

ANKARA ÜNİVERSİTESİ  
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

DOKTORA TEZİ

JELATİN VE SU BAZLI POLİÜRETAN POLİMERLERİNİN POLİ(ETİLEN  
İMİN) POLİMERİ İLE KARIŞIMLARINDAN ELEKTROEĞİRME YÖNTEMİ  
İLE HAZIRLANACAK NANOLİFLERİN PAMUK KUMAŞA KAPLANMASI  
VE ANTİMİKROBİYAL ÖZELLİKLERİNİN İNCELENMESİ

Burhan BEYCAN

KİMYA ANABİLİM DALI

ANKARA  
2024

Her hakkı saklıdır

## ÖZET

Doktora Tezi

### JELATİN VE SU BAZLI POLİÜRETAN POLİMERLERİNİN POLİ(ETİLEN İMİN) POLİMERİ İLE KARIŞIMLARINDAN ELEKTROEĞİRME YÖNTEMİ İLE HAZIRLANACAK NANOLİFLERİN PAMUK KUMAŞA KAPLANMASI VE ANTİMİKROBİYAL ÖZELLİKLERİNİN İNCELENMESİ

Burhan BEYCAN

Ankara Üniversitesi  
Fen Bilimleri Enstitüsü  
Kimya Anabilim Dalı

Danışman: Prof. Dr. Mehmet SAÇAK

Bu tez kapsamında, jelatin biyopolimeriyle ve su bazlı poliüretanın (WBPU) ayrı ayrı dallanmış polietilenimin (BPEI), poli(2-etil-2-oksazolin) (P2Ox), poli(2-etil-2-oksazolin)-ko-polietilenimin (P2Ox-ko-PEI) ve doğrusal polietilenimin (LPEI) ile üç farklı morfolojideki pamuk kumaş yüzeylerine kaplı elektroğirilmiş liflerin antimikrobiyal özellikleri incelendi. Bu amaçla, WBPU, üç farklı zincir genişleticisi olan 1,3-propandiol (PDO), 1,4-bütandiol (BDO) ve gliserol (GLY) kullanılarak sentezlendi ve karakterizasyonu ATR-FTIR, DSC, GPC ve NMR ile yapıldı. Ayrıca, P2Ox'un kısmi hidrolizi sonucu P2Ox-ko-PEI sentezlenerek ATR-FTIR ve NMR ile karakterize edildi. Daha sonra, jelatin biyopolimerinin ve WBPU polimerinin ayrı ayrı elektroğirme ile lif elde edilmesi için çözelti ve elektroğirme cihaz parametrelerinden olan akış hızı, yüksek voltaj, toplayıcının dönme hızı, iğne ucuyla toplayıcı arası mesafe incelendi. Ardından jelatin veya WBPU'ya BPEI, P2Ox, P2Ox-ko-PEI ve LPEI polimerleriyle birleştirerek üç farklı (hibrit, çift-yüz ve çekirdek-kabuk) morfolojide pamuk kumaş yüzeylerindeki elektroğirilmiş lifleri elde edildi. Elde edilen elektroğirilmiş lifli pamuk kumaş yapıların hava geçirgenliği, çekme testi, ATR-FTIR, optik mikroskop, SEM ve temas açısı ölçümleri kullanılarak karakterize edildi. Escherichia coli (E.coli), Staphylococcus aureus (S.aureus) ve Candida albicans'a (C.albicans) karşı yapılan antibakteriyel testler, jelatin/P2Ox-ko-PEI (çekirdek-kabuk) ve WBPU/P2Ox-ko-PEI (çekirdek-kabuk) yapılarının C.albicans'a karşı 20 mm inhibisyon zonu sergilediğini ortaya koydu. Yıkama ve sürtme testlerinden sonra, bu inhibisyon zonları yaklaşık 20 mm'de bozulmadan kalmış ve kaplamaların dayanıklılığını ve sürekli antimikrobiyal etkinliğini doğrulamıştır. Bu çalışma, jelatin/P2Ox-ko-PEI ve WBPU/P2Ox-ko-PEI çekirdek-kabuk yapılarının, özellikle C. albicans mantar patojenine karşı korumada dayanıklı ve antimikrobiyal kaplamalar için umut vadeden adaylar olduğunu göstermektedir.

**Ekim 2024, 184 sayfa**

**Anahtar Kelimeler:** jelatin, su bazlı poliüretan, elektroğirme, nanolif, antimikrobiyal

# ABSTRACT

PhD Thesis

COATING ON COTTON FABRIC OF NANOFIBERS TO BE PREPARED FROM  
BLENDS OF GELATIN AND WATER BASED POLYURETHANE POLYMERS  
WITH POLY(ETHYLENE IMINE) POLYMER BY ELECTROSPINNING METHOD  
AND INVESTIGATION OF ANTIMICROBIAL PROPERTIES

Burhan BEYCAN

Ankara University  
Graduate School of Natural and Applied Sciences  
Department of Chemistry

Supervisor: Prof. Dr. Mehmet SAÇAK

In this thesis, the antibacterial properties of electrospun fibers coated on cotton fabric surfaces with three different morphologies, namely branched polyethylenimine (BPEI), poly(2-ethyl-2-oxazoline) (P2Ox), poly(2-ethyl-2-oxazoline)-co-polyethylenimine (P2Ox-co-PEI) and linear polyethylenimine (LPEI), were investigated with gelatin biopolymer and water based polyurethane (WBPU). For this purpose, WBPU was synthesized using three different chain extenders, 1,3-propanediol (PDO), 1,4-butanediol (BDO) and glycerol (GLY), and its characterization was carried out by ATR-FTIR, DSC, GPC and NMR. In addition, P2Ox-co-PEI was synthesized as a result of partial hydrolysis of P2Ox and characterized by ATR-FTIR and NMR. Then, the solution and electrospinning device parameters such as flow rate, high voltage, rotation speed of the collector and distance between the needle tip and the collector were investigated for obtaining fibers by electrospinning gelatin biopolymer and WBPU polymer separately. Then, by combining gelatin or WBPU with BPEI, P2Ox, P2Ox-co-PEI and LPEI polymers, electrospun fibers were obtained on cotton fabric surfaces in three different morphologies (hybrid, janus and core-shell). The air permeability of the obtained electrospun fibrous cotton fabric structures were characterized using tensile test, ATR-FTIR, optical microscopy, SEM and contact angle measurements. Antimicrobial tests against *Escherichia coli* (E.coli), *Staphylococcus aureus* (S.aureus), and *Candida albicans* (C.albicans) revealed that gelatin/P2Ox-co-PEI (core-shell) and WBPU/P2Ox-co-PEI (core-shell) structures exhibited 20 mm inhibition zones against *C. albicans*. After washing and rubbing tests, these inhibition zones remained intact at approximately 20 mm, confirming the durability and sustained antimicrobial efficacy of the coatings. This study demonstrates that gelatin/P2Ox-co-PEI and WBPU/P2Ox-co-PEI core-shell structures are promising candidates for durable antimicrobial coatings, especially for protection against the fungal pathogen *C. albicans*.

**October 2024, 184 pages**

**Key Words:** gelatin, water based polyurethane, electrospinning, nanofiber, antimikrobiyal

## TEŞEKKÜR

Araştırmalarım boyunca bilgi ve tecrübelerini esirgemeyen, bana her adımda yol gösteren değerli tez danışmanım Sayın Prof. Dr. Mehmet SAÇAK'a (Ankara Üniversitesi, Kimya Anabilim Dalı) en derin saygı ve şükranlarımı sunarım.

Tez çalışmalarım boyunca engin deneyimleri ve destekleriyle beni daima motive eden Sayın Prof. Dr. Meral KARAKIŞLA'ya (Ankara Üniversitesi, Kimya Anabilim Dalı) içten teşekkürlerimi iletmek isterim.

Beni her zaman teşvik eden, desteğini esirgemeyen ve yol gösterici yaklaşımıyla yanımda olan kıymetli hocam Doç. Dr. Meryem KALKAN ERDOĞAN'a en içten teşekkürlerimi sunarım.

Değerli jüri üyeleri Prof. Dr. Ali ÇIRPAN'a, Prof. Dr. Müşerref ÖNAL'a ve Prof. Dr. Hayrettin TÜMTÜRK hocalarıma gösterdikleri destek ve katkılardan dolayı teşekkür ederim.

Bu çalışma, TÜBİTAK 1001 projesinin bir kısmını içermiş olup (Proje No: 221M544) sağladıkları destek için TÜBİTAK'a teşekkür ederim.

Tübitak projesinde büyük bir özveriyle birlikte çalıştığım Begüm'e, laboratuvar arkadaşlarım Ahmed'e, Sefa'ya ve *Polimer Kimyası Laboratuvarı*'ndaki adını yazamadığım tüm kıymetli arkadaşlarıma, geçirdiğimiz değerli zamanlar ve verdikleri destek için içten teşekkürlerimi sunarım.

Yüksek lisans eğitimimle başlayıp doktora sürecim boyunca, Ankara Üniversitesi'nde geçirdiğim 8 yıl boyunca bana katkıda bulunan tüm hocalarıma ve arkadaşlarıma sonsuz teşekkürlerimi sunarım.

Bugüne gelinceye kadar çok büyük bir özveri gösteren anneme ve babama çok teşekkür ederim.

Burhan BEYCAN  
Ankara, Ekim 2024

## İÇİNDEKİLER

### TEZ ONAY SAYFASI

ETİK.....	i
ÖZET.....	ii
ABSTRACT.....	iii
TEŞEKKÜR .....	iv
KISALTMALAR DİZİNİ .....	vii
ŞEKİLLER DİZİNİ .....	viii
ÇİZELGELER DİZİNİ .....	xiii
1. GİRİŞ .....	1
2. TEKSTİL LİFLER .....	3
2.1 Liflerin Sınıflandırılması .....	3
2.1.1 Doğal lifler.....	4
2.1.2 Yarı yapay lifler.....	5
2.1.3 Yapay lifler .....	7
3. LİF ÇEKME YÖNTEMLERİ .....	12
3.1 Eriyikten Çekme Yöntemi.....	12
3.2 Çözeltiden Çekme Yöntemi.....	16
3.2.1 Yaş çekme .....	16
3.2.2 Kuru çekme.....	18
3.3 Elektroğirme Yöntemi .....	19
3.4 Elektroğirme Çözeltisinde Aranan Özellikler .....	26
3.5 Kaynak Özetleri .....	29
4. MATERYAL ve METOD .....	43
4.1 Kullanılan Kimyasal Maddeler.....	43
4.2 Pamuk Kumaşların Şartlandırılması .....	43
4.3 P2Ox Kontrollü Hidrolizi ve Kopolimerlerinin Sentezi .....	44
4.4 WBPU Sentezi.....	45
4.5 Elektroğirmede Kullanılacak Çözeltilerin Hazırlanması .....	47
4.6 Karakterizasyon Çalışmaları .....	48
4.6.1 <sup>1</sup> H NMR.....	48
4.6.2 DSC.....	48
4.6.3 Hızlı Fourier dönüşüm tekniği.....	48

4.6.4 ATR-FTIR .....	48
4.6.5 Optik mikroskobu .....	48
4.6.6 SEM .....	49
4.6.7 Temas açısı.....	49
4.6.8 Germe-çekme testi.....	49
4.6.9 Hava geçirgenliği.....	49
4.6.10 Antimikrobiyal analiz .....	49
5. ARAŞTIRMA BULGULARI VE TARTIŞMA.....	52
5.1 P2Ox Kopolimerinin Sentezi ve Karakterizasyonu .....	52
5.2 Farklı Koşullarda Sentezlenen WBPU Polimerleri .....	53
5.3 Jelatin Elektroegirme Çalışmaları.....	55
5.4 Jel/PEI Elektroegirme Çalışmaları.....	73
5.5 WBPU Elektroegirme Çalışmaları .....	81
5.6 WBPU/PEI Elektroegirme Çalışmaları .....	86
5.7 <sup>1</sup> H NMR.....	108
5.8 FTIR .....	110
5.9 Yüzey Morfolojisi .....	117
5.10 Germe-Çekme testi.....	137
5.11 Hava Geçirgenliği.....	141
5.12 Yüzey Islanabilirliği .....	146
5.13 Antimikrobiyal Testi.....	150
6. SONUÇ.....	169
KAYNAKLAR .....	172
ÖZGEÇMİŞ.....	183

## KISALTMALAR DİZİNİ

MW	mol kütlesi
PDI	polidispersite indeksi
WBPU	su bazlı poliüretan
PEG	polietilenglikol
PCL-diol	poli(kaprolakton) diol
LDI	lizindiizosiyanat
P2O <sub>x</sub>	Poli(2-etil-2-oksazolin)
P2O <sub>x</sub> -ko-PEI	Poli(2-etil-2-oksazolin)-ko-poli(etilenimin)
BPEI	Dallanmış poli(etilenimin)
LPEI	Doğrusal poli(etilenimin)
H <sub>2</sub> O	su
EtOH	Etanol
FAc	Formik asit
Ac	Asetik asit
DMSO	Dimetilsülfoksit
DMF	Dimetilformamid
PDO	1,3-propandiol
BDO	1,4-bütandiol
GLY	gliserol
PU	poliüretan
T <sub>g</sub>	Camsı geçiş sıcaklığı
T <sub>m</sub>	Erime sıcaklığı
PP	poli(propilen)
PET	poli(etilen) tereftalat
PLA	poli(laktik) asit
PAN	poli(akrilonitril)
kDa	kilo Dalton
FFT	hızlı Fourier dönüşümü
S. aureus	Staphylococcus aureus
E. coli	Escherichia coli
C.albicans	Candida albicans

## ŞEKİLLER DİZİNİ

Şekil 2.1 Liflerin elde edildikleri kaynaklara göre sınıflandırılması .....	4
Şekil 2.2 Kolajen proteininin üçlü sarmal yapısı (Ryabov vd. 2024) .....	7
Şekil 2.3 Jelatin proteininin kimyasal yapısı (Devi vd. 2017) .....	7
Şekil 2.4 Poliüretanın kimyasal yapısı (Lowinger vd. 2018) .....	9
Şekil 2.5 Spandeks ile ilgili tekstil malzemeleri .....	9
Şekil 3.1 Lif çekme yöntemleri .....	12
Şekil 3.2 Eriyikten çekme yöntemi (Saçak 2002) .....	13
Şekil 3.3 Yaş çekme yöntemi (Saçak 2002) .....	17
Şekil 3.4 Kuru çekme yöntemi (Saçak 2002) .....	19
Şekil 3.5 Üflemlerle eğirme yöntemi (More vd. 2023) .....	20
Şekil 3.6 Santrifüjle eğirme yöntemi (Chen vd. 2019) .....	21
Şekil 3.7 Yüksek voltaj altında eğirme yöntemi .....	25
Şekil 4.1 Pamuk kumaşların Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> ile yıkandıktan sonra oda sıcaklığında kurutulması işleminin fotoğrafik görüntüsü .....	44
Şekil 4.2 Asidik ortamda hidroliz sonrası P2Ox polimerinden oluşacak hidroliz ürünü .....	45
Şekil 4.3 Biyobozunur WBPU polimerinin sentez şeması (Hao vd. 2016) .....	46
Şekil 4.4 Lif üretiminde kullanılan yarı-endüstriyel elektroegirme cihazı .....	47
Şekil 5.1 8-14 kDa membran ile diyalize edilen P2Ox-co-PEI partiküllerinin fotoğrafik görüntüsü ve membran işlemi sonrasında liyofilizatörde dondurularak elde edilen toz formu .....	52
Şekil 5.2 P2Ox'un az (a) ve orta (b) oranda hidrolizleri sonrasında elde edilen P2Ox-ko-PEI numuneleri .....	52
Şekil 5.3 WBPU polimeri sentezi .....	54
Şekil 5.4 WBPU sentezinde kullanılan giriş maddeleri .....	54
Şekil 5.5 WBPU film .....	55
Şekil 5.6 Elektro-püskürme halinde yüzeyde birikime .....	59
Şekil 5.7 Elektroegirme sırasında çözeltinin jel halini alması .....	59
Şekil 5.8 Elektroegirilmiş jelatin kaynaklı lif .....	61
Şekil 5.9 Jelatinin üç farklı derişimindeki (%15, 20% ve 25%) elektroegirilmiş liflerin optik mikroskop görüntüleri .....	63
Şekil 5.10 Yüksek akış hızlarında lif üzerinde boncuğumsu yapıların oluşumu .....	65
Şekil 5.11 Farklı akış hızlarında iğne ucundaki polimer jetin görüntüsü .....	66
Şekil 5.12 İğne ucundaki damlanın stabil halde olması .....	67
Şekil 5.13 İğne ucunun toplayıcıya olan mesafesinin etkisi .....	68
Şekil 5.14 Toplayıcının dönme hızının liflerin yönelim doğrultusuna etkileri .....	69
Şekil 5.15 Elektroegirilmiş lifin kumaş yüzeyinden kavlaması .....	70
Şekil 5.16 Pamuk kumaş yüzeyinde lif adhezyonunun artırılması İki farklı yaklaşım; (1) HPMC'nin kumaş yüzeyine damlatılması ve (2) HPMC'nin çözelti ortamına eklenmesi .....	71
Şekil 5.17 Birinci yöntemle (a), ve ikinci yöntemle yapılan (b) çalışmalarda elektroegirilmiş liflerin kumaş yüzeyindeki tutunmaları ve optik görüntüleri .....	72
Şekil 5.18 %2,5'lik HPMC çözeltisi ile muamele edilen pamuk kumaşın yüzeyinde, jelatin biyopolimeri içeren nanolifli bir ağ doku .....	73
Şekil 5.19 Jelatin ve PEI polimerleri .....	73

Şekil 5.20 Jelatinin %20 lik derişimi ile BPEI'nin (a) %15 ve (b) %20 lik derişimlerinin elektroęirme işleminin uygulanması sonucu elde edilen fotoęrafik görüntüleri.....	74
Şekil 5.21 Jelatinin %20 lik derişimi ile BPEI'nin (a) %5 ve (b) %10 derişimlerinin elektroęirme işleminin uygulanması sonucu optik mikroskoptaki görüntüleri (40x).....	75
Şekil 5.22 Elektroęirme cihazıyla yapılan alüminyum folyo üzerindeki nano-lifli ağ dokudaki yapının fotoęrafik görüntüsü.....	75
Şekil 5.23 Pamuk kumaş yüzeyine kaplanmış jelatin ile üç farklı mol kütesine sahip PEI'lerin hibrit yapıdaki dijital görüntüleri .....	76
Şekil 5.24 Jelatinin %20 lik derişimi ile mol kütleleri farklı %10 BPEI derişimlerinin (a) Mn=1800 ve (b) Mn=10000 olarak elektroęirme işleminin uygulanması sonucu optik mikroskoptaki görüntüleri (40x) .....	76
Şekil 5.25 Üç farklı derişimdeki P2OX'un jelatin ile harmanlanmış elektroęirilmiş liflerin optik mikroskop görüntüleri (a) %5, (b) %10 ve (c) %15 .....	77
Şekil 5.26 Pamuk kumaş yüzeyine kaplanmış jelatin ile P2Ox (GH4) ve P2Ox-ko-PEI'nin (GH5) hibrit yapıdaki dijital görüntüleri .....	77
Şekil 5.27 Jelatin ile az (a) ve orta (b) oranda hidrolizlenmiş P2Ox polimeri optik mikroskop görüntüleri .....	78
Şekil 5.28 Jelatin ile %15 (a) ve %10 (b) derişimdeki LPEI polimerinin optik mikroskop görüntüleri .....	79
Şekil 5.29 Jelatinin (a) P2Ox, (b) orta derece hidroliz P2Ox ve (c) LPEI polimerleri ile karışımlarından oluşan çözeltilerinin renk deęişimi.....	79
Şekil 5.30 Pamuk kumaş yüzeyine kaplanmış jelatin ile LPEI'nin (GH6) hibrit yapıdaki dijital görüntüsü .....	81
Şekil 5.31 PEG (Mw: 1000) kullanılarak sentezlenen WBPU polimerinin klorofom ortamında hazırlanmış %20'lik çözeltilisinden harmanlanmış karışım morfolojisinde Al folyo üzerine elektroęirilmiş kaplamanın görüntüsü .....	82
Şekil 5.32 Zincir genişleticiler olarak kullanılan PDO (WBPU4) ve BDO (WBPU7) ile sentezlenmiş WBPU lifler .....	86
Şekil 5.33 Elektroęirmede kullanılan hibrit formadaki liflerin üretiminin şematik olarak gösterimi .....	87
Şekil 5.34 WBPU4 elektrospun'nun pamuk kumaş yüzeyinde birikimi .....	89
Şekil 5.35 WBPU3 polimeri ile yapılan elektroęirme çalışması.....	90
Şekil 5.36 WBPU4 polimeriyle yapılan a) kloroform ve b) 721 çözücü sistemiyle yapılan elektroęirme çalışması sonucundaki lif görüntüleri.....	90
Şekil 5.37 WBPU ve BPEI polimerlerinin üç farklı moleküler kütesine (Mn=800, 1800, 10000) sahip nanolifli ağ yapıların kumaş yüzeyine kaplanmasının dijital görüntüleri .....	91
Şekil 5.38 WBPU ile ayrı ayrı P2Ox, P2Ox -ko-PEI ve LPEI polimerlerinin elektroęirme işlemiyle elde edilmiş nanolifli ağ yapıların pamuk kumaş yüzeyine kaplanmasına ait dijital görüntüler.....	92
Şekil 5.39 (a) WBPU/BPEI/HPMC/pamuk, (b) WBPU/P2Ox/HPMC/pamuk, (c) WBPU/P2Ox-ko-PEI/HPMC/pamuk ve (d) WBPU/LPEI/HPMC/ pamuk kumaşlara ait optik görüntüler .....	93
Şekil 5.40 Elektroęirmede kullanılan çift-yüz (janus) karışımın şematik olarak gösterimi .....	94
Şekil 5.41 Elektroęirmede kullanılan çift-yüz (janus) deney düzeneęi .....	95

Şekil 5.42 Kumaş yüzeyine elektroğirilmiş çift-yüz formundaki liflerin dijital görüntüleri .....	97
Şekil 5.43 HPMC/pamuk kumaşları yüzeyinde elektroğirilmiş çift-yüz a) Jelatin/BPEI (Mn=1800), b) Jelatin/P2Ox, c) Jelatin/P2Ox-ko-PEI (orta hidrolizli) ve d) Jelatin/LPEI nano-lifli ağ dokuların optik mikroskop görüntüleri .....	99
Şekil 5.44 Çift-yüz elektroğirime işlemi sırasında WBPU ve PEI'nin yüksek voltaj altındaki iğne ucundaki görüntüleri .....	100
Şekil 5.45 HPMC/pamuk kumaşları yüzeyinde elektroğirilmiş çift-yüz a) WBPU/BPEI (Mn=1800), b) WBPU /P2Ox, c) WBPU /P2Ox-ko-PEI (orta hidrolizli) ve d) WBPU /LPEI nano-lifli ağ dokuların optik mikroskop görüntüleri .....	101
Şekil 5.46 Elektroğirmede kullanılan çekirdek-kabuk (core-shell) karışımın şematik olarak gösterimi .....	102
Şekil 5.47 Elektroğirmede kullanılan çekirdek-kabuk (core-shell) karışımın genel düzeneğinin fotoğrafik görüntüsü .....	103
Şekil 5.48 Elektroğirmede kullanılan çekirdek-kabuk (core-shell) deney düzeneği .....	104
Şekil 5.49 Çekirdek-kabuk elektro-ğirime işlemi sırasında WBPU ve PEI'nin yüksek voltaj altındaki iğne ucundaki görüntüleri .....	104
Şekil 5.50 HPMC/pamuk kumaşları yüzeyinde jelatin biyopolimeri çekirdek çözeltisinde olacak şekilde elektroğirilmiş a) Jelatin/BPEI (Mn=1800), b) Jelatin/P2Ox, c) Jelatin/P2Ox-ko-PEI (orta hidrolizli) ve d) Jelatin/LPEI nano-lifli ağ dokuların optik mikroskop görüntüleri .....	105
Şekil 5.51 HPMC/pamuk kumaşları yüzeyinde WBPU polimeri çekirdek çözeltisinde olacak şekilde elektro-ğirilmiş a) WBPU/BPEI (Mn=1800), b) WBPU/P2Ox, c) WBPU/P2Ox-ko-PEI (orta hidrolizli) ve d) WBPU/LPEI nano-lifli ağ dokuların optik mikroskop görüntüleri .....	105
Şekil 5.52 Jelatin ile BPEI (P2Ox, P2Ox-ko-PEI veya LPEI) hazırlanan üç farklı morfolojideki (hibrit, çift-yüz ve çekirdek-kabuk) pamuk kumaş yüzeyindeki kompozitlerin kalınlıkları .....	107
Şekil 5.53 WBPU ile BPEI (P2Ox, P2Ox-ko-PEI veya LPEI) hazırlanan üç farklı morfolojideki (hibrit, çift-yüz ve çekirdek-kabuk) pamuk kumaş yüzeyindeki kompozitlerin kalınlıkları .....	107
Şekil 5.54 1H NMR spektra a) PCL-diol b) PEG c) WBPU. ....	108
Şekil 5.55 P2Ox, kısmi hidrolize edilmiş h1P2Ox ve h2P2Ox ve LPEI'nin H-NMR spektrumu .....	110
Şekil 5.56 WBPU polimeri ve bileşenlerinin ATR-FTIR spektrumları .....	111
Şekil 5.57 P2Ox, kısmi hidrolize edilmiş h1P2Ox ve h2P2Ox ve LPEI'nin ATR-FTIR spektrumu .....	112
Şekil 5.58 Saf pamuk, HPMC ve HPMC/pamuk kumaş örneklerine ait ATR-FTIR spektrumu .....	113
Şekil 5.59 Jelatin ile harmanlanmış PEtOx ve PEI türevleriyle hazırlanan ağ dokulu kaplı kumaşlara ait ATR-FTIR spektrumu .....	115
Şekil 5.60 WBPU ile harmanlanmış P2Ox ve PEI türevleriyle hazırlanan ağ dokulu kaplı kumaşlara ait ATR-FTIR spektrumu .....	116
Şekil 5.61 WBPU_PDO (a-d) ve WBPU_BDO'ya (e-h) ait SEM mikrografları, histerezisleri ve FFT dönüşümleri .....	118
Şekil 5.62 Saf pamuk kumaş (a), (b) ve %2,5 HPMC damlatılmış pamuk kumaş ait (c), (d) SEM görüntüleri .....	119

Şekil 5.63 HPMC/pamuk kumaşları yüzeyinde elektro-eğirilmiş hibrit morfolojideki HPMC/pamuk kumaşları yüzeyinde elektro-eğirilmiş hibrit morfolojideki (a-c) jelatin/BPEI/HPMC/pamuk, (d-f) jelatin/P2Ox/HPMC/pamuk, (g-1) Jelatin/P2Ox-ko-PEI/HPMC/pamuk ve (j-1) Jelatin/LPEI/HPMC/pamuk kumaşlara ait SEM mikrografları .....	120
Şekil 5.64 Elektroeğirilmiş hibrit morfolojideki a) jelatin/BPEI (Mn=1800), b) jelatin/P2Ox, c) jelatin/P2Ox-ko-PEI (orta hidrolizli) ve d) jelatin/LPEI nano-lifli ağ dokulara ait lif çaplarının histogramları.....	121
Şekil 5.65 Jelatin ile PEI polimerlerinin hibrit formda elektroğirilmiş liflerin FFT görüntüleri .....	122
Şekil 5.66 HPMC/pamuk kumaşları yüzeyinde elektroeğirilmiş hibrit morfolojideki a-c) WBPU/BPEI (Mn=1800), d-f) WBPU/P2Ox, g-i) WBPU/P2Ox-ko-PEI (orta hidrolizli) ve j-1) WBPU/LPEI nano-lifli ağ dokuların farklı büyütme ölçeklerinde alınmış SEM mikrografları .....	124
Şekil 5.67 Elektroeğirilmiş hibrit morfolojideki a) WBPU/BPEI (Mn=1800), b) WBPU/P2Ox, c) WBPU/P2Ox-ko-PEI (orta hidrolizli) ve d) WBPU/LPEI nanolifli ağ dokulara ait lif çaplarının histogramları .....	125
Şekil 5.68 WBPU ile PEI polimerlerinin hibrit formda elektroğirilmiş liflerin FFT görüntüleri .....	127
Şekil 5.69 (a-c) Jelatin/BPEI/HPMC/pamuk, (d-f) Jelatin/PEtOx/HPMC/pamuk, (g-1) Jelatin/PEtOx-ko-PEI/HPMC/pamuk ve (j-1) Jelatin/LPEI/HPMC/pamuk kumaşlara ait çift yüzlü (Janus) morfolojilerinin SEM görüntüleri .....	129
Şekil 5.70 Elektroeğirilmiş çift-yüz morfolojideki a) jelatin/BPEI (Mn=1800), b) jelatin/P2Ox, c) jelatin/P2Ox-ko-PEI (orta hidrolizli) ve d) jelatin/LPEI nano-lifli ağ dokulara ait lif çaplarının histogramları.....	130
Şekil 5.71 WBPU ile PEI polimerlerinin çift-yüz formda elektroğirilmiş liflerin FFT görüntüleri .....	130
Şekil 5.72 (a-c) Jelatin(çekirdek)/BPEI(kabuk)/HPMC/pamuk, (d-f) jelatin(çekirdek)/P2Ox(kabuk)/HPMC/pamuk, (g-1) Jelatin(çekirdek)/P2Ox-ko-PEI(kabuk)/HPMC/pamuk ve (j-1) Jelatin(çekirdek)/LPEI(kabuk)/HPMC/pamuk kumaşlara ait SEM görüntüleri.....	132
Şekil 5.73 Elektroeğirilmiş çekirdek-kabuk morfolojideki a) jelatin/BPEI (Mn=1800), b) jelatin/P2Ox, c) jelatin/P2Ox-ko-PEI (orta hidrolizli) ve d) jelatin/LPEI nano-lifli ağ dokulara ait lif çaplarının histogramları.....	133
Şekil 5.74 Jelatin ile PEI polimerlerinin çekirdek-kabuk formda elektroğirilmiş liflerin FFT görüntüleri.....	133
Şekil 5.75 (a-c) WBPU(çekirdek)/BPEI(kabuk)/HPMC/pamuk, (d-f) WBPU(çekirdek)/P2Ox(kabuk)/HPMC/pamuk, (g-1) WBPU(çekirdek)/P2Ox-ko-PEI(kabuk)/HPMC/pamuk ve (j-1) WBPU(çekirdek)/LPEI(kabuk)/HPMC/pamuk kumaşlara ait SEM görüntüleri.....	135
Şekil 5.76 WCS5'e ait çekirdek ve kabukta oluşan fiberlerin SEM görüntüsündeki ayrıntılı gösterimi .....	136
Şekil 5.77 Elektroeğirilmiş çekirdek-kabuk morfolojideki a) WBPU/BPEI (Mn=1800), b) WBPU/P2Ox, c) WBPU/P2Ox-ko-PEI (orta hidrolizli) ve d) WBPU/LPEI nano-lifli ağ dokulara ait lif çaplarının histogramları.....	136
Şekil 5.78 WBPU ile PEI polimerlerinin çekirdek-kabuk formda elektroğirilmiş liflerin FFT görüntüleri.....	137

Şekil 5.79 Harici bir kuvvete uygulandığında (a) WBPU4 ve (b) WBPU7'nin dijital görüntüleri .....	140
Şekil 5.80 WBPU4 ve WBPU7'nin gerilim-gerinim grafiği.....	140
Şekil 5.81 WBPU4 ve WBPU7'nin temas açısı değerleri (elektroëirilmiş yüzeydeki su damlasının dijital görüntüleri). b Elektroëirilmiş yüzeye su damlatıldığında elektroëirirmenin 10 saniye sonraki davranışı .....	147
Şekil 5.82 Pamuk kumaş ve HPMC/pamuk kumaş ait temas açısı değerleri ve bu yüzeylerin üzerine temas eden su damlasının ilk anında ve analizden 10 saniye sonraki fotoğraf görüntüleri.....	148
Şekil 5.83 Jelatin veya WBPU polimerleriyle PEI polimerleriyle hibrit morfolojide elektroëirilmiş nano-lifli ağ dokulu ön işlem görmemiş kumaş yüzeylere ait temas açısı değerleri ve bu yüzeylerin üzerine temas eden su damlasının ilk anında ve analizden 10 saniye sonraki fotoğraf görüntüleri.....	150
Şekil 5.84 Elektroëirilmiş lif kaplı pamuk kumaşların E.coli, S.aureus ve C.albicans patojenlerine karşı koruyuculuklarının şematik olarak gösterimi .....	150
Şekil 5.85 Jel/P2Ox-ko-PEI (hibrit), jel/P2Ox-ko-PEI (çift-yüz) ve WBPU/P2Ox-ko-PEI (çekirdek-kabuk) örneklerinin S. aureus ATCC 29213 patojenine karşı 0. ve 1. Saat sonundaki performansları.....	159
Şekil 5.86 jel/P2Ox-co-PEI (hibrit), jel/P2Ox-co-PEI (çift-yüz), jel/BPEI(1800) (çift-yüz), jel/P2Ox (çekirdek-kabuk), WBPU/P2Ox(hibrit) ve WBPU/P2Ox-co-PEI (çekirdek-kabuk) örneklerinin C. albicans ATCC 10231 patojenine karşı 0. ve 1. saat sonundaki performansları .....	160
Şekil 5.87 Yıkama testi sırası ve sonrasında kumaş kompozitlerin dijital fotoğrafları .....	161
Şekil 5.88 Yıkama testi sonrasında kumaş kompozitlerin optik mikroskop görüntüleri .....	162
Şekil 5.89 Sürtme testi öncesinde ve sonrasında kumaş kompozitlerin üzerlerindeki naolifli ağ doku yapıdaki deęişmeleri gösteren dijital fotoğrafları .....	165
Şekil 5.90 Sürtme testi sonrasında kumaş kompozitlerin optik mikroskop görüntüleri .....	166

## ÇİZELGELER DİZİNİ

Çizelge 3.1 Literatürde jelatin polimerleriyle elde edilen elektroğrılmış liflerin antimikrobiyal özelliklerini inceleyen çalışmalar .....	35
Çizelge 3.2 Literatürde poliüretan polimerleriyle elde edilen elektroğrılmış liflerin antimikrobiyal özelliklerini inceleyen çalışmalar.....	41
Çizelge 4.1 WBPU sentezi sırasında yumuşak segment oranının incelenmesi.....	46
Çizelge 5.1 P2Ox-ko-PEI polimerlerin çözünürlük testi .....	53
Çizelge 5.2 WBPU polimeri ve çıkış bileşenlerinin yarı-kantitatif çözünürlük testi sonuçları ..	55
Çizelge 5.3 Jelatin biyopolimerin farklı çözücülerdeki çözünürlüğü .....	56
Çizelge 5.4 Farklı çözücü sistemleriyle hazırlanan jelatin çözeltilerin pH iletkenlik değerleri..	57
Çizelge 5.5 Jelatin biyopolimerinden ön denemeler sonucunda elektro-eğirilmiş lif oluşum parametreleri.....	58
Çizelge 5.6 Jelatin derişiminin lif oluşumuna etkisi .....	62
Çizelge 5.7 Jelatin ile harmanlanmış yapıdaki PEI türevlerinin farklı derişimlerinde oluşan polimerlerinden elektroğirilmiş fiber elde etme koşullarının incelenmesi .....	80
Çizelge 5.8 Pamuk kumaş yüzeyine kaplanmış jelatin ile PEI polimerlerinin hibrit morfolojideki kalınlıkları .....	81
Çizelge 5.9 Sentezlenen WBPU'ların farklı çözücülerdeki çözünme durumları.....	83
Çizelge 5.10 WBPU sentezi sırasında zincir genişletici türünün incelenmesi.....	84
Çizelge 5.11 WBPU ile harmanlanmış yapıdaki PEI türevlerinin farklı derişimlerinde oluşan polimerlerinden elektroğirilmiş fiber elde etme koşullarının incelenmesi.....	93
Çizelge 5.12 Pamuk kumaş yüzeyine elektroğrılmış WBPU ile PEI polimerlerinin çift-yüz morfolojideki kalınlıkları.....	94
Çizelge 5.13 Jelatin ve WBPU çözeltilerinin elektroğirme için kullanılan çözeltilerinin miktarları (çift-yüz).....	96
Çizelge 5.14 Pamuk kumaş yüzeyine elektroğrılmış jelatin veya WBPU ile PEI polimerlerinin çift-yüz morfolojideki kalınlıkları.....	98
Çizelge 5.15 Jelatin ve WBPU polimer çözeltilerinin elektroğirme için kullanılan çözeltilerinin miktarları (Çekirdek-kabuk) .....	103
Çizelge 5.16 Pamuk kumaş yüzeyine elektroğrılmış jelatin veya WBPU ile PEI polimerlerinin çekirdek-kabuk morfolojideki kalınlıkları .....	106
Çizelge 5.17 İşlem görmemiş pamuk kumaş ve elektroğirilmiş nano-lifli ağ dokudaki pamuk kumaşların kopma mukavemeti ve kopma uzaması değerleri .....	138

Çizelge 5.18 İşlem görmemiş pamuk kumaş ve elektro-ēirilmiş nano-lifli aē dokudaki pamuk kumaşların hava geēirgenliēi deēerleri .....	142
Çizelge 5.19 Agar Difüzyon yöntemi ile projede hazırlanan örneklerin E.Coli, S.Aureus ve C. Albicans patojenlerine karşı antimikrobiyal aktivitelerini gösteren inhibisyon çap deēerleri ve örneklerin fotoērafik görüntüleri .....	152
Çizelge 5.20 Agar Difüzyon yöntemi ile projede hazırlanan janus morfolojideki örneklerin E.Coli, S.Aureus ve C. Albicans patojenlerine karşı antimikrobiyal aktivitelerini gösteren inhibisyon çap deēerleri ve örneklerin fotoērafik görüntüleri.....	153
Çizelge 5.21 Agar Difüzyon yöntemi ile projede hazırlanan çekirdek-kabuk morfolojideki örneklerin E.Coli, S.Aureus ve C. Albicans patojenlerine karşı antimikrobiyal aktivitelerini gösteren inhibisyon çap deēerleri ve örneklerin fotoērafik görüntüleri.....	154
Çizelge 5.22 Agar Difüzyon yöntemi ile projede hazırlanan örneklerin E.Coli, S.Aureus ve C. Albicans patojenlerine karşı antimikrobiyal aktivitelerini gösteren inhibisyon çap deēerleri ve örneklerin fotoērafik görüntüleri .....	158
Çizelge 5.23 Agar Difüzyon yöntemi ile projede hazırlanan örneklerin yıkama testi sonrası S.Aureus patojenine karşı antimikrobiyal aktivitelerini gösteren inhibisyon çap deēerleri ve örneklerin fotoērafik görüntüleri .....	163
Çizelge 5.24 Agar Difüzyon yöntemi ile projede hazırlanan örneklerin yıkama testi sonrası C. Albicans patojenine karşı antimikrobiyal aktivitelerini gösteren inhibisyon çap deēerleri ve örneklerin fotoērafik görüntüleri .....	164
Çizelge 5.25 Agar Difüzyon yöntemi ile projede hazırlanan örneklerin sürtme testi sonrası S.Aureus patojenine karşı antimikrobiyal aktivitelerini gösteren inhibisyon çap deēerleri ve örneklerin fotoērafik görüntüleri .....	167
Çizelge 5.26 Agar Difüzyon yöntemi ile projede hazırlanan örneklerin sürtme testi sonrası C. Albicans patojenine karşı antimikrobiyal aktivitelerini gösteren inhibisyon çap deēerleri ve örneklerin fotoērafik görüntüleri .....	167
Çizelge 5.27 Elektroeēirilmiş liflerin patojenlere karşı koruma alanlarının karşılaştırılması....	168

## 1. GİRİŞ

Antimikrobiyal direnç hızla artarken, zararlı bakterilere karşı kalıcı koruma sağlayan yeni malzemelere olan talep kritik hale geliyor. Antibiyotik dirençli bakteriler ve mantarlar, geleneksel ilaçların azalan etkinliği nedeniyle hastalıkların yönetilmesinin giderek zorlaşmasıyla halk sağlığı için önemli bir risk oluşturuyor. Dünya Sağlık Örgütü, herhangi bir önlem alınmazsa antibiyotik direncinin 2050 yılına kadar yılda 10 milyona kadar ölüme yol açabileceğini tahmin ediyor (Organization 2014). Bu artan zorluk hem mikrobiyal çoğalmayı engelleyebilen hem de zorlu çevre koşullarına dayanabilen malzemeler yaratmanın gerekliliğini vurguluyor. Sağlık hizmetlerinin ötesinde, kişisel koruyucu ekipman ve biyomedikal tekstiller gibi sektörler, sürdürülebilirlik hedefleriyle uyumlu olurken dayanıklılık ve antibakteriyel özellikler sağlayan gelişmiş malzemeler peşinde koşuyor. Malzeme araştırmalarının geleceği, ekolojik etkiyi en aza indirirken üstün performans sağlayan çevresel olarak sürdürülebilir alternatifler geliştirmeye odaklanmıştır (Shirvan ve Nouri 2020).

Sürdürülebilirlik, yeni nesil malzemelerin ilerlemesinde önemli bir faktördür. Petrol türevi polimerlerden yenilenebilir, biyolojik olarak parçalanabilir ve suda çözünür alternatiflere geçiş dünya çapında bir ihtiyaçtır. Avrupa Yeşil Mutabakatı gibi girişimler, uçucu organik bileşiklerin azaltılmasını ve malzeme üretiminde daha sürdürülebilir teknolojilerin kullanılmasını savunmaktadır (Halios vd. 2022). WBPU'lar, tehlikeli çözücülere olan ihtiyacı ortadan kaldırdıkları için çevre dostu özellikleri nedeniyle giderek daha fazla kabul görmektedir (Santamaria-Echart vd. 2021).

Bu tez çalışmasında, ilk aşama olarak üç ayrı zincir genişleticisi (PDO, BDO, gliserol) ile WBPU'nun sentezlenmesi ve ardından P2Ox polimerinin hidrolizlenmesi sonucu P2Ox-ko-PEI polimerinin sentezlenmesi hedeflendi. Ardından, ayrı ayrı olacak şekilde hem jelatin biyopolimerinden hem de WBPU'dan uygun koşullarda lif elde edilebilmesi için çeşitli parametrelerin değerlendirilmesi amaçlandı. Daha sonra, uygun koşullara hem jelatin biyopolimerinden hem de WBPU'dan lif elde edildikten sonra, bu polimerlere BPEI, P2Ox, P2Ox-ko-PEI ve LPEI polimerleriyle üç farklı morfolojide; hibrit (harman), çift-yüz (janus) ve çekirdek-kabuk şeklinde pamuk kumaş yüzeyinde elektro-eğrilmiş lif

kompozitleri elde edilmesi hedeflendi. Oluřturulan bu elektro-eęrilmiř lif kaplı pamuk kumař kompozitlerde hibrit, çift-yüz ve çekirdek-kabuk yapılarının yapısal ve morfolojik karakterizasyonu yapılması hedeflendikten sonra antibakteriyel özelliklerinin incelenmesi hedeflendi. Bu çalışma, dayanıklı ve çevresel olarak sürdürülebilir antibakteriyel malzemelere olan temel ihtiyacı önemli ölçüde ele alarak koruyucu ve sürdürülebilir tekstillerin ilerlemesine katkıda bulunmaktadır.

## 2. TEKSTİL LİFLER

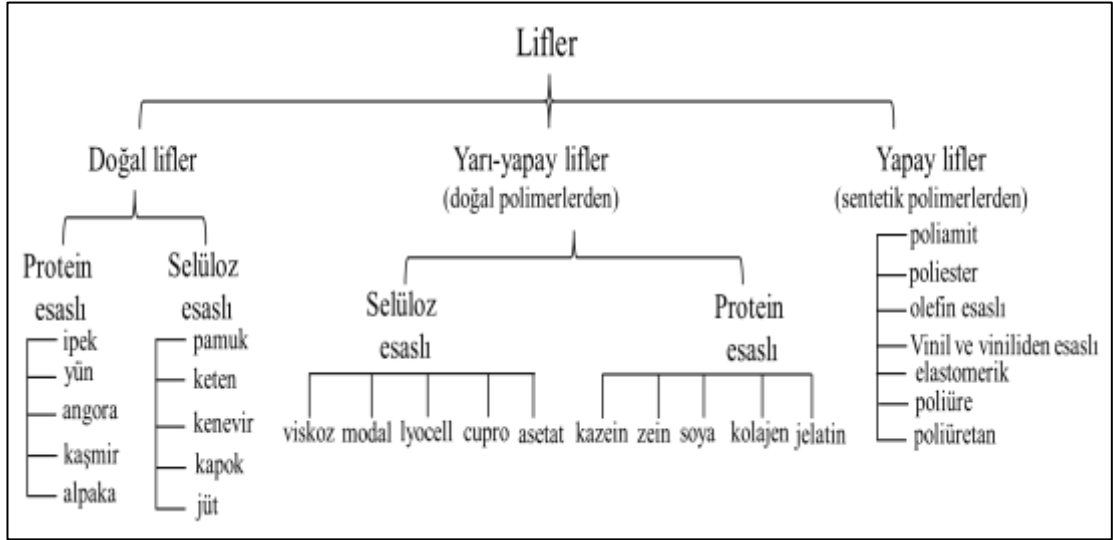
Lif, en genel anlamıyla esnek, makroskopik açıdan homojen, uzunluk/çap oranı çok büyük olan maddeler şeklinde tanımlanır. Bir malzemenin lif tanımına girebilmesi için, uzunluk/çap oranının en az 100 olması gerektiği varsayılır (Saçak 2002). Lifler hangi kaynaktan elde edilirse edilsin genelde yapısal açıdan bir polimer üründür. Polimerik yapıda olmayan lifler (metalik lifler gibi) bulunsa da bu tür liflerin polimerik liflere göre üretim miktarları ve kullanım alanları oldukça sınırlıdır. Bu nedenle, liflerin temel ve karakteristik özelliklerini incelerken kendisini oluşturan polimeri göz önüne almak gerekir. Lif oluşturabilen polimerlerin son ürüne dönüştürüldüğü: en önemli endüstri dalları tekstil endüstrisi olup girdilerini ise hem doğal hem de yapay kaynaklardan sağlar. Tekstil lifleri, dokuma veya örme yoluyla kumaşların oluşturulmasında kullanılan ipliklerin temel yapı taşlarını oluşturan işlenmemiş ham maddelerdir.

### 2.1 Liflerin Sınıflandırılması

Şekil 2.1.1’de liflerin kökenlerine göre *doğal lifler*, *yarı-yapay* ve *yapay lifler* olmak üzere üç ana sınıfa ayrıldığı görülmektedir. Doğal lifler organik kaynaklardan elde edilir ve genellikle ilk temizleme prosedürünün ardından kapsamlı bir işlem yapılmadan dokuma için kullanılabilir. Bu liflerin polimerlerinin üretimi ve polimerin liflere dönüştürülmesi otomatik bir süreç olup insan emeği gerektirmeden hazırlanır. Bitkiler, hayvanlar ve mineraller doğal liflerin birincil kaynaklarıdır.

Diğer birincil kategori olan *yarı-yapay* lifler ise *doğal polimerlerden* elde edilir. Şekil 2.1’de doğal polimerlerden elde edilen liflerin iki ayrı alt kategoriye sınıflandırılmasını göstermektedir: selüloz esaslı lifler ve protein esaslı lifler. Doğal kaynaklardan elde edilen bir polimer, insan emeği tarafından gerçekleştirilen uygun prosedürler yoluyla lif haline dönüştürülürse yarı sentetik lif olarak da sınıflandırılabilir.

Sentetik polimerlerden elde edilen lifler ise yapay (sentetik) lif olarak adlandırılabilir (Saçak 2002). Polimerin tamamen sentezlenmesi ve ardından liflere dönüştürülmesiyle üretilen bir lif olarak tanımlanır.



Şekil 2.1 Liflerin elde edildikleri kaynaklara göre sınıflandırılması

### 2.1.1 Doğal lifler

**Protein esashı doğal lifler:** Protein esashı doğal lifler, yüksek mol kütleli polimerlerin düzenli yapılarından oluşan ve doğada bulunan en eski ve en değerli tekstil materyallerinden biridir. İpek, yün, angora, kaşmir ve alpaka gibi lifler, protein zincirlerinin düzenli bir şekilde dizilmesiyle karakterize edilir. Bu lifler hem yüksek mukavemetleri hem de mükemmel termal yalıtım özellikleri ile tanınır. İpek, fibroin adı verilen bir protein içerirken; yün, angora, kaşmir ve alpaka gibi diğer lifler keratin yapısına sahiptir. Bu liflerin doğal yapıları, yüksek esneklik, yumuşaklık ve nem yönetimi gibi özellikler sunar, bu da onları lüks tekstil ürünlerinde tercih edilen materyaller haline getirir. Bu liflerin yapısal özelliklerinin ve işlenme yöntemlerinin anlaşılması, ileri düzeyde biyopolimer tabanlı uygulamaların geliştirilmesine katkı sağlamaktadır.

***Selüloz esaslı doğal lifler*** : Selüloz esaslı doğal lifler, doğadaki en bol bulunan organik polimerlerden biri olan selülozun yapısal birimlerinden oluşur ve pamuk, keten, kenevir, kapok ve jüt gibi lifleri içerir. Bu lifler, selülozun kristal yapısı ve hidrojen bağları sayesinde yüksek mekanik mukavemet, iyi nem emilimi ve biyobozunurluk gibi üstün özellikler sunar. Pamuk, tekstil endüstrisinde en yaygın kullanılan selülozik liflerden biridir ve yüksek saflıkta selüloz içerir. Keten, kenevir, kapok ve jüt ise daha sert yapılı selüloz lifler olup, özellikle dayanıklılık ve çevre dostu uygulamalarda tercih edilir. Selüloz esaslı liflerin kimyasal modifikasyonu, biyopolimerlerin fonksiyonel hale getirilmesi ve sürdürülebilir malzemelerin geliştirilmesi açısından büyük bir potansiyel taşımaktadır.

### **2.1.2 Yarı yapay lifler**

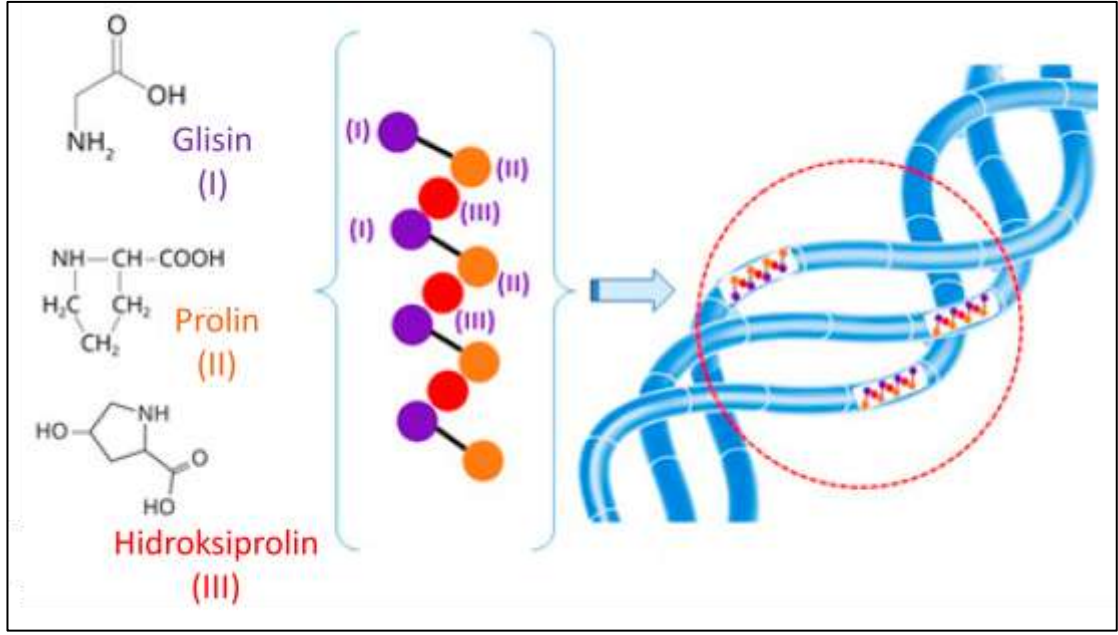
#### **Doğal polimelerden elde edilen lifler**

***Selüloz esaslı:*** Selüloz esaslı doğal polimerlerden üretilen viskoz, modal, liyosel, cupro ve asetat gibi lifler, selülozun kimyasal olarak işlenmesiyle elde edilen yarı sentetik materyallerdir. Bu lifler, doğadaki selülozun çözünerek yeniden şekillendirilmesiyle üretilir ve hem doğal hem de sentetik liflerin avantajlarını bir araya getirir. Viskoz, modal ve liyosel, selülozun farklı çözücüler ve üretim süreçleri ile işlenmesi sonucunda elde edilen liflerdir ve genellikle yüksek nem emilimi, yumuşaklık ve parlaklık özellikleri ile tanınırlar. Cupro, bakır amonyum prosesi ile selülozun çözünmesiyle üretilir ve özellikle ince ve hafif tekstil ürünlerinde kullanılır. Asetat ise, selülozun asetilasyonu ile elde edilen bir polimer olup, ipeksi bir doku ve parlaklık sunar. Bu lifler, selülozun kimyasal modifikasyonu ile elde edilen yapıların çeşitliliğini ve bu yapıların tekstil endüstrisindeki uygulama potansiyelini göstermesi bakımından önemli bir yere sahiptir.

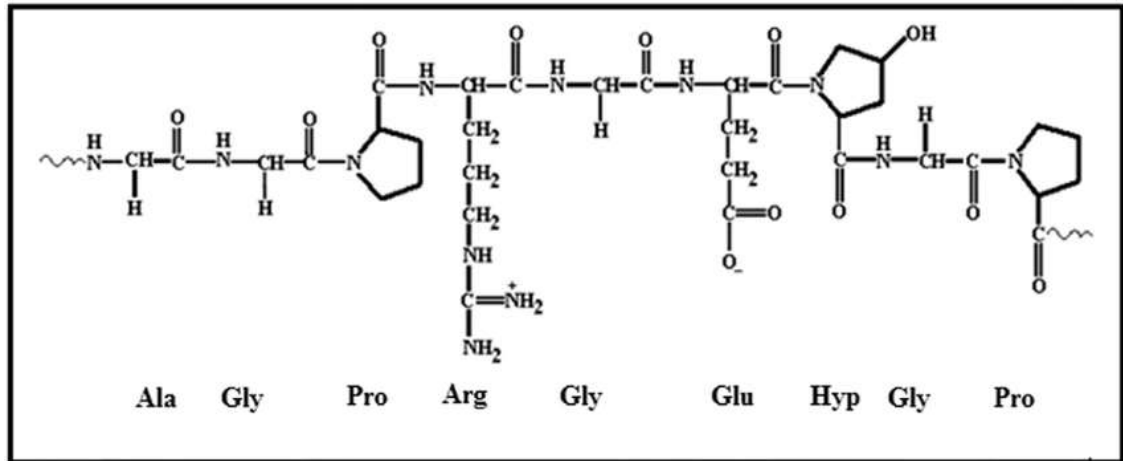
***Protein esaslı:*** Protein esaslı doğal polimerler olan kazein, zein, soya, kolajen ve jelatin, lif üretiminde büyük bir potansiyele sahip biyo-bazlı materyallerdir. Bu proteinler, çevre dostu ve biyobozunur özellikleriyle dikkat çekerken, kimyasal olarak işlenerek çeşitli lif formlarına dönüştürülebilirler. Kazein ve zein, süt ve mısırdan elde edilen proteinler olup, özellikle gıda ambalajları ve tekstil endüstrisinde kullanılabilecek liflerin üretiminde

önemlidir. Soya proteini, zengin amino asit içeriğiyle, biyomedikal uygulamalarda ve tekstil liflerinde kullanıma uygundur.

Kolajen ve jelatin, özellikle biyomedikal alanda yara örtüleri ve doku mühendisliği uygulamaları için lif üretiminde tercih edilen proteinlerdir. Bu proteinler, uygun çözücü ve işleme koşulları altında kolayca lif formuna dönüştürülebilir, bu da onları sürdürülebilir ve yenilikçi lif materyalleri olarak öne çıkarır. Şekil 2.2-3'de kolajen ve jelatinin yapısı gösterildi (Devi vd. 2017, Ryabov vd. 2024). Kolajenin ana yapısı belirgin bir üçlü sarmal yapılandırmasıyla ayırt edilir. Glisin, prolin ve hidrokisprolin bakımından zengin üç polipeptit zinciri, bu sağlam, ip benzeri yapıyı oluşturmak için iç içe geçer. Jelatin, kolajenin üçlü sarmalını daha kısa polipeptit zincirlerine ve tek tek amino asitlere ayıran bir işlem olan hidroliz yoluyla kolajenden üretilir. Bu bozulma, başlangıçtaki sert yapının bozulmasına yol açar. Kolajen, genellikle 300 kDa'nın üzerinde olan önemli bir moleküler ağırlığa sahiptir ve bu, tam üçlü sarmal yapısına atfedilir. Kolajenin hidroliz işlemi sırasında, jelatin proteinin moleküler ağırlığını önemli ölçüde azaltır. Hidroliz derecesine bağlı olarak normalde bu aralık birkaç kDa ile 200 kDa arasında değişebilmektedir. Çözünürlük açısından bakıldığında kolajen düşük sıcaklık (genellikle  $T < 25$ ) suda çözünmez ancak sıcaklık yükseldikçe  $T > 40$  olduğundan suda çözülür ve viskoz bir çözelti oluşturur. Jelatinin daha kısa zincirleri olduğundan dolayı olması sebebiyle suda çözünürlüğünü kolaylaştırır. Jelatin, ısıya duyarlı tersinir jeller oluşturma konusunda belirgin bir yeteneğe sahiptir. Soğutulduğunda, jelatin molekülleri suyu hapseden üç boyutlu bir ağ oluşturur ve bu da jel oluşumuyla sonuçlanır.



Şekil 2.2 Kolajen proteininin üçlü sarmal yapısı (Ryabov vd. 2024)



Şekil 2.3 Jelatin proteininin kimyasal yapısı (Devi vd. 2017)

### 2.1.3 Yapay lifler

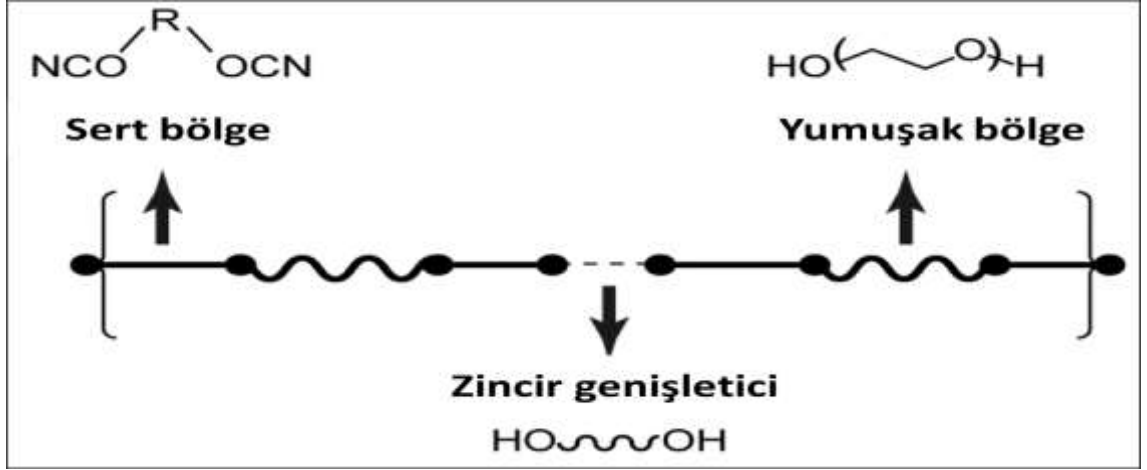
Sentetik polimerlerden elde edilen lifler, modern tekstil endüstrisinde geniş bir yelpazede uygulama bulan ve üstün mekanik ve kimyasal özellikleri ile dikkat çeken materyallerdir. *Poliamid* (örneğin, naylon), polimerizasyon yoluyla elde edilen uzun zincirli moleküllerden oluşur ve yüksek mukavemeti, aşınma direnci ve elastikiyeti ile bilinir. Bu özellikler, poliamid liflerini özellikle dayanıklılık gerektiren tekstil ürünlerinde, örneğin spor giysileri ve endüstriyel uygulamalarda vazgeçilmez kılar. *Poliesterler*, genellikle

tereftalik asit ve etilen glikolün polimerizasyonu ile elde edilen polimerlerdir ve yüksek çekme mukavemeti, kimyasal direnç ve düşük nem emilimi gibi özellikler sergiler. Bu özellikler, poliester liflerini giysi, ev tekstili ve endüstriyel uygulamalarda yaygın hale getirir.

*Olefin esaslı lifler*, polipropilen ve polietilen gibi polimerlerden üretilir ve düşük yoğunlukları, kimyasal dirençleri ve hidrofobik yapıları ile öne çıkar. Bu lifler, özellikle hafiflik ve dayanıklılık gerektiren dış mekân tekstil ürünlerinde ve ambalaj malzemelerinde kullanılır. *Vinil ve viniliden esaslı lifler*, polivinil klorür ve poliviniliden klorür gibi polimerlerden türetilir ve genellikle suya, kimyasallara ve UV ışınlarına karşı yüksek direnç gösterir. Bu özellikler, onları su geçirmez kumaşlar ve koruyucu giysiler için ideal kılar.

*Poliüre esaslı lifler* ise, yüksek mukavemet, kimyasal direnç ve esneklik sunan bir başka elastomerik malzeme türüdür ve özellikle zorlu çevresel koşullar altında performans göstermesi gereken uygulamalarda tercih edilir. Sentetik polimerlerden elde edilen bu lifler, kimyasal yapılarına ve üretim süreçlerine bağlı olarak, çok çeşitli özellikler sunar ve böylece tekstil endüstrisinin ihtiyaçlarını karşılamak için özelleştirilebilir.

*Poliüretan (PU) esaslı lifler*, termoplastik elastomer özellikleri sergileyen ve esneklik, dayanıklılık ve kimyasal direnç gibi üstün özellikleri ile bilinen sentetik polimer lifleridir. Poliüretan lifler, poliollerin ve diizosiyanatların reaksiyonu ile elde edilen blok kopolimer yapısına sahiptir. Yapısal olarak, sert ve yumuşak segmentlerden oluşan bu blok kopolimer yapısı, liflere hem yüksek esneklik hem de dayanıklılık kazandırır (Lowinger vd. 2018). Sert segmentler, moleküller arası kuvvetleri artırarak mekanik mukavemet sağlar; yumuşak segmentler ise elastikiyeti ve geri dönüş yeteneğini arttırarak lifin uzama kabiliyetini destekler. Bu özellikler, poliüretan lifleri özellikle spor giyim, iç giyim, esnek tekstil ürünleri ve medikal uygulamalar için ideal hale getirir.



Şekil 2.4 Poliüretanın kimyasal yapısı (Lowinger vd. 2018)

PU liflerin en yaygın ticari formu spandeks olarak bilinir. Spandeks, yüksek elastikiyet kabiliyeti sayesinde, esneme ve büzülme özelliklerine ihtiyaç duyulan tekstil ürünlerinde kullanılır. Bu liflerin bir diğer önemli avantajı, uzun süreli kullanımda bile elastikiyetlerini kaybetmemeleridir. Ayrıca PU lifler, kimyasal direnci ile birçok solvente ve yağa karşı dayanıklıdır, bu da onları endüstriyel uygulamalar için uygun kılar. PU lifler aynı zamanda biyomedikal uygulamalarda da kullanılır, çünkü elastik yapıları doku mühendisliği ve yara örtüleri gibi alanlarda fayda sağlar.



Şekil 2.5 Spandeks ile ilgili tekstil malzemeleri

PU, mekanik, termal ve faz davranış özelliklerini tanımlamada önemli olan yumuşak ve sert segmentlerin dönüşümlü olarak bir araya gelmesiyle oluşan segmentli bir blok kopolimerdir. Yumuşak segmentler, polieter veya polyester polioller gibi uzun zincirli poliollerden kaynaklanır. Sert segmentler diizosiyanatlar ve zincir uzatıcılar ise genellikle düşük molekül ağırlıklı dioller veya diaminler arasındaki etkileşimden kaynaklanır (Jiang vd. 2018).

İzosiyanatlar ve zincir uzatıcılar arasındaki reaksiyonlarla oluşan sert segmentler, esas olarak üretilen ve üretilen grupları arasındaki hidrojen bağı olmak üzere sağlam moleküller arası etkileşimler nedeniyle sert bölgeler oluşturur (Tatai vd. 2007). Bu sert bölgeler, polimerin çekme mukavemetini, sertliğini ve termal kararlılığını artıran fiziksel çapraz bağlar olarak işlev görür (Han vd. 2011, Castillo-Cruz vd. 2019). Sert ve yumuşak segmentler arasındaki faz ayrımının derecesi çok önemlidir; sert segmentler genellikle yumuşak, esnek bölgelerden ayrı mikro bölgelere kümelenir. Bu faz ayrımı mekanik özellikleri iyileştirir, çünkü sert kısımlar yapısal bütünlük sağlarken yumuşak segmentler elastikiyet ve esnekliği destekler.

Uzun polioller zincirlerinden kaynaklanan yumuşak segmentler, yüksek zincir hareketliliği ve düşük cam geçiş sıcaklığı ( $T_g$ ) ile karakterize edilen amorf bölgeler sağlar ve polimere esneklik ve uzama yetenekleri kazandırır (Ziegler vd. 2018). Bu segmentler PU'lara esneklik kazandırır ve düşük sıcaklık koşullarında işlevselliklerini sağlar (Rinke 1962). Sert ve yumuşak segmentler arasındaki faz ayrımının derecesi, malzemenin performansının kritik bir belirleyicisidir ve daha fazla ayrım, gelişmiş elastomerik özelliklerle sonuçlanır.

Bütandiol veya etilen diamin gibi zincir genişleticiler, sert segment bileşimini ayarlama da önemlidir (Yen vd. 2003). Zincir genişleticiler, diizosiyanatlarla etkileşimleri yoluyla çapraz bağlar arasındaki moleküler ağırlığı yükseltir, böylece malzemenin sertliğini, çekme mukavemetini ve ısı direncini artırır (Mustapha ve Andou 2021). Zincir uzatıcıların konsantrasyonu ve seçimiyle yönetilen sert ve yumuşak segment içeriği arasındaki denge, PU özelliklerinin hassas bir şekilde ayarlanmasını kolaylaştırır ve esnek

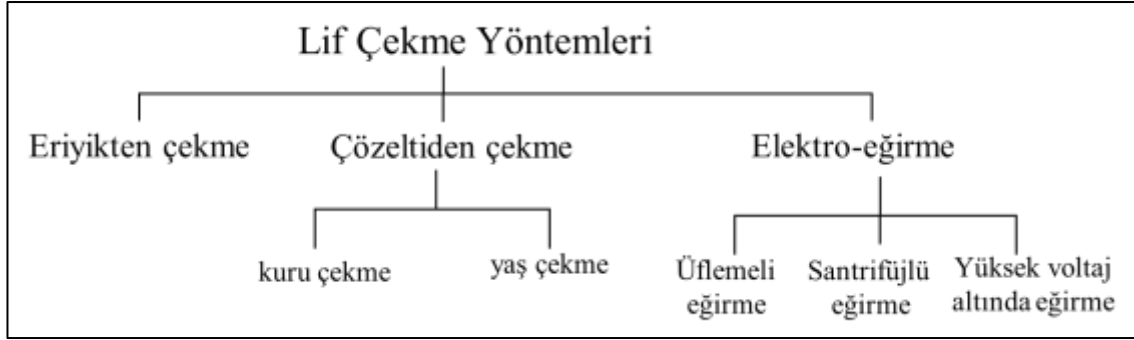
köpüklerden sert plastiklere kadar uzanan uygulamalar için uygun hale getirir (Sriram vd. 2000, Lei vd. 2014).

Sert ve yumuşak segmentlerin dönüşümlü olarak yer aldığı PU'ların ayırt edici mimarisi ve zincir uzatıcıların sert segmentlerin özelliklerini belirlemedeki temel işlevi, bu polimerlerin mekanik, termal ve faz davranışlarını anlamak için önemlidir. Bu yapısal denge, PU'ların birçok endüstriyel uygulamada uyarlanabilirliğini destekler.

PU liflerin özellikleri, kullanılan poliollerin ve diizosiyanatların türüne, sert-yumuşak segment oranlarına ve üretim koşullarına bağlı olarak özelleştirilebilir. Çözeltiden veya eriyikten lif çekme yöntemleriyle üretilen poliüretan lifler, tekstil endüstrisinde yaygın olarak kullanılır ve geniş uygulama alanlarına hitap eder. Ayrıca, bu liflerin üretim süreçleri, çevresel etkileri azaltmak amacıyla su bazlı poliüretan sistemleri gibi daha sürdürülebilir teknolojilerle geliştirilmeye devam etmektedir.

### 3. LİF ÇEKME YÖNTEMLERİ

Lif verebilecek bir maddenin uygun işlemlerden geçirilerek lif geometrisinde şekillendirilmesi lif çekme olarak tanımlanır. Çoğu lifin yapısı polimerik olduğu için bu yöntemler incelenirken polimerlere uygulanan lif çekme işlemleri göz önüne alınır (Saçak 2002).



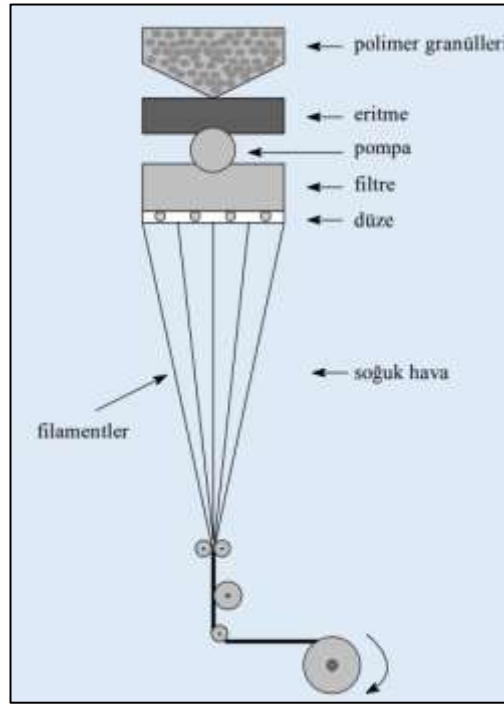
Şekil 3.1 Lif çekme yöntemleri

#### 3.1 Eriyikten Çekme Yöntemi

Polimerler eriyik halinde ya da çözülteleri halinde düzelerden basılarak filamentlere dönüştürülürler(Saçak 2002). Erimiş polimerin lif çekiminde kullanılması eriyikten çekme olarak tanımlanır. Uygulanabilirliği en kolay lif çekme yöntemi olmakla beraber, polimer öncelikle eritilir, süzülür ve basınç uygulanarak sabit bir hızla düzeler basılır. Eriyik eğirme, polimer peletlerinin veya granüllerinin sıvılaştırılıp bir eğirme memesinden geçirilerek lifler üretildiği yaygın bir elyaf üretim tekniğidir. Çözelti tabanlı yöntemlerin aksine, eriyik eğirme çözücülere olan ihtiyacı ortadan kaldırarak ekolojik olarak daha sürdürülebilir ve büyük ölçekli üretim için ekonomik olarak uygulanabilir hale getirir. Bu teknik, polipropilen, polietilen tereftalat ve naylon gibi çeşitli termoplastik polimerler için geçerlidir ve tekstil üretimi ve yüksek performanslı uygulamalar için vazgeçilmez hale getirir. Eriyik eğirme işlemi sırasında polimerlerin moleküler dinamiklerini anlamak, mekanik mukavemet, termal kararlılık ve biyolojik olarak parçalanabilirlik dahil olmak üzere elyaf özelliklerini geliştirmek için çok önemlidir.

Eriyik eđirmenin temel yn, polimerin termal geiř zellikleri, yani erime sıcaklıđıdır ( $T_m$ ). Polimerler, eđirme memesinden akabilen homojen bir eriyik elde etmek iin  $T_m$ 'lerini ařan bir sıcaklıđa ısıtılmalıdır. Polietilen tereftalat ve naylon gibi yarı kristalin polimerler iin  $T_m$ , elyaf řeklini etkileyen nemli bir parametredir. Elyafta elastikiyet ve esneklik sađlayan amorf alanların yanı sıra mukavemet sađlayan kristalin yapılarda da dikkatlice deđerlendirilmelidir.

$M_w$  ve dađılımı (PDI), polimerin eriyik viskozitesini belirlemede temel faktrlerdir. Yksek molekler ađırlıđa sahip polimerler genellikle artan eriyik viskozitesine sahiptir ve bu da aynı anda daha gl elyaflar retirken ekstrzyonda zorluklar yaratır. Buna karřılık, dřk molekler ađırlıklı polimerler ekstrde edilmesi daha kolaydır ancak daha zayıf elyaflar sađlayabilir. Eriyik eđirmede, iřlenebilirliđi elyafın gerekli mekanik nitelikleriyle uzlařtırmak iin  $M_w$  ve PDI'sı en st dzeye ıkarmak gerekebilir.



řekil 3.2 Eriyikten ekme yntemi (Saak 2002)

Yüksek sıcaklıkta eriyik eğirme sürecinde, polimerler ısı bozulmasına karşı hassastır. Bu bozulma, nem varlığında zincir kopması, oksidasyon veya hidroliz yoluyla gerçekleşebilir. Polimerin ısı kararlılığını ve bozulmasını önlemek için uygun stabilizatörleri entegre edilebilir. Antioksidanlar, UV stabilizatörleri ve termal stabilizatörler, bozulma süreçlerini engellemek için polimer eriyiğine dahil edilebilir. Bir diğer önemli faktör ise plastikleştiricilerin ve diğer işleme katkı maddelerinin kullanımınıdır. Yüksek eriyik viskoziteleri gösteren bazı polimerler için plastikleştiriciler erime sıcaklığını düşürebilir ve akış özelliklerini iyileştirebilir. Bununla birlikte, plastikleştiriciler liflerin nihai mekanik özelliklerini ve dayanıklılığını etkileyebilir. Katkı maddesi yükünü dengelemek, özellikle endüstriyel tekstiller veya tıbbi implantlar gibi uygulamalarda belirli performans kriterlerini karşılayan yüksek kaliteli lifler üretmek için önemlidir. Eriyiği sürekli filamentlere dönüştüren çok delikli bir kalıp olan bir düze aracılığıyla erimiş polimerin ekstrüzyonunu gerektirir. Düzenin konfigürasyonu ve geometrisi, elyafın çapını ve kesit morfolojisini etkilemede önemli bir araçtır. Elyafın moleküler mimarisi tarafından şekillendirilen polimer eriyiğinin reolojisi, eriyiğin düzeden akışının verimliliğini belirler. Dallanmış veya çapraz bağlı polimerler, ekstrüde edilen elyafların düzenliliğini etkileyen Newtonyen olmayan akış özelliklerine sahip olabilir. Zayıf eriyik elastikiyeti gösteren polimerler, "köpekbalığı derisi" veya eriyik kırılması gibi kusurlara yol açan düzensiz veya dengesiz elyaflar üretebilir. Dikkate alınması gereken bir diğer faktör ise ekstrüde edilen elyafın soğuma hızıdır. Erimiş polimer, düzeden çıktıktan sonra hızla soğutulmalı ve sertleştirilmelidir. Soğutma hızı, polimerin kristalleşme kinetiğini doğrudan etkiler. Hızlı bir soğutma hızı kristalleşmeyi engelleyerek, esnekliği artırılmış ancak çekme mukavemeti azaltılmış amorf lifler elde edilmesini sağlayabilir. Tersine, düzenlenmiş soğutma kristal alanların oluşumunu kolaylaştırır ve böylece liflerin mukavemetini ve modülünü artırır. Polimerin kristalleşme davranışını anlamak, lif özelliklerini iyileştirmek için eriyik eğirme işleminde soğutma profilini değiştirmek için önemlidir.

Ekstrüzyon ve soğutmadan sonra, eriyik eğirme lifleri genellikle mekanik özelliklerini geliştirmek için çekme ve tavlama gibi eğirme sonrası işlemlerden geçer. Çekme, polimer zincirlerini yönlendirmek için lifleri uzatmayı gerektirir, böylece çekme mukavemeti ve modülü iyileşir. Bu yöntem, yarı kristalin polimerlerde daha fazla kristalleşmeyi

kolaylaştırırken amorf alanlardaki yönlendirmeyi iyileştirir. Çekme oranının düzenlenmesi, çekme mukavemeti ile kopma uzaması arasındaki dengeyi optimize etmek için çok önemlidir. Aşırı çekme, lif kırılma noktasına neden olabilirken, yetersiz çekme zayıf liflere yol açar. Tavlama, lifleri erime noktalarının altındaki bir sıcaklığa ısıtmayı içeren daha ileri bir eğirme sonrası işlemdir. Bu prosedür, eğirme ve çekme sırasında oluşan iç gerilmelerin hafifletilmesini kolaylaştırır ve böylece boyutsal kararlılığı iyileştirir. Bazı polimerlerde, tavlama ikincil kristalleşmeyi kolaylaştırabilir, böylece lif mukavemetini artırabilir. Sıcaklık ve süre dahil olmak üzere tavlama parametrelerinin titizlikle seçilmesi, gerekli kristallik ve mekanik özellikleri elde etmek için esastır. Eriyik eğirme, giyim, halı, endüstriyel tekstil ve filtreleme ortamı gibi çeşitli uygulamalarda kullanılan elyafların üretiminde tercih edilen tekniktir. Sürecin uyarlanabilirliği, polimer kimyasındaki gelişmelerle birlikte, özel uygulamalar için yüksek performanslı elyafların oluşturulmasını kolaylaştırmıştır. Polimer eriyiğine grafen veya karbon nanotüpler gibi nanomalzemelerin dahil edilmesi, iletken veya yüksek mukavemetli elyaflar üretebilir ve dolayısıyla potansiyel uygulama kapsamını genişletebilir (Islam vd. 2022). Son zamanlarda, eriyik eğirme için biyolojik olarak parçalanabilir ve biyo-bazlı polimerlerin geliştirilmesine olan ilgi artmaktadır (Gajjar vd. 2021). Polilaktik asit (PLA) gibi polimerler, PET ve PP gibi petrol türevi polimerlerin sürdürülebilir ikameleri olarak araştırılmaktadır. Geleneksel sentetik liflerin performans standartlarını karşılamak için biyo-bazlı polimerlerin termal ve mekanik özelliklerini geliştirmek ve aynı zamanda eriyik eğirme işleminin verimliliğini ve ölçeklenebilirliğini sağlamaktır.

Eriyik eğirme lif eğirme tekniği, polimer kimyası, reoloji ve termal dinamiklerin karmaşık bir etkileşimini içerir. Artan sıcaklıklarda polimer davranışının kapsamlı bir şekilde anlaşılması, katkı maddelerinin ve işlem sonrası prosedürlerin dikkatli bir şekilde uygulanması, optimum özelliklere sahip yüksek kaliteli liflerin üretimi için çok önemlidir. Sürdürülebilir ve yüksek performanslı liflere olan artan ihtiyaç, kaçınılmaz olarak polimer biliminde çığır açacak ve eriyik eğirme teknolojisinde yeniliklere yol açacaktır.

## 3.2 Çözeltiden Çekme Yöntemi

Lif eldesinde kullanılan en eski ve ilk yöntemdir (Saçak 2002). Yaş çekme ve kuru çekme olarak ikiye ayrılır. Polimerin viskoz çözeltisi hazırlanarak doğrudan düzelere basılır. İlk yöntemde, düze deliklerinden geçen polimer çözeltisi üzerine sıcak hava veya inert bir gaz akımı gönderilerek çözücü uzaklaştırılır ve polimer çözeltisinin filament halinde katılaşması sağlanır. Diğer yöntemde ise, kuru çekme yöntemine benzer şekilde öncelikle lif haline getirilecek polimerin viskoz çözeltisi hazırlanır. Daha sonra bu çözelti koagülasyon banyosuna basılır. Koagülasyon banyosu polimer için çöktürücü olan bir sıvı içerir. Bu sıvı aynı zamanda polimerin çözücüsü ile iyi karışabilir olmalıdır. Bu sıvı ile karşılaşan polimer koagüle olurken (pıhtılaşma) çözücüsü banyoya geçer. Ancak bu yöntemde çöktürme banyosundan alınan filamentlerden polimerin çözücüsü veya çözdürme banyosundan kaynaklanan kirliliklerin uzaklaştırılması için filamentlerin ayrıca yıkanarak temizlenmesi gerekir. Yaş çekimin ana noktasını çözücünün polimer çözeltisinden çöktürme banyosuna alınması oluşturur.

Elyaf üretimi için çözüme dayalı teknikler, polimerlerin çözücülerde çözülmesini ve ardından bir düze kullanılarak elyaflara ekstrüzyonunu gerektirir. Bu teknolojiler, özellikle eriyik eğirme için yeterli sıcaklık kararlılığından yoksun olan çeşitli polimerleri işlemedeki uyarlanabilirlikleri nedeniyle elyaf üretiminde yaygın olarak kullanılır. Çözeltiden çekme yöntemine dayalı eğirme yöntemleri (yani yaş çekme ve kuru çekme) elyaf şekli, yapısı ve yüzey özellikleri üzerinde önemli bir kontrol sağlar. Polimer içeriğini, çözücü türünü ve eğirme koşullarını ayarlama kapasitesi, özelleştirilmiş mekanik, kimyasal ve biyolojik özelliklere sahip elyafların üretimini kolaylaştırır ve bu teknikleri tekstil ve biyomedikal iskeleler dahil olmak üzere birçok uygulama için uygun hale getirir.

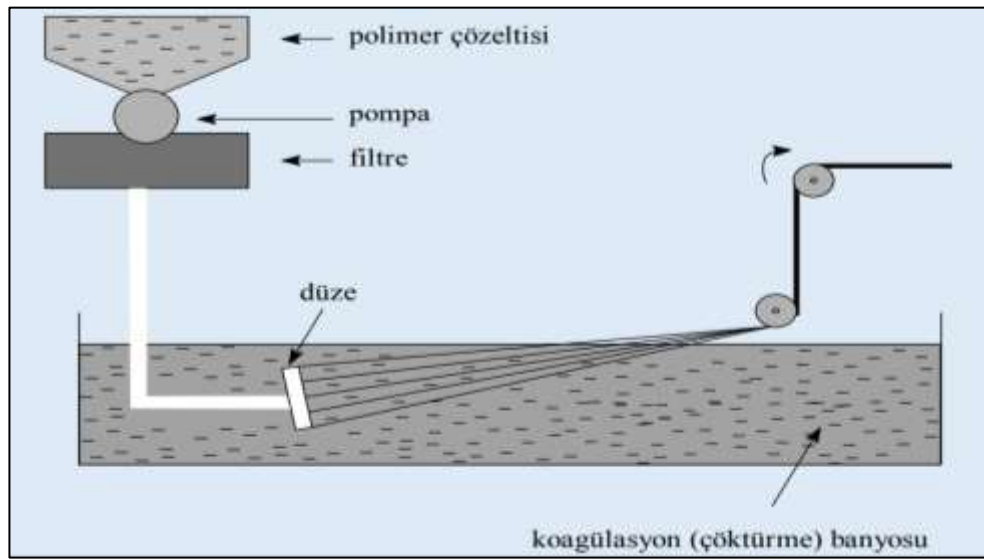
### 3.2.1 Yaş çekme

Islak eğirme, yüksek sıcaklıklarda erimeyen veya parçalanmayan polimerler için sıklıkla kullanılan en eski çözüme dayalı elyaf eğirme tekniğidir. Bu işlem, bir polimer çözeltisinin bir düze aracılığıyla çözücü olmayan bir madde içeren bir pıhtılaşma

banyosuna ekstrüde edilmesini içerir. Çözücü, ekstrüde edilmiş polimer akışından yayılır ve polimerin çökmesine ve sürekli elyaflara katılmasına neden olur. Islak eğirmede sıklıkla kullanılan polimerler selüloz, poliakrilonitril (PAN) ve aljinattır.

Polimer ile çözücü/çözücü olmayan sistem arasındaki etkileşim, ıslak eğirmenin etkinliği için çok önemlidir. Polimerin çözücüdeki çözünürlüğü ve çözücünün pıhtılaşma banyosuna difüzyon hızı, elyaf üretimini etkiler. Yüksek çözünürlük özelliklerine sahip polimerler daha güçlü çözücüler gerektirirken, düşük çözünürlüğe sahip polimerler daha az polar çözücülerle daha uyumludur. Polimer konsantrasyonu ve moleküler ağırlık tarafından düzenlenen çözelti viskozitesi, elyaf çapını ve yapısal bütünlüğünü etkiler. Yüksek konsantrasyonlar genellikle daha yoğun liflere gelişmiş mekanik mukavemet sağlar; ancak, aynı zamanda yüksek çözelti viskozitesi nedeniyle işleme zorlukları da yaratırlar.

Islak eğirme, protein bazlı lifler ve polisakkaritler dahil olmak üzere suya duyarlı polimerlerden veya biyomalzemelerden lif üretimine olanak sağlayarak önemli bir fayda sağlar. Dahası, koagülasyon çözeltisinin bileşimini düzenleyerek kimyagerler, hücre yapışması ve ilaç iletiminin önemli olduğu biyomedikal uygulamalarda özellikle avantajlı olan liflerin gözenekliliğini ve yüzey morfolojisini özelleştirebilir.



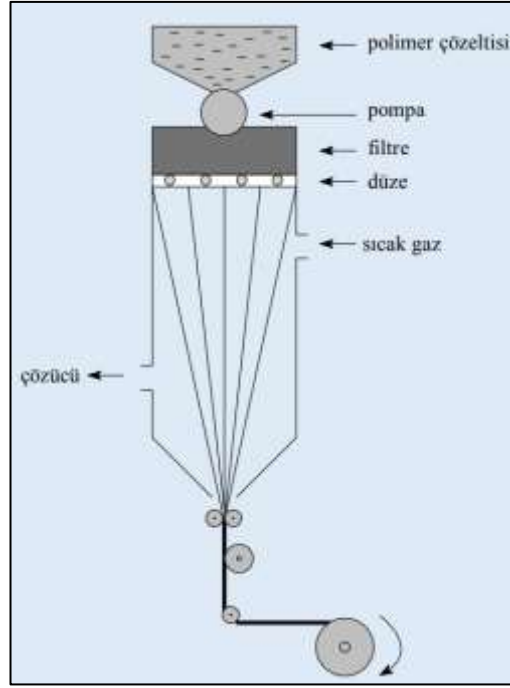
Şekil 3.3 Yaş çekme yöntemi (Saçak 2002)

### 3.2.2 Kuru çekme

Kuru eğirme, özellikle uçucu organik çözücülerde çözünen polimerler için yaygın bir çözelti tabanlı tekniktir. Bir polimer çözeltisi bir eğirme memesinden ekstrüde edilir ve ısıtılmış bir bölmeye tabi tutulur, bunun sonucunda çözücü hızla buharlaşır ve sertleştirilmiş lifler oluşur. Bu yöntem, selüloz asetat, polivinil klorür (PVC) ve poliüretanlar (PU) gibi polimerler için sıklıkla kullanılır. Kuru eğirmenin başlıca faydası, hızlı çözücü buharlaşması ve lif sentezi kapasitesidir ve bu da onu yüksek verimli lif üretimi için uygun bir teknik haline getirir.

Kuru çekme işleminde çözücünün uçuculuğunu ve polimerle uyumluluğunu dikkatlice değerlendirmelidir. Çözücü seçimi hem elyaf morfolojisini hem de sürecin çevresel sonuçlarını etkilediği için çok önemlidir. Yüksek buharlaşma oranlarına sahip çözücüler genellikle hızlandırılmış elyaf sentezi için tercih edilir; ancak, bunların seçimi aynı zamanda toksisite ve çevresel risklerin azaltılmasına da öncelik vermelidir. Çözücü geri kazanım sistemleri, özellikle dimetilformamid (DMF) veya aseton gibi toksik çözücülerle uğraşırken bu endişeleri gidermek için sıklıkla kullanılır.

Viskozite ve elastikiyet de dahil olmak üzere polimer çözeltisinin reolojik özellikleri, eğirme davranışını ve elyaf kalitesini etkilemede önemlidir. Düşük viskoziteli çözeltiler daha ince elyaflar üretebilir; ancak, ekstrüzyon sırasında kararsızlıklara da neden olabilir ve bu da sürekli elyaflar yerine damlacık oluşumuyla sonuçlanır. Buna karşılık, daha viskoz sıvılar daha düzgün elyaflar sağlayabilir ancak önemli akış direnci nedeniyle ekstrüzyonu zorlaştırabilir.

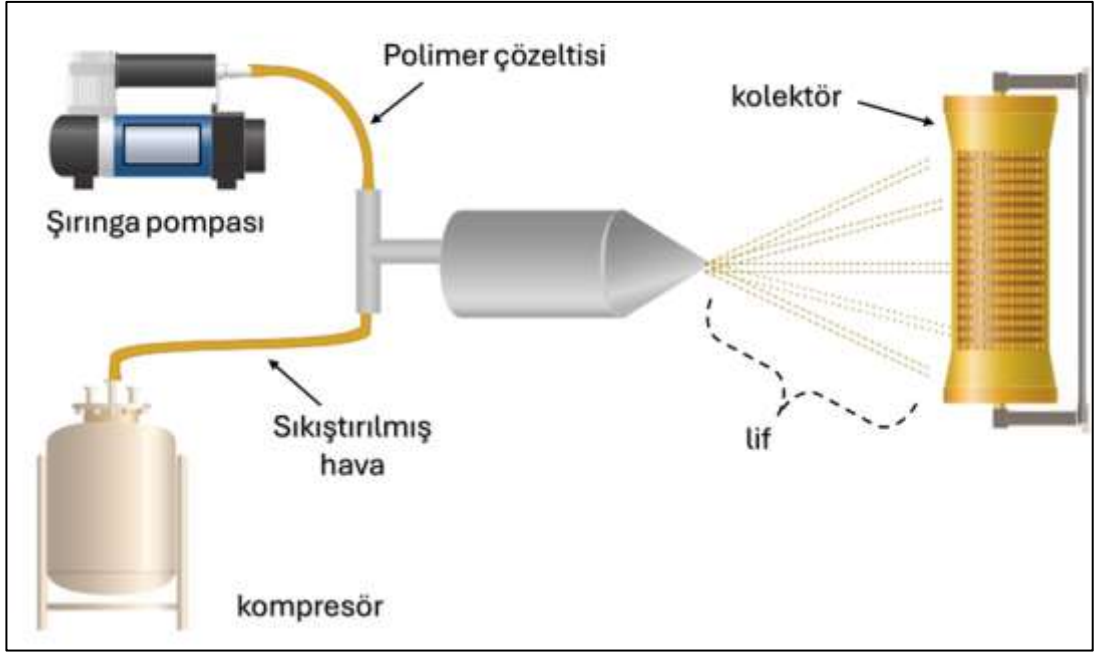


Şekil 3.4 Kuru çekme yöntemi (Saçak 2002)

### 3.3 Elektroğirme Yöntemi

Elektroğirme, mikrometreden nanoskala ölçeğine kadar uzanan boyutlarda ultra ince lifler üretmeyi amaçlayan birçok tekniği içerir. Bu yaklaşımla malzeme kimyasında düzenlenmiş morfoloji, yüzey mimarisi ve mekanik özelliklere sahip lifler üretmek için esnek bir çerçeve sağlar. Tüm elektroğirme tekniklerinin özü, aerodinamik kuvvetler, santrifüj kuvvetleri ve ağırlıklı olarak yüksek voltaj uygulaması gibi çeşitli işlemlerle gerçekleştirilen polimer jetlerinin uzaması ve katılaşmasıdır (Bhardwaj ve Kundu 2010). Her yaklaşım, belirli uygulamalar için lif sentezini geliştirmek amacıyla değerlendirilip benzersiz avantajlar ve dezavantajlar sunmaktadır.

*Üflemeli eğirme (blown spinning)* veya eriyik üflemeli elektroğirme (*melt-blown spinning*), polimer çözeltilerini ince tellere uzatmak için yüksek hızlı hava akımları kullanır. Bu işlem, polimer çözeltisini veya eriyiği bir kalıp veya nozul aracılığıyla yüksek hızlı bir hava akımına ekstrüde etmeyi içerir ve bu da polimer jetlerini liflere uzatır. Lifler daha sonra bir substrat üzerinde veya bir pıhtılaşma banyosunda toplanır ve burada çözücü buharlaştıkça veya polimer soğudukça katılaşırlar (Daristotle vd. 2016).



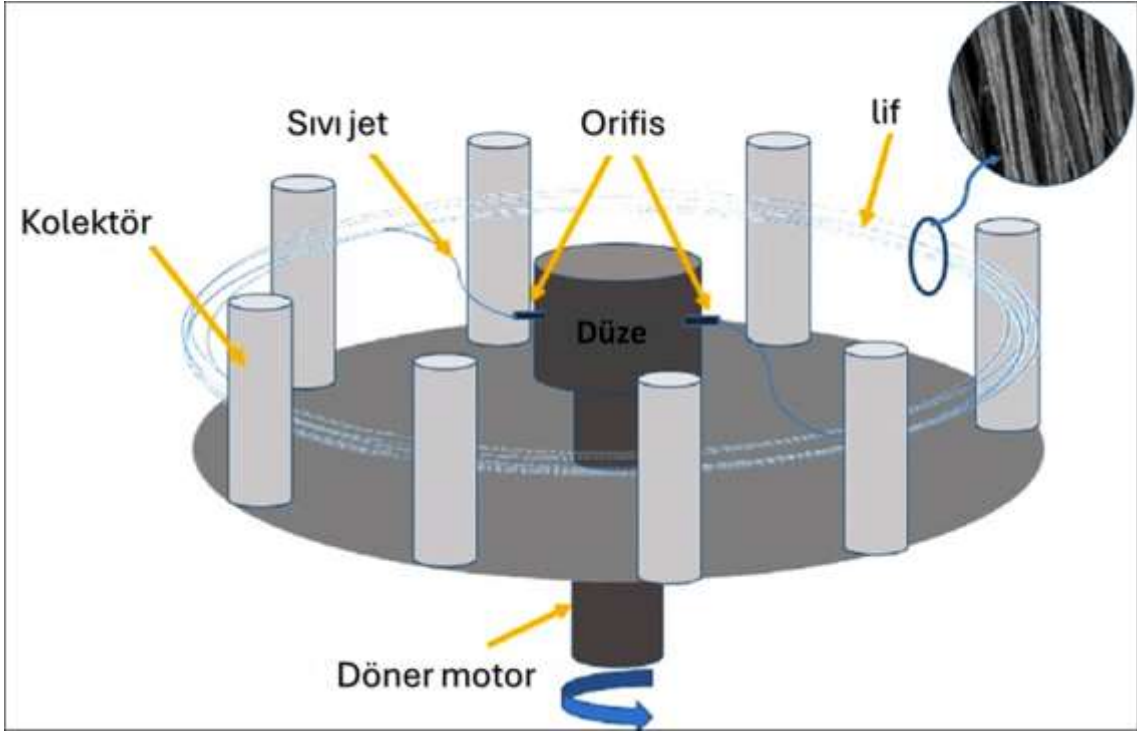
Şekil 3.5 Üfleli eğirme yöntemi (More vd. 2023)

Üfleli eğirme yönteminde, hava destekli germe, önemli miktarda polimerin hızlı bir şekilde işlenmesini kolaylaştırdığından, ölçeklenebilirlik ve lif üretim oranları açısından önemli avantajlara sahiptir. Bu yaklaşım, erimiş halde ekstrüde edilebilen ve bir hava akımıyla uzatılabilen polipropilen (PP) ve polietilen tereftalat (PET) gibi termoplastik polimerler için özellikle uygundur. Bununla birlikte, teknik, hava hızı ve polimer viskozitesi minimum lif çapını belirlediğinden, ultra ince lifler üretmede kısıtlamalarla karşılaşabilir. Ayrıca, lif homojenliğini düzenlemek ve boncuklanma veya damlacık oluşumu gibi kusurları azaltmak, polimer çözeltisinin reolojik özelliklerinin ve hava akışı parametrelerinin titizlikle ayarlanmasını gerektirir.

Üfleli eğirme, filtrasyon malzemeleri, tıbbi tekstiller ve endüstriyel kumaşların üretiminde sıklıkla kullanılır. Bu yöntemde üretilen aerodinamik kuvvetler, zorlu uygulamalar için yeterli mekanik mukavemete sahip yüksek yüzey alanlı liflerin oluşturulmasına odaklanarak, dokunmamış malzemeler için idealdir.

Döner jet eğirme olarak da bilinen *santrifüjli eğirme*, polimer çözeltilerini liflere uzatmak için santrifüj kuvvetlerini kullanır. Bu işlem, yüksek hızlı dönüşten gelen santrifüj

kuvvetlerinin polimeri, eğirme memesindeki küçük deliklerden geçirdiği dönen bir eğirme memesinin içine bir polimer çözeltisi yüklemeyi içerir. Polimer jetinin püskürtülmesi üzerine, çözücü buharlaştığında veya polimer katılaştığında lif oluşumuyla sonuçlanan santrifüj kuvvetlerinden kaynaklanan uzama ve incelme yaşar (Zhang ve Lu 2014, Atıcı vd. 2022).



Şekil 3.6 Santrifüjlü eğirme yöntemi (Chen vd. 2019)

Santrifüjlü eğirme, geleneksel elektroegirme yöntemleriyle işlenmesi zor olan çok viskoz polimer çözeltilerinin işlenmesini sağlayarak polimer kimyacılarına avantajlar sunar (Loordhuswamy vd. 2014). Bu yaklaşım, lif boyutlarının dönme hızına, polimer konsantrasyonuna ve çözelti viskozitesine bağlı olduğu mikro ve nanofiberlerin üretimini kolaylaştırır. Santrifüjlü eğirme, yüksek verimli lifler üretmede bir avantaj sağlar ve onu endüstriyel ölçekli uygulamalar için uygun bir teknik haline getirir. Ancak santrifüjlü eğirme, özellikle lif hizalaması ve homojenliğinin düzenlenmesiyle ilgili belirli sorunlara sahiptir. Polimer jetlerinin kırılmadan veya damlacık üretmeden yeterli uzamayı deneyimlemesini garantilemek için dönüş hızı titizlikle ayarlanmalıdır. İplik nozulu ile toplayıcı yüzey arasındaki mesafe, liflerin biriktirilmenden önce sertleşmesini sağlamak

için önemlidir. Santrifüjlü eğirme, özellikle lifli malzemelerin büyük ölçekli üretimi için yüksek voltajlı yöntemler kullanılarak işlenmesi zor olan polimerler için elektroğirmeye bir alternatif görevi görür.

*Yüksek voltaj altında elektroğirme*, nanofiber üretimi için yaygın bir tekniktir ve hassas bir şekilde düzenlenmiş çaplara, yüzey morfolojilerine ve kimyasal işlemlere sahip lifler üretme yeteneği nedeniyle önemli ilgi görmektedir (Long vd. 2019). Yüksek voltajlı elektroğirmede, bir polimer çözeltisi bir şırıngaya veya nozüle yerleştirilir ve polimer çözeltisi ile topraklanmış bir toplayıcı arasında elektrostatik bir alan oluşturmak için yüksek voltaj sağlanır. Elektrostatik kuvvetler, toplayıcıya doğru geçişi sırasında gerilme, incelme ve çözücünün buharlaşmasına maruz kalan yüklü bir polimer jeti üretir ve sonuçta sürekli liflerin oluşumuyla sonuçlanır.

Yüksek voltajlı elektroğirme, polimer çözeltisi özelliklerinin, uygulanan voltajın ve ortam parametrelerinin titizlikle ayarlanmasını sağlayarak lif oluşturma üzerinde bir kontrol sağlanır. Bu süreçteki önemli bir husus, elektrostatik kuvvet ile polimer çözeltisinin yüzey gerilimi arasındaki dengedir. Uygulanan voltaj belirli bir eşiğin ötesine geçtiğinde, elektrostatik kuvvetler yüzey gerilimini aşarak Taylor konisinin tepesinden bir polimer jetinin dışarı atılmasına yol açarak elektroğirme tekniğine özgü bir olaydır (Taylor 1964). Polimer jetin uzaması, çözücü buharlaştığında jeti nanofiberlere doğru uzatan elektrostatik alan tarafından ilerletilerek toplayıcı yüzeyinde liflerin toplanmasını sağlar.

Çözeltideki polimerin mol kütlesi ve konsantrasyonu, çözeltinin viskozitesinin kritik belirleyicileridir ve bu da jetin kararlılığını ve liflerin şeklini etkilemektedir. Düşük viskoziteli sıvılarda, polimer zincirleri yetersiz şekilde birbirine kenetlenebilir ve bu da boncuklu ipliklerin veya damlacıkların oluşmasına neden olabilir. Buna karşılık, yüksek viskoziteli çözeltiler de ise sürekli elyaf üretimini kolaylaştırır ancak daha büyük lif çapları da neden olabilmektedir. Dahası, çözücü seçimi buharlaşma hızını, lif düzgünlüğünü ve yüzey gözenekliliğini etkilemede çok önemlidir. Dimetilformamid (DMF), tetrahidrofur (THF) ve kloroform gibi polar çözücüler, uçuculukları ve

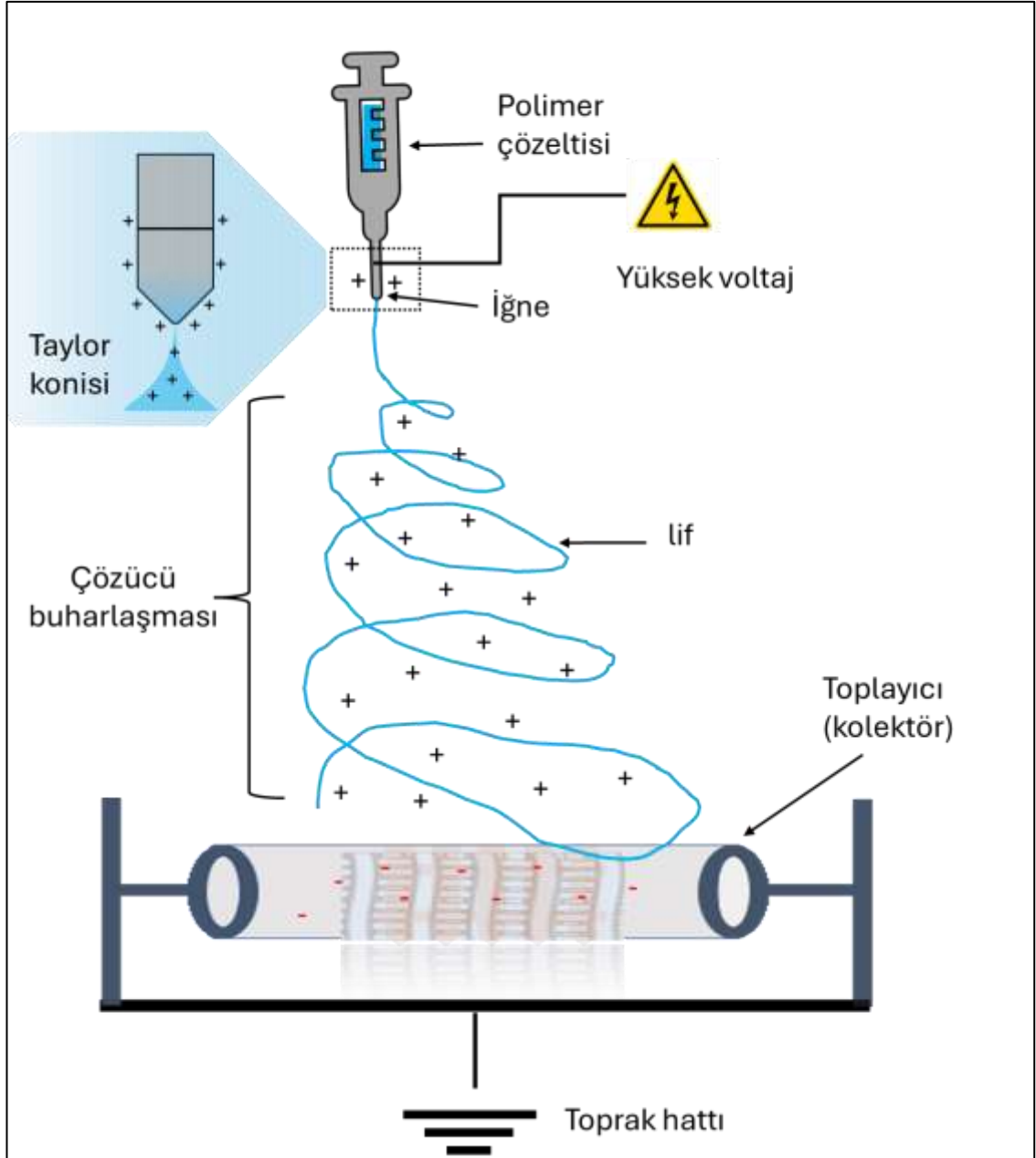
dielektrik özellikleri nedeniyle sıklıkla kullanılır ve bu da sabit jet üretimini kolaylaştırır (Eda vd. 2007, Liu vd. 2017).

Genellikle 10 ila 50 kV arasında olan uygulanan voltaj, polimer jetinin uzamasını etkileyen önemli bir faktördür (Li vd. 2016). Yükseltilmiş voltajlar, jet üzerinde uygulanan elektrostatik kuvvetleri yükselterek lif çaplarının azalmasına neden olur. Aşırı voltaj, jette dengesizliğe neden olabilir ve bu da liflerin düzensiz olmasına neden olur. İğne ile toplayıcı arasındaki mesafe, toplayıcı yüzeyinde liflerin birikmesinden önce çözücünün buharlaşması için yeterli zaman sağladığı için önemlidir. Azaltılmış aralıklar nemli veya yapışkan liflere yol açabilirken, artırılmış mesafeler katılaşmayı kolaylaştırabilir ve lif düzgünlüğünü artırabilir. Yüksek voltajlı elektroğirme, eğirme aparatının ve çözelti özelliklerinin ayarlanmasıyla çekirdek-kabuk, içi boş ve gözenekli lifler dahil olmak üzere birçok lif tasarımının oluşturulmasını kolaylaştırır. Polimer kimyacıları, koaksiyel nozulları kullanarak, ilaçlar, nanopartiküller veya enzimler gibi işlevsel katkı maddelerinin entegrasyonunu kolaylaştıran farklılaştırılmış çekirdek ve kabuk malzemeleri içeren kompozit lifler üretebilirler. Lif tasarımını değiştirme kapasitesi, elektroğirme nanofiberlerin kullanım alanını doku mühendisliği iskelelerini, ilaç dağıtım sistemlerini, filtrasyon membranlarını ve sensörleri kapsayacak şekilde genişletmiştir.

Sonuç olarak, yüksek voltajlı elektroğirme, özelleştirilmiş özelliklere sahip nanofiberler üretmek için esnek ve geniş çapta uygulanabilir bir tekniktir. Süreç uyarlanabilirliğinin, lif şeklinin hassas düzenlenmesinin ve çok çeşitli polimerler ve çözücüler kullanma kapasitesinin belirgin bir birleşimini sağlamaktır. Bu yaklaşımla, çok bileşenli eğirme, işlevselleştirme yöntemleri ve nanomalzemelerin dahil edilmesindeki gelişmelerle sürekli olarak ilerlemekte ve dolayısıyla nanofiberlerin biyolojik, çevresel ve endüstriyel alanlardaki potansiyel kullanımları genişlemektedir. Yüksek voltajlı elektroğirme'in doğruluğu ve çok yönlülüğü, onu polimerik nanopartiküllerin gelecek nesli için temel bir teknik haline getirmektedir. Şekil 3.7, geleneksel bir elektroğirme işleminin şematik bir gösterimini göstermektedir. Elektroğirme için üç temel bileşen gereklidir: yüksek voltajlı doğru akım güç kaynağı (10 ila 30 kV), bir şırınga pompası ve topraklanmış bir toplayıcı.

Elektroeğirme, literatürde "elektrostatik spinleme"nin daha kısa bir biçimi olarak ortaya çıkan bir ifadedir. Literatürdeki kullanımı 1994 yılları civarında olsa da, tarihsel kökenleri çok daha eskilere dayanmaktadır. Bu yaklaşım ilk olarak 1878'de ünlü bilim insanı Lord Rayleigh'in gözlemlerinden oluşturulmuştur (Rayleigh 1878, Zeleny 1915, Formhals 1939, Huang vd. 2003, Keirouz vd. 2023). Rayleigh, elektrik kuvvetlerinin sıvıların yüzey gerilimi üzerindeki etkisini incelemiş ve bu maddeler üzerindeki etkilerini göstermiştir. Daha sonra, 1914'te Zeleny bu fenomenin ayrıntılı bir incelemesini gerçekleştirmiş ve polimer jet üretiminin mekaniğini anlamaya çalışmıştır (Zeleny 1915). 1934'te Formhals bu yaklaşımın uygulanabilirliğini artırmaya çalışmış ve elektroeğirme cihazı için ilk patenti almıştır (Formhals 1939). Bu buluş, polimer çözeltisini elektrostatik kuvvetler yoluyla ince liflere dönüştürme sürecini kapsamıştır; bu yöntem zamanla gelişmiş ve çağdaş yüksek voltajlı elektroeğirme teknolojisinin temeli haline gelmiştir.

Yüksek voltajlı elektroeğirme, polimer nanoyapıların üretimini kolaylaştırarak kapsamlı tasarım özgürlüğü sağlar. Spining makinesini ve polimer çözeltisinin kimyasal özelliklerini değiştirmek, çekirdek-kabuk, içi boş ve gözenekli lifler dahil olmak üzere birçok yapısal konfigürasyonun oluşturulmasına olanak tanır. Polimer kimyacıları, çekirdek ve kabuk malzemelerinin içine çeşitli işlevsel katkı maddeleri (ilaçlar, nanopartiküller ve enzimler dahil) içeren kompozit lifler üretmek için koaksiyel nozulları kullanabilirler. Kompozit yapıların inşası, liflerin işlevini geliştirerek bunları doku mühendisliği, ilaç verme sistemleri, filtrasyon membranları ve sensör teknolojileri dahil olmak üzere birçok uygulama için uygun hale getirir (Greiner ve Wendorff 2007).



Şekil 3.7 Yüksek voltaj altında eğirme yöntemi

Koaksiyel elektroğirme de ise, iki ayrı polimer çözeltisini ayrı kanallardan ileterek çekirdek-kabuk liflerinin üretimini kolaylaştıran bir yöntemdir (Yarin 2011). İlaç verme sistemlerinde, fizyolojik olarak aktif bileşikler çekirdeğe dahil edilebilirken, kabuk kontrollü salım için tasarlanmıştır (Pant vd. 2019). Çözeltinin viskozitesini, yüzey gerilimini ve elektriksel iletkenliğini titizlikle değiştirerek lif yapısını geliştirilebilir. Çözeltideki polimerin mol kütlesi ve konsantrasyonu, liflerin çapını ve şeklini etkileyen kritik faktörlerdir. Düşük mol kütlesine sahip ve viskozite, boncuklu liflerin oluşumunu

kolaylaştırırken, yüksek viskoziteli çözeltiler daha büyük çaplı ve düzgün liflerin sentezlenmesini sağlar (Xue vd. 2017).

1971'de Baumgarten, elektroğirme kullanarak akrilik polimerden 0,05 ila 1,1 µm çapında lifler üreten bir aparat tasarladı (Baumgarten 1971). Dimetilformamid (DMF)) içinde çözülmüş poliakrilonitril (PAN) polimeri, çözeltiliye uygulanan 5 ila 20 kV aralığındaki bir voltajla elektroğirme'e tabi tutuldu. Bu çalışmada, lif çapı, jet uzunluğu, çözeltili viskozitesi, akış hızı ve ortam gazı arasındaki korelasyonlar incelendi. Lif çapı, çözeltili viskozitesi ve jet uzunluğu ile doğrudan ilişkilidir. Jet uzunluğu, jetin oluşmaya başladığı damla ucu ile dengesiz dalgalanmaların başladığı nokta arasındaki mesafeyi ifade eder. Akış hızının lif çapı üzerindeki etkisi asgariydir. Çevreleyen gazın etkisi, nem seviyesine bağlıdır.

### 3.4 Elektroğirme Çözeltilisinde Aranılan Özellikler

**Mol kütlesi:** Bir polimer çözeltilisinin mol kütlesi, zincir dolanmasının derecesinin önemli bir belirleyicisidir. Elektroğirmede dikişsiz, kusursuz liflerin oluşturulması için, polimer zincirlerinin yeterli şekilde iç içe geçmesi çok önemlidir. Yüksek moleküler ağırlığa sahip polimerler, elektroğirme işlemi sırasında parçalanmaya dirençli bir ağ oluşturarak iç içe geçebilen uzun zincirlere sahiptir. Bu ağ, jetin bütünlüğünün korunmasını kolaylaştırarak dikişsiz ve kesintisiz liflerin oluşturulmasını sağlar. Polimer zincirlerinin yetersiz dolanması, moleküler ağırlık çok düşük olduğunda meydana gelir ve lifler yerine boncuk veya damlacık benzeri yapıların oluşmasıyla sonuçlanır. Öte yandan, son derece yüksek moleküler ağırlığa sahip polimerler çözeltilinin viskozitesini önemli ölçüde artırabilir, bu da elektroğirme işlemi zorlaştırabilir ve belki de daha kalın liflerin oluşumuna yol açabilir.

**Viskozite:** Polimer çözeltilisinin akış davranışı, polimerin konsantrasyonu ve moleküler ağırlığından doğrudan etkilenen viskozite tarafından yönetilir. Elektroğirme için, sabit ve kesintisiz bir akış oluşturmak için çözeltilinin viskozitesinin ideal bir aralıkta olması çok önemlidir. Düşük viskoziteli çözeltiler bazen polimer zincirlerinin yeterli şekilde dolanmamasından kaynaklanan boncuk biçiminde kusurları olan liflerin oluşumuna

neden olur. Tersine, çok yüksek viskoziteye sahip çözeltiler elektroğirme sürecinde zorluklara yol açabilir. Bu, jetin eksik oluşturulması veya eğirme memesinin tıkanması gibi sorunlara neden olabilir. Artan viskozite daha büyük elyaf çaplarının oluşumuna yol açabilir. Polimer konsantrasyonunu değiştirerek, uygun bir çözücü seçerek veya farklı polimerleri birleştirerek optimum viskoziteye ulaşırlar. Amaç, tutarlı elyafların oluşturulmasını sağlarken sabit bir akışı sürdüren bir viskozite elde etmektir.

**Çözünürlük:** Polimerin seçilen çözücüdeki çözünürlüğü, tekdüze ve kalıcı bir çözelti oluşturmak için hayati önem taşır. Optimum çözünürlük, polimer zincirlerinin tamamen çözünmesini garanti eder ve elektroğirme sırasında tekdüze elyaf oluşumuyla sonuçlanır. Yetersiz çözünürlük faz ayrılmasına veya çökelmeye neden olabilir ve bu da liflerde düzensiz yüzeyler, damlacıklar veya kısmi lif üretimi gibi kusurlara yol açabilir. Çözücü seçimi ayrıca elektroğirme sırasında buharlaşma oranını etkiler ve bu da elyafların şeklini etkiler. Uçuculuk ve toksisite gibi diğer hususları da hesaba katarak, polimerin tamamen çözünmesini sağlayan çözücüler dikkatlice seçilmelidirler. Eş-çözücü sistemleri, zaman zaman çözünürlüğü artırmak ve lif şeklini düzenlemek için kullanılabilir.

**Elektriksel İletkenlik:** Polimer çözeltisinin elektriksel iletkenliği, elektrik yükünü etkili bir şekilde taşıma yeteneğini etkiler. Elektroğirme, polimer çözeltisini yüklemek için bir elektrik alanının kullanılmasını içerir ve bunun ince bir akıma uzamasına neden olur. Artan iletkenlik, germe sürecini iyileştirerek daha ince liflerin üretilmesini sağlar. Düşük iletkenliğe sahip çözeltiler kullanıldığında yetersiz jet uzaması meydana gelebilir ve bu da daha kalın liflerin veya boncuklu oluşumların oluşmasına yol açabilir. Tersine, yüksek iletkenlik seviyesi, elektrik yükünün daha iyi dağılmasını sağlayarak daha ince ve daha tutarlı liflerin üretilmesini sağlar. Ayrıca, çözeltinin iletkenliği tuzlar, yüzey aktif maddeler veya iletken polimerler eklenerek değiştirilebilir. Amaçlanan lif çapına ulaşırken lif özelliklerini korumak için bu katkı maddelerinin miktarını dikkatlice düzenlenmelidir.

**Yüzey Gerilimi:** Elektroğirme sırasında jetin kararlılığı yüzey geriliminden etkilenir. Polimer çözeltisinin jet oluşumunun veya damlacık parçalanmasının kararlılığı, yüzey

gerilimi ile elektrostatik kuvvet arasındaki denge tarafından belirlenir. Önemli bir yüzey geriliminin varlığı, sürekli bir akış yerine damlacıkların oluşmasına neden olabilir ve bu da boncukların veya diğer kusurların oluşmasına yol açabilir. Öte yandan, son derece düşük yüzey gerilimi jetin dengesiz hale gelmesine ve düzensiz liflerin üretilmesine yol açabilir. Çözücü karışımı değiştirilerek veya yüzey aktif maddeler eklenerek yüzey gerilimi değiştirilebilir. Buradaki amaç, kararlı jetlerin oluşturulmasını sağlayan ve tutarlı lif yapısına yol açan bir yüzey gerilimi elde etmektir.

**Dielektrik sabiti:** Polimerin dielektrik özellikleri, malzemenin maruz kaldığı elektrik alanına verdiği tepkiyi etkiler. Dielektrik sabiti, özellikle polimer jeti boyunca yüklerin düzenlenmesini etkiler ve bu da jetin uzamasını ve kalınlığındaki azalmayı etkiler. Daha yüksek dielektrik sabitlerine sahip polimerler, genellikle artan yük yoğunluğu nedeniyle daha ince liflerin üretilmesiyle sonuçlanır ve bu da artan elektrostatik itmeye ve jetin daha yaygın bir şekilde gerilmesine yol açar. Öte yandan, düşük dielektrik özelliklere sahip malzemeler daha kalın liflerin oluşumuyla sonuçlanabilir veya yetersiz gerilme özelliklerine sahip olabilir.

**Çözücü Uçuculuğu:** Elektroğirmede kullanılan çözücünün uçuculuğu, polimerin kendi doğal bir özelliği olmasa bile, işlem sırasında çözücünün buharlaşma hızını etkileyen kritik bir faktördür. Çözücünün buharlaşma hızı, elyafın yapısı ve gözenekler veya boncuklar gibi kusurların oluşumu üzerinde bir etkiye sahiptir. Çözücünün hızlı buharlaşması, lifin tamamen gerilmeden önce katılaşmasına ve pürüzlü yüzeyler veya düzensiz çaplar gibi kusurlara neden olabilir. Öte yandan, buharlaşma yavaşsa, liflerin bir araya gelmesine veya tamamen kurumamasına neden olabilir ve bu da düzleştirilmiş veya birleştirilmiş liflerle sonuçlanır. Liflerin gerekli özelliklerini elde etmek için uygun uçuculuğa sahip çözücüler kullanılmalıdır. Bazen, bir maddenin buharlaşma hızı ile liflerin yapısı arasında bir denge sağlamak için çözücü kombinasyonları kullanılır. Tavlama gibi ek işlemler, eğirme işleminden sonra liflerin özelliklerini geliştirmek için kullanılabilir.

### 3.5 Kaynak Özetleri

Jelatin bazlı elektro-eğrilmiş nanofiberler, çeşitli çalışmalarda umut verici antimikrobiyal aktivite göstermiş olup, tıbbi ve yara iyileştirme uygulamaları için önemli bir potansiyele sahiptir. Adeli-Sardou ve arkadaşları (2018), kına bitkisi özü yüklü jelatin/PCL nanofiberlerinin, özellikle *Staphylococcus aureus* ve MRSA'ya karşı biyofilm oluşumunu etkili bir şekilde engellediğini ve %10 kına bitkisi özü yüklü yapının gelişmiş performans gösterdiğini göstermiştir (Adeli-Sardou vd. 2018). Ajmal ve arkadaşları (2019), siprofloksasin hidroklorür ve kuersetin içeren PCL/jelatin nanofiberlerini daha ayrıntılı inceleyerek, bu liflerin yalnızca yara iyileşmesine yardımcı olmakla kalmayıp, özellikle *Staphylococcus aureus*'a karşı da önemli antibakteriyel etkiler sergilediğini belirtmiştir (Ajmal vd. 2019). Ahmadi ve arkadaşları (2021), jelatin/kitosan membranlara tarçın özütü ekleyerek jelatin bazlı nanofiberlerin antimikrobiyal potansiyelini güçlendirdi ve bunun sonucunda hem gram pozitif (*S. aureus*) hem de gram negatif (*E. coli*) bakterilere karşı antibakteriyel etkinlik arttı (Ahmadi vd. 2021). Benzer şekilde, Beikzadeh ve arkadaşları (2021), *Zataria multiflora* esansiyel yağını ve çinko oksit nanoparçacıklarını etil selüloz/PCL/jelatin nanofiberlerinde birleştirdi ve bu nanofiberler özellikle *Penicillium notatum* ve *Aspergillus niger*'e karşı güçlü antifungal özellikler gösterdi (Beikzadeh vd. 2021). Dahası, Ali ve arkadaşları (2022), grafen nanolevhalarla güçlendirilmiş kitosan/jelatin nanofiberler geliştirdi ve 24 saat sonra *E. coli* için %50 ve *S. aureus* için %80 büyüme inhibisyon oranlarıyla önemli antibakteriyel aktivite elde etti (Ali vd. 2022).

Dherapasart ve arkadaşları (2009), *Lactobacillus plantarum*, *Staphylococcus aureus* ve *Listeria monocytogenes*'e karşı antimikrobiyal inhibisyon gösteren, ancak *Salmonella Typhimurium*'a karşı etkisiz olan, nisin tutulma seviyeleri %1,0 ila %1,22 arasında olan nisin yüklü elektro-eğrilmiş jelatin fiber yapıları geliştirmiştir (Dherapasart vd. 2009). Benzer şekilde, Dongargaonkar ve arkadaşları (2013) %1,65 ve %3,30 gümüş asetat konsantrasyonları kullanıldığında *Staphylococcus aureus* ve *Pseudomonas aeruginosa*'ya karşı tam bakteriyel inhibisyon gösteren, gümüş asetat içeren elektro-eğrilmiş jelatin/jelatin-dendrimer yarı-birbirine geçen polimer ağ yapıda nanofiberleri üretti (Dongargaonkar vd. 2013). Figueroa-Lopez ve arkadaşları (2018) karabiber oleoresini

içeren elektroğrılmış PCL/jelatin yapıları ürettiler ve bu aktif çok katmanlı yapılar 10 günlük depolamadan sonra *S. aureus* büyümesinde 4 Log ( ~ % 99,99) birimlik önemli bir azalma gösterdiğini bildirdiler (Figuroa-Lopez vd. 2018). Ayrıca, Mahmood ve arkadaşları (2021) sinnamaldehit (CEO), limonen (LEO) ve öjenol (EEO) yüklü balık jelatin bazlı nanofiberler hazırladı ve CEO içeren matların *S. aureus*'a karşı üstün antibakteriyel aktivite (18,83 mm inhibisyon bölgesi ile) ve *Aspergillus niger*'e karşı doz bağımlı bir antifungal etkinlik gösterdiğini ortaya koydu (Mahmood vd. 2022). Matlar ayrıca kontrollü nem koşulları altında 60 günlük depolamadan sonra biyoaktif ajanların %50'sini korudu ve 10 gün sonra koruyucu içermeyen ekmekteki aerobik bakterilerin %81'ini ve maya ve küflerin %61'ini başarıyla inhibe etti. Ayrıca, Ghomi ve ark. (2023) metisiline dirençli *Staphylococcus aureus* (MRSA), *Escherichia coli*, *Acinetobacter baumannii* ve *Pseudomonas aeruginosa*'ya karşı dikkate değer antimikrobiyal etkinlik gösteren ve bu patojenler için  $\geq 4 \log_{10}$ 'luk bir bakteri koloni oluşturan birim (CFU) azaltımı sağlayan polilizin yüklü elektroğrılmış PCL/jelatin yapıları geliştirildi (Ghomi vd. 2023).

Gounani ve arkadaşları (2020), polimiksin B ve vankomisin yüklü karboksil modifiye silika nanoparçacıkları (CMSN'ler) ile PCL/jelatin nanofiberleri başarıyla üreterek, %2,5 ve %5 CMSN/AB konsantrasyonlarında *P. aeruginosa* ve *S. aureus*'a karşı önemli antibakteriyel aktivite elde ettiler (Gounani vd. 2020). Benzer şekilde, He ve arkadaşları (2018), hidroksiapatit nanopartikülleri (nHAp) ve antimikrobiyal peptid (Pac-525) yüklü PLGA mikroküreleri ile gömülü bir jelatin/kitosan nanofiber membran geliştirdiler ve bu membran, *S. aureus* ve *E. coli*'ye karşı bir aya kadar sürekli bakterisidal aktivite gösterdi (He vd. 2018). Sinerjik antimikrobiyal kombinasyonları daha fazla araştıran He ve arkadaşları (2022), nane yağı ve amoksisilin içeren PVA/jelatin nanofiber membranlar hazırladılar ve *E. coli*, *C. albicans* ve *S. aureus*'a karşı güçlü bir antimikrobiyal etki elde ederek %100 antibakteriyel oran elde ettiler (He vd. 2022). Hemmati ve arkadaşları (2021), kapsamlı bir incelemede, özellikle jelatin bazlı sistemler olmak üzere doğal antimikrobiyal yüklü nanofiberlerin aktif gıda ambalajlama uygulamaları için potansiyelini vurguladılar (Hemmati vd. 2021). Gıda güvenliğini artırmak ve raf ömrünü uzatmak için kontrollü salım mekanizmalarının önemini vurguladılar. Inal ve arkadaşları (2019), *S. Aureus* ve *E. coli*'ye karşı güçlü bakterisidal aktivite gösteren poli([2-

(metakriloksi)etil] trimetilamonyum klorür) (PMETAC) ekleyerek jelatin nanofiberlerin antimikrobiyal özelliklerini artırdılar (İnal ve Mülazımoğlu 2019).

Dadras Chomachayi ve arkadaşları (2017), kekik esansiyel yağı ve doksisisiklin monohidrat yüklü ipek fibroin/jelatin nanofiber matlar geliştirdiler ve bu geliştirilen doksisisiklin monohidrat yüklü matlar, kekik esansiyel yağı yüklü matlara kıyasla *Staphylococcus aureus* ve *Klebsiella pneumoniae*'ye karşı üstün antibakteriyel aktivite gösterdi (Dadras Chomachayi vd. 2018). Benzer şekilde, Liu ve arkadaşları (2018), çözelti üfleme yoluyla karvakrolü kapsülleyen balık derisi jelatini nanofiberleri ürettiler ve tüm karvakrol-jelatin nanofiberlerinin *E. coli*, *Salmonella enterica* ve *Listeria monocytogenes*'in büyümesini engellediğini, daha düşük karvakrol oranlarının *E. coli* için daha büyük inhibisyon bölgeleri ürettiğini buldular (Liu vd. 2018). Karuppattan ve diğerleri (2021), jelatin/PCL elektro-eğirilmiş nanofiberlere bakır oksit nanoparçacıkları dahil ederek inceleme yaptılar ve nanofiberlere entegre edilen bakır oksitlerin, *Staphylococcus aureus*'a *Pseudomonas aeruginosa*'a ve *Escherichia coli*'ye karşı sırasıyla  $51 \pm 1,2$ ,  $40 \pm 1,7$ ,  $31 \pm 0,5$  ve  $30,5 \pm 0,3$  mm inhibisyon bölgeleriyle antibakteriyel etkinlik gösterdiğini bildirdiler (Karuppattan vd. 2021). Dahası, Kwak ve diğerleri (2014), *Phaeodactylum tricornutum* özütü yüklü jelatin nanofibröz matlar geliştirerek, *E. coli* ve çoklu ilaca dirençli *S. aureus*'a (MRSA) karşı %99,9 bakteriyostatik azalma elde etti ve bu tür sistemlerin geniş spektrumlu antimikrobiyal etkinliğini vurguladılar (Kwak vd. 2014).

Leung ve arkadaşları (2018),  $Ag^+$ ,  $Mg^{2+}$ ,  $Ca^{2+}$  ve  $Zn^{2+}$  gibi metal iyonlarını içeren polidopamin/jelatin nanofiberler geliştirmiş olup polidopamin/ $Ca^{2+}$  ve polidopamin// $Zn^{2+}$  kompozit matların metisiline dirençli *Staphylococcus aureus* (MRSA) ve vankomisine dirençli *Enterococcus faecium*'a karşı etkili olduğunu, polidopamin/ $Ag^+$  kompozit matların ise Gram pozitif, Gram negatif bakterilere ve maya suşlarına karşı geniş spektrumlu antimikrobiyal aktivite gösterdiğini ve etkinliklerini en az 40 gün boyunca koruduğunu göstermiştir (Leung vd. 2018). Benzer şekilde, Li ve arkadaşları. (2018) öjenol içeren jelatin/PCL elektro-eğirilmiş membranları incelemişler ve %30 öjenol içeren bir membranın sırasıyla  $71,6 \pm 3,3\%$  ve  $78,6 \pm 2,5\%$  büyüme inhibisyon oranlarıyla *Escherichia coli* ve *Staphylococcus aureus*'un önemli ölçüde

inhibisyonunu sağladığını buldu (Li vd. 2018). Bu araştırmalarını daha da ileri götüren Li ve arkadaşları (2020) jelatin matlara çinko oksit/grafen oksit (ZnO/GO) nanokompozitleri dahil ederek *E. coli* ve *S. aureus* canlılığını %90'ın üzerinde azaltan lifler elde ettiklerini bildirdiler (Li vd. 2020). Antimikrobiyal salım stratejilerini genişleten Li ve arkadaşları (2022) jelatin/PCL karışımlarından nitrik oksit (NO) salan elektro-eğirilmiş membranlar ürettiler ve antimikrobiyal etkinlikleri daha yüksek NO yükleriyle arttırarak *E. coli* ve *S. aureus* çoğalmalarında yaklaşık 3-log (~ % 99,9) azalmaların olduğunu bildirdiler (Li vd. 2022). Bu arada, Lin ve diğerleri (2018) kekik esansiyel yağı/ $\beta$ -siklodekstrin  $\epsilon$ -polilizin nanopartikülleri ile gömülü jelatin nanofiberleri tasarlayarak bunları tavuk etindeki *Campylobacter jejuni*'ye karşı dikkate değer antimikrobiyal aktivite gösterdiğini buldular (Lin vd. 2018).

Liu ve arkadaşları (2018), çinko oksit nanopartikülleri gömülü hidrofobik etil selüloz/jelatin nanofiberleri üreterek, 364 nm'de UV ışınlamasından sonra artan hücre içi reaktif oksijen türleri üretimi nedeniyle *Staphylococcus aureus*'a karşı artan bir antimikrobiyal etkinlik gösterdiğini söylediler (Liu vd. 2018). Liu ve arkadaşları (2021) tarafından yapılan sonraki bir çalışmada, jelatin/kitosan/PLA/3-fenilasetik asit nanofiber filmleri hazırlanmış ve %2 PLA içeren bir ortamda, *Salmonella enteritidis* ve *Staphylococcus aureus* bakteri popülasyonlarınının 30 dakika içinde yaklaşık 4 log (~ %99,99) oranında önemli ölçüde azalttığını bildirdiler (Liu vd. 2021). Mohamadi ve arkadaşları (2021) hindistancevizi yağı yüklü jelatin/PCL membranlar oluşturarak %20 hindistancevizi yağı ile çapraz bağlanan nanofiberlerin hem Gram pozitif *S. aureus* hem de Gram negatif *E. coli* bakterilere karşı güçlü antibakteriyel aktivite sergilediğini buldular (Mohamadi vd. 2022). Nada ve arkadaşları (2016), kloramfenikolün kontrollü salınımı için polialdehit- $\beta$ -siklodekstrin ile çapraz bağlanan jelatin elektro-eğirilmiş lifleri oluşturarak *S. aureus*, *Pseudomonas aeruginosa* ve *Candida albicans*'a karşı önemli bir inhibitör etkileri olduğunu gösterdiler (Nada vd. 2016). Dahası, Gao ve arkadaşları (2016), jelatin bazlı kompozit liflere kitosan, hidroksiapatit ve grafen oksit dahil ederek bunları özellikle jelatin/kitosan/hidroksiapatit/grafen oksit kompozitinde, hem *S. aureus*'a hem de *E. coli*'ye karşı üstün antibakteriyel aktivite gösterdiklerini bildirdiler (Gao vd. 2016). Ayrıca çalışmalarında grafen oksit yerine indirgenmiş grafen oksit kullanarak oluşturdukları kompozitlerde de antibakteriyel incelemeler yapmışlardır.

Nada ve arkadaşları (2019), özellikle *Staphylococcus aureus* ve *Bacillus subtilis* gibi gram pozitif bakterilere karşı yüksek antibakteriyel aktivite gösteren çinko içeren elektroğrılmış kitosan/jelatin türevleri geliştirdiler, ancak *Escherichia coli* ve *Pseudomonas aeruginosa* gibi gram negatif bakterilere karşı minimum etkiler gözlemlendiğini bildirdiler (Nada vd. 2019). Benzer şekilde, Nagarajan ve arkadaşları (2016) glutaraldehit buharlarıyla çapraz bağlanmış ve klorheksidinle yüklenmiş kararlı jelatin elektro-ğrılmış matlar oluşturarak hem gram-pozitif (*Staphylococcus epidermidis*) hem de gram-negatif (*E. coli*) bakterilere karşı hızlı bakterisidal aktivite gösterdiklerini ve etkilerinin 72 saate kadar devam ettiğini bildirdiler (Nagarajan vd. 2016). Raeisi ve arkadaşları (2021) *Zataria multiflora* ve *Cinnamomum zeylanicum*'dan elde edilen uçucu yağları soya protein izolatu/jelatin karışımlarına dahil ederek jelatin bazlı nanofiberlerin antimikrobiyal potansiyelinin daha da artırdığını bildirdiler (Raeisi vd. 2021). Bu matların antibakteriyel özellikleri %20 *Z. Multiflora* içeren yapıda, *S. aureus*, *B. cereus* ve *L. monocytogenes*'te tam bir azalma gösterirken, *E. coli* ve *S. typhimurium*'da da önemli azalmalar gösterdiğini belirttiler (Raeisi vd. 2021). Ramalingam ve ark. (2019) *Gymnema sylvestre* yüklü jelatin/PCL hibrit matları ürettiler ve bu matlar güçlü bakteri öldürücü etkiler göstererek Gram pozitif bakterileri 2 log'dan fazla ( $> \%99,9$ ) ve Gram negatif bakterileri ise 1 log'dan fazla ( $> \%99$ ) azalttığını bildirdiler (Ramalingam vd. 2019). Ayrıca, Saadat ve ark. (2021) nar kabuğu özünü jelatin nanofiberlere kapsülleyerek minimum inhibitör konsantrasyonları ve minimum bakteri öldürücü konsantrasyonlarında hem *E. coli* hem de *S. aureus*'un etkili inhibisyonunu gösterdiğini söylediler (Saadat vd. 2021).

Sardareh ve arkadaşları (2022), yeşil sentezlenmiş gümüş nanoparçacıklar içeren üfleli eğirme yöntemiyle jelatin/PLA nanofiberler ürettiler ve bunları nanoparçacık içermeyen liflerle karşılaştırdıklarında Gram pozitif ve Gram negatif bakterilere karşı antibakteriyel aktiviteyi önemli ölçüde artırdığını ve ayrıca *E. coli* ve *S. aureus* bakteri kolonisi sayılarında önemli azalmalar elde ettiklerini bildirdiler (Alinezhad Sardareh vd. 2022). Benzer şekilde, Sharifi ve arkadaşları (2022), özellikle *Staphylococcus aureus* ve *Escherichia coli*'ye karşı güçlü antimikrobiyal etkiler gösteren hidroksiapatit-jelatin/kurkumin nanofiber kompozitler hazırladılar (Sharifi vd. 2021). Shen ve arkadaşları (2021) *Botrytis cinerea* ve *Alternaria alternata* gibi mantar türlerinin etkili

inhibisyonunu gösteren ve *Alternaria alternata*'ya karşı duyarlılığı artıran natamisin yüklü jelatin/zein/PU nanofiberleri oluşturdular (Shen vd. 2021). Shi vd. (2018) yara pansuman uygulamaları için tasarlanmış, düşük sitotoksisiteyi sahip hem *Staphylococcus aureus* hem de *Pseudomonas aeruginosa*'yı önemli ölçüde inhibe eden kuaterner amonyum tuzları içeren jelatin/PCL mikro/nanofiberli yapıları geliştirdiler (Shi vd. 2018). Dahası, Tang vd. (2019) nane ve papatya esansiyel yağlarını içeren elektroğrılmış jelatin nanofiberlerde nane yağı içeren yapıların üstün etkinlik sağladığını ve *Escherichia coli* ve *Staphylococcus aureus*'a karşı belirgin bir antimikrobiyal aktivite artışı gözlemlediklerini bildirdiler (Tang vd. 2019).

Thairin ve Wutticharoenmongkol (2022), 24 saat sonra *Staphylococcus aureus* ve *Escherichia coli*'ye karşı %100 bakteri azaltımı sağlayan siprofloksasin yüklü jelatin/aljinat/PVA nanofiber matlar ürettiler (Thairin ve Wutticharoenmongkol 2022). Benzer şekilde, Unalan ve arkadaşları (2019), karanfil esansiyel yağı yüklü jelatin/PCL nanofiber matlar üretti ve *S. aureus*'a karşı en yüksek inhibisyon 6 saatte ve *E. coli*'ye karşı ise 24 saate kadar devam eden aktivite gösterdiğini bildirdiler.(Unalan vd. 2019). Ayrıca, Virijevec ve arkadaşları. (2024) jelatin iskelelerine siprofloksasin hidroklorür ve gentamisin sülfat ekleyerek *Pseudomonas aeruginosa* ve *S. aureus*'a karşı antibakteriyel performansı artırdığını, antibiyotiksiz jelatin yapıların bile bir miktar bakteriyel inhibisyon gösterdiğini bildirdiler (Virijevec vd. 2024). Siprofloksasin gibi antibiyotiklerin etkinliği, siprofloksasin yüklü jelatin/PLA nanofiberleri hazırlayarak ve ilaç konsantrasyonunu arttırdıkça hem *E. coli* hem de *S. aureus* için artan inhibisyon bölgeleri gösterdiğini Xia ve ark. (2019) tarafından da belirtilmiştir .(Xia vd. 2019)

Ayrıca, Xu ve Zhou (2008) jelatin nanofiberlerinde gümüş nanoparçacıkları kullanarak jelatin-gümüş kompozitlerinin hem *S. aureus* hem de *P. aeruginosa*'ya karşı %99'un üzerinde antibakteriyel etkinlik gösterdiğini ve *P. aeruginosa*'nın ise daha fazla duyarlılık gösterdiğini buldular (Xu ve Zhou 2008). Xue ve ark. (2014), yönlendirilmiş doku rejenerasyonunda ve yönlendirilmiş kemik rejenerasyonunda kullanılmak üzere metronidazol yüklü elektroğrılmış jelatin/PCL hibrit nanofiber membranlar geliştirdiler ve bu membranlar metronidazolün kontrollü ve sürekli salınımını göstererek *Fusobacterium nucleatum* gibi anaerobik bakterilerin kolonizasyonunu etkili bir şekilde

inhibe ettiğini bularak metronidazol içeriği %5'i aştığında ise antibakteriyel etkinliğin önemli ölçüde arttığını bildirdiler (Xue vd. 2014). Benzer şekilde, Yılmaz ve ark. (2022), elektroğrılmış öjenol yüklü jelatin nanofiberleri sığır etinin korunması için biyoaktif ambalaj olarak araştırarak mezofilik ve psikrofilik aerobik bakteri sayısını azalttığı ve ayrıca etin raf ömrünü 9 güne kadar uzattığını bildirdiler (Yılmaz vd. 2022).

Literatürdeki yapılan çalışmalara bakıldığında, çeşitli stratejiler kullanarak jelatin bazlı elektroğirme yapıların antimikrobiyal potansiyelini kapsamlı bir şekilde araştırıldığı görülmektedir. Çok sayıda çalışmada, uçucu yağlardan olan; karanfil, kekik, tarçın bitki özleri gibi doğal bileşiklerin yanı sıra sentetik antibiyotikler olarak siprofloksasin, metronidazol ya da metal nanoparçacıklar (gümüş, çinko oksit) dahil olmak üzere çeşitli antimikrobiyal ajanları jelatin matrislerine dahil etmeye odaklanılmıştır. Bu çalışmalar, jelatinin çeşitli antimikrobiyal ajanlar için bir taşıyıcı olarak çok yönlülüğünü vurgulamaktadır.

Çizelge 3.1 Literatürde jelatin polimerleriyle elde edilen elektroğrılmış liflerin antimikrobiyal özelliklerini inceleyen çalışmalar

<i>Polimer</i>	<i>Katkı polimer(ler)i</i>	<i>Antibakteriyel ajan</i>	<i>Lif yapısı</i>	<i>Uygulama alanı</i>	<i>Referans</i>
Jelatin	Kitosan, silika	Çinko asetat	hibrit	Antibakteriyel	(Nada vd. 2019)
Jelatin	-	Nisin	hibrit	Antibakteriyel	(Dherapra sart vd. 2009)
Jelatin	PCL	Kuaternar Amonyum tuzları	hibrit	Yara örtüsü	(Shi vd. 2018)
Jelatin	$\beta$ -siklodekstrin	Kekik esansiyel yağı	hibrit	Ambalaj	(Lin vd. 2018)
Jelatin	Kitosan	Tarçın ekstraktı	hibrit	Antibakteriyel	(Ahmadi vd. 2021)
Jelatin	-	Phaeodactylum tricornutum ekstraktı	hibrit	Antibakteriyel	(Kwak vd. 2014)

Çizelge 3.1 Literatürde jelatin polimerleriyle elde edilen elektroğrılmış liflerin antimikrobiyal özelliklerini inceleyen çalışmalar (devam)

<i>Polimer</i>	<i>Katkı polimer(ler)i</i>	<i>Antibakteriyel ajan</i>	<i>Lif yapısı</i>	<i>Uygulama alanı</i>	<i>Referans</i>
Jelatin	Kitosan	3-Phenilasetik asit	hibrit	Gıda ambalajı	(Liu vd. 2021)
Jelatin	PCL	CuO nanoparçacıkları	hibrit	Yara örtüsü	(Karuppannan vd. 2021)
Jelatin	PCL	Metronidazol	hibrit	Doku yenilenmesi	(Xue vd. 2014)
Jelatin	PCL	Siprofloksasin hidroklorür, kuarsetin	hibrit	Yara örtüsü	(Ajmal vd. 2019)
Jelatin	Poli (3-hidroksibutirat-ko-3-hidroksivalerat)	Kekik yağı, çinko oksit nanoparçacıkları	hibrit	Gıda ambalajı	(Hemmati vd. 2021)
Jelatin	PVA	Prosiyanidin oligomerleri, amoksisilin	hibrit	Antibakteriyel	(He vd. 2022)
Jelatin	PCL	Öjenol	hibrit	Damar nakli	(Li vd. 2018)
Jelatin	Zein, PU	Natamisin	hibrit	Gıda ambalajı	(Shen vd. 2021)
Jelatin	-	Öjenol	hibrit	Biyoaktif ambalaj	(Yilmaz vd. 2022)
Jelatin	Kitosan	Grafen nanotabakaları	hibrit	Yara örtüsü	(Ali vd. 2022)
Jelatin	PLA	Gümüş nanoparçacık	hibrit	Yara örtüsü	(Alinezhad Sardareh vd. 2022)

Çizelge 3.1 Literatürde jelatin polimerleriyle elde edilen elektroğrılmış liflerin antimikrobiyal özelliklerini inceleyen çalışmalar (devam)

<i>Polimer</i>	<i>Katkı polimer(ler)i</i>	<i>Antibakteriyel ajan</i>	<i>Lif yapısı</i>	<i>Uygulama alanı</i>	<i>Referans</i>
Jelatin	-	Zerdeçal, Hidroksipati	hibrit	Dişçilik malzemesi	(Sharifi vd. 2021)
<i>Jelatin</i>	PCL	Kına bitkisi ekstraktı (lawsone)	hibrit	Antibakteriyel	(Adeli-Sardou vd. 2018)
<i>Jelatin</i>	-	Klorohekzidin	hibrit	İlaç taşıma	(Nagarajan vd. 2016)
<i>Jelatin</i>	PLA	Siprofloksasin	hibrit	Yara örtüsü	(Xia vd. 2019)
<i>Jelatin</i>	Polidopamin	Gümüş asetat	hibrit	Yara örtüsü	(Dongargonkar vd. 2013)
<i>Jelatin</i>	-	Laktoferrin			(Padrão vd. 2015)
<i>Jelatin</i>	-	Sinnamaldehit, Limonen, Öjenol	hibrit	Antibakteriyel	(Mahmood vd. 2022)
<i>Jelatin</i>	Silk fibroin	Kekik esansiyel yağı, Doksisisiklin monohidrat	hibrit	İlaç taşıma	(Dadras Chomachayi vd. 2018)
<i>Jelatin</i>	-	Gliserol monolaurat	hibrit	Antibakteriyel	(Zhang vd. 2021)
<i>Jelatin</i>	PCL	Öjenol	hibrit	Damar nakli	(Li vd. 2018)
<i>Jelatin</i>	poli([2-(metakriloiloksi)etil] trimetilamonyum klorür	-	hibrit	Yara örtüsü	(İnal ve Mülazımoğlu 2019)

Çizelge 3.1 Literatürde jelatin polimerleriyle elde edilen elektroğrılmış liflerin antimikrobiyal özelliklerini inceleyen çalışmalar (devam)

<i>Polimer</i>	<i>Katkı polimer(ler)i</i>	<i>Antibakteriyel ajan</i>	<i>Lif yapısı</i>	<i>Uygulama alanı</i>	<i>Referans</i>
<i>Jelatin</i>	-	Karvakrol	hibrit	Ambalaj	(Liu vd. 2018)
<i>Jelatin</i>	PCL	Gymnema sylvestre ekstraktı	hibrit	Antibakteriyel	(Ramalin gam vd. 2019)
<i>Jelatin</i>	-	Siprofloksasin hidroklorür, Gentamisin sülfat	hibrit	Yara örtüsü	(Virijević vd. 2024)
<i>Jelatin</i>	PCL	Karanfil esansiyel yağı	hibrit	Yara örtüsü	(Unalan vd. 2019)
<i>Jelatin</i>	PCL	Polimiksin B ve vankomisin yüklü karboksil modifiyeli silika nanopartikülleri	hibrit	Antibakteriyel	(Gounani vd. 2020)
<i>Jelatin</i>	Soya Protein İzolatı	Zataria multiflora ve Tarçın esansiyel yağları	hibrit	Antibakteriyel	(Raeisi vd. 2021)
<i>Jelatin</i>	-	Nar kabuğu özütü	hibrit	Antibakteriyel	(Saadat vd. 2021)
<i>Jelatin</i>	-	Gümüş nanoparçacıkları	hibrit	Antibakteriyel	(Xu ve Zhou 2008)
<i>Jelatin</i>	-	Kloramfenikol	hibrit	Antibakteriyel	(Nada vd. 2016)
<i>Jelatin</i>	PCL	Polilizin	hibrit	Yara örtüsü	(Ghomi vd. 2023)
<i>Jelatin</i>	-	Nane ve Papatya esansiyel yağları	hibrit	Yenilebilir ambalaj	(Tang vd. 2019)

Çizelge 3.1 Literatürde jelatin polimerleriyle elde edilen elektroğrılmış liflerin antimikrobiyal özelliklerini inceleyen çalışmalar (devam)

<i>Polimer</i>	<i>Katkı polimer(ler)i</i>	<i>Antibakteriyel ajan</i>	<i>Lif yapısı</i>	<i>Uygulama alanı</i>	<i>Referans</i>
<i>Jelatin</i>	Aljinat, PVA	Siprofloksasin	hibrit	Yara örtüsü	(Thairin ve Wutticharoenmongkol 2022)
<i>Jelatin</i>	PCL, etil selüloz	ZnO, Zataria multiflora esansiyel yağı	hibrit	Gıda ambalajı	(Beikzadeh vd. 2021)
<i>Jelatin</i>	Polidopamin	Metal iyonlar(Ag, Mg, Ca, Zn)	hibrit	Biyouyumlu deri hücresi	(Leung vd. 2018)
<i>Jelatin</i>	PCL	Nitrik oksit	hibrit	Yara örtüsü	(Li vd. 2022)
<i>Jelatin</i>	Etil selüloz	Çinko oksit	hibrit	Ambalaj	(Liu vd. 2018)
<i>Jelatin</i>	Kitosan,	Grafen oksit, hidroksipati	hibrit	Biyouyumlu malzeme	(Gao vd. 2016)
<i>Jelatin</i>	PCL	Hindistan cevizi yağı	hibrit	Yara örtüsü	(Mohamadi vd. 2022)
<i>Jelatin</i>	-	Çinko oksit, grafen oksit	hibrit	Yara örtüsü	(Li vd. 2020)
<i>Jelatin</i>	Kitosan,PLGA	Hidroksipati	hibrit	Kemik rejenerasyonu	(He vd. 2018)
<i>Jelatin</i>	-	BPEI, P2Ox-ko-PEI, LPEI	hibrit, çift-yüz, çekird ek-kılıf	Antibakteriyel	**Tez çalışması

Son arařtırmalarda, çeřitli alıřmalar geliřmiř zelliklere sahip poliretan bazlı nanofiber membranların geliřtirilmesini arařtırılmıř olup izelge 3.2'de gsterildi. Xia ve arkadařları (2022), su bazlı poliretan kaplı gmř nanoparacıklar ile gml bir TPU nanofiber membran 50 yıkamadan sonra bile E. coli ve S. aureus'a karřı %99,99 oranında antibakteriyel etkinlięini korumuřtur (Xia vd. 2022). Benzer Őekilde, Al Kayal ve arkadařları (2023), kombine elektroęirme ve elektropskrtme teknięi yoluyla bakır nanoparacıklar ieren elektroęirilmif PU membranlar gl bakterisidal aktivite gstererek, 25-30  $\mu\text{g}/\text{cm}^2$  yzey bakır nanoparacık yoęunluklarında Escherichia coli koloni oluřturan birimleri %50'nin zerinde azaltırken, aynı zamanda 1 saatlik temastan sonra SARS-CoV-2'ye karřı yaklařık %90 antiviral inhibisyon gsterdiklerini belirtmiřlerdir (Al Kayal vd. 2023). Zhou ve arkadařları (2023), gallik asidin stentin mekanik mukavemetini artırdıęı ve srekli antibakteriyel aktivite saęladıęı bir Őekil hafızalı poliretan/galik asit (PU/GA) stent geliřtirmiřlerdir (Zhou vd. 2023). PU/GA stenti, S. aureus iin E. coli'den daha byk bir inhibisyon blgesi gstermiř olup inhibisyon blgesi, GA konsantrasyonu %0,5'ten %5'e ykselirken 0,65 cm'den 7,31 cm'ye ıktıęını belirtmiřlerdir (Zhou vd. 2023). Ayrıca, Joshi ve arkadařları. (2023) kontroll ila salınımı iin halloysit nanotpler ve ipek serisin ieren PU bazlı bir elektro-eęirilmif nanokompozit tasarlayarak klorheksidin asetat ile yklenen bu nanokompozit, hem gram pozitif (S. aureus) hem de gram negatif (E. coli) bakterilere karřı antibakteriyel etki gsterdięini bildirmiřlerdir (Joshi vd. 2023). Dahası klorheksidin asetatın kontroll salınımı nedeniyle yara rts uygulamaları iin umut verici bir malzeme olarak da dřnlmektedir.konumuna geldi. Bu alıřmalar, poliretan nanofiber membranların antimikrobiyal uygulamalar ve saęlık hizmetlerinde dayanıklı performans iin ok ynllęn ve potansiyelini vurgulamaktadır.

WBPU'dan yapılan elektro-eęirilmif lifli membranlardaki son geliřmelerde ise birok biyolojik ve evresel uygulama iin umut vadettięini gstermektedir. Zhang ve dięerleri (2020), kemik rejenerasyonu amacıyla emlsiyon elektroęirme kullanarak fibroblast byme faktr-2 ile ařılanmif WBPU membranları retmiřtir. Bu membranlar, dzenli paralanma, avantajlı mekanik zellikler ve uzun sreli fibroblast byme faktr-2 salınımı gstererek hcre vaskularizasyonunu ve kemik rejenerasyonunu kolaylařtırmıřtır (Zhang vd. 2020). CN106988016B nolu patent, ift nozullu

elektroegirme ile antibakteriyel WBPU nanofiber filmlerinin üretmiş olup bir nozuldan WBPU/PVA çözeltisini diğer nozuldan ise gümüş nitratla aşılınmış PVA çözeltisini eş zamanlı olarak ekstrüzyonunu gerektirerek, 200 ila 500 nm çapında nanofiber yapısı içinde 4-8 nm ölçülerinde gümüş nanoparçacıklar elde ederek önemli bir antibakteriyel etkinlik sağladığını bildirdiler (Li vd. 2017). Zhou ve diğerleri (2021), elektroegirme kullanarak su geçirmezlik ve nefes alabilir bir yapı elde ederek çevre dostu WBPU nanofibröz membranlar geliştirdiler (Zhou vd. 2021). Bu membranlar 74,3 kPa hidrostatik basınç ve 9,3 mm/s hava geçirgenliği sergileyerek su geçirmez, nefes alabilen ve antibakteriyel özellikte kumaşlar oluşturdular. Bu araştırmalar toplu olarak WBPU elektroegirilmiş membranların rejeneratif tıp ve sürdürülebilir tekstiller dahil olmak üzere çeşitli alanlardaki uyarlanabilirliğini vurgulamaktadır.

Çizelge 3.2 Literatürde poliüretan polimerleriyle elde edilen elektroegirilmiş liflerin antimikrobiyal özelliklerini inceleyen çalışmalar

<i>Polimer</i>	<i>Katkı polimer(ler)i</i>	<i>Antibakteriyel ajan</i>	<i>Lif yapısı</i>	<i>Uygulama alanı</i>	<i>Referans</i>
TPU	-	Gümüş nanoparçacık	hibrit	Membran	(Xia vd. 2022)
PU	-	Bakır nanoparçacık	hibrit	Membran	(Al Kayal vd. 2023)
PU	Gallik asit serisin, hallosit nanotüp	-	-	Stent	(Zhou vd. 2023)
PU	hallosit nanotüp	Kloroheksidin asetat	hibrit	Yara örtüsü	(Joshi vd. 2023)
WBPU	PEO	-	hibrit	Tekstil	(Zhou vd. 2021)
WBPU	PVA	Gümüş	hibrit	Film	(Li vd. 2017)
WBPU	PEO	fibroblast büyüme faktörü-2	hibrit	Kemik rejenerasyonu	(Zhang vd. 2020)
WBPU	-	<i>BPEI, P2Ox-ko-PEI, LPEI</i>	<i>hibrit, çift-yüz, çekirdek-kılıf</i>	<i>Antibakteriyel</i>	<i>**Tez çalışması</i>

Bu tez çalışmasında ilk olarak P2Ox-ko-PEI polimerinin sentezlenmesi için P2Ox polimerinin kısmi hidrolizasyonu yapılacaktır. Ardından jelatin polimerinin pamuk kumaş yüzeyinde lif verme koşulları incelenecektir. Daha sonra uygun koşullarda lif oluşturduktan sonra, jelatin biyopolimeri BPEI, P2Ox, P2Ox-ko-PEI ve LPEI polimerleriyle pamuk kumaş yüzeyinde hibrit, çift-yüz ve çekirdek-kılıf morfolojilerinde elektro-eğrilmiş lifli yapılar elde edilecektir. Aynı zamanda her ne kadar literatürde az sayıda çalışma PU ve WBPU nano fibröz malzemeleri incelemiş olsa da, bu tez çalışması çoğunlukla keşfedilmemiş alanları araştırarak yeni bir bakış açısı sunmaktadır. Önceki çalışmalar ağırlıklı olarak PU bazlı membranlara odaklanmıştı; ancak bu tez çalışmasında WBPU polimeri ilk olarak üç farklı zincir genişleticiler ile (PDO, BDO ve gliserol) sentezlenip lif verme potansiyeli jelatin biyopolimerinde olduğu gibi incelenecektir. Ardından uygun koşullarda lif oluşturduktan sonra, WBPU polimeriyle BPEI, P2Ox, P2Ox-ko-PEI ve LPEI polimerleri pamuk kumaş yüzeyinde hibrit, çift-yüz ve çekirdek-kılıf morfolojilerinde elektro-eğrilmiş lifli yapılar elde edilecektir. Daha sonra yüzey morfolojilerinin tespiti için optik mikroskop, SEM, FTIR ve aynı zamanda liflerin yönelimini anlamak amacıyla FFT görüntü işleme tekniği kullanılacaktır. Hazırlanan kumaş kompozitlerin hidrofilitelerini ölçmek amacıyla temas açısı cihazından yararlanılacaktır. En sonunda antibakteriyel özellikleri incelenecektir. Metodolojimizin özgünlüğü nedeniyle, araştırmamız biyouyumlu, antimikrobiyal tekstiller alanını önemli ölçüde ilerletmekte ve bu alanda daha fazla araştırma için temeller atmaktadır.

## 4. MATERYAL ve METOD

### 4.1 Kullanılan Kimyasal Maddeler

Mermer-şah tipi pamuklu kumaş (iplik sayısı: 30 Ne, baz ağırlığı: 80–85 g/m<sup>2</sup> çözgü: 23–25 tel; atkı: 16–18 tel) yerel bir firmadan (Bursa, Türkiye) temin edildi. WBPU sentezi için, bu çalışma için iki moleküler ağırlıkta polietilen glikol (PEG) seçildi, PEG (20.000) ve PEG (1000) Sigma-Aldrich (Türkiye)'den sağlandı. 2000 moleküler ağırlığa sahip poli(kaprolakton diol) (PCL), zincir uzatıcılar, PDO, BDO ve GLY, izosiyanat kaynağı LDI, emülgatör L-lizin ve çözücü kloroform Sigma-Aldrich (Türkiye)'den sağlandı ve alındıkları gibi çalışmada kullanıldı. Hidroksipropil metilselüloz (HPMC), poli(2-etil-2-oksazolin) (PEtOx), jelatin (226 bloom), formik asit (%99), 1,1,1,3,3,3-hekzafloro-2-propanol (HFIP), etil alkol, HCl (%37) ve Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> Sigma-Aldrich (Türkiye) firmasından temin edilerek alındığı gibi kullanılmıştır. Jelatin biyopolimeri (226 kDa, firma ismi) temin edildiği gibi kullanıldı.

### 4.2 Pamuk Kumaşların Şartlandırılması

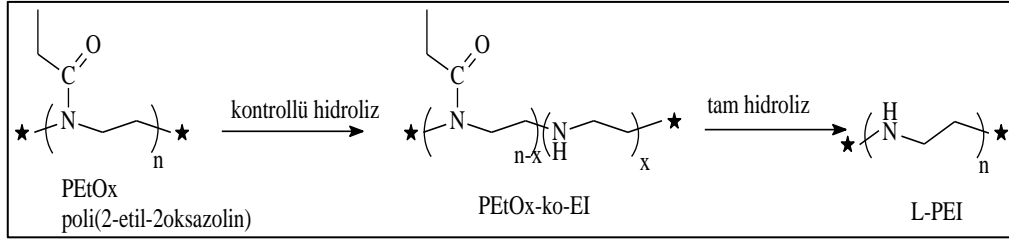
Bu proje çalışmasında ilk olarak, kalıp/alttaş olarak mermerşahi tipi, ağartma işleminden geçirilmiş, 30 Ne iplik numarasına sahip, yaklaşık 80-85 g/m<sup>2</sup> ağırlığında 23-25 tel çözgü ve 16-18 tel atkı dokuma sıklığında ince ancak sık dokunmuş ticari maske malzemesi olarak kullanılabilen pamuk kumaşlar, önce üzerlerindeki olası kir/yağın uzaklaşması amacıyla 1g/L ECE (optik beyazlatıcı içermeyen fosfatsız ev tipi referans deterjan) ve 1g/L Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> içeren çözeltide 40 °C' de 30 dakika süre ile yıkanmıştır (Erdoğan vd. 2020). Ardından saf su ile iyice çalkalanıp durulandıktan sonra 50 °C'deki etüvde kurutulup, % 33 bağıl neme sahip desikatörde şartlandırılmıştır. Yıkama işlemi sonrası kumaşların görüntüsü Şekil 4.1'de verilmiştir.



Şekil 4.1 Pamuk kumaşların  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  ile yıkandıktan sonra oda sıcaklığında kurutulması işleminin fotoğrafik görüntüsü

### 4.3 P2O<sub>x</sub> Kontrollü Hidrolizi ve Kopolimerlerinin Sentezi

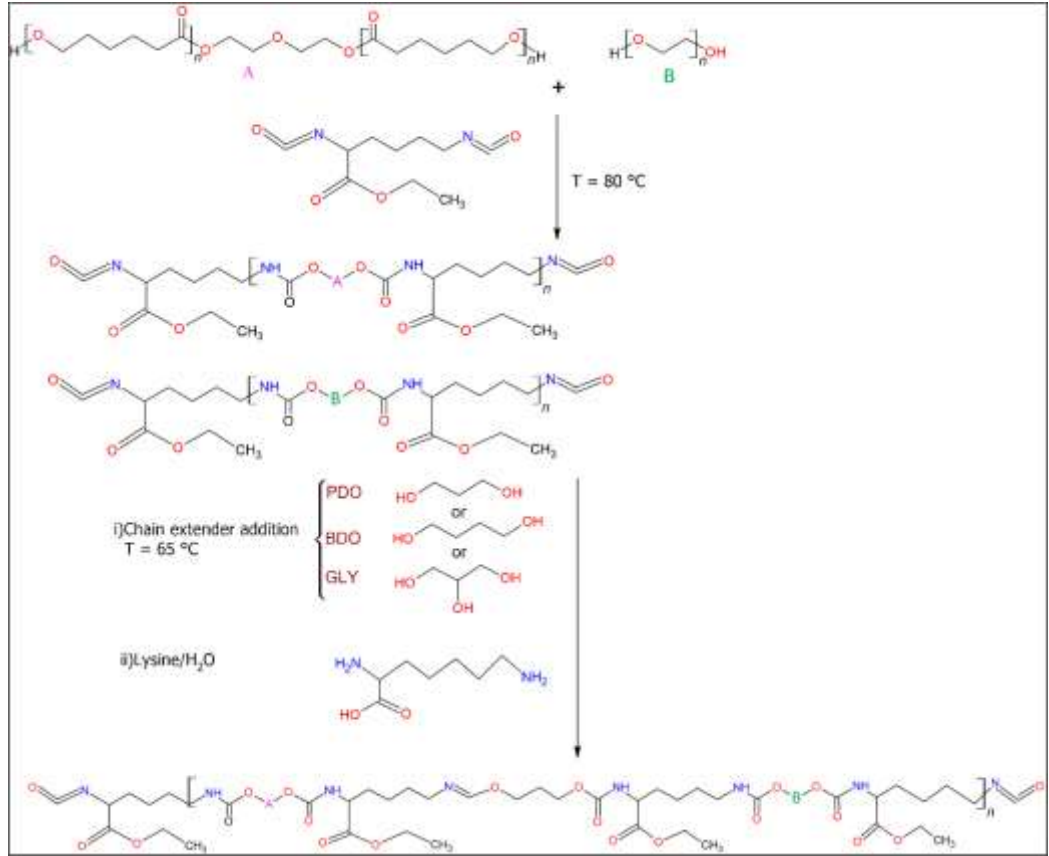
Poli(2-etil-2-oksazolin)'in (P2O<sub>x</sub>) kontrollü hidrolizi ve sonrasında da zincirlerinde az (~%10) ve orta (~% 25) yoğunlukta lineer PEI birimleri içerecek şekilde kopolimerlerinin hazırlanması işleminde, Kütlece ortalama mol kütlesi ( $M_w$ ) 50000 g/mol olan P2O<sub>x</sub> polimerinin literatürde daha önce belirlenen hidroliz koşulları esas alınarak hidroliz işlemi gerçekleştirilmiştir (Van Kuringen vd. 2012). Bu amaçla, 0,83 g tartılan P2O<sub>x</sub>, 50 mL suda çözülüp üzerine 50 mL derişik HCl çözeltisi (%37,5) eklenerek 70°C'de 2-4 saat boyunca karıştırılarak zincirlerinde belli oranda LPEI birimleri bulunduracak şekilde hidroliz edildi. Belli zaman aralıklarında çözelti ortamından numuneler alınıp, 6 M NaOH çözeltisi ile pH 7-8'e ayarlanarak açığa çıkan propiyonik asit çözeltisinin tamamıyla deprotonasyonu sağlanmıştır. Çözeltideki hidrolizlenmemiş kısımların ayrılması için membran kullanılarak (cut off değeri 8-15 kDa) iki gün distile su ortamında bekletilip gün aşırı suları değiştirildi. İşlemler sonunda liyofilizatörde dondurularak kurutulmuş numunelerin hidroliz dereceleri açığa çıkan propiyonik asit ve P2O<sub>x</sub> yapısındaki  $\text{CH}_2$  birimlerine ait  $^1\text{H-NMR}$  spektrumlarından takip edilmiştir. Asidik ortamda hidroliz sonrası P2O<sub>x</sub> polimerinin hidroliz ürünü Şekil 4.2'de gösterildi.



Şekil 4.2 Asidik ortamda hidroliz sonrası P2Ox polimerinden oluşacak hidroliz ürünü

#### 4.4 WBPU Sentezi

Biyobozunur WBPU polimerinin sentezi, literatür esas alınarak iki aşamalı polimerizasyon tekniği ile gerçekleştirilmiştir (Hao vd. 2016, Wu vd. 2017). Buna göre birinci aşamada, diizosiyanat kaynağı olarak L-lizin etil ester diizosiyanat (LDI) ile poli(kaprolakton) (PCL) ve poli(etilen glikol) (PEG) polimerlerinden prepolimerler hazırlanmıştır. Bu amaçla, 3:1:1,5 mol oranında diizosiyanat: yumuşak segment polimer: zincir genişletici olacak şekilde 0,64 mL LDI, 1,5 g PCL ve 0,25 PEG çıkış maddeleri balona eklenerek 80 °C’de N<sub>2</sub> atmosfer altında ~1,5 saat karıştırılıp, karışıma, zincir genişletici olarak 0,117 g 1,3-propandiol (PDO) eklenerek 65 °C’de 2 saat boyunca karıştırmaya devam edilmiştir. İkinci aşamada, hazırlanan prepolimer, 0,231 g L-lizin içeren 10 mL sulu çözeltiye eklenerek karışımın emülsifiye olması sağlanarak pH’sı 8’e ayarlanmıştır. Bu koşullarda hazırlanan WBPU polimeri, 2cm x 2 cm ebatlarında filmler olarak dökülerek desikatörde muhafaza edilmiş, çözünürlük testi ve ATR-FTIR, <sup>1</sup>H-NMR gibi yapısal karakterizasyon teknikleri için saklanmıştır. Biyobozunur WBPU sentez şeması Şekil 4.3’de sunulmuştur.



Şekil 4.3 Biyobozunur WBPU polimerinin sentez şeması (Hao vd. 2016)

Çizelge 4.1 WBPU sentezi sırasında yumuşak segment oranının incelenmesi

Numune kodu	PEG <sub>20000</sub>	PCL-diol <sub>2000</sub>	PDO (zincir genişletici) 1,0 mol	LDI (sert segment) 1,5 mol
	(yumuşak segment) 1,0 mol			
WBPU1	0	100		
WBPU2	25	75		
WBPU3	50	50		
WBPU4	75	25		
WBPU5	100	0		

Sentezlenen WBPU polimerlerinin elektroegirme işlemleri öncesi en uygun çözücü/çözücü sisteminin belirlenmesi amacıyla çözünürlük testi uygulandı. Yarı kantitatif çözünürlük testinde, Kütlece %1'lik WBPU polimerlerinin  $25\text{ }^{\circ}\text{C}$ 'de Kloroform, DMF, FAc ve EtOH çözücüleri içindeki çözünürlükleri tespit edildi.

#### 4.5 Elektroęirme Kulllanılacak özeltilerin Hazırlanması

Pamuk kumaşlar üzerinde nanolifli ağ dokunun oluşturulmasında kullanmak üzere, daha önceden sentezlenen veya ön işlemden geçirilen dört farklı biyo-uyumlu polimerin, uygun çözücülerde belli derişimlerde çözeltileri/dispersiyonları hazırlanmıştır. Her polimer sistemi için ön yarı-kantitatif çözünürlük testlerinin yapılması ile, elektroęirme için kullanılabilir derişim-çözücü sistemi çalışması yapılmıştır. Bu nedenle her biyoyumlu polimerin bu sistemleri farklı olduğundan, bu kısımda genel bir hazırlama yöntemi belirtilmiş olup, bulgular ve tartışma kısmında her polimerin elektroęirme koşulları detaylı olarak anlatılmıştır.

Yöntem genel hatlarıyla, 15cm x 20 cm ebatlarında yüzeyi ön modifiye işleminden geçirilmiş veya geçirilmemiş mermerşahi pamuk kumaşlar, FYTRONIX Scientific Instruments marka Elektroęirme Cihazının döner toplayıcıüne sabitlenmiştir. Ardından kumaş yüzeylerine polimer karışımlarını püskürtecek 25G ağızlıklı çift uçlu enjektör 5-20 cm mesafede toplayıcıe konumlandırılmıştır. Yüze kaplanacak biyoyumlu polimer türü ve çözücü sistemi, farklı mol kütlesi ve dallanmışlık derecesine sahip PEI polimerlerinin derişimi, 0,3-5,4 mL/saat akış hızı, 300 rpm dönme hızı, 15-30 kV aralığında deęişen uygulama potansiyeli gibi koşullar altında 3 saat boyunca kumaş yüzeylerinin harmanlanmış karışım morfolojisinde kaplanması sağlandı.



Şekil 4.4 Lif üretiminde kullanılan yarı-endüstriyel elektroęirme cihazı

## **4.6 Karakterizasyon Çalışmaları**

### **4.6.1 <sup>1</sup>H NMR**

Biyouyumlu WBPU polimeri ile asidik ortamda farklı koşullarda hidroliz edilmiş P2O<sub>x</sub> kopolimerlerinin sentezlerde kullanılan çıkış maddelerine kıyasla yapısal değişimleri, Agilent Premium Compact (600 MHz 14.1 Tesla Mıknatıs) NMR spektroskopisi cihazı ile sırayla CDCl<sub>3</sub> ve DMSO-d<sub>6</sub> çözücülerinde alınan sıvı 1H-NMR analizi ile ortaya konulmuştur.

### **4.6.2 DSC**

Sentezlenen WBPU'ların termal özellikleri Setaram DSC 131 Evo cihazı kullanılarak incelendi. Ölçümler 10 mL/dak akış hızında, sıcaklık aralığı 25–200 °C ve ısıtma hızı 5 °C/dak olacak şekilde nitrojen ortamında gerçekleştirildi.

### **4.6.3 Hızlı Fourier dönüşüm tekniği**

Image-j uygulaması kullanılarak yüksek büyütme elektron mikroskobu görüntüleri kullanılarak liflerin toplayıcı üzerindeki dağılımı incelendi.

### **4.6.4 ATR-FTIR**

Numunelerin ATR-FTIR spektrumları, üç yansımalı Pike Miracle ATR ünitesine sahip Shimadzu Infinity FTIR Spektrometresi kullanılarak elde edildi.

### **4.6.5 Optik mikroskobu**

Elektroegirme işlemleri öncesi ve sonrası mermerşahi pamuk kumaş yüzeyleri, Optika marka Optik Mikroskop cihazı ile görüntülendi.

#### **4.6.6 SEM**

Kumaş formundaki örneklerin yüzey morfolojileri, vakum altında Au/Pd ile kaplama sonrası FEI-QUANTA FEG 250 SEM Cihazı ile belirlendi.

#### **4.6.7 Temas açısı**

Kumaş kompozit numunelerinin temas açısı ölçümleri, Sessile Drop yöntemiyle Attension marka Theta Lite modeli Optik Temas Açısı Ölçüm Cihazı kullanılarak yapıldı.

#### **4.6.8 Germe-çekme testi**

Yüzeyleri nano-lifli ağ doku ile kaplanmış pamuk kumaşların kopma mukavemeti (N cinsinden) ve kopma uzaması (%) değerleri SDL Testometric M3505 kN Cihazı ile zemin pamuk kumaş ile karşılaştırmalı olarak şerit yöntemi (TS EN ISO 13934-1:2013 standardı) kullanılarak elde edilmiştir.

#### **4.6.9 Hava geçirgenliği**

Örneklerin hava geçirgenliği incelemesi, TS 391 EN ISO 9237, (A) ISO 9237 standardına göre zemin kumaşa kıyaslamalı olarak sunuldu.

#### **4.6.10 Antimikrobiyal analiz**

Tasarlanan maskelerin antimikrobiyal etkinliği öncelikle “EN ISO 20645: Tekstil kumaşlarının antimikrobiyal aktivitenin belirlenmesi- Agar difüzyon plak testi” ile belirlendi (Kalkan Erdoğan vd. 2018). Bu standart test yöntemine göre, besi yeri olarak Triptik soy agar (TSA) kullanıldı. Besi yeri, alt katman (bakteri içermeyen kültür ortamı) ve üst katman (bakteri inokulumu içeren kültür ortamı) olmak üzere iki katmanlı olarak hazırlandı. Alt katman için  $10 \pm 0.1$  ml TSA steril 90 mm'lik petri plakalarına döküldü. Sterilizasyon kontrolünden sonra üst tabaka için erimiş  $15 \pm 0.1$  ml TSA (yaklaşık 45°C'ye önceden soğutulmuş) içeren tüp içerisine 100 µl mikroorganizma kültüründen ( $1-5 \times 10^8$  kob/ml) eklenip, kuvvetlice çalkalanıp alt besi yeri katmanının üzerine dökülüp

donduruldu. 10 mmx 10 mm ebatlarında kesilmiş yüzeyi nanolifli ağ dokular ile kaplı pamuklu dokuma kumaşlar (Test numuneleri) (10 mm x 10 mm), steril pens kullanılarak aşılantmış TSA üzerine yerleřtirildi. Petri plakaları 24 saat 35±2°C'de inkübe edildi. İnkübasyon sonrası antimikrobiyal aktivite test numuneleri etrafında oluřan inhibisyon zonu ile deęerlendirildi. *S. aureus* ATCC 29213, *E. coli* ATCC 25922 ve *C. albicans* ATCC 10231 test mikroorganizmaları olarak kullanıldı. İnhibisyon bölgeleri ařaęıda verilen eřitlięe göre hesaplandı:

$$H = (D - d) / 2 \quad \text{(Eřitlik 1)}$$

Eřitlikte verilen H: mm cinsinden inhibisyon bölgesi, D: mm cinsinden numunenin ve inhibisyon bölgesinin toplam apı, d: mm cinsinden numunenin apını göstermektedir.

EN ISO 20645 standart test yönteminin deęerlendirmesine göre ≥1-0 mm inhibisyon zonları ve numune altında üreme olmaması etkili olarak kabul edilirken, 0 mm inhibisyon zonu ve hafif büyüme sınırlı etki olarak deęerlendirilmiřtir.

Deęerlendirme sonunda en yüksek inhibisyon zonu veren ve cilt irritasyonu gibi test edilecek dięer kriterler göz önüne alınarak seilen numunelerin antimikrobiyal etkinlięi, “Antimikrobiyal ajanların dinamik temas kořulları altındaki antimikrobiyal aktivitesinin belirlenmesi”, ASTM E2149-13a standart test yöntemine göre kantitatif olarak deęerlendirildi (Materials 2013). alıřmada *S.aureus* ATCC 29213, *E. coli* ATCC 25922 ve *C. albicans* ATCC 10231 test mikroorganizmaları olarak kullanıldı. Besi yeri olarak triptik soya agar ve Plate count agar kullanıldı. Testten önce, organizmaların 18 saatlik taze kùltürleri, 35±2°C'de triptik soya besiyerinde üretildi. Taze kùltürlerden, her mikroorganizma için ayrı ayrı, steril bir tampon özeltisi (0,3 mM KH<sub>2</sub>PO<sub>4</sub>) içerisinde 1,5-3,0 x 10<sup>5</sup> koloni oluřturan birim (cfu)/mL'lik bir mikroorganizma süspansiyonu hazırlandı.

Antimikrobiyal etkinlik beklenen polimer modifiyeli maske örneklerinin aktivitesi, mikroorganizmaların aktif kimyasal ajan ile doęrudan temasına baęlı olarak ortaya ıkmaktadır. Kumař numuneleri 0,5±0,01 g olacak řekilde tartılmıř ve her numunede hem

nanolifli polimer kaplı hem de saf pamuklu kumaş parçaları kullanılmıştır. İşlenmiş ve işlenmemiş her numune için bir adet steril 250 mL vidalı kapaklı konik şişe hazırlandı ve incelenen seri için bir "yalnızca aşı" numunesi hazırlandı. Her bir konik şişeye istenilen konsantrasyonda hazırlanan mikroorganizma inokulumundan  $50 \pm 0,5$  mL eklendi. Mikroorganizma süspansiyonunun "0" zamanındaki konsantrasyonu, yalnızca aşı numunesi şişesinden seri seyreltmeler ve standart plaka sayma teknikleri uygulanarak belirlendi. Test ve kontrol numuneleri ayrı konik şişelerde hazırlandı. Deney serisinin tamamında, ilk ve son seri seyreltme arasında temastan sonra 5 dakikadan fazla süre geçmemesine dikkat edildi. Konik şişeler,  $35 \pm 2^\circ\text{C}$ 'de çalkalamalı inkübatörde 150 rpm'de 1 saat  $\pm$  5 dakika süreyle inkübe edildi. Kuluçka süresinin sonunda, her numune seri olarak üç kez seyreltildi ve seriden plaka sayma agarı içeren petri kaplarına ekildi. Petri plakları  $35 \pm 2^\circ\text{C}$ 'de 24 saat inkübe edildi ve inkübasyon sonrası oluşan koloniler sayıldı. Üç petri plakasındaki koloni sayılarının ortalaması hesaplandı ve ortalama, mililitre başına koloni oluşturan birim (cfu/mL) olarak belirlendi. Sonuçlar her test numunesi grubu içindir; 0. temas süresi ve 1 saatlik temas süresi sonunda cfu/mL olarak belirlenip karşılaştırıldı ve mikroorganizma sayısındaki azalma yüzde olarak belirtildi.

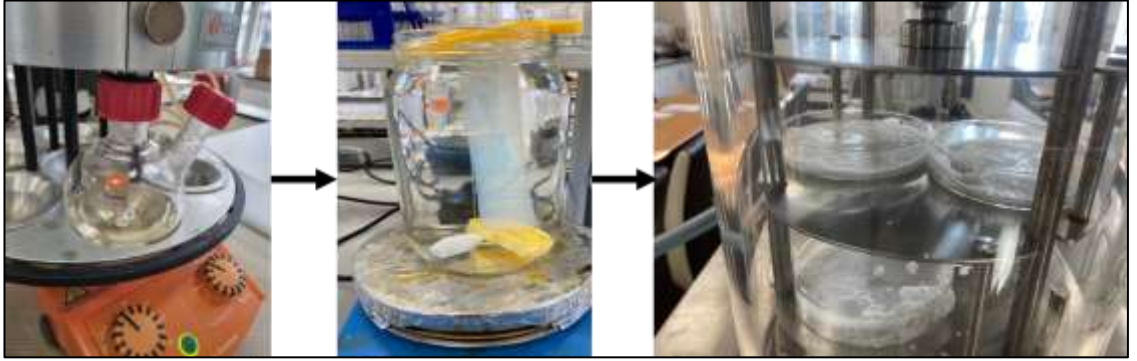
Örneklerin antimikrobiyal aktivitesinin yıkama ve sürtme gibi zorlayıcı koşullara dayanımının izlenmesinde, 1. Yaklaşım olan Agar difüzyon testi uygulandı. Bu amaçla, 5 cm x 5 cm ebatlarında kesilen yüzeyi nanolifli ağ doku ile modifiyeli pamuklu kumaş örneklerinin 1/50 banyo oranında 1 g/L derişimdeki optik beyazlatıcı içermeyen standart referans deterjan (ECE B)'nin sulu çözeltisinde  $40^\circ\text{C}$ 'de 30 dakika boyunca yıkama-durulama- kurutma işlemi sonrası 3 farklı patojene karşı antibakteriyel aktivitesi, agar difüzyon yöntemi ile izlendi. Sonuçlar, petri kabı içinde bulunan örneklerin etrafında oluşan inhibisyon zon çapının ölçümü ile belirlendi.

Örneklerin antimikrobiyal aktivitesinin sürtme işlemine dayanımının belirlenmesinde, 5 cm x 5 cm ebatlarında kesilen yüzeyi nanolifli ağ doku ile modifiyeli pamuklu kumaş örneklerine 1 dk boyunca sabit 1 sürtme/s hızda 1,5 cm x 1,5 cm ebatlarındaki saf pamuk dokumanın sürtülmesi sonrası, sürtülen kaplamalı kumaştan 1 cm x 1 cm ebatlarında örneklerin kesilip agar difüzyon yöntemi ile izlendi. Sonuçlar yıkama işlemi sonrası hesaplanan antibakteriyel aktiviteye benzer şekilde değerlendirildi.

## 5. ARAŞTIRMA BULGULARI VE TARTIŞMA

### 5.1 P2Ox Kopolimerinin Sentezi ve Karakterizasyonu

P2Ox polimerlerinin kontrollü hidrolizi ile az ve orta oranda doğrusal polietilenimin (LPEI) birimleri içerecek şekilde kopolimerleri hazırlandı. Bu çalışmada literatürde daha önce belirlenen hidroliz koşulları esas alındı (Van Kuringen vd. 2012). Literatürdeki kısmi oranda değişiklikler yapılarak az ve orta oranda P2Ox polimerinin hidrolizleri gerçekleştirildi. Etil ve propil sübtitüe gruplarına sahip P2Ox polimerleri, az ve orta derecede etilen imin birimleri içerecek şekilde 2 saat ve 4 saat gibi iki farklı süre boyunca hidroliz edilerek ve P2Ox-ko-PEI kopolimerleri elde edildi (Şekil 5.1 - 2).



Şekil 5.1 8-14 kDa membran ile diyalize edilen P2Ox-co-PEI partiküllerinin fotografik görüntüsü ve membran işlemi sonrasında liyofilizatörde dondurularak elde edilen toz formu



Şekil 5.2 P2Ox'ün az (a) ve orta (b) oranda hidrolizleri sonrasında elde edilen P2Ox-ko-PEI numuneleri

Sentezlenen P2O<sub>x</sub>-co-PEI polimerlerinin yarı kalitatif çözünürlüğü Çizelge 5.1’de gösterilmiştir. Bu çözünürlük verileri, farklı çözücülerdeki çözünme davranışını belirleyerek elektroegirme sürecinde çözücü seçimi için önemli bir rehber sunar. Tabloya göre, su, asetik asit, formik asit ve DMSO gibi çözücülerde polimerin çözünürlüğü yüksekken, kloroformda çözünmediği gözlemlenmiştir.

Çizelge 5.1 P2O<sub>x</sub>-ko-PEI polimerlerin çözünürlük testi

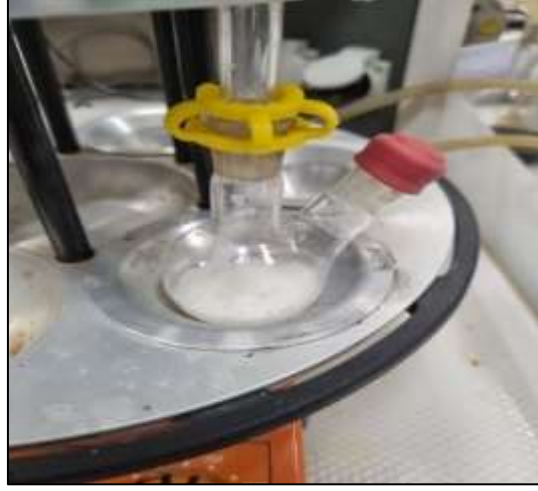
<i>Çözücü</i>	<i>Çözünme durumu*</i>
	<i>+: çözüldü, -: çözünmedi</i>
<i>Su</i>	+
<i>Asetik asit</i>	+
<i>Formik asit</i>	+
<i>Kloroform</i>	+ -
<i>DMSO</i>	+

\*Sıcaklık: 70 °C, süre 2 saat

## 5.2 Farklı Koşullarda Sentezlenen WBPU Polimerleri

Biyouyumlu WBPU polimeri, literatürde daha önce bildirilen katı fazda bileşenlerin eritilmesi ile yürütülen basamaklı polimerizasyon sonrası emülsifikasyon tekniği ile hazırlandı (Şekil 5.4). Polimerizasyon sırasında PEG ve PCL polimerlerinin LDI izosiyanat bileşeni ile karıştırılması sonrasında (Şekil 5.3) ısıtılmanın etkisi ile önce yumuşadığı, ardından tamamen eriyerek viskoz bir sıvı polimer görüntüsü aldığı gözlemlenmiştir. Ardından ortama PDO zincir genişleticisinin de etkisi ile polimerizasyonun ilerlemesine bağlı olarak polimerin viskozitesinin arttığı ve giderek sertleştiği tespit edilmiştir. Bu durum bileşenlerine kıyasla yüksek mol kütleli bir polimer oluşumunu desteklemektedir. Ardından bu karışıma emülsifiye edici L-lizin sulu çözeltisinin eklenmesi ile önce heterojen bir karışım oluşmuş, zamanla süt kıvamında nispeten daha düşük viskoziteli bir karışım elde edilmiştir. WBPU polimer emülsiyonu, PE film yüzeyine 2 cm x 2 cm ebatlarında dökülmüş, oda sıcaklığında yavaş bir şekilde çözücüsü olan suyun buharlaştırılması ile ince bir film formuna getirilmiştir. Bu şekilde elde edilen polimer filminin fotoğrafik görüntüsü Şekil 5.5’de verilmiştir. WBPU polimer filminin

gölemsel olarak kırılğan olmayan bir yapıda, elle yapılan gözlemde mekanik açıdan dayanıklı ve transparan olduđu anlaşılmaktadır. Daha sonra bu polimerik filmden belli ebatlarda (~0,2x0,2 cm) kesilerek bileşenlerine kıyasla çözünürlük testine tabi tutulmuştur. Yarı kantitatif olarak yürütölen çözünürlük testine ait sonuçlar Çizelge 5.2'de verilmiştir.



Şekil 5.3 WBPU polimeri sentezi



Şekil 5.4 WBPU sentezinde kullanılan giriş maddeleri



Şekil 5.5 WBPU film

Çizelge 5.2 WBPU polimeri ve çıkış bileşenlerinin yarı-kantitatif çözünürlük testi sonuçları

Çözücü	Çözünme durumu*
	+: çözüldü, -: çözünmedi
aseton	-
asetonitril	-
kloroform	+
DMSO	+
Asetik asit	+

\*Sıcaklık: 70 °C, süre 2 saat, m WBPU: 0,04 g/2 mL

Çizelgeden görüldüğü gibi, WBPU polimerinin bileşenleri olan düşük mol kütleli PEG (Mn 1000) ve PCL (Mn 2000) polimerlerine kıyasla incelenen çözücülerdeki çözünürlüklerinin sınırlı olması, WBPU polimerinin farklı bir kimyasal yapıda ve mol kütesinin yüksek olması ile ilişkilendirilebilir.

### 5.3 Jelatin Elektroegirme Çalışmaları

Jelatin (B tipi, bloom sayısı 226) biyopolimerin farklı çözücülerdeki kalitatif çözünürlüğü incelenmiş ve aşağıdaki Çizelge 5.3'de gösterildi.

Çizelge 5.3 Jelatin biyopolimerin farklı çözücülerdeki çözünürlüğü

Çözücü	Çözünme durumu*
	+: çözüldü, -: çözünmedi
<i>su</i>	+
<i>n-metil piroolidon</i>	+
<i>kloroform</i>	-
<i>1,2-dikloroetan</i>	-
<i>tetrahidrofuran</i>	-
<i>asetik asit</i>	+
<i>formik asit</i>	+
<i>DMF</i>	-
<i>DMSO</i>	+
<i>etanol</i>	+-
<i>asetonitril</i>	+

\*Sıcaklık: 60 °C, süre 2 saat

Çizelgedeki çözücüler göz önüne alınarak jelatinin farklı çözücü/çözücü sistemlerinde çözelti halleri hazırlandı. Bu çözücüler göz önüne alınarak bazı çözücü veya çözücü sistemleriyle hazırlanan jelatin biyopolimer çözeltilerin pH iletkenlik cihazı yardımıyla voltaj farkları ölçülerek Çizelge5.4'e aktarıldı. Daha sonra jelatin biyopolimerinden kütlece farklı derişimlerle hazırlanan çözeltilerden lif elde etmek için elektroegirme tekniği yardımıyla yapılan çalışmalar Çizelge 5.5'te gösterildi.

Elektroegirme işleminde; çözelti parametrelerinden olan polimer çözeltisi derişimi, mol kütlesi, viskozite, yüzey gerilimi, iletkenlik gibi ve cihaz parametrelerinden olan uygulanan yüksek voltaj, akış hızı, iğne ucundan toplayıcıya olan mesafe gibi değişkenlere bağlı olarak değişmektedir. Bu parametreler, lif morfolojisini tek tek veya sinerjistik olarak etkileyebilir. Başarılı elektroegirme sürecini gösteren üç önemli kriter vardır. Bunlar; taylor konisinin oluşumu, kararlı jet ve boncuk görüntüsü içermeyen homojen lifler olarak sıralanabilir. Uygun koşullar sağlanmadığında jet oluşumu oluşamaz, küçük boncuklar veya boncuk içeren lifler elde edilir. Bu nedenle, elektroegirme ile homojen nanolifler elde etmek için bu parametrelerin dikkatli bir şekilde değerlendirilmesi gerekir (Bhardwaj ve Kundu 2010).

Çizelge 5.4 Farklı çözücü sistemleriyle hazırlanan jelatin çözeltilerin pH iletkenlik değerleri

<i>Derişim (%)</i>	<i>Çözücü veya çözücü sistemi</i>	<i>pH iletkenliđi (mV)</i>
4	H <sub>2</sub> O	-147
4	EtOH (%70)	-122
4	HAc (%50)	+108
4	H <sub>2</sub> O/EtOH/HAc (6:3:1)	-72
4	FAc/DCE/HAc (7:2:1)	+216

Çözelti iletkenliđi esas olarak polimer ve çözücü tipinden etkilenmektedir. Genel olarak, az miktarda serbest iyon içermesi nedeniyle çözücülerin elektriksel iletkenliđi düşük olduğundan, çözeltilerin elektriksel iletkenliđi mineral tuzlar, karboksilik asitler veya asidik çözümler eklenerek artırılabilir. Elektroğirme ile ilgili genel kural, çözeltinin tamamen gerilmediđi durumlarda boncuk oluşumunun gözlenmesidir. Daha düşük iletkenliđe sahip çözelti ile, damlacık yüzeyinin bir Taylor konisi oluşturacak yükü yoktur ve bu nedenle elektroğirme işlemleri gerçekleşmez (Kasoju ve Ye 2021). Bu nedenle çözücü sistemi incelemesinde en yüksek elektriksel iletkenliđin elde edildiđi asidik çözücü sisteminin kullanıldıđı koşullarda elektro-ğirme çalışmaları yürütülmüştür.

Çizelge 5.5 Jelatin biyopolimerinden ön denemeler sonucunda elektro-eğirilmiş lif oluşum parametreleri

Jelatin Derişimi (%)	Çözücü veya çözücü sistemi	Gözlem	elektroegirme parametreleri
4	H <sub>2</sub> O	<ul style="list-style-type: none"> <li>Viskozite ve iletkenlikleri fiber çekmeye yeterli değil</li> <li>Elektrospüskürme şeklinde Alüminyum folyo üzerinde toz gibi kaplama</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>Akış hızı (0,1-5,0 µL/h)</li> <li>Yüksek Voltaj (10-30 kV)</li> <li>Toplayıcıya olan uzaklık (5-15 cm)</li> <li>İğne ucu çapı (17-25 gauge)</li> </ul>
4	EtOH (%20)		
4	EtOH (%50)		
4	EtOH (%70)		
4	HAc (%50)	<ul style="list-style-type: none"> <li>İletkenlik ve viskozitelerine göre en uygun çözücü sisteminin bulunması</li> </ul>	
4	HAc (%50)		
4	H <sub>2</sub> O/EtOH/HAc (6:3:1)		
8	H <sub>2</sub> O/EtOH/HAc (6:3:1)		
10	H <sub>2</sub> O/EtOH/HAc (6:3:1)		
10	FAC/DCE/HAc (7:2:1 )		

Yapılan ön çalışmalarda ilk önce çözücü olarak su, su/EtOH kullanıldığında, yüzeyi kaplanan substrat maddesi olarak kullanılan Alüminyum folyo yüzeyinde lif oluşumu gözlenmeyip yüzeyde damlamalar halinde gerçekleşen elektro-püskürme olayı Şekil 2.10'da görülmektedir. Çizelge 5.4'deki pH iletkenlik değerleri göz önüne alındığında çözelti ortamının yeterince iletkenliğe sahip olmadığı sonucuna varıldı. Bu nedenle çözelti ortamının iyonik iletkenliğini arttırmak için asit çözücülerle birlikte çözücü sistemi oluşturulmasına karar verildi.



Şekil 5.6 Elektro-püskürme halinde yüzeyde birikime

Yeni bir çözücü sistemi hazırlanması amacıyla sırasıyla su, etanol ve asetik asitten hacimce sırasıyla yüzde 60, 30 ve 10 oranlarında alınıp hazırlandı ve “631” kod olarak tanımlandı. Ön denemelerde 631 kodlu çözücü sistemiyle hazırlanacak çözeltinin viskozitesini arttırarak fiber oluşum denemelerine devam edildi. 631 kodlu çözücü sistemiyle yapılan elektroğirme işleminde çözelti derişimi arttıkça zamanla çözeltinin şırıngadan iğne ucuna gelinceye kadar jelleşme oranının artarak lif oluşturma eğiliminin azalmasına neden olduğu gözlemlendi (Şekil 5.7).



Şekil 5.7 Elektroğirme sırasında çözeltinin jel halini alması

631 kodlu çözücü sistemi ile elektroğirme deneylerinde jelleşmesinin sebebi jelatin biyopolimerinden kaynaklanmaktadır. Jelatin biyopolimeri, glisin, prolin ve hidroksiprolin gibi yüksek oranda hidrofilik amino asitler içeren doğal bir proteindir. Bu

amino asitler, su molekülleri ile hidrojen bağları oluşturabilen ve suya karşı yüksek bir afiniteye yol açabilen polar ve yüklü fonksiyonel gruplara sahiptir. Hazırlanan çözücü sisteminde %60 oranında su bulunduğunda, jelatinin hidrofilik amino asitleri su ile etkileşerek polimer zincirlerinin hidratlaşmasına ve çözelti boyunca dağılmasına neden olmaktadır. Elektroğirme işlemi sırasında çözelti soğudukça, jelatin molekülleri hidrofobik etkileşimler nedeniyle birbirine yaklaşarak suyu hapsedebilen ve bir jel oluşturabilen bir polimer zincir ağı oluşturarak iğne ucundaki jelleşme halini alır.






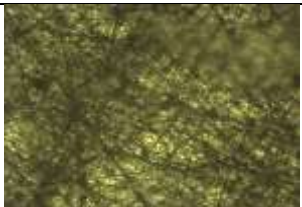
Bundan dolayı asit yüzdesi yüksek olan farklı bir çözücü sisteminin geliştirilmesi için çözücü sisteminden su yerine asit çözücülerin yüzde hacimce yüksek bir sistem geliştirildi. Çözücü sistemine sırayla formik asit (%70), 1,2-dikloroetan (%20) ve asetik asit (%10) eklenerek jelatin biyopolimeri için elektroğirme işleminde kullanılmak üzere hazırlandı ve "721" kod ile tanımlandı. Uçucu bir çözücü olan dikloroetanın hızlı bir şekilde buharlaşması ve jetin incelirken hızlı bir şekilde faz ayrışmasının meydana gelmesi için önemlidir. Daha önce, çözücü sistemleriyle hazırlanmış çözeltilerin potansiyellerine bakıldığında 721 kodlu çözücü sisteminin daha yüksek bir iletkenliğe sahip olduğu tespit edildi. Jelleşme eğilimini engelleme ve iletkenliğin geliştirilmesi amacıyla 721 kodlu çözücü sistemi geliştirilmiştir. Daha düşük bir dielektrik sabitine sahip polar bir çözücü olan formik asit jelatin gibi hidrofilik molekülleri çözme ve dağıtmada daha az etkili olduğu için çözücü sistemine eklendi. Bu nedenle, jelatin formik asit içeren çözücü sisteminde çözüldüğünde, jelatin polimer zincirleri sudaki kadar hidratlı ve dağılmış olmayarak hidrofobik etkileşimlerin etkinliğini ve bu sebeple meydana gelen jelleşme olasılığını azaltmaya yardımcı olur. Aynı zamanda suya kıyasla daha güçlü bir asit olduğu için, formik asitteki asidik gruplar ile jelatindeki bazik gruplar arasında potansiyel olarak iyonik bağların oluşumuna yol açabilir. Bu iyonik bağlarda, hidrofobik etkileşimlerin oluşumunu engelleyerek jelleşme olasılığını azaltmaya katkı sağlar. Çözücü sistemine asit eklenmesinin başka avantajlarından biri de iyonik iletkenliği artırmasıdır. Bu artırılmış iletkenlik, elektroğirme sırasında yüklü polimer çözeltisi veya eriyik jetinin oluşumuna ve kararlılığına yardımcı olarak lif oluşumunu sağlar.

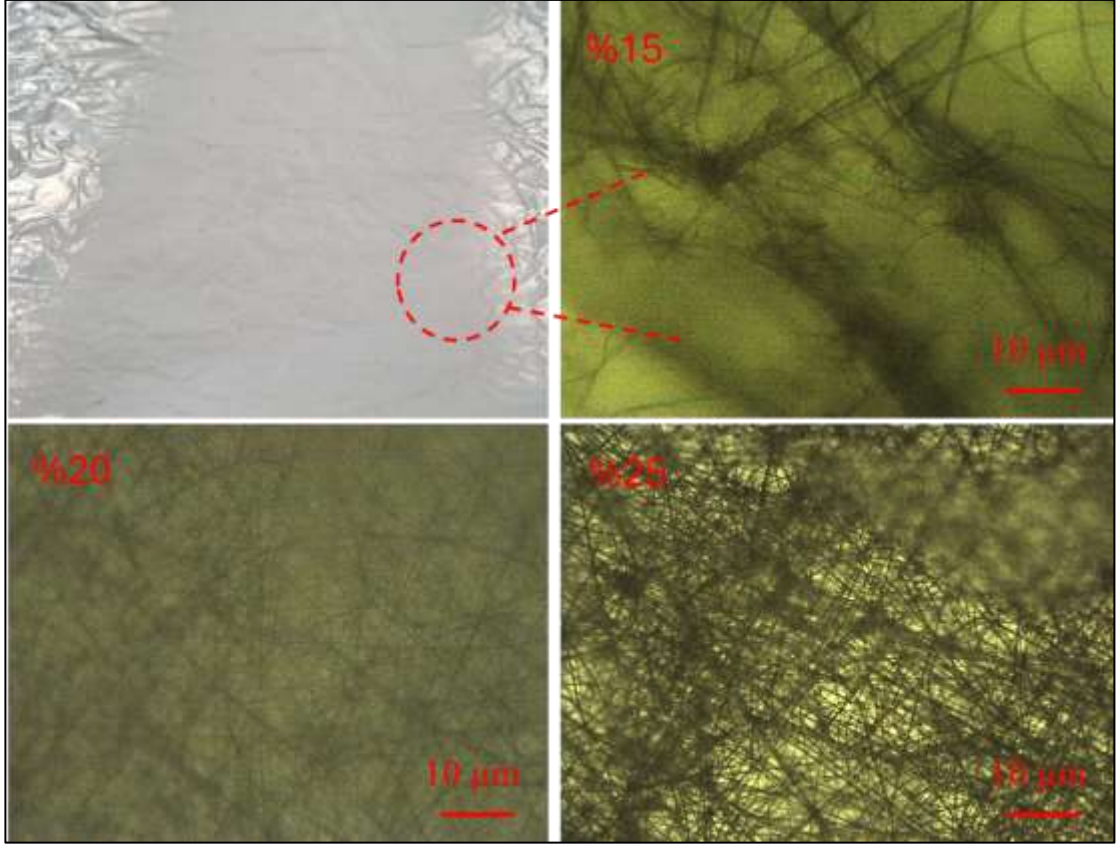
Çözelti viskozitesi, elektroğirme işlemi sırasında lif morfolojisi ve boyutunda önemli bir rol oynamaktadır. Genel olarak, çözeltinin viskozitesi, çözelti içindeki polimer molekülü zincir dolaşıklılığının derecesi ile ilişkilidir. Polimerlerin birbirine karışması, lif oluşumu için çok önemlidir (Ramakrishna 2005). Polimer çözeltisi, jet hareketini engellemeden yüksek polimer dolaşıklılığı göstermelidir. Başka bir deyişle, kritik bir viskozite değerinin altında, uygulanan voltaj, oluşan jetin kararsızlığından dolayı boncuk oluşumuna neden olur. Çözelti viskozitesi, çözeltinin konsantrasyonu ve polimerin moleküler ağırlığı ile güçlü bir şekilde ilişkilidir. Çizelge 5.6'da görüldüğü üzere jelatin derişim %4 iken çözelti derişiminin yetersiz olmasından, bir diğere deyişle viskozitenin de yeterli olmamasından dolayı fiber oluşumu gözlenemedi. Bu amaçla jelatin derişim oranı kademeli olarak arttırılarak denemeler yapıldı. Derişim oranı %15'e geldiğinde ilk lif oluşumu gözlenmiş olup (Şekil 5.8) optik görüntüsü ise Çizelge 5.6'da verilmiştir. Daha sonra derişim incelemesi yapılarak üç farklı derişim (%15, %20 ve %25) oranındaki jelatin biyopolimeri kullanılarak elektroğirilmiş lifler üretildi ve Şekil 5.9'da gösterildi. Alüminyum folyo yüzeyinde lif miktarının zayıf olmasından dolayı derişim oranı arttırılarak çalışmalar yürütülmüştür. Çözelti derişim oranı üst sınır olarak %25 olduğunda liflerin optik mikroskoptaki görüntüsünde az oranda boncuğumsu yapılar tespit edildi. En uygun lif görüntüsü, jelatin derişim oranının %20 olduğu anda olduğu tespit edilerek bundan sonraki çalışmalarda bu değer esas alınarak deneyler yürütüldü.



Şekil 5.8 Elektroğirilmiş jelatin kaynaklı lif

Çizelge 5.6 Jelatin derişiminin lif oluřumuna etkisi

Jelatin Deriřimi (%)	Lif oluřumu	Dijital grnt/Optik grnt
4	yok	
8	yok	
10	yok	
15	var	
20	var	
25	var	



Şekil 5.9 Jelatinin üç farklı derişimindeki (%15, 20% ve 25%) elektroęirilmiş liflerin optik mikroskop görüntüleri

Yüzey gerilimi, elektroęirme işleminde ve lif morfolojisinde kritik bir rol oynadığı bilinmektedir. Elektroęirmeyi başlatmak için, elektrostatik kuvvetlerin çözeltilerin yüzey gerilimini yenmesi gerekir. Böylece, yüklü polimer çözeltisi jeti Taylor konisinin ucundan dışarı atılabilir. Bu nedenle, çözeltinin yüksek yüzey gerilimi, jetin kararsızlığının nedeni olabilir. Çözeltilerin viskozitesinin lif morfolojisi üzerindeki etkisi, yüzey gerilimi ile önemli ölçüde ilişkilidir. Özellikle düşük viskoziteli ve yüksek miktarda serbest çözücü molekülüne sahip çözeltilerde, yüzey geriliminin etkisi altında çözücü molekülleri küresel damlacıklar halinde toplanır. Bu, elektroęirme sırasında boncuk oluşumunu destekler. Çözeltilerin viskozitesi arttıkça çözücü molekülleri arasındaki etkileşime polimer-çözücü etkileşimi hakim olmakta ve çözeltilerin esnemesi sırasında yüzey gerilimi ile çözücü moleküllerinin bir araya gelme eğilimini azaltmaktadır (Ramakrishna 2005, Mitchell 2015).

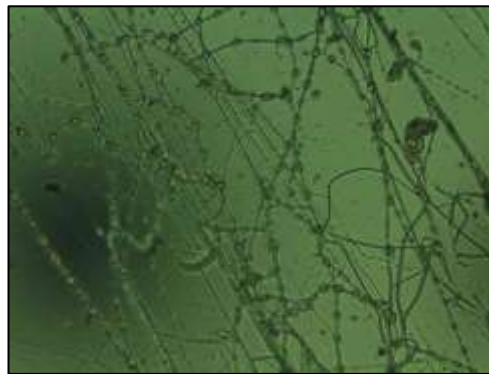
Elektroegirme iřleminde cözelti parametreleri hakkında gerekli deęerlendirmeler yapıldıktan sonra cihaz parametreleri deęerlendirilmiřtir. En uygun kořullarda lif oluřumu gözlenmesi aısından elektroegirme cihaz deęiřkenleri olan akıř hızı, ięne ucunun toplayıcıya olan uzaklıęı, yüksek voltaj deęeri ve toplayıcıün dönme hızı incelendi.

Buna göre ilk olarak akıř hızı parametresi deęerlendirildi. Elektroegirme sırasında, ięnenin ucunda sabit bir damlacık tutmak için, polimer cözeltisi, řırınga pompası veya yerçekimi beslemesi ile yapılabilecek yeterli basınla beslenmelidir. Akıř hızını kontrol etmek için çoęunlukla řırınga pompası tercih edilir (Zheng vd. 2013). Akıř hızı, elektroegirme iřlemi için cözelti miktarını ve jet hızını belirler. Hedeflenen nanolifli aęsı görüntüler elde etmek için cözücü buharlařtırılmalıdır. Bu nedenle buharlařma için gerekli zamanı elde etmek için daha düşük besleme hızı arzu edilir. Homojen nanoliflerin üretimi için kritik akıř hızı, polimer sistemine baęlıdır. Deneylerde akıř hızı 5400  $\mu\text{L/h}$  dan 300  $\mu\text{L/h}$  a kadar farklı kořullarda denemeler yapıldı. Yüksek akıř hızlarında ięne ucunda kesikli řekilde damlamalar gözlendi. Elektroegirme iřleminde düzgün ve sabit bir fiber oluřumunun gereksinimi için taylor konisinin oluřturulması calıřıldı. Düşük akıř hızlarında taylor konisinin sabit olduęu gözlendi. En uygun akıř hızının 300  $\mu\text{L/h}$  olduęu belirlendi.

řekil 5.10'da, elektroegirilmiş jelatin liflerinin yüzeyinde *inci kolye* benzeri boncuklu bir yapıyı göstermektedir. Bu boncuęumsu yapının oluřmasındaki etkiler büyük ölçüde elektroegirme iřlemiyle iliřkili birçok paramtreye, özellikle polimer cözeltisinin özellikleri ve elektroegirme kořullarıyla ilgili olarak atfedilebilir. Jelatin biyopolimer cözeltisinin konsantrasyonu düşük olduęunda (genellikle kütlece %12'nin altında) benzer yapılar elde edilmektedir. Ancak jelatin için olan bu kütlece yüzdilik konsantrasyon, farklı polimer türlerine göre deęiřebilmektedir. Yetersiz polimer cözelti konsantrasyonu, cözeltideki polimer zincirlerinin yetersiz bir řekilde karıřmasına neden olarak elektroegirme sırasında dengesiz jetlerin oluřmasına yol aar (Reneker ve Chun 1996, Zhang vd. 2005). Bu dengesizlik, sürekli liflerin oluřması yerine boncuklu yapıların oluřmasına yol aarak lif yüzeyindeki istenmeyen görüntülerin oluřmasını saęlar. Dahası, jelatin polimeri için voltaj deęeri 25 kV'u ařtıęında benzer boncuęumsu yapıların

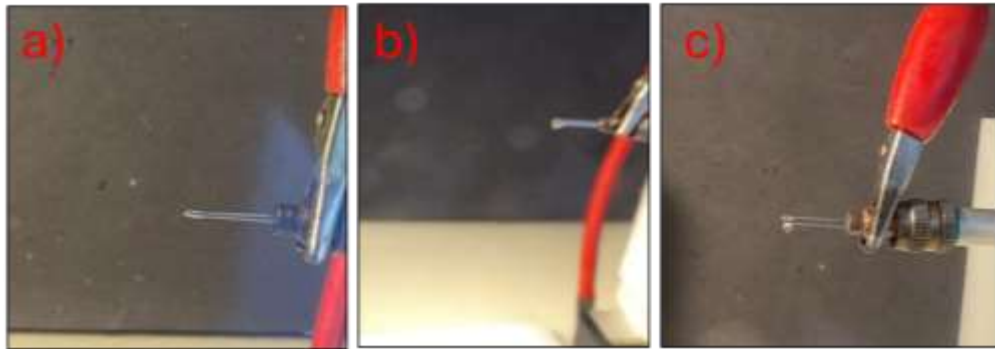
oluştugu gözlemlendi. Aşırı yüksek uygulanan voltajlar boncuk oluşumunu kolaylaştırabilir ve anormal bir şekilde lif üretimine yol açabilirken, yetersiz voltaj değerlerinde ise jet uzaması için gereken güçten yoksun olunacağından dolayı boncuğumsu yapılar gözlemlenebilir. Ancak bu voltaj değeri ve ona karşılık gelen yapıların oluşması jelatin polimerine özgü olmakla beraber, farklı polimer türleri için benzer ya da farklı yapıların oluşabileceği dikkate alınmalıdır. İlerleyen bölümlerde WBPU için uygun voltaj yaklaşık 27 kV olduğundan dolayı, polimer türüne bağlı olarak voltaj değerinin de değiştiği göz ardı edilmemelidir.

Ayrıca, akış hızı da bu tür yapıların oluşmasına kabtkıda bulunur. Jelatin biyopolimeriyle yapılan elektroğirme işlemlerinde akış hızı 0,1 – 2.4  $\mu\text{L}/\text{h}$  aralığında yapılan çalışmalarda 0,9  $\mu\text{L}/\text{h}$ 'in üzerindeki bir oranda akış hızı uygulandığında, jet oluşumu engellenerek iğne ucundaki damlacık toplayıcıya doğru gider ve boncuklu bir lifli yapının oluşmasına neden olur. Bunlarla birlikte, çözücünün buharlaşması için yetersiz zaman da liflerin yüzeyinde boncuksu yapılar gözükmesine sebep olabilir(Li ve Xia 2004). Çünkü, eğer çözücü çok yavaş buharlaşırsa, jet toplayıcıya temas etmeden önce liflerin oluşması için yeterli zamana sahip olamayabilir ve bu da çözeltinin boncuklar halinde lif yüzeyinde birikmesine neden olabilir. Jelatin biyopolimeri için elektroğirme işlemi için hazırladığımız 7:2:1 çözücü sistemini kullandık. Bu çözücü sistemi %70 (hacimce) formik asit (kaynama noktası 100,8 °C), %20(hacimce) diklorometan (kaynama noktası 39,6 °C) ve %10 (hacimce) asetik asitten oluşmaktadır (kaynama noktası 117,9 °C).



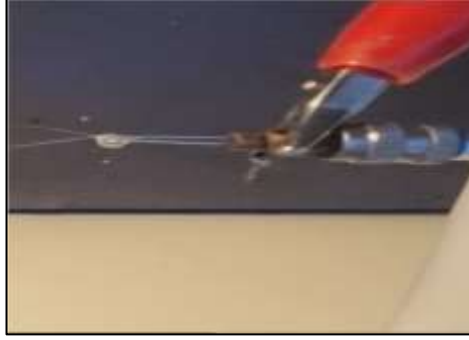
Şekil 5.10 Yüksek akış hızlarında lif üzerinde boncuğumsu yapıların oluşumu

Polimer çözeltisinin akış hızı, elektroğirmede önemli bir parametredir ve elektroğirilmiş liflerin özelliklerini etkilemektedir. Şekil 5.12’de jelatin biyopolimeriyle yapılan elektroğirme işleminde üç ayrı akış hızı durumunu ve bunların jet oluşumu üzerindeki etkilerini göstermektedir. Şekil 5.11-a’da, yetersiz akış hızı (0,1  $\mu\text{L/h}$ ) yetersiz polimer çözeltisinin (kütlece %20) iğne ucuna gelmesine neden olur ve bu da yetersiz jet oluşumuna sebep olur. Çok düşük akış hızlarında, elektrostatik alana yetersiz polimer çözeltisi tedarik edilme olasılığı vardır ve bu da jetin toplayıcıya ulaşmadan önce erken kurumasına neden olur. Bu, sıklıkla boncuk oluşumuna, kesikli liflere veya çözücülerin hızlı buharlaşması nedeniyle nozul ucunda tıkanmaya da yol açabilmektedir (Huang vd. 2003). Çok düşük akış hızlarında, polimer çözeltisinin yeterince gerilmediğini ve bunun da lif yüzeyinde boncuğumsu yapılarıdaki morfoloji gibi kusurlara neden olduğunu göstermektedir. Ayrıca, çok düşük akış hızlarının lif uzamasını engelleyebileceğini, bunun sonucunda boncuklar ve düzensiz liflerin bir araya gelmesiyle sonuçlanabileceğini ve dolayısıyla elektro-ğirilmiş lifin homojenliğini bozabilmektedir. Şekil 5.11-c’de ise jelatin polimer çözeltisinin (kütlece %20) akış hızı çok yüksek olup bunun da dengesiz bir jete yol açarak daha kalın lifli ve boncuklu bir morfolojiye sebep olabilmektedir. Sonuç olarak, lifler daha kalın olma eğiliminde olup boncuk oluşumu veya diğer kusurların olasılığını artırmaktadır (Ramakrishna 2005). Şekil 5.11-b’de ise, sürekli ve düzgün lifler üretmek için genellikle en uygun olan (0,6  $\mu\text{L/h}$ ) akış hızında jelatin polimer çözeltisinin (kütlece %20) sabit çaplara sahip düzgün, boncuksuz nanofiberler ürettiği gözlenmiştir (Greiner ve Wendorff 2007).



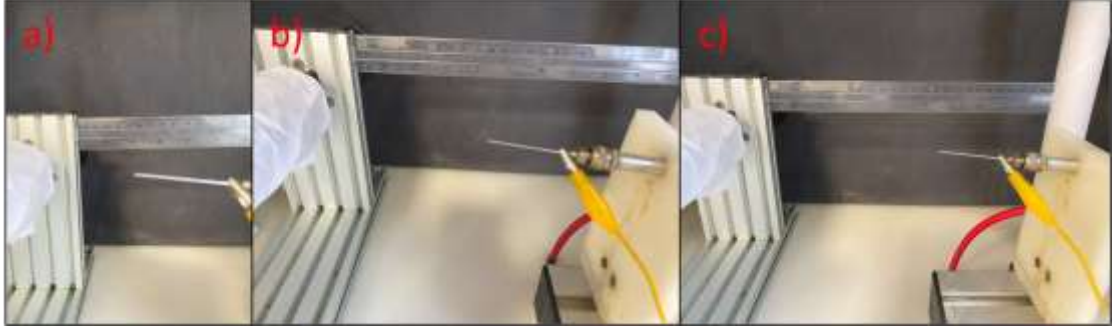
Şekil 5.11 Farklı akış hızlarında iğne ucundaki polimer jetin görüntüsü

Şekil 5.12, elektroegirme işlemi sürecinde iğne ucunda oluşan jelatin polimer çözeltisinden (kütlece %20) şırınga pompası yardımıyla 0,6 µL/h akış hızında gönderilen damlanın kararlı bir yapıda olduğunu, bu durumun düzgün ve kesintisiz bir jet oluşumu için kritik bir öneme sahip olduğunu göstermektedir.



Şekil 5.12 İğne ucundaki damlanın stabil halde olması

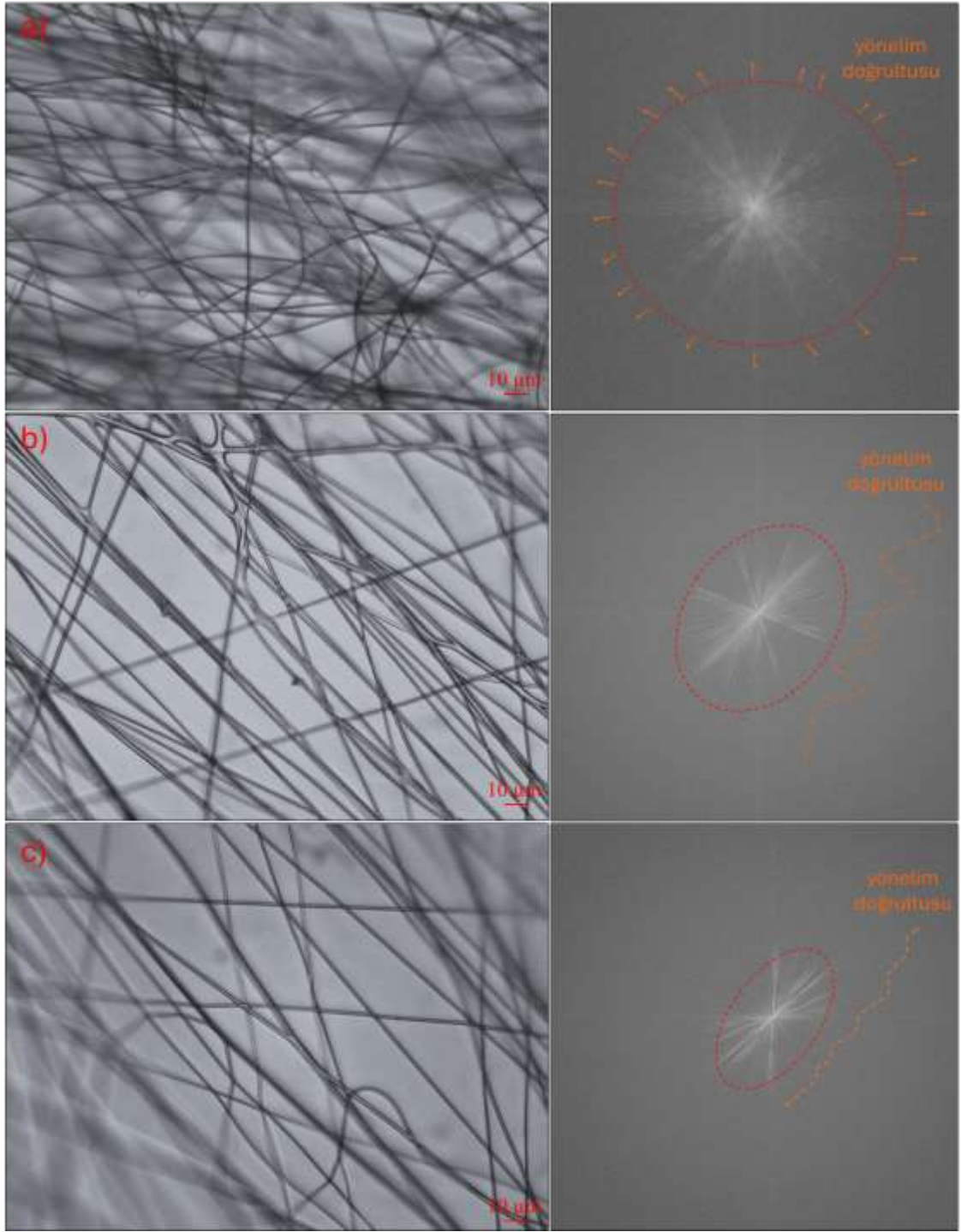
Daha sonra iğne ucunun toplayıcıya olan mesafesi incelendi. İğne ucu ile toplayıcı arasındaki mesafe, lif morfolojisini ve çaplarını kontrol eden diğer önemli işlem parametresidir. Uçtan toplayıcıya olan mesafe, jet dengesizliğini, biriktirme süresini ve buharlaşma oranını doğrudan etkilemektedir. Bu nedenle uç ile toplayıcı arasındaki optimum mesafe, çözücünün nanoliflerden buharlaşmasını teşvik edecek şekilde ayarlanmalıdır (Ghorani ve Tucker 2015). Boncuk oluşumu, iğne ucu ile toplayıcı arasındaki mesafe azaltılarak artırılabilen alan gücüne bağlanır. İğne ucunun toplayıcıya uzaklığı 5, 10 ve 15 cm olarak ön denemeler yapıldı. En uzak mesafe olarak seçilen 15 cm’de fiberlerin toplayıcıya yetişemediği gözlemlendi. En kısa mesafe olarak seçilen 5 cm de ise iğne ucu ile toplayıcı arasındaki yetersiz mesafe liflerin yetersiz kurummasına neden olmaktadır. Bu durumda kuruma süresi çözücüyü buharlaştırmaya yetmemekte ve toplayıcı üzerinde kısmen kurumuş lifler çökelmekte ve homojen nanolifler yerine yoğun bir şekilde paketlenmiş yapı elde edilmektedir. Fiberlerin toplayıcının çoğunlukla arkasında oluştuğu gözlemlendi. En uygun mesafenin 10 cm olduğu tespit edildi.



Şekil 5.13 İğne ucunun toplayıcıya olan mesafesinin etkisi

Ayrıca, yüksek voltaj değerlerinin fiber oluşumuna katkısı değerlendirildi. Elektroğirme işleminde uygulanan gerilim, çözeltideki elektrostatik etkileşim kuvvetlerini doğrudan etkilediği için en önemli işlem parametresidir. Çözeltilerin yüzey gerilimine karşı koymak için uygulanan voltajın kritik bir değeri gereklidir ve böylece polimer jet Taylor konisinden dışarı atılabilir (Bhushani ve Anandharamakrishnan 2014). Bu kritik voltaj değeri polimerden polimere değişir. Elektroğirmeyi başlatmak için, belirli bir dış elektrik alanı sağlanmalıdır. Ancak belli bir noktadan sonra uygulanan yüksek voltaj boncuk oluşumuna neden olur. 10, 15 ve 20 Kv değerleri denenip, 10 Kv da lif oluşumu gözlenmeyip 15 ve 20 kv da lif oluşumu gözlendi. 15 Kv da fiberlerin yeterince oluşmadığı gözlenip en uygun fiber oluşumunun yüksek voltaj miktarının 20 Kv olduğu durumda gözlendiği belirlendi.

Şekil 5.14'te toplayıcının dönüş hızının elektro-çizilmiş liflerin hizalanması ve yönelimi üzerindeki etkisi incelendi. Kütlece %20'lik jelatin biyopolimeri çözeltilisinin 0,6  $\mu\text{L/h}$  akış hızında 20 kV'da ve toplayıcının iğne ucuna 10 cm mesafesinde dönüş hızları sırasıyla 400, 800 ve 1200 rpm değiştirilerek sistematik olarak incelendi. Hızlı Fourier Dönüşümü (FFT) görüntü işleme tekniğini kullanıldı. Toplayıcının dönüş hızı arttıkça liflerin yöneliminin giderek doğrusallaştığı ve hizalı hale geldiği gözlemlendi. Özellikle, 1200 rpm gibi daha yüksek dönüş hızlarında, lifler önemli derecede diğerlerine kıyasla daha anizotropik bir özellik sergiledi ve bu da dönen toplayıcı tarafından uygulanan artan mekanik gerilme ve merkezci kuvvetlerin liflerin dönüş eksenini boyunca daha iyi hizalanmasını kolaylaştırdığını atfedilmektedir (Pham vd. 2006, Zhang ve Yu 2014).



Şekil 5.14 Toplayıcının dönme hızının liflerin yönelim doğrultusuna etkileri

Yapılan ön denemeler sonucunda en uygun koşulların kütlece %20'lik jelatin derişiminin, 721 kodlu çözücü sistemiyle hazırlanıp, 300 µL/h akış hızında, iğne ucunun toplayıcıya olan mesafesi 12 cm uzaklıkta olduğu, yüksek voltaj değerinin 20 Kv'da ve dönme hızının

400 rpm’de olduđu belirlendi. Bundan sonraki yapılan alıřmalarda nano yapıda fiber oluřunu iin özelti ve elektroėirme cihaz parametreleri olarak bu deėerler göz önüne deneyler yürütülmüřtür.

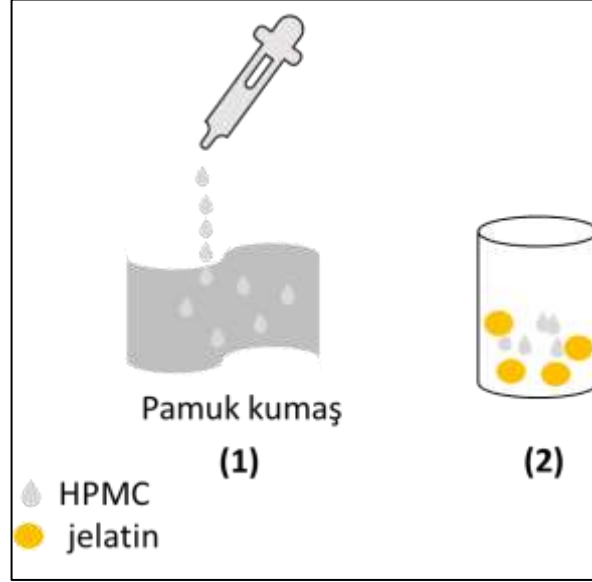
En uygun elektroėirme cihaz kořullar belirlendikten sonra pamuk kumař yüzeyine elektro-ėirilmiş lifler oluřturulmaya alıřıldı. Bu amala pamuk kumařlar üzerinde yukarda belirtilen elektroėirme kořullarda gerekli iřlemler yapıldı. İřlem sonrasında yüzeye kaplanan elektroėirilmiş aė dokunun pamuk kumařa yapıřmadıėı görüldü (řekil 5.15).



řekil 5.15 Elektroėirilmiş lifin kumař yüzeyinden kavlaması

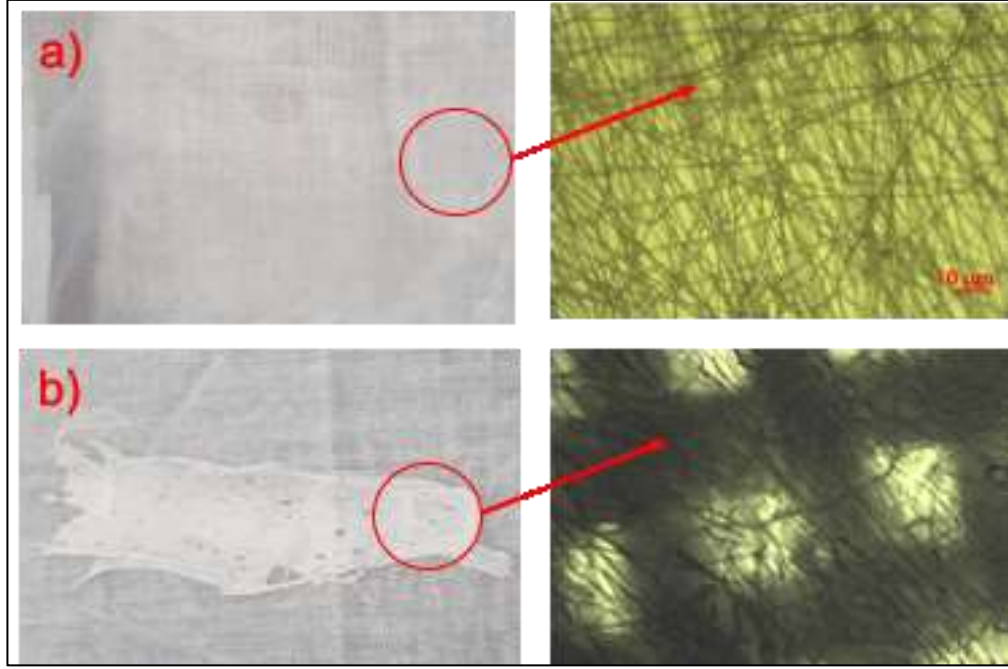
řekil 5.16’da görüldüėü gibi kumař yüzeyinde nanolifli aė dokunun oluřtuėu ancak yüzeyden kolaylıkla kavladıėı ve mekanik özelliklerinin zayıf olduėu tespit edildi. Bu durumun iyileřtirilmesi amacıyla ilk olarak (birinci yol), elektroėirme iřlemi öncesi pamuk kumař yüzeyinin %2,5 luk HPMC özeltisiyle muamele edilmesi sonucunda yüzeye kaplanan elektroėirilmiş jelatin lifli dokunun zemin pamuk kumař ile uyumlu ara baėlayıcı bir polimer olarak HPMC varlıėının etkisi izlendi (řekil 5.17). Diėer bir yol ise elektroėirme iřlemi yapılırken özelti iine HPMC polimerinden %0,5’lik deriřiminde olacak řekilde katı halde elektroėirme iřlemi iin hazırlanan özelti ortamına eklenerek pamuk kumař yüzeyinde etkileřim göstermesi beklendi (birinci yol). Her iki yol ile yapılan iřlemlerin sonucunda oluřan kumař yüzeyinde kaplı jelatin lifli aė dokularının optik mikroskop altındaki görüntüleri řekil 5.17’de gösterildi. Optik

mikroskop görüntülerine bakıldığında, katı halde HPMC'nin çözelti ortamına eklendiğinde, çözelti içindeki HPMC'nin elektroçirme işlemi sonrasında oluşan lif yapısını bozduğu ve liflerin şişmesi benzeri bir yapıya büründüğü gözlemlendi.



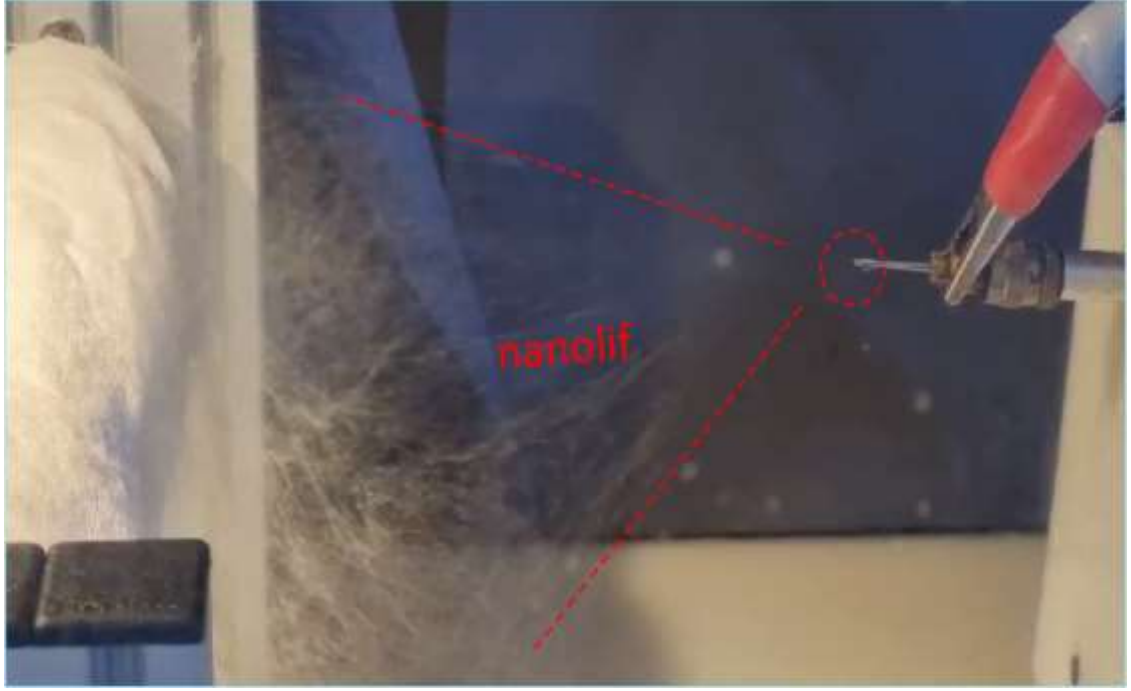
Şekil 5.16 Pamuk kumaş yüzeyinde lif adhezyonunun artırılması İki farklı yaklaşım; (1) HPMC'nin kumaş yüzeyine damlatılması ve (2) HPMC'nin çözelti ortamına eklenmesi

Çözelti ortamına HPMC polimeri eklendiğinde optik mikroskop görüntülerinde liflerin birbirlerine hedeflenen nanolifli ağ doku görüntüsünü vermediği tespit edildiğinden bu yaklaşım yerine kumaş yüzeylerinin HPMC çözeltisiyle ıslatılıp daha sonra elektroçirme işlemine tabii tutulması gerçekleştirildi. Şekil 5.17'de görüldüğü gibi kumaş yüzeyinde istenilen dokuda, sağlam nanolifli ağ doku kaplaması hedeflendiği şekilde elde edildi. Bundan sonraki bütün çalışmalarda %2,5'luk HPMC çözeltisiyle hazırlanan pamuk kumaş numuneleri kullanılarak çalışma devam ettirildi.



Şekil 5.17 Birinci yöntemle (a), ve ikinci yöntemle yapılan (b) çalışmalardaki elektroğrilmış liflerin kuma yüzeyindeki tutunmaları ve optik görüntüleri

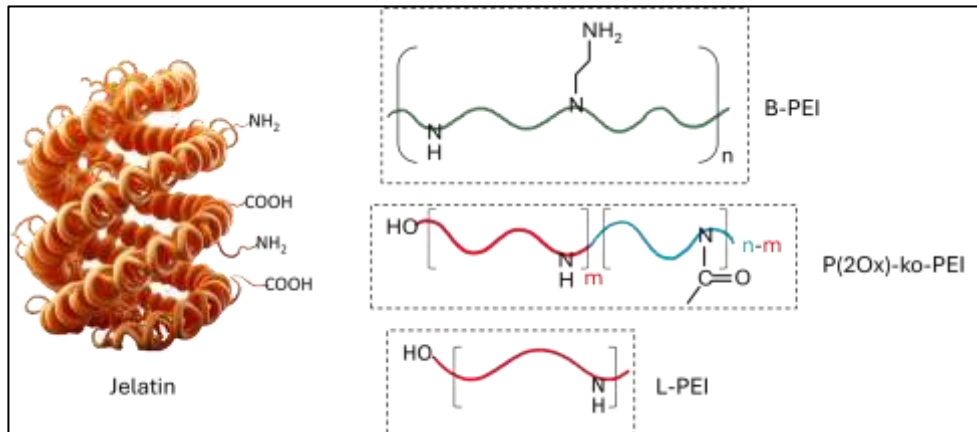
%2,5'luk HPMC çözeltisi ile muamele edilen pamuk kumaşın yüzeyinde, jelatin biyopolimeri içeren nanolifli bir ağdoku elde edilmiştir. HPMC'nin hidrofilik yapısı, pamuk yüzeyiyle kuvvetli etkileşimler kurarak, jelatin biyopolimerlerinin elektrospun lifleriyle stabil bir tutunma sağlar. Bu durum, elektroğirme sonrası lif morfolojisinin kumaş yüzeyine homojen bir şekilde yerleşmesini kolaylaştırır ve biyopolimerlerin pamuk kumaşa etkili bir şekilde bağlanmasına imkân tanır. Şekil 5.18, daha önce %2,5'luk HPMC çözeltisi ile muamele edilmiş pamuklu kumaşın yüzeyine etkili bir şekilde uygulanan jelatin biyopolimerinden yapılmış bir nanofibröz ağ dokunun oluşturulmasını göstermekte olup bu, elektroğrilmış jelatin liflerinin pamuk kumaş yüzeyine daha iyi tutunmasına katkıda bulunmaktadır.



Şekil 5.18 %2,5'lik HPMC çözeltisi ile muamele edilen pamuk kumaşın yüzeyinde, jelatin biyopolimeri içeren nanolifli bir ağ doku

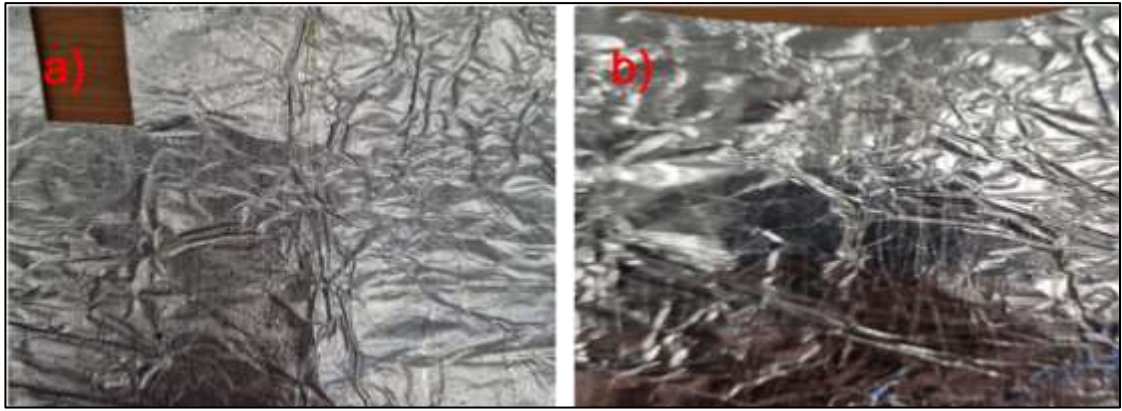
#### 5.4 Jel/PEI Elektroeğirme Çalışmaları

Şekil 5.19'da jelatin biyopolimeriyle elektroeğirme çalışmalarında kullanılacak PEI polimerleri gösterilmektedir.

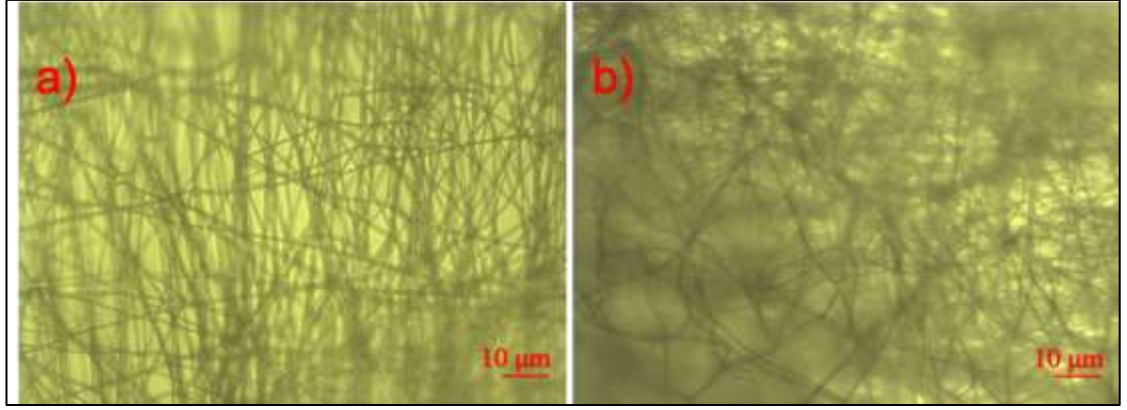


Şekil 5.19 Jelatin ve PEI polimerleri

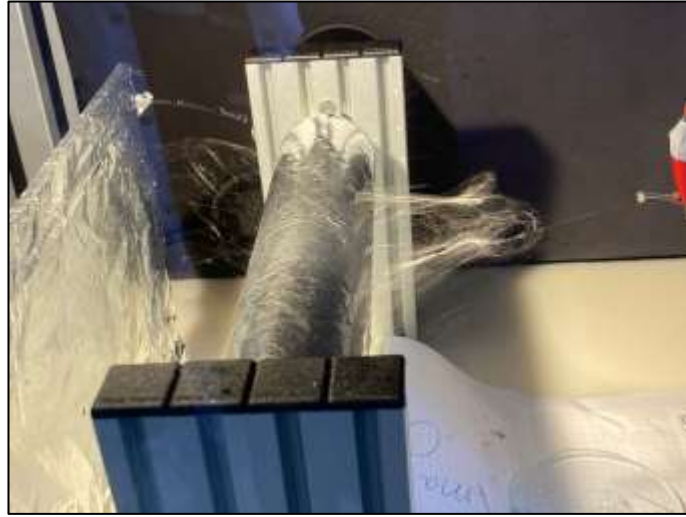
Bu amaçla jelatin biyopolimeriyle üç farklı mol kütlesine sahip BPEI'ler kullanılarak hibrit morfolojinde pamuk kumaş yüzeyinde elektro-eğrilmiş lif kompozitler elde edildi. Hedeflenen yapıdaki nano görüntülerin elde edilebilmesi için mol kütlesi  $M_n$  800 olan BPEI tercih edildi. En uygun koşulun seçilmesi için mol kütlesi 800 olan BPEI'nin dört farklı derişimi (%5, %10, %15 ve %20) kullanılarak pamuk kumaş üzerine elektro-eğrilmiş lifler elde edilmeye çalışıldı. Çözelti ortamında BPEI derişimi %20 olduğunda Al folyo üzerinde lif elde edilemediği ve derişiminin %15 olduğunda da fiber vermeyip Al folyo üzerinde jelimsi yapılar oluşturduğu Şekil 5.20' de görülmektedir. Bunun sebebinin çözeltinin aşırı viskoz olduğundan kaynaklandığı düşünülmektedir. Şekil 5.20 'de görüldüğü üzere çözeltideki BPEI derişim oranı azaldıkça, çözelti vizkozitesinin azaldığı bu sebeplede de toplayıcı üzerinde lif oluşma eğilimi gösterdiği görülmektedir (Şekil 5.21). En uygun koşul jelatin derişimi %20 ve BPEI derişimi %10 olarak kabul edilip diğer iki farklı mol kütlesine sahip BPEI'ler ( $M_n=1800$  ve  $M_n=10000$ ) içinde uygun derişim olarak kabul edilip gerekli deneyler yapıldı (Şekil 5.21).



Şekil 5.20 Jelatinin %20 lik derişimi ile BPEI'nin (a) %15 be (b) %20 lik derişimlerinin elektroegirme işleminin uygulanması sonucu elde edilen fotoğrafik görüntüleri



Şekil 5.21 Jelatinin %20 lik derişimi ile BPEI'nin (a) %5 ve (b) %10 derişimlerinin elektroęirme işleminin uygulanması sonucu optik mikroskoptaki görüntüleri (40x)



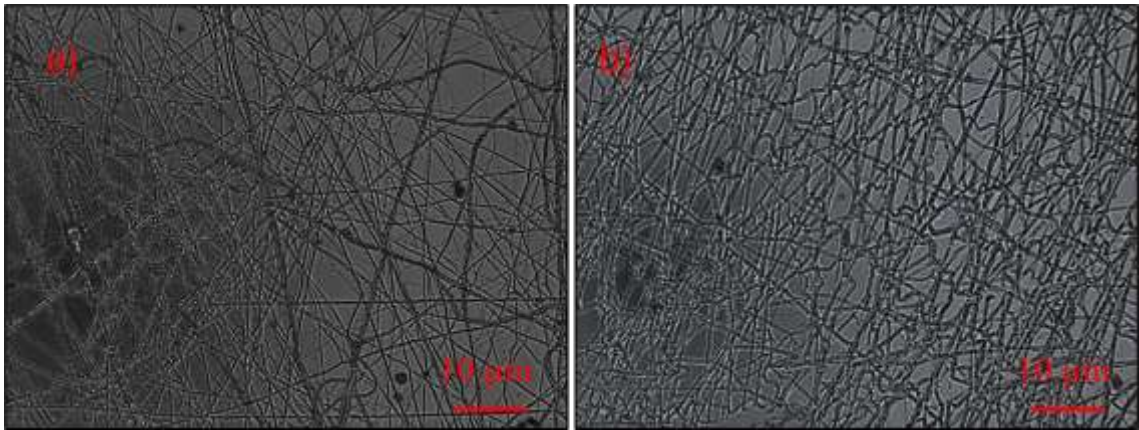
Şekil 5.22 Elektroęirme cihazıyla yapılan alüminyum folyo üzerindeki nano-lifli ağ dokudaki yapının fotoğrafik görüntüsü

Şekil 5.23'te gösterilen dijital görüntüler, jelatin ve dallanmış poli(etilenimin) (BPEI) polimerleri ile oluşturulan üç farklı moleküler ağırlığa ( $M_n=800, 1800, 10000$ ) sahip nanolifli kompozitlerin kumaş yüzeylerine kaplanmasını detaylandırmaktadır. Bu yapılar, elektroęirme yöntemi kullanılarak elde edilmiş olup, BPEI'nin moleküler ağırlıklarının kompozit kalınlığı ve lif morfolojisi üzerindeki etkileri net bir şekilde gözlemlenmiştir. Çizelge 5.8'de sunulan kompozit kalınlık ölçümleri, polimerlerin farklı moleküler ağırlıklarının, kompozit yapılarının kalınlığı üzerinde belirgin bir etkiye sahip olduğunu

göstermektedir.  $M_n=800$  olan BPEI ile oluşturulan kompozitler, düşük moleküler ağırlığın sağladığı daha düşük viskozite ve yüksek hareket kabiliyeti nedeniyle daha ince katmanlar oluştururken,  $M_n=10000$  olan BPEI ile oluşturulan kompozitler, daha yüksek viskozite ve zincir uzunluğu nedeniyle daha kalın bir yapı sergilemiştir. Bu sonuçlar, moleküler ağırlığın kompozit kalınlığını ve lif yapısının kontrolünü sağlayan kritik bir parametre olduğunu ortaya koymaktadır.



Şekil 5.23 Pamuk kumaş yüzeyine kaplanmış jelatin ile üç farklı mol kütesine sahip PEI'lerin hibrit yapıdaki digital görüntüleri



Şekil 5.24 Jelatinin %20 lik derişimi ile mol kütleleri farklı %10 BPEI derişimlerinin (a)  $M_n=1800$  ve (b)  $M_n=10000$  olarak elektroegirme işleminin uygulanması sonucu optik mikroskoptaki görüntüleri (40x)

Jelatin ve BPEI polimerleri ile elektroğirme koşulları tespit edildikten sonra saf P2Ox ve saf LPEI (Mn 4000) polimerleri ile orta derecede hidroliz edilmiş P2Ox-ko-PEI kopolimerleri ile jelatin katkılanarak HPMC modifiyeli pamuk kumaşlar üzerinde elektroğirme çalışmaları gerçekleştirildi ve sonuçlar sıralı bir şekilde sunulmuştur.

Bunlardan ilk olarak jelatin ve P2Ox polimerinin üç farklı derişimiyle (%5, %10, %15) Alüminyum folyo üzerine elektroğirilmiş lifler elde edilip Şekil 5.25'te gösterildi. En uygun lif verme koşulunun P2Ox derişiminin %10 olduğunda elde edildiği gösterildi.



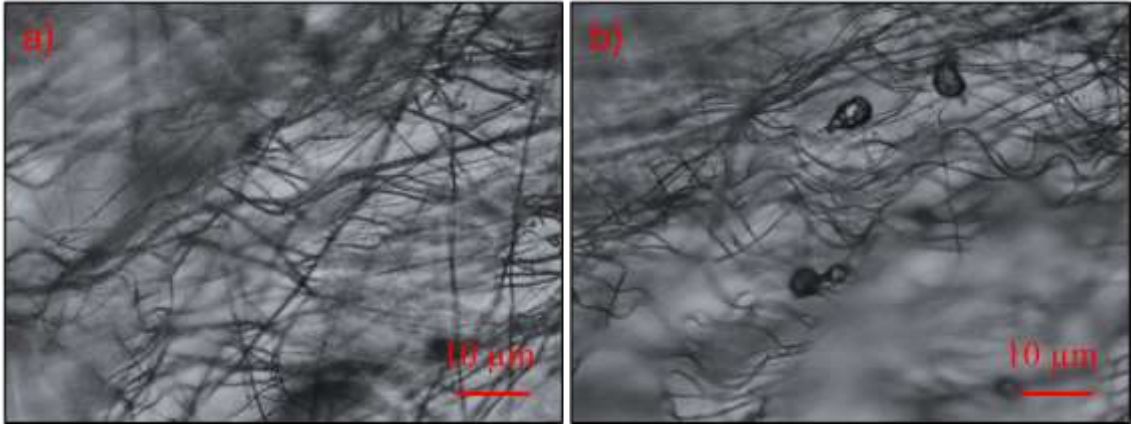
Şekil 5.25 Üç farklı derişimdeki P2OX'un jelatin ile harmanlanmış elektroğirilmiş liflerin optik mikroskop görüntüleri (a) %5, (b) %10 ve (c) %15



Şekil 5.26 Pamuk kumaş yüzeyine kaplanmış jelatin ile P2Ox (GH4) ve P2Ox-ko-PEI'nin (GH5) hibrit yapıdaki digital görüntüleri

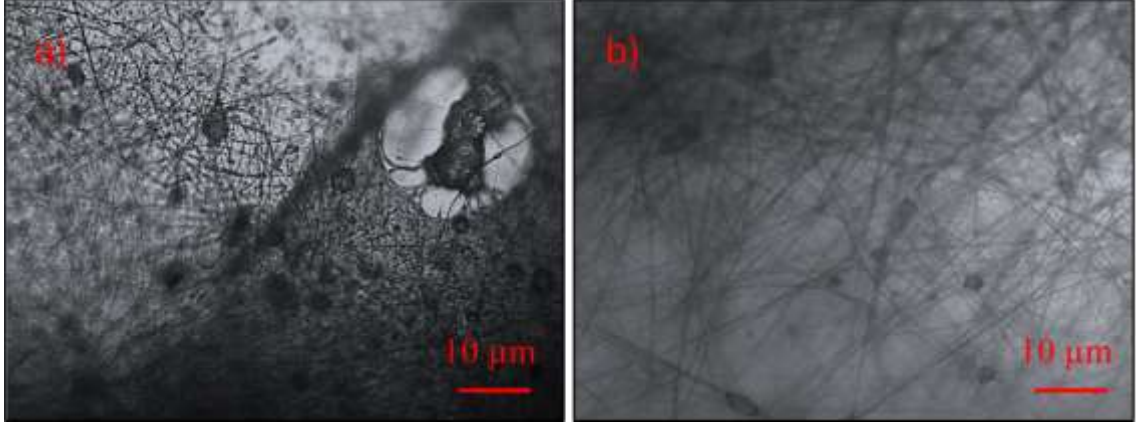
Daha sonra az ve orta oranda hidrolizlenmiş P2Ox polimerleriyle pamuk kumaş yüzeyinde elektro-ğirilmiş nano lifler elde edilmesi için gerekli çalışmalar yapıldı. Az oranda hidrolizlenmiş P2Ox polimeriyle jelatin biyopolimerinin pamuk kumaş

yüzeyinde, orta oranda hidrolizlenmiş P2Ox polimeriyle pamuk kumaş yüzeyindeki optik görüntüleri Şekil 2.24’de gösterildi. Şekilde görüldüğü üzere orta oranda hidrolizlenmiş P2Ox polimeri liflerin yüzeyinde boncuğumsu yapıların artmasına sebep olurken, az oranda hidrolizlenmiş P2Ox’un lif yüzeyinde daha az boncuksu yapıda olduğu görüldü.



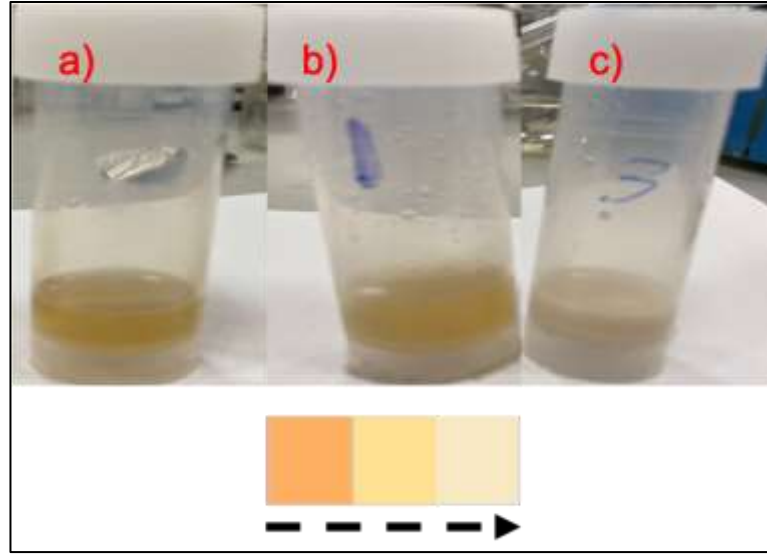
Şekil 5.27 Jelatin ile az (a) ve orta (b) oranda hidrolizlenmiş P2Ox polimeri optik mikroskop görüntüleri

Daha önce dallanmış polietilenimin polimerlerinde tercih edilen %15 üst sınır olan derişim koşulları kullanılarak jelatin ve LPEI polimerleri kullanılarak elektroęirme deneyleri yürütüldü. Şekil 2.25’de görüldüğü üzere LPEI derişim oranının yüksek olduğu andaki optik görüntüsünde hedeflenen ağ dokulu lifler yerine, film içine gömülmüş kesikli fiber görüntüleri elde edildi. Ayrıca boncuğumsu yapılarında olduğu da gözlemlendi. LPEI derişim miktarı azaltıldığında (%10) ise liflerin daha düzgün bir şekilde oluştuğu, boncuksu yapıların daha az oranda oluştuğu görüldü.



Şekil 5.28 Jelatin ile %15 (a) ve %10 (b) derişimdeki LPEI polimerinin optik mikroskop görüntüleri

Şekil 5.29’da jelatin biyopolimeri ve LPEI polimeri asidik ortamda karıştırıldığında çözeltide rengin soluk sarıdan mat krem rengine deęişmesi birkaç farklı faktöre baęlı olabilir.



Şekil 5.29 Jelatinin (a) P2Ox, (b) orta derece hidroliz P2Ox ve (c) LPEI polimerleri ile karışımlarından oluşan çözeltilerinin renk deęişimi

Bu renk deęişikliği muhtemelen iki polimer arasında bir kompleks oluşumundan kaynaklanmaktadır. Jelatin, karboksilik asitler ve amino grupları gibi fonksiyonel gruplara sahip amino asitler içeren protein bazlı bir polimerdir. LPEI ise amin grupları içeren etilenimin tekrar eden birimlerinden oluşan bir polimerdir. Asidik bir ortamda,

jelatin molekülleri üzerindeki karboksilik asit grupları protonlanarak molekül üzerinde pozitif bir yük ile sonuçlanırken LPEI üzerindeki amino grupları da protonlanarak polimer üzerinde pozitif bir yüke yol açacaktır. Pozitif yüklü jelatin ve LPEI polimerleri daha sonra elektrostatik çekimler yoluyla birbirleriyle etkileşime girebilir. Bu etkileşim, iki polimer arasında çözeltide mat krem renginde olarak görülebilen bir kompleks oluşumuna yol açar. Bu kompleksin oluşumu muhtemelen jelatin ve PEI molekülleri üzerinde birbirleriyle çoklu elektrostatik bağlar oluşturabilen çok sayıda amino ve karboksilik asit grubunun varlığından kaynaklanmaktadır. Başka bir olası açıklama ise, amin bazlı polimerin, jelatin polimer için bir dağıtıcı veya stabilizatör görevi görerek, orijinal jelatin polimerdeki daha büyük parçacıklardan farklı şekilde ışığı dağıtan daha küçük parçacıklar veya kümeler oluşturmaya neden olmasıdır. Bu da, karışımın renginde ve diğer optik özelliklerinde değişikliklere neden olabilmektedir.

Çizelge 5.7 Jelatin ile harmanlanmış yapıdaki PEI türevlerinin farklı derişimlerinde oluşan polimerlerinden elektroğirilmiş fiber elde etme koşullarının incelenmesi

Numune kod	Jel derişimi	BPEI, P2Ox, P2Ox-ko-PEI veya LPEI derişimi	pH	Elektroğirme yorum
GH1	% 20 7:2:1 çözücü sistemi	% 5-15 (BPEI Mn:800) 7:2:1 çözücü sistemi	1,56	Lifler oluşumu var, PEI derişimi arttıkça boncuğumsu yapılar artmakta (%15 )
GH2	% 20 7:2:1 çözücü sistemi	% 5-15 (BPEI Mn:1800) 7:2:1 çözücü sistemi	1,60	Lifler oluşumu var, PEI derişimi %10 dan sonra arttıkça boncuğumsu yapılar artmakta
GH3	% 20 7:2:1 çözücü sistemi	% 5-15 (BPEI Mn:10000) 7:2:1 çözücü sistemi	1,79	Lifler oluşumu var, PEI derişimi %5 den sonra boncuğumsu yapılar artmakta
GH4	% 20 7:2:1 çözücü sistemi	%5-15 (P2Ox) 7:2:1 çözücü sistemi	1,05	Lifler kesiksiz kaplandı.
GH5	% 20 7:2:1 çözücü sistemi	% 10 (P2Ox-ko-PEI) 7:2:1 çözücü sistemi	1,30	Lifler kesiksiz kaplandı.
GH6	% 25 7:2:1 çözücü sistemi	% 7,5 (LPEI) 7:2:1 çözücü sistemi	1,37	Lifler kesiksiz kaplandı, jelatin derişimi lif oluşumunun sağlanamsı için arttırıldı



Şekil 5.30 Pamuk kumaş yüzeyine kaplanmış jelatin ile LPEI'nin (GH6) hibrit yapıdaki digital görüntüsü

Çizelge 5.8 Pamuk kumaş yüzeyine kaplanmış jelatin ile PEI polimerlerinin hibrit morfolojideki kalınlıkları

Örnek	Lif kalınlığı (mm)
Saf pamuk kumaş	0,275
GH1	0,362
GH2	0,373
GH3	0,414
GH4	0,468
GH5	0,421
GH6	0,380

### 5.5 WBPÜ Elektroeğirme Çalışmaları

İlk aşamalarda, su bazlı poliüretan (WBPÜ) sentezindeki yumuşak segment, 1000 moleküler ağırlığa sahip PEG polimerinden oluşuyordu. PEG'in polikaprolakton diol (PCL-diol) oranı literatürden keyfi olarak seçilmiş ve 75:25 olarak belirlenmiştir (Hao vd. 2016). Yukarıda bahsedilen şekilde sentezlenen WBPÜ'nün elektroeğirme işlemi ile fiber elde etmek için bir deneme yapılmıştır. Ancak, HPMC ile işlenmiş pamuklu kumaş üzerine kaplanmış istenen elektro-eğirilmiş elyaf, gerekli koşulların karşılanamaması nedeniyle elde edilememiştir. Şekil 5.31 elektroeğirme yerine elektropüskürme şeklinde yığın/film formunda kumaş yüzeyindeki kaplamayı göstermektedir. Başka bir deyişle, bu özel formülasyonun başlangıçta beklendiği gibi elektroeğirme işlemi etkili bir şekilde

kolaylaştırmadığı kaydedilmiştir. Elektroęirme sürecindeki bu zorluęun olası bir açıklaması, PEG'in düşük moleküler aęırlılıęının lif oluřumu için gereken zincir dolanmalarını ve viskoziteyi engellemiř olabileceęidir. Sonu olarak, bu endiřenin uestesinden gelmek ve elektroęirme prosedürünü kolaylařtırmak için PEG'in moleküler aęırlılıęı 20.000'e yükseltildi. Bu deęiřiklięin ardında yatan neden, PEG'in moleküler aęırlılıęının artmasının elektroęirme WBPU özeltisinin viskozitesinde artıřa yol aacaęı ve böylece elektroęirme prosedürü sırasında lif oluřumunu artıracaaęı varsayımına dayanıyordu.

Ayrıca, yumuřak segment oranının, özellikle PEG ile PCL-diol oranının, WBPU genel özelliklerini önemli ölçüde etkiledięini gösterdik. Bu alıřmada, önceki arařtırmalara dayanarak %75 PEG ve %25 PCL'den oluřan optimum yumuřak segment oranı seilmiřtir. Elektroęirme iřlemi, PEG (Mw:20000) konsantrasyonu %50'ye ulařana kadar elektro-eęirilmiş elyafı vermemiřtir. En uygun lif oluřumu PEG (20000) oranı %75 ve PCL-diol oranı %25 olduęunda görülmüřtür.



řekil 5.31 PEG (Mw: 1000) kullanılarak sentezlenen WBPU polimerinin klorofom ortamında hazırlanmış %20'lik özeltisinden harmanlanmış karıřım morfolojisinde Al folyo üzerine elektroęirilmiş kaplamanın görüntüsü (elektropüskürme řeklinde oluřtuęu düşünölmektedir)

Sentezlenen WBPU polimerinin farklı özücülerdeki kalitatif özünürlüęü incelenmiş ve ařaęıdaki izelge 5.9'da gösterildi.

Çizelge 5.9 Sentezlenen WBPU'ların farklı çözücülerdeki çözünme durumları

	Kloroform	DMF	FAc	EtOH
WBPU1	+	-	+	-
WBPU2	+	-	+	-
WBPU3	+	-	+	-
WBPU4	+	-	+	-
WBPU5	+	-	+	-

\*Sıcaklık: 25 °C, süre 2 saat,

\* +: çözüldü, -: çözünmedi

WBPU'ların çözünürlüğünün araştırılması, Çizelge 5.9'da gösterildiği gibi ortam sıcaklığında gerçekleştirilmiştir. Yarı-kantitatif sonuçlar göz önüne alındığında, WBPU'ların kloroform ve formik asitte (FAc) çözüldüğü gözlenirken, DMF ve etanolde (EtOH) çözünmediğini göstermiştir. Gözlenen olgular, çözücülerin polarite ve çözünme özelliklerine bağlanabilir. Kloroform ve FAc'de, WBPU'ların hem polar hem de polar olmayan bileşenlerinin çözünmesine olanak sağlar. Buna karşılık, DMF ve EtOH'ın, daha yüksek polariteleri nedeniyle, normal çevre koşullarında WBPU'ların hidrofobik segmentlerini çözmede sınırlı çözünürlük sergiledikleri gösterdikleri sonucuna varıldı. Bununla birlikte, WBPU polimeri, DMF ve EtOH çözücülerindeki çözünürlüğünün yüksek sıcaklıklarda (50 °C) arttığı gözlemlendi. Yani, DMF ve EtOH'ın çözünme kapasitesi yüksek sıcaklıklarda artmakta, dolayısıyla WBPU'ların çözünmesini kolaylaştırdığı görüldü. Bu nedenle, WBPU polimerinden lif elde etmek için elektroegirme çalışmalarında kullanılmak üzere çözücü olarak kloroformun kullanılmasına karar verildi.

Zincir uzatıcının lif oluşumu hakkında bir değerlendirme sağlamak için zincir genişletici türünün etkisi de araştırıldı. Bu amaçla, PDO, BDO diolleri ve GLY triolü çeşitli uygulamalarda zincir genişletici olarak sıklıkla kullanıldığı bilinen polialkoller bu çalışmada da tercih edildi. Bu incelemede kullanılan bileşenlere ait mol oranları Çizelge 5.10'da sunulmuştur.

Çizelge 5.10 WBPU sentezi sırasında zincir genişletici türünün incelenmesi

Sample code	PEG <sub>20000</sub>	PCL-diol <sub>2000</sub>	Zincir genişletici türü
	(yumuşak segment) 1,0 mol		
WBPU4	75	25	PDO
WBPU7			BDO
WBPU8			Gly

PDO, elektroğirme koşullarına bağlı olarak incelenen çeşitli türler arasında en uygun zincir uzatıcı olarak kabul edilebilir. Elektroğirme süreci polimerin moleküler ağırlığından büyük ölçüde etkilenir. Uygun mol kütesine sahip bir polimerin kullanılması, tutarlı ve eşit bir yüzey dokusu sergileyen liflerin üretilmesiyle sonuçlanacaktır. Gliserol en büyük moleküler ağırlığa sahip olmasına rağmen, elektroğirmede kullanımı çözeltinin yüksek viskozitesi nedeniyle zorluklar yaratabilir. Sonuç olarak, bu durum daha yüksek voltaj uygulanmasını gerektirebilir ve boncuğumsu yapıların oluşmasına neden olabilir. PDO, elektroğirme için moleküler ağırlığı uygun bir ölçüde artırırken, çözeltinin viskozitesinde aşırı bir artıştan kaçınarak uygun bir denge sunar.

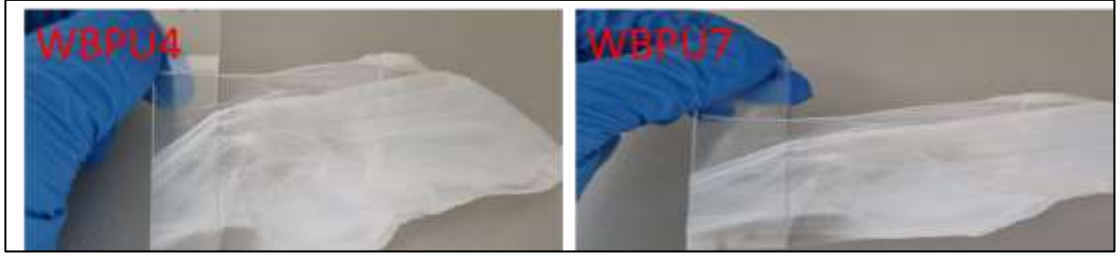
Üç karbon atomlu doğrusal bir diol olan PDO, WPU'ların sentezi için en yaygın zincir uzatıcıdır. Daha kısa zincir uzunluğu daha düşük moleküler ağırlıklara neden olur, bu da onu güç ve esneklik dengesi gerektiren uygulamalar için uygun hale getirir. Gliserol ile sentezlenen WBPU'nun moleküler ağırlığı üçü arasında en yüksek olarak bulunmuştur, çünkü bir triol olan gliserol daha fazla çapraz bağ oluşturabilir ve bu da daha yüksek bir moleküler ağırlığa yol açar. BDO ve PDO ile sentezlenen WPU'lar daha düşük moleküler ağırlıklara sahiptir, PDO daha kısa zincir uzunluğu nedeniyle en düşük moleküler ağırlığa neden oldu. Ayrıca, PDO iyi bir gerilme mukavemeti ve kopma uzaması dengesi sağlayarak mukavemet ve esneklik dengesi gerektiren uygulamalar için uygun hale getirmiştir.

Sonuç olarak, her bir zincir uzatıcının avantajları olsa ve belirli uygulamalar için tercih edilebilir olsa da, PDO iyi bir özellik dengesi sunarak onu elektroğirme uygulamaları için uygun hale getirmektedir. Moleküler ağırlık, mekanik özellikler, termal stabilite,

çözünürlük ve morfoloji arasında iyi bir denge sağlayarak WBPU'ların sentezi için çok yönlü bir seçimdir.

Sert segment ile yumuşak segment arasındaki oran, elde edilen polimerin özellikleri üzerinde önemli bir etkiye sahip olduğu için WBPU sentezinde kritik bir parametredir. Başlangıçta, LDI'nin yumuşak segmente molar oranı 1,5:1,0 idi. LDI'nin molar oranının yumuşak segmentin 1,0 molü başına 3,0 mol olarak değiştirilmesi, elde edilen WBPU'nun özelliklerinde ve davranışında çeşitli değişikliklere neden olacaktır. LDI'nin molar oranının artması, WBPU içindeki sert segment içeriğinde buna karşılık gelen bir artışa neden olacaktır. Bu nedenle, polimerde sert bir segmentin varlığı, sertliğini ve mukavemetini önemli ölçüde artırır ve sonuçta ortaya çıkan polimerin esnekliğinde bir azalmaya yol açar. Ayrıca sert segment içeriğindeki bir artış, WBPU'nun termal stabilitesini artıracak sert segment alanının camsı geçiş sıcaklığının ( $T_g$ ) yükselmesine de neden olacağı sonucuna varılmaktadır.

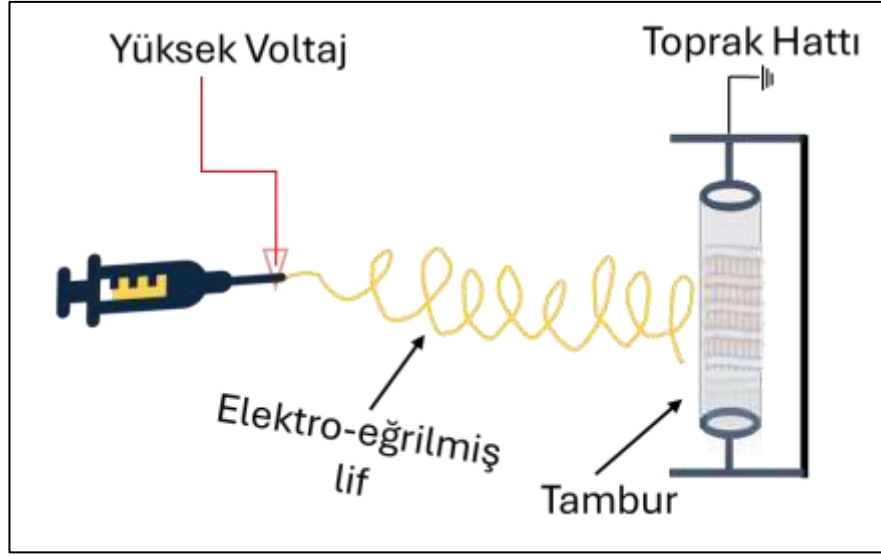
Şekil 5.32'de gösterilen poliüretan lifler, zincir genişleticiler olarak kullanılan PDO ve BDO ile sentezlenmiş su bazlı poliüretan (WBPU) sisteminden elde edilmiştir. Bu iki zincir genişletici, poliüretan sistemlerinde segmentler arası etkileşimleri ve mekanik özellikleri önemli ölçüde etkileyen yapısal bileşenlerdir. PDO, daha kısa zincir uzunluğuna sahip bir diol olup, poliüretan zincirlerine daha kompakt ve sert bir yapı kazandırabilirken, BDO daha esnek bir yapıya sahip olup, poliüretanın elastikiyetini artıran uzun segmentlerin oluşumuna olanak tanır. Her iki genişletici de, elde edilen WBPU liflerinin elektroğirme işlemi sırasında morfolojik yapılarına etki ederek, fiberin çekme mukavemeti, esneklik ve yüzey özellikleri gibi parametreleri kontrol eder. PDO ve BDO'nun farklı oranlarda kullanılması, lif çapı, homojenlik ve yüzey pürüzlülüğü gibi mikroyapısal farklılıklara yol açabilmekte ve bu da liflerin biyomedikal uygulamalar için potansiyel performansını doğrudan etkileyebilmektedir. Bu nedenle, PDO ve BDO'nun zincir genişleticiler olarak farklı oranlardaki kombinasyonları, su bazlı poliüretanların elektroğirme süreçlerinde lif yapılarının mühendisliğinde önemli rol oynamaktadır.



Şekil 5.32 Zincir genişleticiler olarak kullanılan PDO (WBPU4) ve BDO (WBPU7) ile sentezlenmiş WBPU lifler

## 5.6 WBPU/PEI Elektroğirme Çalışmaları

**Hibrit elektroğirme sistemi:** Elektroğirme, nanofiber üretimi alanında yüksek verimlilik ve fonksiyonel malzemelerin tasarımına olanak sağlayan bir üretim tekniğidir. Bu yöntem, özellikle biyomedikal uygulamalarda, çevre dostu malzemelerin geliştirilmesinde ve ileri seviye filtreleme sistemlerinde yaygın olarak kullanılmaktadır. Bu çalışmada, WBPU4 sentezlenmiş polimeri kullanılarak hibrit formda nanofiberlerin üretimi amaçlanmıştır. WBPU4 çözeltisi, BPEI, LPEI ve türevleri olan P2Ox ile P2Ox-ko-PEI polimeriyle harmanlanarak elektroğirme sürecine tabi tutulmuştur. Şekil 5.33'te, elektroğirme yöntemi ile hibrit formdaki liflerin üretiminde kullanılan deneysel düzeneğin şematik gösterimi yer almaktadır. Bu düzeneğe, yüksek voltaj altında yüklü bir iğneden geçerek ince lif formunda püskürtülen polimer çözeltisinin, karşıt yüklü bir toplayıcı plaka üzerinde birikmesini içeren tipik bir elektroğirme sürecini temsil etmektedir. Çalışma kapsamında hibrit liflerin üretimi, lif morfolojisinin kontrolü ve yapı-mekanik özellik ilişkileri detaylı bir şekilde incelenmiş olup, bu liflerin özellikle biyomedikal alanındaki potansiyel uygulamaları üzerinde durulmuştur.



Şekil 5.33 Elektroeğirmede kullanılan hibrit formadaki liflerin üretiminin şematik olarak gösterimi

Elektroeğirme çalışmalarında kullanılmak üzere çözücü türü olarak kloroform tercih edilerek, WBPU4 sentez koşullarında sentezlenen polimerin, uygulanan yüksek voltaj, akış hızı, iğne ucundan toplayıcıya olan mesafe ve polimer çözeltilsinin derişimi, mol kütlesi, viskozite, yüzey gerilimi ve iletkenlik gibi cihaz parametrelerinden etkilenir. Lif morfolojisi, bu parametreler tarafından tek tek veya sinerjistik olarak etkilenebilir. Elektroeğirmenin başarılı olduğunu gösteren üç önemli kriter vardır. Bunlar; taylor konisinin oluşumu, kararlı jet ve boncuk görünümü olmayan homojen lifler olarak sıralanabilir. Jet oluşumu, uygun koşullar sağlanmadığında gerçekleşmez ve küçük boncuklar veya boncuk içeren lifler elde edilir. Bu nedenle, elektroeğirme yoluyla homojen nano-lifler üretmek için bu parametrelerin dikkatli bir şekilde değerlendirilmesi gerekir (Bhardwaj ve Kundu 2010).

WBPU ile hibrit morfolojide elektroeğrilmiş lifler elde etmek için elektroeğirme cihazında kullanılan iğne ucu seçiminde daha geniş ağızlı bir tür tercih edilmiştir. Bunun temel nedeni, önceki deneylerde kullanılan ve jelatin polimeriyle uyumlu olan dar ağızlı iğne ucu tipinin, WBPU polimeri ile çalışıldığında süreç içinde tıkanmalara neden olmasıdır. Bu tıkanmalar, polimer çözeltilsinin viskozitesi, moleküler zincir uzunluğu ve çözeltilsinin reolojik özellikleri gibi faktörlerle ilişkilendirilebilir. WBPU, özellikle su bazlı bir sistem olması sebebiyle, dar iğne ucundan geçerken yüksek iç sürtünme ve akışkanlık

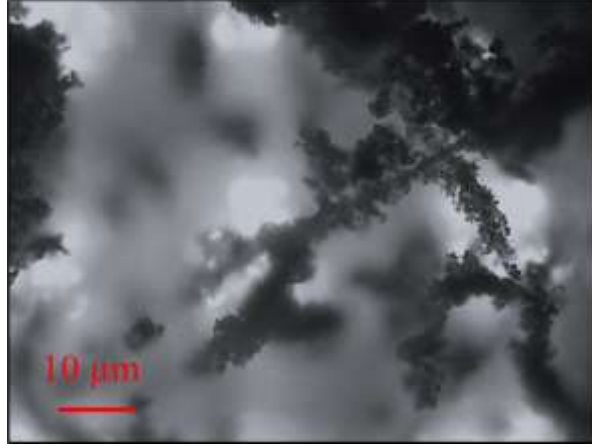
direnciyle karşı karşıya kalmış, bu da liflerin sürekliliğini bozarak, homojen bir lif yapısının oluşumunu engellemiş olabilir. Bu tür problemlerin üstesinden gelmek için daha geniş çaplı bir iğne ucu kullanılması, polimer çözeltisinin daha düşük iç basınçla akışını kolaylaştırarak, liflerin düzgün bir şekilde pamuk kumaş yüzeyinde elde edilmesini sağlar. Böylelikle, sürekli ve kesintisiz lif üretimi sağlanmakta ve istenilen lif morfolojisine ulaşılmaktadır. Ancak, daha geniş ağızlı iğne ucu kullanımı, lif çapları üzerinde doğrudan bir etkiye sahip olup, genellikle daha geniş çaplı liflerin oluşmasına neden olmaktadır. Bu seçim, polimerin viskozite kontrolü, lif oluşum dinamikleri ve cihazın işleme performansı açısından kritik bir adım olarak görülmektedir.

Elektroegirme süreçlerinde polimer çözeltisinin viskozitesi, iletkenliği ve bu parametrelerin nozul çapıyla olan etkileşimi, liflerin morfolojik yapısının ve üretim verimliliğinin önemli belirleyicileridir. Bu çalışmada, küçük çaplı iğne ucu kullanımının WBPU4 polimer çözeltisi üzerinde yarattığı olumsuz etkiler gözlemlenmiştir. Küçük çaplı nozul kullanımı esnasında iğne ucunda WBPU4 polimeri birikerek tıkanmaya yol açmakta ve polimer çözeltisinin katılaşmasına neden olmaktadır. Polimerin iğne ucunda sertleşmesi, akışkanlık kaybına ve elektroegirme sürecinin kesintiye uğramasına sebebiyet vermektedir. Bu sorunun önüne geçmek amacıyla, daha geniş çaplı bir iğne ucu tercih edilerek, polimer çözeltisinin daha rahat akış göstermesi sağlanmış ve tıkanma problemleri minimize edilmiştir. Literatürde, bu tarz tıkanma ve katılaşma problemlerinin önlenmesi için şırınga sistemlerine otomatik ısıtma ceket sistemlerinin entegre edilmesi önerilmektedir. Bu tür sistemler, çözeltinin sıcaklığını sabit tutarak polimerin viskozitesini kontrol altında tutar ve tıkanma gibi istenmeyen durumların ortaya çıkmasını engeller. Isıtma sistemleri, çözeltinin elektroegirme sürecindeki davranışını optimize ederek, daha stabil ve homojen nanofiber üretimine katkı sağlar. Bu nedenle, özellikle yüksek viskoziteli çözeltiler ile çalışılırken, otomatik ısıtma sistemlerinin kullanımı önemli bir avantaj sunmaktadır.

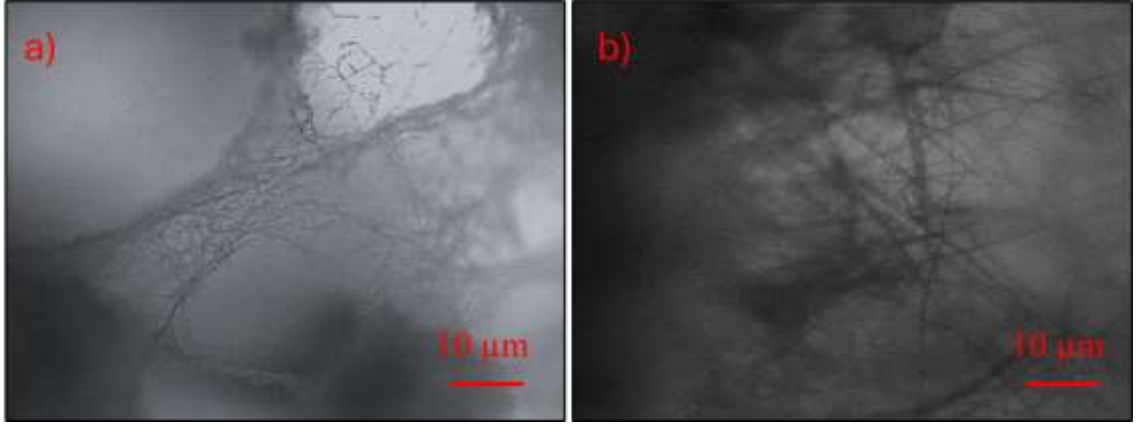


Şekil 5.34 WBPU4 elektrospun'nun pamuk kumaş yüzeyinde birikimi

WBPU4 polimeri için yapılan elektroğirme işlemi sırasında lif morfolojisi ve boyutu, çözeltilin viskozitesi tarafından büyük ölçüde etkilenmektedir. Çözeltinin viskozitesi genellikle çözeltinin polimer molekülü zincir dolaşıklığının derecesi ile ilişkilidir. Lif oluşumu, polimerlerin birbirine karışmasına bağlıdır (Ramakrishna 2005). Jet hareketini engellemeden, polimer çözeltisi yüksek polimer dolaşıklığı göstermelidir. Başka bir deyişle, uygulanan voltaj kritik bir viskozite değerinin altında olduğunda, jetin kararsızlığı ve boncuk oluşumu meydana gelir. Polimerin moleküler ağırlığı ve çözeltinin konsantrasyonu, çözeltinin viskozitesiyle yakından ilişkilidir. İlk denemelerde, çözeltideki WBPU4 derişimi %4 iken, fiber oluşumu gözlenmeyip elektropüskürme şeklinde Alüminyum folyo üzerinde kaplandığı gözlendi (Şekil 5.35). Bu amaçla, denemeler WBPU4 derişim oranını kademeli olarak artırarak yürütüldü. İlk lif oluşumu, derişim oranı %23'e ulaştığında gözlendi (Şekil 5.36). Bundan sonraki çalışmalarda, en uygun WBPU4 polimeriyle hazırlanan çözelti derişim oranının %23 olduğu zamanki lif görüntüsü olduğu belirlendi.



Şekil 5.35 WBPU3 polimeri ile yapılan elektroğirme çalışması



Şekil 5.36 WBPU4 polimeriyle yapılan a) kloroform ve b) 721 çözücü sistemiyle yapılan elektroğirme çalışması sonucundaki lif görüntüleri ([WBPU4]: Kütlece %23)

WBPU'dan fiber çekilebildiği tespit edildikten sonra, projede katkı maddesi olarak kullanılan BPEI ( $M_n$ :800,1800,10000), P2Ox, P2Ox-ko-PEI ve LPEI polimerleri ile WBPU4 polimerinin yukarıda belirlenen %23'lük derişimi ile elektroğirme işlemleri harmanlanmış karışım morfolojisinde yürütüldü.

Şekil 5.37'de sunulan dijital görüntüler, WBPU ve BPEI polimerlerinin üç farklı moleküler kütesine ( $M_n$ =800, 1800, 10000) sahip nanolifli ağ yapıların kumaş yüzeyine kaplanmasını detaylandırmaktadır. WBPU ve BPEI kombinasyonları, elektroğirme yöntemiyle başarılı bir şekilde kumaş yüzeyine aktarılmış olup, kullanılan BPEI'nin

moleküler kütlesine bağı olarak elde edilen nanolifli kompozitlerin morfolojisinde belirgin farklılıklar gözlenmiştir. Moleküler kütle artmasıyla birlikte, polimer çözeltilerinin reolojik özelliklerinde ve elektroğirme sürecinde liflerin düzenlenmesinde etkili olan faktörler farklılaşmıştır.  $M_n=800$  olan BPEI içeren kompozitlerde, daha düşük viskozite ve daha fazla polimer zinciri hareketliliği sayesinde daha ince lif yapıları oluşurken,  $M_n=10000$  olan BPEI içeren kompozitlerde, yüksek moleküler kütle getirdiği daha karmaşık zincirler ve artan viskozite sebebiyle daha kalın lif yapıları meydana gelmiştir. Bu durum, liflerin kumaş yüzeyine yerleşmesinde farklı kaplama yoğunluklarına ve kompozit kalınlıklarına yol açmıştır.



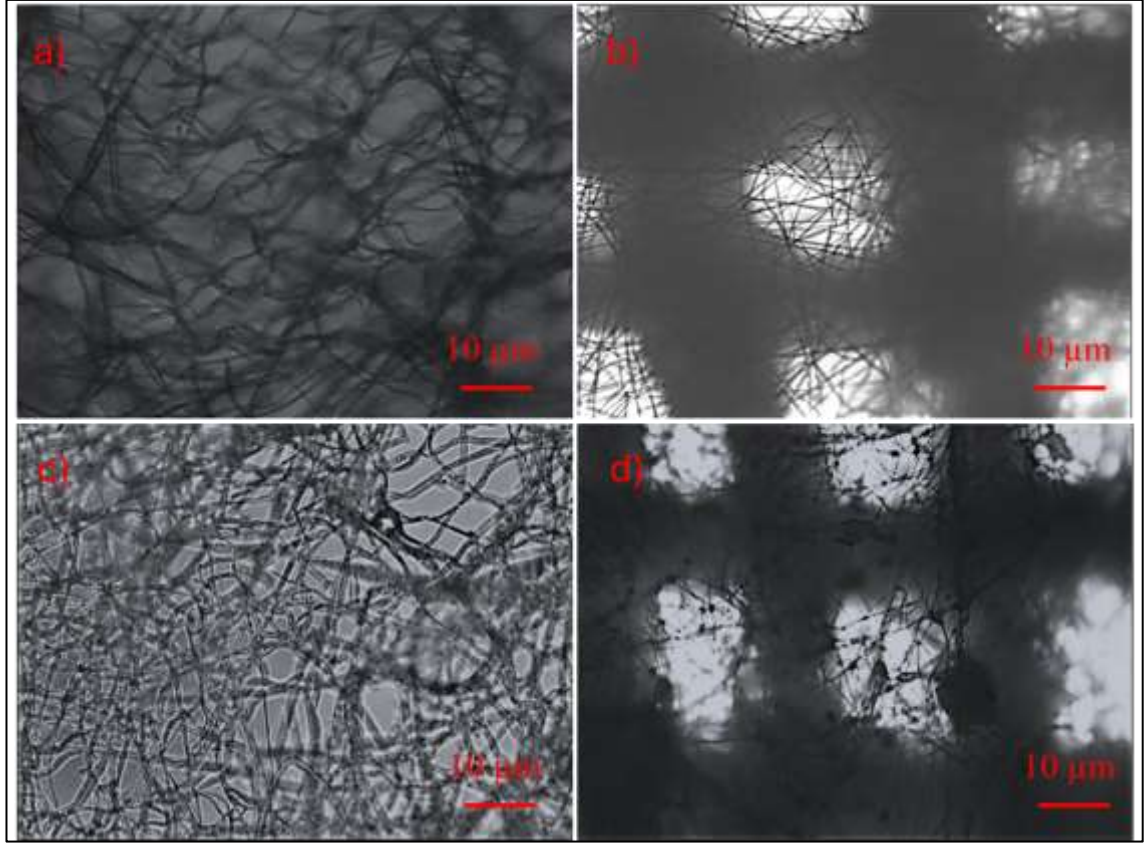
Şekil 5.37 WBPU ve BPEI polimerlerinin üç farklı moleküler kütlelerine ( $M_n=800, 1800, 10000$ ) sahip nanolifli ağ yapıların kumaş yüzeyine kaplanmasının dijital görüntüleri

Çizelge 5.12'de gösterilen kompozit kalınlık ölçümleri, polimerlerin moleküler kütlesi ile kompozit kalınlığı arasındaki ilişkiyi ortaya koymaktadır. WBPU ve BPEI kombinasyonlarının oluşturduğu kompozitlerde,  $M_n=800$  olan BPEI ile elde edilen daha ince ve homojen yapılar, düşük moleküler kütleyle sahip BPEI'nin daha akışkan ve mobil bir çözeltide bulunması sebebiyle oluşmuştur. Buna karşılık,  $M_n=10000$  olan BPEI'nin daha yüksek viskozite ve yoğun polimer ağ yapısı nedeniyle, kompozit kalınlıklarının belirgin şekilde arttığı gözlenmiştir. Bu bulgular, WBPU'nun elastik yapısı ile BPEI'nin moleküler kütlelerinin birleşimi sonucunda kompozit morfolojisinin ve kalınlığının nasıl değiştiğini vurgulamaktadır. Moleküler kütle farkları, yalnızca kompozit kalınlıklarını değil, aynı zamanda liflerin morfolojik yapısını da etkileyerek, bu iki polimerin sinerjistik etkilerini ortaya çıkarmıştır.

Şekil 5.38'de sunulan dijital görüntüler, WBPU ile ayrı ayrı P2Ox, P2Ox -ko-PEI ve LPEI polimerlerinin elektroğirme işlemiyle elde edilmiş nanolifli ağ yapıların pamuk kumaş yüzeyine kaplanmasını detaylandırmaktadır. Bunlardan Şekil 5.39'deki optik mikroskop görüntüleri incelendiğinde, katkı olarak kullanılan tüm PEI ve P2Ox polimerlerinden fiber formunda yüzeyde yoğun ve homojen bir kaplamanın elde edilebildiği görülmektedir. Kimyasal olarak benzerliği göz önünde bulundurulduğunda, özellikle WBPU polimeri ile P2Ox polimerinden oluşan karışımdan, lif çapı dağılımı homojen ve lifleri ince bir şekilde kumaş yüzeyini kapladığı, herhangi bir boncuğumsu yapı vermediği açıkça görülebilmektedir. P2Ox-ko-PEI katkılanmış örnekte lif çaplarının kalınlaştığı seçilebilmekte olup, LPEI katkılanmış örneğin yer yer boncuk benzeri yığıntılara sahip olduğu anlaşılmaktadır.



Şekil 5.38 WBPU ile ayrı ayrı P2Ox, P2Ox -ko-PEI ve LPEI polimerlerinin elektroğirme işlemiyle elde edilmiş nanolifli ağ yapıların pamuk kumaş yüzeyine kaplanmasına ait dijital görüntüler



Şekil 5.39 (a) WBPU/BPEI/HPMC/pamuk, (b) WBPU/P2Ox/HPMC/pamuk, (c) WBPU/P2Ox-ko-PEI/HPMC/pamuk ve (d) WBPU/LPEI/HPMC/ pamuk kumaşlara ait optik görüntüler

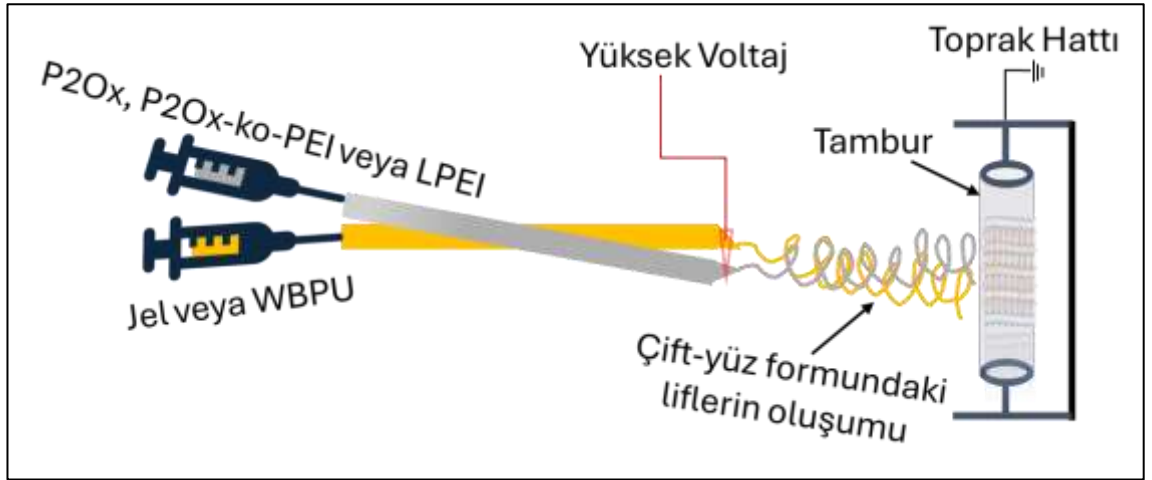
Çizelge 5.11 WBPU ile harmanlanmış yapıdaki PEI türevlerinin farklı derişimlerinde oluşan polimerlerden elektroğirilmiş fiber elde etme koşullarının incelenmesi

Numune kod	Jelatin derişimi	BPEI, P2Ox, P2Ox-ko-PEI veya LPEI derişimi	pH	Elektroğirme yorum
WH1				
WH2	% 25 Kloroform	% 10 (BPEI Mn:1800) Kloroform	8,52	Lifler oluşumu var, PEI derişimi arttıkça boncuğumsu yapılar artmakta (%15)
WH3				
WH4	% 25 Kloroform	% 10 (P2Ox) Kloroform	8,45	Lifler kesiksiz kaplandı.
WH5	% 25 Kloroform	% 10 (P2Ox-ko-PEI) Kloroform	4,96	Lifler kesiksiz kaplandı.
WH6	% 25 Kloroform	% 7,5 (LPEI) Kloroform	3,44	Lifler kesiksiz kaplandı.

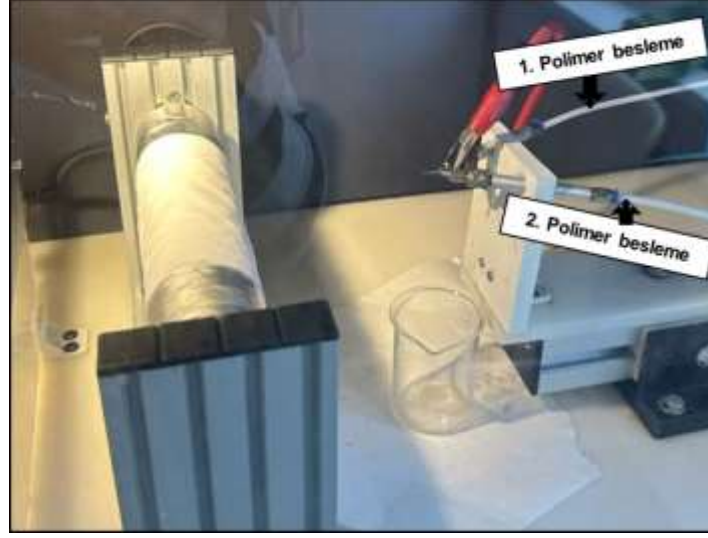
Çizelge 5.12 Pamuk kumaş yüzeyine elektroğirilmiş WBPU ile PEI polimerlerinin çift-yüz morfolojideki kalınlıkları

Örnek	Lif kalınlığı (mm)
Saf pamuk kumaş	0,275
WH1	0,362
WH2	0,373
WH3	0,414
WH4	0,468
WH5	0,421
WH6	0,380

**Çift yüzlü (janus) elektroğirme çalışmaları:** Şekil 5.40’da, çift yüzlü (janus) karışımın iğne ucundan çıkan ve kumaş yüzeyinde oluşan liflerin fotoğrafik görüntüsü görülürken, Şekil 5.41’de ise iki farklı polimer besleme ünitesinde bulunan polimer çözeltilerinin düzeye basılmasının genel deney düzeneği gösterilmektedir.



Şekil 5.40 Elektroğirmede kullanılan çift-yüz (janus) karışımın şematik olarak gösterimi



Şekil 5.41 Elektroğirmeye kullanılan çift-yüz (janus) deney düzeneği

Nano lifli ağ dokuda çift yüzü morfoloji elde edebilmek amacıyla iki farklı besleme ünitesinden enjekte edilen çözeltiler hazırlanmıştır. Bu yaklaşım, her iki yüzeyde farklı özelliklere sahip liflerin üretilmesine olanak tanıyarak, fonksiyonel kompozit yapıların geliştirilmesini sağlamaktadır. Hazırlanan çözeltilerin bir kısmı jelatin, diğer kısmı ise poli(etilenimin) (PEI) türevlerini içermekte olup, her iki çözeltinin morfolojik ve mekanik özellikleri, bu çift yüzü yapıların hedeflenen performans kriterlerini karşılaması için titizlikle optimize edilmiştir. Elektroğirme yöntemiyle lif elde edilmesi sırasında kullanılan malzemeler, çözeltilerdeki polimer miktarları ve diğer katkı maddeleri, lif morfolojisi ve kompozit özellikleri üzerinde belirleyici olmuştur. Çizelge 5.13'te gösterilen bileşenler, kullanılan polimerlerin moleküler ağırlıklarını, çözelti konsantrasyonlarını ve elektroğirme parametrelerini içermekte olup, bu parametrelerin her biri çift yüzü nanolifli yapının başarıyla oluşturulmasında kritik rol oynamaktadır. Jelatin ve PEI türevleri içeren çözeltiler, elektroğirme işlemine uygun viskoziteye sahip olacak şekilde hazırlanmış ve her iki yüzeyin farklı işlevsel özellikler kazanması hedeflenmiştir. Bu çift yüzü morfoloji, biyomedikal uygulamalar gibi çok fonksiyonlu materyallerin geliştirilmesinde önemli avantajlar sunmakta olup, nano-lifli yapıların farklı yüzey özellikleri ile modifiye edilmesi, uygulama alanlarına yönelik özelliklerin optimize edilmesine olanak tanımaktadır.

Çizelge 5.13 Jelatin ve WBPU çözeltilerinin elektroğirme için kullanılan çözeltilerinin miktarları (çift-yüz)

Numune kod	1. Çözelti	pH	2. Çözelti	2.çözelti pH	1. Çözelti Miktarı	2. Çözelti Miktarı	Elektroğirme yorum
GJ2	Jelatin	1,14	BPEI (1800) (HFIP/etOH)	7,78	Jelatin: %20 7:2:1 çözücü sistemi	BPEI: %20 (1800 Mw) HFIP/etOH (50/50)	Lifler kesiksiz kaplandı.
GJ4	Jelatin		PEtOx (HFIP/etOH)	4,64	Jelatin: %20 7:2:1 çözücü sistemi	PEtOx: %10 HFIP/etOH (50/50)	Lifler kesiksiz kaplandı.
GJ5	Jelatin		PEtOx-ko-PEI (HFIP/etOH)	5,85	Jelatin: %20 7:2:1 çözücü sistemi	PEtOx-ko-pei: %10 HFIP/etOH (50/50)	Lifler kesiksiz kaplandı.
GJ6	Jelatin		LPEI (7:2:1 HFIP)	6,22	Jelatin: %20 7:2:1 çözücü sistemi	LPEI : %7,5 7:2:1 HFIP (50/50)	Lifler kesiksiz kaplandı.
WJ2	WBPU	8,38	BPEI (HFIP/etOH)	7,78	WBPU: %25 (Kloroform)	BPEI: %20 (1800 Mw) HFIP/etOH (50/50)	Lifler kesiksiz kaplandı.
WJ4	WBPU		PEtOx (HFIP/etOH)	4,64	WBPU: %25 (Kloroform)	PEtOx: %10 HFIP/etOH (50/50)	Lifler kesiksiz kaplandı.
WJ5	WBPU		PEtOx-ko-PEI (HFIP/etOH)	5,85	WBPU: %25 (Kloroform)	PEtOx-ko-PEI: %10 HFIP/etOH (50/50)	Lifler kesiksiz kaplandı.
WJ6	WBPU		LPEI (7:2:1 /HFIP (50/50)	6,22	WBPU: %25 (Kloroform)	LPEI : %7,5 7:2:1/HFIP (50/50)	Lifler kesiksiz kaplandı.

Şekil 5.42'de sunulan dijital görüntüler, jelatin (jel) ve dallanmış poli(etilenimin) (BPEI, Mn=1800), lineer poli(etilenimin) (LPEI), poli(2-etil-2-oksazolin) (P2Ox) ve kısmi hidrolizi yapılmış poli(2-etil-2-oksazolin)-ko-poli(etilenimin) (P2Ox-ko-PEI) polimerlerinin kumaş yüzeyine kaplanarak elde edilen çift yüzeyli nanolifli ağ yapıların morfolojilerini kapsamlı bir şekilde göstermektedir. Çift yüzeyli nanolifli yapılar, iki farklı polimer çözeltisinin aynı elektroğirme işleminde ayrı besleme üniteleri aracılığıyla enjekte edilmesiyle oluşturulmuştur. Her iki yüzeyde farklı polimer kompozisyonlarının kullanılması, liflerin morfolojisini ve kompozit özelliklerini doğrudan etkilemiş ve böylece iki yüzey arasında belirgin yapısal ve fonksiyonel farklılıklar elde edilmiştir.



Şekil 5.42 Kumaş yüzeyine elektroğrılmış çift-yüz formundaki liflerin dijital görüntüleri

Bu çalışma kapsamında, kumaş yüzeyine kaplanmış nanolifli ağdokuların dijital görüntüleri aracılığıyla liflerin homojen dağılımı, morfolojik düzenlilik ve fiber çaplarındaki farklar net bir şekilde gözlemlenmiştir. BPEI (Mn=1800), LPEI, P2Ox ve P2Ox-ko-PEI gibi polimerler, farklı moleküler yapıları ve viskoelastik özellikleri sayesinde lif morfolojisi üzerinde önemli farklılıklar yaratmıştır. Özellikle BPEI ve P2Ox-ko-PEI polimerlerinin kullanılması, lif çaplarında belirgin bir artışa ve yüzey yapısında daha pürüzsüz bir görünüm elde edilmesine olanak sağlamıştır. LPEI ve P2Ox içeren çözeltilerle oluşturulan lifler ise, daha ince ve yoğun bir lif ağı yapısı oluşturmuş olup daha detaylı bilgiler SEM mikrograflarıyla görüntülenmiştir.

Çizelge 5.14'te sunulan kompozit kalınlık ölçümleri, polimerlerin farklı moleküler yapılarının ve çözeltideki konsantrasyonlarının kompozit kalınlığı üzerindeki etkisini ortaya koymaktadır. BPEI (Mn=1800) kullanılarak elde edilen kompozitler, daha yüksek viskoziteye sahip olması nedeniyle kalın bir yapı sergilerken, P2Ox ve P2Ox-ko-PEI polimerleri ile oluşturulan kompozitler daha ince katmanlar halinde lif yerleşimi

göstermiştir. Ayrıca, LPEI kullanımı, kompozit yapının ince ve sıkı bir yapıya sahip olmasını sağlamış, böylece kumaş yüzeyine daha iyi yapışma ve lif morfolojisinde daha düzenli bir yapı elde edilmiştir.

Çizelge 5.14 Pamuk kumaş yüzeyine elektroğrılmış jelatin veya WBPU ile PEI polimerlerinin çift-yüz morfolojideki kalınlıkları

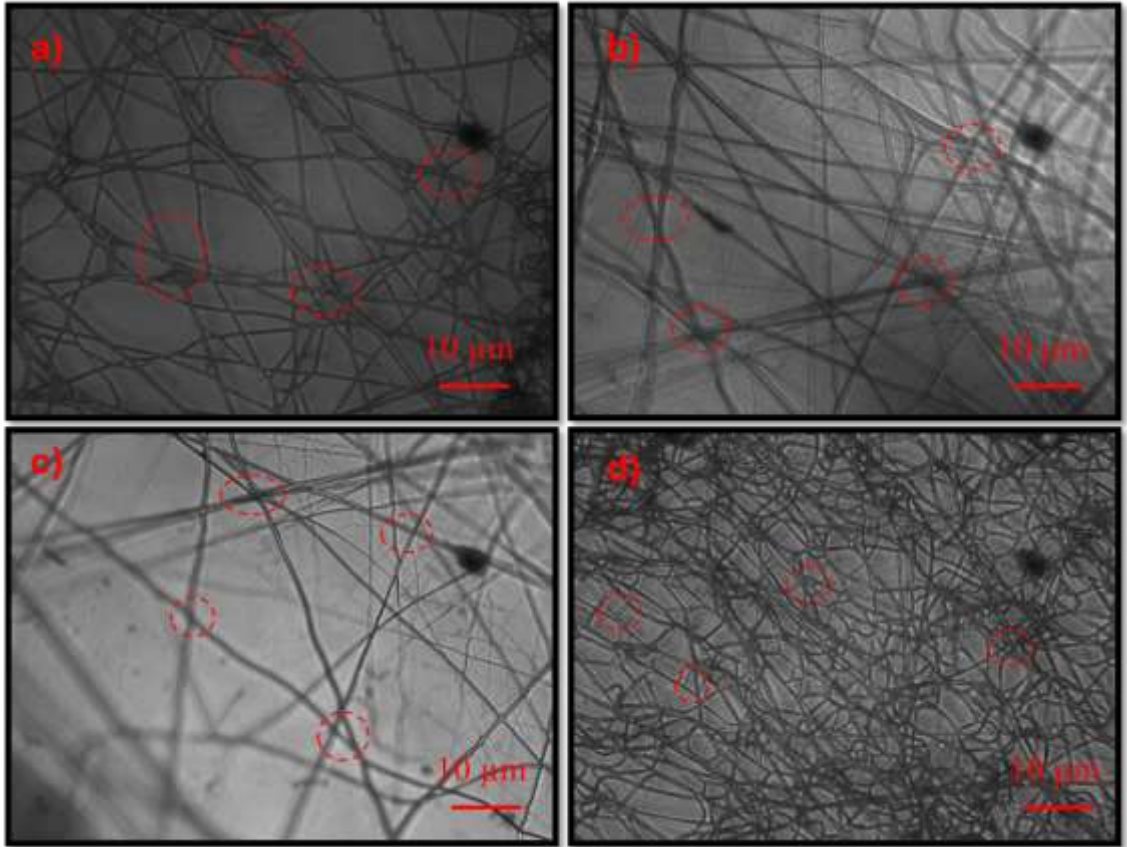
Örnek	Lif kalınlığı (mm)
Saf pamuk kumaş	0,275
GJ2	0,362
GJ4	0,373
GJ5	0,414
GJ6	0,468
WJ2	0,407
WJ4	0,568
WJ5	0,441
WJ6	0,481

Bu sonuçlar, farklı moleküler yapı ve reolojik özelliklere sahip polimerlerin, nanolifli yapıların kompozit kalınlıkları ve lif morfolojileri üzerindeki belirleyici etkisini vurgulamakta olup, liflerin kumaş yüzeyinde nasıl organize olduğuna dair önemli bilgiler sunmaktadır. Özellikle çift yüzeyli morfoloji elde etmek amacıyla kullanılan bu yöntem, tekstil, biyomedikal ve kompozit malzeme uygulamalarında işlevsel ve çok yönlü özelliklerin geliştirilmesi için potansiyel sunmaktadır.

Şekil 5.43'te optik mikroskop görüntüleri, HPMC/pamuklu kumaşlar üzerinde elektro-ğrılmış çift-yüz tipi nanofibröz ağların yüzey morfolojilerini göstermektedir. Optik mikroskop görüntüleri, HPMC/pamuklu kumaşlar üzerindeki elektro-ğrılmış Çift-yüz tipi nanofibröz ağların karmaşık yüzey morfolojilerini ortaya koymaktadır. Bu çift-yüze tipi elektroğrılmış lif ağlarında gözlemlenen belirgin bir özellik, eklem noktalarının veya bağlantıların oluşumuna yol açan birbirine bağlı liflerin varlığıdır. Görüntülerde (a-d) belirgin olan bu olgu, iki ayrı polimerik bileşenin nanofiberin uzunlamasına eksenini boyunca ayrıldığı Çift-yüz konfigürasyonunun doğrudan bir sonucudur. Şekillerde kırmızı dairelerle vurgulanan bu "eklem noktaları", liflerin Çift-yüz doğasının

göstergesidir. Her bir lifin içinde iki ayrı polimer fazının bulunması, muhtemelen lif uzunluğu boyunca yüzey enerjisinde ve yük dağılımında değişikliklere yol açar. Bu değişiklikler, elektroğirme ve biriktirme işlemi sırasında lifler arasında yerel etkileşimleri teşvik edebilir ve gözlemlenen birbirine bağlı ağ ile sonuçlanabilir.

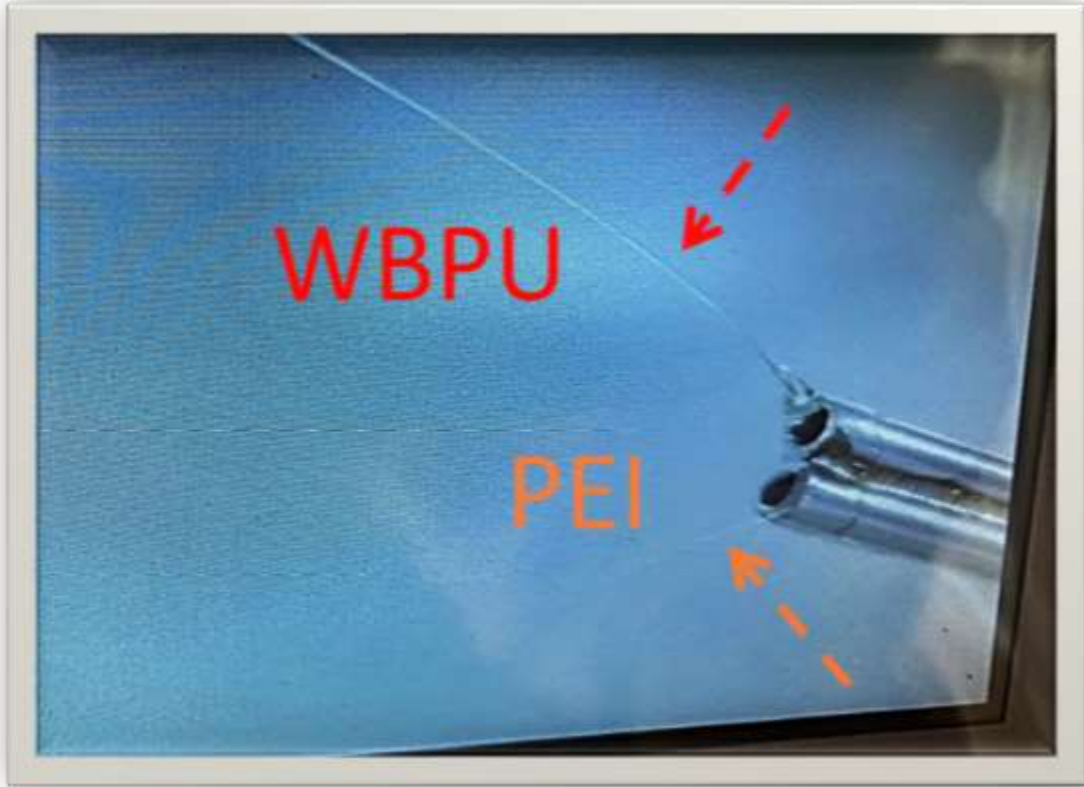
Elektroğirme işlemi sırasında, bu iki bileşenli lifler komşu liflerle etkileşime girebilir ve dolanabilir ve bu da gözlemlenen birbirine bağlı ağ yapısının oluşmasıyla sonuçlanır. Bu bağlantılar ve eklem noktaları, mekanik mukavemet, gözeneklilik ve yüzey alanı dahil olmak üzere nanofibröz ağın genel özelliklerini etkilemede önemli bir rol oynayabilir.



Şekil 5.43 HPMC/pamuk kumaşları yüzeyinde elektroğirilmiş çift-yüz a) Jelatin/BPEI (Mn=1800), b) Jelatin/P2Ox, c) Jelatin/P2Ox-ko-PEI (orta hidrolizli) ve d) Jelatin/LPEI nano-lifli ağ dokuların optik mikroskop görüntüleri

Elektro-ğirilmiş liflerde Çift-yüz yapılarının oluşumu, her iki tarafta belirgin hidrofilik ve hidrofobik özellikler yaratan farklı yüzey enerjileri tarafından yönlendirilir.

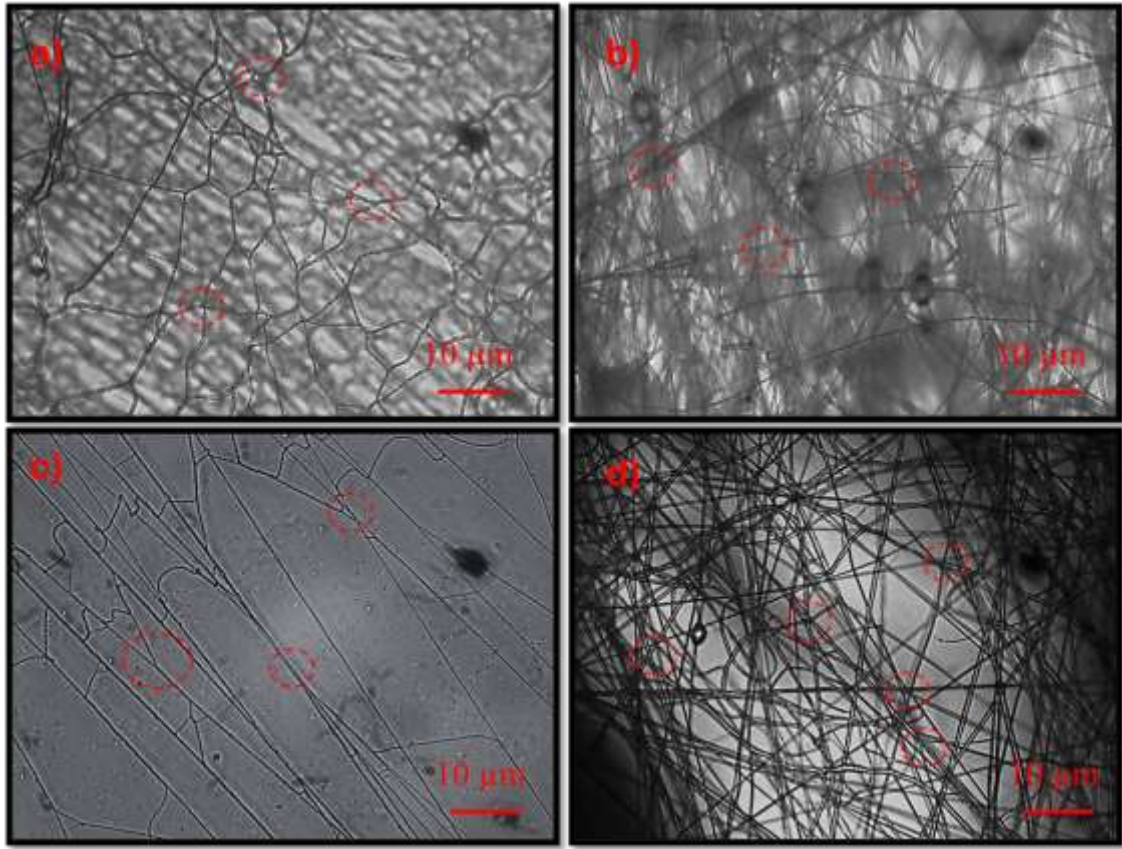
Şekil 4.5.9'da, optik mikroskop görüntüleri, farklı polimerlerle karıştırılmış su bazlı poliüretandan (WBPU) yapılan Çift-yüz tipi nanofibröz ağların yüzey yapılarını tasvir etmektedir. Çift-yüz konfigürasyonunun varlığı, görüntülerde (a-d) gösterilen birbirine bağlı lifli yapılarda görülebilir. Vurgulanan bağlantılar, iki belirgin polimer bileşenin lif eksenini boyunca ayrıldığı Çift-yüz liflerinin temel karakterinin bir göstergesi olabilir.



Şekil 5.44 Çift-yüz elektroğirime işlemi sırasında WBPU ve PEI'nın yüksek voltaj altındaki iğne ucundaki görüntüleri

Elektroğirme, faz ayrımı veya WBPU ile diğer polimerler (BPEI, P2Ox, P2Ox-co-PEI, LPEI) arasındaki yüzey enerjisindeki değişiklikler nedeniyle komşu lifler arasında yerleştirilmiş bağlantılar ve etkileşimlerle sonuçlanabilir. Bu, bağlantılı ağ yapısına katkıda bulunan birleşme noktalarının veya bağlantıların oluşturulmasına yol açar.

Bağlantılılık düzeyi ve bağlantı noktalarının sayısı, fotoğraflarda görüldüğü gibi, polimer karışımının özel bileşimine göre farklılık gösterebilir. Çift-yüz tipi nanofibröz yapıların özelliklerini belirli kullanımlar için özelleştirmek amacıyla, polimer karışımlarının özellikleri ile ağın ortaya çıkan yapısı arasındaki bağlantıyı kavramak esastır. Görüntülerde (a-d) gözlemlenen değişken morfolojiler, WBPU ile harmanlanmış farklı polimerlere atfedilebilir ve bu da polimer bileşiminin Çift-yüz tipi nanofiberlerin nihai yapısı ve özellikleri üzerindeki etkisini vurgular.

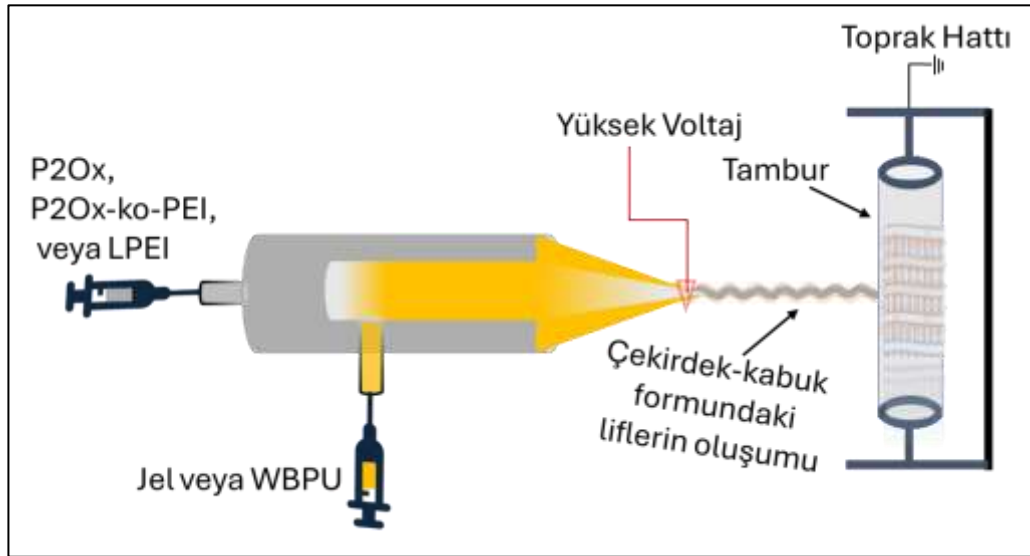


Şekil 5.45 HPMC/pamuk kumaşları yüzeyinde elektroğirilmiş çift-yüz a) WBPU/BPEI ( $M_n=1800$ ), b) WBPU /P2O<sub>x</sub>, c) WBPU /P2O<sub>x</sub>-ko-PEI (orta hidrolizli) ve d) WBPU /LPEI nano-lifli ağ dokuların optik mikroskop görüntüleri

**Çekirdek-kabuk (core-shell) elektroğirme çalışmaları:** Pamuk kumaş yüzeyinin modifikasyonunda, farklı malzeme seçimine olanak sağlaması ile nanolifleri çekirdek-kabuk morfolojilerde tasarlanabilmesine olanak sağlayan çözeltiler hazırlanmıştır. Çekirdek-kabuk morfoloji için hazırlanan aynı çözücü içinde çözünürlükleri birbirinden

farklı olan iki polimer çözeltisinin, birbiri içine geçen iki farklı besleme enjektöründen düzeye basılması sonrası, çekirdek ve kabuk kısımları farklı polimerlerden oluşan bir morfolojide nanolifli bir ağ oluşmaktadır. Jelatin ve WBPU polimerleri, PEI polimerleriyle çekirdek-kabuk morfolojileri için lif vermek üzere elektroğirmeye kullanılan malzemeler ve miktarları çizelgede gösterilmektedir (Çizelge 5.15).

Elektroğirmeye kullanılan çekirdek-kabuk (core-shell) nano-lifli ağ eldesi için genel deney düzeneği Şekil 5.46’da gösterilmektedir. Şekil 5.46’da iç içe geçmiş çekirdek-kabuk karışımın iğne ucundan çıkan ve kumaş yüzeyinde oluşan liflerin fotoğrafik görüntüsü görülürken, Şekil 5.47’de ise polimer çözeltisinin iğne ucundan çıkarken oluşturduğu taylor konisinin fotoğrafik görüntüsü görülmektedir. Çizelge 5.15’te ise, ayrı ayrı çekirdek ve kabukta hangi polimerik çözeltilerin bulunduğu ve bu polimerik çözeltilerin miktarları verilmektedir.



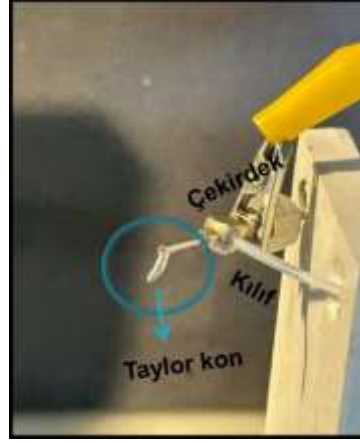
Şekil 5.46 Elektroğirmeye kullanılan çekirdek-kabuk (core-shell) karışımın şematik olarak gösterimi

Çizelge 5.15 Jelatin ve WBPU polimer çözeltilerinin elektroğirme için kullanılan çözeltilerinin miktarları (Çekirdek-kabuk)

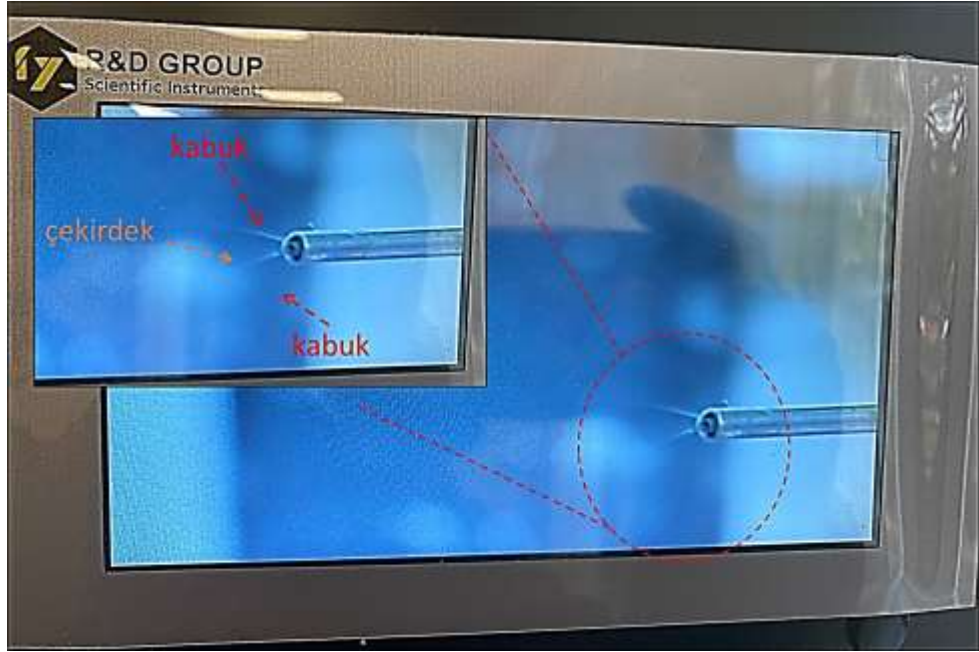
	1. Çözelti (Kabuk)	pH	2. Çözelti (Çekirdek)	2.Çözelti Ph	1. Çözelti Miktarı	2. Çözelti Miktarı	Elektroğirme Yorum
GCS2	Jelatin	1,14	BPEI(1800) (HFIP/etOH )	7,78	Jelatin: %20 7:2:1 çözücü sistemi	BPEI: %20 (1800 Mw) HFIP/etOH (50/50)	Lifler kesiksiz kaplandı.
GCS4	Jelatin		PEtOx (HFIP/etOH )	4,64	Jelatin: %20 7:2:1 çözücü sistemi	PEtOx: %10 HFIP/etOH (50/50)	Lifler kesiksiz kaplandı.
GCS5	Jelatin		PEtOx-ko-PEI (HFIP/etOH )	5,85	Jelatin: %20 7:2:1 çözücü sistemi	PEtOx-ko-pei: %10 HFIP/etOH (50/50)	Lifler kesiksiz kaplandı.
GCS6	Jelatin		LPEI (7:2:1 HFIP)	6,22	Jelatin: %20 7:2:1 çözücü sistemi	LPEI : %7,5 7:2:1 HFIP (50/50)	Lifler kesiksiz kaplandı.
WCS2	WBPU	8,38	BPEI (HFIP/etOH )	7,78	WBPU: %25 (Kloroform)	BPEI: %20 (1800 Mw) HFIP/etOH (50/50)	Lifler kesiksiz kaplandı.
WCS4	WBPU		PEtOx ( HFIP/etOH)	4,64	WBPU: %25 (Kloroform)	PEtOx: %10 HFIP/etOH (50/50)	Lifler kesiksiz kaplandı.
WCS5	WBPU		PEtOx-ko-PEI (HFIP/etOH )	5,85	WBPU: %25 (Kloroform)	PEtOx-ko-PEI: %10 HFIP/etOH (50/50)	Lifler kesiksiz kaplandı.
WCS6	WBPU		LPEI (7:2:1 /HFIP (50/50)	6,22	WBPU: %25 (Kloroform)	LPEI : %7,5 7:2:1/HFIP (50/50)	Lifler kesiksiz kaplandı.



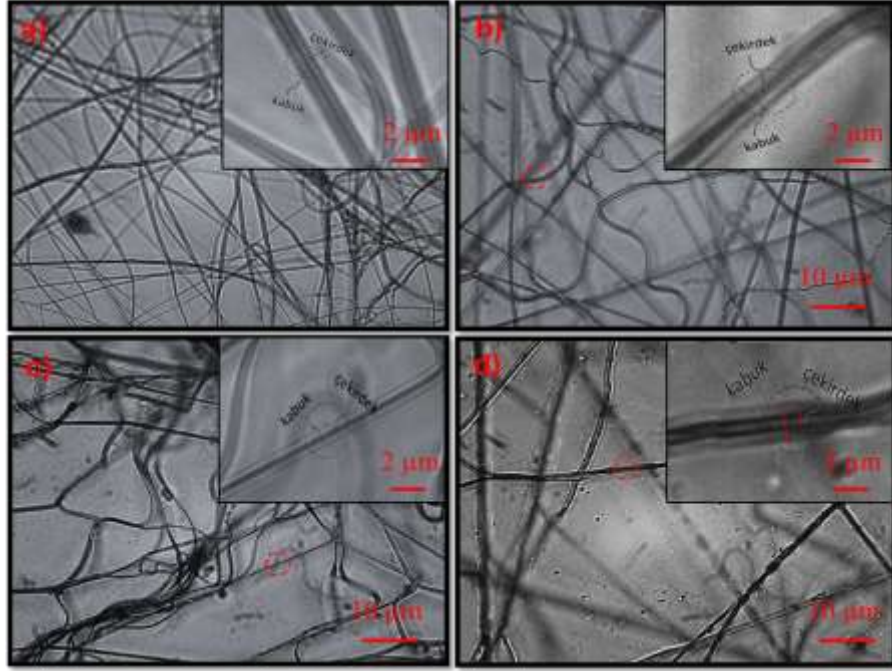
Şekil 5.47 Elektroğirmeye kullanılan çekirdek-kabuk (core-shell) karışımın genel düzeneğinin fotoğrafik görüntüsü



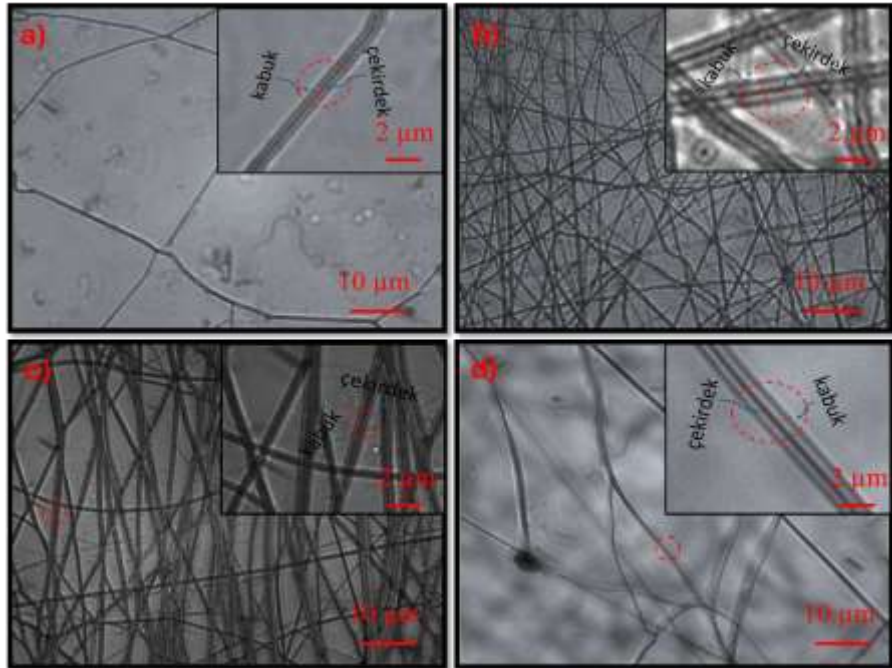
Şekil 5.48 Elektroeğirmede kullanılan çekirdek-kabuk (core-shell) deney düzeneği



Şekil 5.49 Çekirdek-kabuk elektro-eğrime işlemi sırasında WBPU ve PEI'nın yüksek voltaj altındaki iğne ucundaki görüntüleri



Şekil 5.50 HPMC/pamuk kumaşları yüzeyinde jelatin biyopolimeri çekirdek çözeltisinde olacak şekilde elektroğirilmiş a) Jelatin/BPEI ( $M_n=1800$ ), b) Jelatin/P2Ox, c) Jelatin/P2Ox-ko-PEI (orta hidrolizli) ve d) Jelatin/LPEI nano-lifli ağ dokularının optik mikroskop görüntüleri

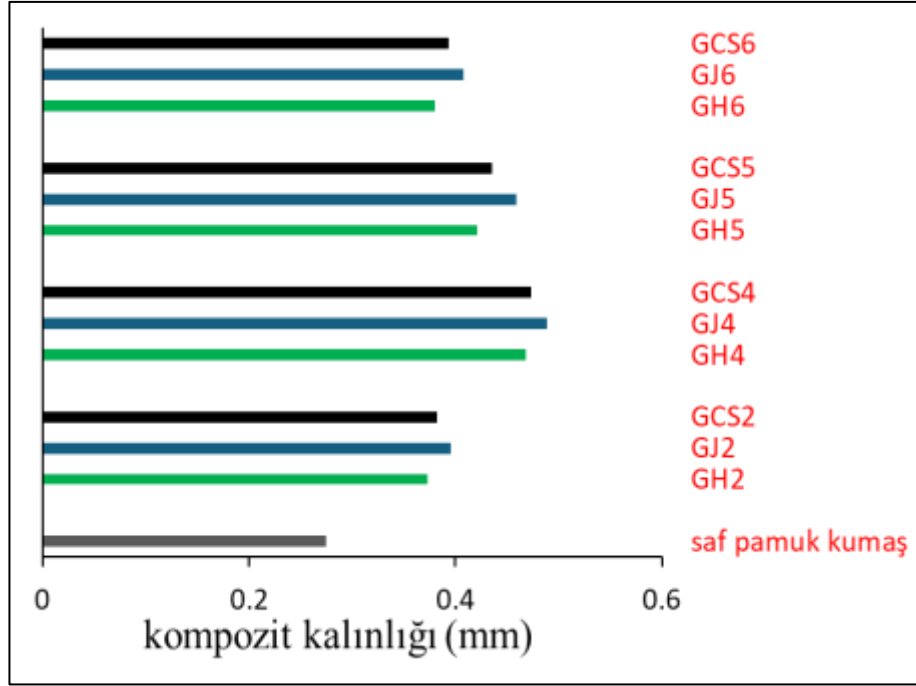


Şekil 5.51 HPMC/pamuk kumaşları yüzeyinde WBPU polimeri çekirdek çözeltisinde olacak şekilde elektro-ğirilmiş a) WBPU/BPEI ( $M_n=1800$ ), b) WBPU/P2Ox, c) WBPU/P2Ox-ko-PEI (orta hidrolizli) ve d) WBPU/LPEI nano-lifli ağ dokularının optik mikroskop görüntüleri

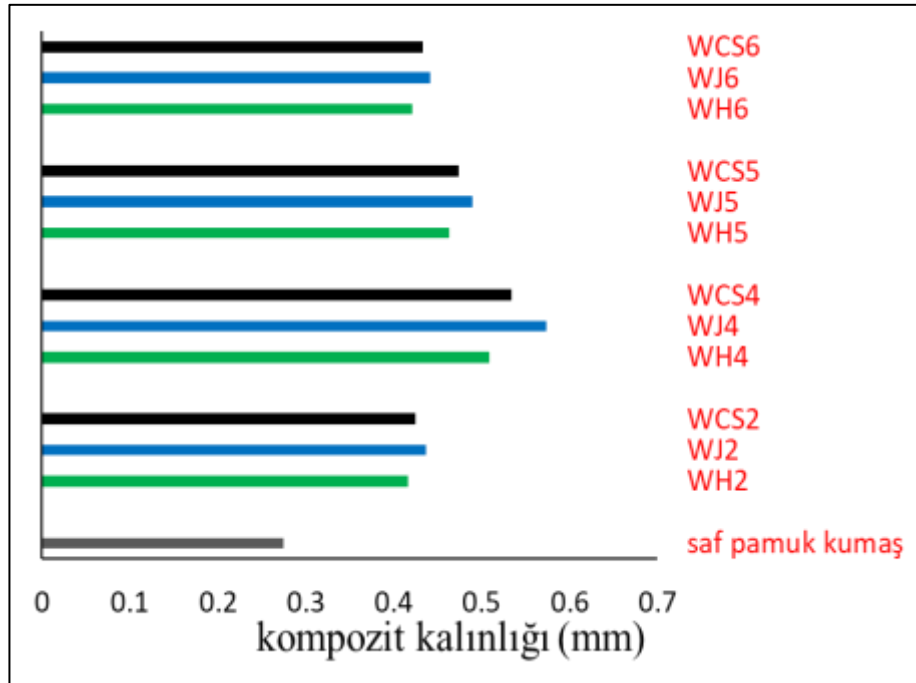
Çizelge 5.16 Pamuk kumaş yüzeyine elektroğrılmış jelatin veya WBPU ile PEI polimerlerinin çekirdek-kabuk morfolojideki kalınlıkları

Örnek	Lif kalınlığı (mm)
Saf pamuk kumaş	0,275
GCS2	0,382
GCS4	0,473
GCS5	0,436
GCS6	0,394
WCS2	0,424
WCS4	0,534
WCS5	0,474
WCS6	0,433

Şekil 5.52’de jelatin ile BPEI, P2O<sub>x</sub>, P2O<sub>x</sub>-ko-PEI veya LPEI hazırlanan üç farklı morfolojideki (hibrit, çift-yüz ve çekirdek-kabuk) elektroğrılmış liflerin pamuk kumaş yüzeyinde oluşması sonucu kompozitlerin kalınlıkları ölçülerek morfoloji türünün kalınlığa olan etkisi izlendi. Çift-yüz morfolojisiyle elde edilen (GJ serisi) kumaş yüzeyindeki fibröz yapılı kompozitlerin diğer morfolojik türlerle elde edilenlere kıyasla en büyük kalınlığa sahip olduğu görüldü. Çift-yüz elektroğirme sırasında her iki nozul ucundan da oluşan fiber oluşumundan kaynaklı olabilmekte olup yanyana oluşan fiberler nano (ya da mikro) düzeyde ekstra bir katman sağlayarak kompozit kalınlığına sebep olabildiği düşünülmektedir. Hibrit morfolojiyle elde edilen kompozitlerde ise (GH serisi) çift-yüzle olan yapılarına kıyasla daha kompakt olduğundan dolayı kalınlıkları daha düşük değerlerde göstermektedir. Çekirdek-kabuk morfolojisiyle elde edilen yapılarda ise (GCS serisi) kalınlıkları önceki iki morfoloji arasında yer almaktadır. Çekirdek-kabuk yapısıyla elde edilen kompozitler de muhtemelen çift-yüz morfolojili liflerinkinden nispeten daha az yoğun bir lif düzenlemesi oluştururlar. Benzer şekilde, WBPU ile BPEI (P2O<sub>x</sub>, P2O<sub>x</sub>-ko-PEI veya LPEI) hazırlanan üç farklı morfolojideki (hibrit, çift-yüz ve çekirdek-kabuk) elektroğrılmış liflerin pamuk kumaş yüzeyinde oluşması sonucu kompozitlerin kalınlıkları ölçülerek morfoloji türünün kalınlığa olan etkisi izlendi (Şekil 5.53). Jelatin serisindeki kompozit kalınlığı üzerindeki morfoloji tipinin etkisi benzer şekilde WBPU serisinde de gözlemlendi.



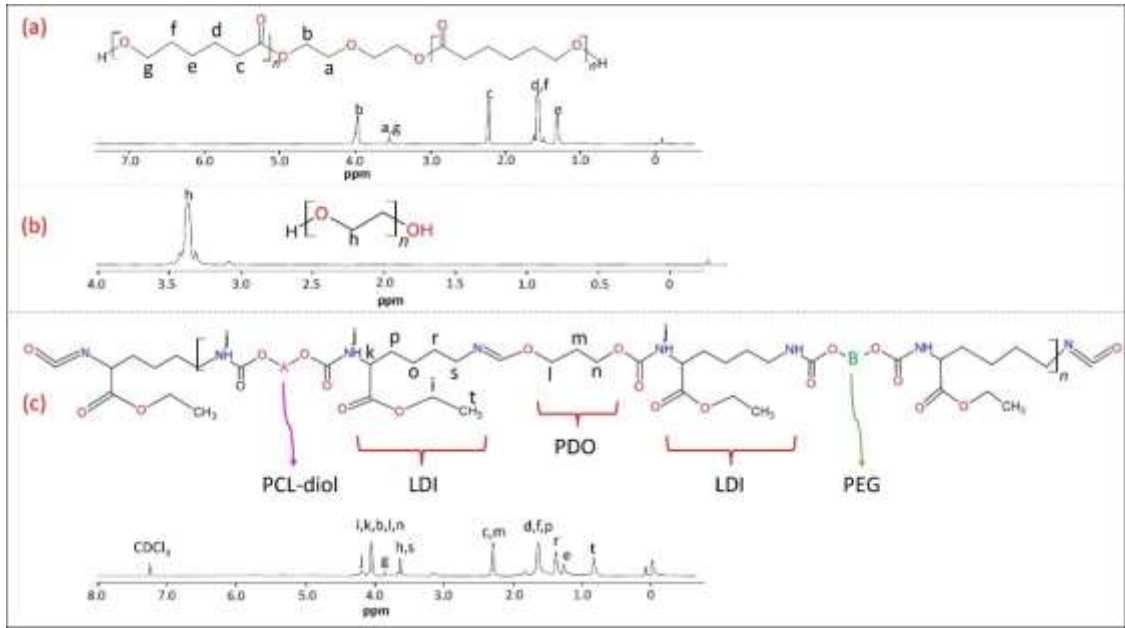
Şekil 5.52 Jelatin ile BPEI (P2Ox, P2Ox-ko-PEI veya LPEI) hazırlanan üç farklı morfolojideki (hibrit, çift-yüz ve çekirdek-kabuk) pamuk kumaş yüzeyindeki kompozitlerin kalınlıkları



Şekil 5.53 WBPU ile BPEI (P2Ox, P2Ox-ko-PEI veya LPEI) hazırlanan üç farklı morfolojideki (hibrit, çift-yüz ve çekirdek-kabuk) pamuk kumaş yüzeyindeki kompozitlerin kalınlıkları

## 5.7 <sup>1</sup>H NMR

WBPU ve bileşenlerinin <sup>1</sup>H NMR spektrumları Şekil 5.54'de gösterilmiştir. Bileşenlerin, yani PCL ve PEG polimer zincirlerinin karakteristik proton tepeleri de işaretlenmiştir ve Şekil 4.6.1-a ve Şekil 4.6.1-a b'de verilmiştir. WBPU'nun spektrumuna bakıldığında (Şekil 1c), WBPU için 4,2 ppm'de "j" etiketli protonun ortaya çıkması, üründeki LDI'nin üretan (–NCO) gruplarından –NH bağının oluşumunu ortaya koymaktadır (Li vd. 2014). Başarılı bir şekilde sentezlenen WBPU polimeri için en belirleyici proton tepelerinden biri, 0,9 ppm'de ortaya çıkan WBPU'nun LDI birimlerinin metil protonlarına (Şekil 1c'de etiketli t) atfedilmektedir. LDI, PDO, PCL ve PEG gibi birimlerin kalan piklerinin de literatürle uyumlu olduğu belirlenmiş olmuştur (Han vd. 2009, Fernández vd. 2014).



Şekil 5.54 <sup>1</sup>H NMR spektra a) PCL-diol b) PEG c) WBPU.

Şekil 5.55'te, saf P2OxX ve LPEI polimerlerine kıyasla farklı hidroliz derecelerine sahip kopolimer yapıların DMSO- $\delta_6$ 'da kaydedilen <sup>1</sup>H-NMR spektrumlarını gösterir. Hidrolizden sonra elde edilen yapılar spektrumların sol üst köşelerinde gösterilmiştir. Genel olarak spektrumlara baktığımızda,  $\delta = 3,3$  ppm ve  $\delta = 2,5$  ppm civarında gözlenen yüksek yoğunluklu pikler sırasıyla DMSO çözücüsünde emilen sudan ve DMSO'nun protonlarından kaynaklanmaktadır. İşlem görmemiş PEtOx spektrumunda, yan gruptaki

-CH<sub>2</sub> ve -CH<sub>3</sub> protonlarına ait tepeler sırasıyla  $\delta = 2,3$  ppm (2H, ICH<sub>2</sub>: 21,97) ve  $\delta = (0,95$  ppm, 3H, ICH<sub>3</sub>: 31,61) iken, ana zincirdeki -CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>- yapısındaki protonlar  $\sim 3,5$  ppm'de (4H, ICH<sub>2</sub>: 44,73) tespit edilebilmiştir 14. Buna göre, Mw: 50000 ve PDI: 3,5 olan PEtOx'un Mn değerinin yaklaşık 14285 g/mol olduğu düşünüldüğünde, Denklem 1'e göre polimer zincirinde az miktarda bulunan hidrolize etilen iminin birim yüzdesi:

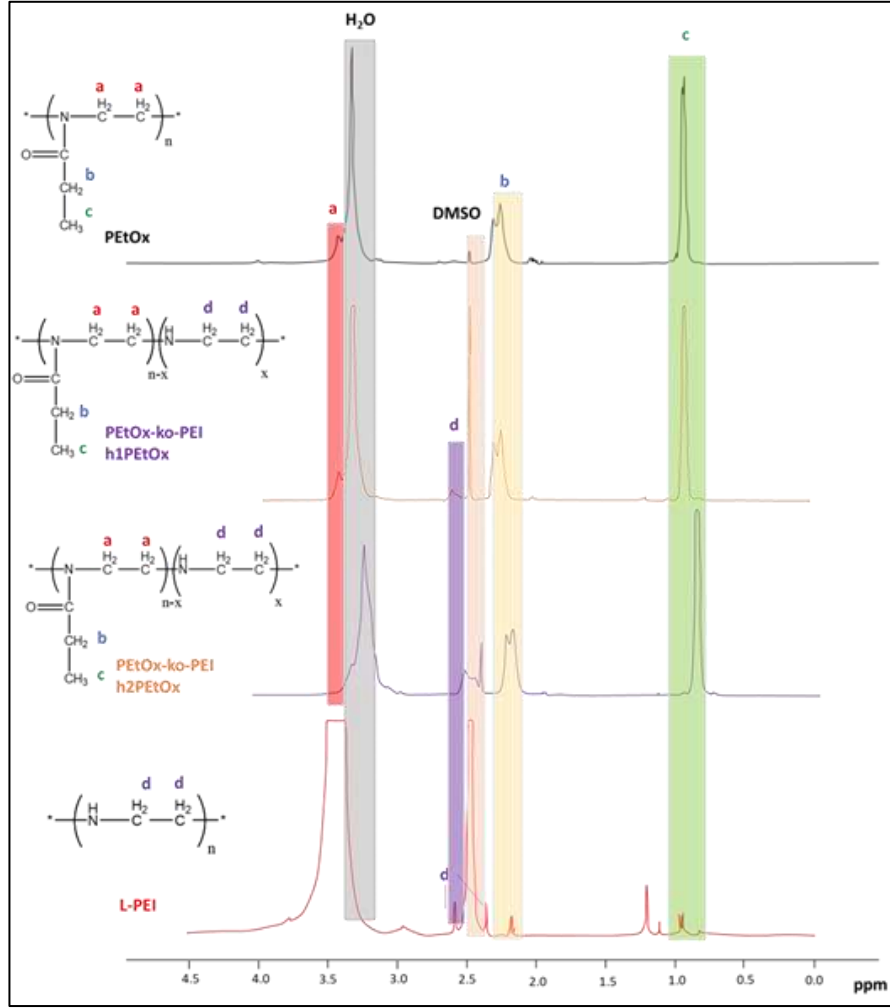
$$\% \text{ Hidroliz} = (I_{\text{NH}}/I_{\text{CH}_3/3} + I_{\text{NH}}) * 100 \quad (\text{Denklem 1})$$

Hesaplamalara göre, toplam tekrarlanan birim sayısı (polimerizasyon derecesi) 145 olan PEtOx polimerinin %1,4'ünün saf PEtOx numunesinde zaten hidrolize olduğu söylenebilir. Bu durumda, 145 tekrarlanan birimden 143'ü PEtOx tekrarlanan birimlerden ve yaklaşık ikisi etilen imin birimlerinden oluşmaktadır. Hafif ve orta düzeyde hidroliz işlemlerine tabi tutulmuş PEtOx-ko-PEI kopolimerlerinin spektrumlarında su moleküllerine karşılık gelen proton tepelerinin NH-proton tepesiyle etkileşimi nedeniyle, hidroliz derecesinin hesaplanmasında PEtOx yan zincirlerindeki metil protonlarının tepe yoğunluğu ve saf LPEI'de hidrolizden sonra d olarak gösterilen -CH<sub>2</sub>-CH<sub>2</sub>- yapılarına karşılık gelen proton tepeleri dikkate alınmaktadır. Bu durumda, hidroliz işlemlerinden sonra kopolimerlerin hidroliz dereceleri (% hidroliz) Denklem 2 kullanılarak hesaplanmıştır:

$$\% \text{ Hidroliz} = (I_{\text{C}_2\text{H}_4/4}/I_{\text{CH}_3/3} + I_{\text{C}_2\text{H}_4/4}) * 100 \quad (\text{Eşitlik 2.})$$

Daha sonra, toplam tekrarlanan birimler içindeki doğrusal etilen imin birimlerinin bağlı bolluk değerleri, hidrolizden sonra -CH<sub>2</sub>-CH<sub>2</sub>- proton tepelerinin yoğunluğunun toplam gösterge tepelerinin toplamına bölünmesiyle belirlendi. Buna göre, 2 saat hidrolize edilen h1PEtOx kopolimerinde bulunan LPEI yüzdesi %20 olarak hesaplandı ve 4 saat hidrolize edilen h2P2OX kopolimerinde bulunan LPEI yüzdesi %23 olarak hesaplandı. Buna göre, h1P2OX örneğinde, 145 tekrarlanan birimden 29'u etilen imine dönüşürken, h2P2Ox örneğinin 33 tekrarlanan birimi etilen imine dönüştürülebildi. Bu düşük ve orta hidroliz koşullarından sonra, P2Ox polimerinden propiyonik asit birimlerinin uzaklaştırılması ve etilen imin birimlerinin oluşumu sonrasında kopolimerlerin Mn değerlerinin 2 saat sonra 12731 g/mol ve 4 saat sonra 12500 g/mol olduğu sonucuna varılabilir. Bulgular göz önüne

alındığında, P2Ox polimerinin hidroliz işleminin 70 °C gibi ılımlı koşullar altında gerçekleştirildikten sonra zamanla önemli ölçüde değişmediği ortaya çıkmıştır. Bu nedenle, elektroğirme deneyleri P2Ox-ko-PEI polimerinin 4 saat boyunca hidrolize edilmesiyle devam ettirilmiştir.

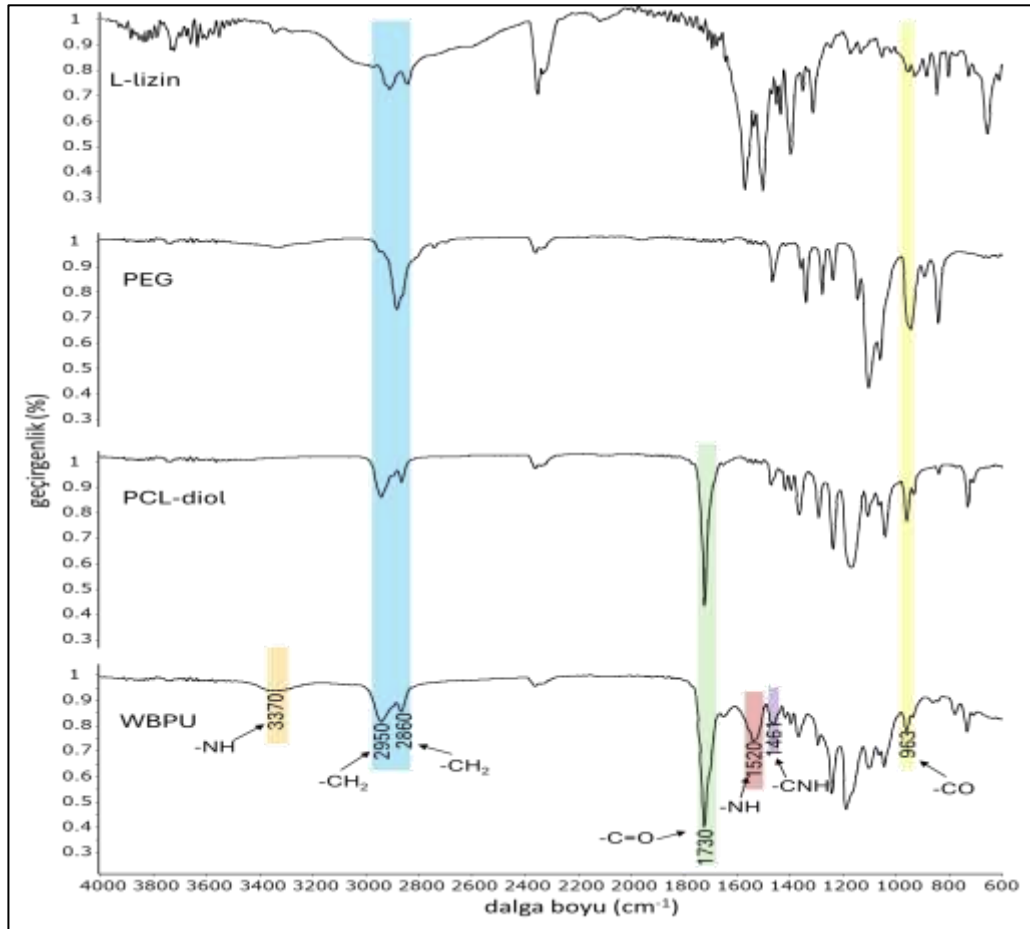


Şekil 5.55 P2Ox, kısmi hidrolize edilmiş h1P2Ox ve h2P2Ox ve LPEI'nin H-NMR spektrumu

## 5.8 FTIR

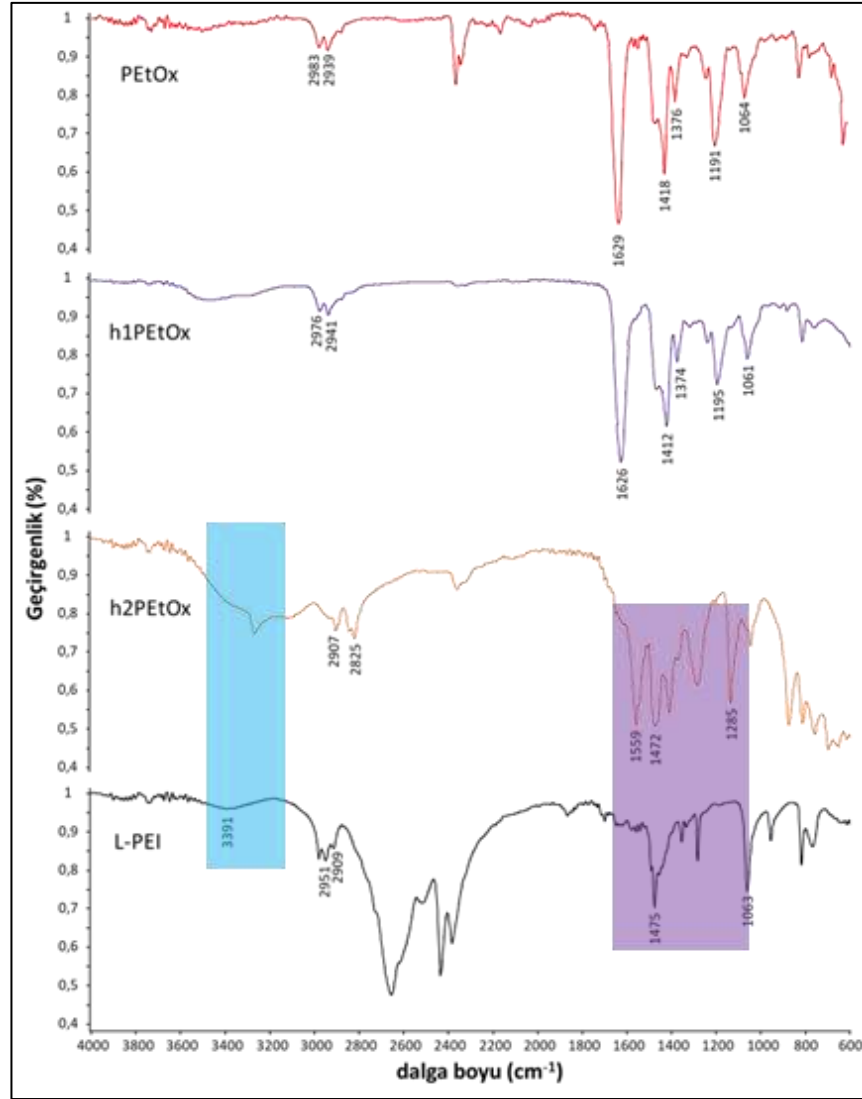
Biyouyumlu WBPU polimerinin yapısının aydınlatılması amacıyla ATR-FTIR spektrumları bileşenlerine kıyasla kaydedilmiş ve sonuçları Şekil 5.56'da sunulmuştur. Buna göre WBPU polimerine ait spektrum genel olarak incelendiğinde, yumuşak segment bileşenleri olan PEG ve PCL diollerine ait karakteristik bantların birlikte WBPU

yapısında tespit edilebildiği görülmektedir. Bunların yanı sıra sert segment bileşeni olan LDI'daki karakteristik N=C=O bağının 2240 cm<sup>-1</sup>'daki gerilme titreşimine ait bandın WBPU yapısında gözlenmemesi, tepkimenin başarılı bir şekilde tamamlandığına işaret etmektedir (Han vd. 2009, Hao vd. 2016). WBPU spektrumunda 3370 cm<sup>-1</sup>'deki bant, hidrojen bağı yapmamış serbest N-H gerilme titreşimine, 2950cm<sup>-1</sup> ve 2860 cm<sup>-1</sup> de gözlenen bantlar PEG ve PCL bileşenlerinden bulunan alifatik C-H gerilme titreşimlerine karşılık gelmektedir. WBPU yapısındaki üre tan ve üre gruplarındaki C=O bağı ile yapıya katılan PCL birimlerindeki ester C=O bağına ait gerilme titreşimleri örtüşmekte olup, 1730 cm<sup>-1</sup>'de ortaya çıkmıştır (Hao vd. 2016). Spektrumda ayrıca 1461 cm<sup>-1</sup> de PEG birimlerinde bulunan C-H eğilme titreşimleri, 1520 cm<sup>-1</sup> de simetrik C-N+ asimetrik N-H bükülmesine ait gerilme titreşimleri ve 963 cm<sup>-1</sup> de simetrik C-O-C gerilmesine ait bantların varlığı poliüretan oluşumunu desteklemektedir (Cateto vd. 2008, Acik vd. 2021).



Şekil 5.56 WBPU polimeri ve bileşenlerinin ATR-FTIR spektrumları

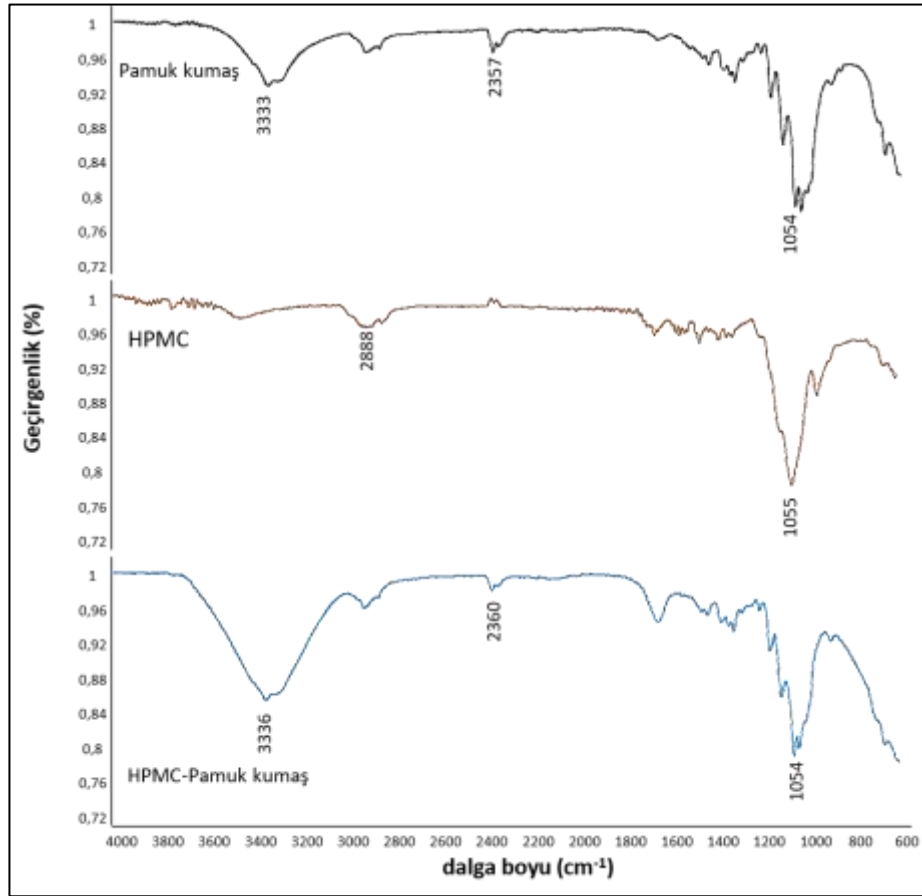
P2Ox polimerine uygulanan kısmi hidroliz işleminden sonra elde edilen kopolimer yapıların, saf P2Ox polimerine göre yapılarındaki değişimler sırasıyla ATR-FTIR ile ortaya konulmuş olup, Şekil 5.57'de gösterilmiştir. P2Ox polimerinin FTIR spektrumu 2983 cm<sup>-1</sup> ve 2939 cm<sup>-1</sup>'de C-H gerilmelerine sahiptir. C=O tersiyer amid gerilme bandı 1629 cm<sup>-1</sup>'de görülürken, CH gerilmesi 1418 cm<sup>-1</sup> ve 1376 cm<sup>-1</sup>'de görülmektedir. C-C gerilme titreşimlerinin bantları 1191 cm<sup>-1</sup> ve 1064 cm<sup>-1</sup>'de ortaya çıkmıştır (Indumathi ve Rajarajeswari 2019). Hafif (h1PEtOx, h1P2Ox) ve orta derecede (h2PEtOx, h2P2Ox) hidrolize olmuş numunelerin bantları incelendiğinde, h1P2Ox bantlarının P2Ox'a, h2P2Ox'un da LPEI bantlarına daha çok benzediği açıkça görülmektedir.



Şekil 5.57 P2Ox, kısmi hidrolize edilmiş h1P2Ox ve h2P2Ox ve LPEI'nin ATR-FTIR spektrumu

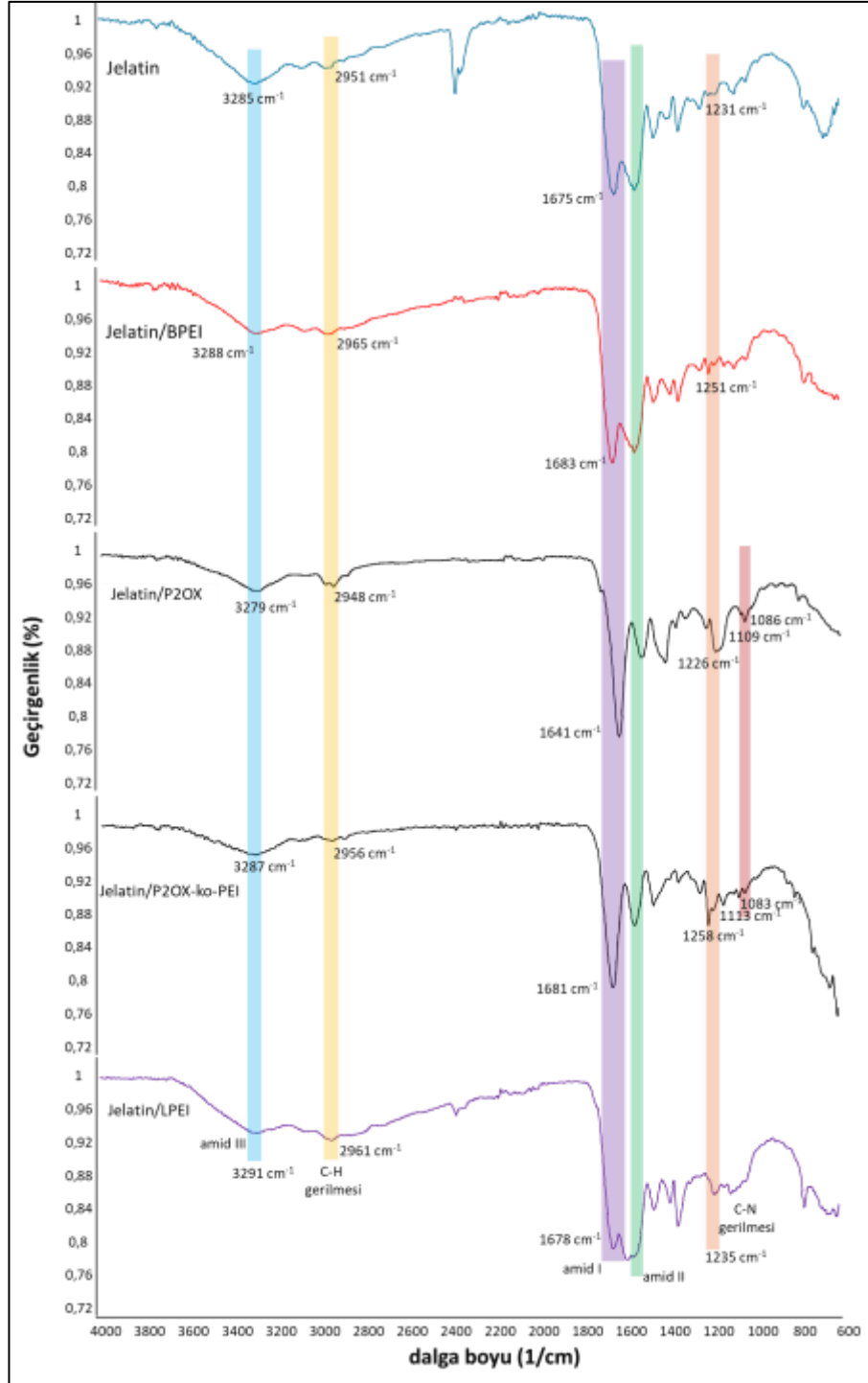
Bazı biyoyumlu polimerlerin (Jel, WBPU, PEI, P2O<sub>x</sub>, P2O<sub>x</sub>-ko-PEI) HPMC ile daha öncesinden modifiye edilmiş pamuk kumaşların üzerine elektroegirme işlemi sonrası yapısında meydana gelen değişiklikler Şekil 5.58-60'ta ATR-FTIR spektrumlarıyla doğrulanmıştır.

Bunlardan zemini oluşturan saf pamuk kumaşa ait ve HPMC ile yüzeyi ön modifiye işleminden geçmiş pamuk kumaşa ait spektrumda spektrum incelendiğinde (Şekil 5.58), ağırlıklı olarak selüloz birimlerinden oluşan pamuk kumaş özellikle, 3300 cm<sup>-1</sup> civarında O-H gerilme titreşimleri, 2900 cm<sup>-1</sup> civarında C-H gerilme titreşimleri ve selüloza özgü glikozidik C-O-C bağlantısını gösteren 1050 cm<sup>-1</sup>'e yakın kayda değer bir pik görüldü. Pamuk kumaş, selüloz türevi olan HPMC ile kaplandığında, ortaya çıkan spektrumda ise, benzer şekilde 3200-3400 cm<sup>-1</sup> alanında yapıda daha fazla bulunmasından dolayı pik büyümesi görülmektedir.



Şekil 5.58 Saf pamuk, HPMC ve HPMC/pamuk kumaş örneklerine ait ATR-FTIR spektrumu

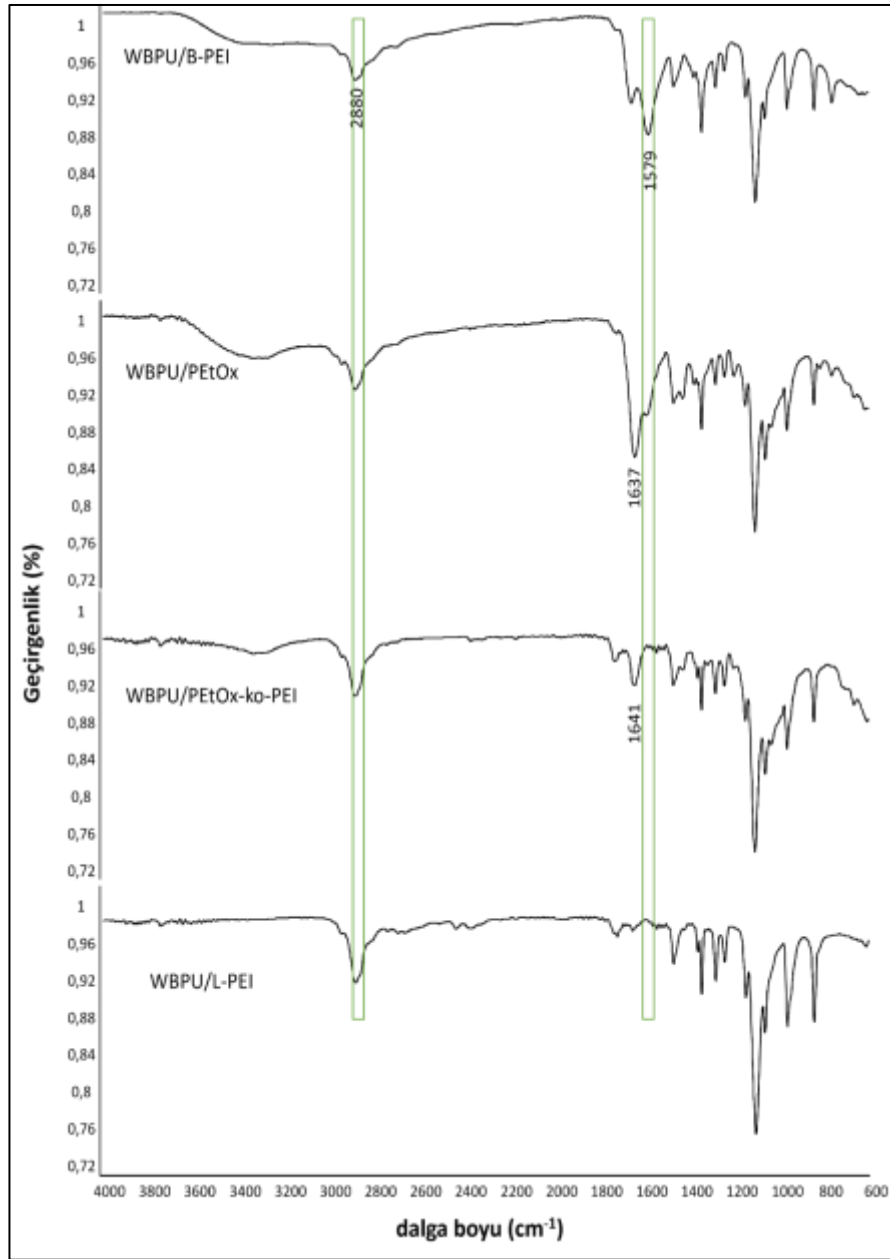
Saf pamuk kumaş üzerinde jelatin biyopolimeriyle harmanlanmış PEI veya P2Ox polimerleriyle olan tüm elektro-eğrilmiş liflerin ATR-FTIR spektrumları Şekil 5.59'da gösterilmiştir. Tüm pamuk kumaş üzerine kaplı nanofibröz dokulu liflerde jelatin biyopolimerinden gelen benzer bandlar sırasıyla C-N gerilme zirvesi ( $1237 \text{ cm}^{-1}$ ), amid II bandı ( $1532 \text{ cm}^{-1}$ ), amid I bandı ( $1630 \text{ cm}^{-1}$ ), -CH<sub>2</sub> bükülmesi ( $1437 \text{ cm}^{-1}$ ), -CH<sub>2</sub> gerilmesi ( $2940 \text{ cm}^{-1}$ ) ve amid III bandı ( $3284 \text{ cm}^{-1}$ ) dahil olmak üzere benzer bandlar gözlemlendi (Lakra vd. 2019). Jelatin biyopolimeriyle BPEI veya LPEI polimerleri harmanlandığında PEI birimlerinden gelebilecek birincil amino (-NH<sub>2</sub>) bandı  $1650 \text{ cm}^{-1}$  civarında olan jelatin biyopolimerindeki amid I bandı ile çakıştığı gözlemlendi (Tan vd. 2013). Jelatin biyopolimeriyle P2Ox polimeri harmanlandığında ise P2Ox'dan gelebilecek bandlar sırasıyla: C-H gerilme titreşimi  $1296 \text{ cm}^{-1}$  civarlarında gözükmemektedir (Colombo vd. 2015). Tersiyer amid gerilme bandı  $1629 \text{ cm}^{-1}$  civarlarında gözükmesi beklenirken jelatinden gelen amid I gerilmesiyle çakışmış olduğu gözlemlenmiştir. C-C gerilme titreşimlerine karşılık gelen bandlar ise  $1113 \text{ cm}^{-1}$  ve  $1083 \text{ cm}^{-1}$  'de gözlemlendi (Ozkose vd. 2017). Jelatin biyopolimeriyle P2Ox-ko-PEI polimeri harmanlandığında ise P2ox ve PEI birimlerindeki benzere bandların görüldüğü Şekil 5.59 gösterildi.



Şekil 5.59 Jelatin ile harmanlanmış PEOx ve PEI türevleriyle hazırlanan ağ dokulu kaplı kumaşlara ait ATR-FTIR spektrumu

Biyoyumlu WBPU polimerinin P2Ox ve PEI türevleriyle harmanlanmış karışımından elde edilen ağ dokulu liflerin spektrumları Şekil 5.60'da gösterildi. WBPU ile harmanlanan polimerlerde spektrumunda 3370 cm civarlarındaki bantlar, hidrojen bağı

yapmamış serbest N-H gerilme titreşimine atfedilmekte olup, BPEI ile olan numunede bant genişliği LPEI ile olanla karşılaştırıldığında daha dar çıkmasının sebebi, LPEI'nin yapısında kısmen daha az amin bulunmasından kaynaklıdır. Benzer durum P2Ox ve P2Ox-ko-PEI ile harmanlanan WBPU'lar içinde geçerlidir. 1500-1600  $\text{cm}^{-1}$  band aralığında C-N gerilme titreşimleri görülmektedir.

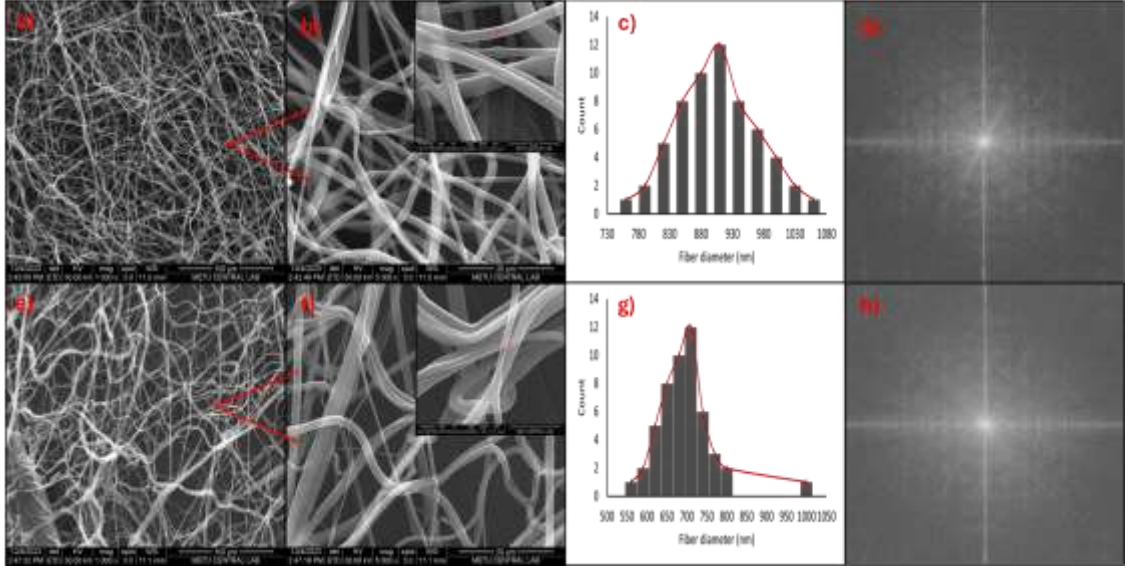


Şekil 5.60 WBPU ile harmanlanmış P2Ox ve PEI türevleriyle hazırlanan ağ dokulu kaplı kumaşlara ait ATR-FTIR spektrumu

## 5.9 Yüzey Morfolojisi

Şekil 5.61, WBPU\_PDO ve WBPU\_BDO'ya ait elektro-eğrilmiş ağlarının taramalı elektron mikroskobu (SEM) mikrograflarını, histerezisleri ve hızlı Fourier dönüşümlerine (FFT) ait görüntüleri gösterir. WBPU4 ile ilgili olarak, fotoğraflar a ve b, çaplarında önemli farklılıklar gösteren karmaşık bir lif ağı gösterir. Bu, çoğunluğu 900 nm civarında olan geniş bir lif boyutu yayılımını gösteren görüntü a'daki histogram tarafından daha da desteklenir. Lif boyutlarının geniş dağılımı, liflerin boyutunda önemli bir çeşitlilik seviyesini gösterir. Bu, PDO'dan liflerin oluşturulması sırasında değişen elektroegirme koşullarına veya polimerin içsel akışkan dinamiklerine atfedilebilir.

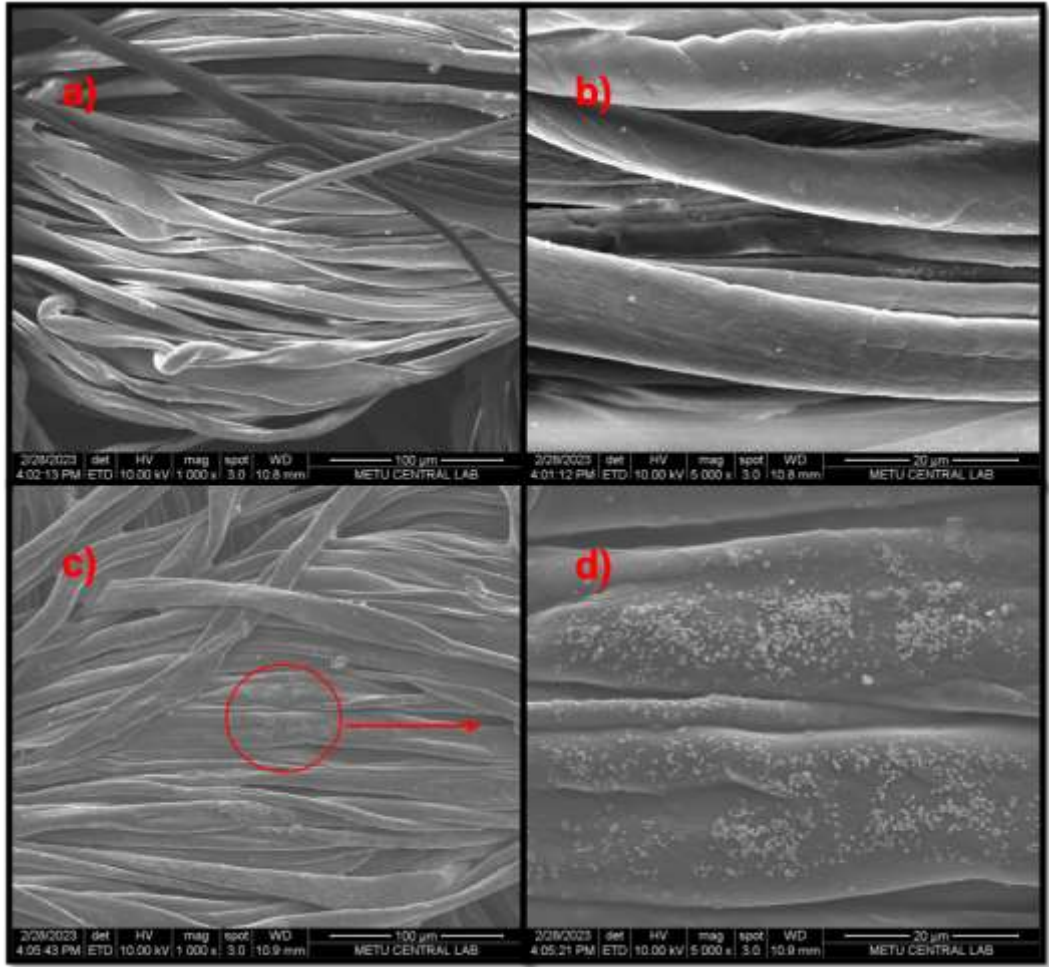
Öte yandan WBPU7, Şekil 5.61 e-h arasında e'de gösterilen histogramda gösterildiği gibi, sınırlı bir boyut aralığına sahip homojen bir lifli düzenleme gösterir. Ortalama lif çapı yaklaşık 700 nm'dir ve lifler boyutta daha fazla tekdüzelik gösterir, bu da BDO bazlı lifler için daha iyi düzenlenmiş bir elektroegirme prosedürünü gösterir. WBPU7 liflerinin daha sınırlı dağılımı, elektroegirme ayarlarının veya BDO polimerinin doğal özelliklerinin daha iyi düzenlenmesini gösterir ve bu da liflerin daha düzgün üretilmesiyle sonuçlanır. Ek olarak, hizalanmış elektroegirme ağlarının FFT çıktı resimlerini incelerken, belirli bir açıda belirgin bir tepe olmadığı gözlemlendi. Bunun yerine, parlak noktalar tüm açılarda eşit şekilde dağılmıştı, bu da liflerin çoğunun rastgele dağıldığını gösteriyordu (Alonso-Lerma vd. 2021). FFT analiziyle tespit edilebilen her iki lif grubunun anizotropik özellikleri, liflerin tercih edilen yönelimi ve hizalanması hakkında bilgi sağlayabilir. Bu, özellikle yönlü mekanik mukavemete veya belirli fiziksel özelliklere dayanan uygulamalar için önemlidir (Oprea vd. 2014).



Şekil 5.61 WBPU\_PDO (a-d) ve WBPU\_BDO'ya (e-h) ait SEM mikrografları, histerezisleri ve FFT dönüşümleri

Zemin pamuk kumaş ve HPMC ile modifiye edilmiş pamuk kumaşlar ile şimdiye kadar elektroğirme yöntemiyle elde edilen tüm hibrit morfolojideki polimer karışımlarıyla elde edilen liflere ait SEM görüntüleri Şekil 5.62-63 ve 5.65'te gösterildi.

Bunlardan ilk olarak zemin pamuk kumaşlara ait mikrograflar incelendiğinde, saf pamuk kumaşların liflerinin doğal dalgalı dokusunu korumuş olması, doğal pamuk kumaşların elektroğirme işlemi öncesinde herhangi bir kimyasal modifikasyon işleminden geçmediğini ortaya koymaktadır. Yapılan ölçümlerden saf pamuk kumaşların liflerinin 15 µm çapında olduğu tespit edildi. Pamuk kumaş yüzeylerinde gözlenen taneciklerin elektroğirme işlemi öncesi uygulanan  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  ile yıkama işlemine tabii tutulmasına rağmen hafif kirliliği bir yapıda olduğunu göstermektedir. Kütlece %2,5'lük HPMC ile yüzeyi kaplanmış saf pamuk kumaşların lif yüzeylerinde tuz parçacıkları gibi parçacıklı bir formda biriktiği gözükmemektedir. Lifler birbirine yapışkan bir görüntü vermiş olmasına rağmen yüzeyleri düz bir görüntü halindedir.



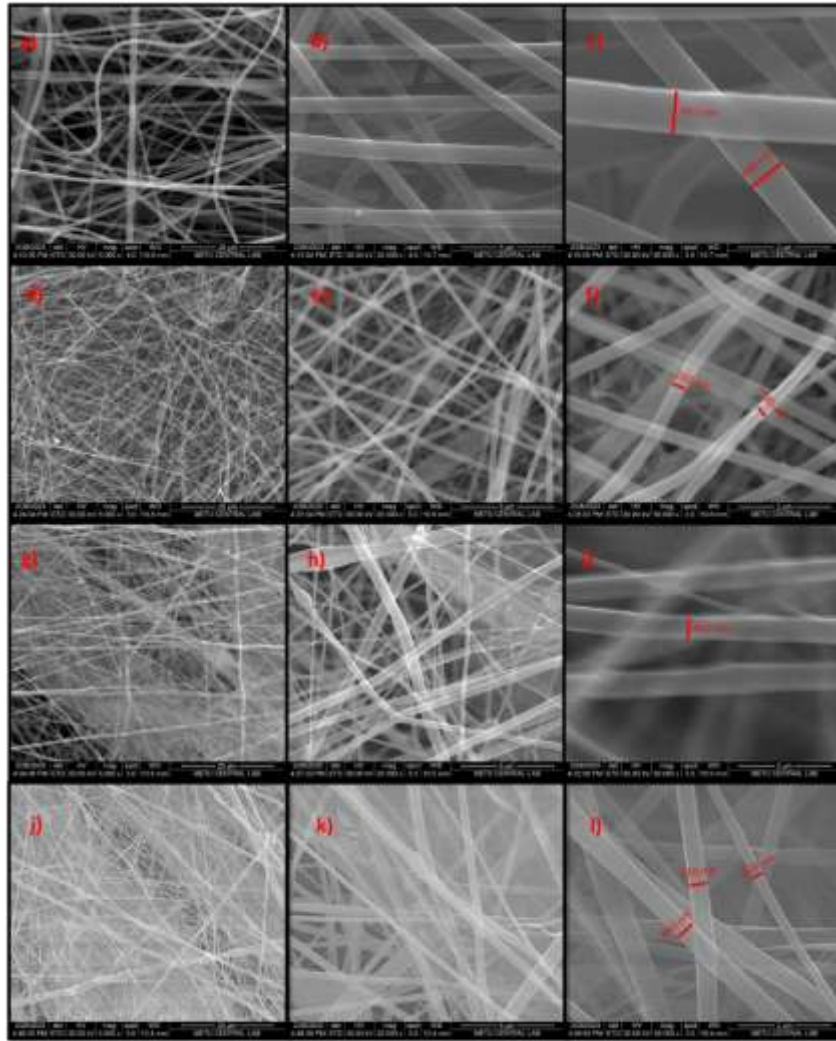
Şekil 5.62 Saf pamuk kumaş (a), (b) ve %2,5 HPMC damlatılmış pamuk kumaş ait (c), (d) SEM görüntüleri

**Hibrit Morfoloji:** Şekil 5.63 a-c aralığında görüldüğü gibi BPEI katkılanması sonrası kumaş yüzeyinde oldukça homojen ve yoğun bir şekilde eşit lif çapı dağılımına sahip bir rastgele bir doğrultuda düzenlenmiş dokunmamış kumaş dokusunun elde edildiği belirgindir. Yüzeydeki kaplama zemin pamuk kumaşların seçilmesini zorlaştırmakta olup pamuk kumaşlara ait lifler seçilememektedir. Bu şekilde hazırlanmış nanoliflerin çaplarının 840-917 nm aralığında olduğu görülmektedir.

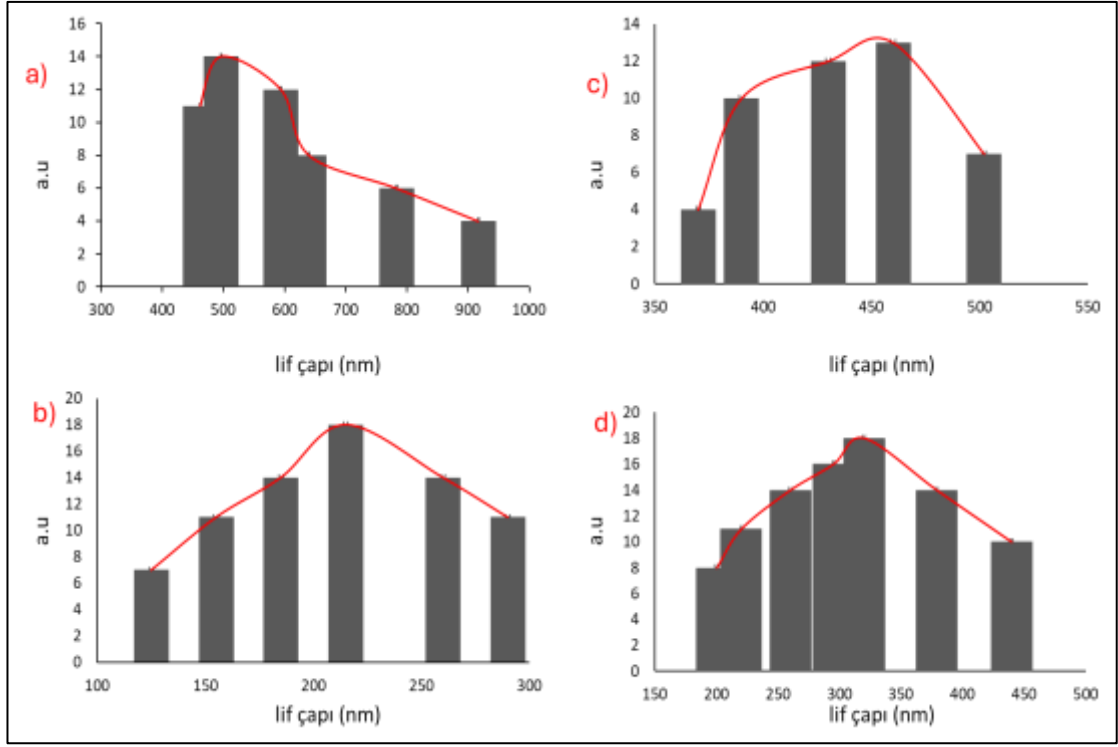
Şekil 5.63 d-f aralığında jelatine P2Ox polimeri katkılanması sonrası elde edilen nanolifli ağ dokulara ait mikrograflar sıralanmıştır. P2Ox içeren nanofibröz ağ doku ile BPEI polimeri kıyaslandığında, P2Ox katkılı nanofiberlerin lif çaplarının belirgin derecede küçük olduğu görülmektedir. Lifler rastgele bir düzende dokunmamış formunda eşit

dağılımlı bir şekilde lifler vermiştir. Liflerin çapları 185 nm ile 260 nm aralığında değiştiği tespit edilmiştir.

Orta hidroliz derecesine sahip P2Ox-ko-PEI kopolimeri ile LPEI polimeri katkı nanoliflere ait görüntüler incelendiğinde, nanoliflerin daha önceki ağ dokulu nanoliflere kıyasla daha az sıklıkta, ince bir kaplama yaptığı ve nispeten farklı kalınlıkta lif çaplarına sahip olduğu görülmekte olup, bu durum zemin pamuk kumaşların gölge şeklindeki liflerinin görüntüsünden anlaşılmaktadır.



Şekil 5.63 HPMC/pamuk kumaşları yüzeyinde elektro-eğirilmiş hibrit morfolojideki HPMC/pamuk kumaşları yüzeyinde elektro-eğirilmiş hibrit morfolojideki (a-c) jelatin/BPEI/HPMC/pamuk, (d-f) jelatin/P2Ox/HPMC/pamuk, (g-l) Jelatin/P2Ox-ko-PEI/HPMC/pamuk ve (j-l) Jelatin/LPEI/HPMC/pamuk kumaşlara ait SEM mikrografları



Şekil 5.64 Elektroğirilmiş hibrit morfolojideki a) jelatin/BPEI ( $M_n=1800$ ), b) jelatin/P2Ox, c) jelatin/P2Ox-ko-PEI (orta hidrolizli) ve d) jelatin/LPEI nano-lifli ağ dokularına ait lif çaplarının histogramları

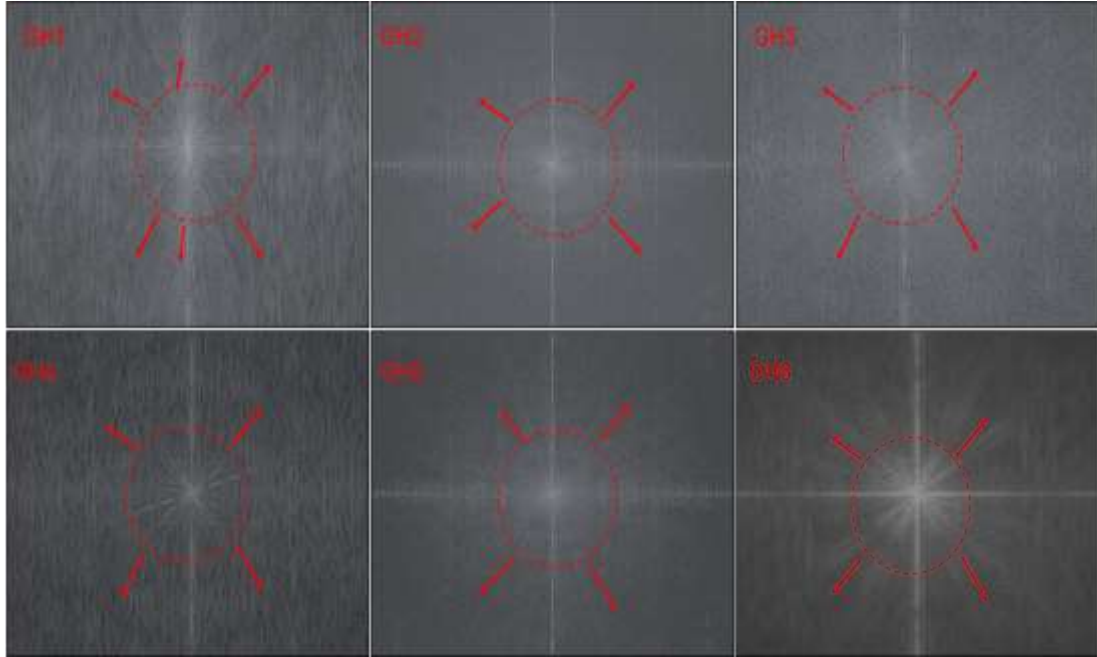
Şekil 5.65'te sunulan görüntüler, jelatin ve PEI türevleri ile elde edilen hibrit morfolojideki elektroğirilmiş nanolifli ağ dokulu polimer yapıların FFT analizini içermektedir. FFT görüntüleri, nanolifli yapıların iç düzenini, liflerin yönelimini ve morfolojik özelliklerini detaylandırarak, malzemenin anizotropik mi yoksa izotropik mi olduğunu değerlendirmek için kritik veriler sunmaktadır. Bu analiz, elektroğirme ile üretilen nanoliflerin hangi düzende yerleştiğini belirlemek ve mekanik, optik veya elektriksel özelliklerin yön bağımlılığını ortaya koymak amacıyla kullanılmaktadır.

FFT görüntüleri, nanoliflerin düzenli veya düzensiz bir yapıda olup olmadığını göstermenin yanı sıra, liflerin belirli bir yönde hizalanmış olup olmadığını da ortaya çıkarır. Anizotropik yapılar, belirli bir yönde liflerin daha fazla hizalanması sonucunda ortaya çıkar ve bu tür malzemeler, o yönde farklı mekanik veya fiziksel özellikler sergiler. Diğer taraftan, izotropik yapılar, liflerin rastgele dağıldığı ve malzemenin tüm yönlerde benzer özellikler gösterdiği sistemlerdir. Şekil 5.63'te sunulan FFT analizinde, jelatin ve

PEI türevlerinin hibrit yapısının liflerin yöneliminde herhangi bir belirgin düzenlilik gösterip göstermediği net bir şekilde görülmektedir.

Bu analiz, jelatin ve PEI türevleri ile oluşturulan hibrit morfolojinin, malzemenin anizotropik ya da izotropik olup olmadığını anlamada önemli bilgiler sunar. Örneğin, eğer FFT görüntüsünde belirli bir yönde yoğunlaşmış sinyaller gözleniyorsa, bu liflerin belirli bir doğrultuda hizalandığı ve malzemenin anizotropik özellikler gösterebileceğine işaret eder. Buna karşın, sinyallerin rastgele ve dairesel bir şekilde dağılması, liflerin yönsüz olduğunu ve malzemenin izotropik özellikler sergilediğini gösterir.

Bu tür morfolojik analizler, özellikle elektro-eğrilmiş malzemelerin mekanik dayanıklılığı, esneklik gibi özelliklerin optimizasyonunda büyük öneme sahiptir. Liflerin yönelim özellikleri, malzemenin uygulama alanlarına göre mekanik mukavemet, esneklik ve dayanıklılık gibi özelliklerini doğrudan etkileyebilir. Bu bağlamda, FFT görüntüleri kullanılarak elde edilen veriler, liflerin belirli bir yönelimde mi üretildiği, dolayısıyla malzemenin fonksiyonel performansının nasıl optimize edilebileceği konusunda önemli bir bilgi kaynağı sağlar.



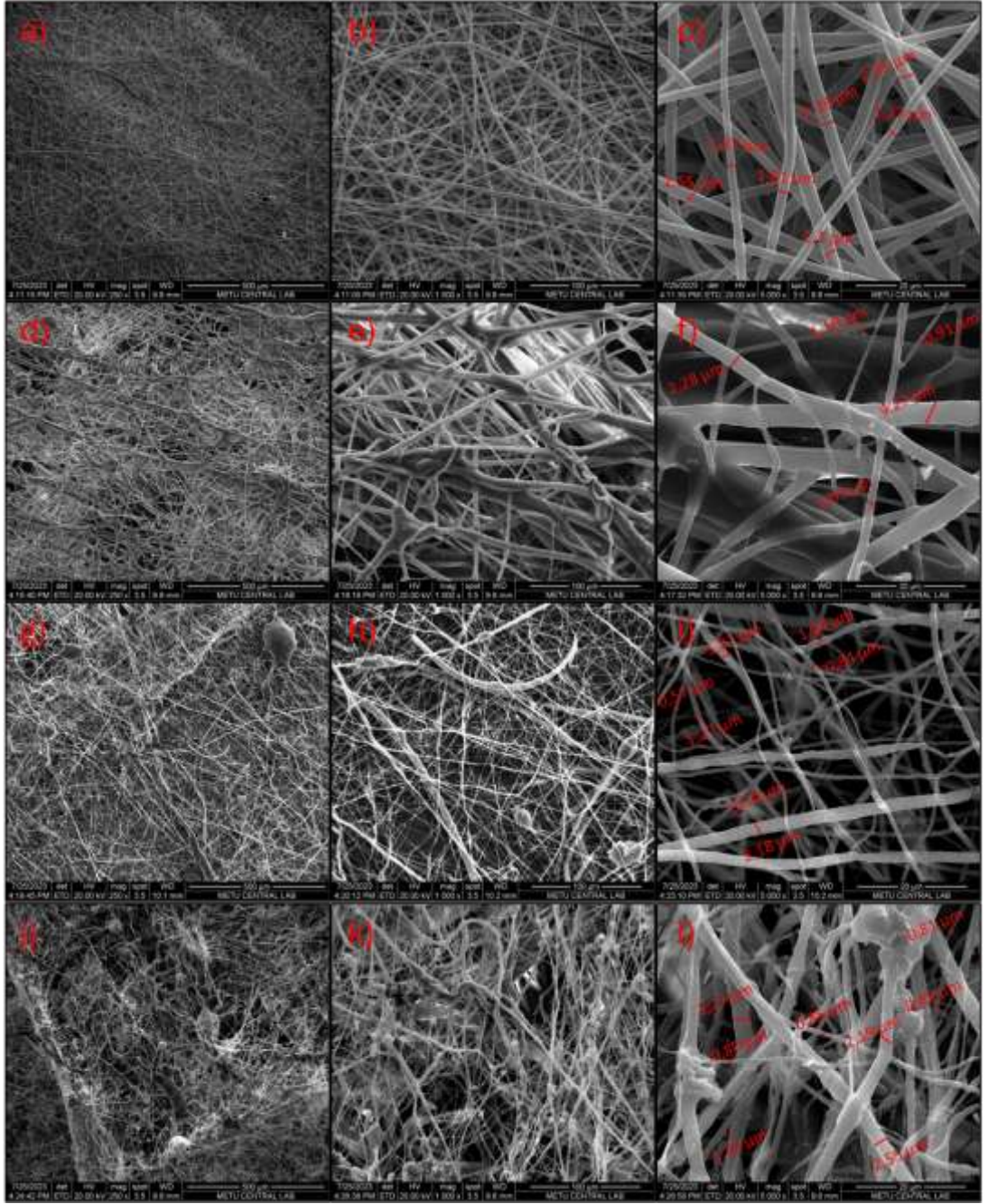
Şekil 5.65 Jelatin ile PEI polimerlerinin hibrit formda elektro-eğrilmiş liflerin FFT görüntüleri

Şekil 5.66'de PEI ve P2Ox esaslı polimerler ile katkılanmış WBPU esaslı polimerlerden hazırlanan hibrit morfolojisindeki elektro-eğirilmiş kaplamalı kumaşlara ait SEM mikrografları sıralı olarak verilmiştir. Bunlardan WBPU/BPEI ile hazırlanan liflere ait mikrograflar incelendiğinde, zemin pamuk kumaş yüzeyinin seçilemeyecek yoğunlukta homojen ve sıkı bir dokuda ağ doku ile kaplandığı anlaşılmaktadır. En yüksek büyütmede alınan görüntüden lif çaplarının 1,4 µm ile 2 µm arasında değiştiği hesaplanmıştır.

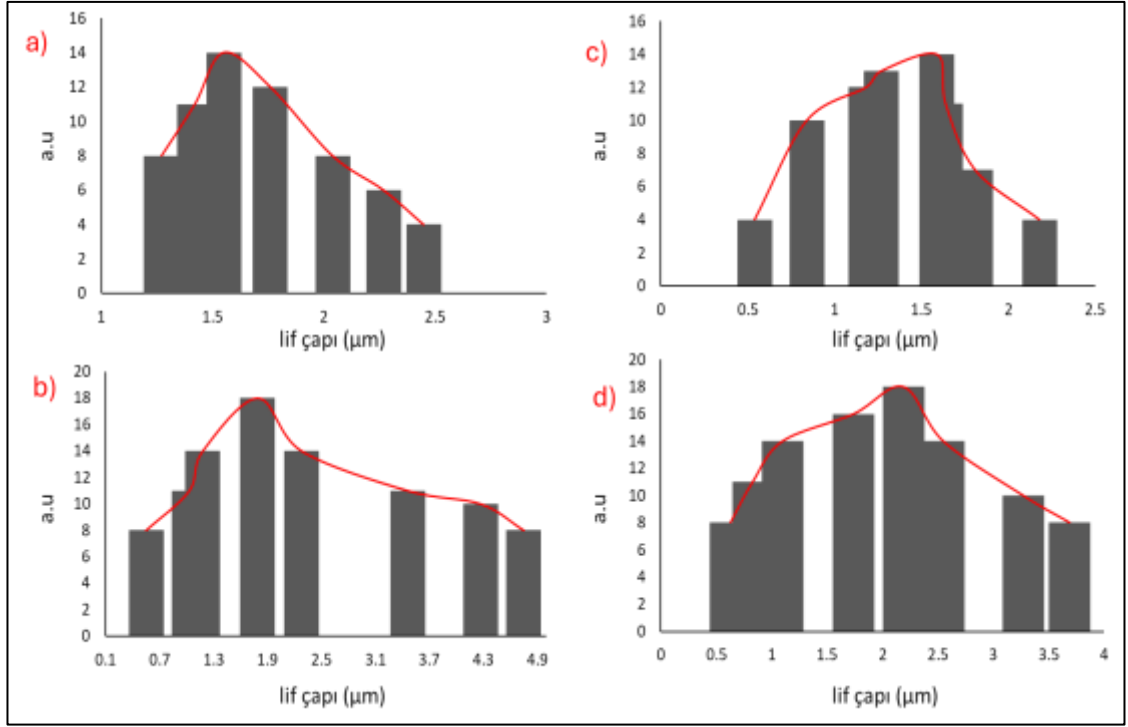
WBPU/P2Ox kaplamalı örneğe ait mikrografda (Şekil 5.66 d-f), liflerin birbiri ile bağlantılı şekilde farklı çaplarda liflerden oluştuğu anlaşılmaktadır. Yüzeydeki liflerin bazı noktalarda düğüm benzeri bağlantı noktalarında halat gibi birbiri ile gergin bir şekilde bağlı olduğu izlenimi uyanmaktadır. Bu görüntü, WBPU esaslı polimerlerin esnek doğasını da destekler niteliktedir. Birbirlerine bağlanan fiberlerin çaplarının yaklaşık 4 µm, bu kalın fiberleri birbirine bağlayan ince bağlantı noktalarının ise çapının 850 nm olduğu görüntülerden hesaplanmıştır.

WBPU/P2Ox-ko-PEI kaplamalı örneğe ait mikrografda (Şekil 5.66 g-i), P2Ox polimeri katkılanmış örnekten farklı olarak az sayıda agregat şeklinde büyük polimerik boncukların varlığı dikkat çekmektedir. Bu agregatın altında yer alan fiber kaplamanın P2Ox katkılı fiberlerden farklı olarak nispeten daha eşit lif çapı dağılımına sahip olduğu anlaşılmaktadır. Yüksek büyütmedeki görüntülerde, fiberlerin lif boyunca oldukça ince toz gibi parçacıklar ile kaplı olduğu görülmüştür. Fiber çaplarının 570 nm ile 1,7 µm arasında değiştiği yüksek büyütmedeki görüntüden hesaplanmıştır.

WBPU/LPEI kaplamalı örneğe ait mikrografda (Şekil 5.66 j-l), daha önce diğer LPEI katkılı polimerlerde de tespit edildiği gibi yer yer polimerik yığınların var olduğu görülmektedir. En küçük büyütmede alınan görüntüde yüzeydeki kaplamanın rastgele düzenlenmiş bir örümcek ağı görüntüsünde olduğu, görüntülere yaklaştıkça liflerin polimerik boncuklar aracılığıyla birbirlerine bağlandıkları ve liflerin esnek bir dokuda olduğu izlenimi oluşmaktadır. Lifler, uzunlamasına aynı kalınlıkta olmadıklarından lif çapı hesabının uygun olmayacağı düşünülmüştür. Bu kaplamada da P2Ox katkılı örnekte olduğu gibi kalın liflerin ince ve kısa lifler aracılığıyla birbirlerine yaklaştığı görülmektedir.



Şekil 5.66 HPMC/pamuk kumaşları yüzeyinde elektroğirilmiş hibrit morfolojideki a-c) WBPU/BPEI ( $M_n=1800$ ), d-f) WBPU/P2O<sub>x</sub>, g-i) WBPU/P2O<sub>x</sub>-ko-PEI (orta hidrolizli) ve j-l) WBPU/LPEI nano-lifli ağ dokularının farklı büyütme ölçeklerinde alınmış SEM mikrografları



Şekil 5.67 Elektroğirilmiş hibrit morfolojideki a) WBPU/BPEI ( $M_n=1800$ ), b) WBPU/P<sub>2</sub>O<sub>x</sub>, c) WBPU/P<sub>2</sub>O<sub>x</sub>-ko-PEI (orta hidrolizli) ve d) WBPU/LPEI nanolifli ağ dokulara ait lif çaplarının histogramları

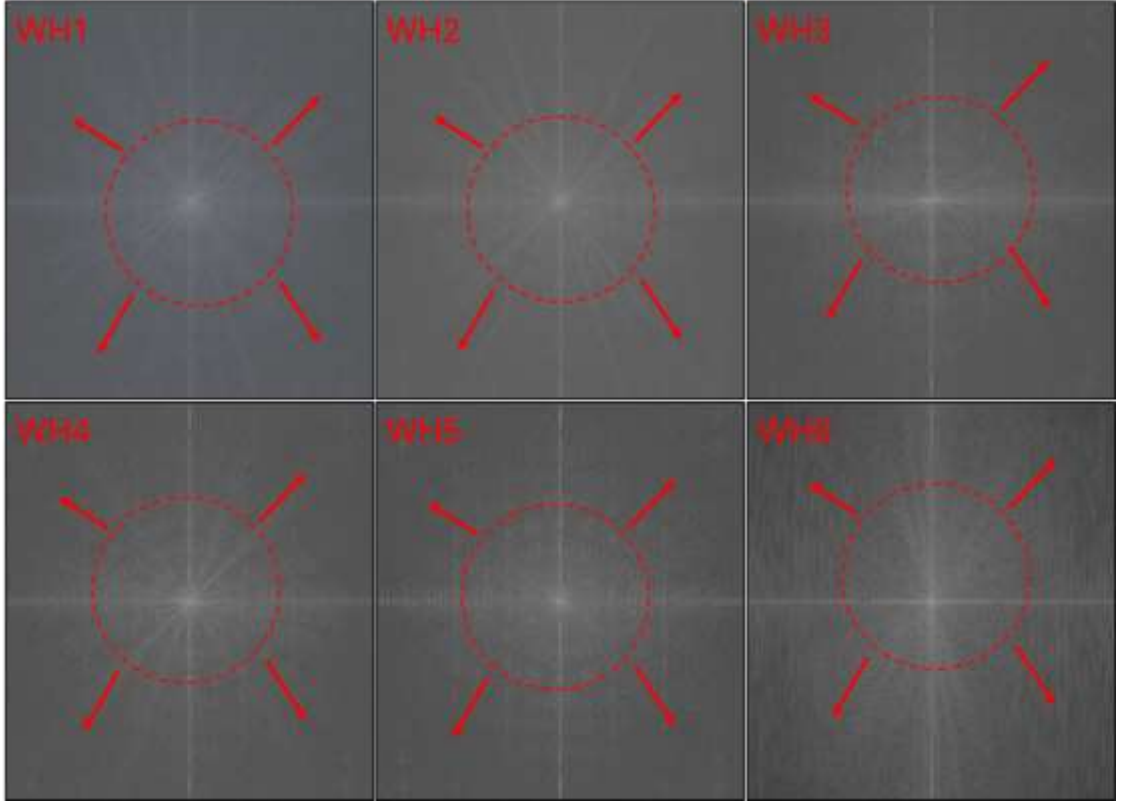
Şekil 5.68'de, WBPU ve PEI türevlerinden oluşan hibrit morfolojideki elektroğirilmiş nanolifli ağ yapılı polimerlerin FFT görüntüleri sunulmuştur. FFT analizleri, malzemenin iç yapısının ve liflerin yöneliminin anlaşılması açısından kritik bilgiler sağlamakta olup, bu görüntüler, nanolifli ağların anizotropik mi yoksa izotropik mi bir yapıya sahip olduğuna dair önemli ipuçları vermektedir. Elektroğirme işlemi sırasında liflerin düzeni ve yönelimi, malzemenin mekanik ve fiziksel özelliklerini doğrudan etkileyen bir faktördür. Özellikle WBPU ve PEI türevleri gibi polimerlerle hibrit yapıların oluşturulması, liflerin morfolojisi ve yönelimi üzerinde farklı etkilere sahip olabilir.

FFT görüntüleri, liflerin belirli bir yönelim gösterip göstermediğini anlamak için kullanılır. Eğer FFT analizinde belirgin yönlere dağılmış yoğun sinyaller gözlemlenirse, bu, liflerin anizotropik bir yapı sergileyerek belirli bir yönde hizalandığını gösterir. Ancak, hibrit morfolojideki WBPU ve PEI türevlerinden oluşan bu nanolifli yapıların toplayıcı hızının yaklaşık 400 rpm tutulduğu göz önüne alındığında, malzemenin

izotropik bir yönelime sahip olduğu varsayılabilir. Toplayıcı hızının bu düzeyde tutulması, liflerin rastgele yönlenmesine ve malzemenin tüm yönlerde benzer özellikler sergilemesine yol açar. Bu da malzemenin izotropik olduğunu ve yönelimin belirli bir ekseninde yoğunlaşmadığını ifade eder.

Hibrit yapıdaki WBPU ve PEI türevlerinin kullanılması, malzemenin esnekliğini ve mekanik dayanıklılığını artırırken, izotropik bir lif yönelimi sağlanmasına da katkıda bulunmuştur. Toplayıcı hızının yavaş olduğu durumlarda liflerin rastgele bir şekilde dağılarak homojen bir ağ yapısı oluşturması, FFT görüntülerinde de izotropik sinyallerin görülmesine neden olur. Bu izotropik yönelim, malzemenin tüm yönlerde eşit özellikler göstermesine olanak sağlar ve özellikle uygulama alanlarına göre mekanik dayanıklılığın homojen dağılımını garanti eder.

Sonuç olarak, Şekil 5.68’de sunulan FFT analizleri, WBPU ve PEI türevlerinden oluşan hibrit nanolifli ağ dokulu polimerlerin izotropik bir yapıya sahip olduğunu doğrulamaktadır. Liflerin yönsüz ve rastgele dağılması, malzemenin her yönde benzer mekanik ve fiziksel özellikler sergileyeceğine işaret eder. Bu izotropik morfoloji, liflerin rastgele yerleşimi sayesinde tüm yüzeyde homojen bir dağılım ve tutarlılık sağlayarak, malzemenin uygulama alanlarındaki performansını artırabilir. Özellikle biyomedikal, filtreleme ve tekstil gibi uygulamalarda, izotropik malzemeler daha homojen bir performans sergileyebilir ve bu da malzemenin çok yönlü kullanılabilirliğini artırır.



Şekil 5.68 WBPU ile PEI polimerlerinin hibrit formda elektrogerilmiş liflerin FFT görüntüleri

**Çift-yüz (janus) Morfoloji:** Elektrogerme yöntemiyle elde edilen tüm çift yüzlü morfolojideki polimer karışımlarına ait SEM mikrografları Şekil 5.69’da gösterildi.

Şekil 5.69 (a-c)’de görüldüğü üzere jelatin/BPEI içeren kompozit yapısı elektrogerme yapısı, birbirine bağlı düğümlere sahip nispeten homojen bir lifli ağ ortaya koymaktadır. GJ2 kompozitinde ara sıra boncuk benzeri yapılara sahip nispeten pürüzsüz ve sürekli bir lif morfolojisi gözlemlendi. PEI polimerinin dallı yapısı, yoğun ve birbirine bağlı lif matrislerinin oluşumunda önemli ölçüde katkıda bulunmaktadır. Özellikle Şekil 5.69-c’deki bağlantı noktaları daha önce optik mikroskobundan da görüldüğü gibi jelatin ile PEI’den kaynaklı lif oluşumlarının toplayıcıya ulaşınca kadar ki birbirleri arasında oluşturduğu düğüm noktaları olduğu düşünülmektedir. Dahası, daha kalın liflerin ve ara sıra boncuklu yapıların varlığı, BPEI'nin elektrogerme sırasındaki çözeltisi içinde lokalize viskozite değişikliklerine neden olabileceğini ve bu boncuğumsu düğümlerin

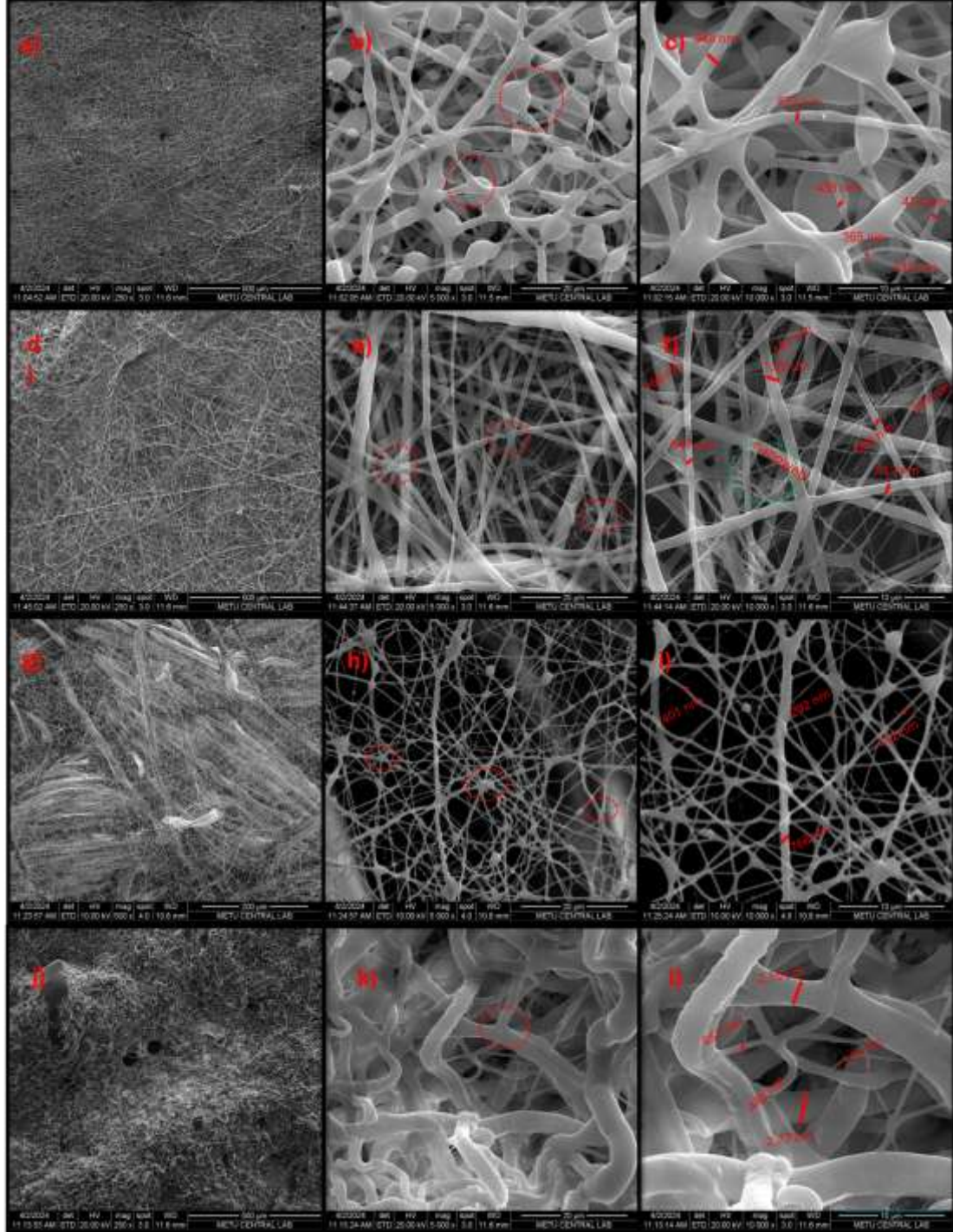
oluşumuna neden olabileceğinden de kaynaklanabilmektedir. Bu, jelatin ve BPEI arasında belirli bir uyumluluk derecesi olduğunu ve elektroğirime sırasında bir miktar homojen bir karışıma izin verdiğini göstermektedir. Ancak, boncukların varlığı, lif boyunca belirli noktalarda olası faz ayrımından kaynaklı olabilmektedir. BPEI'nin dalanmış yapısı, gözlemlenen yüzey pürüzlülüğüne de katkıda bulunabilir. Oldukça dallanmış ve amino gruplarına sahip olan BPEI, hidrojen bağı veya elektrostatik etkileşimler yoluyla jelatinle güçlü bir şekilde etkileşime girme olasılığında olup elektroğirme sırasında belirli bir düzeyde faz ayrımına yol açarak lif morfolojisini etkileyebilmektedir. Ayrıca, BPEI çözeltisi jelatin çözeltisinden daha düşük bir viskoziteye sahip olduğundan dolayı şırınga pompasındaki düzensiz akış hızıyla beslenmiş olabilmüş olması da boncuğumsu yapıların oluşmasına neden olabilmektedir.

Şekil 5.69 (d-f)'de görüldüğü üzere, jelatin/P2Ox'un elektroğirme yapısının SEM görüntüsünü gösterir ve burada jelatin/BPEI'ye kıyasla belirgin şekilde farklı bir morfoloji gözlemlenmiştir. Lifler daha pürüzsüz ve daha düzgün görünmekte olup düğüm noktalarının varlığı çift-yüz elektroğirmeyle liflerin pamuk kumaş yüzeyinde oluştuğunu göstermektedir. Ayrıca GJ2'ye kıyasla boncuğumsu yapılar daha az sıklıkta görülmüştür. Bu da, P2Ox ile hazırlanan elektroğirme çözeltisinin BPEI'ye kıyasla daha viskoz bir çözelti olmasından kaynaklanıyor olabilir.

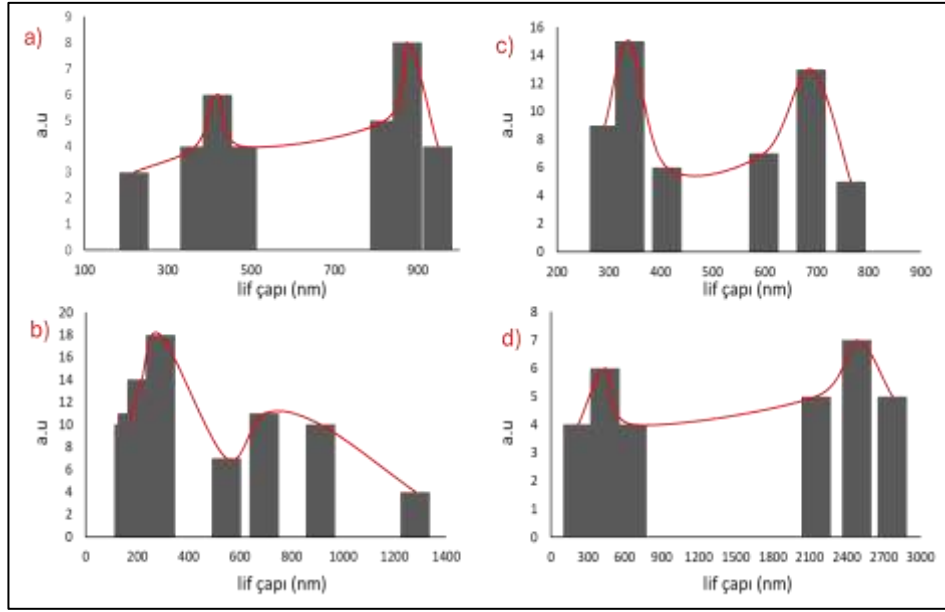
Şekil 5.69 (g-1)'da görüldüğü üzere, jelatin/P2Ox-ko-PEI'nin Jelatin/P2Ox'a kıyasla daha pürüzsüz ve daha homojen lif morfolojisiyle kanıtlandığı gibi, jelatinle uyumluluğunu artırdığından kaynaklı olabilir. Daha önceki çift-yüz morfolojilerinde olduğu, GJ5'de de bağlantı noktaları hem jelatinden hem de P2Ox-ko-PEI'den kaynaklı olduğu düşünülmektedir. GJ5'in GJ2 ve GJ4' e kıyasla lif yüzeyi nispeten daha pürüzsüz görünmekte olup daha düşük lif çapına sahip olduğu görülmektedir. Kopolimer PEtOx-co-PEI hem PEtOx hem de PEI'nin özelliklerini birleştiriyor.

Şekil 5.69 (j-1)'de görüldüğü üzere jelatin/LPEI içeren kompozit yapısında benzer şekilde düğüm noktalarının varlığı çift-yüz elektroğirme işleminin başarılı bir şekilde gerçekleştiğini göstermektedir. Yapısı, birbirine bağlı düğümlere sahip nispeten homojen bir lifli ağ ortaya koymaktadır. GJ6'da elektroğirme sırasındaki LPEI içeren çözelti

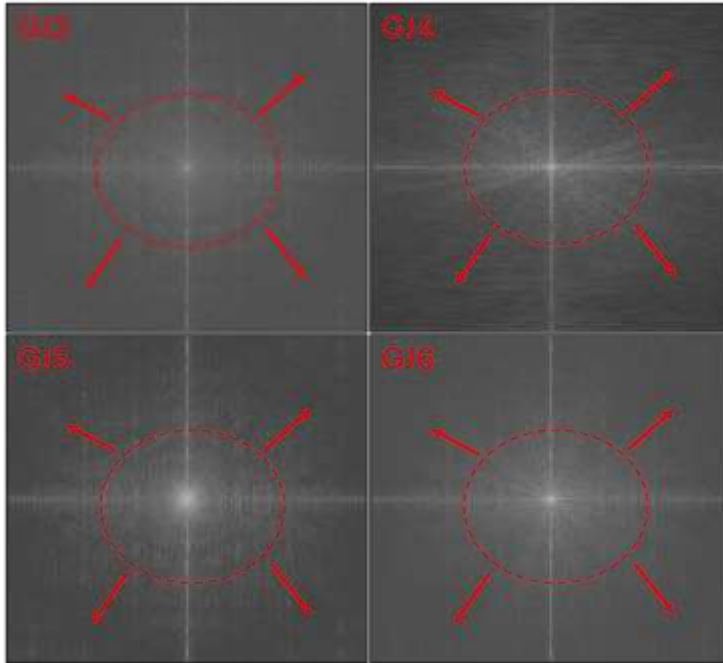
şırıngasında, muhtemelen çözelti konsantrasyonu, viskozite veya akış hızındaki farklılıklar nedeniyle sadece jelatin polimeriyle oluşmuş liflere kıyasla daha ince lifler oluştuğu gözlemlendi.



Şekil 5.69 (a-c) Jelatin/BPEI/HPMC/pamuk, (d-f) Jelatin/PEtOx/HPMC/pamuk, (g-i) Jelatin/PEtOx-ko-PEI/HPMC/pamuk ve (j-l) Jelatin/LPEI/HPMC/pamuk kumaşlara ait çift yüzlü (Janus) morfolojilerinin SEM görüntüleri



Şekil 5.70 Elektroğirilmiş çift-yüz morfolojideki a) jelatin/BPEI (Mn=1800), b) jelatin/P2Ox, c) jelatin/P2Ox-ko-PEI (orta hidrolizli) ve d) jelatin/LPEI nano-lifli ağ dokulara ait lif çaplarının histogramları



Şekil 5.71 WBPU ile PEI polimerlerinin çift-yüz formda elektroğirilmiş liflerin FFT görüntüleri

**Çekirdek-kabuk morfolojilerin SEM mikrografları:** Elektroğirme yöntemiyle elde edilen jelatin esaslı çekirdek-kabuk morfolojideki polimer karışımlarına ait SEM mikrografları Şekil 5.72 'de gösterildi.

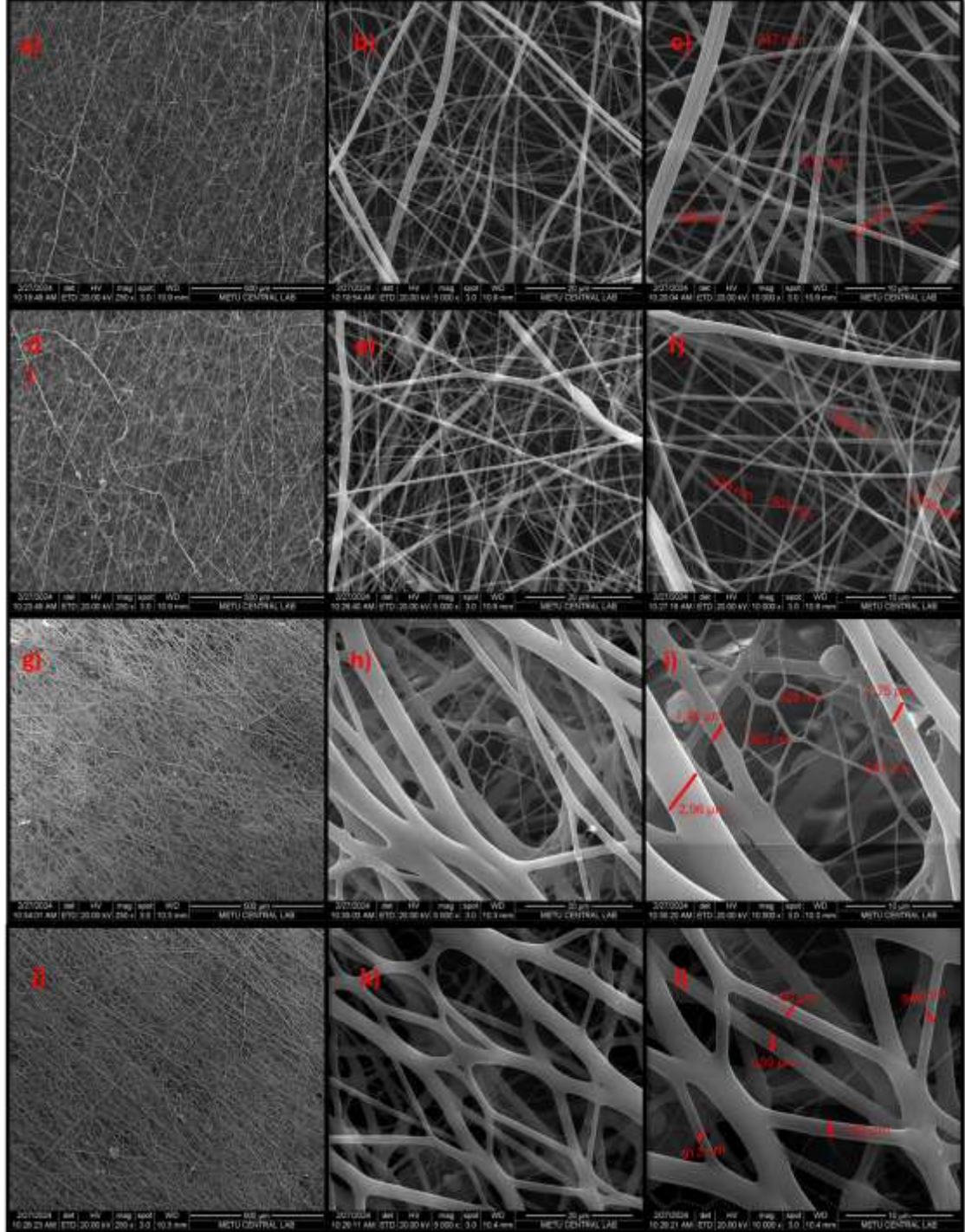
Şekil 5.72 (a-c)'de görüldüğü üzere jelatin (çekirdek) BPEI (kabukta) içeren kompozitin elektroğirme yapısı, jelatin/BPEI'nin gösterir. Pürüzsüz yüzeylere sahip nispeten yoğun ve düzgün bir lif nanofibroz ağı yapıyı gösterir. Boncuk oluşumunun veya önemli kusurların olmaması, elektroğirme parametrelerinin bu polimer formülasyonu için iyi bir şekilde uygulandığını gösterir. Lifler ~450 nm çapında nispeten düzgündür. Kabuğun BPEI tarafından, çekirdeğin ise jelatin liflerinden olmasıyla yüzey morfolojisi tam olarak SEM mikrograflarında ayırt edilemese de optik mikroskop görüntülerinde daha çekirdek kabuk formundaki morfolojiyi görülmektedir. Ayrıca, yüksek amino yoğunluğuna sahip BPEI, muhtemelen hidrojen bağı ve elektrostatik etkileşimler yoluyla jelatinle etkileşime girerek iyi entegre edilmiş bir çekirdek-kabuk yapısına yol açabilmiştir.

Şekil 5.72 (d-f)'de görüldüğü üzere jelatin (çekirdek) P2Ox (kabukta) içeren kompozitin elektroğirme yapısını gösterir. GCS4, GCS'2 ye kıyasla biraz daha küçük çaplara sahip, belirgin bir lifli yapı sergiler. Lifler ~360 nm çapında olup nispeten düzgündür. GCS2 morfolojik yapısında olduğu gibi GCS4'te da boncuklu bir morfoloji gözlemlenmedi.

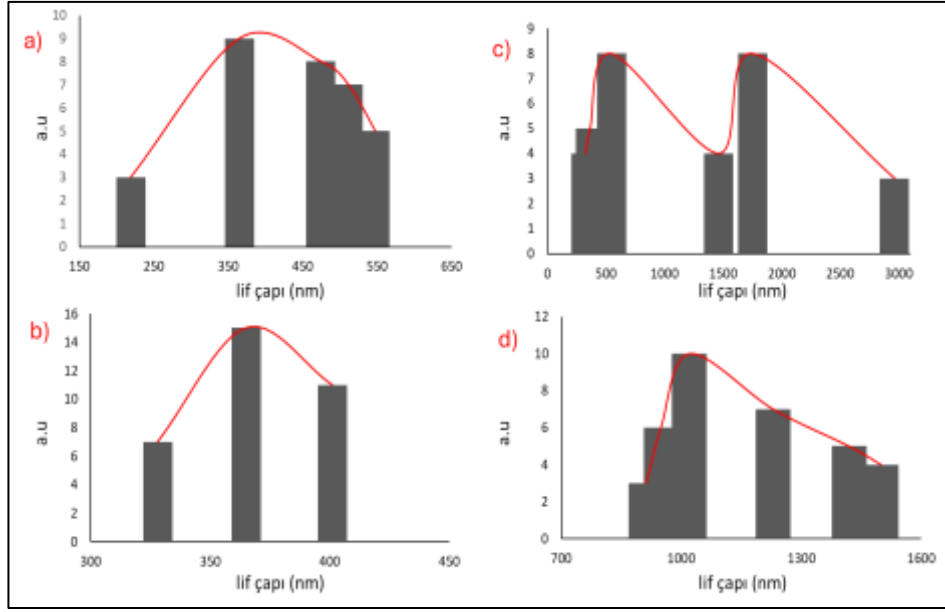
Şekil 5.72 (g-i)'de görüldüğü üzere jelatin (çekirdek) P2Ox-ko-PEI (kabukta) içeren kompozitin morfolojik yapısını gösterir. GCS2 ve GCS4'te olduğu gibi GCS5'in de yüzeyi nispeten homojen olmakla beraber bu lif çapının belirgin bir şekilde arttığını gözlemlendi (~1,6 µm). Liflerin bu şekilde kalınlaşmasının sebeplerinden biri çekirdeğe jelatin polimerinin kabukta ise P2Ox-ko-PEI'den kaynakladığı düşünülebilir. Hatta bu yapıların diğer çekirdek-kabuk formlarına kıyasla dantel motifleri şeklinde olduğu görüldü. Ayrıca, çekirdek-kılıf morfolojinin altında da sadece P2Ox-ko-PEI ya da jelatinden oluşmuş lif yapılarının varlığı da gözlemlendi

Şekil 5.72 (j-l)'de görüldüğü üzere jelatin (çekirdek) LPEI (kabukta) içeren kompozitin morfolojik yapısını gösterir. GCS5'e kıyasla nispeten benzer şekilde lif yüzeyleri pürüzsüz homojen bir şekilde boncuğumsu yapıların oluşmadığı gözlemlendi. Benzer motifli

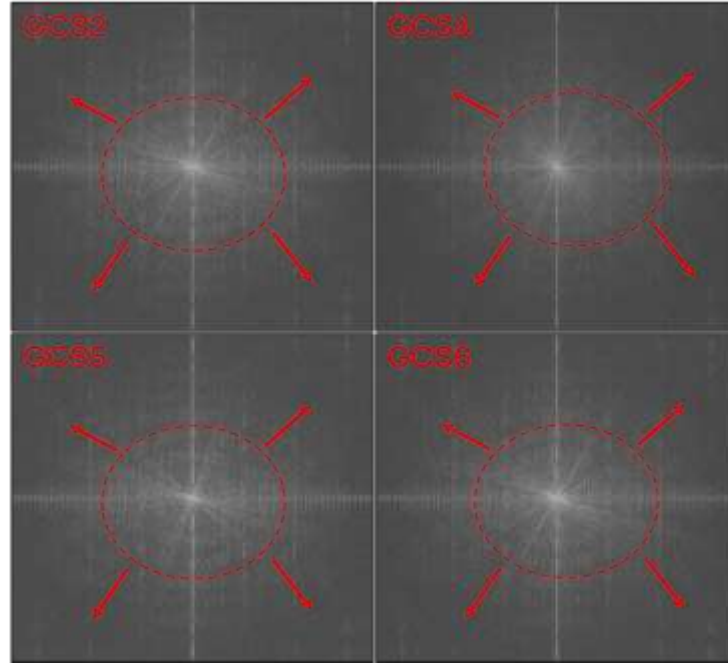
yapılar bu örnekte de görüldü. Lif çapının ( $\sim 1,1 \mu\text{m}$ ) nispeten GCS5'e kıyasla daha düşük gözlemlendi.



Şekil 5.72 (a-c) Jelatin(çekirdek)/BPEI(kabuk)/HPMC/pamuk, (d-f) jelatin(çekirdek) /P2Ox(kabuk)/HPMC/pamuk, (g-i) Jelatin(çekirdek)/P2Ox-ko-PEI (kabuk) /HPMC/pamuk ve (j-l) Jelatin(çekirdek)/LPEI(kabuk)/HPMC/ pamuk kumaşlara ait SEM görüntüleri



Şekil 5.73 Elektroğirilmiş çekirdek-kabuk morfolojideki a) jelatin/BPEI (Mn=1800), b) jelatin/P2Ox, c) jelatin/P2Ox-ko-PEI (orta hidrolizli) ve d) jelatin/LPEI nano-lifli ağ dokulara ait lif çaplarının histogramları



Şekil 5.74 Jelatin ile PEI polimerlerinin çekirdek-kabuk formda elektroğirilmiş liflerin FFT görüntüleri

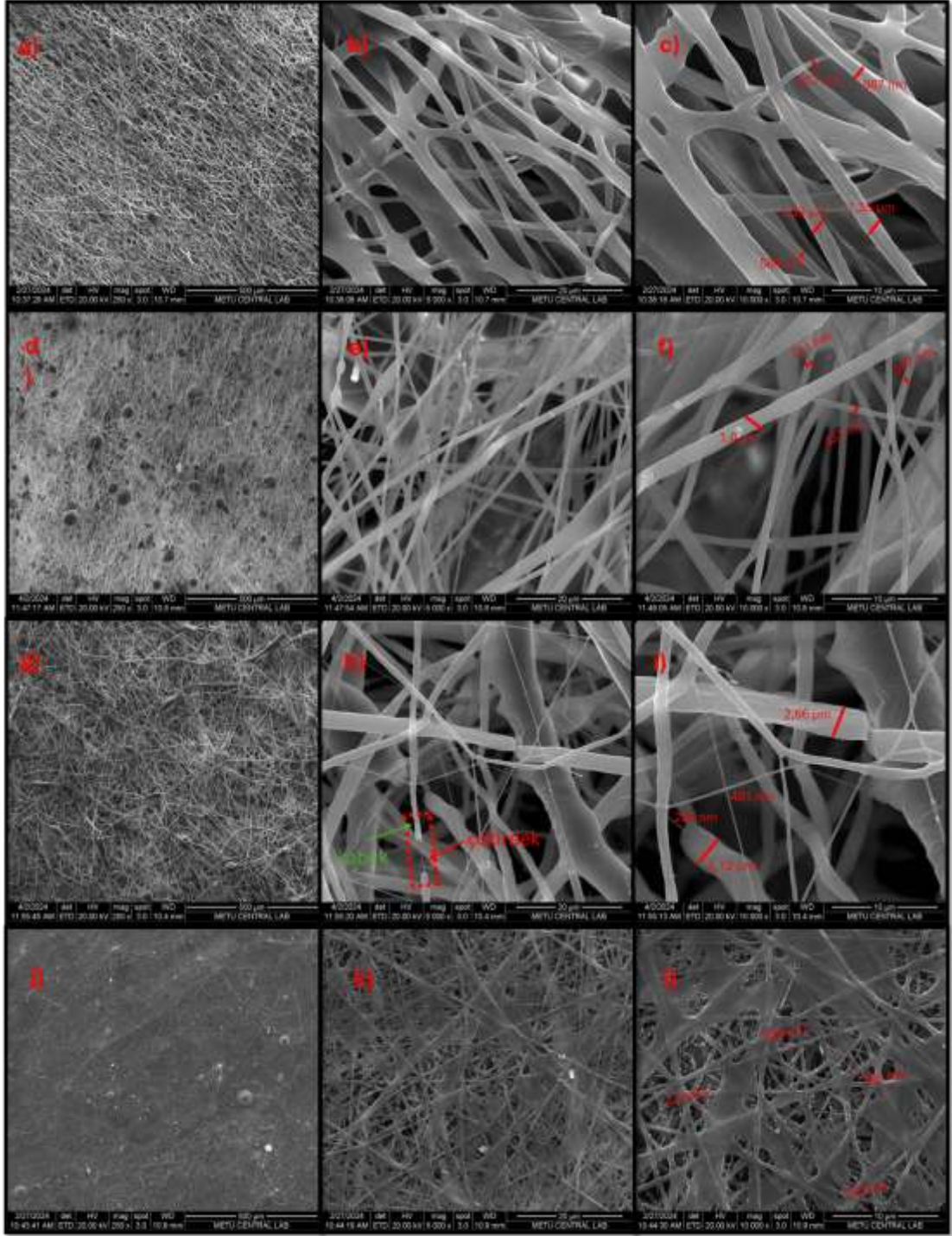
Elektroegirme yöntemiyle elde edilen WBPU esaslı çekirdek-kabuk morfolojideki polimer karışımlarının elektroegirilmiş liflerine ait SEM mikrografları Şekil 5.75'te gösterildi.

Şekil 5.75 (a-c)'de görüldüğü üzere jelatin (çekirdek) BPEI (kabukta) içeren kompozitin elektroegirme yapısı, jelatin/BPEI'nin gösterir. Pürüzsüz yüzeylere sahip nispeten yoğun ve düzgün bir lif nano fibröz ağısı yapıyı gösterir. Boncuk oluşumunun veya önemli kusurların olmaması, elektroegirme parametrelerinin bu polimer formülasyonu için iyi bir şekilde uygulandığını gösterir. Lifler yaklaşık 1 µm çapında olup nispeten düzgündür.

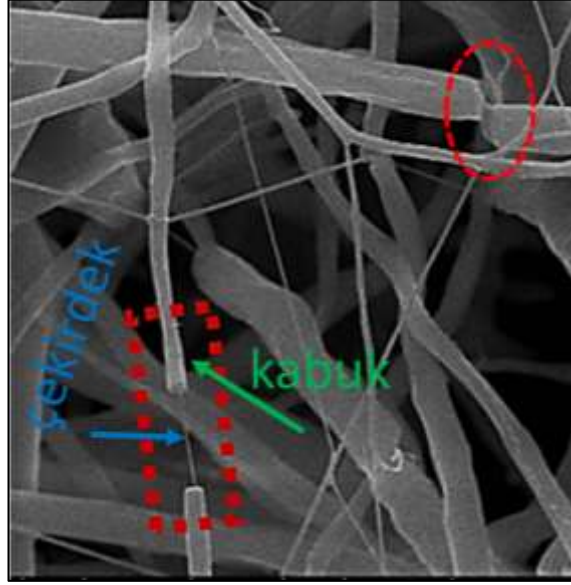
Şekil 5.75 (d-f)'de görüldüğü üzere WBPU (çekirdek) P2Ox (kabukta) içeren kompozitin elektroegirme yapısını gösterir. WCS4, WCS2'ye kıyasla daha dar lif çapına sahip, nispeten homojen ve yüzeyi pürüzsüz bir lif morfolojisine sahiptir. Ayrıca Şekil 5.75 - e'de görüldüğü üzere çekirdek ve kabuk formundaki lifin ayrıtılmasıyla morfolojinin başarılı bir şekilde yapıldığını söylemektedir. İnce olan lifin jelatinde kalın olanın ise P2Ox'dan kaynakladığını doğrular. Lif çaplarının göreceli daha düşük (~600 nm) olduğu gözlemlendi.

Şekil 5.75 (g-i)'de görüldüğü üzere WBPU (çekirdek) P2Ox-ko-PEI (kabukta) içeren kompozitin morfolojik yapısını gösterir. Bu yapılar WCS2 ve WCS4'e kıyasla daha az homojen yapıda olduğu ve lif çaplarının daha büyük (~2 µm) ancak yüzeyleri pürüzsüz lifler olduğu gözlemlendi. Liflerin bu şekilde kalınlaşmasının sebeplerinden biri çekirdeğe WBPU polimerinin kabukta ise P2Ox-ko-PEI'den kaynakladığı düşünülebilir.

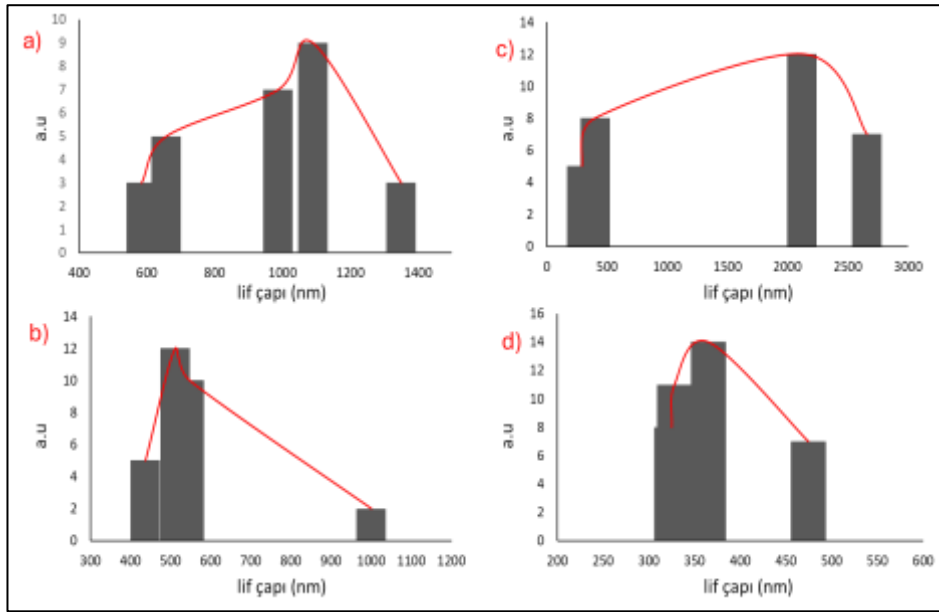
Şekil 5.75 (j-l)'de görüldüğü üzere WBPU (çekirdek) LPEI (kabukta) içeren kompozitin morfolojik yapısını gösterir. WCS5'e kıyasla lif yüzeyleri daha sıkı liflerin birbirine daha yapışık bir halde bir yapıda olduğu gözlemlendi (~400 nm). Diğer WBPU ile hazırlanan çekirdek kabuk formundaki yapılarla kıyasla gözenek çapı daha dar bir morfolojide olduğu görüldü. Aynı zamanda diğer çekirdek-kabuk formuyla hazırlanan WBPU'lardan elde edilen elektroegirilmiş liflerde boncuğumsu yapıların oluşmadığı gözlemlendi.



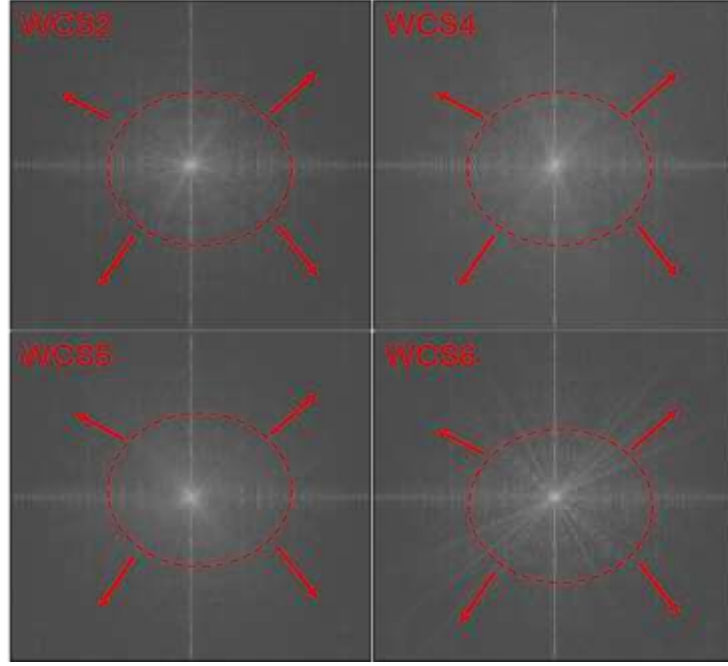
Şekil 5.75 (a-c) WBPU(çekirdek)/BPEI(kabuk)/HPMC/pamuk, (d-f) WBPU(çekirdek)/P2Ox(kabuk)/HPMC/pamuk, (g-i) WBPU(çekirdek)/P2Ox-ko-PEI(kabuk)/HPMC/pamuk ve (j-l) WBPU(çekirdek)/LPEI(kabuk)/HPMC/ pamuk kumaşlara ait SEM görüntüleri



Şekil 5.76 WCS5'e ait çekirdek ve kabukta oluşan fiberlerin SEM görüntüsündeki ayrıntılı gösterimi



Şekil 5.77 Elektroğirilmiş çekirdek-kabuk morfolojideki a) WBPU/BPEI (Mn=1800), b) WBPU/P2O<sub>x</sub>, c) WBPU/P2O<sub>x</sub>-ko-PEI (orta hidrolizli) ve d) WBPU/LPEI nano-lifli ağ dokulara ait lif çaplarının histogramları



Şekil 5.78 WBPU ile PEI polimerlerinin çekirdek-kabuk formda elektrogerilmiş liflerin FFT görüntüleri

### 5.10 Germe-Çekme testi

Farklı morfolojilerde hazırlanmış, elektro-edilmiş nano lifli ağ dokulu kaplamaya sahip pamuk kumaşların, mekanik özelliklerinin izlenmesi amacıyla kopma dayanımı ve kopma uzaması değerleri izlenmiş olup sonuçlar aşağıdaki çizelgede sunulmuştur. Çizelge 5.17’de görüldüğü gibi hibrit morfolojisinde kaplanmış örneklerin kopma dayanımı pamuk kumaşlara kıyasla değişmemiş az oranda iyileşmişken kopma uzaması değerlerinde belirgin bir iyileşme olmuş ve örneklerin elastikliğinin esnemesinin arttığı şeklinde yorumlanmıştır.

Çizelge 5.17 İşlem görmemiş pamuk kumaş ve elektroğirilmiş nano-lifli ağ dokudaki pamuk kumaşların kopma mukavemeti ve kopma uzaması değerleri

Örnek	Kopma kuvveti (N)	Kopma uzaması (%)
Saf pamuk kumaş	290	11
HPMC/pamuk	370	8,7
WBPU/P2Ox	290	16,5
WBPU/BPEI	330	11,5
WBPU/P2Ox-ko-PEI	290	10,5
WBPU/LPEI	340	10,5
Jelatin/P2Ox	370	12
Jelatin/BPEI	260	15,5
Jelatin/P2Ox-ko-PEI	300	10,5
Jelatin/LPEI	300	10

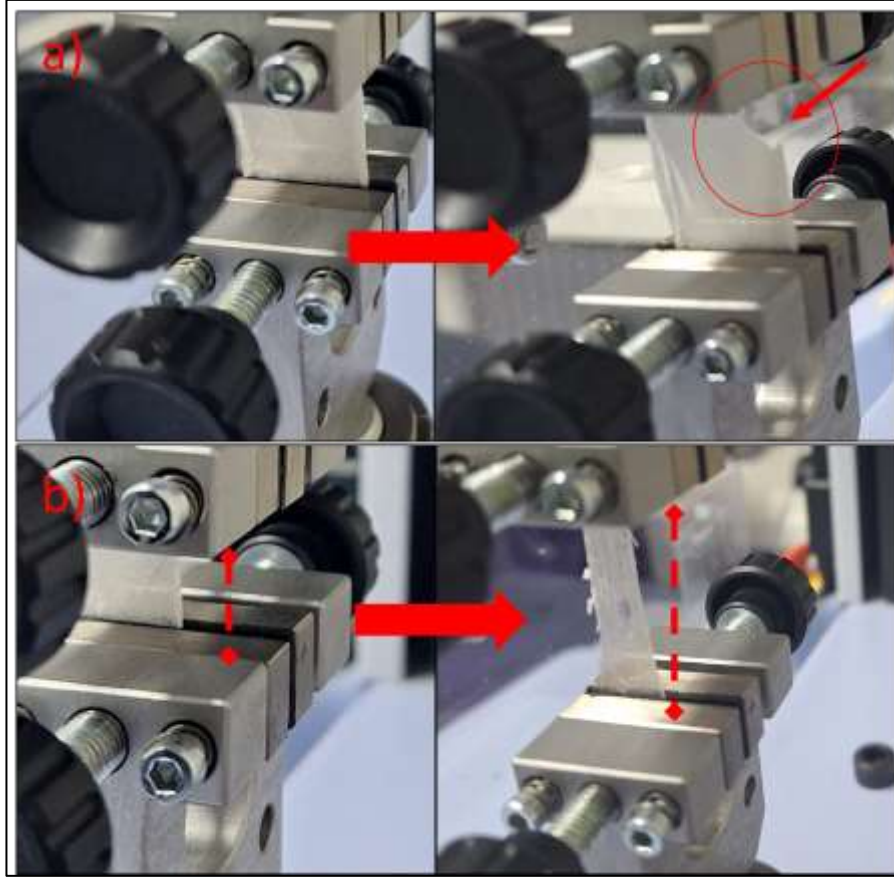
Saf pamuk kumaşın çekme mukavemeti 290 N ve kopma uzaması %11'dir. Bu, kaplanmış numuneleri karşılaştırmak için bir referans noktası olarak kullanılmıştır. HPMC, pamuk kumaş üzerinde bir yüzey kaplaması olarak kullanıldığında, çekme mukavemetinde 370 N'a kadar mütevazı bir artışa neden olurken, uzamada %8,7'ye kadar bir kayba neden olur. HPMC polimeri, pamuk kumaşın yapısal bütünlüğünü artırarak daha fazla mukavemete yol açar. Ancak malzemenin kendi yapısından kaynaklanan kırılma veya sertlik nedeniyle elastikiyeti sınırlı olabilir.

GH4 kompoziti, %12'lik bir uzama ile birlikte 370 N'luk bir çekme dayanımında önemli bir artış sergiliyor. Jelatinin biyopolimerik yapısının P2Ox ile sinerjik bir etkiye sahip olması, hem gücünü artırması hem de küçük bir esneklik derecesi sağlaması beklenebilir. Bu kombinasyon, hem mekanik dayanıklılık hem de biyoaktivite gerektiren biyolojik uygulamalar için özellikle ilgi çekici olabilir. GH2 kompoziti, 260 N'luk bir ölçümle en düşük çekme dayanımına sahip ancak %15,5'e ulaşan önemli bir uzama artışı gösteriyor. PEI polimerinin dallanma konfigürasyonu, elektro-ğirilmiş liflerin içinde gelişmiş gözeneklilik veya daha esnek bir çerçeve ile sonuçlanabilir ve anında kopma olmadan çekme gerilimi altında daha fazla deformasyona olanak tanır. GH5, 300 N'luk bir çekme dayanımı ve %10,5'lik bir uzama sergiler. Bu, jelatin ve P2Ox-ko-PEI kombinasyonunun aynı zamanda mekanik özelliklerin uyumlu bir dengesini sağladığını öne sürebilir. GH5, esnekliği korurken esnekliğini artırmasını sağlayabilecek P2ox ve LPEI birimleri gibi

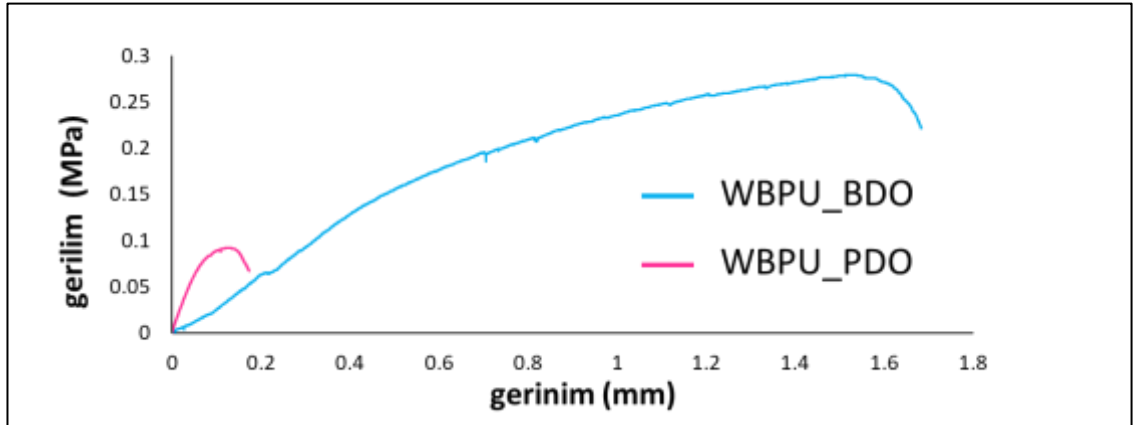
ikili işlevselliğe sahiptir. Dahası, GH6, bireysel bileşenlerin G(H2 ve GH4) arasında mekanik özelliklere sahiptir. 300 N çekme mukavemetine ve %10 uzamaya sahiptir; bu, hem jelatinden hem de doğrusal PEI'den iyi dengelenmiş bir katkı olduğunu gösterebilir. LPEI'nin lif sentezini artırdığı düşünülebilir; bu da orta düzeyde mekanik mukavemet ve esneklik gelişimine katkıda bulunur.

Protein bazlı bileşimi nedeniyle jelatin doğal olarak sağlam ancak oldukça kırılabilir lifler geliştirir. Bununla birlikte, liflerin kırılabilirliği, liflerin esnekliğini artırabilen veya lif matrisini güçlendirebilen PEI veya P2Ox gibi esnek, sentetik polimerler eklenerek değiştirilebilir. Bu biyopolimerler ve sentetik malzemeler arasındaki korelasyon, gözlemlenen mekanik performans için çok önemli olabilecek polimer uyumluluğunun, karışım davranışının ve faz ayrımının önemini vurgular.

WBPU'nun sentezinde kullanılan zincir genişleticiler, malzemenin mekanik özellikleri üzerinde belirleyici bir rol oynamaktadır. Zincir genişleticilerin kimyasal yapısı, poliüretan matrisindeki sert ve yumuşak segmentlerin dağılımını doğrudan etkileyerek nihai polimerin esneklik, sertlik ve mukavemet gibi özelliklerini belirler. Şekil 5.79-80'de de görüldüğü gibi, bu çalışmada kullanılan zincir genişleticiler (PDO ve BDO), WBPU'nun esnekliğini dikkate değer şekilde artırmıştır. Özellikle, zincir genişleticilerin yumuşak segmentlerle etkileşime girerek polimer zincirlerinin daha serbest hareket etmesini sağladığı gözlemlenmiştir. Bu durum, polimer matrisinin deformasyon altında daha az kırılabilir ve daha esnek olmasına yol açmaktadır. Ayrıca, zincir genişleticilerin moleküler ağırlığı ve yapısı, hidrojen bağları ve çapraz bağlanma gibi ikincil etkileşimleri de etkileyerek, malzemenin mekanik dayanımına katkıda bulunmuştur. Bu bulgular, esnek ve dayanıklı poliüretan malzemeler elde etme konusunda önemli bir rehber niteliğindedir ve özellikle biyomedikal uygulamalar gibi yüksek esneklik gerektiren alanlarda WBPU'nun kullanılabilirliğini artırmaktadır.



Şekil 5.79 Harici bir kuvvete uygulandığında (a) WBP4 ve (b) WBP7'nin dijital görüntüleri



Şekil 5.80 WBP4 ve WBP7'nin gerilim-gerinim grafiği

WH4, saf pamuğunkine benzer olan 290 N'luk bir çekme mukavemetine sahiptir. Ancak, %16,5'lik bir değerle kopma uzamasında önemli bir iyileştirme göstermektedir. Bu,

P2Ox'un mukavemetini korurken esneklik sağladığını gösteriyor olabilir. WBPU karışım kompozitlerine dallanmış PEI eklenmesi, çekme mukavemetini 330 N'a çıkarır, ancak uzamayı %11,5'e düşürür; bu, PEI'nin dallanmış yapısının orta düzeyde sünekliği korurken sertliği iyileştirdiği anlamına gelebilir. Dahası, LPEI karışımlı WBPU'nun çekme mukavemeti 340 N ve mütevazı bir uzama değeri %10,5'tir. LPEI'nin, esneklik ve mukavemetin uyumlu bir kombinasyonu olduğu ve WBPU ile PEI polimerleri arasında üstün mekanik özellikler ve gelişmiş etkileşim ile sonuçlandığı düşünülebilir. P2Ox'un kısmen hidrolize edilmiş hali WBPU ile karıştırıldığında, değiştirilmemiş pamuğa benzer olan 290 N'luk bir mukavemet sergiler. Ancak, karışımın uzaması makul bir seviyede, %10,5'te kalmaktadır. Bu da P2Ox'un hidrolize edilmiş versiyonunun, mukavemetten ziyade esnekliği artırmaya daha fazla sebep olarak, mekanik özelliklerinin uyumlu bir kombinasyonunu elde ettiği anlamına gelebilmektedir.

### **5.11 Hava Geçirgenliği**

Hava geçirgenliği, elektroçirime malzemelerle işlenmiş tekstillerin nefes alabilirliğini ve işlevsel etkinliğini değerlendirmede kritik bir faktördür. Geçirgenlik değerleri, kaplama malzemelerinin morfolojisi ve kimyasal bileşimine göre önemli ölçüde değişmektedir. Bu farklılık, polimer moleküler yapısının, lif mimarisinin ve polimer-kumaş etkileşimlerinin etkisinin bir sonucu olarak görülür. Farklı morfolojilerde hazırlanmış, elektro-edilmiş nano lifli ağ dokulu kaplamaya sahip pamuk kumaşların, mekanik özelliklerinin izlenmesi amacıyla kopma dayanımı ve kopma uzaması değerleri izlenmiş olup sonuçlar aşağıdaki çizelgede sunulmuştur. Çizelge 5.18'de görüldüğü gibi hava geçirgenliği değerleri kıyaslandığında ise, saf pamuk kumaşa kıyasla çift-yüz morfolojisinde kaplanmış olan örneklerin hava geçirgenliğinde önemli bir değişim olmamış iken harmanlanmış karışım morfolojisinde kaplanmış örneklerin hava geçirgenliğinde belirgin bir düşme tespit edilmiştir.

Çizelge 5.18 İşlem görmemiş pamuk kumaş ve elektro-eğirilmiş nano-lifli ağ dokudaki pamuk kumaşların hava geçirgenliği değerleri

Örnek	Hava geçirgenliği (L/m <sup>2</sup> /s) (100 Pa)
Saf pamuk kumaş	1520
HPMC/pamuk	2016
WBPU/PEtOx	1526
WBPU/BPEI	1366
WBPU/PEtOx-ko-PEI	750
WBPU/LPEI	1238
gel/PEtOx	41
gel/BPEI	64
gel/PEtOx-ko-PEI	1130
Gel/LPEI	392

İşlenmemiş pamuklu kumaşın hava geçirgenliği 1520 L/m<sup>2</sup>/s'dir ve bu, pamuk kumaşın lifli ve gözenekli yapısı nedeniyle önemli bir nefes alabilirliğe sahip olduğunu gösterir. Çeşitli polimer bileşimleriyle elektro-eğirilmiş pamuk kumaşların hava geçirgenliğinde önemli bir değişikliğe neden olduğu Çizelge 5.18'de de görülmektedir. HPMC kaplamalı saf pamuklu kumaşla ilgili olarak değer 2016 L/m<sup>2</sup>/s'dir. HPMC kaplamalı pamuklu kumaşın saf pamuğa kıyasla artırılmış geçirgenliği, HPMC'nin film oluşturma kapasitesine ve pamuk yüzeyindeki lifler arası boşlukları etkili bir şekilde yayma ve çevreleme yeteneğine ve hava akışını minimum düzeyde engellemesine bağlanabilir. SEM mikrografları incelendiğinde, pamuklu kumaşa farklı polimer kaplamalar uygulandığında oluşan lif morfolojisindeki değişiklikleri açıkça algılayabiliriz. Bu gözlem, hava geçirgenliği verilerinde gözlemlenen sonuçları desteklemektedir. Şekil 5.62'de pamuklu kumaş yapısı için, tek tek liflerin açıkça ayrıldığı, mükemmel hava geçirgenliği sağlayan, saf pamuk kumaşın belirgin lifli düzenlemesini göstermektedir. HPMC emdirilmiş pamuk kumaş yüzeyine bakıldığında ise, pamuk kumaş lifleri üzerinde pürüzsüz bir kaplama oluşturduğu gözlenmiştir. Lif yüzeyi daha fazla süreklilik gösterirken HPMC polimeri tarafından oluşturulan homojen tabaka nedeniyle hava akışını önemli ölçüde engellemediği ve böylece geçirgenliğin artmasını kolaylaştırdığı düşünülmektedir.

Jelatin biyopolimeriyle harmanlanmış PEI türevi polimerlerin HPMC emdirilmiş pamuklu kumaş üzerine elektro-eğirilmesiyle elde edilen nanolifli ağ dokulardaki hava geçirgenliği verileri, nefes alabilirlikte belirgin farklılıklar göstermektedir. Bu farklılıklar karışımlarda kullanılan polimerlerin yapısal ve kimyasal özellikleriyle değerlendirilebilir. Jelatin ile PEI (Mn:1800), P2Ox gibi diğer polimerler ve bunların hidrolize veya doğrusal formları arasındaki etkileşimleri dikkate alarak inceleme yapılması gerekir. Bu etkileşimler, HPMC emdirilmiş pamuklu kumaş yüzeyindeki nano lifli ağ dokuların morfolojisini, gözenekliliğini ve hava geçirgenliğini belirlemede çok önemlidir.

Jelatinin dallanmış polietilenimin ile kombinasyonu hava geçirgenliğinde önemli bir azalmaya yol açarak  $64 \text{ L/m}^2/\text{s}$  kadar düşük seviyelere ulaştığı gözlemlendi. Elektroegirme işlemi sırasında, yüksek mol kütesine sahip bir biyopolimer olan jelatin, yoğun ve güçlü bir şekilde bağlanmış liflerin oluşumuna uğrar. Dallanma konfigürasyonuna sahip olan BPEI'nin eklenmesi, ortaya çıkan nanofiber ağının yoğunluğunu daha da artırır. BPEI'de dallanma mimarisinin varlığı, liflerin daha kompakt bir şekilde düzenlenmesine yol açabilmekte olup bu da kumaş içindeki boşluklarda önemli bir azalmaya neden olduğu düşünülmektedir. Sonuç olarak, jelatin/BPEI karışımı, sınırlı hava akışı nedeniyle son derece geçirgen hale gelir. Düşük geçirgenlik, koruyucu kumaşlar veya filtrasyon membranları gibi hava akışına bariyer gerektiren durumlarda bu kumaş kompozit yapısı avantajlı durumdadır (Aileni ve Chiriac 2022, Palani vd. 2024). Şekil 4.8.2'de SEM mikrograflarına bakıldığında, lif çapı ve yoğunluğunda belirgin farklılıklar gösteren birkaç jelatin bazlı karışımın lif morfolojilerini gösterir. Jelatin/BPEI lifleri, incelikleri, düzgünlükleri ve büyük iç içe geçmeleriyle karakterize edilir ve bu da  $64 \text{ L/m}^2/\text{s}$ 'lik düşük geçirgenlik değerleriyle sonuçlanır (Şekil 5.63 a-c). Dallanmış polietilenimin eklenmesi, liflerin sıklığını artırarak hava geçirgenliği seviyesini azaltır.

Jelatin ve P2Ox kombinasyonu ile oluşan nanolifli ağ dokudaki yapıda,  $41 \text{ L/m}^2/\text{s}$ 'de ölçülen en düşük hava geçirgenliği değerini göstermektedir. Hidrofilik yapısı ve doğrusal zincir yapısı nedeniyle, P2Ox jelatinle önemli bir etkileşim sergiler ve daha kompakt bir ağ oluşumuyla sonuçlanır. Kumaşın düşük geçirgenliği, P2Ox'un jelatin liflerinin kohezyonunu artırma kapasitesine atfedilebilir ve bu sayede kumaşın gözenekliliği daha da azalır. Bu kombinasyonun pamuk yüzeyinde daha yoğun bir elektroegirme tabakası

sağlaması ve bunun sonucunda jelatin/BPEI karışımına kıyasla daha az hava akışına neden olması beklenmektedir. Şekil 5.63 (d-f)'de, jelatin/P2Ox kombinasyonu, orta kalınlıkta liflerle sonuçlanır.

Jelatinin kısmen hidrolize edilmiş P2Ox (P2Ox-ko-PEI) ile karıştırılması, hava geçirgenliğinde önemli bir artışa neden olur ve 1130 L/m<sup>2</sup>/s değerine ulaşır. P2Ox'un kısmi hidrolizi, amino gruplarının eklenmesine yol açar ve bu da jelatin lifleri arasındaki kohezifleri azaltarak daha az yoğun bir lif ağıyla sonuçlanır. Arttırılmış gözeneklilik, jelatin/BPEI ve jelatin/P2Ox karışımlarına kıyasla artan hava akışını kolaylaştırır. Kısmi hidrolizin polimer zincirleri arasındaki elektrostatik ve hidrojen bağlama etkileşimlerinin gücünü azaltması beklenerek nefes alabilirliği artırırken bazı bariyer özelliklerini koruyan daha gözenekli bir yapı ile sonuçlanır. Sonuç olarak, kısmi hidroliz ile, polimer zincirleri arasındaki çapraz bağlanma derecesini azaltılarak daha gözenekli bir lif ağı oluşturması ve bu sayede hava akışının artması gözlemlendi (Sharma vd. 2023).

Jelatin ve doğrusal polietilenimin kombinasyonu, 392 litre (L/m<sup>2</sup>/s) olarak ölçülen orta düzeyde bir hava geçirgenliğine sahiptir. Dallanmış PEI'nin aksine LPEI, daha az sıkıştırılmış bir lif ağına yol açan doğrusal bir yapılandırmaya sahiptir. LPEI'nin doğrusal yapısı, dallanmış yapısına kıyasla daha fazla lif arası boşlukla sonuçlanır ve bu da hava geçirgenliğinin artmasına yol açar. Bu karışım, yeterli havanın geçmesine izin verirken koruma için bir kalkan oluşturmanın uyumlu bir kombinasyonunun elde edilmesine katkı sağlar. Bu da onu nefes alabilen koruyucu tekstiller gibi orta düzeyde hava geçirgenliğine ihtiyaç duyulan durumlar için ideal hale getirmektedir (Lakra vd. 2019). Şekil 5.63 (g-l)'de, jelatin/LPEI lifleri belirli bölgelerde daha kalın liflerin varlığı ile karakterize edilen heterojen bir yapı sergiler ve bunun sonucunda hava geçirgenliğinde hafif bir azalma (392 L/m<sup>2</sup>/s) meydana gelir.

Sonuç olarak, HPMC emdirilmiş pamuk kumaş üzerindeki jelatin ile harmanlanmış polimerler karışımı elektroçirme kaplamalarının hava geçirgenliği öncelikle moleküler yapı ve lif oluşturma özelliğiyle ilişkilendirilebilir. Jelatin, yüksek moleküler ağırlığa sahip bir biyopolimer olarak kompakt lifler oluşturmaktadır. Bu lifler, PEI veya P2Ox gibi diğer polimerlerle karıştırıldığında yapılarında ve gözenekliliklerinde belirgin

değişiklikler gösterir. BPEI ve P2Ox gibi dallanmış veya yüksek kohezyona sahip polimerlerle karıştırıldığında, son derece sınırlı geçirgenlik elde edilir ve bu da onları bariyer uygulamaları için ideal hale getirir. Öte yandan, LPEI ve P2Ox-ko-PEI gibi doğrusal veya kısmen hidrolize yapılara sahip polimerler, daha açık ağlar oluşturur ve bu da hava geçirgenliğinin artmasına neden olur. Bu özellik, onları nefes alabilir olması veya nemi düzenlemesi gereken kumaşlar için daha uygun hale getirir.

WBPU/LPEI ile kaplanmış pamuklu kumaşın hava geçirgenliği 1238 L/m<sup>2</sup>/s olup, pamuk kumaşa elektro-eğrilmiş ağın katılması hem fayda katarken hem de nefes alabilirliği korumada etkili bir kombinasyon oluşturmuştur. WBPU ile doğrusal polietilenimin harmanlanmış yapısı SEM mikrograflarında gösterildiği gibi oldukça açık bir lif yapısıyla sonuçlanır. Buna karşılık, dallanan PEI veya jelatin bazlı sistemler daha kompakt yapılar üretir. Dallanan muadilinden daha fazla esnekliğe sahip olan doğrusal bir polimer olan LPEI, lifler arasında daha fazla boşluk sağlar. Bu da hava akışını kolaylaştırır ve WBPU/BPEI'ye (1366 L/m<sup>2</sup>/s) kıyasla daha yüksek bir geçirgenlik değeriyle sonuçlanır. WBPU/LPEI kaplamalarının önemli ölçüde yükseltilmiş geçirgenliği, onları nefes alabilirliğe öncelik veren uygulamalar için uygun hale getirir, örneğin giyilebilir teknoloji için tekstiller veya konfor ve nem kontrolü için hava geçirgenliği gerektiren tıbbi malzemeler. Söz konusu denge, WBPU'nun esnekliği ve LPEI'nin doğrusal yapısı sayesinde ne aşırı paketlenmiş ne de aşırı açık bir fiber ağının oluşturulmasıyla sağlanır. Temel işlevsel özelliklerin bu şekilde korunması, kullanıcı konforunda bir iyileşmeyle birlikte gelir.

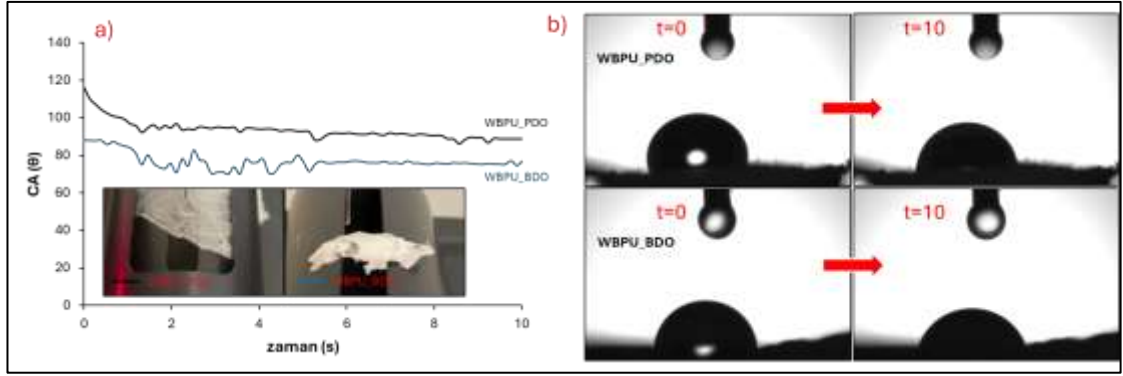
WBPU ile harmanlanmış polimerlerin SEM mikrograflarına bakıldığında (Şekil 5.66) WBPU/BPEI (a-c) için, 1366 L/m<sup>2</sup>/s'lik azalan hava geçirgenliğiyle uyumlu, kompakt ve sıkı dokunmuş bir nanofiber ağı görülmekte olup PEI'nin dallanma konfigürasyonu, WBP lifleriyle olan dolaşıklılığını ve lif morfolojisinin birbirine bağlılığını artırmaktadır. WBPU/P2Ox SEM görüntülerine bakıldığında ise (d-f), liflerin yapısı dallanan PEI polimerine kıyasla artan hava geçirgenliğini (1526 L/m<sup>2</sup>/s) açıklayan, daha kalın liflerle nispeten daha gözenekli geniş ağlar sergilemektedir. WBPU/P2Ox-ko-PEI'de ise (g-i), liflerin göreceli olarak eşit şekilde dağıldığını ancak diğer WBPU örneklerine kıyasla önemli ölçüde daha kompakt olduğunu ortaya koymaktadır. Bu durum da 750 L/m<sup>2</sup>/s'lik

daha düşük geçirgenlik değeriyle gözlenmiştir. WBPU/LPEI (j-1)'de ise, doğrusal PEI'nin kullanımı, lifler arasında boşluklar bulunan, daha az kompakt bir ağa yol açarak dallanmış PEI polimerine kıyasla artan hava geçirgenliğini (1238 L/m<sup>2</sup>/s) açıklamaktadır.

Özetlemek gerekirse, hava geçirgenliğindeki farklılıklar, polimerin türü ve işlenmesinin neden olduğu yapıdaki değişikliklere atfedilebilir. Dallanmış PEI ve jelatin gibi daha yüksek yoğunluğa sahip polimerler daha düşük geçirgenlik değerlerine sahiptir. Bu, filtrasyon gibi bariyer niteliklerine ihtiyaç duyan uygulamalarda avantajlı olabilir. Öte yandan, WBPU gibi daha esnek polimerler daha iyi geçirgenlik sağlar ve bu da onları nefes alabilen kumaşlar için uygun hale getirir.

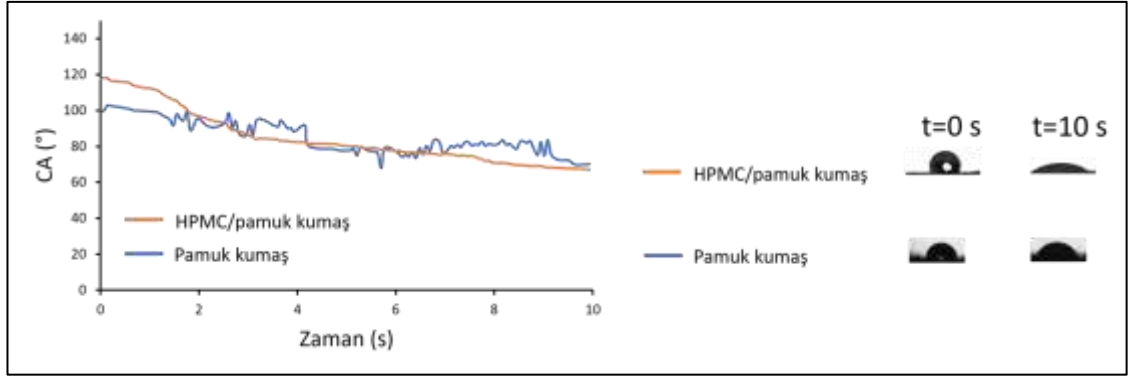
## **5.12 Yüzey Islanabilirliği**

WBPU4 ve WBPU7'nin temas açısı değerleri, elektroğrılmış yüzeydeki su damlasının dijital görüntüleri ile analiz edilmiştir (Şekil 5.81). Bu ölçümler, yüzeyin hidrofilik veya hidrofobik özelliklerini anlamak için önemli veriler sunmaktadır. Elektroğrılmış yüzeylere su damlatıldığında, damlanın temas açısının 10 saniye sonra değişimi gözlemlenmiş ve bu davranış yüzeydeki polimer yapısına bağlı olarak farklılık göstermiştir. WBPU4'ün temas açısının, WBPU7'ye kıyasla daha düşük olduğu tespit edilmiştir, bu da WBPU4'ün yüzeyinin daha hidrofilik olduğunu göstermektedir. Zincir uzatıcılar, elde edilen malzemenin hidrofobik yapısı üzerinde önemli bir etkiye sahiptir. WBPU4 için 116 derecelik ve WBPU7 için 88 derecelik temas açıları, diol bileşeninin seçiminin liflerin yüzey enerjisini önemli ölçüde etkilediğini açıkça göstermektedir. 116° ölçülen WBPU4'ün yükseltilmiş temas açısı, daha hidrofobik bir yüzey olduğunu göstermektedir. Bu, polimerin içindeki yapısal organizasyondan kaynaklanıyor olabilir (Solaberrieta vd. 2020). Diğer yandan, WBPU7 için bildirilen daha küçük temas açısı, suya daha fazla çekilen (hidrofilik) bir yüzey olduğunu göstermektedir.



Şekil 5.81 WBPU4 ve WBPU7'nin temas açısı değerleri (elektroğirilmiş yüzeydeki su damlasının dijital görüntüleri). b Elektroğirilmiş yüzeye su damlatıldığında elektroğirmenin 10 saniye sonraki davranışı

Pamuk kumaşlar üzerine biyouyumlu polimerler ve P2Ox ve PEI polimerleri ile kurulacak elektroğirilmiş nano-lifli ağ dokulu kumaş yüzeylerinin hidrofilitite/ıslanabilirlik özelliklerinde gözlenebilecek değişiklikler, su temas açısı ve ıslanma süresi ölçümleri ile izlenmiştir. Şekil 5.82'de pamuklu kumaş için ilk temas açısı yaklaşık  $99^\circ$ 'dir ve bu da onu kısmen hidrofobik bir formda gösterir. Öte yandan, HPMC kaplı pamuklu kumaş ise analiz başlangıcında  $118^\circ$ 'lik bir temas açısıyla başlar ve bu da daha belirgin bir hidrofobik yapıya işaret eder. Bununla birlikte, her iki kumaşın da belli bir süre sonra (10 saniye) neredeyse aynı temas açısı değerlerine yaklaştığı Şekil 5.82'de görülmekte olup, bu durum birkaç faktöre bağlanabilir. Bu sebeplerden ilki, adsorpsiyon/difüzyon dinamikleriyle açıklanabilir. Başlangıçtaki temas açısı arasındaki fark ( $99^\circ$  ve  $118^\circ$ ), pamuk kumaş yüzeyinin HPMC (kütleye %2,5 sulu çözeltisi) ile kaplanmasından kaynaklanıyor olabilir. Sıvı molekülü (su), ilk olarak pamuk kumaş yüzeyinde film gibi kaplanan HPMC katmanına yayıldığı veya adsorbe olduğu düşünülmektedir. Bundan dolayı, HPMC kaplı pamuk kumaşın yüzeyindeki kaplanmış bölgelerin topografisinde olan değişiklikler de temas açısı/ıslanabilirliğinde değişikliklere yol açabilmektedir.

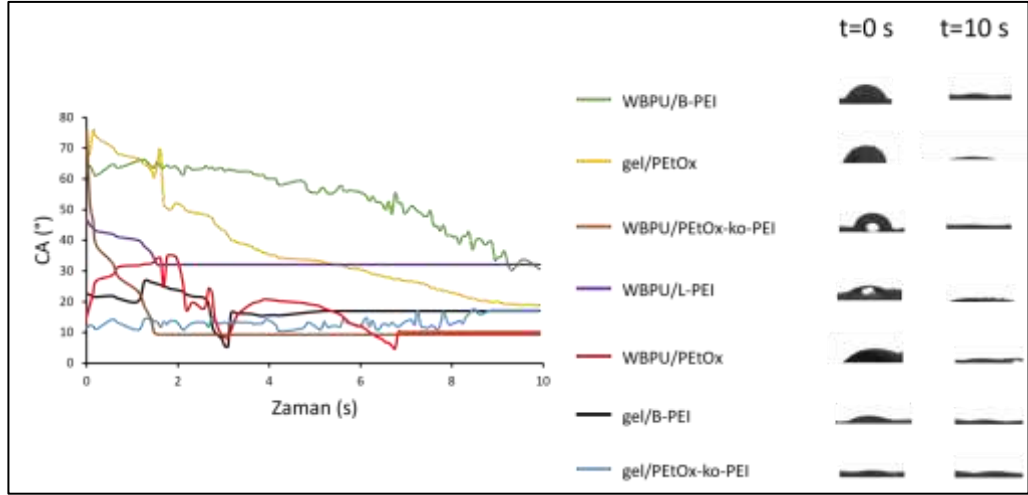


Şekil 5.82 Pamuk kumaş ve HPMC/pamuk kumaş ait temas açısı değerleri ve bu yüzeylerin üzerine temas eden su damlasının ilk anında ve analizden 10 saniye sonraki fotoğraf görüntüleri

Şekil 5.83'te amino, amid ve hidroksil gruplarınca zengin olan jelatin biyopolimeri, PEI türevleriyle harmanlanarak yüzey ıslanabilirliğindeki değişikliklere neden olduğu gösterildi. BPEI'de bulunan amino grupları, jelatinde bulunan karboksil, hidroksil gibi polar fonksiyonel gruplarla etkileşim haline girerek hidrojen bağları oluşturabilir. Bu tür etkileşimler nano-lifli ağ dokunun hidrofilik doğasını güçlendirerek  $27^\circ$  gibi çok düşük bir temas açısı değeriyle sonuçlanmaktadır. Benzer şekilde jelatinin P2Ox-ko-PEI ve LPEI ile yapılan analizleri sonucunda nano gözenekli ağ doku yüzeyinin ıslanabilirliğini arttırmakta, bu da lif yüzeyinin yüksek oranda hidrofilik bir özellik kazanmasına yardımcı olmaktadır. P2Ox polimeriyle harmanlanan jelatinde ise ilk başlarda ( $t=0$  s) yüzeyin hidrofilik özelliğinin azalmasına katkıda bulunduğu, süre ilerledikçe su molekülünün yüzeyde yayıldığı ve ıslanabilirliğin arttığı gözlemlendi. WBPU ile harmanlanan P2Ox polimerinde elde edilen lif yüzeyinde de yakın tema açısı değerleri gözlemlendi. Bu durumun sebeplerinden biri elektrodeğirme sırasında, polimer zincirlerinin yönelimi ve düzeni olabilir ve bu da yüzey özelliklerini önemli ölçüde etkileyebilir. Jel/P2Ox karışımında, P2Ox zincirlerinin jelatin zincirleri ile dipol-dipol veya London gibi nispeten polar veya apolar fonksiyonel grupları ile kuracağı ikincil etkileşimlerin göz önünde bulundurulduğunda, kumaş yüzeyinde hidrofilik grupları olası yüzeyden uzak bir pozisyonda konumlanmasına bağlı olarak, su damlasının yüzeye ilk temas ettiği yerde P2Ox-ko-PEI ve LPEI içeren örneklere kıyasla nispeten daha hidrofobik bir karakter kazanmış olabilir. Ancak, yüzeyin gözenekli doğası, malzemenin nihayetinde ıslanabilir bir karakter sergilediğini de ortaya koymaktadır. Elektrodeğirme sırasında üniform

(tekdüze) olmayan yüzeylerin oluşması ile artan yüzey pürüzlülüğü, doğal olarak hidrofilik malzemelerin hidrofobikliğini artırabilmektedir.

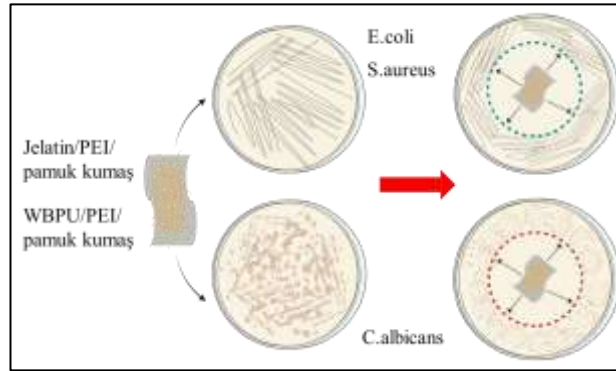
Dallanmış polietilenimin polimeri (BPEI) birden fazla amino grubu içermektedir. BPEI'nin hidrofilik amino grupları ile WBPU'nun bileşenleri arasındaki etkileşim, yüzeye daha fazla polar grup kazandırmaktadır ve bu da  $66^\circ$ 'lik temas açısı değerini açıklayabilmektedir. Bundan dolayı ağ dokulu kumaş yüzeyi bir derece hidrofilik olmaktadır. WBPU'nun P2Ox ile hibrit karışımı sonucu ortaya çıkan doku yüzeyindeki ilk andaki temas açısı değeri yaklaşık  $35^\circ$  civarlarındadır. P2Ox, hidrofilik bir yapıdadır ve bu da WBPU ile karıştırılması sonucunda, yüzeyindeki bu polar fonksiyonların konsantrasyonunu artırarak su tarafından daha fazla ıslatılabilir hale getirilmesine neden olmaktadır. P2Ox'un kısmi hidrolizi sonucunda ortaya çıkan P2Ox-ko-PEI nin WBPU ile harmanlanmış karışımından ortaya çıkan ağ dokunun yüzeyinde ilk andaki temas açısı değeri yaklaşık  $52^\circ$  civarlarındadır. Kopolimerizasyon bileşimi içindeki PEI den gelen amino grupları hidrofilikliği arttırmaktadır. LPEI'yle denenen örnekte ise P2Ox-ko-PEI'li olan numuneyle benzer temas açısı değerleri ( $50^\circ$ ) vermektedir. LPEI'nin yapısında bulunan amino grupları yüzeydeki ıslanabilirliği arttırmakta olup malzemeye hidrofilik özellik kazandırmaktadır. Gel veya WBPU ile harmanlanan PEI polimer türevleriyle yapılan temas açısı değerleri ilk anlarda belli bir değerdeyken, zaman geçtikçe ağ dokulu yüzeylerin üzerinde su molekülü adsorbe olarak yüzeyin neredeyse tamamen ıslanabilir yapıda olduğunu Şekil 5.83'teki  $t=0s$  ve  $t=10s$  saniye sonraki yüzey görüntüleriyle tespit edilmiştir.



Şekil 5.83 Jelatin veya WBPU polimerleriyle PEI polimerleriyle hibrit morfolojide elektroğirilmiş nano-lifli ağ dokulu ön işlem görmemiş kumaş yüzeylere ait temas açısı değerleri ve bu yüzeylerin üzerine temas eden su damlasının ilk anında ve analizden 10 saniye sonraki fotoğraf görüntüleri

### 5.13 Antimikrobiyal Testi

Şekil 5.84’de jelatin veya WBPU ile PEI polimerinin elektroğirme sonucu pamuk kumaş yüzeylerinde lif oluşumlarından sonraki *E. coli*, *S.aureus* ve *C.albicans* patojenlerine karşı antibakteriyel koruyuculukları şematik olarak gösterildi.



Şekil 5.84 Elektroğirilmiş lif kaplı pamuk kumaşların *E.coli*, *S.aureus* ve *C.albicans* patojenlerine karşı koruyuculuklarının şematik olarak gösterimi








Agar Difüzyon yöntemi ile hazırlanan örneklerin *E.Coli*, *S.Aureus* ve *C. Albicans* patojenlerine karşı antimikrobiyal aktivitelerini gösteren inhibisyon çap değerleri ve

örneklerin fotoğrafik görüntüleri Çizelge 5.19-21’de gösterildi. Saf pamuk kumaş ve HPMC/pamuk kumaş’ın E.coli, S.aureous bakterilerine ve C. Albicans mantarına karşı koruyuculuğunun etkisiz olduğu gözlemlendi.




Jelatin biyopolimerinin farklı mol kütleli BPEI’ler ile harmanlanmış formlardan oluşan nanolifli ağ dokudaki kumaş kompozitlerin bu üç tür patojene karşı koruyuculuğunun olmadığı gözlemlendi. Çekirdek-kabuk formuyla oluşturulmuş jel/BPEI’lerin ağ dokudaki kumaş kompozitlerinin de bu üç tür patojene karşı koruyucu sağlamadığı tespit edildi. Sadece jelatin biyopolimerinin Mn’si 1800 olan BPEI’yle yapılan çift-yüz formundaki fibröz yapıdaki kumaş kompozitin C. Albicans mantarına karşı koruyuculuğu olduğu tespit edilmiş olup zon çapı 16 mm olarak ölçüldü. Benzer şekilde jelatin biyopolimerinin doğrusal formda olan polietilenimin (LPEI) ile oluşturulan hibrit, çift-yüz ve çekirdek-kabuk formlarındaki ağ dokulu kumaş kompozitlerinin de yukarıda bahsedilen patojenlere karşı etkin koruma sağlayamadığı tespit edildi. Benzer şekilde jelatin biyopolimerinin P2Ox ile oluşturulan hibrit ve çift-yüz formda oluşturulmuş ağ dokulu kumaş kompozitlerin de koruyuculuğu olmadığı tespit edilirken, çekirdek-kabuk formunda oluşturulmuş kumaş kompozitlerin hem S.aureous bakterisine hem de C.albicans mantarına karşı koruma sağladığı görülüp zon çapları sırasıyla 14 mm ve 18 mm olarak ölçüldü. Jelatin biyopolimeri ve P2Ox-ko-PEI polimeriyle hibrit ve çift-yüz şeklinde oluşturulan nanolifli ağ dokudaki kumaş kompozitlerin hem S.aureous bakterisine hem de C.albicans mantarına karşı etkin koruma sağladığı gözlemlendi. Ayrıca, çekirdek- kabuk şeklinde oluşturulan nanolifli ağ dokudaki kumaş kompozitin ise sadece C.albicans mantarına karşı etkin koruma sağladığı gözlemlendi. Jelatin biyopolimerine benzer şekilde WBPU ile farklı mol kütleli BPEI’ler oluşturulan hibrit, çift-yüz ve çekirdek-kabuk formlarından oluşan nanolifli ağ dokudaki kumaş kompozitlerin hepsi bu üç tür patojene karşı da koruyuculuğunun olmadığı gözlemlendi. Benzer şekilde WBPU polimerinin LPEI ile oluşturulan hibrit, çift-yüz ve çekirdek-kabuk formlarındaki ağ dokulu kumaş kompozitlerinin de yukarıda bahsedilen patojenlere karşı etkin koruma sağlayamadığı tespit edildi. WBPU/P2Ox polimerleriyle oluşan çift-yüz ve çekirdek-kabuk formdaki kumaş kompozitlerin yukarıda bahsedilen üç tür patojene karşı koruyuculuğunun olmadığı tespit edilirken, hibrit yapıdaki formu ise sadece C.albicans mantarına karşı koruma sağladığı gözlemlenip zon çapı 16 mm olarak ölçüldü. Hibrit ve çift-

yüz formda oluşturulan WBPU/P2Ox-ko-PEI ise üç tür patojene karşı koruma sağlayamadığı gözlenirken sadece çekirdek-kabuk yapıdaki formu etkin *S.aureus* ve *C.albicans*'a karşı etkin koruma sağlayıp zon çapları sırasıyla 17 mm ve 26 mm olarak ölçüldü.






Çizelge 5.19 Agar Difüzyon yöntemi ile projede hazırlanan örneklerin *E.Coli*, *S.Aureus* ve *C. Albicans* patojenlerine karşı antimikrobiyal aktivitelerini gösteren inhibisyon çap değerleri ve örneklerin fotoğrafik görüntüleri

Örnek	Inhibisyon Çapı (mm)			<i>S.Aureus</i> 'a karşı performans	<i>C.Albicans</i> 'a karşı performans
	<i>E.Coli</i>	<i>S.Aureus</i>	<i>C.Albicans</i>		
Saf pamuk dokuma	--	--	--		
HPMC/pamuk	--	--	--		
jelatin/BPEI (800) (hibrit)	--	--	--		
jelatin/BPEI (1800) (hibrit)	--	--	--		
jelatin/BPEI (10000) (hibrit)	--	--	--		
jelatin/P2Ox (hibrit)	--	--	--		
jelatin /P2Ox-co-PEI(hibrit)	--	18 mm	16 mm		
jelatin/LPEI (hibrit)	--	--	--		
WBPU/BPEI (800) (hibrit)	--	--	--		
WBPU/BPEI (1800) (hibrit)	--	--	--		
WBPU/BPEI (10000) (hibrit)	--	--	--		
WBPU /P2Ox (hibrit)	--	--	16 mm		
WBPU /P2Ox-co-PEI (hibrit)	--	--	--		
WBPU /LPEI (hibrit)	--	--	--		
Kontrol	35	22	15		

Çizelge 5.20 Agar Difüzyon yöntemi ile projede hazırlanan janus morfolojideki örneklerin E.Coli, S.Aureus ve C. Albicans patojenlerine karşı antimikrobiyal aktivitelerini gösteren inhibisyon çap değerleri ve örneklerin fotoğraflık görüntüleri

Örnek	Inhibisyon Çapı (mm)			<i>S.Aureus</i> 'a karşı performans	<i>C.Albicans</i> 'a karşı performans
	<i>E.Coli</i>	<i>S.Aureus</i>	<i>C.Albicans</i>		
jelatin/BPEI (800)	--	--	--		
jelatin/BPEI (1800)	--	--	16 mm		
jelatin/BPEI (10000)	--	--	--		
jelatin/P2Ox	--	--	--		
jelatin/P2Ox-co-PEI	--	15 mm	20 mm		
jelatin/LPEI	--	--	--		
WBPU/BPEI (800)	--	--	--		
WBPU/BPEI (1800)	--	--	--		
WBPU/BPEI (10000)	--	--	--		
WBPU /P2Ox	--	--	--		
WBPU /P2Ox-co-PEI	--	--	--		
WBPU /LPEI	--	--	--		

Çizelge 5.21 Agar Difüzyon yöntemi ile projede hazırlanan çekirdek-kabuk morfolojideki örneklerin E.Coli, S.Aureus ve C. Albicans patojenlerine karşı antimikrobiyal aktivitelerini gösteren inhibisyon çap değerleri ve örneklerin fotoğraflık görüntüleri

Örnek	Inhibisyon Çapı (mm)			<i>S.Aureus</i> 'a karşı performans	<i>C.Albicans</i> 'a karşı performans
	<i>E.Coli</i>	<i>S.Aureus</i>	<i>C.Albicans</i>		
jelatin/BPEI (800)	--	--	--		
jelatin/BPEI (1800)	--	--	--		
jelatin /BPEI (10000)	--	--	--		
jelatin/P2Ox	--	14 mm	18 mm		
jelatin/P2Ox-co-PEI	--	12 mm	--		
jelatin/LPEI	--	--	--		
WBPU/BPEI (800)	--	--	--		
WBPU/BPEI (1800)	--	--	--		
WBPU/BPEI (10000)	--	--	--		
WBPU /P2Ox	--	--	--		
WBPU /P2Ox-co-PEI	--	17 mm	26 mm		
WBPU /LPEI	--	--	--		

E. coli patojeni lipopolisakaritler içeren dış zarı ile karakterize edilen Gram-negatif bir bakteri olup bu dış zar, geçirgenlik bariyeri olarak görevi yaparak E. coli'yi PEI polimer zincirlerinde olduğu gibi katyonik polimerler de dahil olmak üzere birçok antibiyotik ve

antibakteriyel maddeye karşı daha az duyarlı hale getirmektedir (Li vd. 2022). *E. coli*'nin dış zarı negatif yüklüdür, bu da pozitif yüklü maddelerle bazı elektrostatik etkileşimlere izin verir, ancak kalın hücre duvarı genellikle bakteriyi tamamen bozulmaktan korur (Lakra vd. 2019). Dahası, *E. coli*'nin dış zarındaki porinler moleküllerin hücre zarının içerisine alımını düzenleyerek PEI polimeri gibi antibakteriyel maddelere karşı savunma mekanizmaları geliştirmektedir. *S. Aureus* patojeni ise, daha kalın peptidoglikan tabakasıyla bilinen Gram-pozitif bir bakteridir. Gram-negatif bakterilerin aksine, *S. aureus*'un dış zarı yoktur (Mayerberger vd. 2018). Bundan dolayı bu da onu PEI gibi hücre duvarı bozucu maddelere karşı daha duyarlı hale getirir. Antibakteriyel ajanların pozitif yükü, peptidoglikan tabakasındaki negatif yüklü teikoik asitlerle etkileşime girerek membranın bozulmasına yol açar (Li vd. 2021). Ayrıca, *S. aureus* patojeni antimikrobiyal ajanlara karşı direncini artıran biyofilmler oluşturabilir, ancak PEI gibi katyonik polimerlerle elektrostatik etkileşimler bu savunmaları zayıflatabilir (Lakra vd. 2019). *C. albicans* ise bir mantar türü olup insanlarda mantar enfeksiyonlarının yaygın bir nedeni olmaktadır. Kitin, glukanlar ve mannoproteinler gibi polisakkaritlerden oluşan bir hücre duvarı yapısına sahiptir (Wang vd. 2022). Mantar hücre duvarı, bakteri hücre duvarlarından daha karmaşıktır ve bu da mantarları bazı antibakteriyel ajanlara karşı daha dirençli hale getirebilir. Ancak, PEI'nin katyonik özellikleri mantar zarlarının negatif yüklü bileşenleriyle etkileşime girerek membran geçirgenliğinin bozulmasına yol açabilir (Rajabifar vd. 2024). *C. albicans* ayrıca maya ve hifal formları arasında geçiş yapma yeteneğine sahiptir ve bu da patojenitesini ve antimikrobiyal ajanlara duyarlılığını etkileyebilir (Alavi ve Nokhodchi 2022).

Jelatinle veya WBPU polimeriyle ve diğer PEI polimerleriyle elektroğrılmış tüm morfolojilerdeki nanofiberlerin *E. coli* büyümesini engellemedeki yetersizliği bu gram-negatif bakterinin karmaşık dış zar yapısına bağlanabilir. *E. coli*'nin kendine has özelliğinde olan lipopolisakkarit tabakası, PEI polimerleri gibi katyonik polimerler de dahil olmak üzere birçok antimikrobiyal maddeye karşı koruyucu bir kalkan görevi görmektedir (Lakra vd. 2019). PEI polimeri pozitif yüklü olmasına rağmen, teorik olarak negatif yüklü *E. coli* hücre zarıyla etkileşimi göstermesi beklenmemektedir. Ancak, *E. coli*'nin dış zar, iç zar ve sitoplazmik bileşenler gibi kritik etki bölgelerine erişimi kısıtlamaktadır. Dahası, porinler küçük moleküllerin geçişini düzenleyerek PEI

türevlerinin bu elektro gerilmiş kompozitlerdeki kompozitlerdeki antibakteriyel etkisini daha da sınırlayabilmektedir. Bu da jelatinin PEI ile olan tüm morfolojilerinde (hibrit, çift-yüz ve çekirdek-kılıf) hiçbirinin E. coli'ye karşı önemli ölçüde bir inhibisyon göstermemesinin nedenini açıklayabilmektedir.

Bunun aksine, Gram-pozitif bir bakteri olan S. aureus, E. coli'de bulunan dış zardan yoksundur ve bu da onu PEI gibi antibakteriyel maddelere karşı daha savunmasız hale getirir. Jelatin ile hibrit, çift-yüz ve çekirdek-kabuk formlarındaki elektroğrılmış kumaş kompozitler (GH5, GJ5 ve GCS5) ile WBPU ile çekirdek-kabuk formundaki elektroğrılmış kumaş kompozit (WCS5), patojenin kalın peptidoglikan tabakasıyla etkileşime girerek onun yapısını bozma yetenekleri nedeniyle S. aureus'a karşı etkili olabileceği gözlemlendi. Bu kompozitlerde gözlemlenen inhibisyon muhtemelen bakteri hücre duvarındaki negatif yüklü teikoik asitlerle daha güçlü elektrostatik etkileşimlere olanak tanıyan PEI'nin yüksek katyonik yükünden kaynaklanabilmektedir. Bakteri hücre duvarı bütünlüğünün bozulmasına neden olarak, hücre içi bileşenlerin sızmasına ve bakteri hücrelerinin ölümüne neden olur. Bu durumda sonuç olarak kompozitlerdeki antibakteriyel etkiyi göstermektedir. Jelatin ile tüm morfolojilerdeki örneklerin BPEI, LPEI, P2Ox ile P2Ox-ko-PEI ye kıyasla jelatin zincirleriyle daha fazla ikincil etkileşimlere neden olabileceği bunun sonucunda da katyonik etkinin zayıflaması sebebiyle S.aureus'a karşı inhibisyon geliştiremeyeceği düşünülmüştür. Lakin P2Ox-ko-PEI polimerinin uzun zincirleri arasında kısa zincirler haline bulunması beklenen PEI'nin jelatin polimeriyle daha az etkileşime girdiği varsayılmakta olup bunun sonucunda da S.aureus patojenine karşı koruma sağladığı söylenebilir. WBPU polimerinde ise sadece WCS5 nolu örneğin S.aureus'a karşı inhibisyon çapı gösterdiği bunun da benze şekilde PEI kısa zincirli yapılarından gelen koruma olduğu düşünülmektedir. WJ5 nolu örnekte WBPU dan gelen lif çaplarının daha geniş olabileceği düşünülüp P2Ox-ko-PEI'den gelen liflerin ise daha nano web yapısında olup daha iç bölgelerde kalarak PEI'nin etki mekanizmasını sağlayamadığı düşünülmektedir. Benzer şekilde WH5 nolu örnekte de WBPU'nun P2Ox-ko-PEI'yi enkapsüle ettiği bu yüzden de PEI polimerinden gelebilecek katkıyı sağlayamarak S.aureus karşı inhibisyon oluşturamadığı düşünülebilir.

C. albicans için, mantar hücre duvarındaki negatif yüklü glukanların ve kitinin varlığı, katyonik PEI için etkileşim alanları sağlayabilmektedir. S.aureus'taki benzer etkiler, C.albicans için de söylenebilir. Kompozit varlığındaki jelatin ile ikincil etkileşimlere daha az girmiş veya WBPU polimeri tarafından daha az baskılanmış katyonik PEI polimerinin kompozitteki varlığı C.albicans patojenine karşı koruma sağlamada önemli bir etkidir. Bu yüzden GH5, GJ5, GJ2 ve WCS5 yapılarındaki P2Ox-co-PEI'nin polimerler ile daha az etkileşime veya daha az baskılanması sebebiyle C.albiacans'a karşı koruyuculuk sağlanmıştır. GCS4 ve WH4 kompozitlerinde C.albicans'a karşı koruyuculuğun temas yoluyla olduğu düşünülmektedir. Mantar hücre duvarlarındaki polisakkaritlerden olan glukanlar ve mannanlar, P2Ox'in hidrofilik yapısıyla etkileşime girerek mantar zarının bütünlüğünü etkileyen ozmotik dengesizliklere neden olabilir ve bunun sonucunda da patojene karşı koruyuculuk sağlayabilir (Wang vd. 2022).

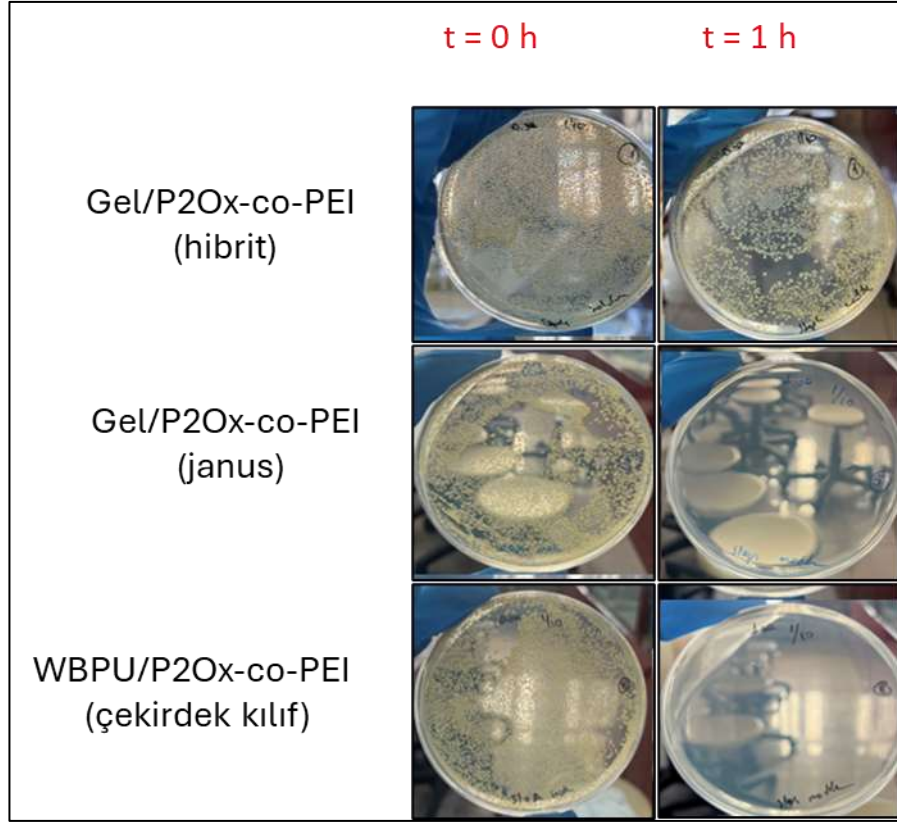
***Kantitatif Antimikrobiyal Aktivite İncelemesi Sonuçları:*** Jelatin ve WBPU polimerlerin ayrı ayrı PEI türevlerinden hibrit, çift-yüz ve çekirdek-kabuk formunda oluşturulan ağ dokudaki kumaş kompozitlerden daha önceki çalışmalarda en yüksek inhibisyon çapına sahip numunelerin S.Aureus ve C. Albicans patojenlerine karşı etkin koruma sağlayan yapıların agar difüzyon yöntemi ile S.Aureus ve C. Albicans patojenlerine karşı 1 saat süre boyunca antimikrobiyal aktivitelerini gösteren inhibisyon çap değerleriyle ve örneklerin fotoğrafik görüntüleri Çizelge 5.22'de gösterildi. Saf pamuk kumaş, S.aureous ve C.albicans'a karşı 1. Saat sonunda patojenlere karşı sayıca herhangi bir azalma ölçülemedi.

Jel/P2Ox-ko-PEI hibrit formundaki kompozit 1 saat sonunda S.aureous bakterilerinde %50 lik bir azalmayı sağlarken çift-yüz formundaki yapının 1 saat sonunda S.aureous bakterilerinde %100 lük bir korumayla yüzeyde hiçbir bakterinin yaşayamadığı gözlemlendi. Benzer şekilde, jel/P2Ox-ko-PEI hibrit ve çift-yüz formuyla oluşan yapılarının C.albicans mantarına karşı 1 saat sonunda yüzeyde hiçbir mantar yapısının yaşayamadığı gözlemlendi. Jel/BPEI (1800) bileşiminin hibrit formundaki yapısıyla jel/P2Ox çekirdek-kabuk yapısının da C.albicans'a karşı tam koruma sağladığı tespit edilmiş olup 1 saat sonunda ağ dokulu kumaş kompozitlerin yüzeylerinde hiçbir mantar yapısının olmadığı tespit edildi.

Çizelge 5.22 Agar Difüzyon yöntemi ile projede hazırlanan örneklerin E.Coli, S.Aureus ve C. Albicans patojenlerine karşı antimikrobiyal aktivitelerini gösteren inhibisyon çap değerleri ve örneklerin fotoğrafik görüntüleri

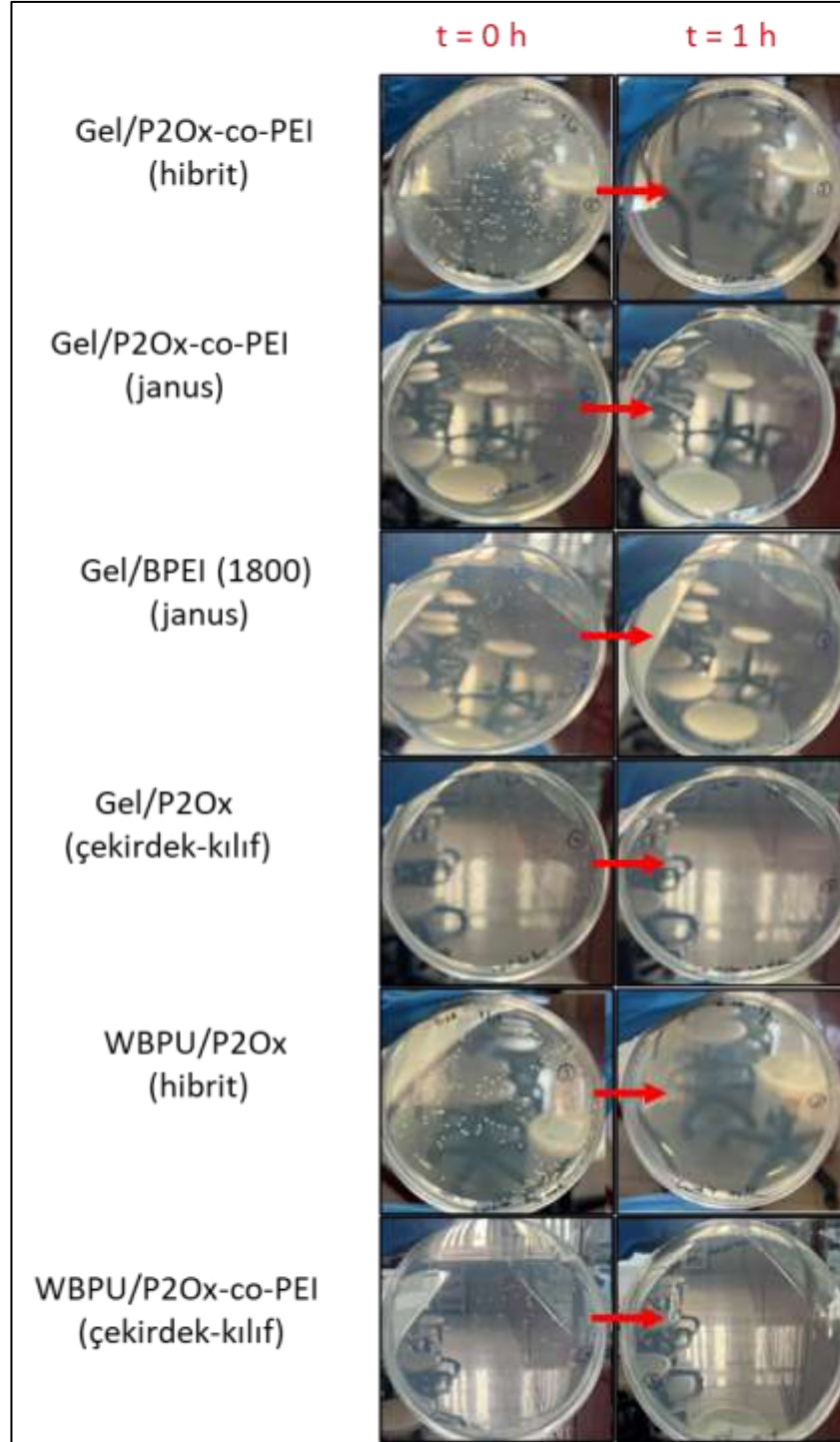
Örnek	<i>S. aureus</i> ATCC 29213	
	0. saat	1. saat
<b>Inoculum</b>	10000<	10000<
<b>Saf pamuk dokuma</b>	10000<	10000<
<b>jelatin/P2Ox-co-PEI (hibrit)</b>	10000<	5030 (49.7%)
<b>jelatin/P2Ox-co-PEI (çift-yüz)</b>	1000<	0
<b>WBPU/P2Ox-co-PEI (çekirdek kabuk)</b>	870	0
Örnek	<i>C. albicans</i> ATCC 10231	
	0. saat	1 saat
<b>Inoculum</b>	5000<	5000<
<b>Saf pamuk dokuma</b>	5000<	5000<
<b>jelatin /P2Ox-co-PEI (hibrit)</b>	20	0
<b>WBPU /P2Ox (hibrit)</b>	0	0
<b>jelatin/BPEI (1800) (hibrit)</b>	40	0
<b>jelatin/P2Ox-co-PEI (çift-yüz)</b>	0	0
<b>jelatin /P2Ox (çekirdek-kabuk)</b>	40	0
<b>WBPU/P2Ox-co-PEI (çekirdek kabuk)</b>	0	0

Jel/P2Ox-co-PEI (hibrit), jel/P2Ox-co-PEI (janus) ve WBPU/P2Ox-co-PEI (çekirdek-kabuk) örneklerinin S. aureus ATCC 29213 patojenine karşı 0. ve 1. Saat sonundaki performansları Şekil 5.85'te gösterildi. GJ5 ve WCS5'e eklenen kumaş kompozitlerin S.aureus bakterilerin 1 saat sonunda tamamen tok ettiği gözlemlendi. GH5'te ise 1 sonundaki bakteri kolonisinde azalma olduğu gözlemlendi.



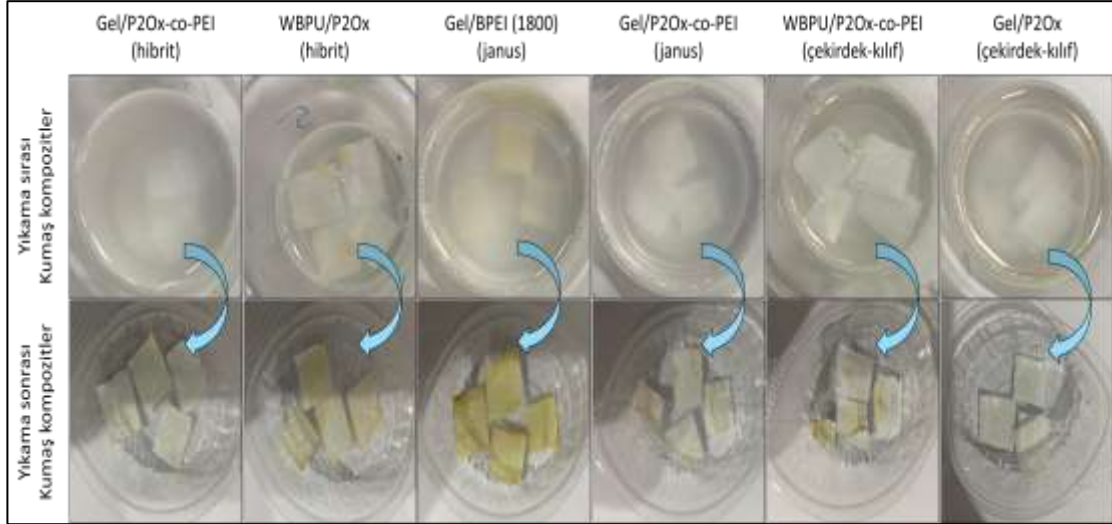
Şekil 5.85 Jel/P2Ox-ko-PEI (hibrit), jel/P2Ox-ko-PEI (çift-yüz) ve WBPU/P2Ox-ko-PEI (çekirdek-kabuk) örneklerinin *S. aureus* ATCC 29213 patojenine karşı 0. ve 1. Saat sonundaki performansları

Jel/P2Ox-ko-PEI (hibrit), jel/P2Ox-ko-PEI (janus), jel/BPEI(1800) (çift-yüz), jel/P2Ox (çekirdek-kabuk), WBPU/P2Ox(hibrit) ve WBPU/P2Ox-co-PEI (çekirdek-kabuk) örneklerinin *C. albicans* ATCC 10231 patojenine karşı 0. ve 1. saat sonundaki performansları Şekil 5.86'da gösterildi. 1 saat sonunda petri kabına eklenen kompozitlerin *C.albican*'a karşı tamamen koruyuculuk sağladığı gözlemlendi.



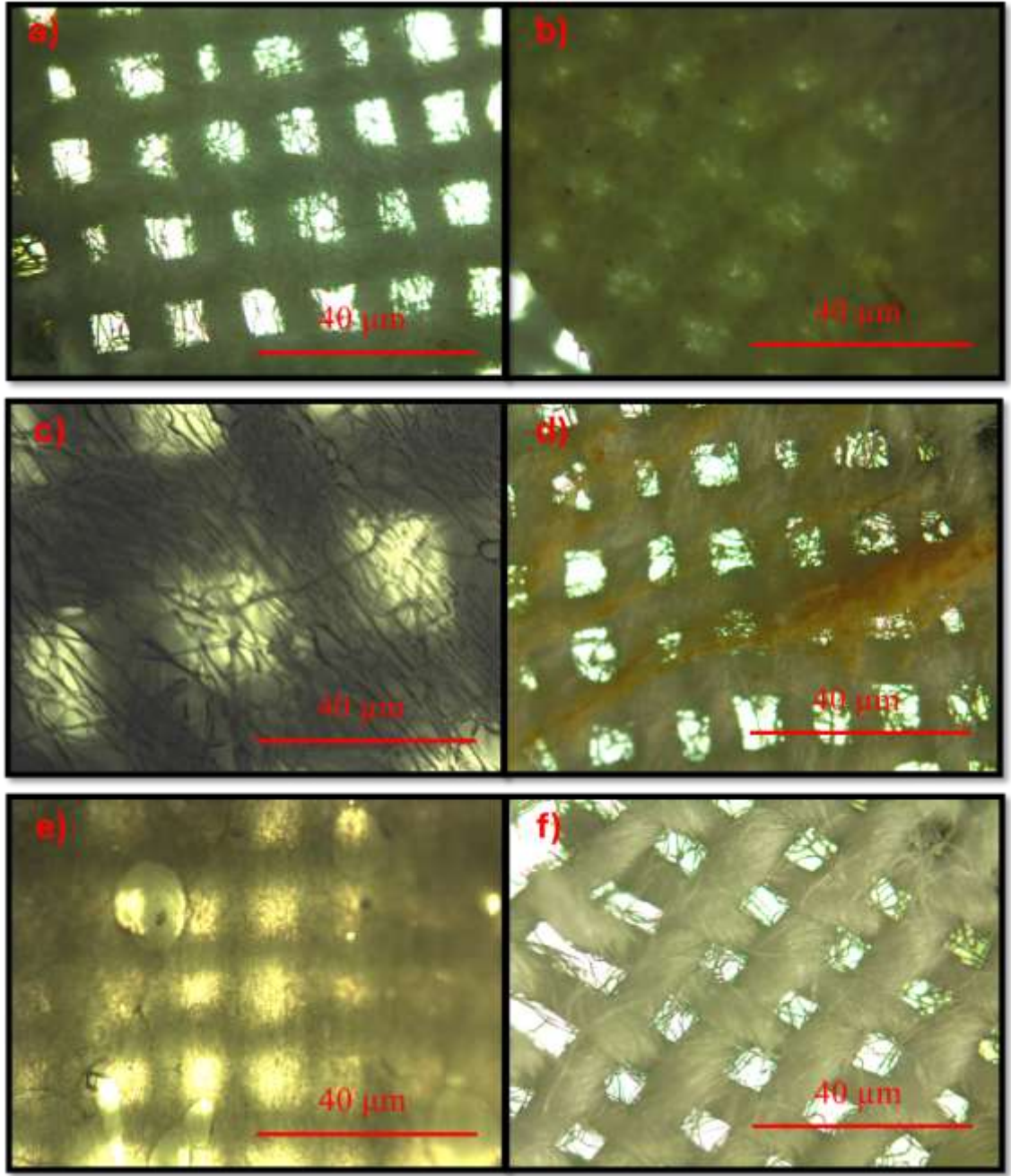
Şekil 5.86 jel/P2Ox-co-PEI (hibrit), jel/P2Ox-co-PEI (çift-yüz), jel/BPEI(1800) (çift-yüz), jel/P2Ox (çekirdek-kabuk), WBPU/P2Ox(hibrit) ve WBPU/P2Ox-co-PEI (çekirdek-kabuk) örneklerinin *C. albicans* ATCC 10231 patojenine karşı 0. ve 1. saat sonundaki performansları

Jel/P2Ox-ko-PEI (hibrit), WBPU/P2Ox(hibrit), jel/BPEI(1800) (çift-yüz), jel/P2Ox-ko-PEI (çift-yüz), WBPU/P2Ox-ko-PEI (çekirdek-kabuk) ve jel/P2Ox (çekirdek-kabuk) örneklerinin yıkama testi sırası ve sonrasında kumaş kompozitlerin dijital fotoğrafları Şekil 5.87’de gösterildi. Yıkama testi sonrası bazı kompozitlerin yüzeylerinde lif kaybı yaşanırken bazılarında ise lif varlığı korunmuştur.



Şekil 5.87 Yıkama testi sırası ve sonrasında kumaş kompozitlerin dijital fotoğrafları

Jel/P2Ox-ko-PEI (hibrit), WBPU/P2Ox(hibrit), jel/BPEI(1800) (çift-yüz), jel/P2Ox-ko-PEI (çift-yüz), WBPU/P2Ox-ko-PEI (çekirdek-kabuk) ve jel/P2Ox (çekirdek-kabuk) örneklerinin yıkama testi sonrasında kumaş kompozitlerin optik mikroskop görüntüleri Şekil 5.88’de gösterildi. Jel/P2Ox-ko-PEI (hibrit) ve Jel/P2Ox (çift-yüz) formlarındaki kumaş üzerindeki lif dokusunun yıkama işlemi ardından kompozitlerin üzerinde korunamadığı gözlemlendi. Jel/P2Ox-ko-PEI (çift-yüz), WBPU/P2Ox-ko-PEI (çekirdek-kabuk) örnekleri ise liflerin kumaş yüzeyinden kısmen çözündüğü büyük miktarının ise kumaş yüzeyine kaplı şekilde korunduğu gözlemlendi. WBPU/P2Ox(hibrit), jel/BPEI(1800) (çift-yüz) formlarındaki örneklerde ise yıkama işleminin ardından liflerin kumaş yüzeylerinde korunduğu gözlemlendi.





Şekil 5.88 Yıkama testi sonrasında kumaş kompozitlerin optik mikroskop görüntüleri

Jel/P2Ox-ko-PEI (hibrit), WBPU/P2Ox(hibrit), jel/BPEI(1800) (çift-yüz), jel/P2Ox-ko-PEI (çift-yüz), WBPU/P2Ox-ko-PEI (çekirdek-kabuk) ve jel/P2Ox (çekirdek-kabuk) örneklerinin yıkama testi sonrasında kumaş kompozitlerin agar difüzyon yöntemi *S.Aureus* ve *C. Albicans* patojenlerine karşı antimikrobiyal aktivitelerini gösteren inhibisyon çap değerleri ve örneklerin fotoğrafik görüntüleri Çizelge 5.23'te gösterildi.



Sadece çekirdek-kabuk formuyla oluşan WBPU /P2Ox-ko-PEI ağ dokulu kumaş kompozitin S.ureosu'a karşı koruma etkisinin kaybediği C.albicans'a karşı ise korumanın devam ettiğini gözlenen zon çapı 20 mm olarak ölçüldü.

Örneklerin yıkama testi sonrası S.Aureus ve C.albicans patojenlerine karşı antimikrobiyal aktivitelerini gösteren inhibisyon çap değerleri ve örneklerin fotoğrafik görüntüleri Çizelge 5.23-24'de gösterildi. Yıkama testi sonrası örneklerin neredeyse tamamı yüzeylerinde lif kaybı yaşanmasından dolayı S.aureus ve C.albicans patojenlerine karşı cevap verememişlerdir. WBPU/P2Ox-ko-PEI (çekirdek-kabuk formunda yapıda ise C.albicans'a karşı 20 mm değerinde inhibisyon sağladığı gözlemlendi. Bu inhibisyon alanının homojen olmadığı ve yıkama testi sonrası lif yüzeyinde kalan P2Ox-ko-PEI'deki PEI kısa zincirlerinden kaynaklandığı düşünülebilir.

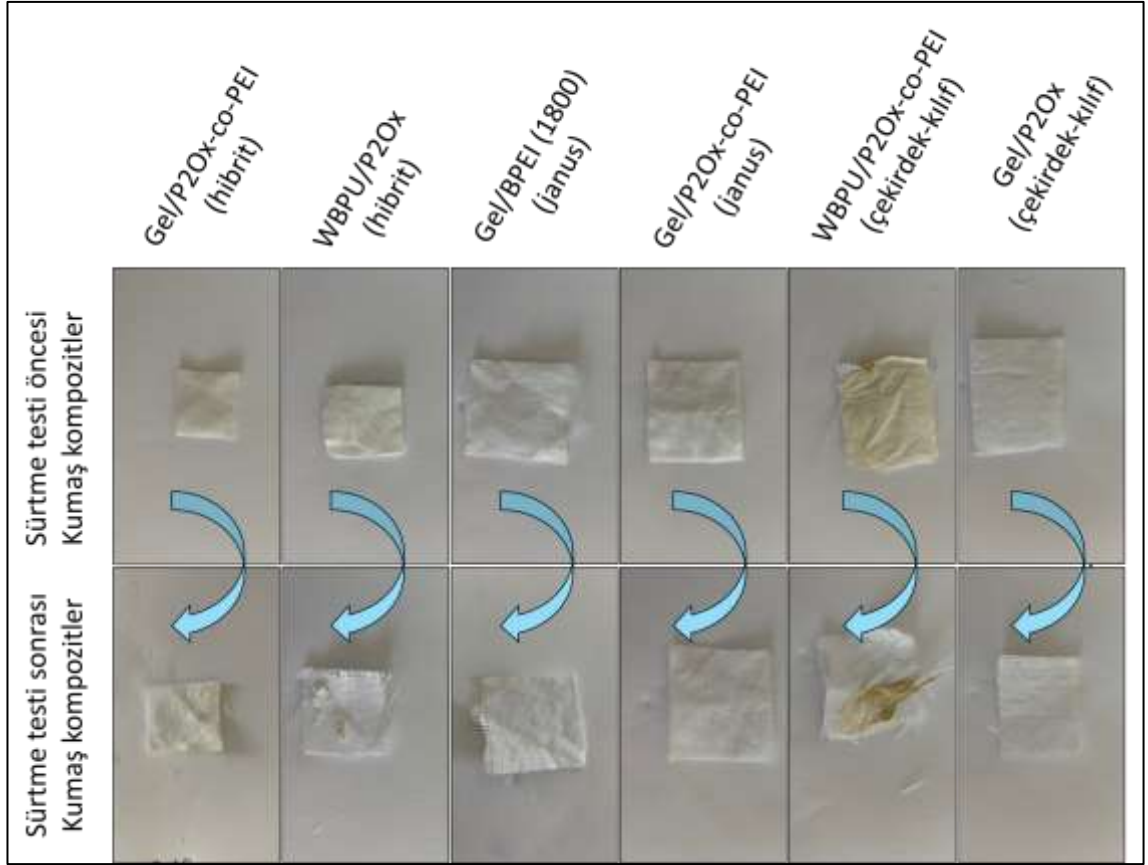
Çizelge 5.23 Agar Difüzyon yöntemi ile projede hazırlanan örneklerin yıkama testi sonrası S.Aureus patojenine karşı antimikrobiyal aktivitelerini gösteren inhibisyon çap değerleri ve örneklerin fotoğrafik görüntüleri

Örnek	İnhibisyon çapı	S.Aureus'a karşı performans
	S.Aureus	
<b>jelatin/P2Ox-ko-PEI (hibrit)</b>	1 mm	
<b>jelatin/P2Ox-ko-PEI (janus)</b>	--	--
<b>WBPU/P2Ox-ko-PEI (çekirdek-kabuk)</b>	--	--
<b>kontrol</b>	--	

Çizelge 5.24 Agar Difüzyon yöntemi ile projede hazırlanan örneklerin yıkama testi sonrası *C. Albicans* patojenine karşı antimikrobiyal aktivitelerini gösteren inhibisyon çap değerleri ve örneklerin fotoğrafik görüntüleri

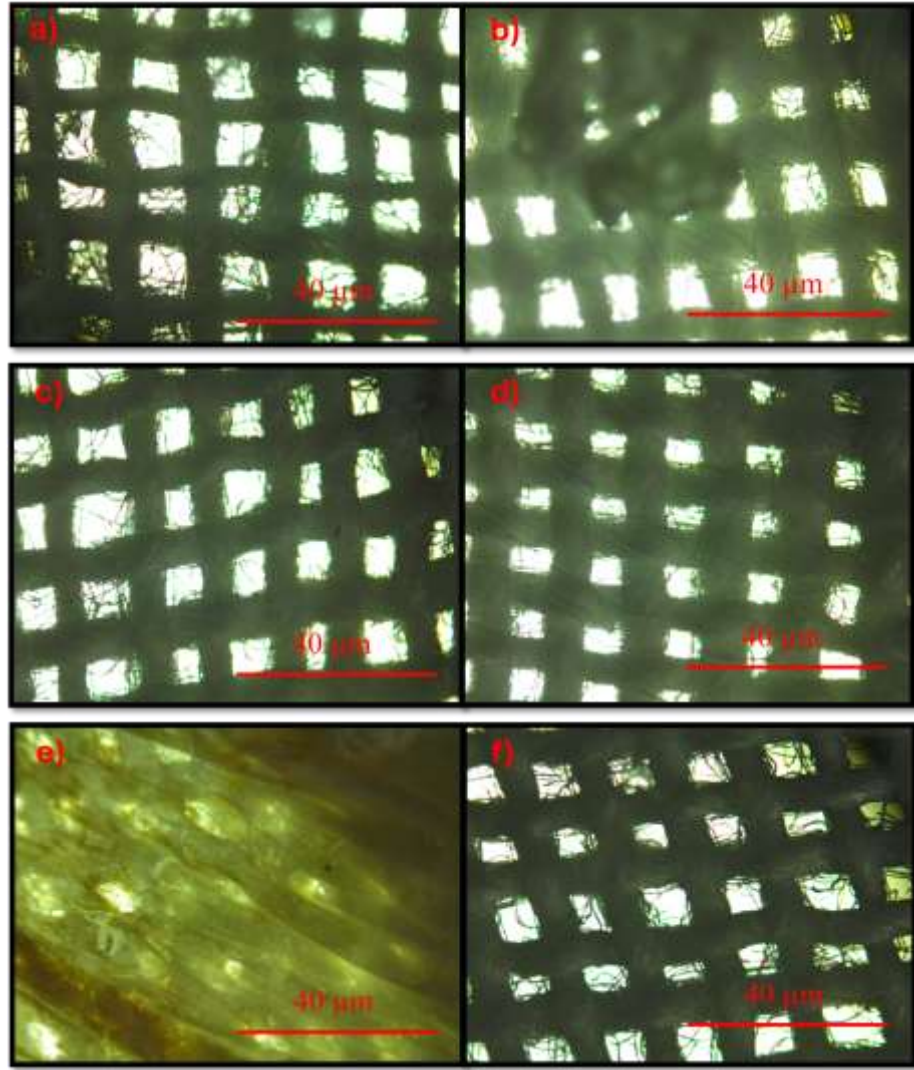
Örnek	İnhibisyon çapı	<i>C. Albicans</i> 'a karşı performans
	<i>C. Albicans</i>	
<b>jelatin/BPEI_1800 (hibrit)</b>	--	--
<b>jelatin/P2Ox-co-PEI (hibrit)</b>	--	--
<b>jelatin/P2Ox-ko-PEI (janus)</b>	--	--
<b>jelatin/P2Ox(çekirdek-kabuk)</b>		--
<b>WBPU /P2Ox (hibrit)</b>	--	--
<b>WBPU /P2Ox-ko-PEI (çekirdek-kabuk)</b>	20 mm	
<b>kontrol</b>	--	

Jel/P2Ox-ko-PEI (hibrit), WBPU/P2Ox(hibrit), jel/BPEI(1800) (çift-yüz), jel/P2Ox-ko-PEI (janus), WBPU/P2Ox-ko-PEI (çekirdek-kabuk) ve jel/P2Ox (çekirdek-kabuk) örneklerinin yıkama testi sırası ve sonrasında kumaş kompozitlerin dijital fotoğrafları Şekil 5.89'da gösterildi.



Şekil 5.89 Sürtme testi öncesinde ve sonrasında kumaş kompozitlerin üzerlerindeki naolifli ağ doku yapıdaki değişimleri gösteren dijital fotoğrafları

Jel/P2Ox-ko-PEI (hibrit), WBPU/P2Ox(hibrit), jel/BPEI(1800) (çift-yüz), jel/P2Ox-ko-PEI (çift-yüz), WBPU/P2Ox-ko-PEI (çekirdek-kabuk) ve jel/P2Ox (çekirdek-kabuk) örneklerinin sürtme testi sonrasında kumaş kompozitlerin optik mikroskop görüntüleri Şekil 5.90'da gösterildi. WBPU/P2Ox(hibrit), jel/BPEI(1800) (çift-yüz), jel/P2Ox-ko-PEI (çift-yüz) ve jel/P2Ox (çekirdek-kabuk) örnekleri sürtme testi sonrası yüzeylerinde ağ dokulu liflerin kalamadığı gözlemlendi. Diğer örneklere kıyasla Jel/P2Ox-ko-PEI (hibrit) ile WBPU/P2Ox-ko-PEI (çekirdek-kabuk) örneklerinde sürtme testi sonrasında kumaş yüzeyinde lif dokusu zarar görse de kısmen liflerin bir bölümü kumaş yüzeyinde korunmayı başardı.






Şekil 5.90 Sürtme testi sonrasında kumaş kompozitlerin optik mikroskop görüntüleri

Jel/P2Ox-ko-PEI (hibrit), WBPU/P2Ox(hibrit), jel/BPEI(1800) (çift-yüz), jel/P2Ox-ko-PEI (çift-yüz), WBPU/P2Ox-ko-PEI (çekirdek-kabuk) ve jel/P2Ox (çekirdek-kabuk) örneklerinin sürtme testi sonrasında kumaş kompozitlerin agar difüzyon yöntemi *S.Aureus* ve *C. Albicans* patojenlerine karşı antimikrobiyal aktivitelerini gösteren inhibisyon çap değerleri ve örneklerin fotoğrafik görüntüleri Çizelge 5.25-26'da gösterildi. Çift yüz formdaki jel/P2Ox-ko-PEI ve çekirdek-kabuk formundaki WBPU/P2Ox-ko-PEI ağ dokulu kumaş kompozitlerin sadece *C.albicans*'a karşı koruma etkisini sürdürdüğü gözlenip zon çapları sırasıyla 18 mm ve 20 mm olarak ölçüldü. Ancak, bu inhisyon çapları homojen olmayıp sürtme testi sonrası kumaş yüzeyinde kalmış olan liflere atfedilmektedir.

Çizelge 5.25 Agar Difüzyon yöntemi ile projede hazırlanan örneklerin sürtme testi sonrası S.Aureus patojenine karşı antimikrobiyal aktivitelerini gösteren inhibisyon çap değerleri ve örneklerin fotoğrafik görüntüleri

Örnek	İnhibisyon çapı	S.Aureus'a karşı performans
	S.Aureus	
jelatin/P2Ox-ko-PEI (hibrit)	--	--
jelatin/P2Ox-ko-PEI (çift-yüz)	--	--
WBPU/P2Ox-ko-PEI (çekirdek-kabuk)	--	--

Çizelge 5.26 Agar Difüzyon yöntemi ile projede hazırlanan örneklerin sürtme testi sonrası C. Albicans patojenine karşı antimikrobiyal aktivitelerini gösteren inhibisyon çap değerleri ve örneklerin fotoğrafik görüntüleri

Örnek	İnhibisyon çapı	C. Albicans'a karşı performans
	C. Albicans	
jelatin/BPEI_1800 (hibrit)	--	--
jelatin/P2Ox-ko-PEI (hibrit)	--	--
jelatin/P2Ox-ko-PEI (janus)	18 mm	
jelatin/P2Ox(çekirdek-kabuk)		--
WBPU /P2Ox (hibrit)		
WBPU /P2Ox-ko-PEI (çekirdek-kabuk)	20 mm	
kontrol	--	

Çizelge 5.27 Elektroğrılmış liflerin patojenlere karşı koruma alanlarının karşılaştırılması

<b>Polimer</b>	<b>Morfoloji</b>	<b>Patojen türü ve İnhibisyon Alanı</b>	<b>Referans</b>
Jelatin	-	S.aureus, inhibisyon yok E.coli, inhibisyon yok	(Abbasi vd. 2022)
Jelatin/terbinafin hidroklorit	Hibrit	C.albicans, inhibisyon yok	(Paskiabi vd. 2016)
Jelatin/selüloz asetat	Hibrit	S.aureus, 11 mm E.coli, 12 mm	(Abbasi vd. 2022)
Jelatin/PCL	Hibrit	C. albicans, 36 mm	(Manjit vd. 2024)
Jelatin/PCL/ lulikonazol	Hibrit	C.albicans, 12 mm	(Vidyadhari vd. 2023)
Jelatin/ Klorampenikol	Hibrit	C.albicans, 20 mm	(Nada vd. 2016)
Jelatin/P2Ox-ko- PEI	Hibrit	S.aureus, 18 mm C.albicans, 16 mm	Tez çalışması
Jelatin/BPEI	Çift-yüz	C.albicans, 16 mm	Tez çalışması
Jelatin/P2Ox-ko- PEI	Çift-yüz	S.aureus, 15 mm C.albicans, 20 mm	Tez çalışması
Jelatin/P2Ox		S.aureus, 14 mm C.albicans, 18 mm	Tez çalışması
Jelatin/P2Ox-ko- PEI	Çekirdek- kabuk	S.aureus, 12 mm	Tez çalışması
WBPU/P2Ox		C.albicans, 16 mm	Tez çalışması
Jelatin/P2Ox-ko- PEI	Çekirdek- kabuk	S.aureus, 17 mm C.albicans, 26 mm	Tez çalışması

## 6. SONUÇ

- P2Ox'un kontrollü hidrolizi yapılarak P2Ox-ko-PEI polimeri sentezlendi ve elektro-eğirme deneyleri içinde uygun çözücü olarak asit FAc ya da Ac çözücülerini tercih edildi.
- Üç farklı zincir genişleticiyle (PDO, BDO ve gliserol) WBPU sentezlendi ve bunların elektro-eğirme ile lif elde edilme koşulları incelendi. En uygun olarak PDO seçilerek kumaş yüzeyine elektro-eğirme çalışmalarında WBPU4 örneği kullanıldı. Sentezlenen WBPU'nun kloroform ya da asit çözücülerini (FAc) için uygun olduğu tespit edildi. WBPU4 ile Al folyo yüzeyinde lif verme koşulları (elektro eğirme ve çözelti parametreleri) incelendi, en uygun parametreler olarak bundan sonraki WBPU ile ilgili yapılacak elektro-eğirme deneylerinde kullanılmak üzere: [WBPU]= %23 (kloroform çözücüsü), 27 kV'da, 10 cm mesafede, 400 rpm'de, 1,8 µL/h akış hızı ve geniş ağızlıklı çift uçlu düze olarak belirlendi.
- Jelatin biyopolimerinin Al folyo yüzeyinde lif verme koşulları (elektro eğirme ve çözelti parametreleri) incelendi, en uygun parametreler olarak bundan sonraki jelatin ile ilgili elektro-eğirme deneylerinde kullanılmak üzere: [jelatin]= %20 (721 çözücü sisteminde), 20 kV'da, 10 cm mesafede, 400 rpm'de ve 0,3 µL/h akış hızı ve dar ağızlıklı çift uçlu düze olarak belirlendi.
- Jelatin biyopolimerinin pamuk kumaş yüzeyinde daha iyi tutunması için elektro-eğirme deneyinden önce kumaş yüzeyi %2,5 HPMC polimeriyle hafifçe ıslatılarak liflerin daha iyi tutunduğu gözlemlendi. Benzer şekilde WBPU deneylerinde de aynı yöntem uygulanması WBPU liflerinin pamuk kumaş yüzeyinden daha iyi tutunduğu gözlemlendi.
- Jelatin biyopolimeriyle BPEI, P2Ox, P2Ox-ko-PEI ve LPEI polimerlerinin üç farklı morfolojideki; hibrit, çift-yüz ve çekirdek-kılıf olmak üzere pamuk kumaş yüzeylerindeki elektro-eğirilmiş lifleri elde edildi. Kumaş yüzeyindeki liflerle beraber oluşan malzemelerin kalınlıkları ölçüldü ve en kalın çift-yüz morfolojisiyle elde

edilenler olurken daha sonra bunları çekirdek-kılıf morfolojisinin takip ettiği görülmekte. Göreceli olarak daha ince kalınlığa sahip malzemeler hibrit morfolojisiyle elde edildi. Benzer sonuçlar WBPU ve BPEI, P2Ox, P2Ox-ko-PEI ve LPEI polimerlerinin üç farklı morfolojideki; hibrit, çift-yüz ve çekirdek-kılıf olmak üzere pamuk kumaş yüzeylerindeki elektro-eğrilmiş liflerinde de görülmektedir.

- Jelatin biyopolimeriyle BPEI, P2Ox, P2Ox-ko-PEI ve LPEI polimerlerinin üç farklı morfolojideki; hibrit, çift-yüz ve çekirdek-kılıf olmak üzere pamuk kumaş yüzeylerindeki elektro-eğrilmiş liflerin antibakteriyel özellikleri (*E.coli*, *S.aureus* ve *C.albicans*) incelendi ve *E.coli*'ye karşı bütün morfolojilerde koruma sağlanamadığı tespit edildi. Hibrit morfolojide, GH2 sadece *C.albicans*'a (inhibisyon alanı 16 mm) karşı koruyuculuk gösterirken, GH5 hem *S.aureus*'a (inhibisyon alanı 18 mm) hem de *C.albicans*'a (inhibisyon alanı 16 mm) karşı koruyuculuk gösterdiği bulundu. Çift-yüz morfolojisinde, GJ5 hem *S.aureus*'a (inhibisyon alanı 15 mm) hem de *C.albicans*'a (inhibisyon alanı 20 mm) karşı koruyuculuk gösterdiği bulundu. Çekirdek-kabuk morfolojisinde ise, GCS5 sadece *S.aureus*'a (inhibisyon alanı 12 mm) karşı koruyuculuk gösterirken, GCS4 hem *S.aureus*'a (inhibisyon alanı 14 mm) hem de *C.albicans*'a (inhibisyon alanı 18 mm) karşı koruyuculuk gösterdiği bulundu.
- WBPU polimeriyle BPEI, P2Ox, P2Ox-ko-PEI ve LPEI polimerlerinin üç farklı morfolojideki; hibrit, çift-yüz ve çekirdek-kılıf olmak üzere pamuk kumaş yüzeylerindeki elektro-eğrilmiş liflerin antibakteriyel özellikleri (*E.coli*, *S.aureus* ve *C.albicans*) incelendi ve *E.coli*'ye karşı bütün morfolojilerde koruma sağlayamadığı tespit edildi. Hibrit morfolojide, WH4 sadece *C.albicans*'a (inhibisyon alanı 16 mm) karşı koruyuculuk gösterdiği bulundu. Bütün çift-yüz morfolojilerinde, hem *S.aureus*'a hem de *C.albicans*'a karşı koruyuculuk sağlanamadığı tespit dildi. Çekirdek-kabuk morfolojisinde ise, WCS5 hem *S.aureus*'a (inhibisyon alanı 17 mm) hem de *C.albicans*'a (inhibisyon alanı 26 mm) karşı koruyuculuk gösterdiği bulundu.
- Antibakteriyel koruyuculuk sağlayan örneklerin patojenlere karşı 1 saat sonundaki kantitatif analizi yapıldı. *S.aureus*'a karşı GH5 %50 civarında bakteri sayısında azalma gözlenirken, GJ5 ve WCS5 örneklerinde bakterilerin petri kabına konar konmaz aktivitelerini yitirdiklerini ve %100 koruma sağladıkları görüldü.

C.albicans'a karşı ise GH2, GH5, GJ5, GCS4, WH4 ve WCS5 örnekleri benzer şekilde petri kabına konar konmaz aktivitelerini yitirdiklerini ve %100 koruma sağladıkları gözlemlendi.

- En iyi antibakteriyel sonucu veren örneklerin yıkama testi sonrası S.aureus ve C.albicans'a karşı antibakteriyel özellikleri incelenmiş olup pamuk kumaş yüzeylerinde bazı örnekler üzerindeki lif varlığının korunamadığı tespit edildi. GH5 nolu örneğin yıkama sonrası kumaş yüzeyinde liflerin bazı bölgelerinde lif varlığının korunmasından dolayı S.aureus'a karşı zayıf koruma sağladığı tespit edildi. C.albicans'a karşı ise sadece WCS5 nolu örnek (inhibisyon alanı 20 mm) koruma sağladığı bulundu.
- En iyi antibakteriyel sonucu veren örneklerin sürtme testi sonrası antibakteriyel özellikleri (S.aureus ve C.albicans'a karşı) incelendi. Daha önce S.aureus'a karşı koruyuculuk sağlayan örneklerin hiçbiri sürtme testi sonrası koruyuculuk özelliklerini devam ettiremedikleri tespit edildi. C.albicans'a karşı ise GJ5 nolu örnek 18 mm inhibisyon alanıyla koruma sağlarken, WCS5 nolu örnek ise 20 mm inhibisyon alanıyla koruma sağladığı bulundu.
- Sonuç olarak GSC5 ve WCS5 örnekleri yıkama ve sürtme testi sonrası C.albicans'a karşı koruma sağlayarak 20 mm inhibisyon çapı oluşturarak koruma sağladığı tespit edilerek uzun vadede antimikrobiyal tekstil işlemlerinde kullanılma potansiyeline sahip olduğunu göstermektedir.

## KAYNAKLAR

- Abbasi, H., Fahim, H., & Mahboubi, M. 2021. Fabrication and characterization of composite film based on gelatin and electrospun cellulose acetate fibers incorporating essential oil. *Journal of Food Measurement and Characterization*, 15(2), 2108-2118.
- Acik, B., Acik, G. ve Erdemi, H. 2021. Synthesis and characterization of bile acid, poly ( $\epsilon$ -caprolactone) and L-lysine diisocyanate ethyl ester based polyurethanes and investigation of their biodegradability properties. *European Polymer Journal*, 146, 110247.
- Adeli-Sardou, M., Torkzadeh-Mahani, M., Yaghoobi, M. M. ve Dodel, M. 2018. Antibacterial and anti-biofilm investigation of electrospun PCL/gelatin/Lawsone nano fiber scaffolds against biofilm producing bacteria. *Biomacromolecular Journal*, 4(1), 46-57.
- Ahmadi, S., Hivechi, A., Bahrami, S. H., Milan, P. B. ve Ashraf, S. S. 2021. Cinnamon extract loaded electrospun chitosan/gelatin membrane with antibacterial activity. *International journal of biological macromolecules*, 173, 580-590.
- Aileni, R. M. ve Chiriac, L. 2022. Conductive Membranes Based on Cotton Fabric Coated with Polymers for Electrode Applications. *Materials*, 15(20), 7286.
- Ajmal, G., Bonde, G. V., Mittal, P., Khan, G., Pandey, V. K., Bakade, B. V. ve Mishra, B. 2019. Biomimetic PCL-gelatin based nanofibers loaded with ciprofloxacin hydrochloride and quercetin: A potential antibacterial and anti-oxidant dressing material for accelerated healing of a full thickness wound. *International Journal of Pharmaceutics*, 567, 118480.
- Al Kayal, T., Giuntoli, G., Cavallo, A., Pisani, A., Mazzetti, P., Fonnesu, R., Rosellini, A., Pistello, M., D'Acunto, M. ve Soldani, G. 2023. Incorporation of Copper Nanoparticles on Electrospun Polyurethane Membrane Fibers by a Spray Method. *Molecules*, 28(16), 5981.
- Alavi, M. ve Nokhodchi, A. 2022. Antimicrobial and wound healing activities of electrospun nanofibers based on functionalized carbohydrates and proteins. *Cellulose*, 29(3), 1331-1347.
- Ali, I. H., Ouf, A., Elshishiny, F., Taskin, M. B., Song, J., Dong, M., Chen, M., Siam, R. ve Mamdouh, W. 2022. Antimicrobial and wound-healing activities of graphene-reinforced electrospun chitosan/gelatin nanofibrous nanocomposite scaffolds. *ACS omega*, 7(2), 1838-1850.
- Alinezhad Sardareh, E., Shahzeidi, M., Salmanifard Ardestani, M. T., Mousavi-Khattat, M., Zarepour, A. ve Zarrabi, A. 2022. Antimicrobial activity of blow spun PLA/gelatin nanofibers containing green synthesized silver nanoparticles against wound infection-causing bacteria. *Bioengineering*, 9(10), 518.
- Alonso-Lerma, B., Larraza, I., Barandiaran, L., Ugarte, L., Saralegi, A., Corcuera, M. A., Perez-Jimenez, R. ve Eceiza, A. 2021. Enzymatically produced cellulose

- nanocrystals as reinforcement for waterborne polyurethane and its applications. *Carbohydrate Polymers*, 254, 117478.
- Atıcı, B., Ünlü, C. H. ve Yanılmaz, M. 2022. A review on centrifugally spun fibers and their applications. *Polymer Reviews*, 62(1), 1-64.
- Baumgarten, P. K. 1971. Electrostatic spinning of acrylic microfibers. *Journal of Colloid and Interface Science*, 36(1), 71-79.
- Beikzadeh, S., Hosseini, S. M., Mofid, V., Ramezani, S., Ghorbani, M., Ehsani, A. ve Mortazavian, A. M. 2021. Electrospun ethyl cellulose/poly caprolactone/gelatin nanofibers: The investigation of mechanical, antioxidant, and antifungal properties for food packaging. *International journal of biological macromolecules*, 191, 457-464.
- Bhardwaj, N. ve Kundu, S. C. 2010. Electrospinning: a fascinating fiber fabrication technique. *Biotechnol Adv*, 28(3), 325-347.
- Bhardwaj, N. ve Kundu, S. C. 2010. Electrospinning: A fascinating fiber fabrication technique. *Biotechnology advances*, 28(3), 325-347.
- Bhushani, J. A. ve Anandharamakrishnan, C. 2014. Electrospinning and electrospraying techniques: Potential food based applications. *Trends in Food Science & Technology*, 38(1), 21-33.
- Castillo-Cruz, O., Aviles, F., Vargas-Coronado, R., Cauich-Rodríguez, J. V., Chan-Chan, L. H., Sessini, V. ve Peponi, L. 2019. Mechanical properties of l-lysine based segmented polyurethane vascular grafts and their shape memory potential. *Materials Science and Engineering: C*, 102, 887-895.
- Cateto, C., Barreiro, M. ve Rodrigues, A. 2008. Monitoring of lignin-based polyurethane synthesis by FTIR-ATR. *industrial crops and products*, 27(2), 168-174.
- Chen, C., Dirican, M. ve Zhang, X. (2019). Centrifugal spinning—high rate production of nanofibers. *Electrospinning: Nanofabrication and applications*, Elsevier: 321-338.
- Colombo, A., Gherardi, F., Goidanich, S., Delaney, J., De La Rie, E., Ubaldi, M., Toniolo, L. ve Simonutti, R. 2015. Highly transparent poly (2-ethyl-2-oxazoline)-TiO<sub>2</sub> nanocomposite coatings for the conservation of matte painted artworks. *RSC Advances*, 5(103), 84879-84888.
- Dadras Chomachayi, M., Solouk, A., Akbari, S., Sadeghi, D., Mirahmadi, F. ve Mirzadeh, H. 2018. Electrospun nanofibers comprising of silk fibroin/gelatin for drug delivery applications: thyme essential oil and doxycycline monohydrate release study. *Journal of Biomedical Materials Research Part A*, 106(4), 1092-1103.
- Daristotle, J. L., Behrens, A. M., Sandler, A. D. ve Kofinas, P. 2016. A review of the fundamental principles and applications of solution blow spinning. *ACS applied materials & interfaces*, 8(51), 34951-34963.
- Devi, N., Sarmah, M., Khatun, B. ve Maji, T. K. 2017. Encapsulation of active ingredients in polysaccharide–protein complex coacervates. *Advances in Colloid and Interface Science*, 239, 136-145.

- Dheraprasart, C., Rengpipat, S., Supaphol, P. ve Tattiyakul, J. 2009. Morphology, release characteristics, and antimicrobial effect of nisin-loaded electrospun gelatin fiber mat. *Journal of food protection*, 72(11), 2293-2300.
- Dongargaonkar, A. A., Bowlin, G. L. ve Yang, H. 2013. Electrospun blends of gelatin and gelatin–dendrimer conjugates as a wound-dressing and drug-delivery platform. *Biomacromolecules*, 14(11), 4038-4045.
- Eda, G., Liu, J. ve Shivkumar, S. 2007. Solvent effects on jet evolution during electrospinning of semi-dilute polystyrene solutions. *European polymer journal*, 43(4), 1154-1167.
- Erdoğan, M. K., Akdemir, Ö., Hamitbeyli, A. ve Karakışla, M. 2020. Preparation of hydrophilic woven fabrics: Surface modification of poly(ethylene terephthalate) by grafting of poly(vinyl alcohol) and poly(vinyl alcohol)-g-(N-vinyl-2-pyrrolidone). *Journal of Applied Polymer Science*, 137(16), 48584.
- Fernández, M. J., Fernández, M. D. ve Cobos, M. 2014. Synthesis, characterization and properties of telechelic hybrid biodegradable polymers containing polyhedral oligomeric silsesquioxane (POSS). *RSC Advances*, 4(41), 21435-21449.
- Figuroa-Lopez, K. J., Castro-Mayorga, J. L., Andrade-Mahecha, M. M., Cabedo, L. ve Lagaron, J. M. 2018. Antibacterial and barrier properties of gelatin coated by electrospun polycaprolactone ultrathin fibers containing black pepper oleoresin of interest in active food biopackaging applications. *Nanomaterials*, 8(4), 199.
- Formhals, A. 1939. Method and apparatus for spinning. US patent, 2.
- Gajjar, C. R., Stallrich, J. W., Pasquinelli, M. A. ve King, M. W. 2021. Process–property relationships for melt-spun poly (lactic acid) yarn. *ACS omega*, 6(24), 15920-15928.
- Gao, Y., Wang, Y., Wang, Y. ve Cui, W. 2016. Fabrication of gelatin-based electrospun composite fibers for anti-bacterial properties and protein adsorption. *Marine Drugs*, 14(10), 192.
- Ghomi, E. R., Lakshminarayanan, R., Chellappan, V., Verma, N. K., Chinnappan, A., Neisiany, R. E., Amuthavalli, K., Poh, Z. S., Wong, B. H. S. ve Dubey, N. 2023. Electrospun aligned PCL/gelatin scaffolds mimicking the skin ECM for effective antimicrobial wound dressings. *Advanced Fiber Materials*, 5(1), 235-251.
- Ghorani, B. ve Tucker, N. 2015. Fundamentals of electrospinning as a novel delivery vehicle for bioactive compounds in food nanotechnology. *Food Hydrocolloids*, 51, 227-240.
- Gounani, Z., Pourianejad, S., Asadollahi, M. A., Meyer, R. L., Rosenholm, J. M. ve Arpanaei, A. 2020. Polycaprolactone-gelatin nanofibers incorporated with dual antibiotic-loaded carboxyl-modified silica nanoparticles. *Journal of Materials Science*, 55, 17134-17150.
- Greiner, A. ve Wendorff, J. H. 2007. Electrospinning: a fascinating method for the preparation of ultrathin fibers. *Angewandte Chemie International Edition*, 46(30), 5670-5703.

- Halios, C. H., Landeg-Cox, C., Lowther, S. D., Middleton, A., Marczylo, T. ve Dimitroulopoulou, S. 2022. Chemicals in European residences–Part I: A review of emissions, concentrations and health effects of volatile organic compounds (VOCs). *Science of the Total Environment*, 839, 156201.
- Han, J., Cao, R. W., Chen, B., Ye, L., Zhang, A. Y., Zhang, J. ve Feng, Z. G. 2011. Electrospinning and biocompatibility evaluation of biodegradable polyurethanes based on L-lysine diisocyanate and L-lysine chain extender. *Journal of Biomedical Materials Research Part A*, 96(4), 705-714.
- Han, J., Chen, B., Ye, L., Zhang, A.-y., Zhang, J. ve Feng, Z.-g. 2009. Synthesis and characterization of biodegradable polyurethane based on poly ( $\epsilon$ -caprolactone) and L-lysine ethyl ester diisocyanate. *Frontiers of Materials Science in China*, 3, 25-32.
- Hao, H., Shao, J., Deng, Y., He, S., Luo, F., Wu, Y., Li, J., Tan, H., Li, J. ve Fu, Q. 2016. Synthesis and characterization of biodegradable lysine-based waterborne polyurethane for soft tissue engineering applications. *Biomaterials Science*, 4(11), 1682-1690.
- He, S., Jiang, L., Liu, J., Zhang, J. ve Shao, W. 2022. Electrospun PVA/gelatin based nanofiber membranes with synergistic antibacterial performance. *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, 637, 128196.
- He, Y., Jin, Y., Wang, X., Yao, S., Li, Y., Wu, Q., Ma, G., Cui, F. ve Liu, H. 2018. An antimicrobial peptide-loaded gelatin/chitosan nanofibrous membrane fabricated by sequential layer-by-layer electrospinning and electrospaying techniques. *Nanomaterials*, 8(5), 327.
- Hemmati, F., Bahrami, A., Esfanjani, A. F., Hosseini, H., McClements, D. J. ve Williams, L. 2021. Electrospun antimicrobial materials: Advanced packaging materials for food applications. *Trends in Food Science & Technology*, 111, 520-533.
- Huang, Z.-M., Zhang, Y.-Z., Kotaki, M. ve Ramakrishna, S. 2003. A review on polymer nanofibers by electrospinning and their applications in nanocomposites. *Composites science and technology*, 63(15), 2223-2253.
- İnal, M. ve Mülazımoğlu, G. 2019. Production and characterization of bactericidal wound dressing material based on gelatin nanofiber. *International journal of biological macromolecules*, 137, 392-404.
- Indumathi, M. ve Rajarajeswari, G. 2019. Mahua oil-based polyurethane/chitosan/nano ZnO composite films for biodegradable food packaging applications. *International journal of biological macromolecules*, 124, 163-174.
- Islam, M. H., Afroj, S., Uddin, M. A., Andreeva, D. V., Novoselov, K. S. ve Karim, N. 2022. Graphene and CNT-based smart fiber-reinforced composites: a review. *Advanced Functional Materials*, 32(40), 2205723.
- Jiang, L., Ren, Z., Zhao, W., Liu, W., Liu, H. ve Zhu, C. 2018. Synthesis and structure/properties characterizations of four polyurethane model hard segments. *Royal Society open science*, 5(7), 180536.

- Joshi, M., Roy, S. ve Ayeshvaryaa, T. 2023. Polyurethane/halloysite nano tubes/sericin based electrospun nanocomposite for sustained drug release. *Advances in Natural Sciences: Nanoscience and Nanotechnology*, 14(2), 025009.
- Karuppanan, S. K., Ramalingam, R., Khalith, S. M., Musthafa, S. A., Dowlath, M. J. H., Munuswamy-Ramanujam, G. ve Arunachalam, K. D. 2021. Copper oxide nanoparticles infused electrospun polycaprolactone/gelatin scaffold as an antibacterial wound dressing. *Materials Letters*, 294(129787).
- Kasaju, N. ve Ye, H. 2021. *Biomedical Applications of Electrospinning and Electrospinning*, Woodhead Publishing.
- Keirouz, A., Wang, Z., Reddy, V. S., Nagy, Z. K., Vass, P., Buzgo, M., Ramakrishna, S. ve Radacsi, N. 2023. The history of electrospinning: Past, present, and future developments. *Advanced Materials Technologies*, 8(11), 2201723.
- Kwak, H. W., Kang, M. J., Bae, J. H., Hur, S. B., Kim, I.-S., Park, Y. H. ve Lee, K. H. 2014. Fabrication of *Phaeodactylum tricornutum* extract-loaded gelatin nanofibrous mats exhibiting antimicrobial activity. *International journal of biological macromolecules*, 63, 198-204.
- Lakra, R., Kiran, M. S. ve Korrapati, P. S. 2019. Electrospun gelatin–polyethylenimine blend nanofibrous scaffold for biomedical applications. *Journal of Materials Science: Materials in Medicine*, 30, 1-11.
- Lei, L., Zhong, L., Lin, X., Li, Y. ve Xia, Z. 2014. Synthesis and characterization of waterborne polyurethane dispersions with different chain extenders for potential application in waterborne ink. *Chemical Engineering Journal*, 253, 518-525.
- Leung, C. M., Dhand, C., Dwivedi, N., Xiao, A., Ong, S. T., Chalasani, M. L. S., Sriram, H., Balakrishnan, Y., Dolatshahi-Pirouz, A. ve Orive, G. 2018. Combating microbial contamination with robust polymeric nanofibers: elemental effect on the mussel-inspired cross-linking of electrospun gelatin. *ACS Applied Bio Materials*, 2(2), 807-823.
- Li, D. ve Xia, Y. 2004. Electrospinning of nanofibers: reinventing the wheel? *Advanced materials*, 16(14), 1151-1170.
- Li, G., Li, D., Niu, Y., He, T., Chen, K. C. ve Xu, K. 2014. Alternating block polyurethanes based on PCL and PEG as potential nerve regeneration materials. *Journal of Biomedical Materials Research Part A*, 102(3), 685-697.
- Li, H., Chen, X., Lu, W., Wang, J., Xu, Y. ve Guo, Y. 2021. Application of electrospinning in antibacterial field. *Nanomaterials*, 11(7), 1822.
- Li, H., Chen, Y., Lu, W., Xu, Y., Guo, Y. ve Yang, G. 2020. Preparation of electrospun gelatin mat with incorporated zinc oxide/graphene oxide and its antibacterial activity. *Molecules*, 25(5), 1043.
- Li, M., Aveyard, J., Doherty, K. G., Deller, R. C., Williams, R. L., Kolegraff, K. N., Kaye, S. B. ve D'Sa, R. A. 2022. Antimicrobial nitric oxide-releasing electrospun dressings for wound healing applications. *ACS Materials Au*, 2(2), 190-203.
- Li, T., Sun, M. ve Wu, S. 2022. State-of-the-art review of electrospun gelatin-based nanofiber dressings for wound healing applications. *Nanomaterials*, 12(5), 784.

- Li, W., Zhang, Z. ve Suo, H. (2017). Textile Fabric Dyeing and Finishing Wastewater Treatment Process. China, CNIPA.
- Li, X., Li, Z., Wang, L., Ma, G., Meng, F., Pritchard, R. H., Gill, E. L., Liu, Y. ve Huang, Y. Y. S. 2016. Low-voltage continuous electrospinning patterning. *ACS applied materials & interfaces*, 8(47), 32120-32131.
- Li, Z., Zhou, P., Zhou, F., Zhao, Y., Ren, L. ve Yuan, X. 2018. Antimicrobial eugenol-loaded electrospun membranes of poly ( $\epsilon$ -caprolactone)/gelatin incorporated with REDV for vascular graft applications. *Colloids and Surfaces B: Biointerfaces*, 162, 335-344.
- Lin, L., Zhu, Y. ve Cui, H. 2018. Electrospun thyme essential oil/gelatin nanofibers for active packaging against *Campylobacter jejuni* in chicken. *Lwt*, 97, 711-718.
- Liu, F., Saricaoglu, F. T., Avena-Bustillos, R. J., Bridges, D. F., Takeoka, G. R., Wu, V. C., Chiou, B. S., Wood, D. F., McHugh, T. H. ve Zhong, F. 2018. Antimicrobial carvacrol in solution blow-spun fish-skin gelatin nanofibers. *Journal of food science*, 83(4), 984-991.
- Liu, X., Baldursdottir, S. G., Aho, J., Qu, H., Christensen, L. P., Rantanen, J. ve Yang, M. 2017. Electrospinnability of poly lactic-co-glycolic acid (PLGA): the role of solvent type and solvent composition. *Pharmaceutical research*, 34, 738-749.
- Liu, Y., Li, Y., Deng, L., Zou, L., Feng, F. ve Zhang, H. 2018. Hydrophobic ethylcellulose/gelatin nanofibers containing zinc oxide nanoparticles for antimicrobial packaging. *Journal of agricultural and food chemistry*, 66(36), 9498-9506.
- Liu, Y., Wang, D., Sun, Z., Liu, F., Du, L. ve Wang, D. 2021. Preparation and characterization of gelatin/chitosan/3-phenylacetic acid food-packaging nanofiber antibacterial films by electrospinning. *International journal of biological macromolecules*, 169, 161-170.
- Long, Y.-Z., Yan, X., Wang, X.-X., Zhang, J. ve Yu, M. (2019). Electrospinning: the setup and procedure. *Electrospinning: Nanofabrication and applications*, Elsevier: 21-52.
- Loordhuswamy, A. M., Krishnaswamy, V. R., Korrapati, P. S., Thinakaran, S. ve Rengaswami, G. D. V. 2014. Fabrication of highly aligned fibrous scaffolds for tissue regeneration by centrifugal spinning technology. *Materials Science and Engineering: C*, 42, 799-807.
- Lowinger, M. B., Barrett, S. E., Zhang, F. ve Williams III, R. O. 2018. Sustained release drug delivery applications of polyurethanes. *Pharmaceutics*, 10(2), 55.
- Mahmood, K., Kamilah, H., Alias, A. K., Ariffin, F. ve Mohammadi Nafchi, A. 2022. Functionalization of electrospun fish gelatin mats with bioactive agents: Comparative effect on morphology, thermo-mechanical, antioxidant, antimicrobial properties, and bread shelf stability. *Food Science & Nutrition*, 10(2), 584-596.
- Manjit, M., Kumar, K., Kumar, M., Jha, A., Bharti, K., Tiwari, P., Tilak, R., Singh, V., Koch, B., & Mishra, B. 2024. Fabrication of gelatin coated polycaprolactone nanofiber scaffolds Co-loaded with luliconazole and naringenin for treatment of

- candida infected diabetic wounds. *International Journal of Biological Macromolecules*, 261, 129621.
- Mayerberger, E. A., Street, R. M., McDaniel, R. M., Barsoum, M. W. ve Schauer, C. L. 2018. Antibacterial properties of electrospun Ti<sub>3</sub>C<sub>2</sub>T<sub>z</sub> (MXene)/chitosan nanofibers. *RSC Advances*, 8(62), 35386-35394.
- Mitchell, G. R. (2015). *Electrospinning: principles, practice and possibilities*, Royal Society of Chemistry.
- Mohamadi, P. S., Hivechi, A., Bahrami, H., Hemmatinegad, N. ve Milan, P. B. 2022. Antibacterial and biological properties of coconut oil loaded poly ( $\epsilon$ -caprolactone)/gelatin electrospun membranes. *Journal of Industrial Textiles*, 51, 906S-930S.
- More, N., Avhad, M., Utekar, S. ve More, A. 2023. Polylactic acid (PLA) membrane significance, synthesis, and applications: a review. *Polymer bulletin*, 80(2), 1117-1153.
- Mustapha, S. ve Andou, Y. 2021. Enhancing mechanical properties of polyurethane with cellulose acetate as chain extender. *Fibers and Polymers*, 22(8), 2112-2118.
- Nada, A. A., El Aref, A. T. ve Sharaf, S. S. 2019. The synthesis and characterization of zinc-containing electrospun chitosan/gelatin derivatives with antibacterial properties. *International journal of biological macromolecules*, 133, 538-544.
- Nada, A. A., Montaser, A. S., Abdel Azeem, R. A. ve Mounier, M. M. 2016. Eco-friendly gelatin-based electrospun fibers to control the release of chloramphenicol. *Fibers and Polymers*, 17, 1985-1994.
- Nagarajan, S., Soussan, L., Bechelany, M., Teyssier, C., Cavallès, V., Pochat-Bohatier, C., Miele, P., Kalkura, N., Janot, J.-M. ve Balme, S. 2016. Novel biocompatible electrospun gelatin fiber mats with antibiotic drug delivery properties. *Journal of Materials Chemistry B*, 4(6), 1134-1141.
- Oprea, S., Joga, A., Zorlescu, B. ve Oprea, V. 2014. Effect of the hard segment structure on properties of resorcinol derivatives-based polyurethane elastomers. *High Performance Polymers*, 26(8), 859-866.
- Organization, W. H. 2014. *Antimicrobial resistance: global report on surveillance*, World Health Organization.
- Ozkose, U. U., Altinkok, C., Yilmaz, O., Alpturk, O. ve Tasdelen, M. A. 2017. In-situ preparation of poly (2-ethyl-2-oxazoline)/clay nanocomposites via living cationic ring-opening polymerization. *European polymer journal*, 88, 586-593.
- Padrão, J., Machado, R., Casal, M., Lanceros-Méndez, S., Rodrigues, L. R., Dourado, F. ve Sencadas, V. 2015. Antibacterial performance of bovine lactoferrin-fish gelatine electrospun membranes. *International journal of biological macromolecules*, 81, 608-614.
- Palani, N., Vijayakumar, P., Monisha, P., Ayyadurai, S. ve Rajadesingu, S. 2024. Electrospun nanofibers synthesized from polymers incorporated with bioactive compounds for wound healing. *Journal of Nanobiotechnology*, 22(1), 211.

- Pant, B., Park, M. ve Park, S.-J. 2019. Drug delivery applications of core-sheath nanofibers prepared by coaxial electrospinning: a review. *Pharmaceutics*, 11(7), 305.
- Pham, Q. P., Sharma, U. ve Mikos, A. G. 2006. Electrospinning of polymeric nanofibers for tissue engineering applications: a review. *Tissue engineering*, 12(5), 1197-1211.
- Paskiabi, F. A., Bonakdar, S., Shokrgozar, M. A., Imani, M., Jahanshiri, Z., Shams-Ghahfarokhi, M., & Razzaghi-Abyaneh, M. 2017. Terbinafine-loaded wound dressing for chronic superficial fungal infections. *Materials Science and Engineering: C*, 73, 130-136.
- Raeisi, M., Mohammadi, M. A., Coban, O. E., Ramezani, S., Ghorbani, M., Tabibiazar, M., Khoshbakht, R. ve Noori, S. M. A. 2021. Physicochemical and antibacterial effect of Soy Protein Isolate/Gelatin electrospun nanofibres incorporated with *Zataria multiflora* and *Cinnamon zeylanicum* essential oils. *Journal of Food Measurement and Characterization*, 15, 1116-1126.
- Rajabifar, N., Rostami, A., Afshar, S., Mosallanezhad, P., Zarrintaj, P., Shahrousvand, M. ve Nazockdast, H. 2024. Wound Dressing with Electrospun Core-Shell Nanofibers: From Material Selection to Synthesis. *Polymers*, 16(17), 2526.
- Ramakrishna, S. 2005. An introduction to electrospinning and nanofibers, World scientific.
- Ramalingam, R., Dhand, C., Leung, C. M., Ezhilarasu, H., Prasannan, P., Ong, S. T., Subramanian, S., Kamruddin, M., Lakshminarayanan, R. ve Ramakrishna, S. 2019. Poly- $\epsilon$ -caprolactone/gelatin hybrid electrospun composite nanofibrous mats containing ultrasound assisted herbal extract: Antimicrobial and cell proliferation study. *Nanomaterials*, 9(3), 462.
- Rayleigh, L. 1878. On the instability of jets. *Proceedings of the London mathematical society*, 1(1), 4-13.
- Reneker, D. H. ve Chun, I. 1996. Nanometre diameter fibres of polymer, produced by electrospinning. *Nanotechnology*, 7(3), 216.
- Rinke, H. 1962. Elastomeric fibers based on polyurethanes. *Angewandte Chemie International Edition in English*, 1(8), 419-424.
- Ryabov, N. A., Volova, L. T., Alekseev, D. G., Kovaleva, S. A., Medvedeva, T. N. ve Vlasov, M. Y. 2024. Mass Spectrometry of Collagen-Containing Allogeneic Human Bone Tissue Material. *Polymers*, 16(13), 1895.
- Saadat, S., Emam-Djomeh, Z. ve Askari, G. 2021. Antibacterial and antioxidant gelatin nanofiber scaffold containing ethanol extract of pomegranate peel: Design, characterization and in vitro assay. *Food and Bioprocess Technology*, 14, 935-944.
- Saçak, M. 2002. *Lif ve Elyaf Kimyası*, Gazi Kitabevi.
- Santamaria-Echart, A., Fernandes, I., Barreiro, F., Corcuera, M. A. ve Eceiza, A. 2021. Advances in waterborne polyurethane and polyurethane-urea dispersions and their eco-friendly derivatives: A review. *Polymers*, 13(3), 409.

- Sharifi, S., Zaheri Khosroshahi, A., Maleki Dizaj, S. ve Rezaei, Y. 2021. Preparation, physicochemical assessment and the antimicrobial action of hydroxyapatite–gelatin/curcumin nanofibrous composites as a dental biomaterial. *Biomimetics*, 7(1), 4.
- Sharma, G. K., Jalaja, K., Ramya, P. ve James, N. R. 2023. Electrospun gelatin nanofibres—fabrication, cross-linking and biomedical applications: a review. *Biomedical Materials & Devices*, 1(2), 553-568.
- Shen, C., Cao, Y., Rao, J., Zou, Y., Zhang, H., Wu, D. ve Chen, K. 2021. Application of solution blow spinning to rapidly fabricate natamycin-loaded gelatin/zein/polyurethane antimicrobial nanofibers for food packaging. *Food Packaging and Shelf Life*, 29, 100721.
- Shi, R., Geng, H., Gong, M., Ye, J., Wu, C., Hu, X. ve Zhang, L. 2018. Long-acting and broad-spectrum antimicrobial electrospun poly ( $\epsilon$ -caprolactone)/gelatin micro/nanofibers for wound dressing. *Journal of Colloid and Interface Science*, 509, 275-284.
- Shirvan, A. R. ve Nouri, A. 2020. Medical textiles. *Advances in functional and protective textiles*, 291-333.
- Solaberrieta, I., Jiménez, A., Cacciotti, I. ve Garrigós, M. C. 2020. Encapsulation of Bioactive Compounds from Aloe Vera Agrowastes in Electrospun Poly (Ethylene Oxide) Nanofibers. *Polymers*, 12(6), 1323.
- Sriram, V., Mahesh, G. N., Jeevan, R. G. ve Radhakrishnan, G. 2000. Comparative studies on short-chain and long-chain crosslinking in polyurethane networks. *Macromolecular Chemistry and Physics*, 201(18), 2799-2804.
- Tan, M., Feng, Y., Wang, H., Zhang, L., Khan, M., Guo, J., Chen, Q. ve Liu, J. 2013. Immobilized bioactive agents onto polyurethane surface with heparin and phosphorylcholine group. *Macromolecular research*, 21, 541-549.
- Tang, Y., Zhou, Y., Lan, X., Huang, D., Luo, T., Ji, J., Mafang, Z., Miao, X., Wang, H. ve Wang, W. 2019. Electrospun gelatin nanofibers encapsulated with peppermint and chamomile essential oils as potential edible packaging. *Journal of agricultural and food chemistry*, 67(8), 2227-2234.
- Tatai, L., Moore, T. G., Adhikari, R., Malherbe, F., Jayasekara, R., Griffiths, I. ve Gunatillake, P. A. 2007. Thermoplastic biodegradable polyurethanes: the effect of chain extender structure on properties and in-vitro degradation. *Biomaterials*, 28(36), 5407-5417.
- Taylor, G. I. 1964. Disintegration of water drops in an electric field. *Proceedings of the Royal Society of London. Series A. Mathematical and Physical Sciences*, 280(1382), 383-397.
- Thairin, T. ve Wutticharoenmongkol, P. 2022. Ciprofloxacin-loaded alginate/poly (vinyl alcohol)/gelatin electrospun nanofiber mats as antibacterial wound dressings. *Journal of Industrial Textiles*, 51, 1296S-1322S.
- Unalan, I., Endlein, S. J., Slavik, B., Buettner, A., Goldmann, W. H., Detsch, R. ve Boccaccini, A. R. 2019. Evaluation of electrospun poly ( $\epsilon$ -caprolactone)/gelatin

- nanofiber mats containing clove essential oil for antibacterial wound dressing. *Pharmaceutics*, 11(11), 570.
- Van Kuringen, H. P., Lenoir, J., Adriaens, E., Bender, J., De Geest, B. G. ve Hoogenboom, R. 2012. Partial Hydrolysis of Poly (2-ethyl-2-oxazoline) and Potential Implications for Biomedical Applications, *Macromolecular bioscience*, 12(8), 1114-1123.
- Van Kuringen, H. P. C., Lenoir, J., Adriaens, E., Bender, J., De Geest, B. G. ve Hoogenboom, R. 2012. Partial Hydrolysis of Poly(2-ethyl-2-oxazoline) and Potential Implications for Biomedical Applications, *Macromolecular Bioscience*, 12(8), 1114-1123.
- Vidyadhari, A., Singh, N., Singh, A. K., Ralli, T., Solanki, P., Mirza, M. A., Parvez, S., & Kohli, K. 2023. Investigation of luliconazole-loaded Mucoadhesive Electrospun nanofibers for Anticandidal activity in the management of vaginal candidiasis. *ACS Omega*, 8(45), 42102-42113.
- Virijević, K., Živanović, M., Pavić, J., Dragačević, L., Ljujić, B., Miletić Kovačević, M., Papić, M., Živanović, S., Milenković, S. ve Radojević, I. 2024. Electrospun Gelatin Scaffolds with Incorporated Antibiotics for Skin Wound Healing. *Pharmaceutics*, 17(7), 851.
- Wang, X., Hu, X., Li, S., Shi, W., Li, S. ve Zhang, Y. 2022. Preparation of antibacterial nanofibers by electrospinning polyvinyl alcohol containing a luteolin hydroxypropyl- $\beta$ -cyclodextrin inclusion complex. *New Journal of Chemistry*, 46(5), 2360-2367.
- Wu, Y., Lin, W., Hao, H., Li, J., Luo, F. ve Tan, H. 2017. Nanofibrous scaffold from electrospinning biodegradable waterborne polyurethane/poly(vinyl alcohol) for tissue engineering application. *Journal of Biomaterials Science, Polymer Edition*, 28(7), 648-663.
- Xia, L., Lu, L., Liang, Y. ve Cheng, B. 2019. Fabrication of centrifugally spun prepared poly (lactic acid)/gelatin/ciprofloxacin nanofibers for antimicrobial wound dressing. *RSC Advances*, 9(61), 35328-35335.
- Xia, Y., He, L., Feng, J., Xu, S., Yao, L. ve Pan, G. 2022. Waterproof and moisture-permeable polyurethane nanofiber membrane with high strength, launderability, and durable antimicrobial properties. *Nanomaterials*, 12(11), 1813.
- Xu, X. ve Zhou, M. 2008. Antimicrobial gelatin nanofibers containing silver nanoparticles. *Fibers and Polymers*, 9(685-690).
- Xue, J., He, M., Liu, H., Niu, Y., Crawford, A., Coates, P. D., Chen, D., Shi, R. ve Zhang, L. 2014. Drug loaded homogeneous electrospun PCL/gelatin hybrid nanofiber structures for anti-infective tissue regeneration membranes. *Biomaterials*, 35(34), 9395-9405.
- Xue, J., Xie, J., Liu, W. ve Xia, Y. 2017. Electrospun nanofibers: new concepts, materials, and applications. *Accounts of chemical research*, 50(8), 1976-1987.
- Yarin, A. 2011. Coaxial electrospinning and emulsion electrospinning of core-shell fibers. *Polymers for Advanced Technologies*, 22(3), 310-317.

- Yen, M. S., Chen, P. Y. ve Tsai, H. C. 2003. Synthesis, properties, and dyeing application of nonionic waterborne polyurethanes with different chain length of ethyldiamines as the chain extender. *Journal of applied polymer science*, 90(10), 2824-2833.
- Yilmaz, M. T., Hassanein, W. S., Alkabaa, A. S. ve Ceylan, Z. 2022. Electrospun eugenol-loaded gelatin nanofibers as bioactive packaging materials to preserve quality characteristics of beef. *Food Packaging and Shelf Life*, 34, 100968.
- Zeleny, J. (1915). On the conditions of instability of liquid drops, with applications to the electrical discharge from liquid point. *Proc. Camb. Phil. Soc.*
- Zhang, C.-L. ve Yu, S.-H. 2014. Nanoparticles meet electrospinning: recent advances and future prospects. *Chemical Society Reviews*, 43(13), 4423-4448.
- Zhang, C., Wang, J., Xie, Y., Wang, L., Yang, L., Yu, J., Miyamoto, A. ve Sun, F. 2020. Development of FGF-2-loaded electrospun waterborne polyurethane fibrous membranes for bone regeneration. *Regenerative Biomaterials*, 8(1).
- Zhang, X. ve Lu, Y. 2014. Centrifugal spinning: an alternative approach to fabricate nanofibers at high speed and low cost. *Polymer Reviews*, 54(4), 677-701.
- Zhang, X., Tan, L., Taxipalati, M. ve Deng, L. 2021. Fabrication and characterization of fast dissolving glycerol monolaurate microemulsion encapsulated gelatin nanofibers with antimicrobial activity. *Journal of the Science of Food and Agriculture*, 101(13), 5660-5670.
- Zhang, Y., Ouyang, H., Lim, C. T., Ramakrishna, S. ve Huang, Z. M. 2005. Electrospinning of gelatin fibers and gelatin/PCL composite fibrous scaffolds. *Journal of Biomedical Materials Research Part B: Applied Biomaterials: An Official Journal of The Society for Biomaterials, The Japanese Society for Biomaterials, and The Australian Society for Biomaterials and the Korean Society for Biomaterials*, 72(1), 156-165.
- Zheng, Y., Xie, S. ve Zeng, Y. 2013. Electric field distribution and jet motion in electrospinning process: from needle to hole. *Journal of Materials Science*, 48, 6647-6655.
- Zhou, W., Gong, X., Li, Y., Si, Y., Zhang, S., Yu, J. ve Ding, B. 2021. Waterborne electrospinning of fluorine-free stretchable nanofiber membranes with waterproof and breathable capabilities for protective textiles. *Journal of Colloid and Interface Science*, 602, 105-114.
- Zhou, Y., Zhou, D., Gu, H., Li, Z., Qu, R., Liu, B., Wang, T., Wang, Q. ve Zhang, Y. 2023. Electrospun biocompatible stent with antibacterial property from shape memory polyurethane/gallic acid. *Journal of applied polymer science*, 140(37), e54391.
- Ziegler, W., Guttman, P., Kopeinig, S., Dietrich, M., Amirosanloo, S., Riess, G. ve Kern, W. 2018. Influence of different polyol segments on the crystallisation behavior of polyurethane elastomers measured with DSC and DMA experiments. *Polymer Testing*, 71, 18-26.