCF, Electric field concentration factor) kullanılabilir. EAYF, kaotik hareket yapan çözeltilerin spiral eksen boyunca yakınsama derecesinin bir ölçütü olarak ifade edilir.

$$EAYF = \left(\frac{E_x}{\sqrt{E_x^2 + E_y^2 + E_z^2}}, \frac{E_y}{\sqrt{E_x^2 + E_y^2 + E_z^2}}, \frac{E_z}{\sqrt{E_x^2 + E_y^2 + E_z^2}}, \right) \cdot \left(\frac{x}{\sqrt{x^2 + y^2}}, \frac{y}{\sqrt{x^2 + y^2}} \right) \quad (2)$$

E_x, E_y, E_z Elektrik alan bileşenlerini, x ve y ise sistemin merkezine olan uzaklığın Kartezyen koordinatlar cinsinden ifadesini göstermektedir. EAYF -1 ila 1 arasında değerler almaktadır. Pozitif değerler, elektrik alan vektörlerinin ilgili koordinatlarda

dışa doğru yönelim, negatif değerler ise de içe doğru yönelim gösterdiğini ifade etmektedir.

İlgili çalışmada elektrostatik eğirme sistemi için EAYF değerlerinin hesaplanmasında ANSYS/Emag-3D yazılımı kullanılmıştır. Benzetim adımlarında elektrik alan şiddeti 0.8 kV/cm olarak alınmış ve 1 mm yarıçapında (r) - 15 mm uzunluğunda şırınga iğnesi ile 1mm kalınlığında - 13 mm yarıçapında (R) silindirik yapıda olan bir yardımcı elektrot kullanılmıştır. Çalışma neticesinde yardımcı elektrot kullanılarak gerçekleştirilen benzetimlerde, polimer çözeltisinin şırınga iğnesinden ayrılarak toplayıcı plakaya doğru yaptığı hareketi başlattığı anda sistemin yakınsama değerinin arttığı görülmüştür. r/R oranı arttırıldığında jet yörüngesinin başlangıç anlarındaki (~ 0.1) EAYF değerinin düzgün ve doğrusal jet hareketi için istenen değer olan 0'a yakınsadığı gözlenmiştir.

Çalışma sırasında %8'lik derişime sahip PCL çözeltisi kullanılmıştır. Toplayıcı plaka ile iğne arasında mesafe 15 cm'dir. İğne ucuna ise 14 kV'luk bir gerilim uygulanmıştır. Deneysel sonuçlar bilgisayar benzetimi ile elde edilen sonuçlar doğrultusunda gerçekleşmiş ve jet yapısının kararlılığının arttığı gözlenmiştir.

Elektrik alanın polimer jetlerinin kontrolü amacıyla kullanıldığı bir başka çalışmada Belan and Craighead tarafından 2006 yılında gerçekleştirilmiştir (Bellana and Craighead, 2006). Gerçekleştirilen deneysel araştırmada polimer çözeltisini barındıran şırınga ile toprak arasındaki bölgeye, jetlerin gösterdiği kaotik davranışı denetim altına almak için bir elektrot yerleştirilmiştir. Böylelikle daha küçük çaplarda fiber liflerinin kontrol edilebilir bir şekilde sentezi hedeflenmiştir. Elektrot aracılığıyla zamana bağlı değişken ikincil elektrik alan oluşturularak çevrimsel hareketle toplayıcı plakaya yönelen yüklü polimer jetlerinin yönlerinin değiştirebilirliği araştırılmıştır.

Belan and Craighead'in tasarladığı sistemde %20 derişimli PEO (Polyethylene Oxide) çözeltisi, şırınga pompası yardımı ile dakikada 2-3 μl hızla 6 cm uzaklıkta bulunan toplayıcı plakaya doğru hareket ettirilmiştir (Bellana and Craighead, 2006). Çözeltiye 18 kV değerinde yüksek gerilim uygulanmıştır.

Yürütülen çalışmada standart elektrostatik eğirme yapısına ek olarak polimer çözeltisinin bulunduğu iğne ucundan yaklaşık 3.5 cm uzaklığa 3,5 cm çapında ve

üst bölümü 4 boğumdan oluşan bakır bir conta yerleştirilmiştir. Contanın 2 bölümüne polimer jetini odaklamak amaçlı yüksek DC gerilim uygulanırken diğer bölümlere jetin hareketini yönlendirmek için zamanla değişen gerilim uygulanmıştır. Sistem jet hareket doğrultusunu sadece uygulanan zamana değişken gerilimine bağlı olarak değiştirmektedir.

Çalışmada kullanılan odaklama/yönlendirme sistemi için iki farklı yapı oluşturulmuştur. İlk sistemde VTK (Veri toplama kartı) aracılığıyla bilgisayar üzerinden kontrol edilen 2 adet yüksek voltaj rölesi aracılığıyla odaklama gerilimi (10 kV) ile toprak arasında anahtarlama işlemi gerçekleştirilmiştir. Kullanılan bakır conta kalınlığı ise 2 mm olarak seçilmiştir.

İkinci yapıda daha yüksek jet saptırması elde etmek amacıyla conta kalınlığı 4 mm'ye çıkarılmış ve elektronik devre yapısı yeniden oluşturulmuştur.

Sistemde VTK'ın analog çıkışları kuvvetlendirilerek vakum tüpüne bağlanmış ve yüksek gerilimin anahtarlama için kullanılmıştır. Yüksek gerilim kaynağından gelen hat üzerine 20 M Ω direnç konularak sistemden akan akım sınırlandırılmıştır. (Eklenen direnç, sistemin zaman yanıtına ait zaman sabitini 0.5 ms ile kısıtlamıştır.)

Deneyler sonucunda elde edilen fiberler TEM ve Atomik Kuvvet Mikroskobu (AFM, Atomic Force Microscope) kullanılarak görüntülenmiştir. Görüntüler incelendiğinde, deneyler sonucunda 100 μ m genişliğinde fiber yapılarının oluştuğu ve jet hareketinin yeterince iyi bir şekilde yönlendirilemediği gözlenmiştir.

İkinci elektronik düzenek ile jet yapısının daha iyi bir şekilde hedeflenen doğrultuda yöneldiği gözlenmiştir. TEM görüntülerinde yaklaşık 1 cm uzunluğunda fiber yapılarının oluştuğu gözlenmiştir.

Deneyler jetin istenen şekilde yönlendirilmesi amacıyla döndürme hızının jetin toplayıcı plakaya doğru hareket hızından daha yüksek tutulması gerektiği ortaya koymuştur.

Belan and Craighead'in çalışmalarında elde ettiği sonuçlar yüksek gerilim altında yüklenen polimer jetlerinin yine başka bir elektrik alan oluşturan elektrot yardımı ile yönlendirilebileceğini göstermiştir (Bellana and Craighead, 2006).

Ishii ve arkadaşları fiber yapısının kontrol edilebilirliği üzerine gerçekleştirdikleri çalışma sonucunda tek eksende benzeş dizilime sahip fiber yapıları elde etmişlerdir (Ishii et al., 2008). Oluşturulan deneysel sistemde elektrostatik eğirme düzeneğinin toplayıcı bölümüne değişken davranış gösterebilen toplayıcı plakalar eklenerek, şırıngadan saçılarak ilerleyen polimer çözeltisinden nano lif oluşumu sağlanmıştır. Söz konusu araştırmada fiber ağ yapısının düzenlenme konusundaki ilerleme açıkça görülmektedir.

Çalışmada polimer çözeltisinin bulunduğu şırınga 6 kV'lık bir gerilim kaynağı ile yüklenmiştir. Toplayıcı ile şırınga arasında 10cm'lik bir mesafe bırakılmış ve şırınga pompasının hızı 0.5 l/saat olarak ayarlanmıştır. Düzeneğin literatürde yer alan diğer araştırmalardan ayrılan bölümü ise iki farklı paslanmaz çelik malzemeden oluşan bir toplayıcı kısma sahip olmasıdır (C1 ve C2). Toplayıcılardan biri ikinci bir gerilim kaynağı ile (~500 V) yüklenirken diğeri mekanik anahtar yardımı ile R direnci üzerinden topraklanmıştır. Deney sırasında polimer jetlerinin yüksek gerilime sahip olan toplayıcı plakalara yöneldiği gözlenmiştir. Mekanik anahtar yardımı ile C1 ve C2 plakaları arasında gerilim değişimi sağlanarak her iki plaka arasında fiber lif yapısı oluşturulmuştur.

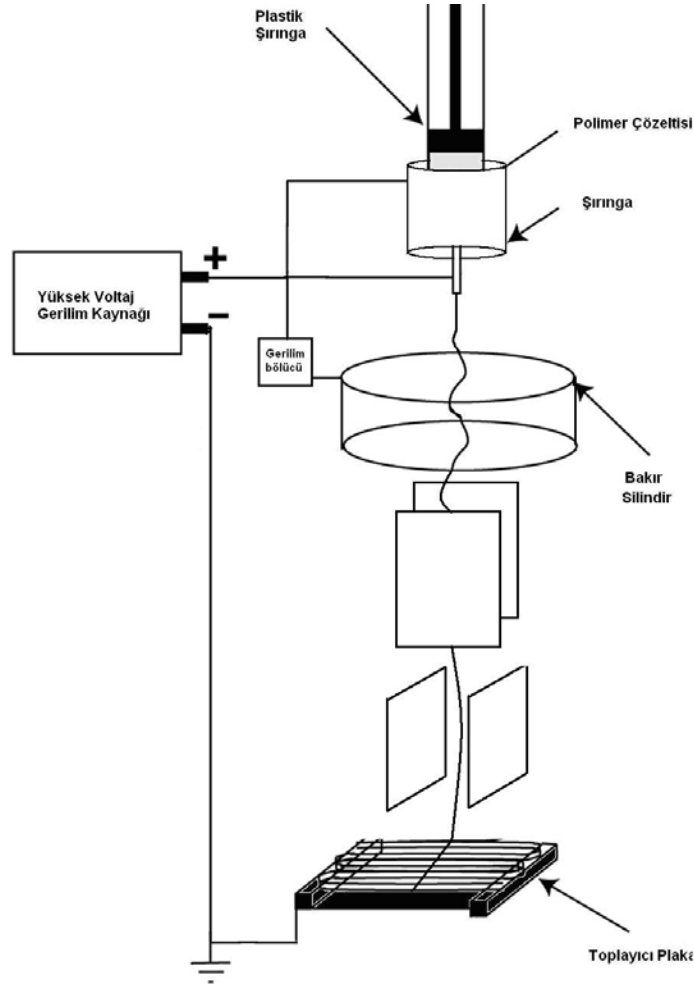
Sonuç olarak daha önce yapılan çalışmalar özetlenecek olursa;

- Polimer jetinin Taylor konisini oluşturarak sistemi terk ettiği noktada silindirik bir yardımcı elektrot kullanılarak ilk hareketindeki kaotik durumun azaltılması ve fiber saçılımının bastırılması,
- Polimer jetinin havadaki kaotik hareketinin yine silindirik yardımcı elektrot kullanılarak daha kararlı uçuşmasını sağlamak,
- Polimer jetinin levha tasarımları ile farklı yönlere saptırılması ve yönlendirilmesini sağlayarak istenilen desende fiber üretimleri amaçlanmıştır.

Bu aşamada anlatılan çalışmaların genel prensip ve mantığı kullanılarak özgün bir sistem tasarımı ortaya konmuştur.

Detaylandırılan fiber düzenlenme sistemleri ve düzenekleri incelenerek genel bir alt yapı elde edilmiştir. Hem daha önceden literatürde incelenen odaklayıcı sistemler hem de özgün olarak tasarlanan sistem kombine edilerek hibrid bir sistem tasarımı oluşturulmuştur. Gerçekleştirilen bu sistem tasarımı ile ideal olarak

yardımcı silindirik elektrotlarla kaotik hareketin bastırılarak, saptırıcı levhalar ile de fiberlerin yönlendirilmesi hedeflenmiştir. Bu amaçla kullanılması öngörülen sisteme ait şematik görünüm Şekil 3.12.'de detaylı olarak görülmektedir.



Şekil 3.12. Çalışmada kullanılan fiber düzenleme sistemine ait şematik görünüm

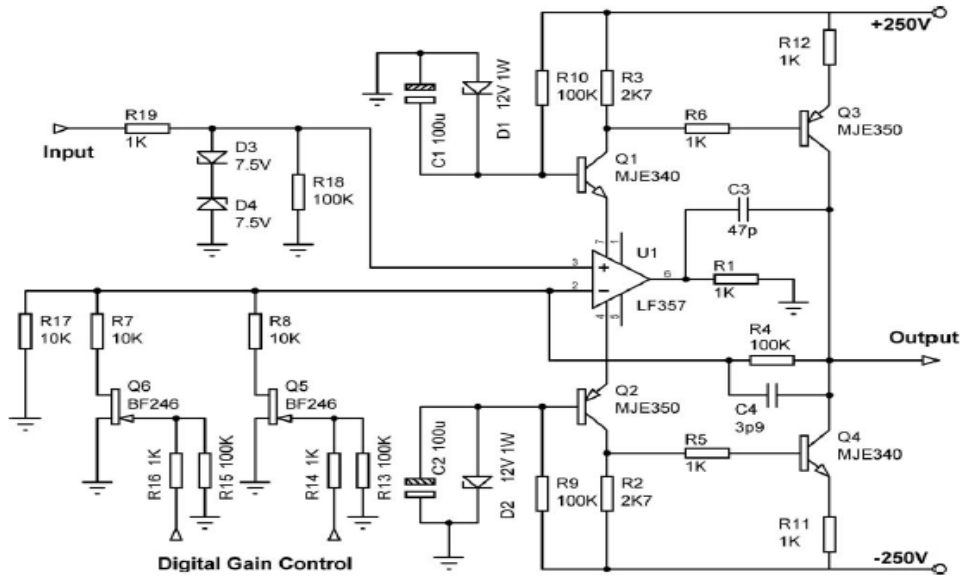
Bu sistem üzerinde farklı çaplar ve kalınlıklarda iki silindirik halka ve esas saptırmanın yapıldığı aynı ekseninde ikişer adet dikdörtgen şeklinde levha bulunmaktadır. Yapılan optimizasyon çalışmaları sonucunda ilk halkanın çapı 3 cm ve boyu 3 cm olarak seçilmiş olup yüksek voltaj kaynağından gelen gerilim ile beslenmektedir. Bu halka ilk odaklamayı gerçekleştiren saçılımı bastırıcı görev görmektedir. Halkanın konumu şırınga ucundan 0.5 cm yukarda kalacak şekilde yerleştirilmektedir.

İkinci halka ise 1 cm kalınlığında ve 10 cm çapında yüksek voltaj kaynağı geriliminin yarısı kadar bir değerle yüksek watt değerlerine sahip bir gerilim bölücü

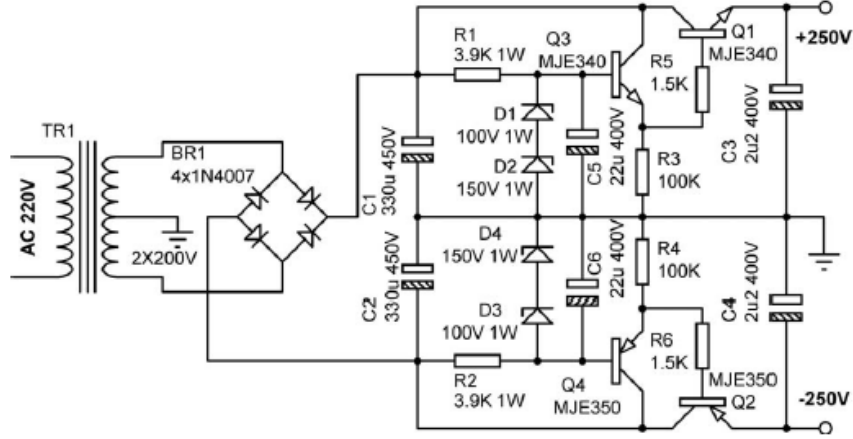
üzerinden beslenmektedir. Şırınga ucundan 3.5 cm aşağıda olacak şekilde konumlandırılmaktadır.

Son kısım olan saptırıcı levhalar aynı ekseninde bulunan ikişer adet dikdörtgen şeklinde bakır levhadan oluşan beslemesini farklı iki güç kaynağından alan özgün yapıdır. Bu levhalar sistemi ikinci odaklayıcı halkanın 5 cm altında olacak şekilde konumlandırılarak çalışmalar gerçekleştirilmiştir. Levha ve halka sistemlerin detaylandırılan şekilde konumlandırılması daha önce farklı bir çalışmada simülasyon olarak da incelenen elektrik alan çizgilerinin birbirini engellemeyeceği optimum noktalar bulunarak yerleştirilmiştir (Karatay and Dogan, 2011).

Levhalar sistemine ait iki güç kaynağı birbirinin aynısı olup ikişer levhayı ayrı olarak beslemektedir. Güç kaynağı temelde iki bölümden oluşmaktadır. İlk kısım giriş sinyalini istenilen oranda yükselten ve dijital olarak kazancı ayarlanabilen yükselteç katı (Şekil 3.13.) ile bu yükselteç katını besleyen şebeke katından (Şekil 3.14.) oluşmaktadır (Kocum, 2011).



Şekil 3.13. Yükselteç katı

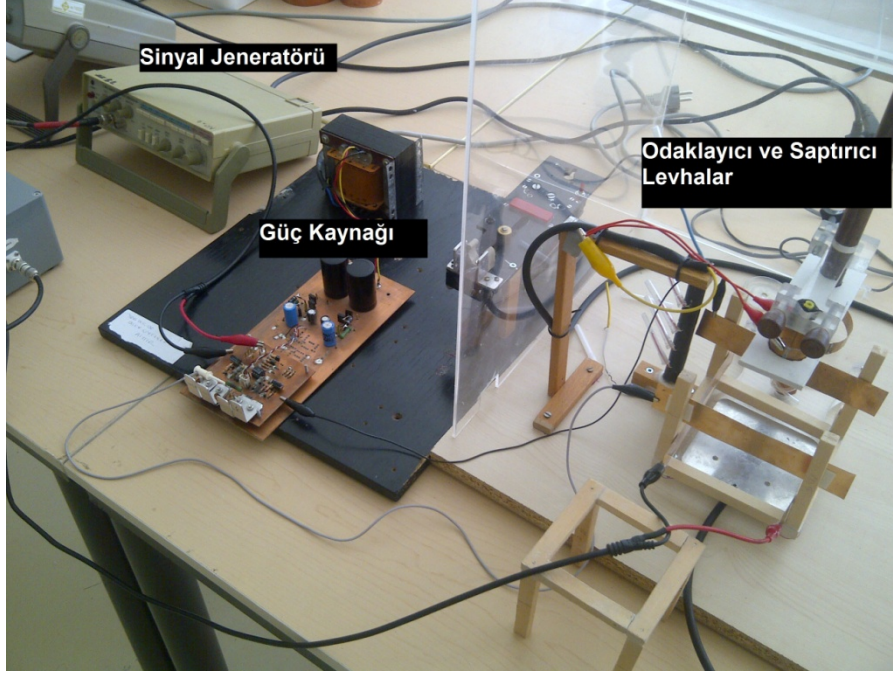


Şekil 3.14. Yükselteç besleme katı

Bu güç kaynağı ara bağlantı elemanı olup sadece istenilen saptırıcı sinyal voltajının yeterli bir seviyeye yükseltilmesinde kullanılmıştır. Saptırma işini yapan esas kısım ise sinyal jeneratörleridir. Sinyal jeneratörlerinin çıkış uçları bu güç kaynağına bağlanarak gerekli yükseltme yapılarak fiber yapılar saptırılmaya çalışılmıştır.

Sinyal jeneratörlerinde kullanılan sinyal tipi üçgen (rampa) sinyaldir. Bu sinyalin kullanılma amacı osiloskopların da temelini oluşturan elektronların saptırıldığı paralel levhaların besleme mantığı ile aynıdır. Bu mantık kullanılarak fiberler de saptırılmaya çalışılmıştır.

Saptırıcı levhalara ait besleme devrelerine ait genel bir görüntü Şekil 3.15'de görülmektedir.

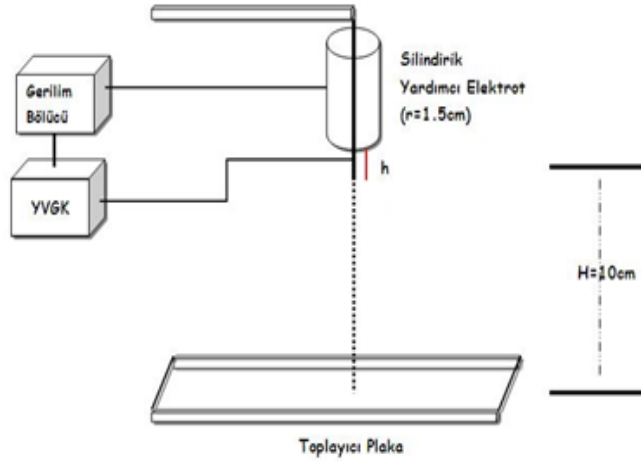


Şekil 3.15. Fiber düzenleme sistemine ait genel bir görüntü

Kullanılması öngörülen bu sistemin son hali kullanılmadan önce her bir bölüm ayrı ayrı incelenmiş ve yarattığı etkiler kademe kademe gözlemlenmeye çalışılmıştır. Çalışmalar sırasında ilk olarak Tasarım 1 adı verilen sadece ilk odaklayıcı halka ile gözlemler ve incelemeler yapıldıktan sonra Tasarım 2 adı altında iki odaklayıcı halkayı da içeren yeni sistem durumuna geçilmiştir. Ancak bu adımda Bölüm 4.2.1.4.'de daha detaylı olarak anlatılacağı üzere fiber oluşturulabilmiş ancak çalışmanın kompozit uygulamalarında kullanmak için uygun fiber mat elde edilememiştir. Dolayısıyla süreç içerisinde bu halkanın kullanımından vazgeçilerek Tasarım 3 adı altında ilk odaklayıcı halka ile saptırıcı ve yönlendirici levhaları içeren yapı kullanılmıştır. Aşağıda bu tasarımlara ait daha detaylı bilgilerle, bu tasarımların şematik görünümleri yer almaktadır.

Düzenli fiber üretimi: Polimer PVA, Tasarım 1

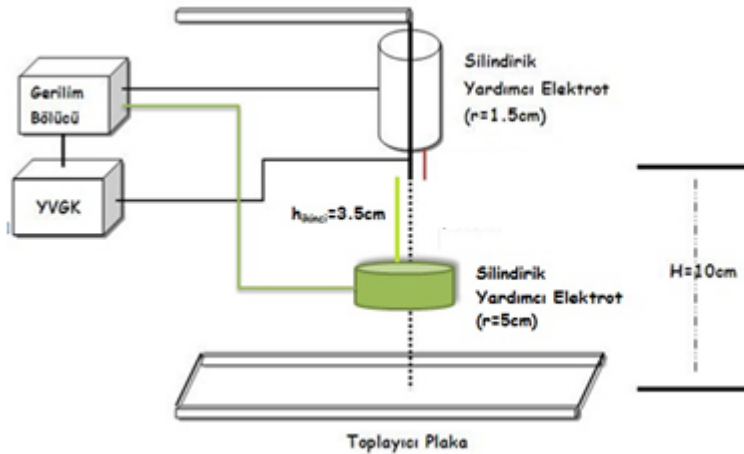
Gerçekleştirilen ikinci adım çalışmada Bölüm 3.2.1.2 içerisinde bahsedilen ilk odaklayıcı silindirik halka kullanılarak PVA nanofiber örnekler ve matlar elde edilmiştir. Kullanılan halka bakır bir levhadan hazırlanmış olup şırınga ucu ile silindirik halkanın alt ucu arasındaki mesafe Bölüm 3.2.1.2 içerisinde bahsedildiği üzere EAYF oranının en fazla olabilmesi için 0.5 cm olarak seçilmiştir (Şekil 3.16.). Bununla birlikte halkanın DC odaklama voltajı elektrostatik eğirme cihazının voltajı ile aynı kullanılmıştır.



Şekil 3.16. Düzenli fiber üretimi için kullanılan sistem tasarımı (Tasarım 1)

Düzenli fiber üretimi: Polimer PVA, Tasarım 2

Çalışmanın bir sonraki adımında ilk halka ile birlikte ikinci bir odaklayıcı bakır halka kullanılmıştır. Bu halka ile amaçlanan odaklamayı artırarak fiber saçılımlarını daha fazla bastırarak düzenlenmeye katkıda bulunmaktır. Bu adımda ikinci odaklayıcı halka şırınga ucundan 3.5 cm aşağıya yerleştirilerek beslemesi ise bir gerilim bölücü kullanılarak sistem voltajının yarısı verilerek odaklama yapılmaya çalışılmıştır (Şekil 3.17.). Çalışma sonucunda odaklanmış nanofiberler elde edilirken, fiber mat elde edilememiştir.

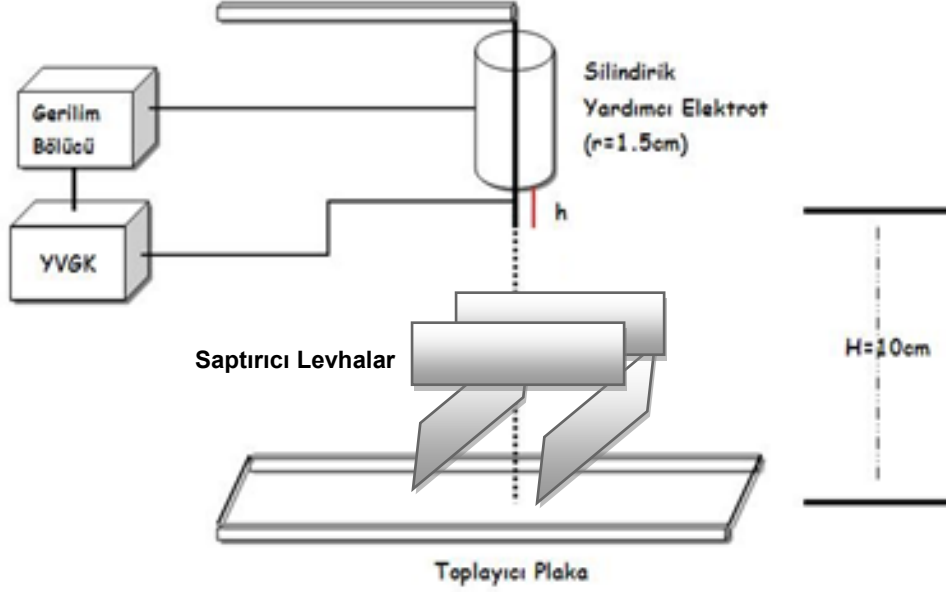


Şekil 3.17. Düzenli fiber üretimi için kullanılan sistem tasarımı (Tasarım 2)

PVA Düzenli fiber üretimi: Polimer PVA, Tasarım 3

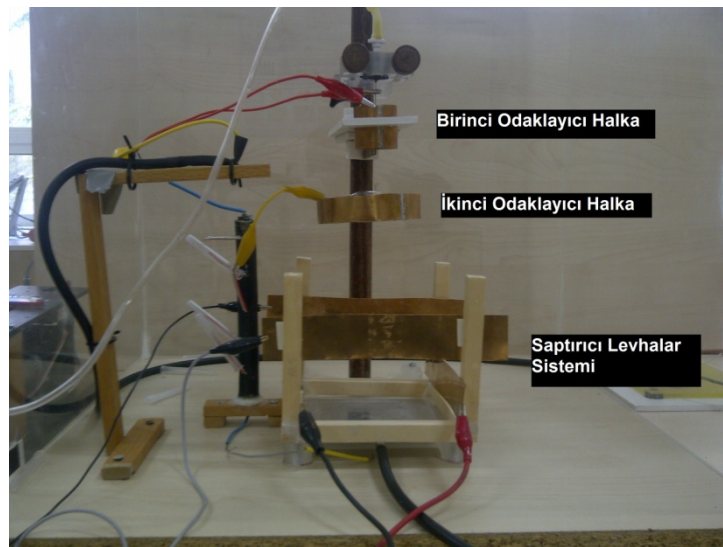
Çalışmanın PVA için son adımında Tasarım 2'de fiber mat elde edilememesi sebebiyle ikinci odaklayıcı halka yerine özgün fiber düzenlenme sistemi

yerleştirilmiştir. Kullanılan bu sistem tasarımı ile diğer tasarımlara göre daha düzenli fiber birikimleri elde edilmesi amaçlanmıştır (Şekil 3.27.). Bu çalışmanın sonucunda da hem nanofiberler hem de fiber matlar elde edilmiştir.



Şekil 3.18. Düzenli fiber üretimi için kullanılan sistem tasarımı (Tasarım 3)

Tasarım 2'de fiber mat üretilenmiş olsa da son olarak çalışmada öngörülen sistem tasarımı ile de deneysel çalışmalar gerçekleştirilmiştir. Kullanılması öngörülen halkalar ve levhalar sistemine ait genel bir görüntü Şekil 3.19'de görülmektedir.

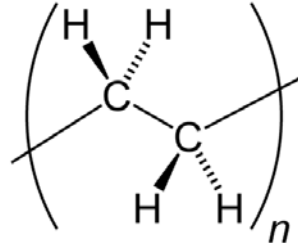


Şekil 3.19. Halkalar ve levhalar sistemi

Ancak bu sistemde sonuç daha da olumsuz olarak gözlemlenmiş fiber üretimi dahi yapılamamıştır.

3.2.2 Fiber üretimi: Polimer PE

Polietilen, çok çeşitli ürünlerde kullanılan bir termoplastiktir. İsmi monomer haldeki etilenden alır, etilen kullanılarak polietilen üretilir. Plastik endüstrisinde genelde ismi kısaca PE olarak kullanılır. Kimyasal yapısı aşağıdaki gibidir (Şekil 3.20.).



Şekil 3.20. PE'nin kimyasal yapısı

Sunulan çalışma içerisinde iki tip PE kullanılmıştır. Öncelikle çalışmalara yüksek yoğunluklu polietilen ile başlanmıştır. Bölüm 2.4.2.'de de detaylandırıldığı üzere PE iyi mekanik özellikleri ve dayanıklı yapısı nedeniyle tercih edilmiştir. Ayrıca PE nanofiber çalışmalarının azlığı ve ticari PE'lere bir alternatif getirilmesi gibi konular da tercih nedenlerinden olmuştur

3.2.2.1. Yüksek yoğunluklu polietilen (HDPE) ile fiber üretim denemeleri

HDPE (Sigma Aldrich, Melt index = 44 g/min) yapısı yüksek sıcaklıklarda çözünebilen (120°C ve üstü) su ve alkol türevlerinde çözölemeyen mekanik dayanımı yüksek bir malzemedir. HDPE çözeltisi hazırlamak için 120°C ve üstü bir sıcaklıkta p-ksilen kullanılmıştır. Elektriksel iletkenliğinin düşük olması sebebi ile de (T-BAHS) tuzu çözeltiliye eklenerek iletkenliğin artırılması sağlanmıştır.

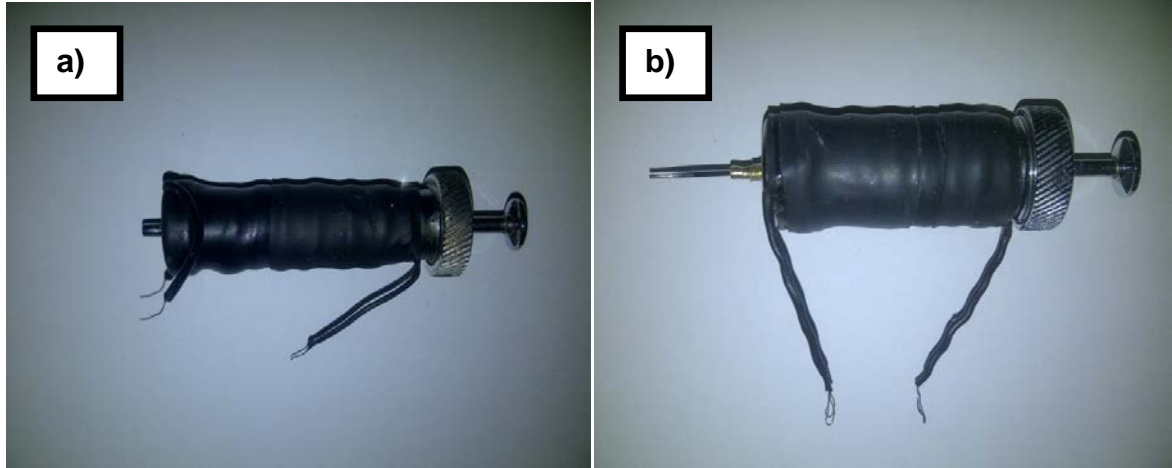
HDPE ile gerçekleştirilen ilk çalışmalarda Yoshioka ve arkadaşları tarafından yapılan çalışmalardaki çözelti konsantrasyonu ve katları temel alınmıştır (Yoshioka et al., 2010). Bu sebeple beherlerde ağırlıkça % 3 - 6 - 9 konsantrasyonları kullanılarak çözeltiler hazırlanmış ancak bu çözeltilerin vizkozitelerinin çok düşük

olması sebebi ile elektrostatik eğirme için kullanılamamıştır. Gerçekleştirilen bir sonraki adımda ağırlıkça % 15 - 18 - 24 konsantrasyonları denenmiş sadece ağırlıkça % 15'lik konsantrasyonda homojen bir çözelti elde edilebilmiştir. Bundan sonraki tüm adımlarda bu konsantrasyon kullanılmıştır.

Konsantrasyon çalışmalarından sonra fiber üretme çalışmalarına geçilmiştir. Gerçekleştirilen ilk adımda PVA nanofiber üretiminde kullanılan plastik aksamlar ile denemeler yapılmış ancak HDPE çözeltisinin 120°C'nin altına indiği anda akışkan formunu kaybederek hemen katılaştığı görülmüştür. Bu sebeple HDPE çözeltisinin hem sabit sıcaklıkta kalabileceği hem de iletken özelliğe sahip metal bir ısıtıcı şırınga sistemi tasarımı gerçekleştirilmiştir.

Isıtıcı tasarımı

Gerçekleştirilen bu ısıtıcı tasarımında amaç hazırlanan çözeltilerin sıcaklığının sabit tutulması ve elektrostatik eğirme sisteminde kullanabilmek için de iletken bir yapıya sahip olabilmesidir. Bu sebeple sistemin polimer çözeltisini tutan kısmı için farklı iki tasarımda ve iki boyutta metal şırıngalar yaptırılmıştır (Şekil 3.21.).



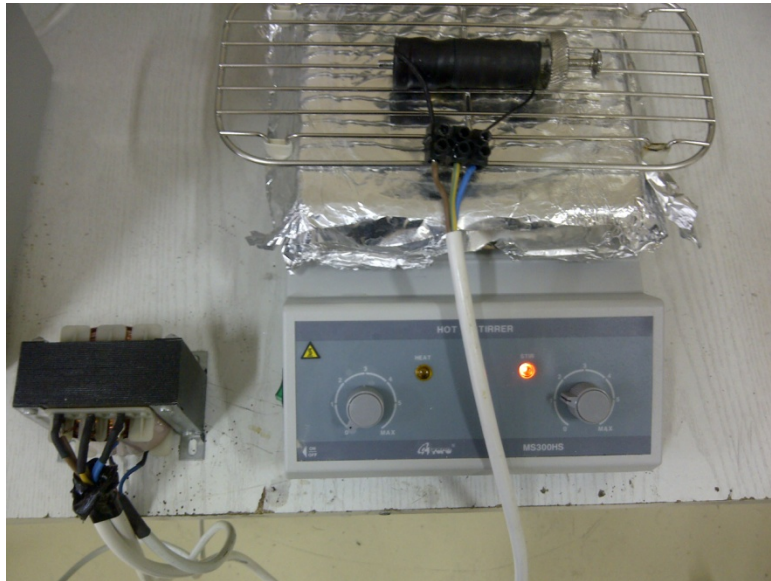
Şekil 3.21. Şırınga tasarımları a) İğnesiz şırınga, b) İğneli şırınga

Bu şırıngalar DC voltaj verilerek ısı vermesi sağlanacak tungsten tel ile sarılarak iki ucu açık bir şekilde bırakılmıştır. Tasarımın diğer kısmı için şebeke voltajını düşürecek değişebilir bir transformatör (Varyak) ile bu transformatörün çıkışını hem sabit bir değere indirgeyecek ($V \leq 24V$) hem de elektriksel olarak sistemde tampon görevi göreceği ikinci bir transformatör kullanılmıştır (Şekil 3.22.).



Şekil 3.22. Isıtıcı voltajının ayarlandığı transformatörler

Bu iki parçalı sistem birleştirildiğinde istenen özelliklerdeki ısıtıcı sistem elde edilmiştir. Çözeltinin daha hızlı ve homojen olarak hazırlanabilmesi için ise şırıngalar içerisine manyetik balık atılarak şırınga manyetik karıştırıcı üzerine yerleştirilerek kullanılmaktadır (Şekil 3.23.). Bu aşamadan sonra ise uygun çözelti hazırlandığında şırınga sistemden sökülerek elektrostatik eğirme cihazına bağlanmaktadır.



Şekil 3.23. Manyetik karıştırıcı üzerine yerleştirilen ısıtıcı şırınga

Isıtıcı tasarımı tamamlandıktan sonra deneysel çalışmalar aşağıdaki sırada ve ilgili ekipman kullanılarak gerçekleştirilmiştir:

- i. Ağırlıkça % 15 HDPE ve ağırlıkça % 2.5 T-BAHS (İğnesiz (Şekil 3.21a.) metal şırınga tasarımı)
- ii. Ağırlıkça % 11 HDPE ve ağırlıkça % 2.5 T-BAHS (İğnesiz (Şekil 3.21a.) metal şırınga tasarımı)
- iii. Ağırlıkça % 14 HDPE ve ağırlıkça % 2.5 T-BAHS (İğnesiz (Şekil 3.21a.) metal şırınga tasarımı)
- iv. Ağırlıkça % 16 HDPE ve ağırlıkça % 2.5 T-BAHS (İğnesiz (Şekil 3.21a.) metal şırınga tasarımı)
- v. Ağırlıkça % 20 HDPE ve ağırlıkça % 2.5 T-BAHS (İğnesiz (Şekil 3.21a.) metal şırınga tasarımı)
- vi. Ağırlıkça % 15 HDPE ve ağırlıkça % 2.5 T-BAHS (İğneli (Şekil 3.21b.) metal şırınga tasarımı)

Gerçekleştirilen bu adımların sadece ilkinde fiber üretilmiştir ancak tekrarlanabilirliği söz konusu olmamıştır. Daha sonraki adımlarda farklı parametreler ve ekipmanlar ile gerçekleştirilen çalışmaların sonucu olumsuz olmuş ve ilk adımda elde edilen durum tekrarlanmamıştır. Bu sebeple HDPE kullanımından vazgeçilerek fiber üretiminde daha kolay çalışılabileceği düşünülen LDPE yapısına geçilmiştir.

3.2.2.2. Düşük yoğunluklu polietilen (LDPE) ile fiber üretimi

LDPE yapısı, HDPE'e göre daha düşük sıcaklıklarda çözelti oluşturabilen ancak yine su ve alkol türevlerinde çözölemeyen bir yapıya sahiptir. Çözelti hazırlama şekli HDPE için kullanılan sistemle aynıdır.

HDPE'e göre sıcaklık bakımından çalışılması daha kolay bir polimer olan LDPE ile gerçekleştirilen deneysel basamaklar aşağıda detaylı olarak sıralanmıştır. Detaylandırılan adımların sonucunda fiber üretilip üretilmediği belirtilmiştir:

- i. Ağırlıkça % 3 - 6 - 9 LDPE ve ağırlıkça % 2.5 T-BAHS (Beher içerisinde)
- ii. Ağırlıkça % 15 - 18 - 24 LDPE ve ağırlıkça % 2.5 T-BAHS (Beher içerisinde)

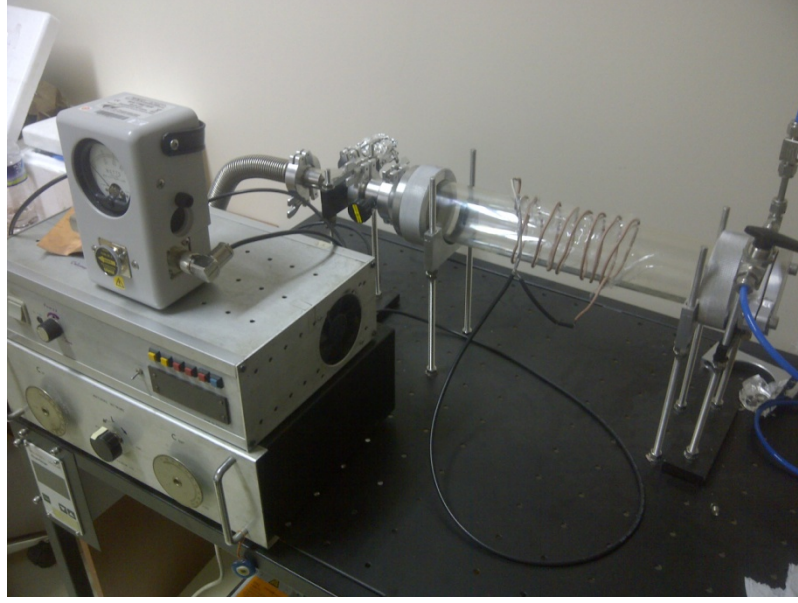
- iii. Ağırlıkça % 15 - 18 - 24 LDPE ve ağırlıkça % 2.5 T-BAHS (Elektrostatik Eğirme - İğnesiz (Şekil 3.21a.) metal şırınga tasarımı) ✓
- iv. Ağırlıkça % 15 LDPE ve ağırlıkça % 1.5 - 2.5 - 3.5 T-BAHS (Elektrostatik Eğirme - İğnesiz (Şekil 3.21a.) metal şırınga tasarımı) ✓
- v. Ağırlıkça % 18 LDPE ve ağırlıkça % 1.5 - 2.5 - 3.5 T-BAHS (Elektrostatik Eğirme - İğnesiz (Şekil 3.21a.) metal şırınga tasarımı) ✓
- vi. Ağırlıkça % 24 LDPE ve ağırlıkça % 1.5 - 2.5 - 3.5 T-BAHS (Elektrostatik Eğirme - İğnesiz (Şekil 3.21a.) metal şırınga tasarımı) ✓
- vii. Ağırlıkça % 15 - 18 - 24 LDPE ve ağırlıkça % 2.5 T-BAHS (Elektrostatik Eğirme - İğneli (Şekil 3.21b.) metal şırınga tasarımı) X
- viii. Ağırlıkça % 15 - 18 - 24 LDPE, ağırlıkça % 2.5 T-BAHS ve ağırlıkça % 1 Demir nanopartikül (8-10 nm) (Elektrostatik Eğirme - İğnesiz (Şekil 3.21a.) metal şırınga tasarımı) X

Gerçekleştirilen çalışmalarda iii-iv-v-vi adımlarında mikro boyutta fiberler üretilirken ısı dağılımının daha homojen dağılması sağlayacağı ve iletkenliği iyileştireceği düşünülen Fe nano partikül katkısının eklendiği viii adımında fiber üretilenmemiştir.

Çalışmalar sonucunda en uygun durum olarak ağırlıkça % 18 ve ağırlıkça % 2.T-BAHS konsantrasyonunda elde edilebilen LDPE fiber yapıları plazma polimerizasyon cihazı kullanılarak hidrofilik yüzey özelliği kazandırılmıştır.

3.2.2.3. Düşük yoğunluklu polietilen (LDPE) fiberlerin yüzey özelliklerinin geliştirilmesi

PE fiberlerin yüzey modifikasyonunda plazma polimerizasyon sistemi kullanılarak, fiberlere hidrofilik özellik kazandırılmaya çalışılmıştır (Şekil 3.24.). Sistem üzerinde güç kontrolü ($P = 10$ Watt) ve monomer akışı ($F = 45$ birim) kullanılarak 2.2×10^{-2} mbar basınçta 10 dk süre ile hidroksietil metakrilat monomeri sisteme verilerek yüzey modifikasyonu gerçekleştirilmiştir.



Şekil 3.24. Çalışmada kullanılan plazma polimerizasyon sistemi

Plazma polimerizasyon sistemi ile modifikasyonda aşağıdaki işlem basamakları uygulanarak PE fiberlerin yüzey özellikleri değiştirilmiştir:

- Plazma tankı içerisine yerleştirilen fiberler vakum ortamında 10 dk. süre ile Argon'a tabi tutulmuştur.
- Tank içerisinde partiküllerin uzaklaştırılmasından sonra 10 dk. süre ile monomer akışı sağlanmıştır.
- Monomer ile modifikasyon sonrası yine partiküllerin uzaklaştırılması için Argon gazı akışı sağlanmıştır.
- Son olarak PE fiberler tank içerisinde 10 dk. süre ile vakum ortamında bekletildikten sonra tank dışına alınmıştır.

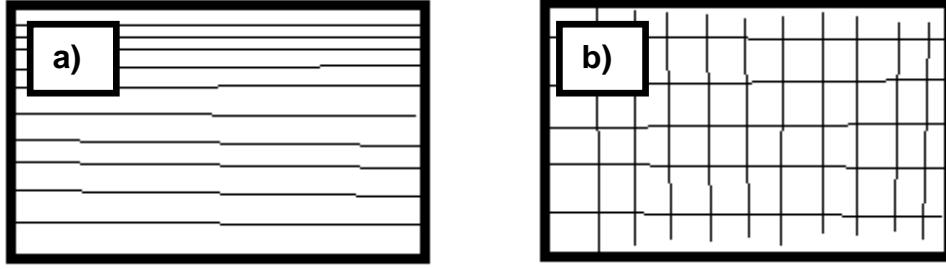
Bu basamaklardan sonra yüzey kimyasının hidrofilik olup olmadığı temas açısı düzeneği kullanılarak test edilmiştir.

3.3.2.4. Karşılaştırma amaçlı ticari PE fiberlerin temini ve hazırlanışı

Elektrostatik eğirme ile üretilen PE fiberlerin mekanik performanslarının karşılaştırılmasında Ticari olarak da kullanılan PE fiberlerden temin edilmiştir. Bu noktada farklı bir üretim tekniği sonucu elde edilen PE yapılarla ticari olarak kullanılan yapılar arasındaki performans farkının incelenmesi amaçlanmıştır

Ticari olarak üretilen PE (Ribbond, Ribbond Inc. , Seattle, ABD) genellikle dış protez malzemelerinde mekanik performans artıcı olarak kullanılan örgülü ve plazma ile modifiye edilmiş bir yapıdır. Ancak bu çalışmada örgülü yapı karşılaştırmanın yapılabilmesi için kullanılmamıştır. Bunun yerine örgü yapı açılarak PMMA içerisine hem düz hem de çapraz olarak yerleştirilmiştir. Ayrıca Ribbond örgü PE'nin plazma ile modifiye edilmemiş yapısı da aynı şekilde PMMA içerisine yerleştirilmiştir.

Üretilen PE ve karşılaştırma amaçlı kullanılan ticari PE fiberler Şekil 3.25'de görüldüğü üzere paralel ve kafes şekliyle PMMA içerisine yerleştirilerek kompozit malzeme üretimi yapılmıştır. Farklı iki düzenlenmede yerleştirilen PE fiberlerin de mekanik özelliklerde yaratacağı fark incelenmek istenmiştir.



Şekil 3.25. PMMA içerisine yerleştirilme şekilleri PE fiberler a)Paralel, b)Kafes

3.4. Karakterizasyon Testleri

3.4.1. Taramalı Elektron Mikrokobisi

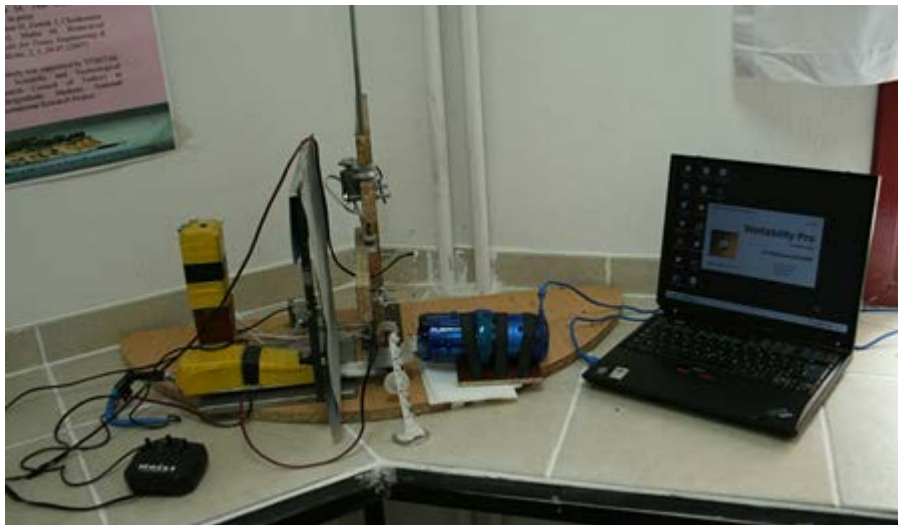
Çeşitli düzenlenme tasarımları ile üretilmiş nanofiberler ve fiber matların incelenmesinde yüksek büyütme kapasitesine sahip taramalı elektron mikroskopisi ile görüntüleme tekniği kullanılmıştır. Görüntüleme ile fiber çapları, fiber yüzey yapısı ve fiber düzenleri incelenmiştir. Çeşitli büyütmelerde alınan bu görüntüler Bilkent Üniversitesi Ulusal Nanoteknoloji Araştırma Merkezi (UNAM) bünyesinde bulunan FEI marka Quanta 200 FEG model TEM cihazı ile kullanılarak elde edilmiştir (Şekil 3.26.).



Şekil 3.26. Kullanılan TEM cihazı

3.4.2. Temas açısı ölçüm düzeneği

Modifiye edilen PE fiberlerin hidrofilik yüzey karakterine sahip olup olmadığının kontrolü için kaplama sırasında fiberlerin yanına eklenen paslanmaz çelik örnek ile ilk kontrol temas açısı düzeneğinde (Şekil 3.27.) yapılmıştır. Sistemden alınan görüntüler Wett programı ile işlenerek yüzey karakterizasyonu ortaya çıkarılmıştır.



Şekil 3.24. Kullanılan temas açısı düzeneği

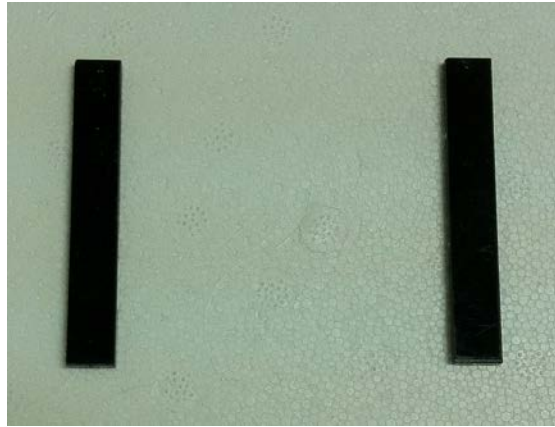
3.5. Kompozit hazırlama

Metakrilat, suda erimeyen visköz bir maddedir. Mikro molekül yapısına sahiptirler. İçine boya ilave edilmeyen polimerler şeffaftır. X-ışını geçirgenlikleri vardır. Akrilikler yapı itibarıyla sert olup bükülmeye ve çekmeye karşı dirençlidirler. Geçtiğimiz yıllar içerisinde restoratif diş hekimliği alanında çok kullanılan bir malzeme haline gelmiştir.

Çalışmada kullanılan PMMA (Vertex, Zeist, Hollanda) likit monomer ve toz polimer yapıdaki iki farklı fazda bulunmaktadır. Bu iki yapı uygun iki oranda karıştırılarak hava almayan bir ortamda önce hamur haline getirilip daha sonra şeklini alacağı kalıp malzemenin içerisine yerleştirildikten sonra sıcaklık etkisi ile polimerleştirilmektedir. Polimerleşen PMMA dış eti görünümünde ancak sert bir yapı halini alır.

Üretilen nanofiber matların PMMA içerisine yerleştirildikten sonraki etkisinin incelenmesinde kullanılacak olan yöntemlerden biri 3 Nokta Eğme testidir. Bu testte ASTM (American Society for Testing and Materials) tarafından belirlenen standartlardaki örnek boyutları (64 mm x 10 mm x 3.3 mm) kullanılması tavsiye edilmektedir (Zebarjad et al., 2011).

Bu örneklerin hazırlanabilmesi için öncelikli olarak bu boyutlarda pleksi maddesinden yapıma kalıplar kestirilmiştir (Şekil 3.28.).



Şekil 3.28. Test örneği boyutlarında kestirilen kalıp

Elde edilen bu kalıplar daha sonra metal muflalar içerisine dökülen kartonpiyer alçısı içerisine yerleştirilmiştir (Şekil 3.29.).



Şekil 3.29. Alçı içerisinde yerleştirilen kalıplar

Kuruyan alçı içerisinde kalan kalıplar çıkartılmadan lak adı verilen alçı separatörü yüzeyin her yerine sürülüp kuruması beklenir. Lak sürme işlemi ardından muflanın kalan yarısı üstüne kapatılarak brit adı verilen mengene sayesinde sıkıştırılarak tekrar kurumaya bırakılır (Şekil 3.30.).



Şekil 3.30. Brit ile sıkıştırılan mufla kalıplar

Kuruma işlemi tamamlanan muflalar açılarak negatifleri çıkartılan pleksi kalıplar mufladan çıkartılır (Şekil 3.31.). Çıkartılan kalıpların yerine tekrardan PMMA ile alçının yapışmasını önlemek için lak malzemesi sürülür.



Şekil 3.31. PMMA yerleştirilmeye uygun hale gelen mufla kalıplar

Kalıp çıkarma işlemi tamamlandıktan sonra içerisine nanofiber katkısı yapılacak PMMA malzemesinin hazırlanmasına geçilir. PMMA, daha önce de bahsedildiği üzere likit monomer ve toz polimer halinde bulunan iki ayrı fazdan oluşmaktadır. Likit (8 ml) ve toz (24 ml) belirli oranlarda karıştırılarak sıvı kıvamda havasız bir ortamda hamurlaşmaya bırakılır (Şekil 3.32.). 15 dk. sonunda hamurlaşan PMMA kalıplar içerisine yerleştirilerek uygun nanofiber katkısı yapılarak mufla kapatılır ve brit içerisinde sıkıştırılır. PMMA malzemesinin polimerleşmesi için önce ılık su tankının içerisine yerleştirilen brit su kaynayıncaya kadar ısıtılır daha sonra suyun kaynadığı andan itibaren 20 dk. boyunca su içerisinde bekletilir. 20 dk. sonunda sudan çıkarılan kalıplar soğumaya bırakılır ve daha sonra açılarak örnekler polisaj ve tesviye işlemine tabi tutulmuştur.



Şekil 3.32. PMMA örnek için kullanılan toz ve likit malzemeler

Mekanik test için hazırlanan örnek grupları farklı ağırlıktaki ve tasarımdaki fiber katkıları ile aşağıda listelendiği şekliyle hazırlanmıştır.

- Fiber katkısız PMMA (Kontrol Grubu)
- 1. Grup: PVA (ağırlıkça % 0.05 - 0.25 - 1 - 1.25 gr), Düzensiz
- 2. Grup: PVA (ağırlıkça % 0.05 - 0.25 - 1 - 1.25 gr), Tasarım 1
- 3. Grup: PVA (ağırlıkça % 0.05 - 0.25 - 1 - 1.25 gr), Tasarım 3
- 4. Grup: LDPE (ağırlıkça % 0.65 gr), Paralel ve Kafes olarak yerleştirilmiş
- 5. Grup: Ticari PE (ağırlıkça % 0.65 gr) (modifiye edilmemiş), Paralel ve Kafes olarak yerleştirilmiş
- 6. Grup: Ticari PE (ağırlıkça % 0.65 gr) (modifiye edilmiş), Paralel ve Kafes olarak yerleştirilmiş

3.6. Mekanik test uygulaması

Fiber içermeyen PMMA ve farklı özellikte fiber içeren PMMA bazlı kompozitlerin karakterizasyonunun yapılmasında Başkent Üniversitesi Makine Mühendisliği Bölümü bünyesinde bulunan Instron 8874 cihazı kullanılmıştır (Şekil 3.33.).



Şekil 3.33. Mekanik karakterizasyon için kullanılan Instron 8874 cihazı

Örneklerin düzgün bir şekilde kırılabilmesi için her bir örneğin ucunun destek metallere merkezine gelecek şekilde yerleştirilmiştir (Şekil 3.34.). Düzgün olarak yerleştirilen örnekler 1 mm/dk. baskı kafası hızı ile test edilerek sonuçlar elde edilmiştir.



Şekil 3.34. Üç nokta eğme testi için yerleştirilen PMMA örnek

Elde edilen sonuçlarda sehim (uzama) miktarına karşılık yük miktarı değerleri kaydedilerek analizler yapılmıştır.

4.DENEYSEL SONUÇLAR VE TARTIŞMA

4.1. Cihaz Üretimi

Bölüm 3.1.'de detaylandırılan elektrik alanın manipülasyonunda kullanılacak elektrostatik eğirme sisteminin üretimi gerçekleştirilmiş ve çalışır hale getirilmiştir. Bu cihaz 1-20kV aralığında çalışabilen 5-30 cm şırınga ucu - kollektör değişebilir mesafesine sahip modifiye edilebilir voltaj kaynaklarına sahip bir sistemdir. Cihazın kullandığı gerilim kaynakları da aynı şekilde laboratuvar ortamında üretilerek elde edilmiştir.

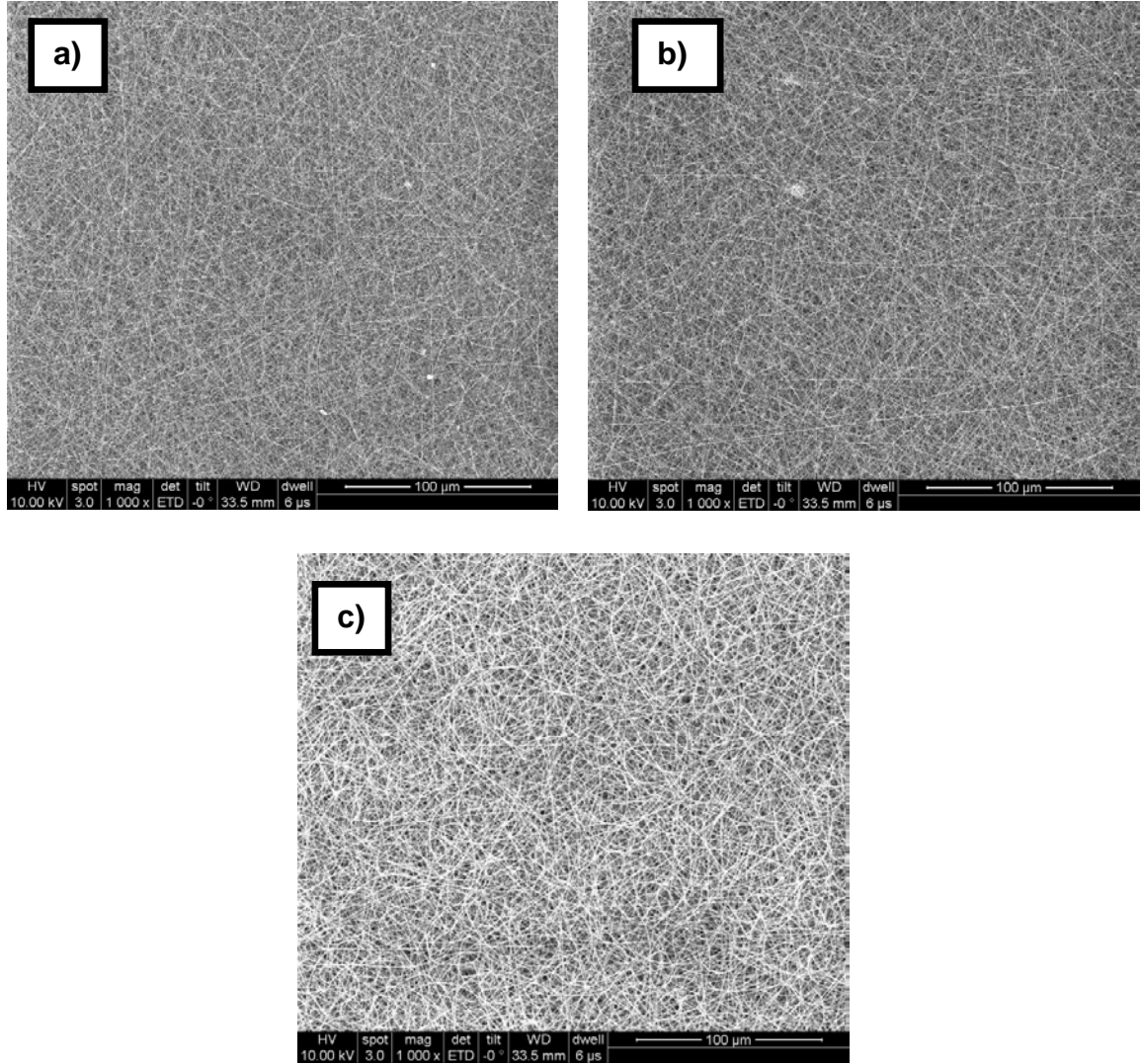
4.2. Fiberlerin TEM Karakterizasyonu

Elektrostatik eğirme cihazı ile PMMA katkı maddesi üretiminde PVA ve PE polimerleri kullanılarak çeşitli tasarımlar ve parametrelerde fiberler ve matlar elde edilmiştir. Üretilen bu fiberlerin çapları, düzenlenmeleri ve mat üretilip üretilmediği gibi sonuçları incelenmiştir. Çaplar ile ilgili incelemeler 100 fiberin ortalaması alınarak hesaplanmış ve deneysel veri olarak sunulmuştur.

4.2.1. Nanofiber üretimi: Polimer PVA

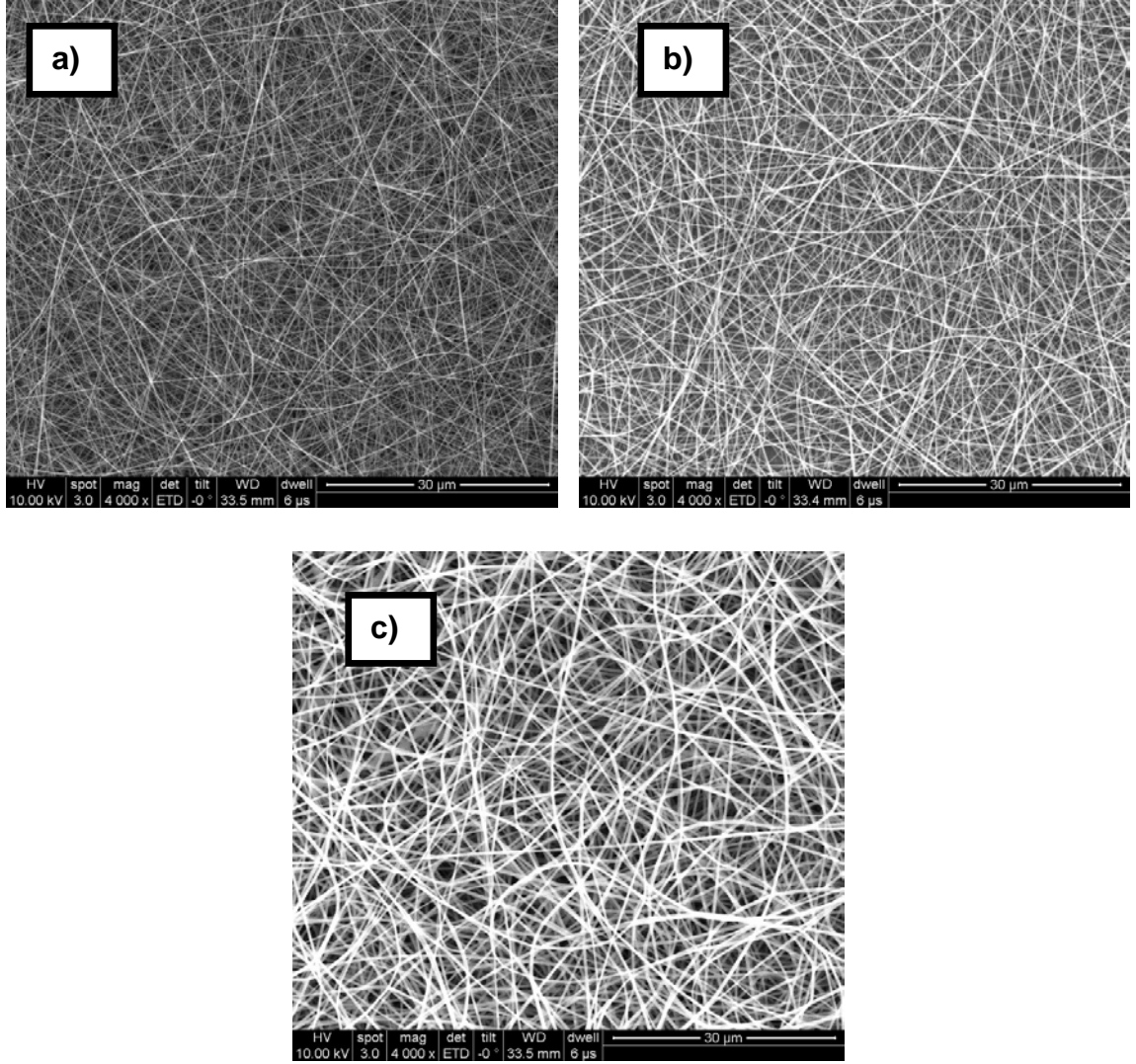
4.2.1.1. Düzensiz nanofiber: Polimer PVA

Sunulan çalışmada Bölüm 3.2.1.1.'de de detaylandırıldığı üzere öncelikle konsantrasyon optimizasyonu için fiber üretimi gerçekleştirilmiştir. Fiberlerin TEM cihazı ile 1000x (Şekil 4.1.), 4000x (Şekil 4.2.) ve 60000x (Şekil 4.3.)'de görüntüleri alınarak incelenmiştir.



Şekil 4.1. 1000x büyütmedeki PVA fiberlerin TEM görüntüleri, a) Ağırlıkça % 22.5 b) Ağırlıkça % 25 c) Ağırlıkça % 27.5

Şekil 4.1.'de de görüldüğü üzere 1000x büyütme ile elde edilen görüntüler fiber birikimlerinin yoğunluğu hakkında genel bir fikir vermektedir. ağırlıkça % 22.5 ve 25 daha sık dokulu iken ağırlıkça % 27.5'lik fiberler diğerlerine göre fiber yoğunluğu azalmaktadır.

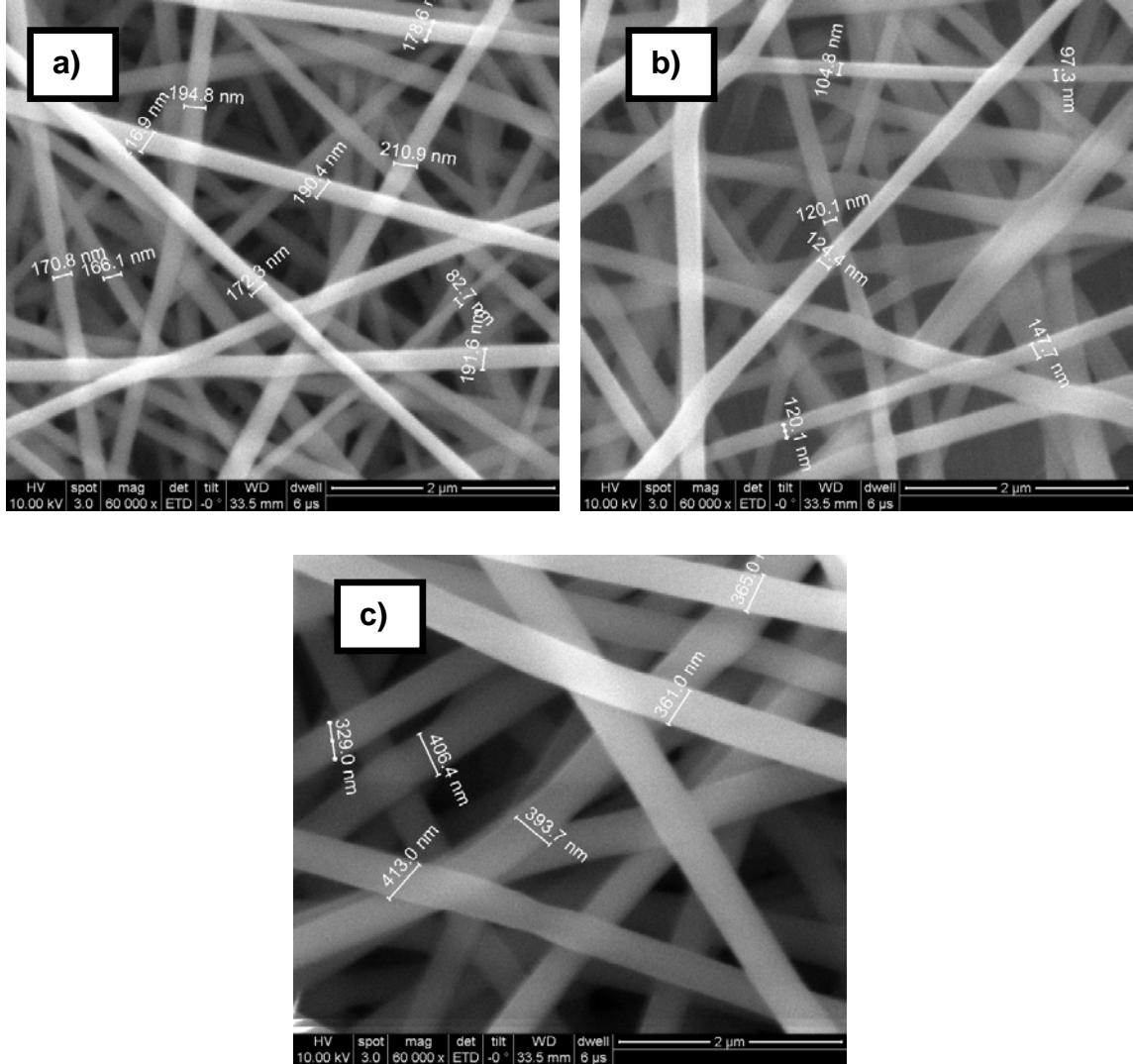


Şekil 4.2. 4000x büyütmedeki PVA fiberlerin TEM görüntüleri, a) Ağırlıkça % 22.5 b) Ağırlıkça % 25 c) Ağırlıkça % 27.5

4000x büyütme sonrasında bir önceki büyütmede net olarak belli olmayan fiber yoğunlukları hakkında bir yorum yapılabilmektedir. Şekil 4.2.'de de görüldüğü gibi konsantrasyonun değişmesinin ağırlıkça % 27.5'lik fiberlerin yoğunluğu azalarak daha boşluklu bir yapı elde edilmiştir.

Fiber çaplarının dağılımı bakımından bir sonraki büyütmede de görüldüğü üzere en küçük çaplı fiber 138 - 220 nm aralığında ağırlıkça % 25'lik PVA konsantrasyonunda elde edilmiştir (Şekil 4.3.). %22.5'lik çözeltinin fiber çap dağılımı 174 - 220 nm aralığında ağırlıkça % 25'e yakın olsa da daha kalın fiberler elde edildiği görülmektedir. Bununla birlikte %27.5'lik çözeltinin fiber çap dağılımının daha da arttığı ve 320 - 420 nm aralığında elde edildiği görülmüştür. Fiber çaplarındaki farklılık sebebi yüzey gerilimi ve çözelti viskozitesinden

kaynaklanan bir sonuçtur. Konsantrasyon arttıkça yüzey gerilimi düşerken viskozitesi artan çözeltinin vizkoelastik kuvvetlerinde artmaktadır. Bu durum fiber çaplarının büyümesine sebep olmaktadır.



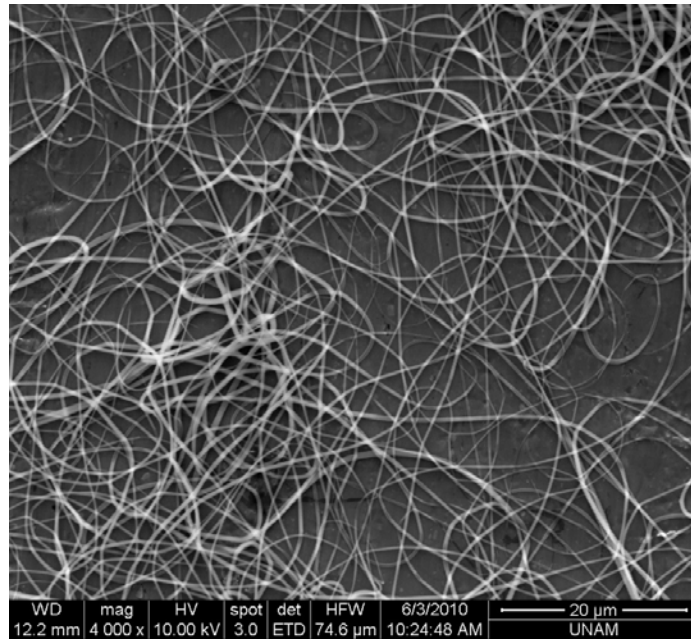
Şekil 4.3. 60000x büyütmedeki PVA fiberlerin TEM görüntüleri, a) Ağırlıkça % 22.5 b) Ağırlıkça % 25 c) Ağırlıkça % 27.5

Şekil 4.4.'de ağırlıkça % 25'lik PVA çözeltisinin alüminyum üzerindeki birikiminin optik olarak görüntülediği birikimin çap değeri görülmektedir. Fiber birikim çapının düzensiz fiber konfigürasyonu için 5 cm olarak elde edilmiştir. Bu değer bir sonraki adımda fiber saçılımının bastırılıp bastırılmadığının incelenmesi için gerekli bir temel veridir. Bu adımdan sonraki tüm çalışmalar PVA'nın ağırlıkça % 25'lik konsantrasyonları için hazırlanmıştır.



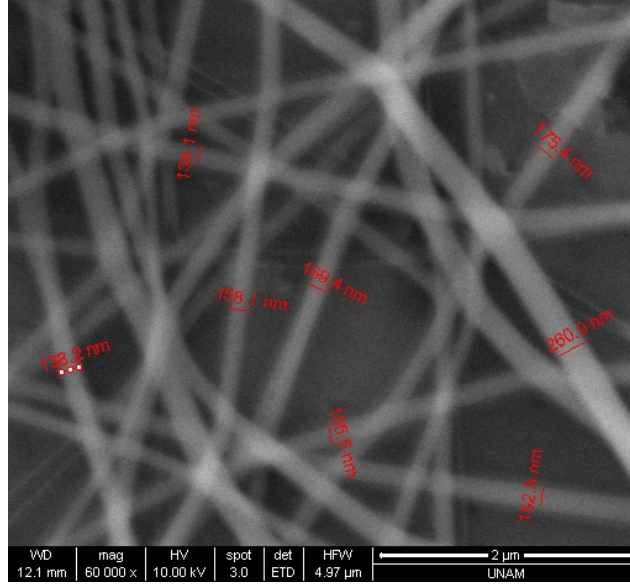
Şekil 4.4. Ağırılıkça % 25'lik PVA çözeltisinin birikim çapı ($R = 5\text{cm}$)

4.2.1.2. Düzenli fiber üretimi: Polimer PVA, Tasarım 1



Şekil 4.5. 4000x büyütmede TEM görüntüleri, Tasarım 1 ile üretilen fiberler

Tasarım 1 ile üretilen nanofiber yapıların 4000x büyütme ile incelendiğinde fiber düzenlenmesi yönünden belirgin bir fark görülmektedir (Şekil 4.5.). Ancak Şekil 4.2.'de elde edilen görüntü ile karşılaştırıldığında dairesel fiberlerin oranının arttığı gözlemlenmiştir. Daha detaylı bir inceleme için 60000x büyütmede alınan görüntüler incelendiğinde ise çaplar arasındaki fark görülmektedir. Şekil 4.6.'da da görüldüğü üzere Tasarım 1 ile üretilen fiberlerin çap aralığı daha dar elde edilmiştir.



Şekil 4.6. 60000x büyütme ile incelenen fiber çapları, Tasarım 1 ile üretilen fiberler

Bir diğer fark, fiber matlar optik olarak incelendiğinde alüminyumdaki birikimin çapının değişimi olarak göze çarpmaktadır. Şekil 4.7.'deki görüntü daha önce 5 cm olarak elde edilen birikimin Tasarım 1 ile 3.3 cm'e indirgenerek belirgin bir odaklanmanın varlığını ortaya koymaktadır.



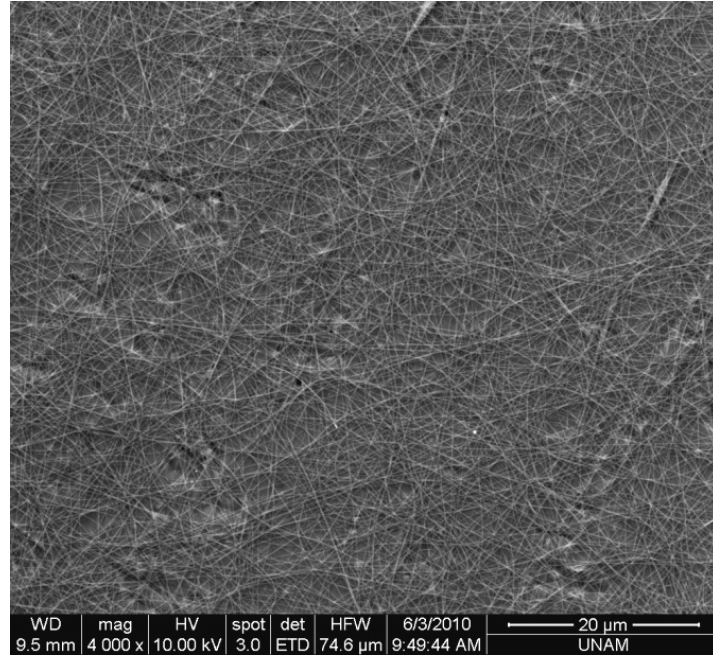
Şekil 4.7. Tasarım 1 ile elde edilen fiber matın birikim çapı (R=3.3 cm)

Odaklanmanın temel sebebi kullanılan halka yapının yarattığı elektrik alan çizgileridir. Elektrostatik eđirme sisteminin elektrik alan çizgileri halkanunki ile sınırlandırılarak daha dar bir alanda fiber salınımına sebebiyet vermiştir. Bu

durumda biriken fiberlerin daha yuvarlak ve küçük çaplı fiberleri elde edilmesini sağlamıştır.

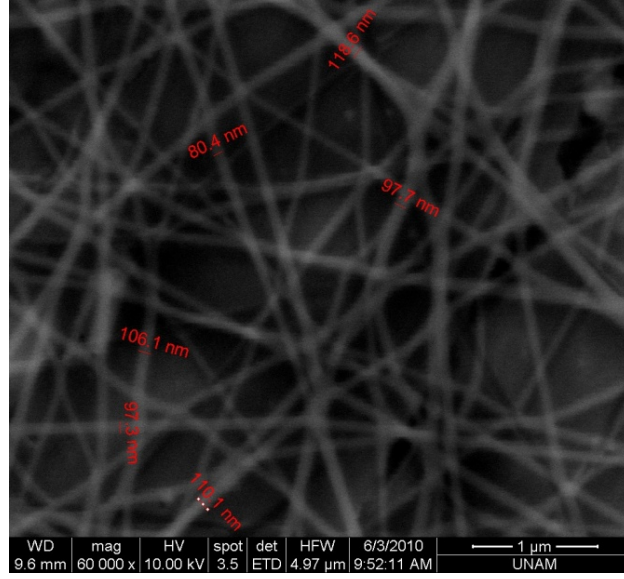
4.2.1.3. Düzenli fiber üretimi: Polimer PVA, Tasarım 2

İkinci odaklayıcı halka kullanılarak elde edilen Tasarım 2 ile üretilen yeni tip fiberlerin Tasarım 1'e göre düzenlenme oranının arttığı Şekil 4.8'de gözlemlenmektedir. Elde edilen bu düzenlilik elektrik alan kuvvetleri sebebi ile tamamen rastgele düzenlenme şekline sahiptir.



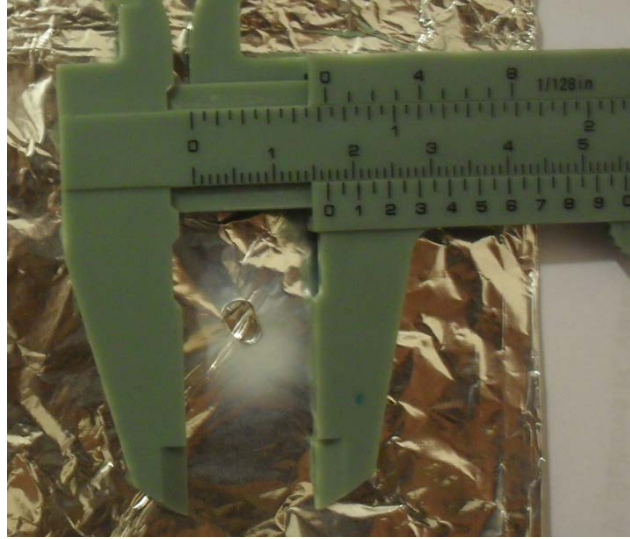
Şekil 4.8. 4000x büyütme ile elde edilen TEM görüntüleri, Tasarım 2

İncelemenin ikinci aşamasında 60000x büyütme ile çap boyutları incelendiğinde ise çapların Şekil 4.6.'da incelenen bir önceki tasarıma göre daha da küçüldüğü görülmüştür (Şekil 4.9.).



Şekil 4.9. 60000x büyütme ile elde edilen TEM görüntüleri, Tasarım 2

Optik olarak fiber birikimi incelendiğinde ise birikim çapının 1.6 cm'e düştüğü görülmektedir (Şekil 4.10.). İlk olarak bu adımda birikim çapının küçüklemesinden dolayı katkı malzemesi olarak kullanılacak fiber mat elde edilememiştir.



Şekil 4.10. Tasarım 2 ile birikimin optik olarak incelenmesi (R=1.6 cm)

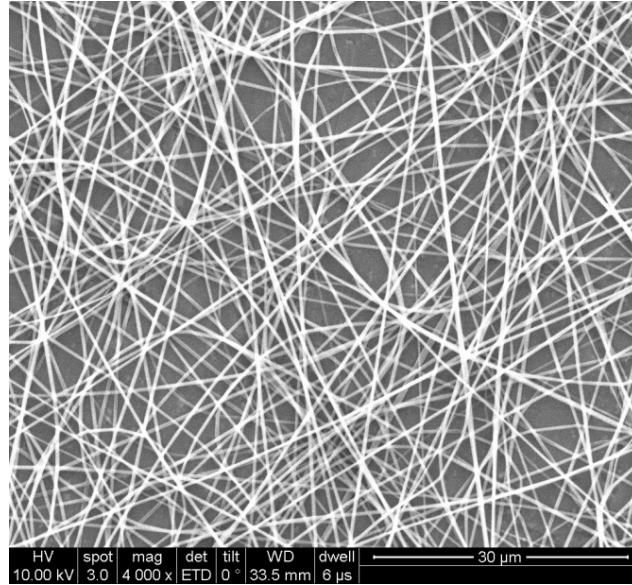
Bu sonuç beklenen bir sonuç olmakla birlikte kullanılan ikinci halkanın yarattığı elektrik çizgileri birinci halkanın elektrik alan etkisiyle aynı etkiyi yaratırken birinci halka ile Taylor Konisi'ndeki kararsızlığı azaltırken ikinci halka ile de havadaki kararsızlık azaltılmıştır.

Çalışmanın mekanik performans bölümünde PMMA katkı malzemesi olarak kullanılacak yapıların mekanik performans karşılaştırmaları yapılacağı için fiber

mat olarak üretilmeyen Tasarım 2 ile üretilen fiberler göz ardı edilmiştir. Aslında elde edilen fiber yapılar düzenlenme için önemli bir gelişim olsa da kompozit üretiminde dezavantajlı bir durum yaratmaktadır. Çünkü kompozit üretiminde kullanılacak olan matın yoğunluğu ağırlık olarak yeterli seviyede değildir. Belirli bir birikim olmasına karşılık katman olarak ayrıştırılamamaktadırlar.

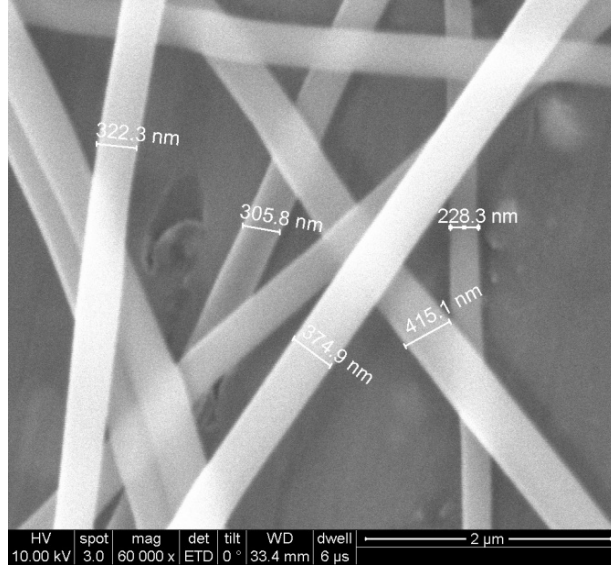
4.2.1.4. PVA Düzenli fiber üretimi: Polimer PVA, Tasarım 3

Şekil 4.11 incelendiğinde Tasarım 3 ile üretilen fiber yapıların düzenlenmesinin arttığı, düz fiber oranının Şekil 4.5.'de de görüldüğü üzere Tasarım 1'e göre daha fazla olduğu görülmektedir.



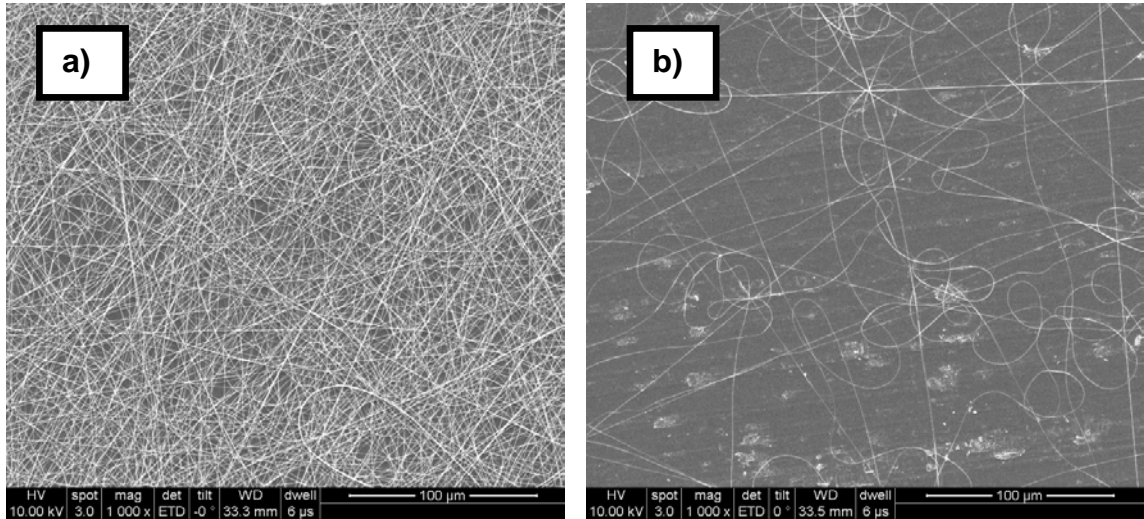
Şekil 4.11. 4000x büyütme ile elde edilen TEM görüntüleri, Tasarım 3

Üretilen fiberlerin çap boyutu analizinde ise Tasarım 1'den Tasarım 3'e geçişte çapların büyüdüğü gözlemlenmiştir (Şekil 4.12.). Bu durum levhalardaki saptırma hareketinin bir sonucu olduğu düşünülmektedir.

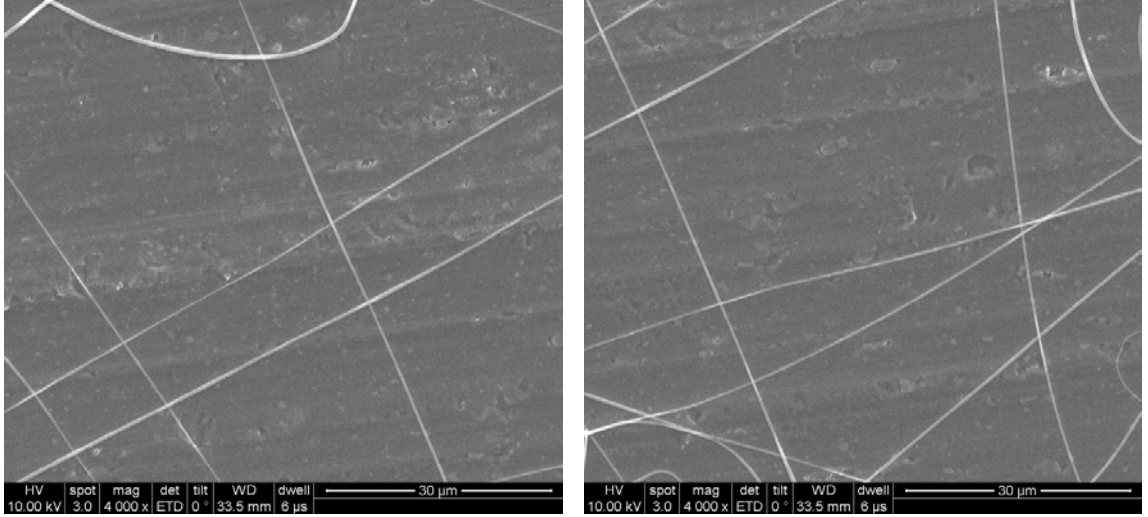


Şekil 4.12. 60000x büyütme ile elde edilen TEM görüntüleriyle çapların incelenmesi, Tasarım 3

Bir sonraki adımda Tasarım 1'de kullanılan odaklayıcı halkanın saptırma düzeneğine olan etkisinin incelenmesi için Tasarım 3'te de ayrıca odaklayıcı halka kullanılmadığı durum için fiberlerin durumları incelenmiştir. İncelemenin ilk adımında 1000x büyütmede belirgin bir şekilde görüldüğü üzere birim alana düşen fiber sayısı odaklayıcı halka varlığında artarken halka kaldırıldığında azalmaktadır (Şekil 4.13.).



Şekil 4.13. 1000x büyütme ile elde edilen TEM görüntülerinin saptırıcı levhalar için incelenmesi, Tasarım 3 a) Odaklayıcı halka var b) Odaklayıcı halka yok



Şekil 4.14 Tasarım 3'te odaklayıcı halka olmadan saptırıcı levhaların kullanılması (4000x)

Kullanılan saptırıcı levhaların düzenlenmeye etkisi odaklayıcı halka olmadan da Şekil 4.14'de görülmektedir. Saptırıcı levhalar belirgin olarak kare ve çapraz olarak düzenlenme formları yaratmaktadır. Bu durum literatürde karşılaşılan yardımcı elektrot sistemlerinden farklı olarak elektrik alanın manipüle edilmesinden kaynaklanan bir sonuçtur. İncelen diğer çalışmalarda tek yönlü olarak elde edilen düz fiberler birikim alanının iki nokta arasında değiştirildiği bir anahtarlama devresi kullanılması mantığı ile üretilmektedir. Ancak bu çalışmada kullanılan levhalarla elektrik alan çizgilerinin farklı noktalara doğru yönlendirilerek fiberler havada uçarken saptırılmaktadır. Dolayısıyla Şekil 4.14. elde edilen kare ya da çapraz fiber formlar elde edilebilmektedir.

Kullanılan sistemlerin optik incelemelerinde odaklayıcı halka kullanılan fiberlerin birikim çapı küçülürken odaklama olmadığında birikim çapı büyümektedir. Bununla birlikte Tasarım 2 ile elde edilen birikim çapı ($R = 1.6 \text{ cm}$) Tasarım 3'de ($R = 4.7 \text{ cm}$) büyümüştür (Şekil 4.15.).



Şekil 4.15. Optik olarak elde edilen birikim çapları, a) Tasarım 3 b) Odaklayıcı halkası olmayan Tasarım 3

Çizelge 4.1. Tasarımlar ile üretilen fiberlerin karşılaştırması

Konfigürasyon	Fiber çap dağılımı	Düzenlenme	Birikim Çapı	Fiber Mat Üretimi
Ağırlıkça % 22.5	174 - 220 nm	Yok	5cm	Var
Ağırlıkça % 25	138 - 220 nm	Yok	5cm	Var
Ağırlıkça % 27.5	320 - 420 nm	Yok	5cm	Var
Tasarım 1(ağırlıkça % 25)	135 - 175 nm	Yok	3.3 cm	Var
Tasarım 2 (ağırlıkça % 25)	80 - 120 nm	Kısmi	1.6 cm	Yok
Tasarım 3 (ağırlıkça % 25)	220 - 415 nm	Var (Kare ve Çapraz)	4.7 cm	Var
Tasarım 3 (ağırlıkça % 25) - Odaklayıcı halka kullanılmadığında	250 - 380 nm	Var (Kare ve Çapraz)	8.5 cm	Yok

Çizelge 4.1.de gerçekleştirilen tüm çalışmalara ait sonuçlar detaylı olarak verilmektedir. İlk adımda en küçük çap dağılımının elde edilmesi için standart bir konsantrasyon çözelti yüzdesi optimizasyonu yapılmıştır. Bu adımda elektrostatik eğirme sisteminde hiçbir değişiklik ve modifikasyon yapılmadan kullanılmıştır. Dolayısıyla bu durumda beklenen düzensiz PVA üretimi için en iyi konsantrasyon ağırlıkça %25 olarak belirlenmiştir. Çünkü bu parametrede çap en düşük değerde elde edilirken bu durum yüzey alanını artırdığı için üretilen kompozit malzemenin mekanik özelliğinin en iyi olacağı ön görülmüştür. Bir sonraki adımda çalışmanın ilk odaklama bölümünü içeren Tasarım 1 ile fiber üretimi gerçekleştirilmiştir. Bu adımda amaç elektrik alan kuvvetlerinin bastırılarak fiber saçılımlarının bastırılmasıdır. Bu doğrultuda gerçekleştirilen incelemelerde optik görüntüler ele alındığında fiber birikim çaplarının 5 cm'den 3.3 cm'e düştüğü gözlemlenmiştir. Bu durum beklenen bir sonuçtur. Çünkü yatay kesitte elektrik alan çizgileri bakır levhanın elektrik alan kuvvetleri tarafından kısıtlandırılarak daha dar bir alana yayılır. Yüklü fiber jeti de bu alan içerisinde uçabildiği için birikim çapı küçülmüştür. Aynı zamanda bu durum fiber şekillerinde de fark yaratarak daha yuvarlak fiberler elde edilmiştir.

İzleyen adımda ise ikinci levhanın etkisi incelenmiştir. Bu adımda diğer halkaya göre daha aşağıda bulunan odaklayıcı halka 3.3 cm'lik birikim çapını 1.6 cm'e kadar indirmeyi başarmıştır. Bu durum iki halkanın da elektriksel alan çizgilerinin aynı eksene gelerek dar bir alan yaratmasından kaynaklanmaktadır. Aynı zamanda bu dar bölge fiberlerin hızlanmasına sebep olarak fiber çaplarında küçülmesine neden olmuştur. Ancak durum fiberlerin birikim çapını baskıladığı gibi fiber mat üretimi için de olumsuz bir durum olmuştur. Biriken fiber miktarı mat üretimi için yeterli olmamıştır.

Çalışmanın son adımında ise fiber jetine belirli bir saptırma hareketi yaptırılarak düzenli fiber üretimi için bir sistem kullanılmıştır. Bu sistemdeki temel prensip osiloskoplardaki elektrona uygulanan saptırma tekniği ile görüntüleme mantığının elektrostatik eğirme sisteminde fiber jetine uygulanmasıyla ortaya çıkmıştır. İki ayrı eksende bulunan benzer iki levha kullanılarak elektrik alan içerisinde uçan fiberlerin belirli yönlerde saptırılması hedeflenmiştir. Elde edilen görüntülerde fiberlerin saptığı ve düzenlenme deseninin çapraz fiberler şeklinde üretildiği görülmektedir. Ancak bu durum fiber çap dağılımlarını olumsuz

etkilemiştir. Çünkü bu sistemde elektrik alan içerisinde spin hareketi yapamayan fiberler elektrik alanda belirli bir yönde uçmaktadır. Dolayısıyla saptırma hareketleri fiber çaplarının küçülmesi de spin hareketine sebep olan dairesel kuvvetler kadar etkili olamamıştır.

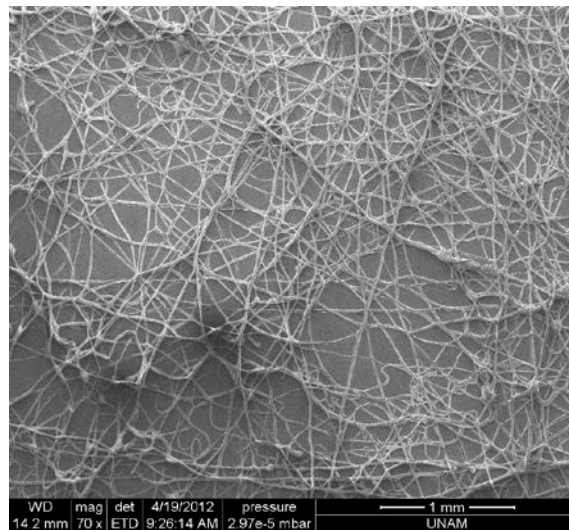
Çalışmada aslında kullanılması planlanan sistem tasarımı Şekil 3.28'de verilmiş olup Tasarım 2'de kompozit üretime yönelik olumsuzluktan dolayı ikinci halka çıkarılarak Tasarım 3 oluşturulmuştur. Şekil 3.28.'de görülen sistem tasarımı ile fiber üretimi yapılmaya çalışılsa da yine kompozit üretimi için uygun özellikli mat elde edilememiştir. Ancak durum biyomedikal uygulama olarak olumsuz bir sonuç olsa da fiber düzenlenme çalışmaları için yeni yaklaşımların alt yapısı niteliği taşımaktadır.

4.2.2. Fiber üretimi: Polimer PE

4.2.2.1. HDPE

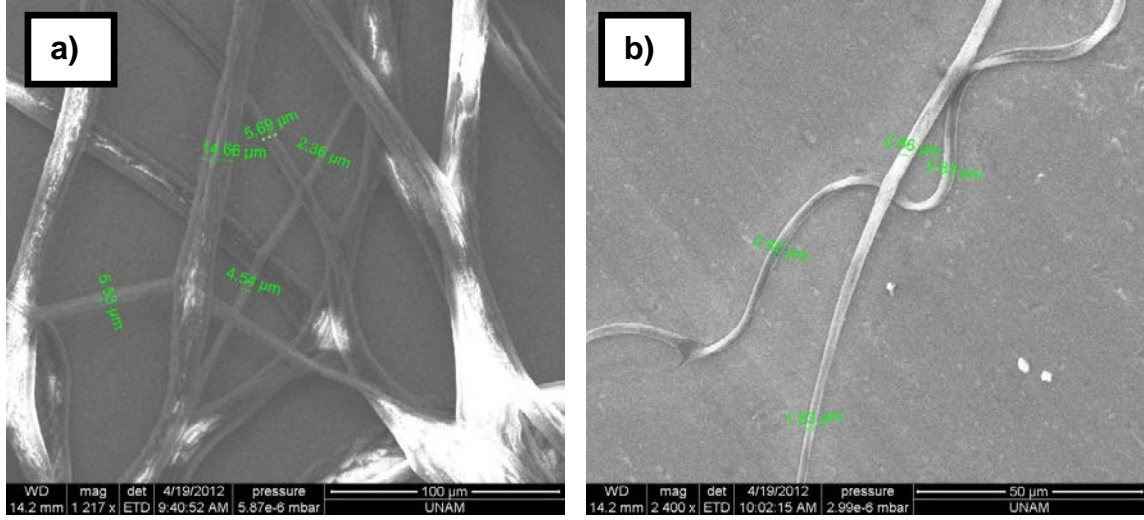
Literatürde nano boyutta PE üretimi tek bir çalışmada rastlanılmıştır. Bu çalışmada fiberlerin nm mertebesinde üretildiği ancak fiber mat elde edilemediği görülmüştür. Ayrıca PE fiberlerin yüzey morfolojisi elektrostatik eğirmeden kaynaklandığı düşünülen tırtıklı (şiş-kebab) yapıyı almaktadır.

Tez çalışması kapsamında elde edilen fiber yapının TEM ile 70x büyütmede incelenmesinde benzer ağısı yapılar gözlemlenmekle beraber fiber yapıların arasının boşluklu olması ve sık olmaması dikkat çekmiştir (Şekil 4.16.).



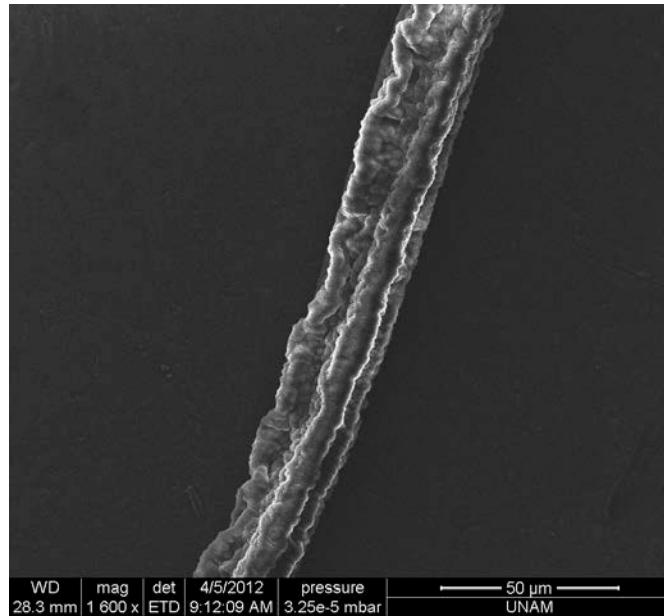
Şekil 4.16. HDPE fiberlerin 70x büyütme ile TEM'de incelenmesi

Elde edilen bu genel görüntünün ardından gerçekleştirilen çap analizi ile fiber çaplarının nm mertebesine inemediği mikron boyutlarda kaldığı tespit edilmiştir. Fiber çaplarının yapılan incelemede 1,83µm ile 102,5µm arasında değiştiği gözlemlenmiştir (Şekil 4.17.).



Şekil 4.17. HDPE fiberlerin çap analizleri, a) 1200x büyütme b) 2400x büyütme

Üretilen HDPE fiberlerin morfoloji incelemesinde ise fiber çapı düştükçe tırtıklı (şişkebab yapı) yapıdan daha düz fiber formu aldığı gözlemlenmiştir (Şekil 4.18.).



Şekil 4.18. HDPE fiberlerin morfolojik yapılarının incelenmesi

Yoshioka ve arkadaşları tarafından gerçekleştirilen çalışmada nm seviyesinde fiber elde edildiği bildirilirken çalışmada PE fiber mat eldesi gerçekleştirilememiştir.

Sunulan çalışmamızda Şekil 4.19.'da da görüldüğü üzere fiber mat elde edilirken fiber çapları μm seviyesinde kalmıştır. Ancak iki çalışmada da tırtıklı yapının elde edildiği görülmüştür.



Şekil 4.19. HDPE fiberlerin alüminyum üzerindeki birikimi

4.2.2.2. LDPE

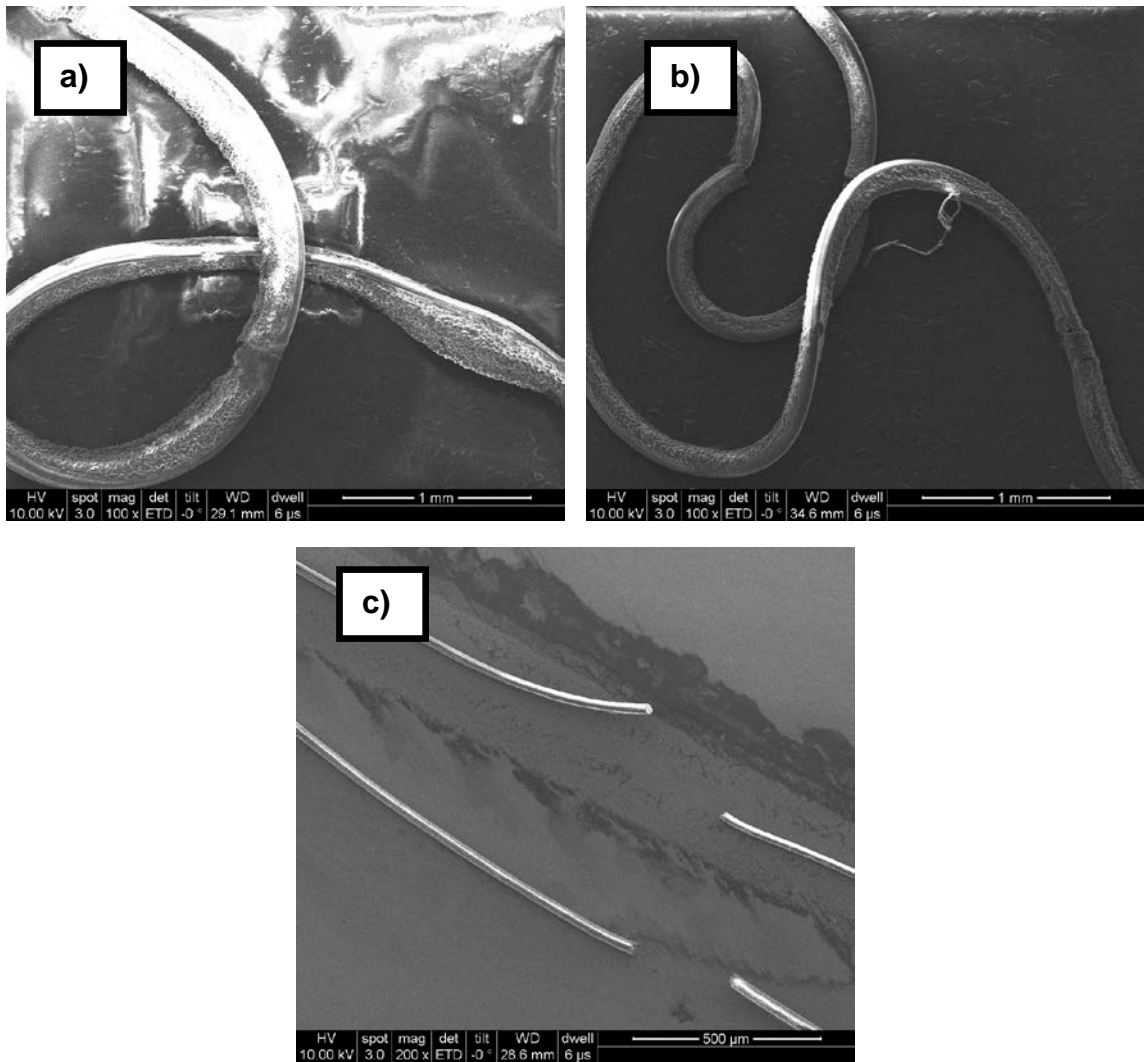
HDPE ile fiber üretiminde hedeflenen durumun mat yoğunluğu açısından gerçekleştirilememesi üzerine çalışılması daha kolay olduğu bilinen LDPE ile çalışmalara geçilmiş ve iki parametre üzerinde optimizasyon çalışmaları yapılmıştır. Gerçekleştirilen bu çalışmalarda birinci parametre için polimer konsantrasyonu ve ikinci parametre için tuz konsantrasyonu kullanılmıştır.

Polimer konsantrasyonu (Ağırlıkça % 15 - 18 - 24 PE, Ağırlıkça % 2.5 T-BAHS):

Gerçekleştirilen ilk optimizasyon çalışmasında farklı üç konsantrasyonda nm seviyesinde fiber üretilmeye çalışılmış ancak fiber çapları μm mertebesinde kalmıştır (Şekil 4.20.). Üç farklı konsantrasyon için üretilen fiberlerin çapları konsantrasyon arttıkça küçülmekte ancak fiber mat elde edilebilme durumu için tam tersi geçerlidir. Buna göre optimizasyon çalışmasının sonucu Çizelge 4.2.'de detaylandırılmıştır.

Çizelge 4.2. PE için konsantrasyon optimizasyonu

Konsantrasyon	Fiber çap dağılımı	Kullanılabilir fiber elde edilmesi
Ağırlıkça % 15	200 - 300 μm	Var
Ağırlıkça % 18	112 - 250 μm	Var
Ağırlıkça % 24	30 - 60 μm	Yok

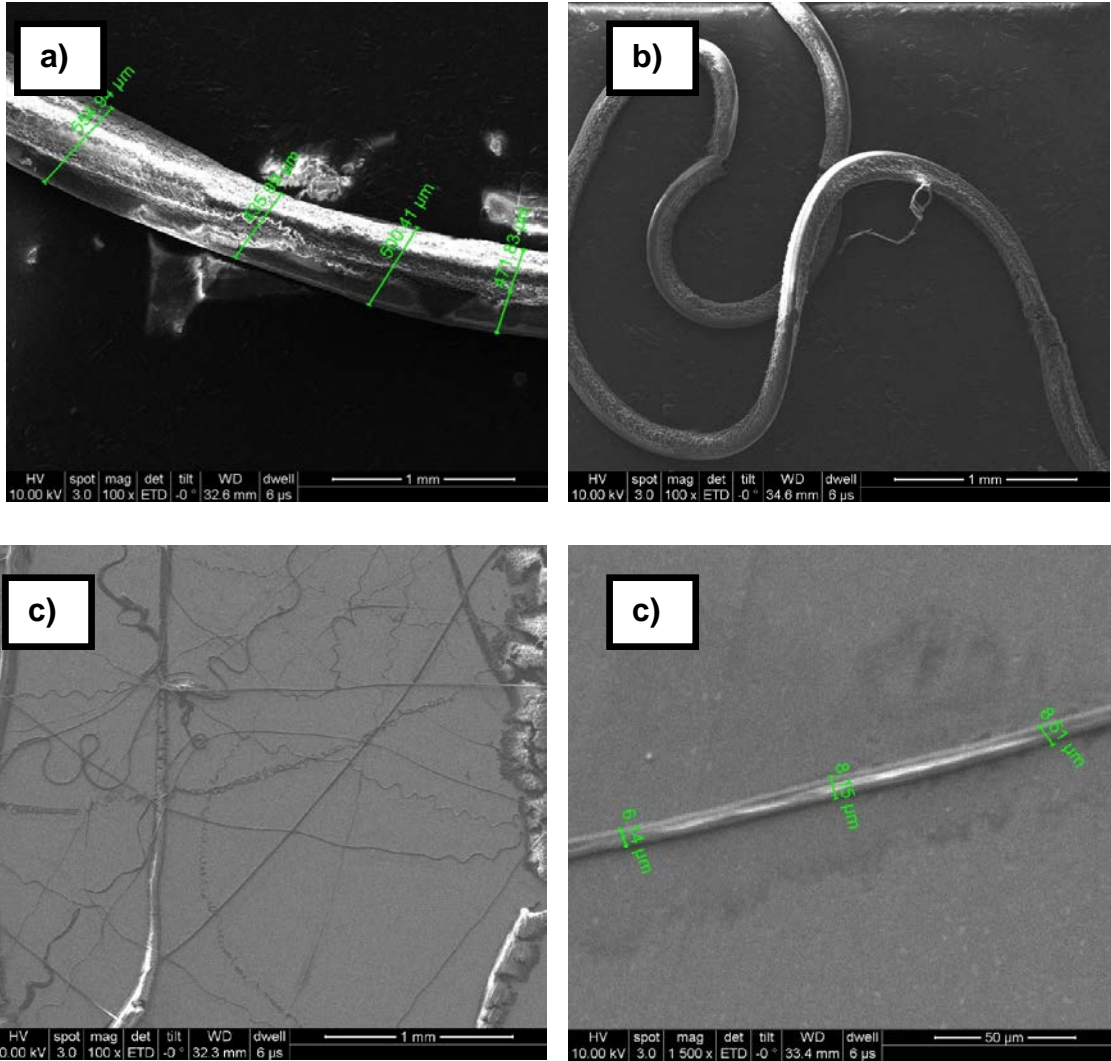


Şekil 4.20. LDPE ile gerçekleştirilen konsantrasyon optimizasyon çalışmasının TEM görüntüleri a) Ağırlıkça % 15 b) Ağırlıkça % 18 c) Ağırlıkça % 24

Hem kullanılabilir fiber elde edilmesi hem de en küçük fiber çap aralığı açısından ağırlıkça % 18'lik konsantrasyon seçilerek bir sonraki adımda iletkenlik artırıcı tuzun (T-BAHS) etkisinin incelenmesine geçilmiştir.

Tuz konsantrasyonu (Ağırlıkça % 18 PE, Ağırlıkça % 1.5 - 2.5 - 3.5 T-BAHS):

Tuz konsantrasyonunun optimizasyonu adımı bir önceki çalışmada elde sonuçla benzer bir sonuç elde edilmiştir. Tuz konsantrasyonu arttırıldıkça üretilen fiberlerin çapları küçülmekte ancak yine nm mertebesinde fiber elde edilememektedir (Şekil 4.21.). Bununla birlikte elde edilen fiberlerin katkı maddesi olarak kullanılabilirliği durumu aynı kalmıştır. Çaplar küçüldükçe kullanılabilir fiberlerin elde güçleşmektedir. Bu çalışmanın sonucu Çizelge 4.3'de özetlenmektedir.



Şekil 4.21. LDPE ile gerçekleştirilen tuz konsantrasyonu optimizasyon çalışmasının TEM görüntüleri a) Ağırlıkça % 1.5 b) Ağırlıkça % 2.5 c) Ağırlıkça % 3.5

Çizelge 4.3. T-BAHS için konsantrasyon optimizasyonu

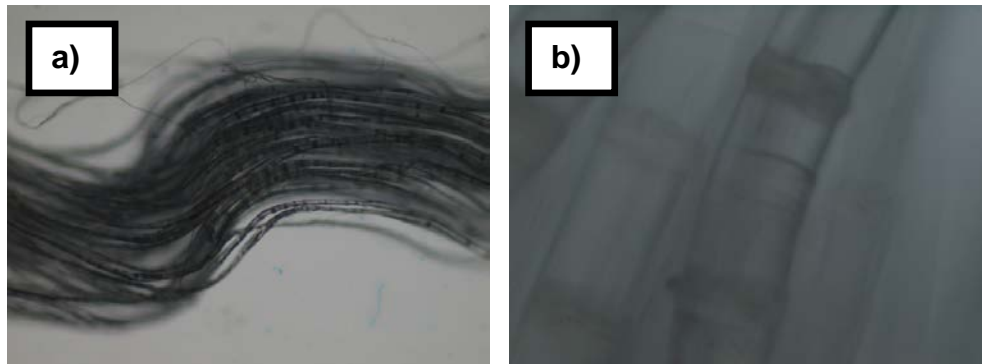
Konsantrasyon	Fiber çap dağılımı	Kullanılabilir fiber elde edilmesi
Ağırlıkça % 1.5	300 - 700 μm	Var
Ağırlıkça % 2.5	112 - 250 μm	Var
Ağırlıkça % 3.5	2 - 10 μm	Yok

Elde edilen sonuçlara göre T-BAHS çözeltisi arttıkça iletkenliğin arttığı düşünülmekte dolayısıyla da çapların küçüldüğü görülmüştür. Ancak kullanılan iletkenlik ölçerin probu çözücü olarak kullanılan p-ksilenin deforme edici özelliğinden dolayı ölçüm için kullanılamamıştır.

Özetlenen bu sonuçlara göre PMMA'nın mekanik performansının geliştirilmesinde katkı malzemesi olarak ağırlıkça % 18 LDPE ile ağırlıkça % 2.5 T-BAHS konsantrasyonu kullanılarak üretilen fiberlerle mekanik performans çalışmalarına geçilmiştir.

4.2.2.3. Ticari PE

Çalışmalarda kontrol grubu (Katkısız PMMA) haricinde ticari olarak üretilen PE'nin katkı maddesi olarak kullanılarak ikinci bir karşılaştırma daha yapılmıştır. Katkı maddesi olarak kullanılan bu fiberlerin çapları ortalama 60 μm olarak tespit edilmiştir (Şekil 4.22.).



Şekil 4.22. Ticari olarak üretilen PE'nin mikroskopik görüntüleri ve çap incelemesi, a) 400x büyütme b)1000x büyütme

Şekil 4.22.'de görülen fiber yapılar Şekil 3.34'de daha önce belirtildiği üzere paralel ve kafes düzenlenme şeklinde PMMA içerisine yerleştirilmiştir.

4.3. Fiberlerin Temas Açısı Ölçümü

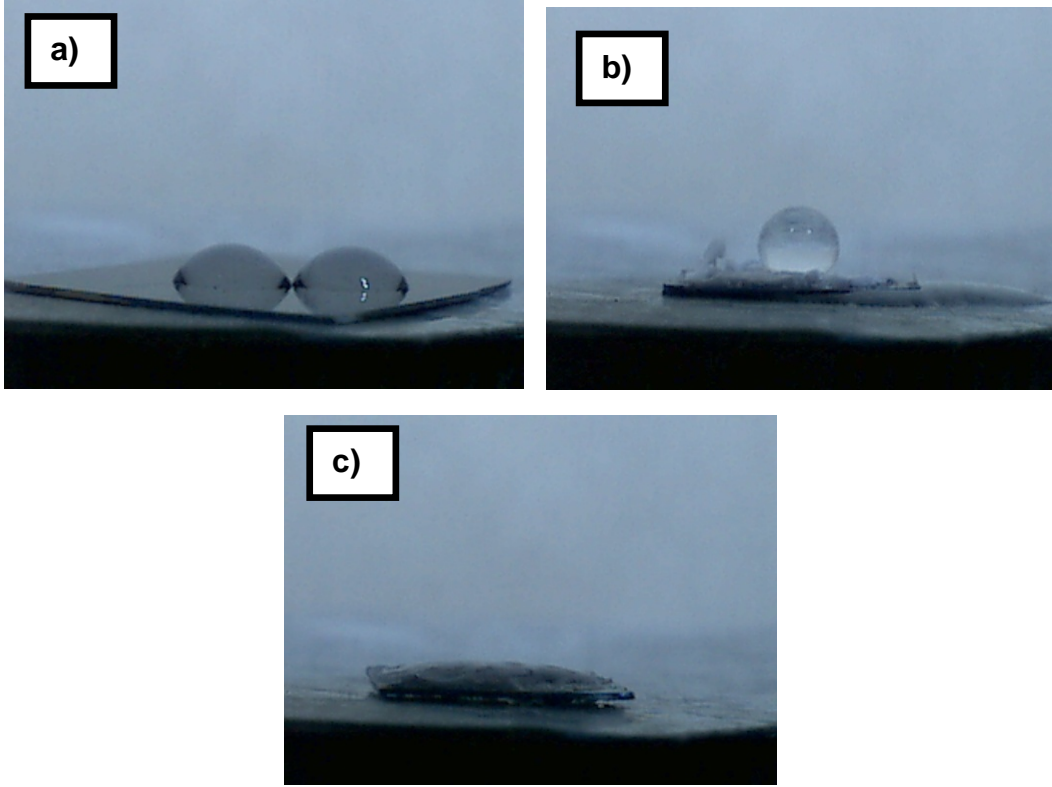
4.3.1. PVA fiberler

Çeşitli tasarım ve düzenliliklerde üretilen PVA nanofiberlerin yüzey karakterizasyonları hidrofilik özellik gösterdiğinden yüzey özelliği aynen kullanılmıştır. Dolayısıyla yüzey karakterizasyonuna yönelik herhangi bir araştırma gerçekleştirilmemiştir.

4.3.2. PE fiberler

Temas açısı ölçümleri

Elektrostatik eğirme sistemi ile üretilen LDPE mikro fiberler yüzey özelliği olarak hidrofobik bir karaktere sahiptir. Bu durum daha önce de bahsedildiği üzere diş hekimliği uygulamalarında tercih edilmeyen bir durum olarak ortaya çıkmaktadır. Hidrofobik yüzeyin hidrofilik karakter kazanması için LDPE fiberler plazma polimerizasyon tekniği kullanılarak HEMA monomeri ile kaplanmıştır. Bu aşamada yüzey modifikasyonu ile istenilen sonucun elde edilip edilemediği durumu ilk olarak temas açısı ölçümleri ile test edilmiştir. Plazma sisteminde tutucu yüzey olarak kullanılan LDPE ile kaplanmamış silikon plaka, modifiye edilmemiş LDPE ile kaplı silikon plaka ve modifiye edilmiş LDPE kaplı silikon plaka örnekler üzerinde duran damla temas açısı ölçümleri alınmıştır. Şekil 4.23.'de detaylı olarak görüldüğü üzere modifiyesiz LDPE kaplı silikon plaka hidrofobik özellik gösterirken modifiyeli LDPE kaplı silikon plaka hidrofilik bir karakterdedir.



Şekil 4.23. Temas açısı ölçüm düzeneği ile alınan görüntüler, a) LDPE ile kaplanmamış silikon plaka, b) Modifiye edilmemiş LDPE ile kaplı silikon plaka c) Modifiye edilmiş LDPE ile kaplı silikon plaka

Çizelge 4.4.'de yüzeyler üzerinden alınan temas açısı ölçümleri yer almaktadır.

Çizelge 4.4. Temas açısı ölçümleri

Örnek	Temas Açısı (°)
1. Silikon plaka	58,8
2. LDPE kaplı silikon plaka (Modifiye edilmemiş)	121,4
3. LDPE kaplı silikon plaka (Modifiye edilmiş)	16,2

4.4. Mekanik Sonuçlar

PVA ve LDPE fiberlerin mekanik karakterizasyonu yapılarak örnekler üzerinden iki veri elde edilmiştir. Bunlardan birincisi maksimum sehim yani uzama miktarı (mm) diğeri ise maksimum yük miktarıdır (N). Elde edilen bu veriler test örneklerinin mekanik özelliklerini direk olarak vermemektedir. Bunun sebebi her bir örneğin üretiminden kaynaklanan boyutlarındaki milimetrik farklılıklardır. Bu farklar maksimum uzama ve yük miktarlarında farklılıklar yaratmaktadır. Bu yüzden örneklerden elde edilen verilerle gerilim (σ_{max}) - gerinim (ϵ) grafiğinin çıkarılarak maksimum gerilim, elastik modülüs (E) ve tokluk değerlerinin bulunması gerekmektedir.

Bu aşamada ilk olarak Bölüm 2.7.3.'de giriş modelindeki teorik hesaplamalar yapılarak öncelikle gerilim ve elastik modülüs bulunarak daha sonra Hooke kanunu ($\sigma = E \times \epsilon$) kullanılarak gerinim değeri bulunur.

Gerilim ve gerinim değerleri elde edildikten sonra gerilim - gerinim grafiği çizdirilerek bu grafik altında kalan alan (4.1) eşitliğine göre hesaplanır.

$$Tokluk (enerji) = \int_{\epsilon_0}^{\epsilon} \sigma. d\epsilon = \int_{l_0}^l \sigma. dl/l \quad (4.1)$$

Gerçekleştirilen bu hesaplamalara göre Çizelge 4.5.'de PVA ve Çizelge 4.6.'da PE için elde edilen Gerilim, Elastik Modülüs ve Tokluk değerleri özetlenmiştir.

Çizelge 4.5. PVA örneklerin gerilim, elastik modülüs ve tokluk değerleri

Grup	Ağırlık yüzdesi	Gerilim (MPa)	Elastik modülüs (GPa)	Tokluk (Pa)
Kontrol		2,544 ± 0,891	0,377 ± 0,08	88010 ± 44108
PVA Düzensiz	0,05%	1,484 ± 0,46	0,273 ± 0,007	41259 ± 25230
	0,25%	2,745 ± 0,022	0,375 ± 0,001	102096 ± 6367
	1%	3,045 ± 0,35	0,453 ± 0,05	110296 ± 7863
	1,25%	3,608 ± 0,01	0,578 ± 0,129	116053 ± 32255
PVA Tasarım 1	0,05%	2,439 ± 0,108	0,445 ± 0,085	65119 ± 22046
	0,25%	3,470 ± 0,514	0,446 ± 0,111	152833 ± 604

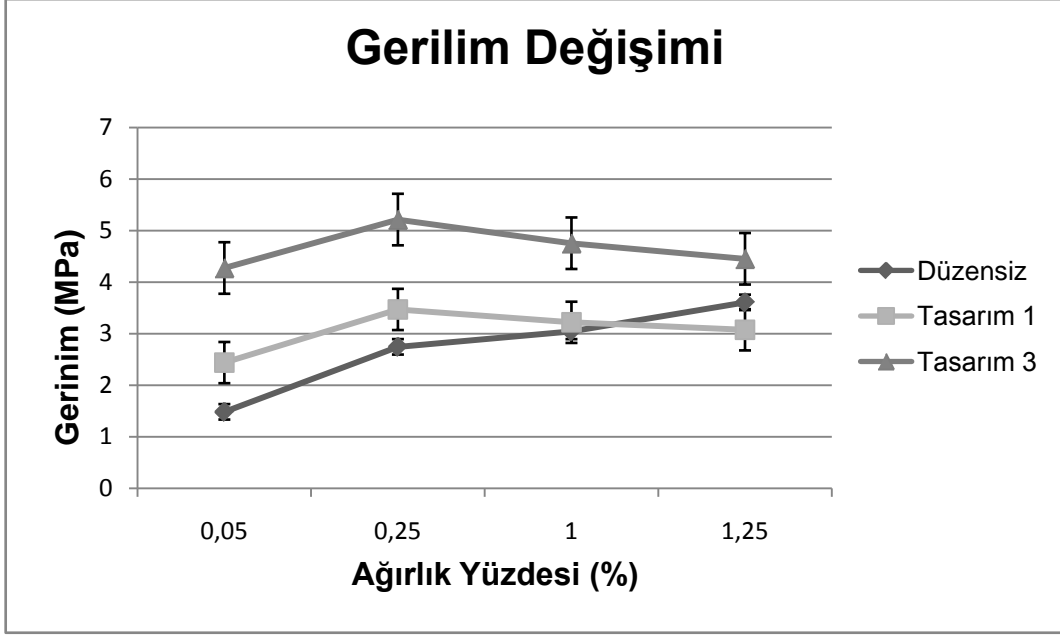
	1%	3,221 ± 0,025	0,523 ± 0,076	125637 ± 1523
	1,25%	3,075 ± 0,723	0,588 ± 0,153	74468 ± 17532
PVA Tasarım 3	0,05%	4,275 ± 0,759	0,766 ± 0,275	118178 ± 356
	0,25%	5,215 ± 0,012	0,791 ± 0,115	174655 ± 31837
	1%	4,756 ± 0,25	0,699 ± 0,105	155026 ± 5236
	1,25%	4,454 ± 0,838	0,681 ± 0,097	150224 ± 85775

Çizelge 4.6. LDPE örneklerin gerilim, elastik modülüs ve tokluk değerleri

Grup	Fiber Biçimi	Gerilim (MPa)	Elastik modülüs (GPa)	Tokluk (Pa)
Kontrol		2,544 ± 0,891	0,377 ± 0,08	88010 ± 44108
PE Ticari (Modifiyesiz)	<i>Paralel</i>	6,680 ± 1,764	1,182 ± 0,473	182755 ± 5639
	<i>Kafes</i>	4,062 ± 0,45	1,196 ± 0,194	71949 ± 29138
PE Ticari (Modifiyeli)	<i>Paralel</i>	6,427 ± 0,324	1,594 ± 0,307	133126 ± 35332
	<i>Kafes</i>	6,073 ± 0,217	1,438 ± 0,039	134237 ± 8594
LDPE (Elektrostatik Eğirme)	<i>Paralel</i>	5,145 ± 0,176	1,223 ± 0,086	115807 ± 1724
	<i>Kafes</i>	5,141 ± 1,54	1,039 ± 0,058	199304 ± 30622

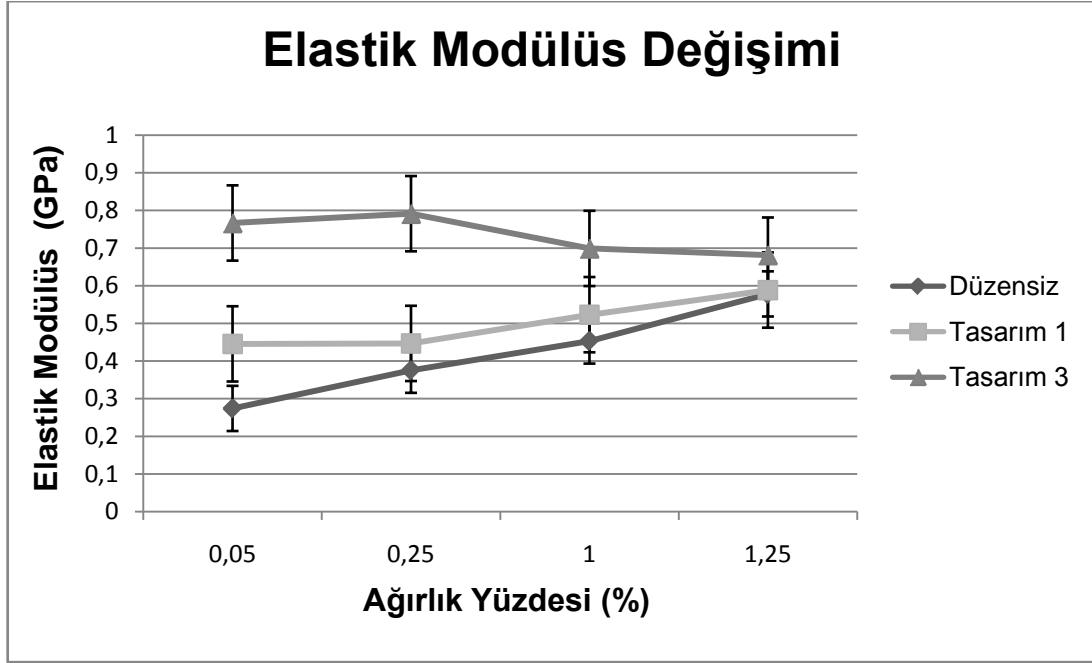
4.4.1. PVA

Elde edilen sonuçlar doğrultusunda Şekil 4.24.'de fiberlerin ağırlık yüzdesine karşılık gerilim değerleri, Şekil 4.25.'de fiberlerin ağırlık yüzdesine karşılık elastik modülüs, Şekil 4.26.'da da fiberlerin ağırlık yüzdesine karşılık tokluk değerlerinin grafiksel incelemesi görülmektedir.



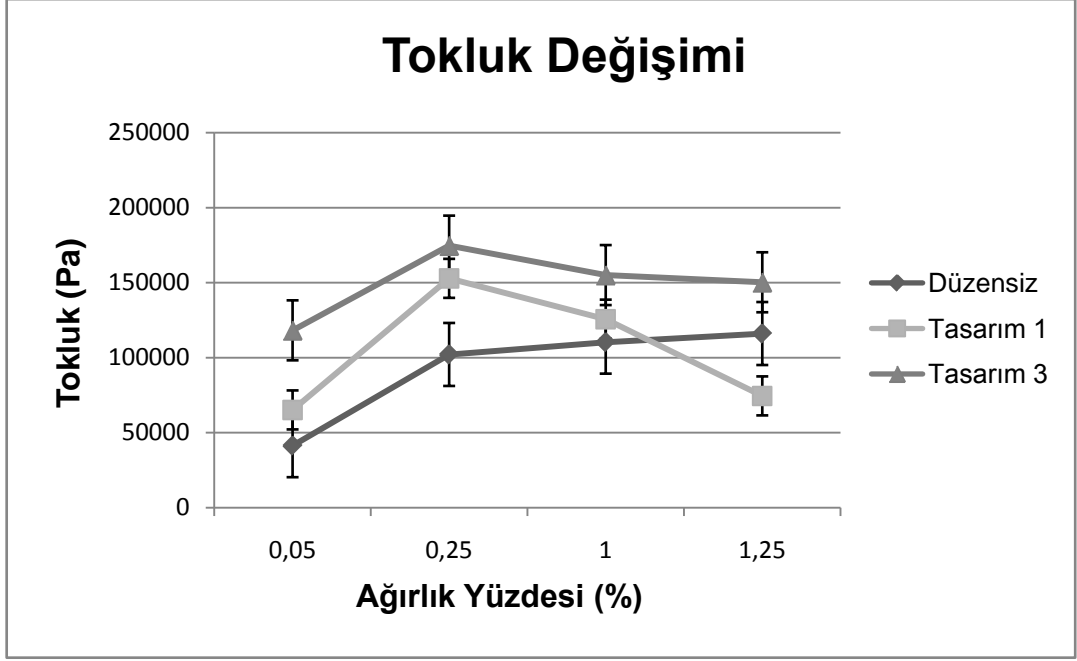
Şekil 4.24. Farklı ağırlık yüzdelerine karşılık gerilim değişimleri

Elde edilen sonuçlarda görüldüğü üzere gerilim değerleri fiber katkısı ile artarken bu durum düzenlenme ile daha da geliştirilmiştir. Yani düzensiz fiberlere göre bir düzenlenme ve desene sahip fiber formlar mekanik performansı iyileştirmektedir. Ağırlık yüzdelerine göre gerilim değişimlerinde düzensiz fiberlerin ve tasarım 1 ile üretilen fiberin ağırlıkça % 0.05'lik ağırlıkları için mekanik dayanım düşerken diğer tüm durumlar için mekanik durum iyileştirilmiştir. Bu veri grubunda en iyi sonuç Tasarım 3 ağırlıkça % 0.25'de elde edilmiştir. Tasarım 3 ve Tasarım 1 grubunda ağırlıkça % 0.25'den sonraki gerilim değerlerinin düşmesi ise artan malzeme miktarından kaynaklanan homojen fiber dağılımının azalmasına bağlanmaktadır.



Şekil 4.25. Farklı ağırlık yüzdelerine karşılık elastik modülüs değişimleri

Elastik modülüs içinse düzensiz fiberler ve Tasarım 1 ile üretilen fiberlerin ağırlık yüzdelerine göre mekanik davranışları benzeşmektedir. Tasarım 3 için ise gerilim ile benzer davranış elde edilmiştir. Elastik modülüsün incelenmesinde gerilim değerlerinde de elde edildiği üzere ağırlıkça % 0.05'lik ağırlıkta düzensiz fiberler ve tasarım 1 ile üretilen fiberler için negatif sonuç gözlemlenmiştir. Bunun dışındaki diğer tüm parametrelerde elastik modülüs artarak malzemenin esnemesi azalmıştır. Bu durum malzemeyi daha gevrek hale getirirken malzemenin mekanik dayanımını artırmıştır.



Şekil 4.26. Farklı ağırlık yüzdelerine karşılık tokluk değişimleri

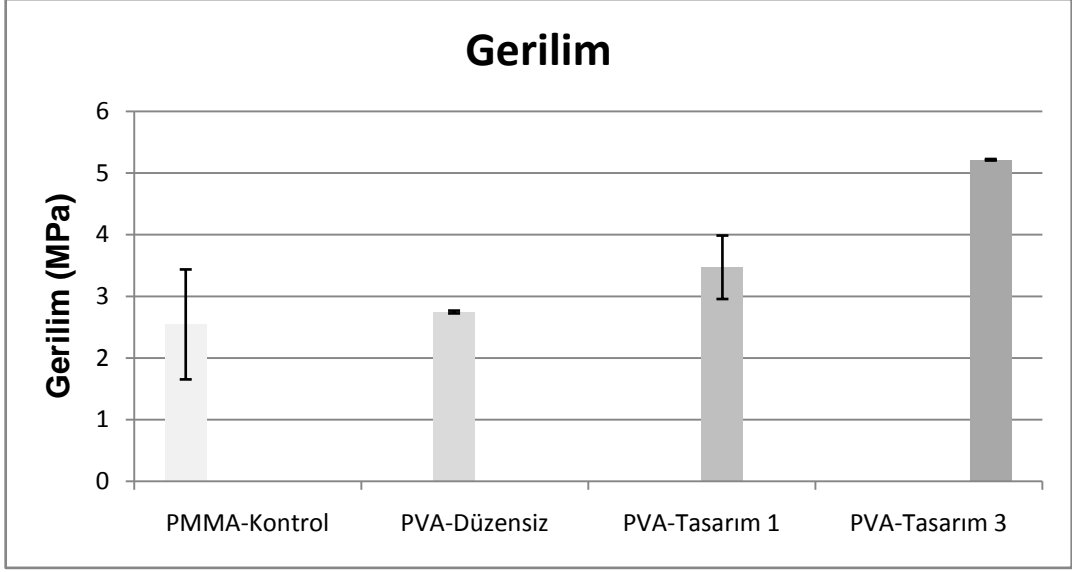
Son adımda incelenen yüzde ağırlık oranlarına göre tokluğun değişimi grafiğinde diğer iki grupta da göze çarpan ağırlıkça % 0.05'lik ağırlıkta düzensiz fiberler ve tasarım 1 ile üretilen fiberlerde yaşanan mekanik olumsuzluk bu grupta da gözlemlenmiştir. Diğer tüm durumlar için malzemenin absorblayabileceği maksimum enerjinin arttığı görülmüştür. Bu grupta da en iyi mekanik performansı Tasarım 3 ile üretilen ağırlıkça % 0.25'lik fiber grubu vermiştir.

Sonuç olarak tüm grafiksel incelemeler göz önünde bulundurulduğunda en iyi sonuç Tasarım 3 için %0.25'lik ağırlık oranında elde edilmiştir. Dolayısıyla bu veri ile düzenlenmenin mekanik iyileştirmedeki olumlu etkisi gözlemlenmiştir. Bununla birlikte Çizelge 4.7.'de yüzdelerle değişimler incelendiğinde ise en fazla değişimin yine Tasarım 3 için %0.25'lik ağırlık oranında elde edildiği görülmektedir.

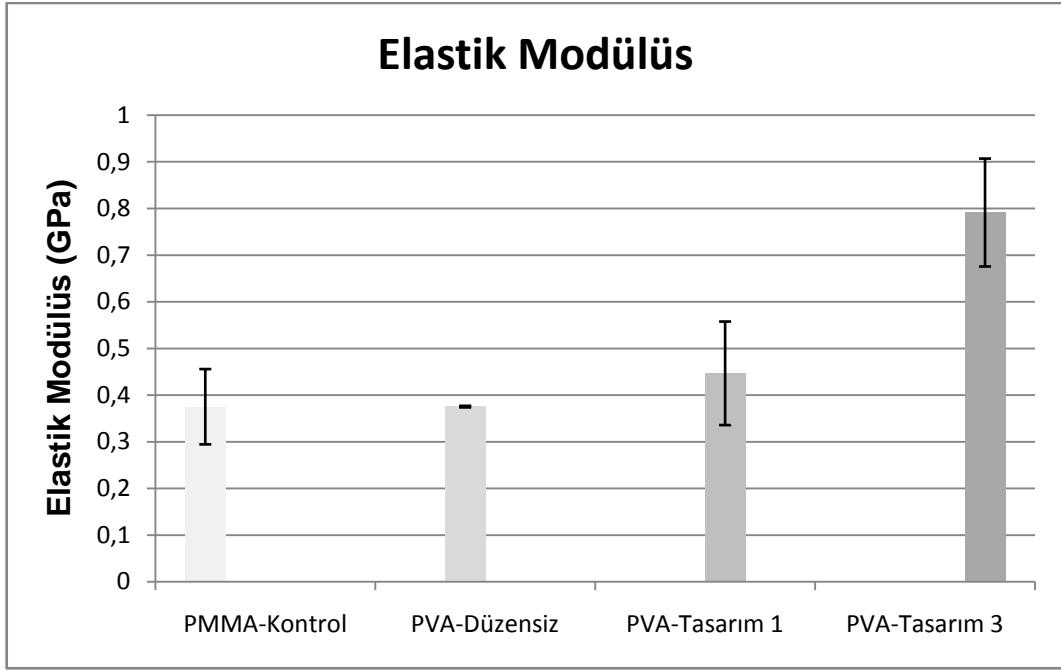
Çizelge 4.7. PVA örneklerin kontrol grubuna göre yüzde değişimleri

Grup	Ağırlık yüzdesi	Gerilim (MPa)	Elastik modülüs (GPa)	Tokluk (Pa)
PVA Düzensiz	0,05%	- %42	- %28	- %54
	0,25%	%7	- %1	%16
	1%	%19	%20	%25
	1,25%	%41	%53	%31
PVA Tasarım 1	0,05%	- %5	%18	- %27
	0,25%	%35	%18	%73
	1%	%26	%38	%42
	1,25%	%20	%56	- %16
PVA Tasarım 3	0,05%	%67	%103	%34
	0,25%	%104	%109	%98
	1%	%86	%85	%76
	1,25%	%74	%80	%70

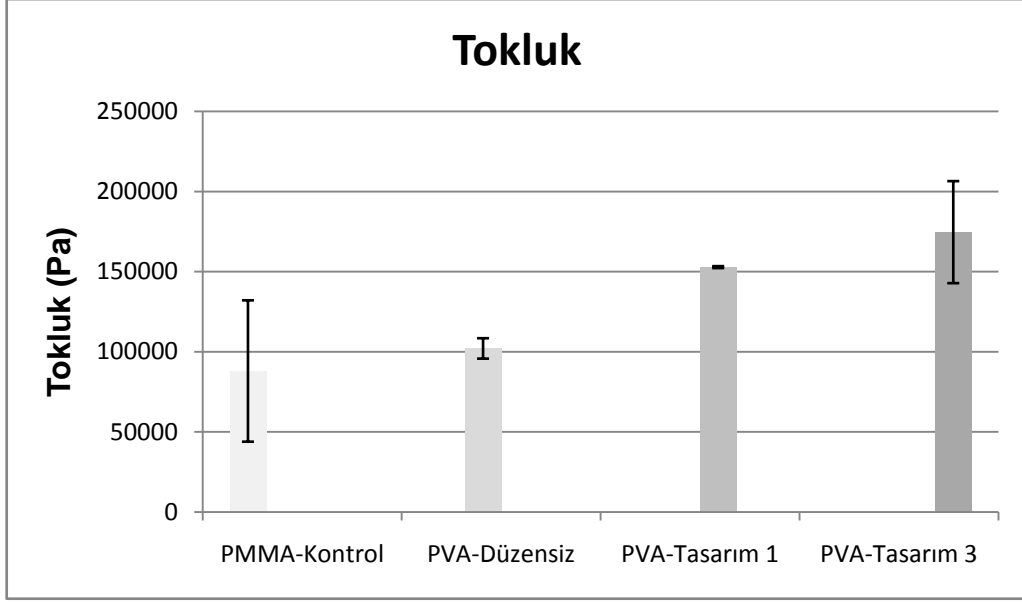
PVA nanofiberlerde gözlemlenen en iyi mekanik performans grubunun eş ağırlık grupları ile Gerilim (Şekil 4.27.), Elastik Modülüs (Şekil 4.28.) ve Tokluk (Şekil 4.29.) değerleriyle karşılaştırması aşağıda incelenmektedir.



Şekil 4.27. Ağırlıkça % 0.025'lik katkı üç grup için gerilim değerleri



Şekil 4.28. Ağırlıkça % 0.025'lik katkı üç grup için elastik modülüs değerleri



Şekil 4.29. Ağırlıkça % 0.025'lik katkı üç grup için tokluk değerleri

Şekil 4.27, Şekil 4.28, Şekil 4.29'da görüldüğü üzere en iyi Tasarım 3 için elde edilmiştir. Tasarımlar arasında karşılaştırma yaptığımızda mekanik iyileştirmeyi etkileyen en önemli parametrenin düzenlenme olduğu ortaya çıkmaktadır. Düzensiz fiberler ve Tasarım 1 arasındaki çap farkı Tasarım 1'de iyileştirmeye neden olsa da fiber çapları daha büyük olan Tasarım 3 ile düzenliliğin mekanik performansa etkisi net olarak görülmektedir.

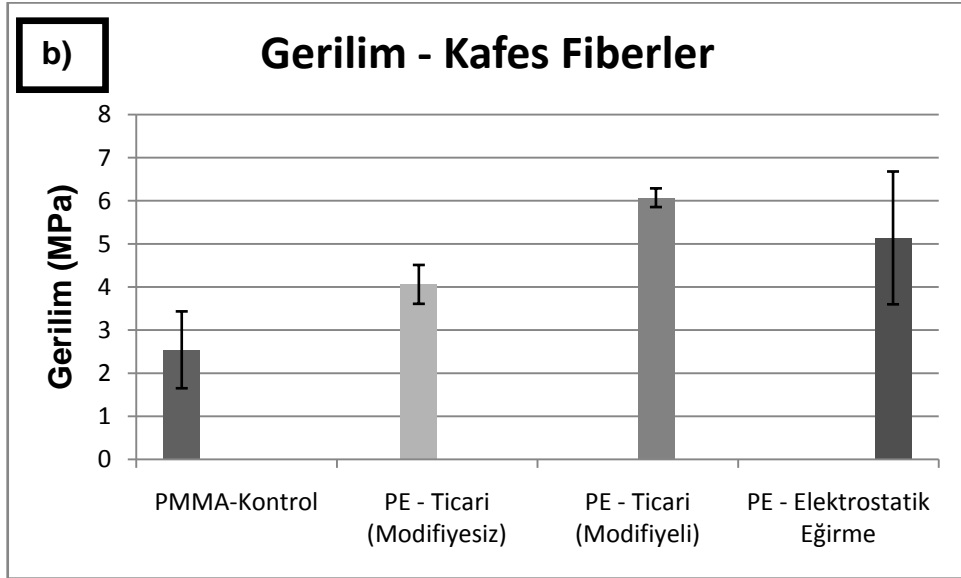
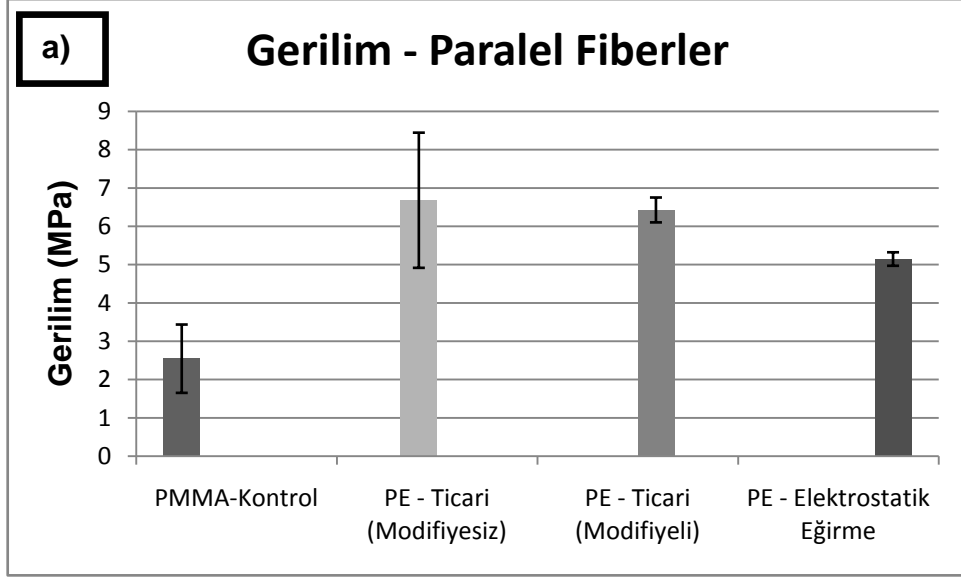
4.4.2. LDPE ve Ticari PE

Çizelge 4.6. incelendiğinde elektrostatik eğirme ile üretilen LDPE'nin mekanik performansta genel olarak ticari PE'ye yaklaştığı ancak iyileştirme açısından tek nokta haricinde fark yaratmadığı görülmektedir. Bununla birlikte sadece tokluk değerinde diğer gruplara göre maksimum enerjiyi absorbladığı ortaya konmuştur. Çizelge 4.8. incelendiğinde ticari PE ve LDPE gruplarının mekanik performansta meydana getirdiği iyileştirmenin yüzdesel değişimi görülmektedir.

Çizelge 4.8. PE örneklerin kontrol grubuna göre yüzde değişimleri

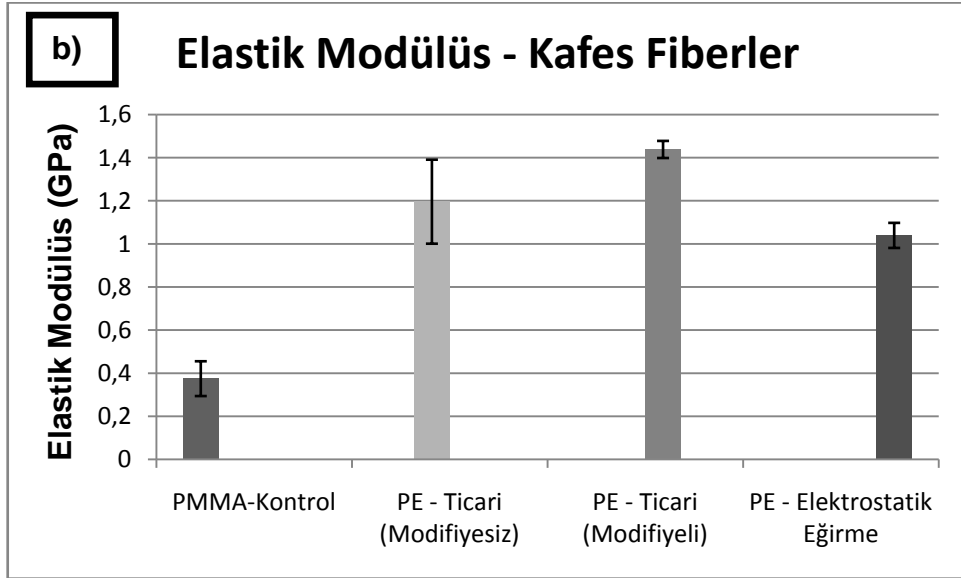
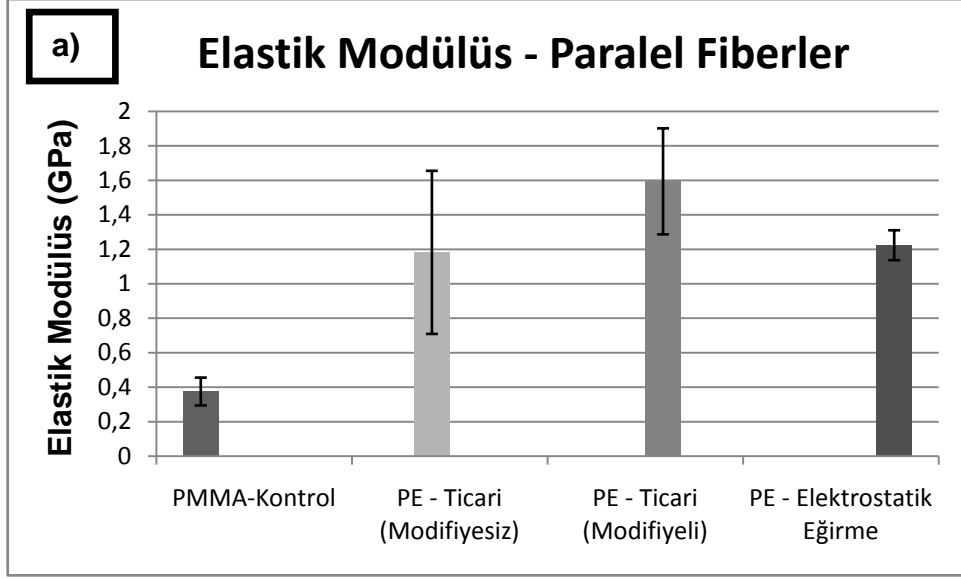
Grup	Fiber Biçimi	Gerilim (MPa)	Elastik modülüs (GPa)	Tokluk (Pa)
PE Ticari (Modifiyesiz)	<i>Paralel</i>	%161	%213	%107
	<i>Kafes</i>	%59	%217	- %19
PE Ticari (Modifiyeli)	<i>Paralel</i>	%151	%322	%51
	<i>Kafes</i>	%137	%281	%52
PE (Elektrostatik Eğirme)	<i>Paralel</i>	%101	%224	%31
	<i>Kafes</i>	%101	%175	%126

Şekil 4.30. incelendiğinde gerilim değerleri için düzenli fiberlerin çapraz fiberlere göre mekanik performansta daha başarılı sonuç vermiştir. Ancak bu noktada öne çıkan durum ticari olarak üretilen PE fiber çapları elektrostatik eğirme ile üretilenlerden daha küçük olsa bile mekanik performansları birbirine yakındır. Elektrostatik eğirme ile üretilen fiberlerin çap değerleri ticari olarak üretilen PE fiberlerin çaplarından farklı olsa da elektrostatik eğirme ile üretilen fiberlerin yüzey pürüzlülüğü ile yüzey alanı artarak mekanik performansda iyileştirmeye neden olmuştur. Bu durum daha küçük çapta üretililecek PE mikro ve nano fiberlerin mekanik performansta çok daha iyi sonuçlar verebileceğinin bir göstergesidir. Çalışma içerisinde PE fiber çaplarının küçültülmesinde şırınga sisteminde iğneli tasarım ve demir nanopartikül gibi katkılarla farklı yaklaşımlar getirilmiş fakat sonuç alınamamıştır. Ancak bu çalışmalar yeni yaklaşımlar için alt yapı niteliğinde olup gelecekte gerçekleştirilecek çalışmalarda farklı tasarım ve yaklaşımlarla olumlu sonuçların alınabileceği düşünülmektedir.



Şekil 4.30. Gerilim değerlerinin fiber düzenlenmesi ve gruplarına göre incelenmesi, a) Paralel fiberler b) Kafes fiberler

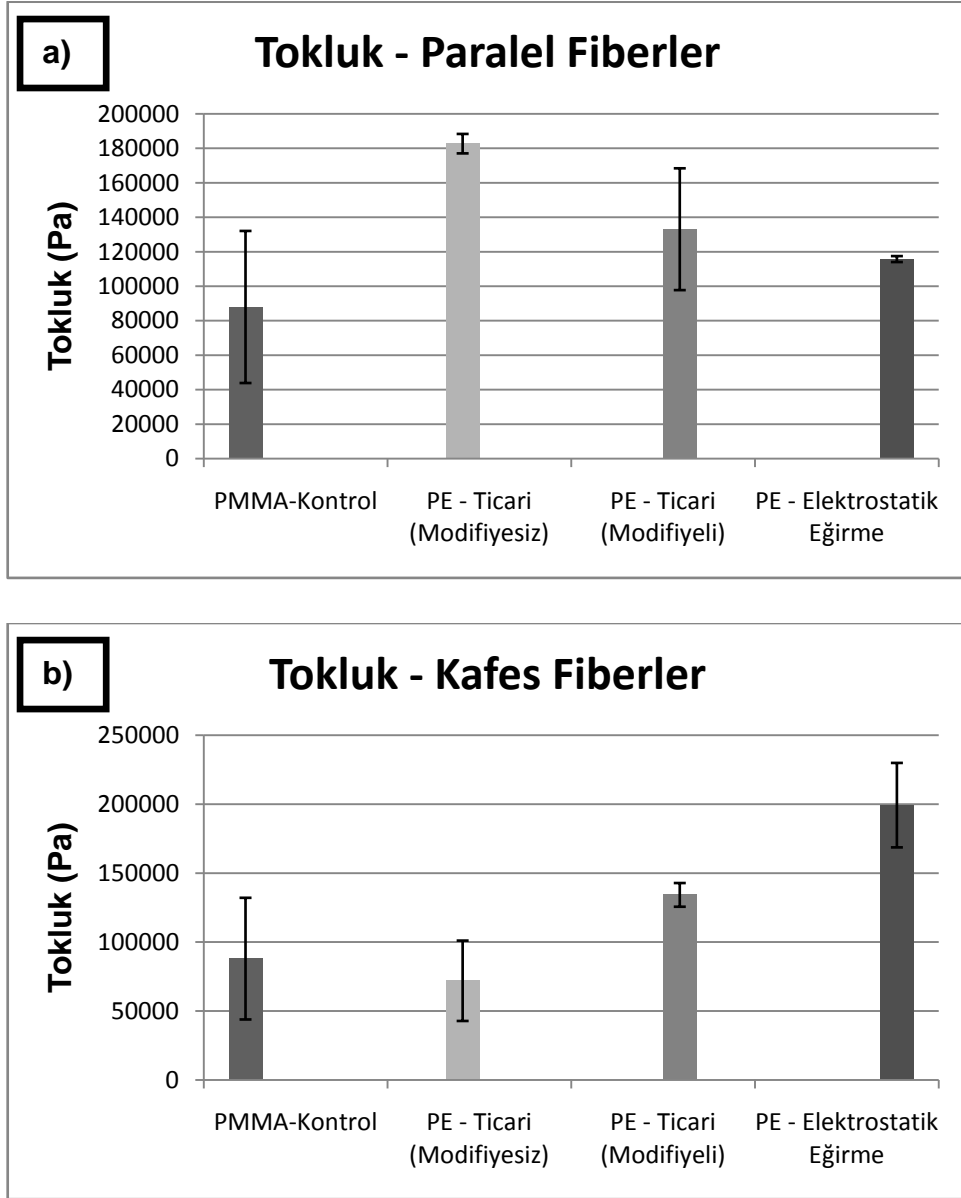
Şekil 4.31. elastik modülüs değerlerinin karşılaştırmasında ise yine düzenli fiberlerin mekanik performansının daha iyi olduğu görülmüştür. PE fiberler elastik modülüs değerlerinde 2 ve 4 katlar aralığında iyileştirmelere neden olmuş ve malzemenin mekanik dayanımını oldukça artırmıştır.



Şekil 4.31. Elastik modülüs değerlerinin fiber düzenlenmesi ve gruplarına göre incelenmesi, a) Paralel fiberler b) Kafes fiberler

Son olarak Şekil 4.32.'de görüldüğü üzere malzemelerin tokluk değerlerinin karşılaştırmaları yapılmıştır. Bu grupta ise ticari PE fiberler yine düzenli formda daha iyi sonuç verirken elektrostatik eğirme ile üretilen PE fiberler tam tersi sonuç vermiştir. Ayrıca elektrostatik eğirme ile üretilen PE fiberler bu grubun en fazla enerji absorblayan malzemesi olarak göze çarpmaktadır. Bu sonuç PE fiberlerin yüzey morfolojisinden kaynaklanan bir durumdur. Çünkü hem PE fiberlerin yüzeylerinin tırtıklı olması ile yüzey alanları genişlerken hem de fiberleri kafes şeklinde yerleştirerek katkı malzemesine üç boyutlu bir yön de kazandırılmıştır. Üç boyutlu yapıyı oluşturan bu kafes sistemi yüzeyi düz olan ticari PE fiberler için bir

fark yaratmazken elektrostatik eğirme ile üretilen PE fiberler için bir avantaj olmuştur. Üç boyutlu yapının bu duruma kazandırdığı avantaj ise ara yüzey bağlantılarını artırarak daha fazla destek noktası oluşturmuş ve yüzey enerjisi artırmış bu da mekanik performansta iyileştirmeye neden olmuştur.



Şekil 4.32. Tokluk değerlerinin fiber düzenlenmesi ve gruplarına göre incelenmesi, a) Paralel fiberler b) Kafes fiberler

5. SONUÇ

Bu çalışmada restoratif diş malzemesi olarak protez yapılarda çoğunlukla tercih edilen PMMA'nın mekanik dayanımının geliştirilmesinde mikro ve nanofiber katkıların etkisi incelenmiştir. Katkı malzemesi olarak PVA ve PE kullanılan

çalışmada mikro ve nano boyutta üretim için elektrostatik eğirme cihazı Başkent Üniversitesi Biyomedikal Mühendisliği laboratuvarlarında farklı tipte güç kaynakları ile üretilmiştir. Bu çalışma ile ilk defa PMMA içerisinde nanofiber katkıları kullanılmış ve mekanik performanslarda iyileşmeler gözlemlenmiştir. Çalışmanın getirdiği bir diğer yeni ve özgün yaklaşım ise farklı düzenlenmelerde ve desenlerde fiber tasarımlarının mekanik performanslarının yaratacağı etki incelenmiş sonuçta mekanik performans yönünden daha başarılı yeni kompozit malzemeler üretilmiştir. PE fiber üretim çalışmalarında ise çapları ticari PE'ler kadar küçük olmayan fiberler üretilmiş ama mekanik performansı birbirine yakın kompozitler üretilerek yüzey pürüzlülüğünün etkisi ortaya konmuştur. Gelecekteki çalışmaların hedefinde bu yüzey pürüzlülüğüne sahip daha küçük çaptaki PE fiberlerin üretimi ile daha iyi mekanik dayanıma sahip kompozit üretimleri yer almaktadır.

Gerçekleştirilen tez çalışmasında elde edilen sonuçlar aşağıda sırası ile özetlenmektedir:

Çalışmada gerçekleştirilen ilk bölümünde PVA nanofiberlerin düzenlenme ve yüzdesel ağırlık değişimlerinin etkisi incelenirken PE mikrofiberler ile de ticari olarak kullanılan PE yapılar arasındaki performans farkları incelenmek istenmiştir.

Katkı malzemelerinin üretimi için ilk adımda üretim sistemi olarak kullanılacak elektrostatik eğirme cihazı üretilerek ardından fiber düzenlenmeleri için kullanılacak özgün düzenleme sistemi imal edilmiştir. Bir sonraki adımda kullanılacak polimerlerin optimizasyon çalışmalarına geçilmiştir.

Bu aşamada PVA için konsantrasyon optimizasyonu yapılarak ağırlıkça % 25'lik çözeltide en düşük çap aralığı 138 - 220 nm aralığa sahip fiber yapılar elde edilmiştir. Bir sonraki adımda Tasarım 1, Tasarım 2 ve Tasarım 3 sistemleri kullanılarak ilk iki tasarımda sırası ile 135 - 175 nm ve 80 - 120nm fiber çap aralıkları elde edilirken son tasarımda bu aralık büyüyerek 220 - 415 nm'lik fiberler elde edilmiştir.

PE için gerçekleştirilen çalışmalarda ise birinci adım olarak yüksek dayanım sağlaması için HDPE kullanılmış ancak katkı malzemesi olarak uygun fiber formlar elde edilememiştir. Sisteme yardımcı bir araç olarak ısıtıcı bir sistem üretimi yapılmış ancak yine HDPE için olumlu sonuç elde edilememiştir. Çalışmada tek

sefer olmak üzere HDPE fiber uęurumu gzlenŒe de tekrarlanamamıřtır. Elde edilen bu yapıda ise řiř kebab adı verilen tırtıklı yzeylere sahip 1,83 μm ile 102,5 μm aralıęında HDPE fiberler elde edilmiřtir.

PE ięin ikinci adımda ęalıřılması daha kolay LDPE kullanılarak hem konsantrasyon hem de iletkenlik artırıcı tuz katkısının optimizasyon ęalıřmaları geręekleřtirilmiřtir. İki konsantrasyonun da artırılması fiber ęaplarının kęlmesini saęlamıřtır ancak katkı malzemesi olarak elde edilememiřtir. ęalıřmada hem katkı malzemesi hem de en kęk ęap aralıęına sahip %18'lik %2.5 T-BAHS oranına sahip ęzeltiden retilen fiberler kullanılmıřtır (112 - 250 μm). Bu adımın son kısmında ise hidrofilik yzey karakterizasyonuna sahip LDPE yzeyleri plazma polimerizasyon cihazı ile hidrofilik yzey zellięi kazandırılmıřtır.

ęalıřmanın son kısmında ise mikro ve nanofiber katkılı PMMA rnekler 3 nokta eęme testine tabi tutularak mekanik performansları incelenmiřtir. Elde edilen sonuęlarda PVA nanofiber katkılarının mekanik dayanımı artırdıęı bu performansın fiber dzenlenmesi ile daha da geliřtirildięi grlmřtr. Ancak fiber katkısının homojenizasyonunun bozulduęu yksek aęırlıklı katkılarda performansın etkilendięi ve mekanik dayanımın optimum konumunu koruyamadıęı gzlemlenmiřtir. Yzde olarak mekanik performansdaki en yksek deęiřim Tasarım 3'de aęırlıkęa % 0.25 aęırlık katkısında elde edilmiřtir.

LDPE ięin geręekleřtirilen ęalıřmalarda Ticari olarak kullanılan PE yapıların mekanik performansının retilen LDPE yapılara gre daha iyi olduęu tespit edilse de LDPE mikro fiberlerin ęapraz olarak yerleřtirildięinde dięer rnelere gre daha fazla enerjiyi absorblayabildięi grlmřtr. Ayrıca LDPE mikrofiberlerin PVA nanofiberlere gre mekanik performansının daha iyi olduęu tespit edilmiřtir.

Son noktasına getirilen kompozit retim ęalıřmaları hcresel uyumluluk testlerine tabi tutularak retilen hem fiber yapıların hem de kompozit malzemelerin dzenlenme ya da fiber katkılarındaki aęırlık yzdelesindeki deęiřimin sitotoksik etkisi incelenecektir. Bu incelemeler Sayın Prof. Dr. Emir Baki DENKBAř'ın kurucusu ve yrtcs olduęu Hacettepe niversitesi Biyopolimerik Sistemler Arařtırma Grubu bnyesinde geręekleřtirilecektir.

KAYNAKLAR

- Acosta-Torres LS, L'opez-Mar'ın L, Elvira N'ũnez-Anita E, Hern'andez-Padr' on G, Casta'no VM, 2011, Biocompatible Metal-Oxide Nanoparticles: Nanotechnology Improvement of Conventional Prosthetic Acrylic Resins, *Journal of Nanomaterials*, 10, 1155.
- Açıklalın A., 2007, Dental protezlerde başarısızlık nedenleri, Uzmanlık Bitirme Tezi, Ege Üniversitesi Diş Hekimliği Fakültesi, İzmir, 9-11s.
- Baumgarten PK., 1971, Electrostatic Spinning of Acrylic Microfibers., *Journal of Colloid and Interface Science*, Vol 7, 71-79.
- Beachley V, Wen X, 2009, Effect of electrospinning parameters on the nanofiber diameter and length, *Materials Science and Engineering*, 29, 663–668.
- Bellana L.M., Craighead H. G., 2006, Control of an electrospinning jet using electric focusing and jet-steering fields, *American Vacuum Society*, 3179-3183.
- Berdy D, Chong H, Paruchuri S, Yu J, Hollar K, Weitz D, 2005, Bifurcations in Electrospinning: Splitting a Polymer, Je Weitz Group, Harvard University.
- Boland ED, WnekGE, Simpson DG, Palowski KJ, Bowlin GL, 2001, Tailoring tissue engineering scaffolds using electrostatic processing techniques: A study of poly(glycolic acid) electrospinning, *J Macromol Sci Pur Appl Chem*, A38(12), 1231–1243.
- Chow W., Cheng Y., Ladizesky H., 1993, Polyethylene fibre reinforced poly(methyl methacrylate) water sorption and dimensional changes during immersion, *J Dent* 21: 367-372.
- Christian O., 2003, Plasma surface modification of polymers for biomedical use, *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research*, 208, 40–47.
- Cioffi M.O.H., Voorwald H.J.C., Hein L.R.O., Ambrosio L., 2005, Effect of cold plasma treatment on mechanical properties of PET/PMMA composites, *Composites: Part A*, 615–623.
- Çökeliler D, Erkut S, Zemek J, Biederman H, Mutlu M, 2007, Modification of glass fibers to improve reinforcement: A plasma polymerization technique, *Dental Materials* , 335-342.
- De Boer J., Vermilyea S.G., Brady H.E., 1984, The effect of carbonfiber orientation on the fatigue resistance and bending properties of two denture resins, *J Prosthet Dent*, 51(1): 119-121.
- Deitzel JM, Kleinmeyer JD, Hirvonen JK, Beck Tan NC, 2001, Controlled deposition of electrospun poly(ethylene oxide) fibers, *Elsevier Polymer* 42, 8163-8170.

- Dixon D.L., Breeding L.C., 1992, The transverse strengths of three denture base resins reinforced with polyethylene fibers. *J Prosthet Dent.*, 67:417-419.
- Dodiuk-Kenig H., Lizenboim K., Roth S., Zalsman B., McHale WA, Jaffe M, Griswold K, 2008, Performance Enhancement of Dental Composites Using Electrospun Nanofibers, *Journal of Nanomaterials*, 1155, 6.
- Doshi J, Reneker DH, 1995, Electrospinning Process and Applications of Electrospun Fibers, *Journal of Electrostatics*, 35, 151-160.
- Ekstrand K., Ruyter I.E., Wellendorf H., 1987, Carbon/g rap hilefiber reinforced poly(methyl methacrylate): Properties underdryand wet conditions, *J Biomed Mater Res* 21: 1065-1080.
- Feng JJ, 2002, The stretching of an electrified non-Newtonian jet: A model for electrospinning, *Phys. Fluids*, 14(11), 3912-3926.
- Fonga H, 2004, Electrospun nylon 6 nanofiber reinforced BIS-GMA/TEGDMA dental restorative composite resins, *Polymer*, 45, 2427–2432.
- Grafe T, Graham K,” Polymeric Nanofibers and nanofiber Webs: A New Class of Nonwovens”, *INTC 2002: International Nonwovens Technical Conference (Joint INDA – TAPPI Conference)*, Atlanta, Georgia, September 24-26, 2002.
- Grant A.A., Greener E.H., 1967, Whisker reinforcement of poly(methyl methacrylate) denture base resins, *Aust Dent J*, 12:29-33.
- Grave A.M.H., Chandler H.D., Wolfaardt J.F., 1985, Denture base acrylic reinforced with high modulus fibre, *Dent Mater* 1:185-187.
- Gutteridge L., 1988, The effect of including ultra high modulus polyethylene fibre on the impact strength of acrylic resin, *Br DentJ* 164 (3): 177-186.
- Hartgerink JD, Beniash E, Stupp SI, 2001, Self-assembly and mineralization of peptide-amphiphile nanofibers, *Science*, 294(5547), 1684-1688.
- He JH, Wan YQ, Yu JY, 2004, Allometric Scaling and Instability in Electrospinning, *International Journal of Nonlinear Sciences and Numerical Simulations*, 5(3), 243-252.
- Huanga ZM, Zhang YZ, Kotaki M, Ramakrishna S, 2003, Review on polymer nanofibers by electrospinning and their applications in nanocomposites, *Composites Science and Technology*, 63, 2223–2253.
- Ishii Y, Sakai H, Murata H, 2008, A new electrospinning method to control the number and a diameter of uniaxially aligned polymer fibers, *Materials Letters*, 3370-3372.

- Ishii, Y., Sakai, H., Murata H., 2008, A new electrospinning method to control the number and a diameter of uniaxially aligned polymer fibers, *Materials Letters*, 3370-3372.
- Jagger D.C., Harrison A., Jantft K.D., 1999, The reinforcement of dentures, *J Oral Rehabil*, 26:185-194.
- Jagger DC, Harrison A., 1999, The Effect of Chopped Poly(methyl methacrylate) Fibers on Some Properties of Acrylic Resin Denture Base Material., *Int J Prosthodont*, 12: 542-546.
- Karacaer Ö., 1998, Fiber ilave edilen PMMA'ların değerlendirilmesi, *Atatürk Ü Dişhek Fak Derg*, 8(2): 96-98.
- Karacaer Ö., 2001, Karbon, aramid ve polietilen fiber ile güçlendirilen protezlerin değerlendirilmesi, *OÜ Dişhek Fak Derg* 6(2), 31-35.
- Karatay O, Dogan M, 2011, Modelling of electrospinning process at various electric fields, *IET Micro Nano Lett.*, 6(10), 858-862.
- Katsikas N.G., Huggett R., Harrison A., Vowles R.W. ,1994, The Effect of esthetic fibers on the flow properties of an acrylic resin denture base material, *Dent Mater* 10: 2-5.
- Khil MS, Bhattarai SR, Kim HY, Kim SZ, Lee KH, 2004, *Fabricated Matrix Via Electrospinning for Tissue Engineering*, Wiley Interscience, 112s.
- Kim G.H., 2006, Electrospinning Process Using Field-Controllable Electrodes, *Journal of Polymer Science: Part B: Polymer Physics*, Vol. 44, 1426–1433.
- Kim GH, 2006, Electrospinning Process Using Field-Controllable Electrodes, *Journal of Polymer Science: Part B: Polymer Physics*, Vol. 44, 1426–1433.
- Koçum C., Ayhan H., 2007, Design and construction of uniform glow discharge plasma system operating under atmospheric condition.. *Review of Scientific Instruments*, 78.
- Koçum İ.C., 2011, Digitally gain controlled linear high voltage amplifier for laboratory applications, *Rev. Sci. Instrum*, 82, 7.
- Koski A, Yim K, Shivkumar S., 2004, Effect of molecular weight on fibrous PVA produced by electrospinning, *Materials Letters*, 58 (3-4), 493-497.
- Liu GJ, Ding JF, Qiao LJ, Guo A, Dyraov BP, Gleeson JT, Hashimoto T, Saijo K, 1999, Polystyrene-block-poly (2-cinnamoyl ethyl methacrylate) nanofibers - Preparation, characterization, and liquid crystalline properties, *Chem. Eur. J.* , 5(9), 2740-2749.
- Liu, GJ, Qiao LJ, Guo A, 1996, Diblock copolymer nanofibers, *Macromol*, 29(16), 5508-5510.

- Martin GE, Cockshott ID, and Fildes JT, USPat., No:4,044,404, 1977.
- Matthews JA, WnekGE, Simpson DG, Bowlin GL, 2007, Electrospinning of Collagen Nanofibers, *Biomacromolecules*, 3(2), 232–238.
- McCabe J.F., 1994, *Applied Dental Materials*, Mass Publishing Co., London, 54s.
- Muhtarogulları İ.Y., Doğan A., Muhtarogulları M., Usanmaz A., 1999, Thermal and Dynamic Mechanical Properties of Microwave and Heat Cured poly(methyl methacrylate) Used as Dental Base Material, *J Appl Polym Sci* 74: 2971-2978.
- Ondarcuhu T, Joachim, 1998, Drawing a single nanofibre over hundreds of microns, *Europhys. Lett*, 42(2), 215-220.
- Özdemir A.K., 2002, *Hareketli Protezler (Kliniğe Hazırlık)*, GÜ Yayınları Önder Matbaası, Sivas, 20s.
- Protopapa P, Kontonasaki E, Bikiaris D, Paraskevopoulos KM, Koidis P., 2011, Reinforcement of a PMMA resin for fixed interim prostheses with nanodiamonds, *Dent Mater J.*, 30(2), 222-31.
- Ramakrishna S, Fujihara K, Teo WE, Lim TC & Ma Z, 2005, *An Introduction to Electrospinning and Nanofibers*, National University of Singapore, World Scientific Publishing Co. Pte. Ltd., Singapore, 10-17.
- Ratner B.D., Hoffman A.S, Schoen F.J., Lemons J.E., 1996, *Biomaterials science*, Academic Press, 283-275s.
- Ren Y, Wang C, Qiu Y, 2008, Aging of surface properties of ultra high modulus polyethylene fibers treated with He/O₂ atmospheric pressure plasma jet” *Surface & Coatings Technology*, 202, 2670–2676.
- Reneker D, Yarin AL, Fong H, 2000, Bending Instability of Electrically Charged Liquid Jets of Polymer Solutions in Electrospinning, *Journal of Applied Physics*, 4531, 87.
- Reneker D.H., Yarin A.L., Zussman E., Xu H., 2007, Electrospinning of Nanofibers from Polymer Solutions and Melts, *Advances in Applied Mechanics*, Vol. 41, 44-195s.
- Rutledge GC, Fridrikh SV, 2007, Formation of fibers by electrospinning, *Advance Drug Delivery Reviews*, 59, 1384-1391.
- Shin YM, Hohman MM, Brenner MP, Rutledge GC, 2007, Electrospinning: A whipping fluid jet generates submicron polymer fibers, *Applied Physics Letters*, Volume 78, Number 8.
- Sodagar A, Kassaei MZ., Akhavan A, Javadi N, Arab S, Kharazifard MJ, 2012,

- Effect of silver nano particles on flexural strength of acrylic resins, *Journal of Prosthodontic Research*, 56(2), 120-124.
- Solomon E.A., 2002, İnsan anatomisi ve fizyolojisine giriş, Birol Yayınları, İstanbul, 213-214s.
- Srinivasan G., 1994, Structure and morphology of Electrospun Polymer Fibers. Doctoral Dissertation, The University of Akron.
- Stipho HD., 1998, Repair of acrylic resin denture base reinforced with glass fiber., *J Prosthet Dent*, 80: 546-550.
- Sun W, Cai Q, Li P, Deng X, Wei Y, Xu M, Yang X., 2010, Post-draw PAN-PMMA nanofiber reinforced and toughened Bis-GMA dental restorative composite, *Dent Mater.*, 26(9):873-80.
- Taylor G, 1964, Disintegration of Water Drops in an Electric Field, *Proceedings of the Royal Society of London A: Mathematical, Physical & Engineering Sciences*, 280, 383-397.
- Teo WE, Ramakrishna S, 2006, A review on electrospinning design and nanofibre assemblies, *Institute of Physics Publishing*, 89-106.
- Theron A, Zussman E, Yarin AL, 2001, Electrostatic field-assisted alignment of electrospun nanofibres, *Nanotechnology*, 12, 384–390.
- Vallittu P.K., Lassila V.P., 1992, Reinforcement of acrylic resin denture base material with metal or fibre strengtheners., *J Oral Rehabil*, 19:225-230.
- Vallittu P.K., Lassila V.P., Lappalainen R., 1994, Acrylic resin-fiber composite-part I : The effect of fiber concentration on fracture resistance, *J Prosthet Dent* 71:607-612.
- Vallittu PK., 1995, The effect of void space and polymerization time on transverse strength of acrylic-glass fiber composite., *J Oral Rehabil*, 22:257-261.
- Wei Q, Liu Y, Hou D, Huang F, 2007, Dynamic wetting behavior of plasma treated PET fibers, *Journal of Materials Processing Technology*, 194, 89–92.
- Yan XH, Liu GJ, Liu FT, Tang BZ, Peng H, Pakhomov AB, Wong CY, 2001, Superparamagnetic triblock copolymer/Fe₂O₃ hybrid nanofibers, *Angew. Chem. Int. Ed.*, 40(19), 3593-3596.
- Yazdanie N., Mahood M., 1985, Carbon fiber acrylic resin composite: an investigation of transverse strength, *J Prosthet Dent* 54,543-47.
- Yıldırım M., 2004, İnsan anatomisi, Nobel Yayınları, İstanbul, 164-165s.
- Yoshioka T, Dersch R, Tsuji M, Schaper A.K., 2010, Orientation analysis of individual electrospun PE nanofibers by transmission electron microscopy, *Polymer*, 51, 2383-2389.

Zebarjad S.M., Sajjadi S.A., Sdrabadi T.E., Yaggmaei A., Behrooz N., 2011, A Study on Mechanical Properties of PMMA/Hydroxyapatite Nanocomposite, Engineering, 3, 795-801.

Zeleny J, 1914, The Electrical Discharge from Liquid Points, and A Hydrostatic Method of Measuring the Electric Intensity at their Surfaces, Physical Review 3, 69-9.

ÖZGEÇMİŞ

Adı Soyadı : Tansel Uyar

Doğum Yeri : Ankara

Doğum Yılı : 26/09/1987

Medeni Hali : Bekar

Eğitim ve Akademik Durumu:

Lise 2001-2005: Mustafa Kemal Anadolu Lisesi

Lisans 2005-2009: Başkent Üniversitesi Mühendislik Fakültesi
Biyomedikal Mühendisliği Bölümü

Yabancı Dil: İngilizce

İş Tecrübesi:

2010-... : Başkent Üniversitesi Mühendislik Fakültesi Biyomedikal
Mühendisliği Bölümü, Araştırma Görevlisi