



**ELEKTRO LİF ÇEKİM YÖNTEMİ İLE BALIK JELATİNİ /GÜMÜŞ/PLA'DAN  
NANOLİFLİ YÜZEY ÜRETİMİ VE KARAKTERİZASYONU**

**GİZEM ULUSOY**

**1188122107**

**Tekstil Mühendisliği Anabilim Dalı  
Yüksek Lisans Tezi**

**Danışman: Doç. Dr. Derman VATANSEVER BAYRAMOL  
İkinci Danışman: Öğr. Gör. Dr. Ahmet Özgür AĞIRGAN**

**2022**

T.C.  
TEKİRDAĞ NAMIK KEMAL ÜNİVERSİTESİ  
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ



ELEKTRO LİF ÇEKİM YÖNTEMİ İLE BALIK JELATİNİ /GÜMÜŞ/ PLA'DAN  
NANOLİFLİ YÜZEY ÜRETİMİ VE KARAKTERİZASYONU

GİZEM ULUSOY

ORCID: 0000-0002-1672-5001

TEKSTİL MÜHENDİSLİĞİ ANABİLİM DALI  
YÜKSEK LİSANS TEZİ

Danışman: Doç. Dr. Derman VATANSEVER BAYRAMOL

İkinci Danışman: Dr. Ahmet Özgür AĞIRGAN

TEMMUZ-2022

Her hakkı saklıdır.

## ÖZET

# ELEKTRO LİF ÇEKİM YÖNTEMİ İLE BALIK JELATİNİ /GÜMÜŞ/PLA'DAN NANOLİFLİ YÜZEY ÜRETİMİ VE KARAKTERİZASYONU

Gizem ULUSOY

Tekstil Mühendisliği Anabilim Dalı

Yüksek Lisans Tezi

Danışman: Doç. Dr. Derman VATANSEVER BAYRAMOL

İkinci Danışman: Öğr. Gör. Dr. Ahmet Özgür AĞIRGAN

Bu çalışmada, çevresel atık oluşturan balık pulları (BP), gümüş nitrat nanopartikülleri ( $\text{AgNO}_3$ ) ve poli(laktik asit) (PLA) taşıyıcı polimeri ile birlikte nanolifli yüzey üretimi gerçekleştirilmiş ve üretilen yüzeylerin karakteristik özellikleri incelenmiştir. Balıkçılık sektörünün bir atığı olan balık pullarından balık jelatini elde edilmiştir. Elde edilen balık jelatini Ag ve PLA ile birlikte elektro lif çekim ünitesinde nanolifli yüzey üretiminde kullanılmıştır. Balık pullarından elde edilen balık jelatini ve Ag %10'luk PLA çözeltisi içerisine üç farklı oranda ilave edilmiştir. Nanolif üretimi, hazırlanan çözeltinin 10 ml'lik şırıngadan, saatte 0,5 ml besleme hızı ile 11 kV gerilim altında, 10 cm uzaklıktaki toplayıcı üzerine gönderilmesi ile gerçekleştirilmiştir. Üretilen nanolifli yüzeylerin karakterizasyonu X-ışını kırınımı (XRD), Fourier transform kızılötesi spektrofotometre (FTIR), taramalı elektron mikroskobu (SEM) ve enerji dağılımlı X ışını analizi (EDX) ile analiz edilmiştir.

**Anahtar Kelimeler:** Balık jelatini, elektro lif çekimi, PLA, gümüş nitrat

## ABSTRACT

### PRODUCTION AND CHARACTERIZATION OF NANOFIBER SURFACE FROM FISH GELATIN / SILVER / PLA BY ELECTROSPINNING METHOD

Gizem ULUSOY

Department of Textile Engineering

MSc. Thesis

Supervisor: Assoc. Prof. Derman VATANSEVER BAYRAMOL

Co-Supervisor: Dr. Ahmet Özgür AĞIRGAN

In this study, the production of nanofibrous structures was carried out with fish scales (BP), which creates environmental waste, silver nitrate nanoparticles ( $\text{AgNO}_3$ ) and poly(lactic acid) (PLA) carrier polymer, and the characteristics of the produced surfaces were investigated. Fish gelatine was obtained from fish scales, which is a waste of the fishing industry. The obtained fish gelatin was used together with Ag and PLA in the electrospinning unit for the production of nanofibrous structures. Fish gelatin and Ag obtained from fish scales were added to 10% PLA solution at three different rates. Nanofiber production was carried out by feeding the prepared solution from a 10 ml syringe to the collector at a distance of 10 cm under 11 kV voltage with a feed rate of 0,5 ml per hour. The characterization of the produced nanofibrous surfaces was analyzed by X-ray diffraction (XRD), Fourier transform infrared spectrophotometer (FTIR), scanning electron microscope (SEM) and energy dispersive X-ray analysis (EDX).

**Keywords:** Fish gelatin, electrospinning, PLA, silver nitrate

# İÇİNDEKİLER

ÖZET .....	i
ABSTRACT .....	ii
İÇİNDEKİLER.....	iii
ÇİZELGELER DİZİNİ.....	vi
ŞEKİLLER DİZİNİ.....	vi
SİMGELER DİZİNİ .....	viii
KISALTMALAR DİZİNİ.....	ix
TEŞEKKÜR.....	xii
<b>1. GİRİŞ.....</b>	<b>1</b>
1.1. Literatür Araştırması .....	4
1.1.1 Nano Malzemeler .....	4
1.1.2 Nanolif Üretim Yöntemleri .....	5
1.1.2.1 Bikomponent Lif Üretim Yöntemi .....	6
1.1.2.2 Eriyikten Püskürtme Yöntemi .....	6
1.1.2.3 Spunbond Yöntemi .....	6
1.1.2.4 Fibrilasyon Yöntemi .....	7
1.1.2.5 Elektro Lif Çekim Yöntemi .....	7
1.1.2.5.1 Çözelti veya Eriyik Haldeki Polimerin Özellikleri .....	18
1.1.2.5.2 Üretim Parametreleri .....	19
1.1.2.5.3 Ortam Koşulları .....	20
1.1.3 Polilaktik Asit (PLA) .....	21
1.1.4 Gümüş Nitrat .....	23
1.1.5 Literatürde Yapılan Çalışmalar.....	24
1.2. Çalışmanın Amacı ve Kapsamı .....	32
<b>2. MATERYAL VE YÖNTEM.....</b>	<b>33</b>
2.1 Materyal .....	33
2.2 Yöntem.....	34
2.2.1 Balık Pullarından Balık Jelatini Eldesi .....	35
2.2.2 PLA, Balık Jelatini ve Gümüş Nitratın Birleştirilmesi İşlemi .....	36
2.2.3 Elektro Lif Çekim İşlemi .....	37
<b>3. YAPILAN TEST VE ANALİZLER.....</b>	<b>40</b>
<b>4. BULGULAR VE TARTIŞMA.....</b>	<b>43</b>
4.1 SEM Analiz Sonuçları.....	42

4.2 EDX Analiz Sonuçları .....	45
4.3 FTIR Analiz Sonuçları.....	46
4.4 XRD Analiz Sonuçları .....	47
<b>5. SONUÇ VE ÖNERİLER.....</b>	<b>48</b>
<b>KAYNAKLAR.....</b>	<b>50</b>
<b>ÖZGEÇMİŞ .....</b>	<b>56</b>



## ÇİZELGELER DİZİNİ

Çizelge 1.1. Türkiye’deki kaya levreği tüketim tablosu (Brown ve Cashion, 2020) .....	2
Çizelge 1.2. Uluslararası kaya levreği tüketim tablosu (Brown ve Cashion, 2020).....	2
Çizelge 1.3. Elektro lif çekim yöntemi ile ilgili alınan patentlerin kronolojik sıralaması (Barinov ve Levon, 2012).....	8
Çizelge 2.1. Kullanılan malzemeler ve tedarikçileri .....	33
Çizelge 4.1. Üretilen nanoliflerin SEM analizi ile ölçülen çap değerleri.....	45
Çizelge 4.2. Elektro lif çekim yöntemi ile üretilen nanoliflere ait EDX sonuçları .....	45



## ŞEKİLLER DİZİNİ

Şekil 1.1. Ürün bazında küresel nanoteknoloji pazarı (Ağırhan, 2013) .....	5
Şekil 1.2. Spunbond için üretim akışı (Celep, 2007).....	7
Şekil 1.3. Zeleny deney düzeneği örneği (Kozanoğlu, 2006) .....	11
Şekil 1.4. Formhals ilk deney düzeneği (Düzyer, 2014) .....	11
Şekil 1.5. Formhals düzenlenmiş deney düzeneği (Düzyer, 2014) .....	12
Şekil 1.6. Elektro lif çekimi temel gösterimi (Oflaz, 2016) .....	14
Şekil 1.7. Taylor konisinin artan voltajla jete dönüşüm aşamaları (Xu vd., 2017). .....	15
Şekil 1.8. Whipping kararsızlığı (Reneker ve Yarin, 2008) .....	16
Şekil 1.9. Elektro lif çekimi işlemine etki eden faktörler (Üstündağ, 2009).....	17
Şekil 1.10. Polilaktik asitin kimyasal yapısı.....	22
Şekil 1.11. PLA'nın sentezlenme yöntemleri (Aslan, 2020).....	22
Şekil 1.12. Gümüş nitrat molekül yapısı .....	24
Şekil 2.1. Gerçekleştirilen çalışmaya ait işlem akışı .....	34
Şekil 2.2. Karışım için kullanılan HT boyama cihazı .....	35
Şekil 2.3. Kurutma işlemi için kullanılan etüv cihazı.....	35
Şekil 2.4. Balık pullarının işlem sonrası hali.....	36
Şekil 2.5. PLA çözünme aşamasına ait görüntü .....	36
Şekil 2.6. Lif çekimi öncesi çözelti durumu .....	37
Şekil 2.7. İnovenso marka elektro lif çekim cihazı .....	38
Şekil 2.8. Elektro lif çekim işlemi esnasına ait görüntü .....	39
Şekil 4.1. Balık jelatini SEM görüntüsü (a): 20000x (b) 10000x (c) 2500x .....	42
Şekil 4.2. %0,5'lik BJ/Ag/PLA ile üretilmiş nanoliflere ait SEM görüntüsü (a): 20000x (b) 10000x (c) 2500x.....	42
Şekil 4.3. %1'lik BJ/Ag/PLA ile üretilmiş nanoliflere ait SEM görüntüsü (a): 20000x (b) 10000x (c) 2500x.....	42
Şekil 4.4. %2'lik BJ/Ag/PLA ile üretilmiş nanoliflere ait SEM görüntüsü (a): 20000x (b) 10000x (c) 2500x.....	43



Şekil 4.5. Balık jelatini ve gümüş nitrat katkılı PLA nanoliflere ait FTIR spektrumları .....46

Şekil 4.6. Balık jelatini ve gümüş nitrat katkılı PLA nanoliflere ait XRD paternleri .....47



## SİMGELER DİZİNİ

$\gamma$ : Damlanın Yüzey Gerilimi

$\epsilon_0$ : Serbest Uzayın İletkenlik Sabiti

$R$ : Damlacığın Yarıçapı

$V$ : Uygulanan Voltaj

$\alpha$ -hidroksi: Alfa hidroksi asitler, AHA

$\rho$  : Çözelti Yoğunluğu

$g$ : Yerçekimi Sabiti

$\epsilon$  : Dielektrik Sabiti

$q$ : Damla Üzerindeki Yük

## KISALTMALAR DİZİNİ

cP	Centipoise
XRD	X-Işınları Difraktometresi
BJ	Balık Jelatini
PLA	Poli Laktik Asit
Ag	Gümüş
FTIR	Fourier Dönüşümlü Kızılötesi
C	Karbon
O	Oksijen
Pro	Prolin
Hyp	Hidroksiprolin
P	Fosfor
Ca	Kalsiyum
EDX	Enerji Dağılım Xışını Spektrometresi
SEM	Taramalı Elektron Mikroskobu
kV	Kilovolt
DMF	Dimetilformamid
HCL	Hidroklorik asit
NaOH	Sodyumhidroksit
AgNO <sub>3</sub>	Gümüş Nitrat
NaBH <sub>4</sub>	Sodyum Borhidrat
LDH	Laktat Dehidrojenaz
AgNP	Gümüş Nanopartiküller
NCTC	Fare Fibroblast Hücre Hattı (3- (4,5-Dimetiltiyazol-2-İl) -2-5-Difeniltetrazolyum Bromür)
MTT	Testi
nm	Nanometre
PVA	Polivinilalkol
ECM	Doğal Hücre Dışı Matris
WAXD	Geniş-Açı- X Işını Difraksiyonu
TEM	Transmisyon Elektron Mikroskobu
DSC	Diferansiyel Taramalı Kalorimetri
DTA	Diferansiyel Termal Analiz

GM	Gümüş Sikloheksan Monokarboksilat
GD	Gümüş Sikloheksan Dikarboksilat
GA	Gümüş Abietat
GDL	Gümüş Dikarboksilat
GML	Gümüş Monokarboksilat
GAL	Gümüş Abietat
DMSO / C <sub>2</sub> H <sub>6</sub> OS	Dimetil Sülfoksit
PAN	Poliakrilonitril
TGA	Termogravimetrik Analiz
TiO <sub>2</sub>	Titanyum Dioksit
GTA	Buharlı Çapraz Bağlama
PCM	Darbe Kod Kiplenimi
SMM	Biçimsel Hafızalı Materyaller
ATCC	Amerikan Tekstil Kimyacıları ve Renkçiler Derneği
AKN2	Ag-CS Nanofiber Membran
ATN1-2	Ag-TiO <sub>2</sub> Nanofiber Membran Üretimi
µS/cm	Elektrik İletkenliği, Siemens/cm
Pa.s	Pascal. saniye

## TEŐEKKÜR

Tez alıőmasında bana yol gsteren ve eđitim hayatımda bana sonsuz destek olan hocalarım Do. Dr. Derman VATANSEVER BAYRAMOL ve đr. Gr. Dr. Ahmet zgr AđIRGAN'a teőekkr bor bilirim. Zorlandıđım her anda yolumu bulmakta yardımcı olan ve destek veren canım arkadaőım Uđur ERGNAY'a iten teőekkr ederim. Pandemi dnemine denk gelen tez srecimde bana destek olan aileme, ayrıca bu sreteki stresimi hoőđren, gvenen sevgili niőanlım Kaan AKIR'a, Kaya Levređi ile ilgili araőtırmalarımda yardımcı olan İstanbul Üniversitesi Su rnleri fakltesinden Prof. Dr. Aydan INAR KESKİN hocama teőekkrlerimi sunarım. Tekirdađ Namık Kemal Üniversitesi Tekstil Mhendisliđi Blm'ndeki tm hocalarıma ve arkadaşlarıma őukranlarımı sunarım.

GİZEM ULUSOY

Tekstil Mhendisi

## 1. GİRİŞ

Değişen ve gelişen teknoloji ile birlikte tekstil sektörü de klasik tekstillerin yanı sıra fonksiyonel ve akıllı tekstiller alanlarında araştırma, geliştirme ve üretim faaliyetleri yürütmeye başlamıştır. Günümüzde, tekstil mühendisliği bölümlerinin birçoğunda malzeme bilimi ve tekstil entegrasyonu ile ilgili çalışmalar yürütülmektedir. Tekstil malzemelerinin diğer malzemelere göre hafif ve mukavemeti artırılabilir oluşu, bunun dışında farklı içeriklerle farklı sonuçlar elde edilebilmesi birçok ortak alan oluşturmuştur. Tıp, biyomedikal, malzeme bilimi, inşaat gibi sektörler hem verim açısından hem de ergonomik koşulların oluşmasından dolayı tekstil bilimi ve teknolojisi ile ilgilenmeye ve ortak çalışmalar yürütmeye başlamışlardır.

Dünya nüfusundaki kontrolsüz artış, var olan doğal kaynakların azalmasına ve bununla birlikte çevre kirliliğinin artmasına neden olmaktadır. Son yıllarda, birçok alanda çevre kirliliğindeki artışın önüne geçebilmek adına atık yönetimi, atık geri dönüşümü ve atık işleme ile farklı alanlarda değerlendirme ve dolayısıyla toplam atık miktarındaki artışı yavaşlatma yönünde çalışmalar yapıldığı görülmektedir. Üç tarafı denizlerle çevrili bir yarımada olan ülkemizde hatırı sayılır çeşitlilikte deniz ürünleri bulunmakta ve tüketilmektedir. Balıktan arta kalan pul ve kemikler ise çevresel atık oluşturmaktadır. Bu nedenle toplam atık miktarını azaltmak adına balık pulları ve/veya kemiklerinin değerlendirilmesi önemlidir. Bu anlamda karşımıza çıkan uygulamalarda, balık pulu ve/veya kemiklerinden balık jelatini elde edildiği ve farklı alanlarda kullanılabildiği görülmüştür (Lin, 2021).

Jelatin yüzyıllardır kullanılan bir malzemedir, antik çağlardan beri kullanılmaktadır. Öncelikle yapıştırıcı olarak kullanılmış ve ardından İngiltere’de özel törenlerde kraliyet ailesinin yemeklerine dâhil olmuştur. Jelatin kullanımı zaman içerisinde endüstriyel uygulamalarda kendini göstermiş ve gıdadan nano-teknoloji uygulamalarına kadar birçok uygulama alanı bulmuştur. Jelatinin dünyada en yaygın kullanım alanlarından biri gıda endüstrisinde viskozite arttırıcı olarak kullanılmasıdır. Jelatinin karakteristik özelliği olarak saydamlık, renksizlik ve jel yapısı onun kullanılabilirliğini arttırmış ve farklı malzemelere karşı ön plana çıkartmıştır. Ayrıca üretim sürecinin kolay olması ve malzeme temini açısından da sorun yaşanmaması tercih edilmesinin önünü açmıştır. Farklı açılardan bakıldığında, jelatin

üretiminde genelde domuz derisi ve kemiklerinin kullanılması, farklı dinler açısından sorun olduğundan alternatif malzemelerin arayışı söz konusu olmuştur. Memeli vücudunda bulunan kolajen, temelde üç adet çoklu prolin zincirinin oluşturduğu sarmal yapıda bir proteindir. Prolin zincirlerin temel aminoasiti glisin olup üçlü sarmalın oluşturmasındaki en temel yapı taşıdır. Aynı zamanda glisin proteini kolajenin karakteristik özelliğini oluşturur ki kolajenin aynı zamanda deri ve kemik yanında tendon ve bağ dokunun da temel yapı taşı olduğu bilinmektedir. Sığır veya domuz kaynaklarından elde edilen sulu jelatin çözeltisinin elektro lif çekimi, sıcaklık kontrol fırını veya ısıtma kapağı gibi ek tesisler olmaksızın gerçekleştirilmesi zordur. Balıklardan elde edilen jelatin, memelilerden türetilen jelatine kıyasla düşük prolin (Pro) ve hidroksprolin (Hyp) içeriğine sahiptir. Bu nedenle, balıktan türetilen jelatin, oda sıcaklığında jelleşme davranışı göstermeden bu durumunu korur. (Boran, 2011) Balık pulu ulaşılabilirlik açısından kolaydır. Âtıl olarak temin edilip, kullanılabilirliği fazladır. Ancak ticari olarak kullanımı için geliştirilmesi gerekir. Çalışma için kullanılan halk arasında kaya levreği, granyöz olarak geçen *Argyrosomus regius* türündeki balığın 2015-2018 yılları arasında Türkiye ve uluslararası bazdaki tüketim miktarları Çizelge 1.1 ve 1.2’de verilmiştir (Brown ve Cashion, 2020).

Çizelge 1.1. Türkiye’deki kaya levreği tüketim tablosu (Brown ve Cashion, 2020)

<b>Türkiye için kaya levreği tüketimi</b>	
<b>Yıl</b>	<b>Yıllık tüketim miktarı (ton/yıl)</b>
2015	209
2016	182
2017	181
2018	256
<b>Genel Toplam</b>	<b>828</b>

Çizelge 1.2. Uluslararası kaya levreği tüketim tablosu (Brown ve Cashion, 2020)

<b>Uluslararası kaya levreği tüketimi (Türkiye hariç)</b>	
<b>Yıl</b>	<b>Yıllık tüketim miktarı (ton/yıl)</b>
2015	149.652.222.943.802,00
2016	159.650.426.650.063,00
2017	215.530.859.525.380,00
2018	189.393.020.095.331,00
<b>Genel Toplam</b>	<b>714.226.529.214.576,00</b>

Çizelgeler incelendiğinde Türkiye'deki kaya balığı tüketiminin uluslararası düzeydeki tüketime kıyasla oldukça düşük olduğu söylenebilir. 500 g ağırlığında bir kaya levreğinden temizlemenin verimine bağlı olarak küçük sapmalar olmakla birlikte yaklaşık 2 g pul atığı meydana gelmektedir. Yapılan tez çalışmasında tespit edilen 100 g balık pulundan 10 g balık jelatini için malzeme üretilebileceğidir. Bu verilerden yola çıkıldığında Tablo 1.1'de 2018 yılındaki tüketimi ele alırsak, ilgili yılda tüketilen kaya levreğinden yaklaşık 124 ton pul atığı ve yaklaşık 12,4 ton jelatin üretimi için kullanılacak malzeme elde edilmiş olabilecektir. Dünya'daki kaya levreği tüketimi ele alındığında ise bu miktar çok daha yüksek olup jelatin üretiminde, bu atıl balık pullarının kullanılarak ekosisteme dönüşümünün sağlanması pek çok açıdan önemli bulunmuştur.

Gümüş ve nanopartiküller (AgNP) ile ilgili yapılan çalışmalar oldukça yaygın olmakla birlikte bu çalışmaların birçoğunda AgNP'lerin anti-mikrobiyal özellikleri üzerinde durulmuştur (Gülgönül, 2018). Son yıllarda gümüş nitrat içeren nanolifler oldukça popülerdir (Çiçek, 2016). Anti-mikrobiyal özelliği yanında iletken bir metal olan gümüş ve gümüş nitrat içeren kompozit nanolifler, tıbbi alanda yara tedavisinde, yapay dokularda, hava ve su filtreleme amaçlı membranlarda, kimyasal ve biyolojik unsurlardan korunma amaçlı geliştirilen malzemelerde, endüstriyel toz toplama sistemlerinde, sensör uygulamalarında ve koruyucu tekstil ürünlerinde kullanılmaktadır (Baran vd., 2019).

Nano kompozit yapılar, malzemelere antioksidan, antifungal, antimikrobiyal özellik kazandırmak ya da renk verici maddeler ve diğer gıda bileşenlerinin ilave edilmesinde rol oynayan önemli araçlardır. Polisakkarit, protein ve lipid gibi doğal kaynaklardan elde edilen biyopolimerler, nano kompozit yapıların elde edilmesinde özellikle biyo-bozunur, yenilebilir, çevre dostu ve anti kanserojen olmaları nedeniyle petro-kimyasal bazlı plastiklere alternatif ambalaj materyali olarak görülmektedir. Biyopolimer bazlı antimikrobiyal filmler ve yenilebilir film ve kaplamalar protein esaslı gıdalar, tahıl, meyve ve sebze ürünlerini içeren geniş bir gıda grubunun ambalajlanmasında yaygın şekilde kullanılmaktadır (Oğuz vd., 2010).

PLA'nın mısır, şeker kamışı gibi doğal nişasta içeriği fazla olan bitkisel kaynaklardan elde edilen ve biyo-bozunur malzeme olan bir polimer olması önemli özelliklerindedir. Bu özelliklerinin yanı sıra PLA'nın, çevre dostu olması, biyo-uyumluluk gibi özelliklere sahip olması plastik uygulamaların yerine geçmesinde potansiyel kullanım alanını artırmıştır.



Bu çalışmada, BP'den elde edilen balık jelatini ve Ag nanopartikülleri %10'luk PLA çözeltilisine ilave edilerek, elektro lif çekimi ünitesinde nanolifli yüzey üretiminde kullanılmıştır. Balık pullarından elde edilen balık jelatini ve Ag %10'luk PLA çözeltisi içerisine üç farklı oranda ilave edilmiştir. Nanolif üretiminde kullanılan proses parametreleri ise; 10 ml'lik şırınga, 0,5 ml/sa besleme hızı, 11 kV yüksek gerilim, şırınga ucu toplayıcı arası mesafe 10 cm olarak optimize edilmiş ve tüm üretimler bu parametrelerde gerçekleştirilmiştir. Üretilen nanolifli yüzeylerin karakterizasyonu XRD, FTIR, SEM ve EDX ile gerçekleştirilmiş ve sonuçlar paylaşılmıştır.

## **1.1 Literatür Araştırması**

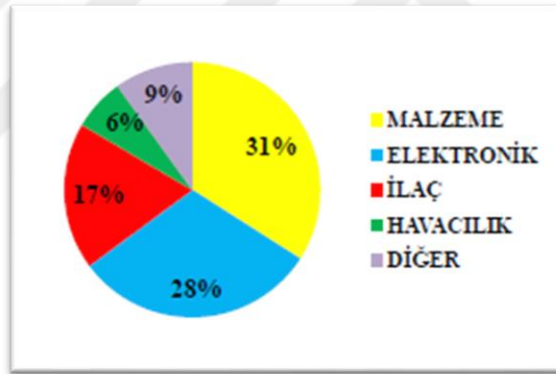
### **1.1.1. Nano Malzemeler**

Nano uzunluk her ne kadar 1 mikrondan daha küçük olan uzunluklar için kullanılsa da nano-teknolojide kullanılan malzemelerin boyutu genel itibariyle 1 ila 100 nm arasındadır ve bu aralıkta bulunan malzemelere veya parçacıklara “nano malzeme” denir (Tüylek, 2016). Nano malzeme, nanoteknolojinin temel yapıtaşdır. Aynı malzemenin nano boyuttaki özellikleri, mikro ve makro boyuttaki halleri ile kıyaslandığında, nano boyuttaki malzemenin daha üstün, fonksiyonel ve yeni özellikler gösterdiği bilinmektedir (Ateş ve Bahçeci, 2015). Nanoteknoloji sayesinde daha mukavemetli ve daha hafif parçalar üretilebilmesi bir nevi mühendislik biliminin temel yapıtaşlarından birisi olmasına sebep olmuştur.

Nano boyutlu parçacıklar ve malzemeler doğada bulunabildiği gibi sentez yolu ile de elde edilebilirler. Örneğin, yaşam için gerekli olan kanda taşınan proteinler ile kanda ve vücut yağında bulunan lipidler doğal olarak oluşan nano malzemelerdir. Nano malzemeler, karbon veya gümüş gibi çeşitli ürünlerden ve minerallerden oluşabilir, ancak tanım gereği en az bir boyutları yaklaşık 100 nanometreden küçük olmalıdır. Araştırmacılar, birçok ticari malzeme, cihaz ve yapıda kullanılmak üzere tasarlanmış mühendislik ürünü nano malzemelerle özellikle ilgilenmektedir. Gerek doğal olarak oluşan gerekse mühendislik ürünü nano ölçekli malzemeler, çıplak gözle ve hatta geleneksel laboratuvar mikroskoplarıyla görülemeyecek kadar küçüktür. Bu yapılar atomik koşullarda farklı davranışlar sergileyebilirler. Bir malzemenin yapısında nano boyutta bir değişim meydana geldiğinde malzeme özellikleri önemli miktarda değişebilmektedir. Buna en büyük örnek elektrik iletkenliğidir. Nano boyutta malzeme üretimi için çeşitli yöntemler bulunmakla birlikte, en çok öne çıkanlarından biri elektro lif çekim yöntemidir (Cengiz, 2020).

Nanoteknolojinin ülkeler arasındaki stratejik öneminin erken fark edilmesi küresel nanoteknoloji pazarında nanoteknolojinin öncelikli alanlar arasına alınmasına ve çok yüksek bütçeler ayrılmasına neden olmuştur. Dünya genelinde nanoteknoloji merkezli araştırma geliştirme çalışmalarına ayrılan bütçe 2004 yılında 8,6 milyar ABD Doları iken 2010 yılında 13,8 milyar ABD Doları'na yükselmiştir. 2014-2020 yılları arasındaki süreçte pazar payında % 16,5 büyüme tahmin edilmektedir. Gelişen teknoloji ve değişen ihtiyaçlara ayak uydurmak için dünyanın gelişmiş ülkeleri nanoteknoloji alanındaki araştırma-geliştirme harcamalarını artırmaktadır. Horizon2020 çerçevesinde, nanoteknoloji temeli çalışmalarında altında bulunduğu “Kolaylaştırıcılar ve Endüstriyel Teknolojiler” alanı için 13 milyar Avro'nun üzerinde bütçe ayrılmış olması Avrupa Birliği'nin nanoteknolojiye verdiği önemin bir göstergesidir (btgm, 2017).

Aşağıda Şekil 1.1'de nanoteknoloji ürünlerinin ürün bazında ortalama pazar payları gösterilmiştir.



Şekil 1.1. Ürün bazında küresel nanoteknoloji pazarı (Ağırhan, 2013)

Nano malzemeler, partikül, kompozit, film ya da lif formunda karşımıza çıkmakta ve çalışılmaktadır. Bir ya da daha fazla nano malzemenin aynı yapı içerisinde bulunmasını sağlamak için en yaygın kullanılan iki yöntem film ve nano lifli yapılar üretmektir. Bu çalışmada nanolif üretimi gerçekleştirildiğinden film üretim tekniklerinden bahsedilmemiştir.

### 1.1.2 Nanolif Üretim Yöntemleri

Nanolifler, enine kesitlerinin boyu nano mertebesinde olan liflerdir. Nanoteknolojide yaşanan gelişmeler ile nanoliflerin kabul gören çap değerleri de zaman içerisinde değişmiştir. Nano lif üretmek için farklı yöntem geliştirilmiş olmakla birlikte bunlardan bazıları aşağıda verilmiştir.

- Bikomponent lif üretim yöntemi
- Eriyikten püskürtme (melt blown)
- Spunbond
- Fibrilasyon
- Elektro lif çekimi (elektro spinning) yöntemleridir.

#### *1.1.2.1 Bikomponent Lif Üretim Yöntemi*

Bikomponent lifler, genel olarak kimyasal veya fiziksel yöntemlerle iki farklı polimerin tek bir lif yapısı içerisinde kullanılması ile elde edilen liflerdir. Polimerlerin lif kesiti içerisindeki konumlarına göre farklı isimler alırlar. Bunların en yaygın olanları iç içe, yan yana, deniz ada ve dilimli pasta şeklindeki bikomponent oluşumlarıdır. Polimerlerin arasındaki temel farklılıklar, ısıya göre çözülme derecesi yani erime noktası gibi özellikler bu nanolif üretim işleminde önemli yer oluşturmaktadır. Özellikle deniz-ada şeklindeki bikomponent üretiminden sonra deniz olarak kullanılan polimerin uygun sıcaklıkta veya çözücüde ortamdan uzaklaştırılması ile ada kısmındaki nano boyutta çapa sahip lifler serbest bırakılarak nanolif üretimi gerçekleştirilir (Çelen ve Ulcay, 2019).

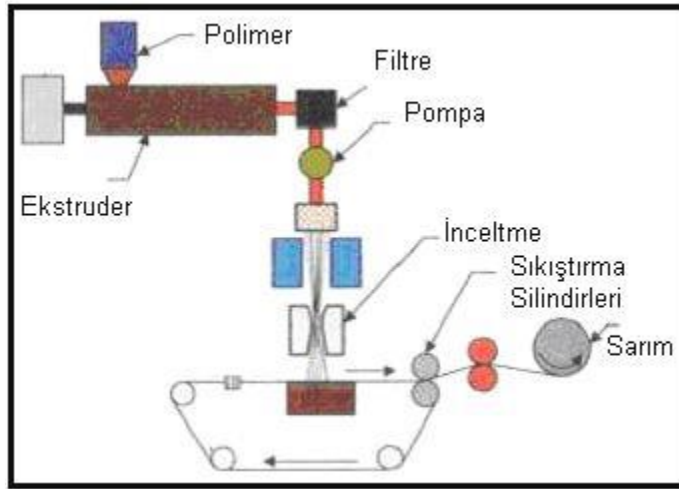
#### *1.1.2.2 Eriyikten Püskürtme Yöntemi*

Termoplastik polimerlerden nanolif üretiminin gerçekleştirildiği bir yöntemdir. Literatürde genel adı melt blown'dur (Ağırhan, 2013). Eriyikten püskürtme yönteminin en temel özelliği, eritilmiş olan polimer malzemesinin mikrolif içerikli tülbent oluşturmak için yüksek hızdaki sıcak hava akımı ile çekim işlemine tabi tutulmasıdır (Gün, Demircan ve Şevkan, 2011). Bu yöntem özellikle dokusuz yüzeyler ve kaplama işlemi için uygun bir yöntemdir. Kaplama işlemine uygun bir yöntemdir. Temel mantığı, polimer cipslerinin erime sıcaklığı üzerinde ısıtılarak eritilmesi, eriyik haldeki polimerin düzelerden geçirilip banda aktarılması ve bu bant üzerinden silindirlerden geçirilmesi ile nanolifli tülbentlerin oluşumunun sağlanması aşamalarını içermektedir (Çiçek, 2016).

#### *1.1.2.3 Spunbond Yöntemi*

Spunbond yöntemi, temel olarak eriyik püskürtme işlemine benzemektedir. Farkları kullanılan hava basıncı ve sıcaklık miktarlarıdır. Eriyik püskürtme işleminde inceltmek için hava ve sıcaklık kullanırken, spunbond işleminde polimer soğuyup katılaştıktan sonra germe

işlemi uygulanmaktadır (Celep, 2007). Sonradan germe işlemi olmasından dolayı lif çapları, eriyik püskürtme yöntemine göre daha kalındır.



Şekil 1.2. Spunbond için üretim akışı (Celep, 2007)

Üretim akışı şekil 1.2’de gösterilen spunbond ve eriyik püskürtme yöntemleri farklı uygulama alanları için tercih ediliyor olsa da lif çaplarında istenilen inceliğe ulaşmak için tercih edilen yöntem elektro lif çekim yöntemidir.

#### 1.1.2.4 Fibrilasyon Yöntemi

Fibrilasyon yöntemi, diğer yöntemlere göre biraz farklı bir yaklaşım içermektedir. Bu yaklaşım, temel alınan selülozik kökenli liflerin dış yüzeyinden çeşitli işlemlerle liflerin soyulma işlemidir. Soyulan lifler, standart boyutta olmadığı için tekrarlanabilir bir işlem değildir. Bakıldığında selüloz kökenli olan tüm liflerin fibrilasyon özelliği vardır ancak standart değildir (Düzyer, 2009). Çözünme, jelleşme gibi yöntemlerle gerçekleştirilen fibrilasyon üretim, dondurma ve nano gözenekli yapıda kurutma işlemlerinden oluşur (Kozanoğlu, 2006). Bu yöntemde üretilen lifçiklerin mukavemeti orta seviyede olmasına rağmen, üretilen lif boyutları homojen değildir.

#### 1.1.2.5 Elektro Lif Çekim Yöntemi

Elektrospinning olarak dilimize yerleşmiş olan elektro lif çekim yöntemi çeşitli nanolifli yapıların oluşturabilmesini mümkün kılan bir yöntemdir. Bu yöntemi tanımlayan ilk kişi olan Formhals tarafından elektrostatik kuvvetler kullanılarak polimerlerden nanolif üretme tekniği olarak ifade edilmiştir (Süpüren vd., 2007). Elektro lif çekim yöntemi, nano lifli membranlar dahil olmak üzere gözenekli yapıları oluşturmak için kullanılabilir bir

yöntemdir (Kamrani vd., 2018). Elektro lif çekim tekniği, polimerin uygun çözücüde çözeltisinin oluşturulduğu çözeltiden elektro lif çekimi ve polimerin uygun sıcaklıklara kadar ısıtılarak eriyik haline gelmesi esasına dayanan eriyikten elektro lif çekimi olmak üzere iki farklı yöntem içermektedir. Elektro eğirme diğer bir adı ile elektro lif çekim tekniğinin tarihsel gelişimi aşağıda daha detaylı anlatılmıştır ancak özellikle son 15-20 yıldır hem yapılan çalışma sayıları bakımından hem de kullanım alanları bakımında önem kazandığını söylemek mümkündür.

Elektro lif çekim yönteminin tarihsel gelişimine baktığımızda temellerinin çok eskilere dayandığını görmekteyiz. 1600'lü yıllarda William Gilbert manyetizma üzerinde çalışırken elektromanyetizmanın sıvılar üzerindeki etkisini fark etmiştir. Bir sıvı damlasının kuru elektriksel bir yüzeyden belli bir mesafede konik şeklinde çekildiğini fark etmesi bazı kaynaklarda elektro lif çekimi başlangıcı olarak kabul edilir (Kozanoğlu, 2006). Çizelge 1.3'de elektro lif çekim yöntemi ile ilgili alınan patentlere tarihsel gelişim süreci bazında yer verilmiştir.

Çizelge 1.3. Elektro lif çekim yöntemi ile ilgili alınan patentlerin kronolojik sıralaması (Barinov ve Levon, 2012)

Patent Yılı	Patent Sahibi	U.S. Patent Numarası
1902	Cooley	692,631
1902	Morton	705,691
1903	Cooley	745,276
1929	Hagiwara	1,699,615
1934-1944	Formhals	1,975,504; 2,77,373; 2,109,333; 2,116,492; 2,123,992; 2,158,415; 2,158,416; 2,160,962; 2,187,306; 2,323,025; 2,249,950
1936	Norton	2,048,651
1939	Gladding	2,168,027
1943	Manning	2,336,745
1966	Simons	3,280,229
1972	Heinrich	3,671,814
1975	Brethaurer vd.	3,860,369
1976	Simm vd.	3,944,258
1977-1978	Martin vd.	4,043,331; 4,044,404; 4,127,706
1978	Simm vd.	4,069,026
1980	Fine vd.	4,223,101

1980	Kinney	4,233,014
1980-1981	Guignarad	4,230,650; 4,287,139
1982	Bomat	4,323,525
1985	How	4,552,707
1987	Bomat	4,689,186
1989	Martin vd.	4,878,908
1990-1991	Berry	5,024,789; 4,965,110
1994	Davis vd.	5,296,172
1998	Jones vd.	5,744,090
1998	Frey vd.	5,817,272
1999	Kinley vd.	5,911,030
2000	Scardino ve Balonis	6,106,913
2000	Zarkoob vd.	6,110,590
2001	Glatkowski vd.	6,265,466
2002	Nguyen vd.	6,444,151
2003	Lee vd.	6,616,435
2003	Kleinmeyer vd.	6,641,773
2003	Kelly	6,656,394
2003-2004	Reneker	6,520,425; 6,695,992
2004	Chu vd.	6,713,011
2004	Mello vd.	6,753,454
2005	Vollrath vd.	6,858,168
2005-2006	Chung vd.	6,955,775; 7,070,640
2006	Boney vd.	6,989,125
2006	Kim	6,991,702
2006	Ruitenbergr vd.	7,070,723
2006	Zhao vd.	7,105,812

1882’de Rayleigh, elektrik yüküne sahip damlacıkların elektro lif çekimi sırasında kontrolsüz ve farklı hareketler sergilemesi üzerine çalışma yapmıştır. Rayleigh’in çalışması yalıtılmış damlacıkların kararlılığı üzerine yoğunlaşmıştır. Gerilimin, damlacığın kararlılığını sağlayan yüzey geriliminin üstünde bir değere çıkması ile kararsız durumun oluştuğunu ve kararsız hale gelen damlacığın parçalandığını öne sürmüştür. Çalışmasının sonucunda Rayleigh, biri elektrik kuvveti, diğeri ise elektrik kuvvetine tam zıt yöndeki yüzey gerilimi

olmak üzere damlanın hareketini etkileyen iki kuvvet olduğunu ortaya koymuştur. Elektrik kuvveti, yüzey geriliminden kaynaklanan kuvveti geçtiği anda damlacık küçük jetlere ayrılarak akmaya başlar. Bunları yaparken damlacığın Taylor konisini oluşturması ve lif oluşumunun sağlanması için gereken maksimum yük miktarını da hesaplamıştır. Bu olay için kritik nokta denklemini ise aşağıdaki şekilde vermiştir.

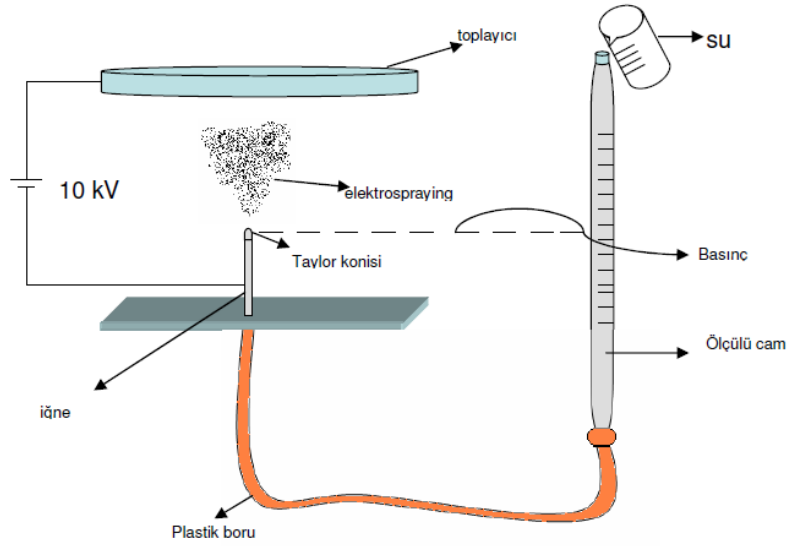
$$q^2 = 64\pi^2 \epsilon_0 \gamma a^3 \quad (2.1.)$$

Burada; q: damla üzerindeki yük,  $\epsilon_0$ : serbest uzayın iletkenlik sabiti,  $\gamma$ : damlanın yüzey gerilimi, a: damlanın çapıdır (Beypazar, 2013).

Boys (1887), doğada yaptığı gözlemlerden yola çıkarak, aslında çok eski fakat hakkında çok az bilinen elektriksel çekim olarak tanımladığı metot ile ince liflerin üretimi üzerine çalışmalar yapmıştır. Yaptığı düzenekte izole edilmiş elektrik makinesine bağlı küçük bir tabak mevcuttur. Sisteme konulan balmumu, kolodyon, zank gibi viskozik materyaller tabağın ucuna geldiğinde, yüksek hızda ince lifler halinde saçıldıklarını gözlemlemiştir (Düzyer, 2014).

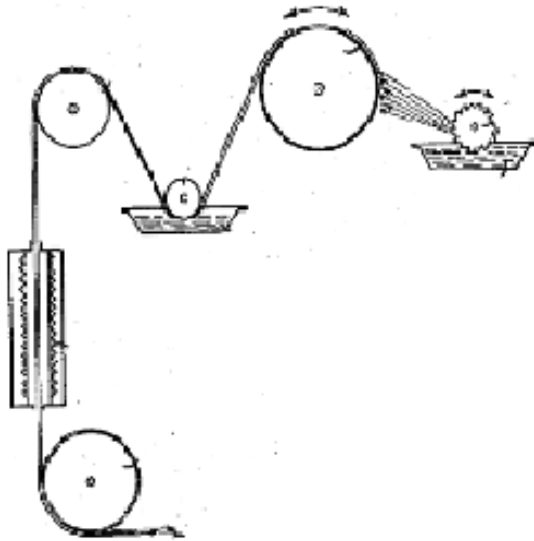
1914 yılında Zeleny, damla ucundaki elektrik yükü yoğunluğunu basınçlı sıvı kolonu kullanarak onun yüksekliğini referans alarak hesaplamıştır. Buradaki varsayım, elektrik alan sayesinde elektrik yüklü damla ucuna mekanik bir kuvvet uygulanacağı ve sıvı kolonunu yükselteceği yönündedir. Zeleny damla ucunda oluşan hareketlenmeleri de incelemiş ve tepkilerinin daha önce çalışan Lord Rayleigh ile aynı olduğunu fark etmiştir. Düşük molekül ağırlığının farklılığının yüzey gerilimini etkilediğini, bunun da püskürtme etkisini değiştirdiğini fark etmiştir. Yani molekül ağırlığı alkole göre yüksek olan suyun, damladan jet geçiş formuna gelebilmesi için gerekli olan yüzey geriliminin alkole göre daha yüksek olduğudur. 1917 yılında Zeleny, elektriklenmiş sıvı yüzeylerinin hızlı elektro hidrodinamik çarpışma olduğunu keşfetmiştir. Çalışma sonucunda oluşan spreyde lifin oluşumu için önemli olan iki parametreyi gözlemlemiştir. Bu özellikler çözücünün yapısı, yüksek voltajın ve borunun ucundaki sıvı basıncının yükselmesinin tetiklediğini görmüştür (Kozanoğlu, 2006).

Zeleny'nin çalışmış olduğu düzeneğin tipik benzeri aşağıdaki Şekil 1.3.'de gösterilmiştir.



Şekil 1.3. Zeleny deney düzeneği örneği (Kozanoğlu, 2006)

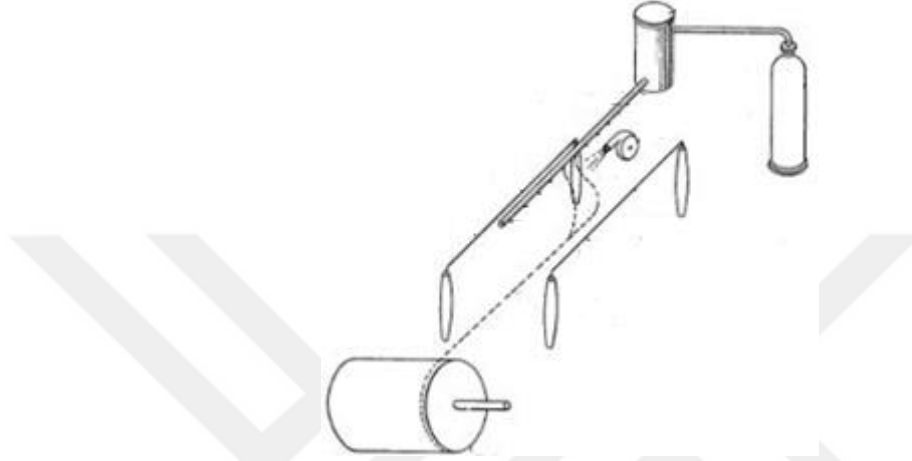
Günümüzde kullanılan elektro lif çekim ünitelerinin atası olarak tabir edilebilecek lif çekim ünitesine ait ilk patent 1934 yılında Formhals tarafından alınmıştır. Elektriksel alan kullanılarak uzun zamandır yapay ipliklerin üretiminin başarısız olmasından sonra önceki çekim metotlarının önemsiz olduğunu fark ettirmiştir. Formhals, hareketli toplama yüzeyini, konvansiyonel çekimdeki çekim davuluna benzer bir şekilde, gerilmiş durumda iplikleri toplamak için kullanmıştır. Formhals'ın düzeneğindeki iplikler toplayıcı yüzey üzerinde paralel olarak toplanmıştır. Selüloz asetatlardan lif oluşturduğu ilk patentinde Formhals, çözücü olarak aseton kullanmıştır. Formhals'un ilk düzeneği Şekil 1.4.'de gösterilmiştir.



Şekil 1.4. Formhals ilk deney düzeneği (Düzyer, 2014)



Formhals, ikinci çalışmasında ilk çalışmasındaki hataları revize etmek için çalışmıştır. Kısa mesafede çözücünün uzaklaşmaması düzensiz bir yüzey görünümüne sebep olduğundan, ikinci çalışmasında bu problemleri çözümlenmiştir. Bu proste, besleme ucu ile lif toplama yüzeyi arasındaki mesafeyi çekilen liflerin kurumasına olanak verecek şekilde artırmıştır. Şekil 1.5’de Formhals tarafından düzenlenmiş ikinci deney düzeneği gösterilmiştir.



Şekil 1.5. Formhals düzenlenmiş deney düzeneği (Düzyer, 2014)

Elektro lif çekimi esnasında polimer çözeltilisine, eriyiğine beş temel ana kuvvet etki eder. Bu kuvvetler damlacığı jet formuna getirip, yüksek bir ivmeyle toplayıcıya taşıyan kuvvetlerdir. Bunlar şu şekilde ifade edilmiştir.

$$F_t = F_E + F_c + F_{ve} + F_{cap} + F_g \quad (2.2)$$

$F_E$  dediğimiz, elektrik alandan kaynaklanan çekim kuvvetidir. Bu kuvvet yüklü damlacık ve düze ile toplayıcı arasındaki elektrik alan kuvvetlerinin ortalamasıdır, damlacığı toplayıcıya doğru çeker. Denklemi ise aşağıdaki şekilde ifade edilmiştir.

$$F_E = (4\pi\epsilon V^2) / [\ln(4L/R)^2] \quad (2.3)$$

$\epsilon$  dielektrik sabiti,  $V$  uygulanan voltajdır,  $L$  iğne-toplayıcı plaka arası mesafe,  $R$  ise damlacığın yarıçapıdır.

$F_c$ ; Damlacığın kendi içerisindeki oluşturduğu Coulomb itme kuvvetidir. Bu kuvvet damlacığın kendi içinde itme kuvvetleri oluşturur. Denklemi aşağıdaki şekilde verilmiştir.

$$F_c = e^2/l^2 \quad (2.4)$$

Burada; 1 damlacık içindeki iki parçacık arasındaki uzaklığı ifade eder. Bu kuvvet jetin uzamasını sağlayan parçacıklar arası itme kuvvetidir.

$F_{cap}$ ; yüzey gerilim kuvvetidir. Damlayı ve jeti stabilize eden kuvvettir.

$F_{ve}$ ; viskoelastik kuvvettir. Polimer jetinin uzamasına ve akmasına engel olan polimer zincirleri arasındaki sürtünme kuvvetleridir.

$F_g$ ; yerçekimi kuvvetidir. Damlacığın toplayıcıya ulaşması için, elektro üretimin yönüne göre artı ya da eksi etkiye sahiptir (Beypazar, 2013).

$$F_g = \rho \pi r^2 g \quad \text{olarak ifade edilir.} \quad (2.5)$$

Burada;  $\rho$  çözelti yoğunluğu,  $g$  yerçekimi sabitidir.

Elektro lif çekim yönteminde yüksek potansiyel gerilim kullanılarak, polimer çözeltisi ya da eriyiği elektriksel olarak yüklenir. Düzeden çıkan polimer, belirli bir gerilim seviyesi aşıldığında, düzenin karşısında belli mesafede olan toplayıcıya doğru ilerler. Yüksek voltajla birlikte polimer jeti küçük lifçikler oluşturup, toplayıcıya saçmakta ve böylece nanolifler elde edilmektedir (Süpüren vd., 2007).

Elektro lif çekim işlemi, polimer çözeltisini veya eriyiğini, birkaç mikrometreden nanometreye kadar değişkenlik gösteren sürekli lifleri elde etmek için kullanılan çok yönlü bir yöntemdir. Elektro lif çekimi, eriyikten çekim ve solvent (çözeltiden çekim) olarak ikiye ayrılır. Çözeltiden gerçekleştirilen lif çekim yöntemine göre eriyik elektro lif çekimi hala araştırmaları devam eden bir yöntemdir. Çözelti elektro lif çekim yöntemi ile ilgili olarak ise içeriğindeki kimyasallardan dolayı çevresel etkileri üzerine endişe duyulan ve çalışmalar yapılan bir yöntemdir (Li, 2012).

Bir elektro lif çekim düzeneğinde 3 ana eleman bulunur. Bunlar;

- Besleme ünitesi
- Yüksek voltaj güç kaynağı
- Toplayıcı

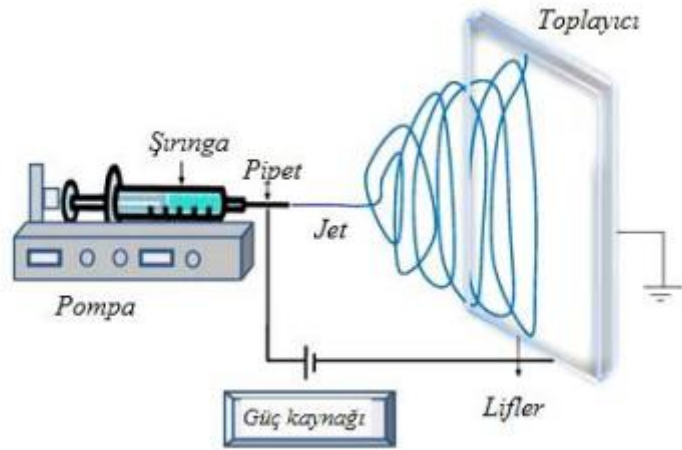
Elektro lif çekim yöntemi, daha önceden belirlenmiş yoğunluklarda hazırlanan polimer çözeltisinin veya eriyiğinin minimum akış hızlarında kV düzeyinde elektriksel kuvvet uygulayarak nanolif oluşturma işlemidir. Şırıngadan gelen polimer çözeltisi adezyon kuvveti

yardımıyla şırınga ucunda bir küre meydana getirir. kV seviyesinde uygulanan gerilimin etkisiyle koni şeklini alır. Uygulanan gerilim polimer çözeltisinin yüzey gerilimini ve eşik değerini aştığı zaman polimer çözeltisinin oluşturduğu jetten toplayıcıya doğru lifçikler oluşmaya başlar.

Polimer çözeltisi toplayıcı plakaya doğru incelerken uzar ve ayrışır. İstenilen işlem çözelti bitene kadar veya istenilen miktara göre devam edilir. Nanolif toplayıcı plakanın üzerine toplanır (Şahin vd., 2020).

Şematik çizimi Şekil 1.6.'da verilen elektro lif çekimi üretim aşamasında, belirli bir sıralamadan geçerek nanolif oluşumu sağlanır. Bunlar aşağıdaki gibidir;

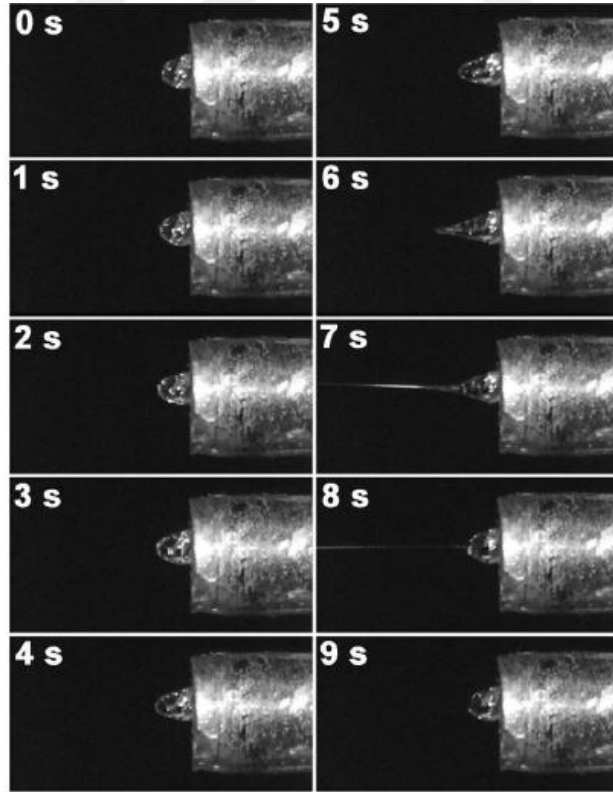
- Damlacığın oluşumu,
- Taylor konisi oluşumu,
- Jetin oluşumu,
- Kararlı bölgede jetin uzaması,
- Kararsız bölgenin oluşması,
- Liflerde katılma şeklindedir.



Şekil 1.6. Elektro lif çekimi temel gösterimi (Oflaz, 2016)

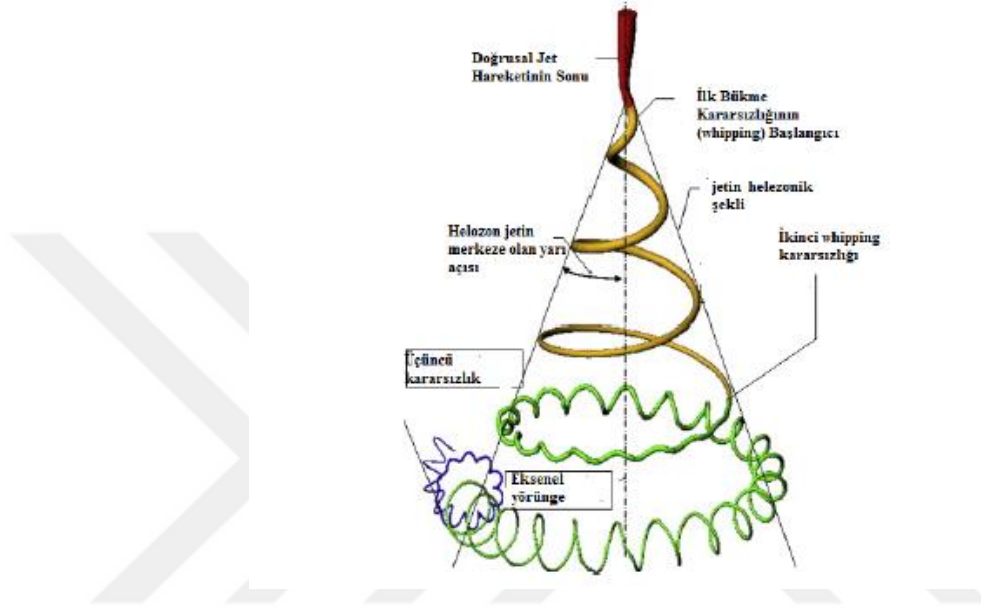
Elektro lif çekimi yönteminin temel prensip ve üretim aşamaları aşağıdaki anlatıma göre ifade edilebilir:

Taylor yaptığı çalışmalarda, elektriklenmiş sıvılar için teorik temel prensipler ortaya çıkarmıştır. Çalışmalardan birinde, elektrik alan içerisindeki iki sıvı arasındaki konik ara yüzün dengede olduğu; elektrik alan etkisi altında sıvı yüzeyinin yüklenmesi ve karşılıklı yüklerin birbirlerini itmesi ile bir dış kuvvet oluştuğu; bu değer eşik değerinin üzerine çıkması ve elektrostatik kuvvetinin etkisiyle sıvı damlacığının koni formunu alması üzerinde durmuştur. Eşik değer aşılmadan hemen öncesinde, yani elektriksel kuvvetin yüzey gerilimine eşit olduğu anda oluşan koninin yarım açısının  $49.3^\circ$  olduğunu öne sürmüştür. Sonrasında Taylor bu ön görüşleri deneysel olarak desteklemiştir. Polimer damlasından Taylor konisi oluşumu gerçekleştikten sonra, kritik voltaj değeri denilen eşik aşılmasıyla jet oluşumu gerçekleşir ve bu jet, iğne ucu ile toplayıcı arasında farklı yollar dener. Yüklü jetin hareketi, belli bir uzaklığa kadar kararlı iken daha sonra jetin hareketi kararsız bir hal alır. Kullanılan polimer çözeltisi veya eriyiğinin özelliğine ve sistem değişkenlerine bağlı olarak değişkenlik gösterebilen üç kararsızlık hali tespit edilmiş olup bunlar: Rayleigh kararsızlığı, eksensel simetrik elektrik alan akımlanması ve Whipping kararsızlığıdır (Şener, 2011). Jet, oluşan kararsızlık hallerinden sadece birini veya hepsini gösterebilir. Kullanılan elektriksel akım 1-30 kV aralığındadır. Şırınga ucu + yüke sahiptir. Toplayıcı da – yükle yüklenen kısımdır. Artan voltaj etkisiyle Taylor konisinin oluşumu aşağıdaki Şekil 1.7’de gösterilmiştir.



Şekil 1.7. Taylor konisinin artan voltajla jete dönüşüm aşamaları (Xu vd., 2017).

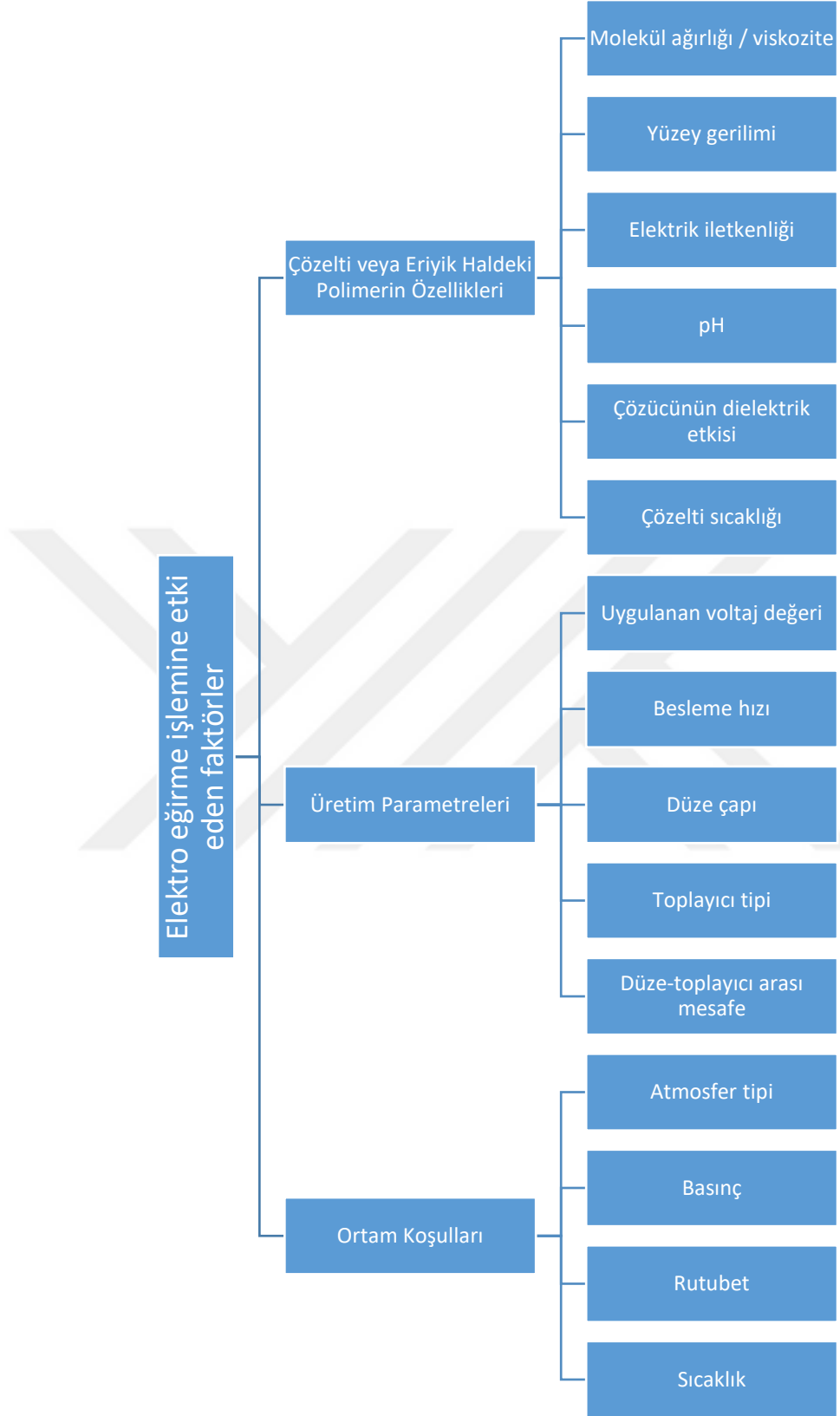
Genelde görülen kararsızlık hali, whipping kararsızlığıdır. Oluşmasının sebebi ise, jet üzerindeki yüklerin birbirlerini itme konumundayken, birbirlerinden uzaklaştıkları için jette radyal bir tork oluşturmasıdır. Jet toplayıcı plakaya ulaştığında da tekrar yaklaşan yükler birbirini itmeye başlar ve küçük jetler oluşur. Burada oluşan küçük jetlerin kararsızlığına da ikinci kararsızlık denir. Şekil 1.8’de kararsızlıklar modellenmiştir.



Şekil 1.8. Whipping kararsızlığı (Reneker ve Yarin, 2008)

Jetin kararsızlık süreci çözücünün buharlaşma hızıyla kontrol edilir. Yüksek buharlaşma olan çözücü olduğunda kararsızlık kısa sürecek ve lifler daha kalın çaplı olacaktır. Tam tersi durumda da kararsızlık süreci uzayacak ve elde edilen nanolif daha ince çaplarda oluşacaktır. Burada şunu da açmak gerekir ki, kararsızlık süresi arttıkça jetin incelme süresi de artacak ve nanolifler daha ince çaplara sahip olacak duruma geleceklerdir. İncelen jetçikler, toplayıcı plakaya doğru yerleşirler ve bir dokusuz yüzey oluştururlar. Bu yüzeyde 2 nm den 1 mikron çaplarda nanolifler bulunmaktadır (Ağırhan, 2013). Nanolif çapı azaldıkça, özgül alan oluşturma yeteneği yükselir. Yani lifler ne kadar inceyse, özgül yüzey alanı o kadar fazla olacaktır.

Elektro lif çekimi sırasında gerek polimer çözeltisinin gerek üretim parametrelerinin gerekse ortam koşullarının üretilen lif özellikleri üzerinde etkili olduğu yapılan çalışmalarla ortaya konulmuştur (Kozanoğlu, 2006). Elektro lif çekimi işlemine ve üretilen lif özelliklerine etki eden parametreler Şekil 1.9’de kategorize edilmiştir.



Şekil 1.9. Elektro lif çekim işlemine etki eden faktörler (Üstündağ, 2009)

### 1.1.2.5.1 Çözelti veya Eriyik Haldeki Polimerin Özellikleri

#### *Viskozite*

Viskozite çok düşükse jetin sürekliliği sağlanmaz bundan dolayı lif oluşumu gözlenmez. Ayrıca jetin viskoelastik kuvveti < coulomb kuvveti durumunda da jet parçalanarak lif üzerinde boncuk oluşumu gözlemlenir (Beypazar, 2013).

Viskozitenin çok yüksek olması durumunda jetin viskoelastik kuvveti > coulomb kuvveti olur. Yüzey gerilimi yenilemediğinden jet oluşmaz oluşsa da nano boyutlarda değil de mikro boyutlarda lifler oluşur. Kararsızlık sürecini etkileyen faktörlerden biri de viskozitedir. Etkilediğinde de jetin alacağı yol mesafesini etkiler ve liflerin çaplarını dolaylı yoldan etkilemiş olur.

#### *Molekül Ağırlığı*

Molekül ağırlığı, polimer zincirinin uzunluğunu ifade eder. Dolayısıyla polimerin uzunluğu çözelti içindeki polimerin düzenini ifade eder. Çözelti viskozitesini etkiler. Polimer molekül ağırlığı arttıkça, çözelti içindeki konsantrasyon artar ve bu da oluşan jetin sürekliliği için polimer zincirinin karışıklığını etkiler. Düşük viskozitelerde daha az polimer zinciri ve düzen hali, buna bağlı olarak da kararsızlık bölgesindeki sürenin kısalması ve oluşan liflerde boncuklanma oluşturur (Karim vd., 2022).

#### *Yüzey Gerilimi*

Yüzey gerilimi, elektro lif çekimi de jetin oluşmasının temel parametrelerinden biridir. Toplayıcı ve şırınga arasındaki yük durumunda kV artıkça yüzey gerilimi diğer kuvvetlerle eşitlenir ve ardından yüzey kritik noktası aşılarak Taylor konisinin oluşmasına ve oradan da jetin düzenin çıkışını sağlar. Yüzey gerilimi polimer ve çözücüye bağlıdır. Yüzey gerilimi azalursa boncuklanma ihtimali düşer, düzgün bir yüzey elde edilir. Ancak kalın lifler oluşturabilir (Onurlu vd., 2022)

#### *İletkenlik*

Çözeltinin elektrik iletkenliğinin artışı ile elektro lif çekimi nanolif çapı ters orantılıdır. Artıkça nano liflerin çapı düşer. İletkenliği düşük olduğunda da jet uzamasını iletmez ve boncuklanma gerçekleşir. İletkenliği yüksek çözeltilerin yüksek elektrik alan

varlığında homojen lif eldesinin zorlaştığını ve bu durumun geniş çap dağılımı yanında yüksek kırılgenliğe da yol açtığını çalışmalarında araştırmışlardır (Sunar ve Hasçiček, 2017).

### *pH*

pH değeri, doğrudan elektrik iletkenliğini etkiler. Çözelti bazıkse liflerin daha düzgün ve ince oldukları tam tersinde de boncuklu yapılar oluşturdukları gözlenmiştir. pH değeri arttıkça iletkenlik artar ve belli bir noktaya kadar düzgün ve ince lif eldesi sağlanır (Zelca vd., 2022).

### *Çözücünün Dielektrik Sabiti*

Büyük dielektrik özellikleri olan çözeltilerde boncuk oluşumu azdır ve daha ince çaplı lifler elde edilir. Elektro lif çekimi esnasında polimer jeti kararsızlığı daha yüksek dielektrik özelliklerine sahip çözeltilerde artar ve jetin izlediği yolun artması nedeniyle hem daha ince lifler elde edilir hem de liflerin toplayıcı yüzey üzerindeki yerleşim alanı artar (Düzyer, 2014).

### *Çözelti Sıcaklığı*

Hem buharlaşma süresi ve çözelti viskozitesinin düşürülmesiyle doğrudan etkidir. Yüksek çözelti sıcaklığında viskozite daha düşüktür. Bununla bağlantılı olarak da daha homojen, durağan lifler elde edilir. (Hazarika vd., 2022)

#### *1.1.2.5.2 Üretim Parametreleri*

##### *Uygulanan Voltaj Değeri*

Yüksek voltaj, çözelti üzerindeki yükler ile elektriksel alanı ve çözeltinin kendi yüzey gerilimini aşması için gerekli olan elektrostatik kuvveti oluşturur. Eğer uygulanan voltaj değeri daha fazla arttırılırsa, daha fazla miktarda yük polimer jetini ivmelendirir ve düzenin ucundan hacimsel olarak daha fazla çözelti çekilir. Voltaj değeri, kritik noktadır (Düzyer, 2014) ve ortamda oluşması gereken elektrostatik alanı oluşturur. Gerdirme ve çektirme kuvvetlerini sağlar. Coulomb kuvvetleri arttıkça, jetle toplayıcı arasındaki gerilme kuvveti daha çok artacaktır ve jetin uzamasına etki edecektir. Kararsızlık süresi kılalacağı için liflerin çapına etki edecektir.



### *Besleme Hızı*

Besleme hızı artarsa, çekilen polimer miktarı artar ve lif çapında kalınlaşmalar, boncuklanmalar görülür. Besleme hızı, voltajla doğru orantılı olmalıdır (Okutan vd., 2014).

### *Toplayıcı Tipi*

Elektro lif çekiminin oluşması için bir elektriksel alan oluşması gerekir. Bu elektriksel alan, toplayıcı ve düzeler arasında olmaktadır. Bu yüzden toplayıcının tipi önem arz eder. Toplayıcı iletken bir malzemedен yapılmış veya alüminyum folyo gibi iletken malzemelerle kaplanan topraklanmış bir yüzey olması gerekmektedir (Sattary vd., 2018).

### *Düze Çapı*

Düze çapı azaldıkça tıkanma azalır, ince jet eldesi artar. Boncuk oluşumu da buna bağlı olarak azalır (Peng vd., 2016).

### *Mesafe*

Bu mesafe lif oluşumun gerçekleştiği mesafedir. Mesafenin artıp azalması, kararsızlık süresinin kısalıp artmasına, doğal olarak da nanolif oluşumunu etkileyecektir. Mesafe arttıkça ince lif elde etme süreci artar, jet incelik kuvvetler arasındaki çekim azalır. Buharlaşma için süre kısalır, toplayıcıya geçtiğinde kurudur (Haider vd., 2018).

### *1.1.2.5.3 Ortam Koşulları*

#### *Atmosfer tipi*

Prosesi etkileyen parametrelerden biridir. Yüksek gerilim altında farklı gazlar farklı tepkiler gösterir. Örneğin helyum gazı yüksek basınç altında bozulur ve bu bozulmadan dolayı helyum gazının olduğu atmosfer tipinde elektro lif çekimi gerçekleşmez (Düzyer, 2014).

#### *Basınç*

Basıncın etkisini gözlemlemek ancak kapalı ortamlarda mümkündür. Basınç azalır, ortamdaki elektro lif çekimi işleminde olumsuz sonuçlar doğurur. Basınç düştükçe, şırınganın ucundaki jet akma eğilimi gösterir ve stabil olmayan lifler oluşmasına sebep olur (Park vd., 2016).

### *Rutubet*

Ortamın nemi, kullanılan çözücüye ve polimer çözeltilisinin hidrofilitesine göre, her bir polimer çözeltilisini farklı olarak etkiler (Düzyer, 2009). Artan nemle birlikte lif yüzeylerinde gözenekli yapılar görülmüştür.

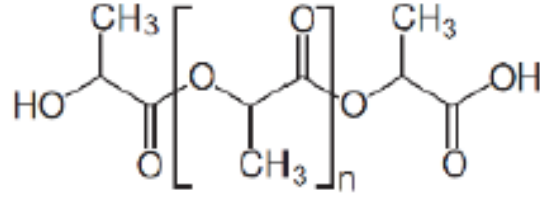
### *Sıcaklık*

Buharlaştırma hızını ve viskoziteyi etkilemektedir. Çözücünün buharlaştırma hızı arttıkça viskozitesi düşer. Düşük viskozitelerde coulumb kuvvetleri jetin çok fazla kuvvet etkisinin altına girmesine sebep olur. Bu oluşan gerilim de daha ince liflerin üretilmesini sağlar. Dolayısıyla sıcaklık arttıkça çözelti sıcaklığı da artar, çözelti sıcaklığı arttıkça kullanılan çözeltilinin içinde polimer molekülleri hareketlenir (Haider vd., 2018).

### **1.1.3 Polilaktik Asit (PLA)**

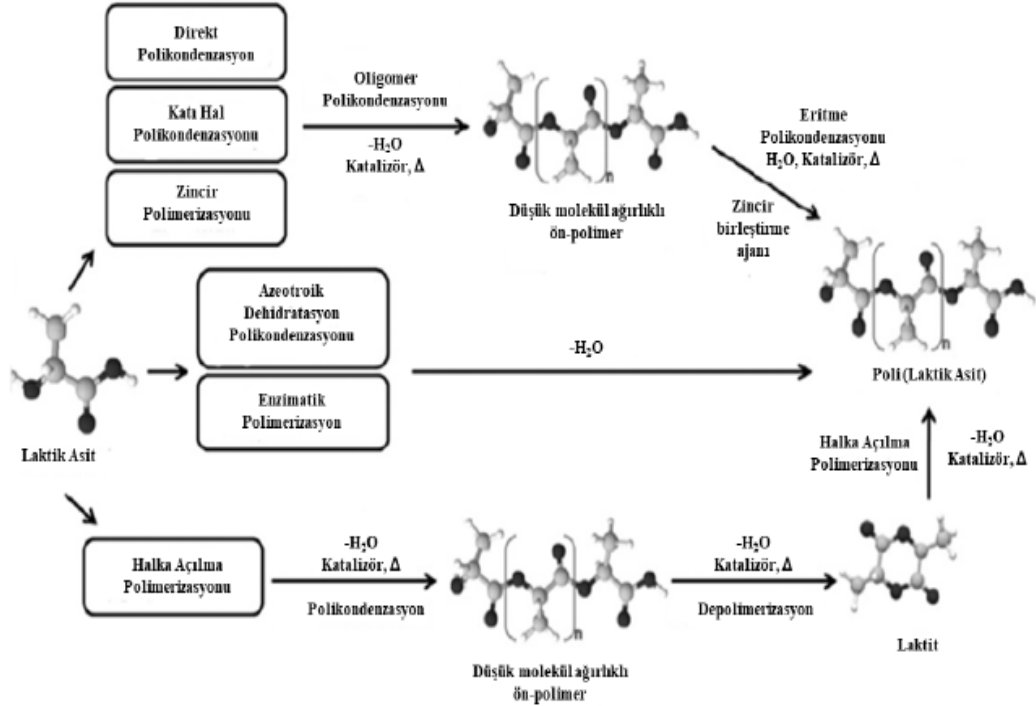
Poli(laktik asit) (PLA), mısır şekeri, patates ve şeker kamışı gibi doğadan elde edilen kaynaklardan üretilen laktik asidin kullanılması ile sentezlenen biyobozunur ve biyobazlı bir alifatik polyesterdir (Aslan, 2020). İki üretim şekli vardır. Halka açılması polimerizasyonu ve polikondezyon yöntemidir. Bu doğal polimerlerin biyolojik uyumluluk, düşük maliyet, yüksek performans, hafiflik, gözenekli yapı gibi özelliklere sahip nano fiber olarak üretimi ve bu fiberlerin tıbbi protez, ilaç dağılımı, yara örtücü, hücre iletimi gibi biyomedikal uygulamalarda kullanımını artırmıştır (Çiftçi, 2021). PLA bu anlamda kullanılan bir polimerdir. Kullanım alanlarının yoğunluğu, biyo bozunur bir malzeme olması tekstil gibi birçok alanda çalışmaların artmasına sebep olmuştur.

PLA termoplastik bir polimerdir. Bu özelliğinin yanında iyi mekanik özelliklere, iyi bir çekme dayanımına ve çekme modülüne sahiptir. İçerisine eklenen yan ürünlerle bir matris oluşturma yeteneğine sahiptir. Buna bağlı olarak PLA düzgün ve uygun koşullarda üretildiğinde uzun raf ömrü olan paketlemelerde de kullanımı uygundur. Atık miktarı ve doğada kaybolma süresi düşüktür. Alifatik polyester yapısına sahip bir polimerdir.  $\alpha$ -hidroksi asitlerden elde edilir. Hafif ve işlenebilir bir malzemedir. Diğer polimerlere oranla bulunabilirliği yüksektir, erişimi kolaydır. Şeker kamışı, mısır ve nişasta bakımından zengin olan bitkisel kaynaklardan üretilir. PLA'nın kimyasal yapısı Şekil 1.10'de, sentezlenmesi sırasında takip edilen yöntem ise Şekil 1.11'de gösterilmiştir.



Şekil 1.10. Polilaktik asitin kimyasal yapısı

PLA'nın camsı geçiş sıcaklığı 55°C, erime sıcaklığı da 175°C'dir. PLA polimeri kimyasalları asetonitril, kloroform, metilen klorit, 1,1,2-trikloroethan ve dikloroasetik asit gibi kimyasallarda çözünebilmektedir. Kaynama sıcaklıklarında etil benzen, toluen, aseton ve tetrahidrofuran'da iyi bir şekilde çözünürken, aynı kimyasallarda soğukta çözünme durumu azdır (Aslan, 2020). PLA, laktik asidin polimerizasyonu ile elde edilir. Birden çok sentez yöntemi vardır.



Şekil 1.8. PLA'nın sentezlenme yöntemleri (Aslan, 2020)

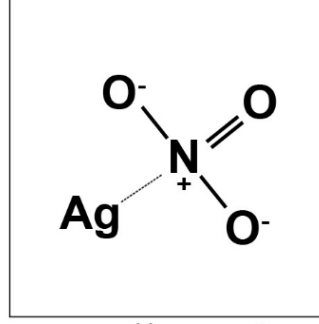
Polilaktik asit (PLA) lifinin ortaya çıkması, genel anlamda 1939 yılında laktik asiti vakum altında ısıtma ile düşük moleküler ağırlıklı polimer formunu üreten Carothers (E.I. DuPont - Nemours, Inc.)'e dayanmaktadır (Uysal, 2010).

Laktik asit insan vücudunda oluşan organik bir polimerdir. Öncelikli kas gruplarında ve vücutta değişik noktalarda bulunmaktadır. Vücudun doğal metabolizmasıyla çözülebilirler. Vücuttaki laktik asit pruvik asite çevrilir, karbondioksit ve su sağlamak için trikarboksilik asit döngüsüne girer. Organlarda herhangi bir kalıntı bırakmayacak şekilde çözünme yaşar. Bu döngü laktik asit için biyo uyumluluk özelliğini ifade eder. Polimer haldeki laktik asit özellikle tıp alanında cerrahi dikişlerde kullanılmaktadır. PLA'dan sonra sentetik polimer olarak poliglikolik asit (PGA) kullanımı gelmektedir. Poli(L-laktik asit) (PLLA) lifleri ise PLA liflerine göre çok yavaş çözündüklerinden cerrahi dikiş uygulamalarında, çok uzun süre mukavemet gerektiren bağ doku, tendon yapıları, vasküler ve ürolojik cerrahi için olan stent gibi uygulamalarda tercih edilmişlerdir (Üner ve Koçak, 2012).

#### **1.1.4 Gümüş Nitrat**

Gümüş, antik tarihlerden bu yana değerli taş olarak kullanılmaya başlanmış ve ileriki süreçlerde yaraların ve yanıkların tedavisinde kullanılmıştır (Demirsoy, 2015). Antik çağlardan beri çeşitli alanlarda kullanılmış olan gümüşün, ilk yara iyileştirme uygulaması Hipokrat'ın gümüşü kullanmasıyla başlar. Antibiyotiklerin kullanımına kadar yani 19. yy'a kadar ülser ve antimikrobiyal süreçlerde gümüş nitrat kullanılmıştır.

Yapısı Şekil 1.12'de verilen gümüş, diğer materyallere göre insan hücrelerine gösterdiği düşük toksitise oranı ve antibakteriyellik etkisiyle son dönemde yapılan nano malzeme çalışmalarında önem arz etmektedir. Bakır, çinko, gümüş gibi iyonların antibakteriyellik özellikleri bilinen bir durumdur. Bununla beraber iletkenlik artırıcı özellikleri de bulunmaktadır. Ancak bu metallerin kullanımında en sınırlayıcı etken insan vücuduna olan toksin özelliğidir. Bu metal iyonlarının arasında en masum olanı gümüştür. Son dönemlerde yapılan çalışmalarla birlikte gümüş ve gümüş nitratın kullanım alanları artmış ve sağlık alanında önemli çalışmalar elde edilmiştir.



Şekil 1.9.Gümüş nitrat molekül yapısı

### 1.1.5 Literatürde Yapılan Çalışmalar

Hayvansal jelatin, gümüş ve PLA ile ilgili literatürde çok sayıda çalışma bulunmaktadır. Bu çalışmalar, gerek uygulanan yöntem gerekse kullanım alanları bakımından birbirlerinden ayrılmaktadır. Yapılan literatür taraması sonrasında mevcut çalışmada kullanılan malzemeler ile yapılan benzer çalışmalar incelenerek, çalışmalarda kullanılan malzemeler, yöntem ve bulgulara ait özetler paylaşılmıştır.

(Alharbi ve arkadaşları, 2018); Poly (laktik asit) (PLA) ve Poly (vinil alkol) (PVA) 'nın çekirdek-kabuk nanofiber kompozitlerinin mekanik, yüzey ıslatma ve sito-uyumluluk özelliklerinde önemli gelişmeler göstermiştir. Çekirdek / kabuk yapılı PLA / PVA nanolifleri, PVA'nın hidrofilik faydalarını ve PLA'nın biyolojik özelliklerini birleştirmiştir. Bu çalışmada, koaksiyel nanofiber kompozitlerin antibiyofilm aktivitesini, koaksiyel elektro lif çekimi tekniğini kullanarak kabuk tabakasına gümüş nanopartiküller dahil ederek açıklanmıştır. Koaksiyel nanofiber yüzeylerin morfolojik analizi, tarama ve transmisyon elektron mikroskobu kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Gümüş nanopartiküllerin varlığı, X-ışını kırınımı (XRD) analizi kullanılarak doğrulanmıştır. Gümüş nanopartiküller ile yüklenmiş nanofiber membranların antibiyofilm aktivitesi, *Pseudomonas aeruginosa* (Gram negatif) ve *Staphylococcus aureus* (Gram pozitif) ve bir ökaryot (*Candida albicans*) olmak üzere iki prokaryota karşı incelenmiştir. Bu çalışmada sunulan sonuçlar, gümüş nanopartiküller içermeyen koaksiyel membranlara kıyasla gümüş nanopartiküller ile birleştirilen PLA ve PVA'nın sentezlenmiş membranlarının antibiyofilm aktivitesinde önemli gelişmeler olduğunu ortaya koymuştur.

(Duygulu, 2020); Çalışmada, TiO<sub>2</sub> nano partikül katkılı PLA nanolifleri, elektro lif çekimi yöntemi ile üretilmiştir. Farklı üretim parametrelerinin (iğne çapı, güç, akış hızı) hem

PLA nano lif üretimine hem de nano boyutlu TiO<sub>2</sub> parçacıkların lif içerisindeki dağılımına etkisi incelenmiş olup üretim parametrelerinin etkisinin büyük olduğu ortaya konulmuştur. İstenilen morfoloji ve çaplara sahip nano lif üretiminin, bu parametrelerin optimize edilmesi ile olanaklı hale gelebileceği ve çalışma özelinde PLA çözeltisine foto aktivite ve biyoyumluluk gibi gelişmiş özelliklere sahip nano boyutlu TiO<sub>2</sub> katkısı ile biyomedikal ve biyoteknoloji gibi uygulama alanlarında kullanılabilecek özelliklerde nano lif üretiminin hangi parametreler ile gerçekleştirilebileceği belirlenmiştir. Bu çalışmada kullanılan PLA çözücülerini bu tezde temel çözücü parametreleri için referans oluşturmuştur.

**(Ermeýdan ve Aykanat, 2019);** hayvansal boynuzların yapısı, kalın keratin kaplama ile çevrili kemik çekirdeğinden oluşmaktadır. Boynuzun yapısında bulunan keratinler yüksek stabilite ve düşük çözünürlüğe sahip olan proteinlerdir. Yün, kıl, gaga, tüy, boynuz vb. atıklar da keratin bakımından zengindir. Bu çalışmada, manda boynuzu atık maddesi ve polilaktik asit (PLA) ile biyokompozit malzeme elde edilmiştir. Biyokompozit malzeme PLA/Boynuz oranı ağırlıkça %75/25 olacak şekilde üretilmiştir. Kompozit üretimi çift vidalı ekstruder ile maksimum 180°C'ye çıkılarak yapılmıştır. Ekstrüderden geçmemiş granüller, ısıtmalı soğutmalı presle levha haline getirilmiş ve lazer kesici kullanılarak numuneler hazırlanmıştır. Üretilen biyokompozit malzeme çekme ve eğilme testlerine tabi tutulmuştur. Kimyasal özelliklerde yapılan testler; FTIR spektroskopisi ve termal özellikleri için TGA analizidir. Kullanılan atık manda boynuzunun varlığı kompozit malzemenin içindeki yoğunluğunu düşürmüştür. PLA/Boynuz kompozitinin çekme ve eğilme dayanımlarının düştüğü ancak çekme ve eğilme modülü değerlerinde değişim olmadığı gözlemlenmiştir.

**(Oymak, 2019);** Bu çalışmada, yara örtüsü tasarımı yapılmıştır. Bunun için poli(laktik) asit (PLA) polimeri ve yün yağı (lanolin) kullanılmıştır. Lanolin tıbbi ve kozmetik alanlarda kullanılan yan üründür. Çalışmada, PLA / lanolin / esansiyel yağ çözeltilerinden farklı konsantrasyonlar hazırlanmış ve elektro lif çekim yöntemiyle nano yapılar elde edilmiştir. Elde edilen yapıların yara örtüleri olarak kullanılması hedeflenmiştir. Çözelti konsantrasyonuna uygulanan voltaj üzerindeki etkisi, pipet ucu ile toplayıcı arasındaki mesafe incelenmiştir. Lanolinin eğrilebilme kapasitesinin incelenmesi ve uçucu yağların kullanımı bu çalışmanın ana amaçlarıdır. PLA / lanolin / uçucu yağ bazlı nano yapılar ilk defa başarılı bir şekilde bu çalışmada üretilmiştir. Üretilen yüzeylerin yara örtüsü olarak kullanılabilme durumunun tespiti için temel test yöntemleri uygulanmıştır. Bu analizler sıvı emme kapasitesi, yatay ve dikey emicilik, antibakteriyel aktivite, çekme dayanımı ve kalınlık ölçümüdür. Yapı

analizi için ise FTIR, SEM, EDX ve DSC analiz yöntemleri kullanılmıştır. Test ve analiz sonuçları ile yapılan değerlendirmede, PLA / lanolin / uçucu yağ bulunduran yapıların yara örtüsü olarak kullanımının uygun olacağı ifade edilmiştir.

**(Râpă ve arkadaşları, 2020);** Poli (laktik asit) (PLA), kolajen ve gümüş nanopartiküller (AgNP'ler) içeren biyonanokompozitler, biyoyumlu ve stabil filmler olarak hazırlanmıştır. AgNP'in varlığına bağlı olarak PLA bazlı üretilen nanokompozitlerin, standart PLA'ya göre daha iyi bir termal özelliğe sahip olduğu anlaşılmıştır. Çalışma sonucunda, AgNP'lerin PLA bazlı biyonanokompozitlerin dayanıklılığı üzerinde umut verici katkısı olduğu belirtilmiştir. Fare fibroblast hücre hattı NCTC, klon 929 üzerinde, 3- (4,5-dimetiltiyazol-2-il)-2,5-difeniltetrazolyum bromür (MTT) testi kullanılarak gerçekleştirilen in vitro biyoyumluluk, yüksek hücre canlılığı değerlerinin biyonanokompozit formülasyonlarının varlığında 48 saat boyunca tutulduğunda, sonuç olarak hücrelerin membranlarında hasar oluşturmadığı ve buna ek olarak, akış sitometrisi ile değerlendirilen hücre döngüsü analizi, test edilen tüm biyonanokompozitlerin hücre proliferasyonunu etkilemediğini ve hücrelerin normal büyüme oranını koruduğunu ifade edilmiştir. Elde edilen sonuçlar, biyomedikal kaplamalar için PLA bazlı biyonanokompozitlerin potansiyel kullanımını önermektedir.

**(Sousa, 2016);** Bu çalışmada Poli (laktik asit) (PLA) ve balık jelatini (GE) gibi sentetik ve doğal polimerlerin kullanım alanları incelenmiş ve doku mühendisliğinde yaygın olarak kullanımı ele alınmıştır. Malzemenin ucuz ve temin edebilir olmasına ek olarak, fabrikasyon yöntemleri de sinirsel iskelelerin tasarlanması için kritik öneme sahiptir. Elektro lif çekimi, potansiyel olarak doğal hücre dışı matrisin (ECM) yapısını taklit edebildikleri için hücre bağlanması, proliferasyonu ve farklılaşması için optimum yüzey özellikleri sunan nano lifli yapı iskeletlerinin üretimine izin vermektedir. Bu bağlamda, bu çalışma periferik sinir rejenerasyonunu destekleyen biyomalzemelerin üretimini amaçlanmıştır. Beş farklı ağırlık oranında üretilmiş olan GE / PLA membranların, periferik sinir rejenerasyonu potansiyeli, fizikokimyasal özellikleri açısından karakterize edilmiştir. Üretilen membranların biyolojik özellikleri karakterize edilmiştir. Yapılan deneyler sonucunda üretilen membranların biyoyumlu olduğunu ve PG11 membranlarının, morfolojileri ve yapıları iyileştirildiği için saf PLA ve GE'ye kıyasla fibroblast yapışması ve çoğalması için iyi bir malzeme olduğu ortaya konulmuştur.

**(Wang ve arkadaşları, 2021);** Elektro lif çekimi ile tıbbi sargı olarak kullanılan poli (laktik asit) (PLA) nonwoven yapıların yüzeylerine farklı kalınlıklarda nano yapılı gümüş (nano-gümüş) filmleri biriktirme işlemi gerçekleştirilmiştir. Gümüş film kalınlığının antibakteriyel aktivite üzerindeki etkisi incelenmiştir. Tıbbi sargı bezlerinin antibakteriyel aktivitesi ölçülmüştür. Yüzey morfolojisi ve gümüş partiküllerin tane boyutları taramalı elektron mikroskobu (SEM) ile incelenmiştir. Yüzey elementel dağılımını analiz etmek için X-ışını (EDX) kullanılmıştır. Sonuçlar, film kalınlığı arttıkça antibakteriyel aktivitenin geliştiğini göstermiştir. EDX sonuçları, film kalınlığındaki artışın, birim yüzey başına gümüş ağırlık yüzdesinin artmasına yol açtığını ve artan gümüş miktarıyla antibakteriyellik özelliğinin arttığı ve de yüzey kalınlığının 1 nm'yi geçtiği durumda, kullanılan iki bakteri türü için azalma yüzdesinin %100'e ulaştığı ifade edilmiştir.

**(Erge ve Zorba, 2016);** Dünya nüfusunun kontrolsüz artışı, savaşlar, doğal kaynakların hızla tükenmesi ve çevresel kirliliğin artması gibi sorunlar bunlara çözüm bulmak için yeni arayışlara girilmesini gündeme getirmiştir. En temel sorunlardan birisi var olan doğal kaynakların hızla tükenmesi ve doğru bir süreç yönetememektedir. Günümüzde bile farklı ülkelerde de geri dönüşüm sürecinin sıkı yönetilemediği ve hayvansal üretim sürelerindeki atıkların kullanılmak yerine doğaya salındığı, gelişmiş ülkelerde dahi en fazla hayvan yemi olarak kullanım alanı sağladığı görülmüştür. Bu kullanım alanları da deri ve kemiklerden elde edilen jelatinin fonksiyonel olarak kullanım alanlarının açılmasını araştırılmasını sağlamıştır. Katma değer arttırabilecek birçok fonksiyonel ve teknolojik avantajlara sahiptir Bu yüzden şimdiye kadar genellikle domuz, sığır gibi memelilerden elde edilmeye çalışılmış ancak son zamanlarda balık ve atıl ürünleri kullanılmaya başlanmıştır. Domuzdan üretilen jelatin Müslüman, Yahudi dinine sahip toplumlarda kullanılmadığından alternatif olarak kanatlı hayvanlar ve balık atıkları ile ilgili çalışmalara başlamıştır. Son yıllarda çevre kirliliğinin azaltılmasına yönelik yapılan çalışmalarda, hayvansal atıkların çevreye atılmasına alternatif jelatin üretilmesi hem proses açısından kolaylık sağlamakla beraber hem de jelatinin gıdadan kozmetiğe ve ilaç sanayine kadar farklı sektörde kullanılabilmesi bakımından önemli bir fırsat yaratmaktadır. Bu çalışma, tez çalışmasının oluşturulmasında genel bir yargı oluşmasını sağlayan bir çalışmadır.

**(Kwak ve arkadaşları, 2017);** Bu çalışmada, çözücü olarak su kullanan jelatin nanofibröz ağı başarıyla hazırlanmıştır. Sulu balık jelatininin elektro lif çekimi, memeli jelatininin aksine herhangi bir ek sıcaklık kontrol cihazı gerektirmemiştir. Sulu balık



jelatininin konsantrasyonu, jelatin nanoliflerin elektro lif çekimi ve çapını belirlemede önemli bir faktördür. GTA buharlı çapraz bağlama işlemi, balık jelatin nanofibröz yapı iskeletlerinin su stabilitesini ve mekanik özelliklerini geliştirmiştir. Hücre canlılığı testi, nanofibröz balık jelatin iskelesinin, balık jelatininin film formuna kıyasla iyi bir hücre yapışması ve iyi bir proliferasyon oranı gösterdiğini ortaya çıkarmıştır. Ayrıca, nanofibröz balık jelatini yapı iskeleleri, memeli jelatin kaynaklarına benzer şekilde iyi sito-uyumluluğa sahiptir. Sulu balık jelatininin elektro lif çekimi, çevre dostu olması ve basitliği nedeniyle geleneksel memeliden türetilmiş jelatin elektro lif çekimi işlemine alternatif olarak umut verici bir imalat süreci olabilir.

**(Lv ve arkadaşları, 2019);** yapılan çalışmada genel balık jelatini son dönem uygulamalarını derlemiştir. Balık jelatinin esansiyel amino asitlerden olmayan iyi bir diyet kaynağı olduğu hipertansiyon hastalarında uzun süreli iyileştirici etkinliği olduğu ifade edilmiştir. Cilt dokusunu desteklemekte ve yara iyileşmesini hızlandırarak diyabet ve kemik hastalıklarına sahip kişilerde rejenerasyon sürecini güçlendirdiği desteklenmiştir. Bununla beraber jelatinin tıbbi uygulamalarının gerçekte hala olgunlaşmadığı ancak kullanımının güvenli olduğu ve belirgin yan etkisinin bulunmadığı belirtilmiştir. Antihipertansif, antimikrobiyal, doku rejenerasyonu ve yara iyileştirici, kemik oluşumu hızlandırıcı ve antikanser uygulamalarında kullanılabilirlik potansiyeli olduğu değerlendirilmiştir.

**(Petros ve arkadaşları, 2020);** incelenen çalışmada hidrojelatinlerin geneli hakkında bilgi verilmiş ve balık jelatininden oluşturulan jellerinde kullanım alanlarından bahsedilmiştir. Hidrojellerin medikal tekstiller, tıp ve sağlık sektörüne yardımcı malzemeler olduğu ve çözünmeyen, çapraz bağlı hidrofilik yapıları olması nedeniyle birçok alanda kullanılabilir oldukları ifade edilmiştir. Biyouyumlu olan balık jelatinlerinin bu alanda değerlendirilebileceği belirtilmiştir.

**(Shakila ve arkadaşları, 2012);** dört farklı türde kemikten jelatin hazırlamışlardır. Hazırlanan jelatin, jelatin-kitosan, jelatin-montmorillonit (MMT) kili-kitosan mekanik ve bariyer özellikleri açısından diğer jelatin filmlerle karşılaştırılmıştır. Sonucunda kemik jelatinlerinin çekme mukavemeti ve young modülü yüksektir ancak kopma uzamaları diğer memeli jelatinlerine göre düşük olduğu; Kitosan ve MMT (montmorillonit k10) eklenmesi çekme mukavemetlerini arttırdığı; Kitosan içeren filmlerde basit jelatin filme göre suda çözünme oranının düşük olduğu ifade edilmiştir. Balık ve memeli jelatin filmlerinin su buharı iletimleri benzer olduğu ancak MMT eklentisinin bu süreyi azalttığı belirtilmiştir. SEM

analizlerinde sadece MMT eklentili olan polimerler kitosan eklentili olanlara göre daha pürüzsüz bir yüzeye sahip olduğu gözlemlenmiştir. Bunun sonucunda MMT ve kitosan ile yapılan kompozit balık jelatin filmleri daha iyi mekanik ve bariyer özelliklerinden dolayı iyi bir doğal biyolojik parçalanabilir filmler olduğunu ve memeli jelatinlerle benzer özellikler gösterdiği ifade edilmiştir.

**(Shi ve arkadaşları, 2022);** çalışmasında memeli jelatinlerini arasındaki en kabul görülen balık jelatinlerini su kaynaklarından elde edilen gıda hidrokolloidlerini incelemiştir. Balık jelatinlerinin kompozitlerini ve imalat çalışmalarını incelemişler ve inceledikleri süreçler için çeşitli yaklaşımlar öne sürmüşlerdir. Balık jelatinlerinin mekanik ve biyolojik özellikleri polisakkaritlerin eklenmesinden sonra iyileşmiştir. Doku mühendisliği için balık derisinden elde edilen jelatin ve kitosan kullanılarak elde edilen polimerler elektro lif çekiminden sonra iskelesi hidrofilik ve dokunmamış lifli yapıları benzer özellik göstermiştir. Bu iki malzemenin birleşimi doku mühendisliğine uygunluğu tespit edilmiştir. Mevcut çalışmaların çoğunda balık jelatini ve polisakkaritlerin hakkında bilgi eksiklikleri bulunmuş ve bunlar üzerinde yapılan çalışmaların derinleşmesi yönündedir.

**(Sibirian ve arkadaşları, 2020);** yaptıkları çalışmada balık jelatini ve diğer jelatinlerin kullanılabilirlik alanlarını incelemiştir. Hayvanların kemiklerinde ve derisinde bulunan kolajenin hidrolizinden elde edilen jelatin kovalent bağ ve peptit bağlarından oluşan bir polipeptittir. Yaptıkları çalışmada jelatin uygulamalarına ek belirgin üç alanı dile getirmişlerdir. Sabitleyici olarak, yani stabilizatör olarak viskoziteyi artırıcı bir özelliği vardır. Bunun dışında yenilebilir bir film olarak gıdaların korunması ve depolanabilirliği açısından yüksek mekanik ve antioksidan özelliklerine odaklanmıştır. Fotoğrafçılıkta da koruyucu katman olarak kullanılıp, ışığa duyarlı olduğu tespit edilmiştir. Ayrıca yüksek jel mukavemetine sahip olduğu ifade edilmiştir.

**(Baran ve arkadaşları, 2019);** gümüş iyonlarını indirgemedeki *Capsicum annuum* bitkisi ile yeni ve etkili bir yöntem kullanılmıştır. Çalışmada AgNP'ler oda sıcaklığında üretildiğinden ekstra bir enerjiye ihtiyaç duyulmamıştır. AgNP'lerin oluşumu, UV-vis Spektroskopisi ile analiz edilerek rengin, belirli bir zaman aralığında sarıdan kahverengiye doğru değiştiği belirlenmiştir. Aylarca bekletilen AgNP'lerin yapısındaki nanopartiküllerin varlığı, XRD ve SEM-EDAX analizleriyle doğrulanmış ve bir değişikliğin olmaması, sentezlenen nanopartiküllerin kararlı olduğu ile ilişkilendirilmiştir. Çalışmada, sentezlenen nanopartiküllerin dayanımları TGA-DTA analizi ile tespit edilmiştir. Nanopartiküllerin

antimikrobiyal etkisinin oldukça fazla olması da tıp ve medikal sanayinde kullanılabilir olması yönünde değerlendirilmiştir.

**(Demirsoy ve arkadaşları, 2015);** Solvent olarak DMSO kullanılmıştır ve ağırlıkça %1 ve %3 AgNO<sub>3</sub> içerikli PAN'nin kompozit nanolifleri elektro lif çekimi yapılmıştır. Sonra gümüş nanopartiküller kimyasal indirgeme yöntemiyle sentezlenmiştir. Gümüş nitrat miktarının morfoloji, iletkenlik ve PAN / AgNPs kompozit nanoliflerin mekanik özellikleri araştırılmıştır. Boncuksuz ve üniform kompozit nanolifler, çaplar bunların 499-515 nm aralığında olanları başarıyla elektro lif çekimi yapılmıştır. PAN / Ag kompozitin gerilmesi ve kopma uzaması nanolifler, temiz PAN nanoliflerinden daha yüksek olduğu tespit edilmiştir. Gümüş dahil edilerek iletkenlik yaklaşık 10<sup>-8</sup> S/cm'ye yükseltilmiştir.

**(Gülgönül, 2018);** çalışmada gümüş sikloheksan monokarboksilat (GM), gümüş sikloheksan dikarboksilat (GD) ve gümüş abietat (GA) gibi nano partiküller sentezlenerek yapıları incelenmiştir. Daha sonra üretilen nano parçacıklar farklı oranlarda (%5, %7,5 ve %10) polimer çözeltisi içerisine ilave edilerek elektro çekim yöntemi ile nano lifler elde edilmiştir. Lifler FT-IR, SEM ve EDX gibi analizler yardımı ile karakterize edilmiştir. Elde edilen yüzeylerde biyolojik hücre uyumluluğu testi yapılmıştır. Sonuç olarak, en iyi lif oluşumunun GA içeren liflerde gerçekleştiği GM ve GD içeren liflerin SEM görüntülerinde ise birbiri üzerine yapışma olduğu tespit edilmiştir. EDX sonuçları artan oranlarda katkı içeren liflerdeki ilgili element artışlarını onaylamıştır. Toksikite testinde, toksik etkinin konsantrasyonla doğru orantılı olarak değişmediği %7,5 ve %10 konsantrasyonundaki numunelerin daha düşük toksik etkiye sahip olduğu, bazı numunelerde ise hücre proliferasyonunu destekleyerek kontrole göre daha yüksek canlılık düzeyi oluşturduğu gözlemlenmiştir. Hücre canlılığında önce azalma gözlemlenmesi ve canlılığın sonradan artması hücrel bir adaptasyon süreci ile ilişkilendirilmiştir.

**(Özcan ve arkadaşları,2022);** yaptıkları çalışmada gümüş nitrat içerikli modifiye nanofiber membran yapıların hazırlanması, karakterizasyonu ve antibakteriyel özelliklerini incelemiştirlerdir. Bu çalışmada, elektro lif çekimi yöntemi kullanılarak PVDF destek tabakası üzerine gümüş nitrat ilavesi ile modifiye nanolif membranlar hazırlanmış ve karakterize edilmiştir. Bu anlamda yeni tür nanolif membranlar hazırlanmış ve antibakteriyel özellikleri incelenmiştir. Modifiye nanolif membranların antibakteriyel özellikleri ilk olarak agar disk difüzyon metodu ile araştırılmıştır. Bakteri sayımı ise yayma plak metodu kullanılarak yapılmıştır. Deney sonuçları incelendiğinde, AKN2, ATN1 ve ATN2 nanofiber membranların

çeşitli bakterilere karşı antibakteriyel etki gösterdiği tespit edilmiştir. Bu araştırmadan elde edilen bulgular *E. coli*, *S. aureus* ve *P. aeruginosa* bakterilerine bağlı enfeksiyonlarda, nanolifli membranların tedavi amaçlı kullanılabilirliğine yol açmışlardır.

(**Celep, 2007**); yaptığı çalışmada nanoteknolojinin tekstilde kullanım alanlarını incelemiştir. Nanopartiküller, faz değiştiren materyaller (PCM), şekil hafızalı materyaller (SMM), kromik materyaller, elektriksel uygulamalar, nano boyuttaki bitim işlemleri ve nano ölçekli yüzey oluşturmak için yapılan çalışmaları incelemiştir. Nanoteknoloji kar payı yüksek olan temiz ve ucuz bir üretim sistemi olduğunu; elektronik, malzeme bilimi, matematik, fizik, kimya, biyoloji, eczacılık, tıp, bilgisayar, tekstil vb. alanlarda kullanıldığını; nanoteknoloji araştırmalarının özellikle malzeme ve tıp alanında hızlı bir gelişme gösterdiğini ifade etmiştir. Tekstil materyallerinde bulunan fonksiyonel özellikler ve performanslarla birlikte nanoteknolojinin geliştirilmeye müsait bir alan olduğu ancak elektro lif çekimi yöntemi ile üretilen lifler yüksek dayanıma sahip olmadığına dikkat çekilmiştir. Nano partiküllerin ise tekstil yapılarında yüksek adhezyon; koku, antifungal ve biyosidlerin kontrollü salınımına benzer farklı fonksiyonel özellikler kazandırma amacıyla kullanıldığı ayrıca nanopartiküllerin tekstil yüzeyinde kullanılması ile polimere farklı mekanik, elektrik ve optik özellikler kazandırılabilirdiği veya özelliklerin geliştirilebildiği ifade edilmiştir. Pigment nanopartiküllerin direkt olarak tekstil boyamada kullanmak için çalışmalar yapıldığı; PCM ile kendi kendini sıra sürede ısıtan ve soğutan tekstil malzemeleri üzerine çalışıldığı ancak etkinin kısa süreli olduğu; SMM aşırı sıcak veya soğuk ortam şartlarına karşı yalıtım ve koruma özelliğinin artırılması amacıyla kullanılabileceği belirtilmiştir.

(**Esmeray ve Özata, 2019**); Yapılan çalışmada nano partiküllerin çevresel kullanım alanlarına değinilmiş ve bu nano partiküllerden olan gümüş nanopartiküllerin kimyasal olarak sentezlenebilirliği incelenmiştir. Temel laboratuvar koşullarında üretilmeye çalışılmış ve kimyasal nanopartikül sentez çalışmalarının daha yüksek laboratuvar imkanları ile daha küçük boyutlarda nanopartiküller üretebilecek şekilde geliştirilebileceği anlaşılmıştır. Bu çalışmada genel olarak nanopartiküllerin toksit olma özellikleri incelenmiş ve nanopartiküllerin yapısı boyutları ve kaplamalarının toksisiteye etkisine bakılmıştır. Ayrıca yapılan çalışmalara bakıldığında nanopartiküllerin çözünürlükleri düştükçe kanserojen etki gösterebilme ihtimalleri de artmaktadır. Bu etkiye neden olan, nanopartiküller biyolojik ve kimyasal aktiviteyi arttıran çok büyük yüzey alanı ve hacim oranına sahip olmalarıdır. Nanopartiküller

ile ilgili çalışmalar genişletilerek, çevresel ve sağlık açısından tüm yönleriyle incelenmeli, nanopartikül kullanımının avantaj ve dezavantajları net olarak ortaya çıkarılmalıdır.

**(Yao ve arkadaşları, 2014);** çalışmasında elektro lif çekimi ile ultra ince sürekli lifler oluşturmak için uygulanabilir ve basit bir yöntem sağladığı için hızla büyüyen bir polimer işleme teknolojisi olduğunu ifade etmiştir. Bu teknolojinin üzerine çeşitli çalışmalar yapmış ve yüksek mukavemetli ve yüksek modüllü nanofiberlerin üretilmesine yönelik metodolojilere odaklanmıştır. Ticari olarak elektro lif çekimlerinin zorluğuna alternatif olarak kullanılan esnek zincir polimerler yerine sert çubuklu polimerlerin kullanımı, kullanılacak olan sert çubuklu zincir yapılarının ve kolayca yönlendirilebildiğinden kullanım açısından daha umut verici olacağını ifade etmiştir.

## **1.2 Çalışmanın Amacı ve Kapsamı**

Küresel anlamda artan popülasyon ile birlikte kullanılan ürün miktarı ve doğaya bırakılan atık miktarlarında artışlar olmaya başlamıştır. Son on yıllık süreçte ülkemizdeki her türlü atık miktarını azaltmak adına birçok alanda kullanılan malzemelerin yerine doğada kolaylıkla bozunabilen “biyo-bozunur” malzemelerin kullanımı önem kazanmıştır. Bununla birlikte, bir diğer hızlı artış gözlemlenen alan ise atık değerlendirme ve/veya geri dönüşüm yolu ile kullanılan malzemelerin tekrar üretime dahil edilmesi ya da farklı alanlarda kullanımlarının araştırması yönünde yapılan çalışmalarda yaşanmıştır.

Bu çalışmanın amacı üç tarafı denizlerle çevrili olan ülkemizde yakalanan ve tüketilen balıklardan seçilen kaya levreğinin pullarının bir jelatin kaynağı olarak nanolifli yüzey üretiminde kullanılabilirliğinin araştırılmasıdır. Çalışma kapsamında, temin edilen balık pulları temizleme işlemine tabi tutulduktan sonra toz haline getirilerek nanolifli yüzey üretimine dahil edilmiş ve elde edilen nanolifli yüzeylerin özellikleri incelenmiştir.

## 2. MATERYAL VE YÖNTEM

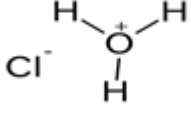
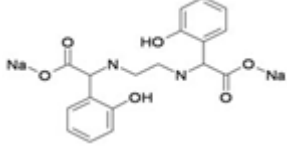
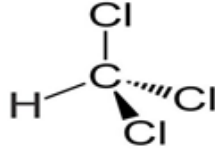
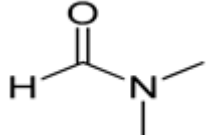
### 2.1 Materyal

Kullanılan balık pulları, kaya levreği pullarından elde edilmiştir. Balık pulları balıkçılardan toplanmış ve temizliği yapılmıştır. Temizlik ve indirgeme reaksiyonlarında HCl, NaOH kullanılmıştır.

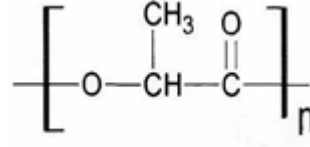
Elektro lif çekimi için gümüş nitrat ve balık jelatini katkılanmış polimer çözeltileri oluşturmak için kloroform ve dimetilformamid kimyasalları ile temin edilen PLA kullanılmıştır.

Gümüş nitratla balık pulundan elde edilen yapının bağlanması için sodyum borhidrür ( $\text{NaBH}_4$ ) kullanılmıştır. Çizelge 2.1.'de kullanılan malzemeler ve tedarikçilerinin isimleri verilmiştir.

Çizelge 2.1. Kullanılan malzemeler ve tedarikçileri

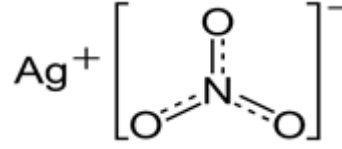
Kullanılan Malzeme	Kimyasal Yapısı	Tedarik Edilen Firma
Balık pulu	-	Balıkçı
Hidroklorik asit - HCl		Merck
Sodyum hidroksit - NaOH		Merck
Kloroform – $\text{CHCl}_3$		İzobal
Dimetilformamid - DMF		Merck

Polilaktik asit – PLA



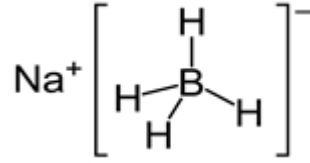
Sigma-Aldrick

Gümüş nitrat – AgNO<sub>3</sub>



Sigma-Aldrick

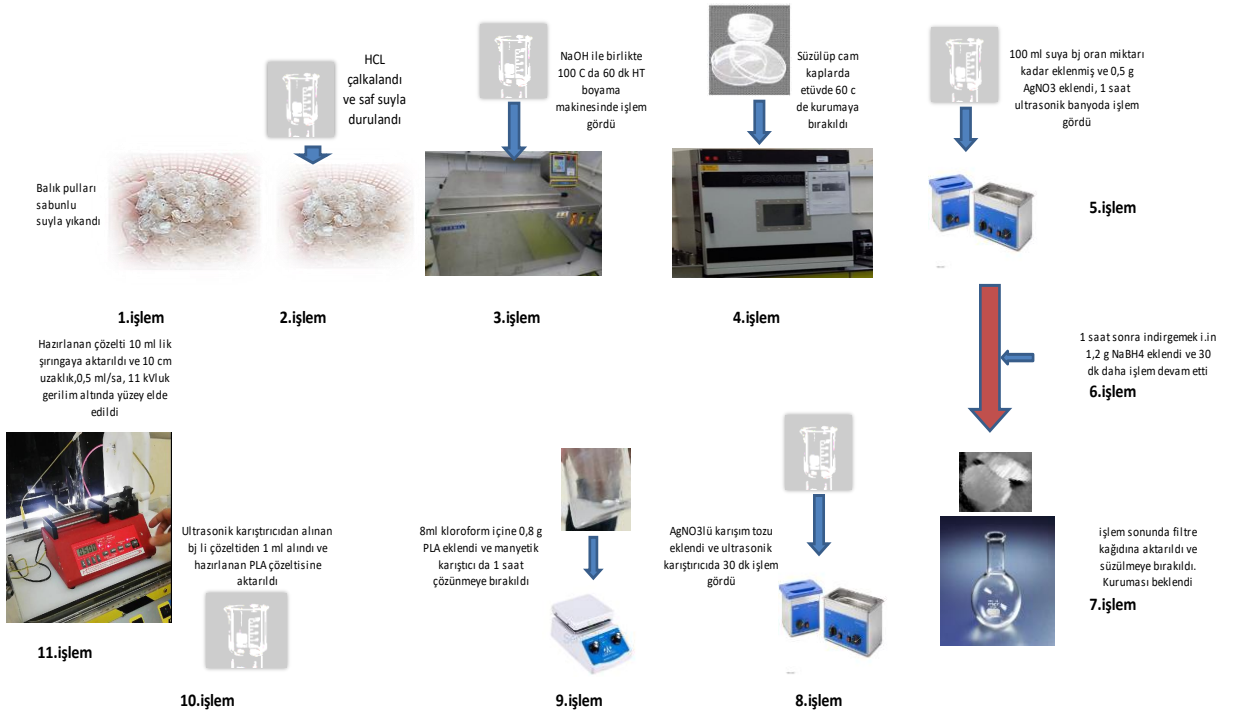
Sodyum Borhidrür – NaBH<sub>4</sub>



Merck

## 2.2 Yöntem

Yapılan çalışmada balık jelatini %0,5, %1 ve %2 olmak üzere üç farklı oranda kullanılmıştır. Kullanılan gümüş nitrat ve PLA oranı sabit bırakılmış ve jelatin miktarı artırılarak nano yüzeyler elde edilmiştir. Şekil 2.1’de nanolifli yüzeylerin üretimi için takip edilen işlem akışı şematik olarak verilmiştir.



Şekil 2.1. Gerçekleştirilen çalışmaya ait işlem akışı

### 2.2.1 Balık Pullarından Balık Jelatini Eldesi

Toplanan balık pulları ilk olarak sabunlu suyla temizlenmiş, yüzeylerinde en kaba kirler uzaklaştırılmış ve kurumaya bırakılmıştır. Ardından hassaslığı 0,001 g olan Desis marka hassas terazide 10 g'lık 3 adet balık pulu tartılmış ve 100 ml'lik suya 0,8 ml HCl katılmıştır (Bustillos, 2006). İki malzeme 5 dk beherde çalkalanmış ve ardından distile suyla durulanmıştır. Durulandıktan sonra süzme işlemi yapılmıştır. Flotte tüplerine 100 ml su 2 g NaOH eklenmiş içerisine süzülen balık pulları eklenmiştir (Shakila vd., 2012). Bu tüpler 100°C' de 60 dk boyunca Şekil 2.2'de gösterilen HT boyama cihazında işleme tabi tutulmuştur. 1 saatlik işlem bittiğinde tüp açılmış ve behere dökülmüştür. Beherden süzölmüş ve cam kavanozlara aktarılmışlardır (Boran, 2011). Şekil 2.3'de gösterilen etüvde 60°C'de kurumaya bırakılmıştır. Balık pullarının işlem sonrası hali Şekil 2.4'de gösterilmiştir.



Şekil 2.2. Karışım için kullanılan HT boyama cihazı



Şekil 2.3. Kurutma işlemi için kullanılan etüv cihazı





Şekil 2.4. Balık pullarının işlem sonrası hali

### 2.2.2 PLA, Balık Jelatini ve Gümüş Nitratın Birleştirilmesi İşlemi

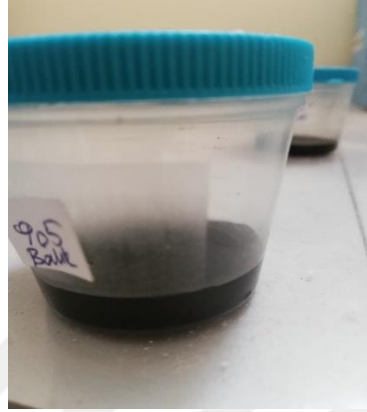
Gümüş nitrat ve balık pulları tek başlarına birbirleri içinde çözünebilen malzemeler değildir. Bunun için 100 ml suya 0,5 g, 1 g, 2 g olmak üzere balık pulu ve 0,35 g gümüş nitrat eklenmiştir. Ultrasonik banyoda 1 saat karıştırılmıştır. Bir saatin sonunda bağlamak için 1,2 g sodyum bor hidrür eklenmiş ve 30 dk daha işlem devam etmiştir. İşlem sonunda filtre kağıdında süzülme işlemine bırakılmıştır. Süzülme işlemi sonrasında kalan malzemeler etüvde beklemeye bırakılmıştır. Kurutulan malzemeler filtre kağıdından alınmıştır. 10 ml DMF'nin içerisine kurutulan balık pulu gümüş nitrat karışım tozu eklenmiştir. Bu işlem ayrı ayrı 3 farklı numune içinde yapılmıştır. Ultrasonik karıştırıcıda yarım saat işleme tabi tutulmuşlardır.

%10'luk PLA çözeltisi hazırlamak için 8 ml kloroform içerisine 0,8 g PLA eklenerek manyetik karıştırıcıda yaklaşık bir saat boyunca karıştırılmış (Duygulu, 2020) ve PLA'nın çözünmesi sağlanmıştır (Şekil 2.5).



Şekil 2.5. PLA çözünme aşamasına ait görüntü

Çözünen %10'luk PLA içerisine, ultrasonik karıştırıcıdan alınan balık jelatini çözeltisinden 1 ml alınıp hazırlanan ilave edilmiş, karıştırılmış ve çözelti lif çekimi için hazırlanmıştır. Çözeltinin lif çekimi öncesi hali Şekil 2.6'da gösterilmiştir. Daha anlaşılır olabilmesi adına elektro lif çekimi öncesindeki nihai çözeltiye ait yüzdece madde miktarları ve çalışmanın devamında kullanılan kodlama Çizelge 2.2'de verilmiştir.



Şekil 2.6. Lif çekimi öncesi çözelti durumu

Çizelge 2.2. Elektro lif çekimi öncesindeki nihai çözeltiye ait yüzdece madde miktarları ve kullanılan kodlama

KOD	Balık pulu (% w/v)	AgNO <sub>3</sub> (% w/v)	PLA (% w/v)
%0,5 BJ/Ag/PLA	0,5555	0,0388	8,8888
%1 BJ/Ag/PLA	1,1111	0,0388	8,8888
%2 BJ/Ag/PLA	2,2222	0,0388	8,8888

### 2.2.3 Elektro Lif Çekim İşlemi

Hazırlanan çözelti 10 ml'lik şırıngaya aktarılmıştır. Lif çekim işlemi 0,5 ml/sa besleme hızında, 0,8 mm'lik çapa sahip iğne ile 11 kV'luk gerilim altında ve şırınga ucundan 10 cm uzaklıktaki toplayıcı ile gerçekleştirilmiştir. Nanolif üretimi işlem sırasındaki ortam koşulları 25°C de  $\pm 2$  sıcaklıkta, ortam nemi %65, iğne çapı 0,8 mm'dir. Elektro lif çekim ünitesi ve lif çekimi sırasında alınan görüntüler sırasıyla Şekil 2.7 ve Şekil 2.8'te verilmiştir. Elde edilen numuneler FTIR, EDX, SEM, XRD ile analiz edilmiştir.

Hazırlanan polimer çözeltilerinin viskozite, pH ve elektrik iletkenliği değerleri ölçülmüştür. Viskozite ölçümü Brookfield DV1 marka viskozite cihazıyla 63'lük spindle gerçekleştirilmiştir. Elektrik iletkenliği Keitley marka cihazla, pH ise Eutech Instrument marka cihazla ölçülmüştür. Çözeltilere ait viskozite, pH ve elektrik iletkenliği değerleri aşağıda verilmiştir.

Viskozite ölçüm sonuçları;

%0,5 BJ/Ag/PLA çözeltisi; 100 tur/dk'da 230,4 cP = 0,23 Pa.s

%1 BJ/Ag/PLA çözeltisi; 100 tur/dk'da 230,4 cP = 0,23 Pa.s

%2 BJ/Ag/PLA çözeltisi; 100 tur/dk'da 230,4 cP = 0,23 Pa.s'dir.

pH ölçüm sonuçları;

%0,5 BJ/Ag/PLA çözeltisi; pH 8,6

%1 BJ/Ag/PLA çözeltisi; pH 8,6

%2 BJ/Ag/PLA çözeltisi; pH 8,4 olarak ölçülmüştür.

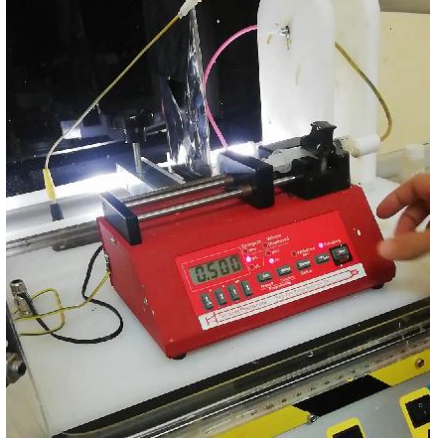
Elektrik iletkenliği;

%0,5 BJ/Ag/PLA çözeltisi; 0,1  $\mu$ S/cm

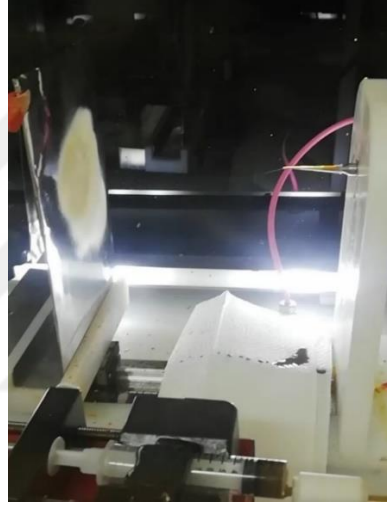
%1 BJ/Ag/PLA çözeltisi; 0,1  $\mu$ S/cm

%2 BJ/Ag/PLA çözeltisi; 0,1  $\mu$ S/cm

Çözeltilere ait viskozite, pH ve elektrik iletkenliği değerleri incelendiğinde birbirine çok yakın değerler olduğu görülmektedir. Bunun nedeni olarak, PLA içerisinde kullanılan balık pulu miktarlarının toplam çözelti içerisindeki oranlarının (%0,5, %1 ve %2) viskozite, pH ve iletkenli değerlerinde ciddi bir farka neden olmadığı görülmüştür.



Şekil 2.7. İnovenso marka elektro lif çekim cihazı



Şekil 2.8. Elektro lif çekim işlemi esnasına ait görüntü

### 3. YAPILAN TEST VE ANALİZLER

Yıllar geçtikçe bilim adamları, polimerlerin yapılarını incelemeye başlamış ve bunun üzerine çeşitli çalışmalar yapmışlardır. Bu çalışma sürecinde yeni test metotları geliştirilmiş ve bunlar morfoloji hakkında bilgi vermeye başlamıştır. Bulunan analiz yöntemleri şu şekildedir. Geniş-açı- X ışını difraksiyonu (WAXD), taramalı elektron mikroskobu (SEM), transmisyon elektron mikroskobu (TEM) ve diferansiyel taramalı kalorimetri (DSC)'dir (Düzyer, 2014). İlerleyen senelerde daha farklı test yöntemleri ortaya çıkmıştır. Çalışmada kullandığımız analiz yöntemleri ve detayları aşağıda verilmiştir.

- *SEM Analizi:* Taramalı elektron mikroskobu (SEM) daha çok yüzey morfolojisi hakkında bilgi sahibi olmamıza olanak tanıyan normal veya optik mikroskop altında gözlemleyemeyeceğimiz yapıları veya detayları görmemize ve kayıt altına almamıza olanak sunan bir analiz yöntemidir. Numune, üzerine gönderilen elektron bombardımanı neticesinde yüzeyinden (ikincil elektron) veya daha derinden (birincil elektron) yansıyan elektronların ilgili dedektörler vasıtasıyla yakalanması ve görüntü oluşması esasına dayanmaktadır. Numune yüzeyinin iletken olması görüntü almayı kolaylaştırır. Bu çalışmada, SEM analizi Namık Kemal Üniversitesi Merkezi Araştırma Laboratuvarı NABİLTEM'de FEİ marka QUANTA FEG 250 model cihazla gerçekleştirilmiştir. Görüntüler 2 kV'da ve 250, 10000 ve 20000 büyütme oranlarında alınmıştır.
- *EDX analizi:* Numune içindeki elementleri ve miktarlarını tespit etmeye yardımcı bir analizdir. Tek başına bir analiz yöntemi olmamakla birlikte EDX aparatı SEM veya TEM (geçirimli elektron mikroskobu) ile birlikte kullanılır. Cihazların numune haznesine yerleştirilen bu küçük aparat sayesinde numunede bulunan elementlere ait %'ce miktarlar ve elemental haritalandırma yapılabilmektedir. EDX analizinde, elektron bombardımanı neticesinde oluşan X-ışınları kullanılır. Numune hazırlama daha kolay ve ucuz olduğundan bu analiz genellikle SEM ile birlikte kullanılır. Bu çalışmadaki elemental analiz, Namık Kemal Üniversitesi Merkezi Araştırma Laboratuvarı NABİLTEM'de FEİ marka QUANTA FEG 250 model cihazda bulunan EDX aparatı ile gerçekleştirilmiştir.

- *FTIR Analizi:* Fourier Dönüşümlü Kızılötesi Spektroskopisidir. Titreşimle analiz yöntemidir. Yöntemin temeli molekül içi bağlar üzerine düşürülen kızılötesi ışınların, bağların titreşim ve dönme hareketleri ile soğurulmasına dayanır. Dalga boylarını analiz ederek iki bileşiğin aynı olup olmadığı veya fonksiyonel yapıları ve bağlanma durumları üzerine yorum yapılabilir kılmaktadır. Bu çalışmada SEM analizi Namık Kemal Üniversitesi Merkezi Araştırma Laboratuvarı NABİLTEM'de bulunan BRUKER marka VERTEX 70 ATR model cihazla 4000-500  $\text{cm}^{-1}$  dalga boyu aralığında gerçekleştirilmiştir.
- *XRD Analizi:* Yüksek voltaj kaynağı sayesinde elektronların katottan anota hızlandırılması ve hedef metale çarpan elektronların yavaşlaması ile oluşan sürekli bir X-ışını demeti numune içinde kırınıma uğrar. Böylece sürekli ve karakteristik spektrumlar oluşur. Malzemeye ait ayırt edici bilgileri veren karakteristik spektrumdur. Bu analiz ile malzemenin kristal yapısının belirlenmesi, faz analizleri ve kantitatif analizler yapılabilir. Bu analiz Eskişehir Teknik Üniversitesi X-ışınları Laboratuvarı tarafından XRD MINIFLEX 600W cihazında gerçekleştirilmiş olup  $2\theta$  açısı  $10^{\circ}$ - $80^{\circ}$  arasında tarama yapılmıştır.
- *Viskozite Ölçümü:* Bir sıvının akmaya karşı gösterdiği direncinin ölçüsüdür. Akışkan içinde sıvıya uygun olan spindle takılır ve mil döndürülür ve viskoz direncin ortadan kalkması için gerekli dönme kuvveti ölçülür. 100 ml lik akışkanlarda rahat ölçüm sağlar. Bu analiz TNKÜ Çorlu Mühendislik Fakültesi kimyasal test laboratuvarında yapılmıştır. 68 lik spindle, 100 ml çözelti ve 100 tur/dk da yapılmıştır.
- *pH Ölçümü:* Elektrot numune çözeltilisine yerleştirilir ve ölçülür. Elektrot numunenin içindeyken, güç düğmesine basılır ve çıkarmadan yaklaşık 1 ila 2 dakika bekletilir. Ölçümler stabil olduğunda, Aktivasyon düğmesine basılır. Alacağımız değer numunenin pH'ını temsil eder. TNKÜ Çorlu Mühendislik Fakültesi kimyasal test laboratuvarında Eutech Instrument marka cihazla yapılmıştır.
- *Elektrik İletkenliği:* İletkenlik, bir elektrik yükünün veya ısının bir malzemedan geçebilme kolaylığının ölçüsüdür. Ölçümler sabit oda sıcaklığında yapılır.

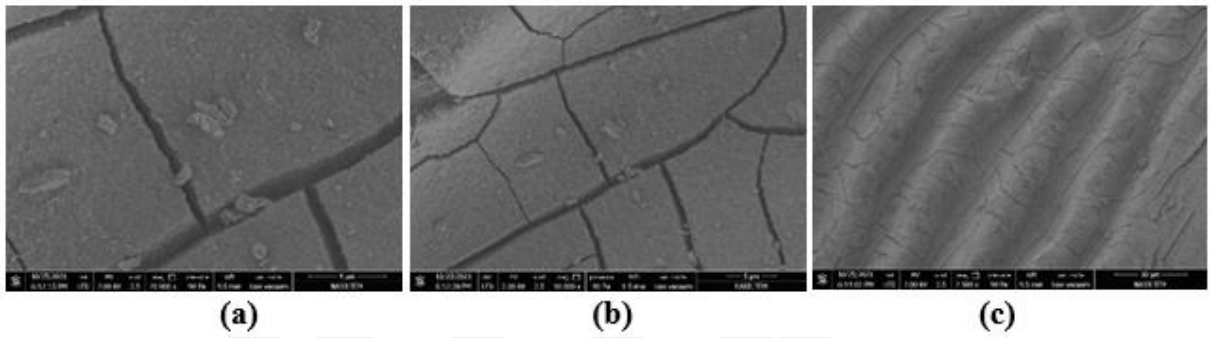
İletkenliđi ölçmek için bir iletkenlik ölçer ve sonda kullanılır. Ölçüm aleti ölçülen çözeltiliye elektrik voltajı sağlar. Voltajdaki bir düşüş, iletkenlik ölçümü için dönüştürülen elektriksel direnci gösterir. TNKÜ Çorlu Mühendislik Fakültesi kimyasal test laboratuvarında Keithley marka cihazla yapılmıştır.



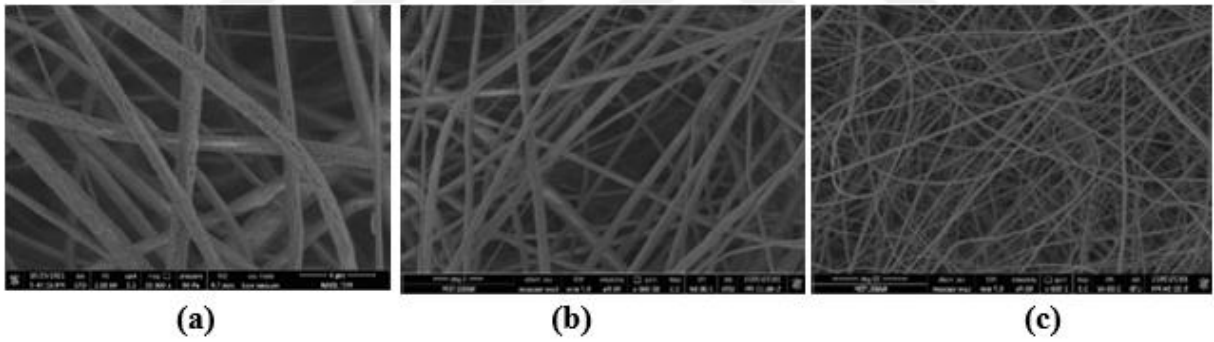
## 4. BULGULARI VE TARTIŞMA

### 4.1 SEM Analiz Sonuçları

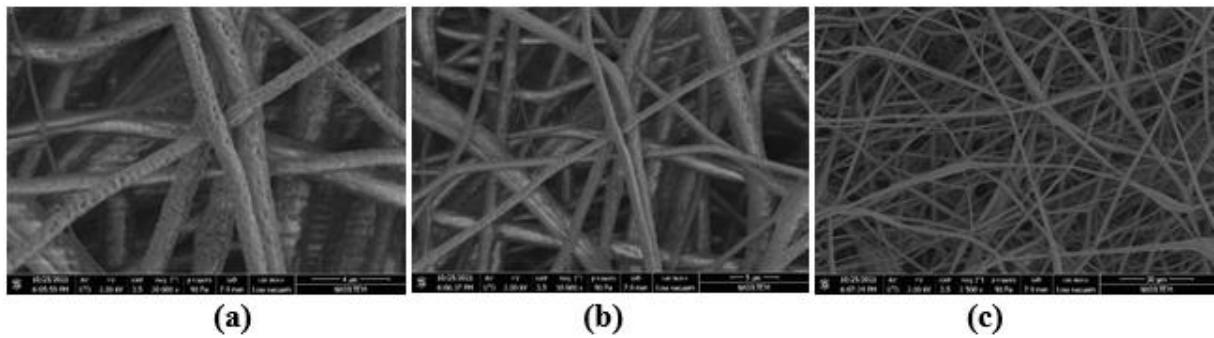
Çözeltiden yapılan elektro çekim işleminde 3 farklı konsantrasyonda balık jelatini (BJ) bulunduran BJ/Ag/PLA numuneleri üretilmiştir. PLA ve Ag sabit tutulmuş ve balık jelatini oranı üzerinde değişiklik yapılmıştır. Balık jelatini %0,5, %1 ve %2 olacak şekilde lif çekimi gerçekleştirilmiştir. Şekil 4.1, 4.2, 4.3 ve 4.4’de numunelere ait SEM görüntülerine yer verilmiştir.



Şekil 4.1. Balık jelatini SEM görüntüsü (a): 20000x (b) 10000x (c) 2500x

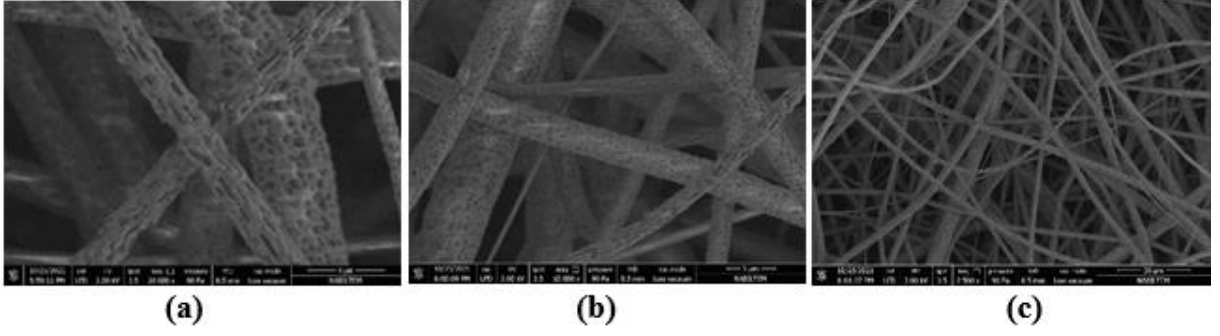


Şekil 4.2. %0,5 BJ/Ag/PLA ile üretilmiş nanoliflere ait SEM görüntüsü (a): 20000x (b) 10000x (c) 2500x



Şekil 4.3. %1 BJ/Ag/PLA ile üretilmiş nanoliflere ait SEM görüntüsü (a): 20000x (b) 10000x (c) 2500x





Şekil 4.4. %2 BJ/Ag/PLA ile üretilmiş nanoliflere ait SEM görüntüsü (a): 20000x (b) 10000x (c) 2500x

Üretilen numunelere ait Şekil 4.1. Şekil 4.2. Şekil 4.3 ve Şekil 4.4'ün SEM görüntüleri incelendiğinde, her bir üretim neticesinde lifli yapıların oluştuğu görülmektedir. Kıyaslama yapılabilmesi açısından üretilen numunelere ait görüntüler aynı büyütme derecesi ile kayıt altına alınmıştır. Görüntülerde belirgin beat (boncuk) oluşumlarına rastlanmamıştır. Polimer çözeltisi içerisinde bulunan balık jelatini miktarının artması ile polimer çözeltisinin viskozitesinde belirgin bir artış olmamasına rağmen lif çaplarında artış olduğu görülmektedir. Yine yapı içerisindeki balık jelatinin oranının artması ile gözenek (pore) oluşumunda artış olduğu SEM görüntülerinden açıkça görülmektedir. Gözenek artışına PLA içerisine ilave edilen katkıının miktarındaki artışın sebep olduğunu söylemek mümkündür. Literatürde, PLA/PEG içerisine farklı oranlarda bakteriyel selüloz ilave edilerek gerçekleştirilen nanolif üretiminin ile ilgili bir çalışmada, bakteriyel selüloz miktarındaki artışın belirli bir optimum değere kadar lif gözenek miktarında ve boyutunda artışa neden olduğu sonucuna ulaşılmıştır (Ghalia ve Duhman, 2017). Bu tez kapsamında üretilen nanolifli yüzeylerdeki gözenek artışı literatür ile örtüşmektedir.

Viskozitede ciddi bir artış tespit edilmemesine rağmen lif çapında meydana gelen artışın gözenek miktarı ve boyutundaki artıştan kaynaklandığı düşünülmektedir. Aynı özelliklerde ve aynı miktarda iki kıvamlı yapıdan birinin içerisine hava kabarcıkları oluşumunu destekleyecek bir madde katıldığında da aynı durum gözlemlenmektedir. Hamur içerisine kabartıcı katıldığında meydana gelen durum buna örnek verilebilir. Ancak yapılan literatür incelemelerinde, bu görüşü bire-bir destekleyen veya çürüten bir bilimsel çalışmaya rastlanmamıştır. Bu çıkarıma yönelik, ileriye doğru bir çalışma planlanması ve elde edilen sonuçların literatüre kazandırılması düşünülebilir. Üretilen liflerin bu gözenekli yapısı sayesinde birçok alanda kullanım alanı bulması mümkün olabilecektir (Thirunavoukkarasu vd., 2013; Aksoy, 2018; Saygılı, 2021).

Liflerin çap dağılımları aşağıdaki Çizelge 4.1.'de belirtilmiştir.

Çizelge 4.1. Üretilen nanoliflerin SEM analizi ile ölçülen çap değerleri

<b>Liflerin Çap Değerleri (nm)</b>		
<b><u>%0,5 BJ/Ag/PLA</u></b>	<b><u>%1 BJ/Ag/PLA</u></b>	<b><u>%2 BJ/Ag/PLA</u></b>
765,2	860,0	1990,0
489,0	1182,8	2025,7
546,3	1195,1	2048,0
756,5	1263,0	2418,2
593,6	1306,0	1782,0
718,2	1405,0	1702,1
820,0	1480,0	2018,0
760,0	1032,0	2387,4
610,0	1370,0	2019,8
690,5	1199,0	2084,1
<b>s. sapma:</b> 103,51	182,60	223,40

Lif çap ölçümlerine bakıldığında balık jelatini varlığı arttıkça liflerin çaplarında kalınlaşma ve standart sapmalarda artış olduğu görülmüştür. Viskozitede belirgin bir artış tespit edilmemesine rağmen balık jelatini miktarındaki artışının gözenek miktarı ve boyutunda artışa neden olması lif çaplarına da yansımış ve balık jelatini miktarının artması ile lif çaplarında artış tespit edilmiştir.

#### 4.2 EDX Analiz Sonuçları

Yapılan EDX analiz sonuçları Çizelge 4.2.'de gösterilmiştir.

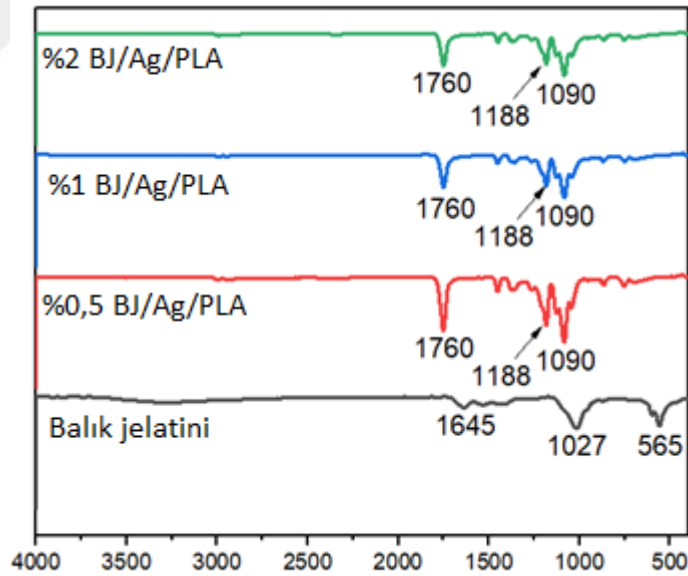
Çizelge 4.2. Elektro lif çekim yöntemi ile üretilen nanoliflere ait EDX sonuçları

<b>EDX ANALİZ SONUÇLARI</b>				
	<b>BJ</b>	<b>%0,5 BJ/Ag/PLA</b>	<b>%1 BJ/Ag/PLA</b>	<b>%2 BJ/Ag/PLA</b>
<b>Element</b>	<b>% ağırlık</b>	<b>% ağırlık</b>	<b>% ağırlık</b>	<b>% ağırlık</b>
<i>C</i>	15,77	57,7	52,85	51,37
<i>O</i>	48,87	42,3	46,99	48,07
<i>Na</i>	3,65	0	0	0
<i>P</i>	16,6	0	0,11	0,36
<i>Ca</i>	15,11	0	0,05	0,21
<b>TOPLAM</b>	<b>100</b>	<b>100</b>	<b>100</b>	<b>100</b>

Bilindiği üzere balık jelatininde karakteristik atomlar fosfor (P) ve kalsiyum (Ca) atomlarıdır. nano yüzeylerin balık jelatini oranları arttıkça fosfor ve kalsiyum oranlarının artması beklenmektedir. EDX verilerinin yer aldığı Tablo 4.2 incelendiğinde, beklenen şekilde nanolif üretiminde kullanılan çözelti içerisindeki BJ artışına bağlı olarak Ca ve P elementlerinin miktarlarında artış olduğu tespit edilmiştir. % 0,5 BJ içeren polimer çözeltisi ile yapılan lif çekimi neticesinde üretilen liflerde Ca ve P elementlerine rastlanmamış olması toplam çözelti içerisindeki BJ miktarının az olması ve EDX analizinin küçük bir alanda yapıyor olması sebebiyle analiz yapılan alanda BJ bulunmamış olması şeklinde yorumlanabilir. Farklı oranlarda katkılanmış numuneler içerisinde elementel olarak miktarlarının artışı görülmektedir. Özellikle P ve Ca miktarlarının artışı, balık jelatini oranındaki artışla birlikte artış göstermiştir.

### 4.3 FTIR Analiz Sonuçları

Tez çalışması kapsamında elemental analizi yapılan numunelerin FTIR sonuçları şekil 4.5’de verilmektedir.

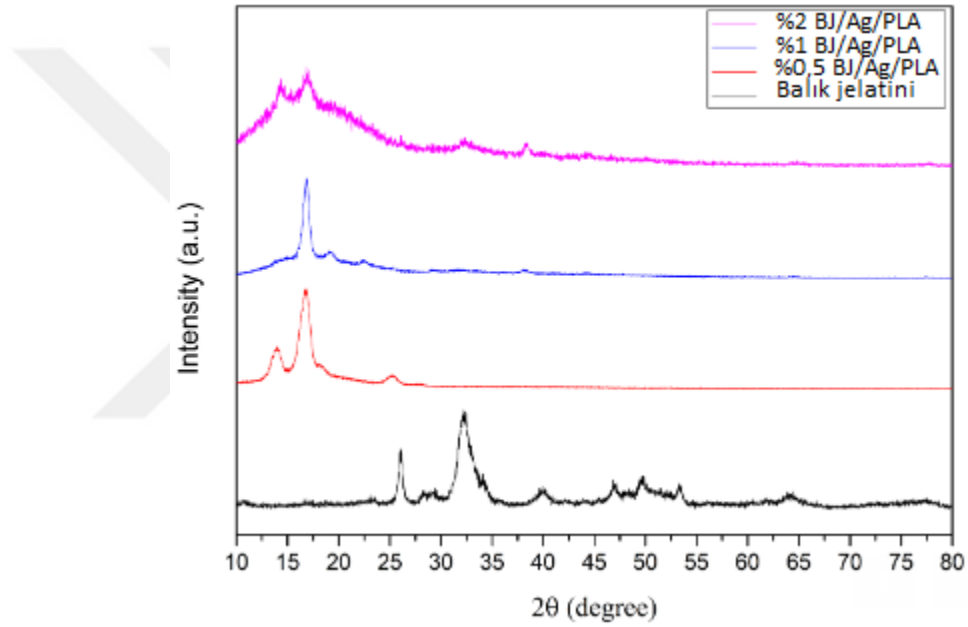


Şekil 4.5. Balık jelatini ve gümüş nitrat katkılı PLA nanoliflere ait FTIR spektrumları

Şekil 4.5’de balık jelatini ve elde edilen katkılı nanoliflerin FTIR spektrumu görülmektedir. Projenin bütçesinin bulunmaması sebebiyle PLA’ya ait ölçümler yapılmamış olup literatürden destek alınmıştır. Harmaen ve ark. PLA kompozit üretimi ile ilgili çalışmalarında FTIR analizinde karşılaşılabilecek olan tipik PLA piklerini listelemişlerdir. Bu

çalışmaya göre, 1767-1759  $\text{cm}^{-1}$  aralığında karşımıza çıkan pik PLA'ya ait karbonil grubuna atfedilmiştir. 1182  $\text{cm}^{-1}$  dolaylarındaki pik  $-\text{CH-O}$ 'daki C-O- bağına işaret etmektedir (Harmaen vd., 2013). Balık jelatininde 1645  $\text{cm}^{-1}$ , 1027 $\text{cm}^{-1}$  ve 565  $\text{cm}^{-1}$ 'de karşımıza çıkan piklerin nanoliflerde bulunmadığı ve elektro lif çekimi ile üretilen nanolifli yüzeylere ait spektrumların PLA'a ait piklerle eşleştiği görülmüştür. 1090 $\text{cm}^{-1}$  de kaydedilen pik ise Thirunavoukkarasu ve ark. tarafından yapılan gümüş nitratin indirgenmesi ile gümüş nanopartikül ürettikleri çalışmada verilen Ag nanopartiküllerine ait FTIR spektrumundaki pik ile örtüşmekte olup C-O gerilmesine atfedilmiştir (Thirunavoukkarasu vd., 2013).

#### 4.4 XRD Analiz Sonuçları



Şekil 4.6. Balık jatinini ve gümüş nitrat katkılı PLA nanoliflere ait XRD paternleri

Şekil 4.6'da balık jelatinine ve farklı oranlarda BJ/Ag katkılı PLA nanoliflerine ait XRD paternleri verilmiş olup, nanoliflere ait paternlerdeki pikler, Oliveira ve ark. tarafından yapılan "Elektro lif çekimi ve çözelti üfleme ile üretilen mikro ve nanoliflerin yapısal ve morfolojik karakterizasyonuna yönelik yaptıkları ve kloroformda çözdükleri PLA'nın farklı üretim teknikleri ile farklı yüzeyler halinde üretildiği çalışmadaki, elektro lif çekimi yöntemi ile üretilen PLA nanoliflerine ait XRD paternleri ile örtüşmektedir. PLA'ya ait karakteristik spektrumlar  $2\theta$ 'nın  $20^\circ$  altında olduğu spektrumlardır (Oliveira vd., 2013). Bununla birlikte BJ ait karakteristik spektrumun  $2\theta > 20^\circ$  olduğu şekil 4.6'da açıkça görülmektedir. Nanoliflere ait XRD paternlerinde  $26^\circ$ ,  $33^\circ$  ve  $40^\circ$  karşımıza çıkan pikler BJ ait karakteristik piklere atfedilmiştir.

## 5. SONUÇ VE ÖNERİLER

Bu tez çalışmasında elde edilen sonuçlar şu şekilde sıralanabilir.

- Memeli jelatininin yerine alternatif olarak kullanılacak bir malzeme olan balığın, sadece kemik ve kıkırdağı değil aynı şekilde pullarının da aynı etkiyi verdiği görülmüştür. Atıl olarak doğaya bırakılan atıkların, Siburian ve arkadaşlarının 2020’de yaptığı çalışmayla eş olarak geri dönüşümü alternatif malzemelerde kullanılabileceğini ve nanolif gibi yapılarda farklı fonksiyonel özellikler kazandırdığı fark edilmiştir.
- Balık jelatini, tek başına nanolif üretiminde kullanılacak bir malzeme değildir. Bu nedenle  $\text{NaBO}_4$  ile indirgenmeye ihtiyaç duyulmuştur. Taşıyıcı polimer olarak doğaya uyumlu olduğu yapılan birçok bilimsel çalışmada kanıtlanmış olan PLA polimeri seçilmiştir. PLA polimeri laktik asit içeriğinden dolayı doğada biyolojik olarak %100 bozunabilmektedir.
- SEM görüntü analizlerine bakıldığında, yapı içerisindeki balık jelatinin oranının artması ile gözenek (pore) oluşumunda artış olduğu açıkça görülmektedir. Gözenek artışına PLA içerisine ilave edilen katkının miktarındaki artışın sebep olduğunu, literatürde yapılan çalışmaların da desteğiyle, söylemek mümkündür. Çözelti içerisindeki BJ miktarlarının düşük olması nedeniyle viskozitede belirgin bir değişime sebep olmamasına rağmen gözenek miktarında ve lif çapında artış meydana geldiği tespit edilmiştir. Üretilen nanolifli yapılarda boncuklanma görülmemektedir.
- Balık jelatininin ana içeriğinde karbon ve oksijen dışında fosfor, kalsiyum ve eser miktarda sodyum bulunmaktadır. EDX sonuçlarına bakıldığında; balık jelatini oranı arttıkça fosfor ve kalsiyum miktarlarında artış görülmüş ve balık jelatini içeriği olduğu düşünülmektedir. İçerisinde %0,5 BJ ihtiva eden nanolifler, PLA karakteri göstermiş ancak alınan az numune miktarı ve balık jelatini azlığından dolayı tespitini zorlaştırmıştır. Balık jelatininden yüzey elde edilmek istendiğinde taşıyıcı bir polimer gerektiğinden eser miktarda olan balık jelatinini baskılamıştır.
- FTIR analiz sonuçlarına bakıldığında, gümüş ve PLA’a ait literatürdeki çalışmalarla örtüşen pikler tespit edilmiştir. BJ oranının %0,5, %1 ve %2 gibi küçük oranlarda olması sebebiyle BJ’ye ait karakteristik piklerin ilgili dalga boylarında net bir şekilde görülemediği ancak yapı içerisinde artan BJ miktarı ile bu piklerin daha belirgin hale geldiği görülmüştür. %2 BJ/Ag/PLA nanoliflerine ait spektrumda pikler tespit edilebilmiştir.

- XRD sonuçları incelendiğinde de balık jelatini karakteristik özelliğini  $2\theta > 20^\circ$  olduğu açılarda gözlemlenmiştir. %0,5 BJ/Ag/PLA ve %1 BJ/Ag/PLA'ya ait diyagramlarda PLA karakteri baskın bir şekilde görülürken, %2 BJ/Ag/PLA'da balık jelatinine ait karakteristik pikler de görülmektedir.
- Genel sonuca bakıldığında, gözenekli nanolif oluşumu özellikle sağlık ve biyomedikal sektöründe kullanılabilirliğini düşündürmüştür. Balık jelatininin miktarındaki artışla gözeneklilikte artış olması bu malzemenin, maliyetli birçok polimer ve malzemeye alternatif olarak çalışılabileceğini ortaya koymuştur. Çalışma kapsamında üretilen nanolifli yapıların bakterilere karşı durumunu incelemek için gelecekte antibakteriyel analizlerinin yapılması önerilmektedir.



## KAYNAKLAR

- Ađırgan, A.Ö. (2013). Aloe Vera Jel Katılımının Biyopolimer Karışımlarından Üretilmiş Nanokompozitin Mekaniksel ve Termal Özelliklerine Etkileri (Doktora Tezi). Marmara Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul.
- Aksoy, O.E. (2018). Antibakteriyel Poliakrilonitril Nanoliflerin Geliştirilmesi (Yüksek Lisans Tezi). Bursa Uludağ Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Bursa.
- Alharbi, H.F., Luqman, M. ve Tabrez, K.S. (2018). Antibiofilm Activity of Synthesized Electrospun Core-Shell Nanofiber Composites of PLA and PVA with Silver Nanoparticles. *Materials Research Express*, 5(9), 095001.
- Aslan, E.Ş. (2020). Asetillenmiş PLA/Kil Nanokompozitlerinin Sentezi ve Karakterizasyonu (Yüksek Lisans Tezi). Ankara Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Ankara.
- Ateş, H. ve Bahçeci, E. (2015). Nano Malzemeler İçin Üretim Yöntemleri. *Gazi Üniversitesi Fen Bilimleri Dergisi Part:C, Tasarım ve Teknoloji*, 3(2), 483-499.
- Avena-Bustillos, R.J., Olsen, C.W., Olson, D.A., Chiou, B., Yee, E., Bechtel, P.J And Mchugh, T.H. (2006). Water Vapor Permeability of Mammalian and Fish Gelatin Films, *Journal Of Food Science* Vol. 71, Nr. 4, 2006
- Baran, M.F., Umaz, A ve Eren, A. (2019). Bazı Mikroorganizmalara Karşı Bitkisel Kaynaklı Olarak Sentezlenmiş Gümüş Nanopartiküllerin Antimikrobiyal Uygulamaları. *Fen Bilimleri ve Matematik Alanında Araştırma ve Derlemeler*, 93-100.
- Barinov, V. ve Levon, K. (2012). Controlled Electrospinning of Fibers. Unites States Patent, US 8,282,873, B2.
- Beypazar, Ö. (2013). Nanolif Üretiminde Çap Kontrolü (Yüksek Lisans Tezi). Namık Kemal Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Tekirdağ.
- Boran, G. (2011). Bir Gıda Katkısı Olarak Jelatin: Yapısı, Özellikleri, Üretimi, Kullanımı Ve Kalitesi. *Derleme, Gıda* (2011) 36 (2): 97-104
- Brown, C. ve Cashion, T. (2020). Turkey (Black Sea, Marmara Sea, And Mediterranean Sea): Updated Catch Reconstruction To 2018, P. 197-204. In: B. Derrick, M. Khalfallah, V. Relano, D. Zeller And D. Pauly (Eds). *Updating To 2018 The 1950-2010 Marine Catch Reconstructions Of The Sea Around Us: Part I – Africa, Antarctica, Europe And The North Atlantic*. Fisheries Centre Research Report 28(5)
- btgm.sanayi.gov.tr (2017). Türkiye Nanoteknoloji Stratejisi ve Eylem Planı (2017-2018). T.C. Bilim, Sanayi ve Teknoloji Bakanlığı Bilim ve Teknoloji Genel Müdürlüğü
- Celep, Ş. (2007). Nanoteknoloji ve Tekstilde Uygulama Alanları (Yüksek Lisans Tezi). Çukurova Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Adana.
- Cengiz, B. (2020). Nanomalzemeler ve Nanotoksikoloji. TOBB Ekonomi ve Teknoloji Üniversitesi, Ankara.

- Çelen, R. ve Ulcay, Y. (2019). Bikomponent Lifler. *Tekstil ve Mühendis*, 6: 114, 177-187.
- Çiçek, P.K. (2016). Elektrodöndürme Tekniği ile Üretilen Kurkumin Yüklü Gliadin Nanoliflerinin Üretimi ve Karakterizasyonu (Yüksek Lisans Tezi). Yıldız Teknik Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul.
- Demirsoy, N., Uçar, N., Önen, A. ve Kızıldağ, N. (2015). Nanocomposite Nanofibers of Polyacrylonitrile (PAN) and Silver Nanoparticles (AgNPs) Electrospun from Dimethylsulfoxide. *Marmara Journal of Pure and Applied Sciences*, Special Issue 1, 16-18.
- Demirsoy, N. (2015). Development of Silver Nitrate Loaded Polyacrylonitrile Composite Nanofibers (Yüksek Lisans Tezi). İstanbul Technical University Graduate School of Science, Engineering and Technology, İstanbul.
- Duygulu, N.E. (2020). Elektro Eğirme Yöntemiyle Nano Boyutlu TiO<sub>2</sub> Parçacık Katkılı PLA Nano Fiber Üretimi., *Karaelmas Fen ve Mühendislik Dergisi*,10(1), 7-18.
- Çiftçi, F., Duygulu, N., Yilmazer, Y., Karavelioğlu, Z., Koç, R.Ç., Gündüz, O. ve Ustündağ, C.B. (2021). Antibacterial And Cellular Behavior of PLA-Based Bacitracin and Zataria Multiflora Nanofibers Produced by Electrospinning Method. *International Journal of Polymeric Materials and Polymeric Biomaterials* 1-16.
- Düzyer, Ş. (2014). Elektro Çekim (Elektrospinning) Yöntemiyle Üretilen Poliester Nanoliflerin Medikal Alanda Kullanılabilirliklerinin Araştırılması (Doktora Tezi), Uludağ Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Bursa.
- Düzyer, Ş. (2009). Nanoliflerin Yüzey Özelliklerinin İncelenmesi (Yüksek Lisans Tezi). Uludağ Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Bursa.
- Erge, A. ve Zorba, Ö. (2016). Jelatin ve Fizikokimyasal Özellikleri. *Akademik Gıda*, 14(4), 431-440.
- Ermeydan, M.A. ve Aykanat, O. (2019). PLA/Boynuz Biyokompozitlerin Termal ve Mekanik Özelliklerinin İncelenmesi. *Engineering Sciences*, 14(4), 226-231. ISSN: 1308-7231
- Esmeray, E. ve Özata, O. (2019). Nanopartiküllerin Çevre Mühendisliği Alanında Kullanımı ve Temel Laboratuvar Malzemeleri ile Gümüş Nanopartikül (AgNPs) Sentezi. *Avrupa Bilim ve Teknoloji Dergisi*, 16, 521-527.
- Ghalia, A.A. ve Dahman, Y. (2017). Fabrication and enhanced mechanical properties of porous PLA/PEG copolymer reinforced with bacterial cellulose nanofibers for soft tissue engineering applications. *Polymer Testing*, 61, 114-131.
- Gülgönül, M. (2018). Gümüş Kompleks İçeren Nanoliflerin Üretimi ve Tekstilde Kullanımı (Yüksek Lisans Tezi). Tekirdağ Namık Kemal Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Tekirdağ.
- Gün, A.D., Demircan, B. ve Macit, A.S. (2011). Mikroliflerin Üretim Yöntemleri, Özellikleri ve Kullanım Alanları. *Tekstil ve Mühendis*, 18(83), 38-46.



- Haider, A., Haider, S., Kang, Kyu, I., (2018). A Comprehensive Review Summarizing The Effect Of Electrospinning Parameters And Potential Applications Of Nanofibers In Biomedical And Biotechnology, A Review, *Arabian Journal of Chemistry*, Volume 11, 8, 1165-1188
- Harmaen, A.S., Khalina, A., Faizal, A.R., Jawaid. M. (2013). Effect of Triacetin on Tensile Properties of Oil Palm Empty Fruit Bunch Fiber-Reinforced Polylactic Acid Composites. *Polymer-Plastics Technology and Engineering*, 52, 400-406.
- Hazarika, D., Kalita, Kubar, N., Kumar, A., Katiyar, V. (2022). Crystalline Titanium-Dioxide Nanofinish Impregnated On Electrospun Stereocomplex Poly (Lactic Acid) As Non-Woven Nanotextile With Superhydrophilic, Anti-Shrinkage, Dark Dyeing And Waste Dye Removal Ability For Sustainable Application, *International Journal of Biological Macromolecules*, Volume 219, 384-394.
- Kamrani, H. ve Nosrati, A. (2018). Fabrication of Nanofiber Filtration Membranes Using Polyethylene Terephthalate (PET): A Review. *Journal of Membrane Science & Technology*, 8(2), 1000183.
- Karim M., Fathi M., Soleimani Zad, S., Spigno, G. (2022). Development Of Sausage Packaging With Zein Nanofibers Containing Tetradecane Produced Via Needle-Less Electrospinning Method. *Food Packaging And Shelf Life* Volume 33, September 2022, 100911
- Kozanoğlu, G.S. (2006). Elektrospinning Yöntemiyle Nanolif Üretim Teknolojisi (Yüksek Lisans Tezi). İstanbul Teknik Üniversitesi, Fen Bilimleri Fakültesi, İstanbul.
- Kwak, W.H., Shin, M., Lee, Y.J. Yun, H., Song, W.D., Yang, Y., Shin, B., Park, H.Y. ve Lee, H.K. (2017). Fabrication of An Ultrafine Fish Gelatin Nanofibrous Web from Aqueous Solution by Electrospinning. *International Journal of Biological Macromolecules*, 102, 1092-1103.
- Li, X., Liu, H., Wang, J. ve Li, C. (2012). Preparation and Properties of PET /SiO<sub>2</sub> Composite Micro/Nanofibers by a Laser Melt-Electrospinning System, *Journal of Applied Polymer Science*, 125(3), 2050-2055.
- Ly, L., Huang, Q., Ding, W., Xiaoxo, X., Zhang, H. ve Xioang, L. (2019). Fish Gelatin: The Novel Potential Applications, *Journal of Functional Foods*, 63, 103581.
- Oflaz, K. (2016). Manyetik Nanofiber Membranlar (Yüksek Lisans Tezi). Selçuk Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Konya.
- Oğuz S., Erkan N. ve Yeşiltaş M. (2010). Doğal Biyopolimer Bazlı (Biyobozunur) Nanokompozit Filmler ve Su Ürünlerindeki Uygulamaları, *Journal of Fisheries Science*, 4(1), 20-77.
- Okutan, N., Terzi, P., Altay, F. (2014) Affecting Parameters On Electrospinning Process And Characterization Of Electrospun Gelatin Nanofibers, *Food Hydrocolloids* , Volume 39, 19-26

Oliveira, E.J., Mattoso, H.C.J., Orts, J.W. ve Medeiros, S.E. (2013). Structural and Morphological Characterization of Micro and Nanofibers Produced by Electrospinning and Solution Blow Spinning: A Comparative Study. *Advances in Materials Science and Engineering*, 2013, 409572.

Onurlu, H. İ., Alkaya, Bilgiç, D., Seyhan, Ayaz, S., Cesur, S., Gündüz, O. (2022). Elektroçirime Yöntemi ile Antitüberkülostatik İlaç Yüklü Nanofiber Üretimi ve Karakterizasyonu, *Afyon Kocatepe Üniversitesi Fen ve Mühendislik Bilimleri Dergisi*, 035701 (654-661)

Oymak, H. (2019). Elektro Çirime Yöntemi ile Modern Yara Örtüsü Geliştirilmesi (Yüksek Lisans Tezi). Marmara Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul.

Özcan, B., Kır, E., Çiçek, Bezir, N., Sardohan, Köseoğlu, T., Özmen, İ. ve Evcin, A. (2022). Gümüş Nitrat Katkılı Modifiye Nanofiber Membranların Hazırlanması, Karakterizasyonu ve Antibakteriyel Özellikleri. *Afyon Kocatepe Üniversitesi Fen ve Mühendislik Bilimleri Dergisi*, 22, 57-67.

Park, H. C., Bae, H., Kwak, J. S., Jang, S. M., Lee, H. J., Lee. J. (2016). Interconnection Of Electrospun Nanofibers Via A Post Co-Solvent Treatment And Its Open Pore Size Effect On Pressure-Retarded Osmosis Performance, *Macromolecular Research*, Volume 24, 314–322

Peng, H., Liu, Y., Ramakrishna, S.(2016). Recent Development Of Centrifugal Electrospinning. A Review. *Journal Applied Polymer Science*. Volume 134, Issue10, 44578.

Petros, S., Tesfaye, T. ve Ayele, M. (2020). A Review on Gelatin Based Hydrogels for Medical Textile Applications. *Journal of Engineering*, 2020, 8866582.

Râpă, M., Mihaela, L.S., Zaharescu, T., Seciu, M.A., Turcanu, A.A., Matei, E., Predescu, A.M., Antoniac, J. ve Predescu, C. (2020). Development of Bionanocomposites Based on PLA, Collagen and AgNPs and Characterization of Their Stability and in Vitro Biocompatibility. *Applied Science*, 10(7), 2265.

Reneker D.H., Yarin A.L. (2008), Electrospinning Jets And Polymer Nanofibers, *Polymer* 49 2387-2425

Sattary, M., Rafienia, M., Khorasani, T. M., Salehi, H. (2019). The Effect Of Collector Type On The Physical, Chemical, And Biological Properties Of Polycaprolactone/Gelatin/Nano-Hydroxyapatite Electrospun Scaffold, *Journal Of Biomedical Materials Research*. Volume 107, 4, 933-950

Saygılı, T. (2021). Gümüş Nanopartikül İçeren Polimer Esaslı Antibakteriyel Nanofiblerin Elektrospinning Yöntemiyle Üretimi (Yüksek Lisans Tezi). Konya Teknik Üniversitesi Lisansüstü Eğitim Enstitüsü, Konya.

Shakila, R.J., Jeevithan, E., Varatharajakumar, A., Jeyasekaran, G. ve Sukumar, D. (2012). Comparison of The Properties of Multi-Composite Fish Gelatin Films With That of Mammalian Gelatin Films, *Food Chemistry*, 135, 2260-2267.

- Shi, X., Huang, J., Wu, J., Cai, X., Tian, Y., Rao, P., Huang, J. ve Wang., S. (2022). Fabrication, İnteraction Mechanism, Functional Properties, and Applications of Fish Gelatin-Polysaccharide Composites: A Review. *Food Hydrocolloids*, 122, 107106.
- Siburian, W., Rochima, E., Andriani., Y., Praseptiangga, D. (2020). Fish Gelatin (Definition, Manufacture, Analysis of Quality Characteristics, and Application): A Review. *International Journal of Fisheries and Aquatic Studies*, 8(4), 90-95.
- Sousa, M. (2016). Development and Characterization af Poly(Lactic Acid)/Fish Gelatine Electrospun Membranes For Peripheral Nerve Regeneration (Yüksek Lisans Tezi), Faculdade de Engenharia da Universidade do Porto, Portekiz.
- Sunar, S.B. ve Hasçıçek, C. (2017). Elektroeğrilmış Nanoliflerin İlaç Taşıyıcı Sistem Olarak ve Doku Mühendisliğinde Kullanımı, *Marmara Pharmaceutical Journal*, 21(3), 425-435.
- Süpüren, G., Kanat, E, Z., Çay, A., Kırcı, T., Gülümser, T. ve Tarakçıođlu, I. (2007). Nano Lifler. *Tekstil ve Konfeksiyon Dergisi*, 2, 83-89.
- Şahin, E., Elmalı, C., Çirkin, Saltık, D. ve Uzun, M. (2020). Elektro Çekim Yöntemi ile Çörek Otu ve Yün Yađı Takviyeli Yara Örtüsü Geliştirilmesi. *Int. Per. of Recent Tech. in App. Eng.*, 2(1), 1-14.
- Şener, G.A. (2011). Elektro Üretim Yöntemiyle Sodyum Aljinat ve Mısır Nişastası İçeren Nanolif Eldesine Etki Eden Faktörlerin İncelenmesi (Yüksek Lisans Tezi). İstanbul Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul.
- Thirunavoukkarasu, M., Balaji, U., Behera, S., Panda, P.K. ve Mishra, B.K. (2013). Biosynthesis of Silver Nanoparticle From Leaf Extract of *Desmodium Gangeticum* (L.) DC. and its Biomedical Potential. *Spectrochimica Acta Part A: Molecular and Biomolecular Spectroscopy*, 116, 424–427.
- Tüylek, Z. (2016). Küçük Şeylerin Hikayesi: Nanomalzeme. *Nevşehir Bilim ve Teknoloji Dergisi*, 5(2), 130-141.
- Uysal, P. (2010). Ozonun Polilaktik Asit (PLA) Liflerine Etkisi ve PLA Terbiyesinde Ozon Kullanımı (Yüksek Lisans Tezi). Uludađ Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Bursa.
- Üner, İ., Koçak, D. E. (2012). Poli(Laktik Asit)'İN Kullanım Alanları Ve Nano Lif Üretimdeki Uygulamaları. *İstanbul Ticaret Üniversitesi Fen Bilimleri Dergisi*, 22,79-88
- Üstündađ, G.C. (2009). Elektrospinning Yöntemi ile Biyomedikal Kullanıma Yönelik Nanolif Yüzey Üretimi ve Uygulaması (Yüksek Lisans Tezi). Uludađ Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Bursa.
- Wang, Xiong, X., Gui, Feng, Y., Zhang, Y., Miao, Y., Ramakrishnad., S., Yun, Ze, L.(2022). Conductive Polymer Ultrafine Fibers Via Electrospinning: Preparation, Physical Properties And Applications. *Progress in Materials Science*, Volume 115, 2021, 100704.

Weimin, Y. ve Haoyi, L. (2014). Principle and Equipment of Polymer Melt Differential Electrospinning Preparing Ultrafine Fiber. *Materials Science and Engineering*, 64, 012013.

Xu, H., Yamamoto, M. ve Yamane, H. (2017). Melt Electrospinning: Electrostatics and Spinnability. *Polymer*, 132, 206-215.

Yao, J., Bastiaansen, C.W.M. ve Peijis, T. (2014). High Strength and High Modulus Electrospun Nanofibers, *Fibers*, 2(2), 158-187.

Zelca, Z., Kukle, S., Janceva, S., Vilcena, L. (2022). Propolis Integration Methods into Solutions for Highly Loaded Propolis Fibers by Needleless Electrospinning. *Molecules* 2022, 27(7), 2311.

