

# Eurasian Journal of Biological and Chemical Sciences



Journal homepage: [www.dergipark.gov.tr/ejbc](http://www.dergipark.gov.tr/ejbc)

## Characterization of the rheology of polymer/bioactive glass solutions and fabrication of nanocomposite materials

Melek Erol Taygun<sup>1\*</sup>, Gül Hatinoğlu<sup>2</sup>, Pelin Öztürk<sup>3</sup>, Nuray Yerli<sup>4</sup>, Sadriye Küçükbayrak<sup>5</sup>  
*İstanbul Teknik Üniversitesi, Kimya Mühendisliği Bölümü, İstanbul, Türkiye*

\*Corresponding author : [erolm@itu.edu.tr](mailto:erolm@itu.edu.tr)  
Orcid No: 0000-0002-5938-3101

**Abstract:** Nanotechnology is used in the fields of physics, chemistry, medicine, electronics, computers, materials, textiles and medicine, as well as in food and agriculture. In nanotechnological studies, nanofibers are defined as structures with diameters below 100 nanometers. Nanofibers can be produced by different methods and among these methods, electrospinning is the most common production technique. Nanofibers, which are produced by this technique, are widely used in applications such as food and tissue engineering. Synthetic and natural biopolymers are commonly used in the fabrication of nanofibers. The aim of this study is to produce polymer/glass nanocomposite material which can be used in different fields such as tissue engineering or food engineering by using electrospinning method. For this purpose, rheological characterization of the polymer solutions has been performed at the first stage. The effects of acetic acid and formic acid concentrations on rheological properties of gelatin/polycaprolactone (PCL) solution and the effect of alginate concentration on rheological properties of gelatin/PCL/alginate solution were investigated. Furthermore, the rheological properties of the gelatin/PCL and gelatin/PCL/alginate solution with the addition of bioactive glass were studied. Gelatin/PCL, gelatin/PCL/alginate solutions and the bioactive glass doped gelatin/PCL and gelatin/PCL/alginate solutions were resulted to be Newtonian type fluids. After the rheological characterization of the solutions, nano-composite materials were fabricated by electrospinning method and the morphology of the obtained materials was investigated by scanning electron microscopy (SEM). It was resulted that the gelatin/PCL nanocomposite, which was formed by using 100% formic acid without bioactive glass, is favorable to be used as a food packaging material. Accordingly, the average diameter of selected nanofiber is 315 nm. Bioactive glass doped nano-materials can be good candidates for bone tissue engineering applications. For this purpose, gelatin/PCL nanofiber containing 5% bioactive glass by weight was chosen. The average diameter of the selected nanofiber is 480 nm. As a result of this study, the produced nanofibers can be used in both bone tissue engineering and food engineering applications.

**Keywords:** Reology, Polymer, Bioactive glass, Nanocomposite

### *Polimer/Biyoaktif Cam Çözeltilerinin Reolojik Karakterizasyonlarının Yapılması ve Nanokompozit Malzeme Üretimi*

**Özet:** Nanoteknoloji fizik, kimya, ilaç, elektronik, bilgisayar, malzeme, tekstil ve tıp alanında kullanıldığı gibi, gıda ve ziraat alanlarında da uygulanmaktadır. Nanoteknolojik çalışmalarda nanolifler, çapları 100 nanometrenin altında olan yapılar olarak ifade edilmektedir. Nanolifler, farklı yöntemler ile üretilebilmektedir. En yaygın olan yöntem elektrospinning (elektrodöndürme) yöntemi ile nanolif üretim tekniğidir. Bu teknik ile üretilen nanolifler, gıda ve doku mühendisliği gibi uygulama alanlarında yaygın olarak kullanılmaktadır. Nanolif üretiminde yaygın olarak sentetik polimerler ve doğal biyopolimerler kullanılmaktadır. Bu çalışmanın amacı, elektrospinning yönteminin uygulanması ile doku mühendisliği veya gıda mühendisliği gibi farklı alanlarda kullanılabilecek polimer/cam nanokompozit malzeme üretiminin gerçekleştirilmesidir. Bu amaçla, öncelikle hazırlanacak polimer çözeltilerinin reolojik karakterizasyonu yapılmıştır. Gerçekleştirilen deneyler ile jelatin/Polikaprolakton (PCL) çözeltisinde çözücü olarak kullanılan asetik asit ve formik asitin derişiminin, jelatin/PCL/aljinat çözeltisinde aljinat derişiminin ve jelatin/PCL ile jelatin/PCL/aljinat çözeltilerine biyoaktif cam ilavesinin reolojik özelliklere etkisi incelenmiştir. Jelatin/PCL, Jelatin/PCL/aljinat çözeltileri, biyoaktif cam ilaveli jelatin/PCL ve jelatin/PCL/Aljinat çözeltilerinin Newtonian tipi akışkan olduğu saptanmıştır. Reolojik karakterizasyonu yapılan bu çözeltilerin elektrospinning cihazı yardımı ile nanokompozit malzeme üretimi gerçekleştirilmiş ve taramalı elektron mikroskobu (SEM) çalışmaları ile morfolojileri incelenmiştir. Gıda ambalaj maddesi olarak kullanımı için, biyoaktif cam ilavesiz %100 formik asit kullanılarak oluşturulan jelatin/PCL nanokompozit yapının en uygun olduğuna karar verilmiştir. Buna göre seçilen nanolifin ortalama çapı 315 nm'dir. Kemik doku mühendisliğinde kullanılmak üzere biyoaktif cam ilaveli numuneler tercih edilmiştir. Bu amaç için, ağırlıkça %5 biyoaktif cam içeren jelatin/PCL nanolifi seçilmiştir. Seçilen nanolifin ortalama çapı 480 nm'dir. Yapılan çalışmalar sonucunda, üretilen nanoliflerin hem kemik doku mühendisliği hem de gıda mühendisliği alanlarında kullanılabileceği sonucuna varılmıştır.

**Anahtar Kelimeler:** Reoloji, Polimer, Biyoaktif Cam, Nanokompozit

## 1. Giriş

Nanolif, çapları 100 nanometreden daha küçük olan lifler için kullanılan bir terimdir. Nanolifler, özel uygulamalara sahip malzemelerin mikro ve nano yapısal özellikleri nedeniyle, son yıllarda giderek önem kazanan bir araştırma konusu haline gelmişlerdir. Nanolifler, yüksek gözeneklilik, gözenek boyutlarının kontrol imkanı, yumuşak ve iyi bir tutum, çok yüksek yüzey alanı ve düşük özgül ağırlık göstermesi ile pek çok uygulama alanında avantaj sağlamaktadır. Nanoliflerle ilgili seramik, elektronik, sensör, doku mühendisliği, biyoloji ve tıp alanında çalışmalar yapılmaktadır. Nanoliflerin tarım ve gıda endüstrisinde kullanımı diğer alanlara göre yenidir (Loh ve ÇA, 2010).

Doku mühendisliği; kimya, fizik, mühendislik ve yaşam bilimleri yaklaşımıyla biyomalzemeler-hücreler-biyosinyaller ve biyoreaktörleri kullanarak, hasara uğramış dokunun biyolojik fonksiyonlarının geri kazandırılmasına ya da, tamamen bir doku veya organın yerini alabilecek özelliklere sahip eşleniklerinin üretilmesine yönelik çalışmaların gerçekleştirildiği disiplinler arası bir bilim dalıdır (Armentano ve ÇA, 2010). Kalıcı implant ihtiyacını ortadan kaldıran doku mühendisliği, hasarlı insan dokusunun onarımı ve yenilenmesinde alternatif bir yaklaşım sergilemektedir (Zhu ve Kaskel, 2009). Esas amaç, hasarlı dokuya biyolojik ve mekanik özelliklerini geri kazandırmaktır. Bu yaklaşımın avantajı, gerekli operasyon sayısının azalması ve hastanın iyileşme süresinin kısılmasıdır (Rezwan ve ÇA, 2006).

Kemik hücreleri, vücudun yenileyici mekanizmasını harekete geçiren malzemelere ihtiyaç duymaktadır. Bu amaçla, kemik mineralinin yapısına benzeyen, kemiğe bağlanan ve bazı durumlarda kemik gelişimini uyarmak için, kemik hücrelerindeki genleri aktive eden yapı iskeleleri kullanılarak kemik yenilenebilir. Yapı iskeleleri, yerine geçecekleri organın yapısını ve özelliklerini taklit edecek şekilde tasarlanmaktadır (Jones ve Hench, 2003). Kemiğin hücre dışı matrisi, organik ve inorganik maddelerden oluşan bir nanokompozit olduğundan; kemiğin fiziksel, kimyasal ve işlevsel yapısını taklit edebilecek nano boyutlu, gözenekli, lifsi ve kompozit yapıları biyomalzemelerin araştırılmasına yönelik çalışmalar gerçekleştirilmiştir.

Gıda endüstrisinde; gıda bileşenleri içeren nanoliflerin temel kullanım amaçları enzim, DNA, vitamin, antioksidan gibi maddelerin taşınmasının gerçekleştirilmesidir. Nanolif yapımında kullanılan başlıca bileşenler; kitosan, aljinat, selüloz, kolajen, jelatin, buğday gluteni, yumurta kabuğu proteinleri, yumurta albümini ve bazı enzimlerdir (lipaz, katalaz, üreaz) (Moraru ve ÇA, 2003). Nanolifler tat verici ve antioksidan bileşenlerinin enkapsülasyonunda kullanılabilir. Bu şekilde bileşenlerin ürünler içindeki derişimlerinin azaltılarak etkinliklerinin artırılması hedeflenmektedir. Enkapsülasyon işleminde besleme çözeltisi bileşenlerinin nanolif yapısına dikkat edilmelidir. Gıdalarda uygun stabilitenin sağlanabilmesi gıdanın bileşimi, tane boyutu ve dağılımı ile ilgilidir. Emülsiyonlar, yağ içeriği yüksek olan bazı gıdalar, sineresis (su ayrılması)

problemi olan gıdalar için stabilite problemi tane boyutu açısından incelenecek olunursa, gıda bileşenlerinden elde edilen nanoliflerin kullanılması ile bu sorun giderilebilir (Moraru ve ÇA, 2003).

Elektrospinning yöntemi; lifsi yapıdaki nano boyutlu gözenekli malzemelerin üretilmesine ve geniş bir malzeme aralığında çalışılmasına olanak tanınması, pahalı ekipmanlara gereksinim duyulmaması ve işletme maliyetlerinin düşük olması gibi çeşitli üstünlükleri nedeniyle dikkat çekmektedir (Gao ve ÇA, 2013). Bu nedenle; bu çalışmada, elektrospinning yöntemi kullanılarak nanokompozit yapıda bir malzeme üretilmesi ve kemik doku mühendisliği ile gıda mühendisliği uygulamalarında kullanıma potansiyelinin incelenmesi amaçlanmıştır.

## 2. Materyal ve Metod

Deneylerde jelatin/PCL çözelti sisteminde çözücü olarak kullanılan asetik asit ve formik asitin derişiminin, jelatin/PCL/aljinat çözeltisinde aljinat derişiminin, jelatin/PCL ve jelatin/PCL/aljinat çözeltilerine biyoaktif cam ilavesinin reolojik özelliklere etkisi incelenmiştir. Reolojik özelliklerin incelenmesi sonucunda, elektrospinning yöntemiyle nanolif üretimi için kullanılabilir en uygun çözelti belirlenmiştir. Çalışmaların ikinci aşamasında, seçilen çözeltiler ile yapı iskelesi ve gıda ambalaj maddesi için kullanılabilir nanolif üretimi gerçekleştirilmiştir.

Çözücü derişiminin reolojik özelliklere etkisini belirleyebilmek için, Jelatin ve PCL biyopolimerleri %50 asetik asit, %50 formik asit, %25 asetik asit %75 formik asit ve %100 formik asit oranlarında çözülerek polimer çözeltileri elde edilmiştir. Elde edilen jelatin ve PCL numuneleri ağırlıkça %70 jelatin, %30 PCL içerecek şekilde karıştırılarak PCL/jelatin çözeltileri oluşturulmuştur. Bu çözeltilerin reolojik karakterizasyonu, RM180 Rheomat markalı reometre kullanılarak gerçekleştirilmiştir.

Jelatin/PCL/aljinat sisteminde, aljinat derişiminin reolojik özelliklere etkisini inceleyebilmek için, jelatin ve PCL biyopolimerleri %50 asetik asit, %50 formik asit oranlarında çözülerek numuneler elde edilmiştir. Aljinat biyopolimeri ise, distile su kullanılarak çözülmüştür. Bu işlemler sonunda, %4 ve %8 aljinat derişimine sahip jelatin/PCL/aljinat çözeltileri üretilmiştir. Oluşturulan bu çözeltilerin reolojik özellikleri belirlenmiştir.

Biyoaktif cam (45S5) derişiminin reolojik özelliklere etkisini incelemek için, öncelikle, ağırlıkça %45 SiO<sub>2</sub>, %24.5 Na<sub>2</sub>O, %24.5 CaO ve %6 P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> içeren biyoaktif cam numuneleri tane boyutu 45 µm'nin altına incek şekilde öğütme işlemine tabi tutulmuştur. Bu amaçla, cam tozları agat havanda öğütülüp, 45 µm'lik elekten geçirilerek istenilen boyuta ulaşılmıştır. Daha sonra, %4 aljinat içeren jelatin/PCL/aljinat ve jelatin/PCL çözeltilerine biyocam ilave edilmiş ve %5 ile %10 biyocam derişimine sahip çözeltiler hazırlanmıştır. Hazırlanan bu çözeltilerin reolojik karakterizasyonu yapılmıştır.

Çözeltilerin reolojik özellikleri ölçüldükten sonra, çözeltilerin akış tipi belirlenmiştir. Yapı iskelesi ve gıda ambalajında kullanılmak üzere nanolif üretimi için elektrospinning cihazı (Nanospinner 24 Touch, Inovenso Co.) kullanılmıştır. Hazırlanan çözeltilere 20 kV'luk gerilim, 10 cm'lik açıklık ve 3 ml/saat'lik akış hızı kullanılarak elektrospinning işlemi uygulanmıştır. Üretilen nanokompozit lif numuneleri 37°C'de 2 gün süreyle etüvde bekletilerek çözücü kalıntılarının giderilmesi sağlanmıştır. Elde edilen nanoliflerin morfolojileri, taramalı elektron mikroskobu (SEM) cihazı (Zeiss Evo® Ma 10) kullanılarak incelenmiştir.

### 3. Sonuçlar ve Tartışma

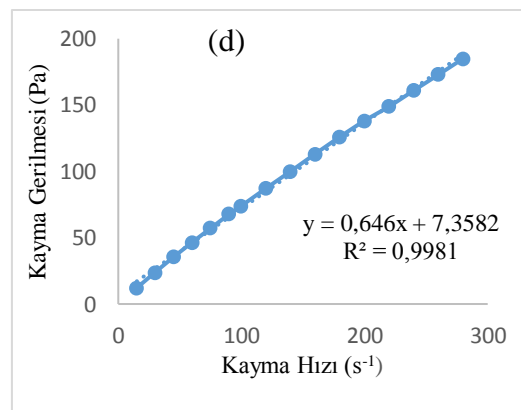
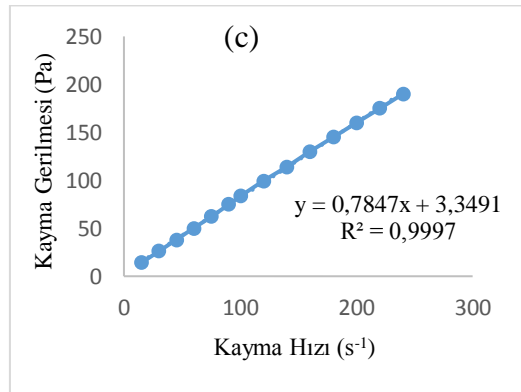
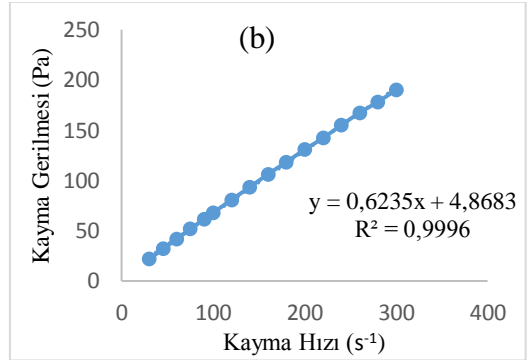
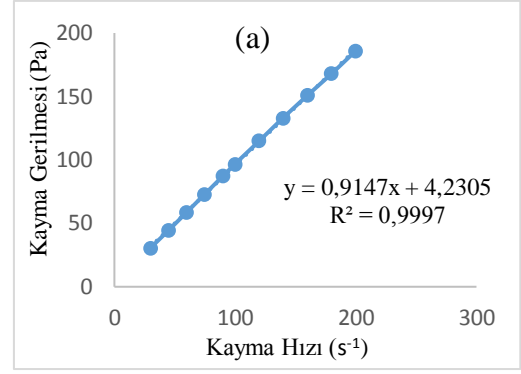
Çözücü olarak sadece asetik asit ve formik asit kullanılarak elde edilen jelatin/PCL çözeltisinin reolojik özellikleri ölçülmüş ve akış tipini belirlemek için, Şekil 1(a)'da verilen kayma hızına karşılık kayma gerilmesi grafiği hazırlanmıştır. Şekil 1(a)'dan da görüldüğü gibi, çözelti Newton tipi bir akışkandır. Farklı çözücüler kullanılarak yapılan çalışmalar sonucunda; çözücünün akışkan tipini değiştirmedikleri ve jelatin/PCL polimer çözeltisinin Newton tipi bir akışkan olduğu belirlenmiştir. Ancak, formik asit miktarının artması ile birlikte, polimer çözeltisinin viskozitesinin azaldığı saptanmıştır.

Aljinat içeren jelatin/PCL/aljinat çözeltisinin reolojik özellikleri ölçülmüş ve akış tipini belirlemek için, Şekil 1(b)'de verilen kayma hızına karşılık kayma gerilmesi grafiği hazırlanmıştır. Elde edilen grafikten, aljinat içeren polimer çözeltisinin de Newton tipi bir akışkan olduğu saptanmıştır. Aljinat miktarının artması, polimer çözeltisinin akışkan tipini değiştirmemiştir. Ancak, polimer çözeltisinin viskozitesi aljinat miktarının artması ile birlikte azalmıştır.

Biyoaktif cam içeren jelatin/PCL/biyoaktif cam çözeltisinin akış tipini belirlemek için hazırlanan grafik Şekil 1(c)'de verilmiştir. Şekil 1(c)'de görülen grafik incelendiğinde, polimer çözeltisinin Newton tipi bir akışkan olduğu saptanmıştır. Jelatin/PCL polimer çözeltisine cam ilavesi de akışkan tipini değiştirmemiş ancak, çözeltinin viskozitesini belirgin bir şekilde artırmıştır.

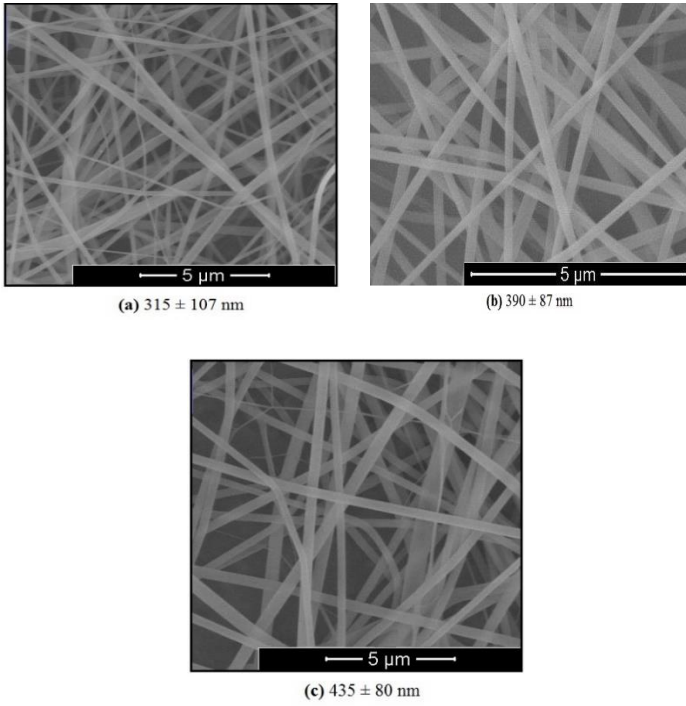
Biyoaktif cam içeren jelatin/PCL/aljinat/biyoaktif cam çözeltisinin reolojik özellikleri ölçülmüştür. Akış tipini belirlemek amacıyla çizilen kayma hızına karşılık kayma gerilmesi grafiği Şekil 1(d)'de görülmektedir. Biyoaktif cam katkılı jelatin/PCL polimer çözeltisinde olduğu gibi, bu çözeltinin de Newton tipi bir akışkan olduğu belirlenmiştir. Biyoaktif cam katkısının, çözeltinin viskozitesini çok fazla değiştirmedikleri gözlenmiştir.

SEM analizleri, nanoliflerin farklı ölçekte büyütmelele morfolojilerinin incelenmesini sağlamaktadır. Jelatin/PCL çözeltisinden elektrospinning işleminden sonra elde edilen numunelerin SEM görüntüleri Şekil 2'de verilmektedir. Şekil 2 (a)'dan da görüldüğü gibi, cam ilavesi içermeyen ve hacimce %100 formik asidin kullanıldığı jelatin/PCL numunesinde ince bir nanolif yapı oluşmuştur. Oluşan nanoliflerin çaplarının ortalama 315 nm olduğu tespit edilmiştir.



**Şekil 1.** Çözeltilere ait kayma hızı-kayma gerilmesi grafikleri a) hacimce %50 asetik asit - %50 formik asit içeren jelatin/ PCL çözeltisi, b) ağırlıkça %4 aljinat çözeltisi, c) ağırlıkça %5 biyoaktif cam içeren jelatin/PCL/biyoaktif cam çözeltisi, d) ağırlıkça %10 biyoaktif cam içeren PCL/jelatin/aljinat/biyoaktif cam çözeltisi

Nanoliflerin yapı içerisinde homojen bir şekilde dağıldığı görülmüştür. Şekil 2 (b)'de biyoaktif cam içermeyen, hacimce %25 asetik asit kullanılarak elde edilen jelatin/PCL numunesinin nano lif yapı görüntüsü verilmiştir. Bu numunedeki ortalama nanolif çapının 390 nm olduğu tespit edilmiştir. Şekil 2 (c)'de ise, hacimce %50 asetik asit kullanılarak oluşturulmuş jelatin/PCL numunesinin nanolif yapısı görülmektedir. %50 asetik asit kullanıldığı durumda oluşan nanoliflerin ortalama çapları 435 nm'dir.

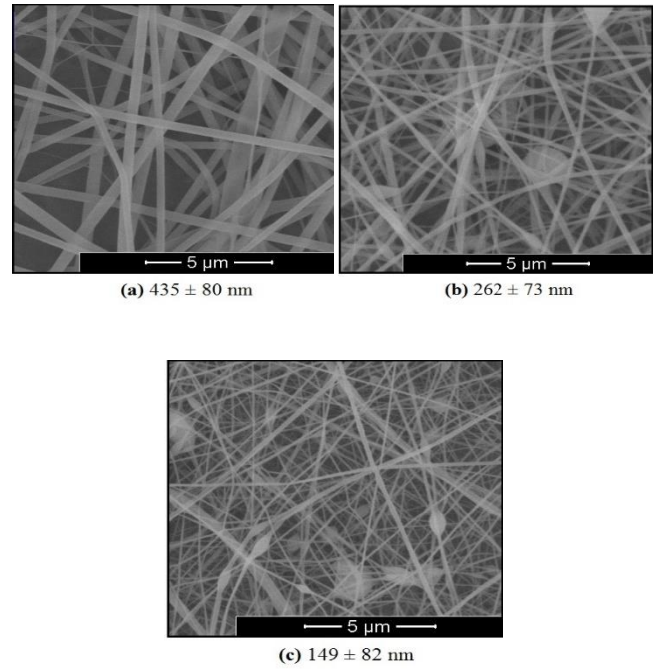


**Şekil 2.** Jelatin/PCL nanolifinin SEM Görüntüsü (a) hacimce %100 formik asit, (b) hacimce %25 asetik asit ve (c) hacimce %50 asetik asit

Hacimce 1:1 oranda asetik asit-formik asit kullanıldığı durumda, diğer numunelere oranla daha kalın nanolif yapısı oluşmuştur. Hacimce %100 formik asit kullanıldığı durumda daha yoğun ve homojen bir lif dağılırken, hacimce %25 ve %50 asetik asit kullanıldığı durumda daha az bir nanolif oluşumu gözlenmiştir. SEM çalışmaları sonucunda, hacimce %100 formik asit içeren jelatin/PCL numunesinin en düzgün nanolif yapısına sahip olduğu belirlenmiştir. Elektrospinning çalışmalarında, çözeltinin viskozitesi düzgün bir nanolif yapısı elde edebilmek için en önemli parametrelerden birisidir. Hacimce %100 formik asit içeren jelatin/PCL numunesinin viskozitesinin 0.65-0.70 Pa.s aralığında değiştiği belirlenmiştir. Bu viskozite aralığının nanolif üretimi için uygun olduğu saptanmıştır.

Aljinat içermeyen numunenin SEM fotoğrafı Şekil 3 (a)'da görülmektedir. Nanoliflerin ortalama çapları 435 nm'dir. Şekil 3(b)'de ağırlıkça %4 aljinat kullanılarak oluşturulan jelatin/PCL/aljinat numunesinin nanolif yapısı görülmektedir. SEM çalışmaları sonucunda, numunede oluşan nanolif yapısının yanı sıra aljinat kullanımından kaynaklanan boncuksu yapılar da belirlenmiştir. Ayrıca, liflerin üzerlerinde kümelenmiş olarak görünen boncuksu

yapılar düzgün nanolif yapısında bozulmalara yol açmıştır. Nanoliflerin çapları ortalama 262 nm'dir. Şekil 3 (c)'de ağırlıkça %8 aljinat kullanıldığı durumda elde edilen jelatin/PCL/aljinat numunesinin SEM fotoğrafı görülmektedir. SEM çalışmalarına göre ağırlıkça %8 aljinat polimeri kullanıldığı durumda liflerin arasında daha fazla boncuksu yapı oluşmuştur. Bu numunede daha ince nanolifler oluşmuş, nanoliflerin ortalama çapı 149 nm olarak tespit edilmiştir. Boncuksu yapıların fazlalığı, nanoliflerin daha fazla oranda bozulmasına neden olmaktadır. SEM çalışmaları sonucunda, aljinat ilavesinin düzgün nanolif yapısı oluşumunu olumsuz yönde etkilediği belirlenmiştir. %4 ve %8 aljinat içeren polimer çözeltisinin viskozitesinin 0.63-0.03 Pa.s aralığında olması, düzgün nanolif yapısının oluşmasına engel olmuştur.

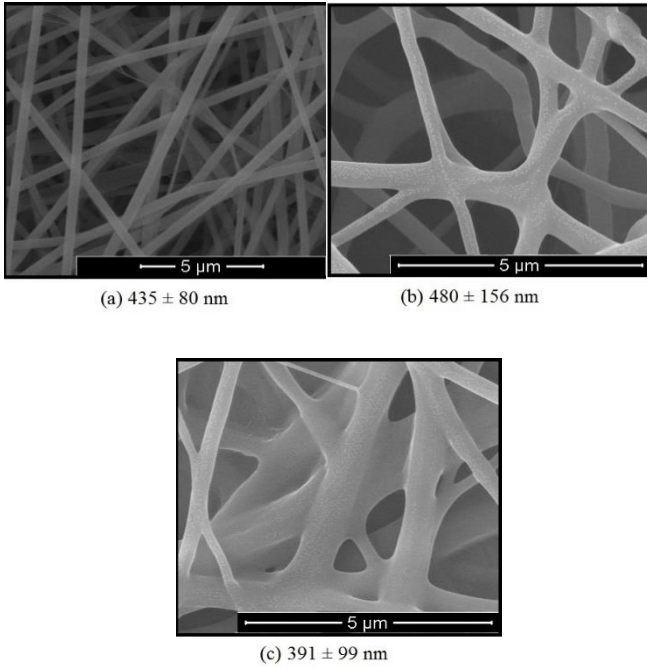


**Şekil 3.** Jelatin/PCL/aljinate Numunesinin SEM Görüntüleri (a) %0 aljinate, (b) %4 aljinate ve (c) %8 aljinate

Hacimce %0, %25 ve %50 asetik asit kullanılarak elde edilen Jelatin/PCL ve ağırlıkça %0, %4 ve %8 aljinate ilaveli jelatin/PCL/aljinate numuneleri karşılaştırıldığında, en iyi nanolif yapısının aljinate ilavesiz ve hacimce %100 formik asit kullanılarak elde edilen Jelatin/PCL numunesi olduğu belirlenmiştir. Uzun süre kullanım amaçlı gıda ambalaj maddesi üretimi için, hacimce %100 formik asit kullanılarak oluşturulan jelatin/PCL numunesinin potansiyel bir malzeme olduğu düşünülmektedir.

Elektrospinning yöntemi kullanılarak biyoaktif cam tozu içeren Jelatin/PCL çözeltisinden elde edilen numunenin SEM görüntüleri Şekil 4'de görülmektedir. Şekil 4 (a)'da biyoaktif cam tozu içermeyen Jelatin/PCL numunesinin SEM görüntüsü verilmiştir. Bu numunede elde edilen nanoliflerin ortalama çapları 435 nm'dir. Nanolif yapıda herhangi bir boncuksu oluşum görünmemektedir. Nanolifler yapı iskelesi içerisinde homojen olarak dağılmıştır. Ağırlıkça %5 biyoaktif cam tozu içeren jelatin/PCL numunesinin SEM fotoğrafı Şekil 4 (b)'de

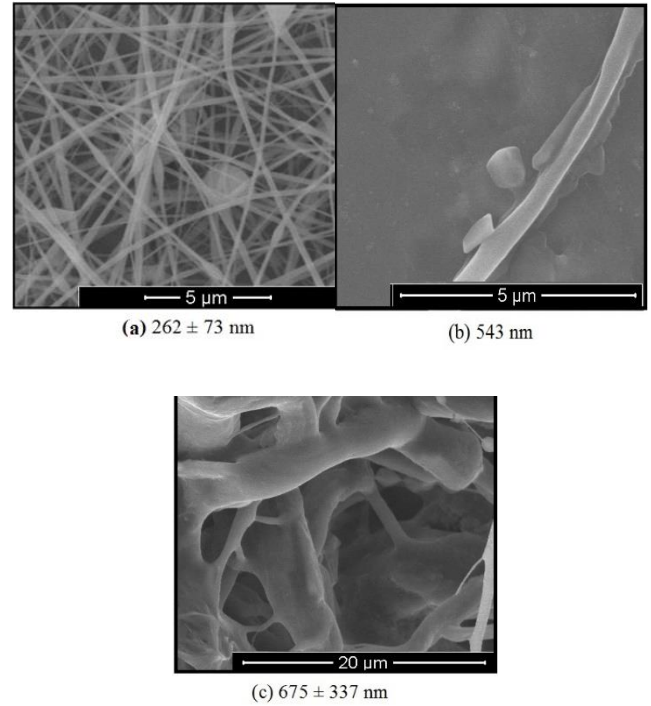
görülmektedir. Analiz sonucunda, numunede oluşan nanolif yapısının dışında herhangi bir boncuksu yapı görünmemektedir. Nanoliflerin çapları ortalama 480 nm'dir. Numunenin geneli incelendiğinde, istenen homojen nanolif yapının oluştuğu görülmüştür. Ayrıca, biyoaktif camların nanolif içerisinde homojen bir şekilde dağıldığı tespit edilmiştir. Şekil 4 (c)'de ağırlıkça %10 cam tozu içeren numunenin SEM görüntüleri verilmektedir. Yapı içerisindeki cam parçacıklarından kaynaklanan herhangi bir boncuksu yapı ve bozulma olmadığı tespit edilmiştir. Biyoaktif cam ilaveli jelatin/PCL kompozitinin ortalama çapı 391 nm'dir. Ancak, %10 biyoaktif cam ilaveli numunede nanoliflerin homojen olarak dağılmadığı belirlenmiştir. %5 biyoaktif cam ilaveli numunenin daha düzgün bir nanokompozit yapı oluşturduğu saptanmıştır. Polimer çözeltilerinin viskozite sonuçları da oluşan düzgün nanolif yapısını doğrulamaktadır. %5 biyoaktif cam ilaveli numunenin viskozite değerleri 0.65-0.70 Pa.s aralığında değişirken, %10 biyoaktif cam ilaveli numunenin viskozite değerleri 0.50-6.98 Pa.s aralığındadır. Bu sonuç, hacimce %100 formik asit kullanılarak elde edilen en düzgün nanolif yapısına sahip jelatin/PCL numunesinde ölçülen viskozite değerlerini de doğrulamaktadır.



**Şekil 4.** Biyoaktif Cam İlaveli Jelatin/PCL Kompozitinin SEM Görüntüleri (a) %0 biyoaktif cam, (b) %5 biyoaktif cam ve (c) %10 biyoaktif cam

Elektrospinning yöntemi ile biyoaktif cam tozu içeren jelatin/PCL/aljinat çözeltilerinden elde edilen numunelerin SEM görüntüleri Şekil 5'de verilmektedir. Şekil 5 (a)'dan da görüldüğü gibi, biyoaktif cam ilavesiz jelatin/PCL/aljinat numunesinde ince bir nanolif yapı oluşmuştur. Oluşan nanoliflerin çaplarının ortalama 435 nm olduğu tespit edilmiştir. Nanoliflerin yapı içerisinde homojen bir şekilde dağıldığı görülmüştür. Şekil 5 (b)'de ağırlıkça %5 biyoaktif cam içeren jelatin/PCL/aljinat numunesinin nano lif yapısı görülmektedir. Bu kompozit yapının ortalama nanolif

çapının 543 nm olduğu tespit edilmiştir. Kompozitin nanolif yapısında boncuksu yapı oluşumu görülmektedir. Nanoliflerin üzerinde biyoaktif cam parçacıklarından ve aljinat kullanımından kaynaklanan boncuksu yapı oluştuğu için, nanolif yapısında bozulmalar da bulunmamaktadır. Şekil 5 (c)'de ise, ağırlıkça %10 biyoaktif cam içeren jelatin/PCL/aljinat numunesinin nano lif yapısı görülmektedir. Oluşan nanoliflerin çaplarının ortalama 675 nm olduğu saptanmıştır. Bu yapıda aljinat ve biyoaktif camdan kaynaklı daha fazla boncuksu yapı oluşumu görülmektedir. Bununla birlikte, nanoliflerin homojen dağılmadığı da tespit edilmiştir. %5 biyoaktif cam ilaveli numunenin viskozite değerleri 0.65-0.52 Pa.s aralığında değişirken, %10 biyoaktif cam ilaveli numunenin viskozite değerleri 0.67-0.55 Pa.s aralığındadır. Bu numunelerde ölçülen viskozite değerlerinin, düzgün nanolif üretimi için gerekli viskozite aralığı olarak saptanan 0.65-0.70 Pa.s aralığının dışında kalması nedeniyle, biyoaktif cam ilaveli jelatin/PCL/aljinat numunelerinde uygun bir nanolif yapısı elde edilememiştir.



**Şekil 5.** Biyoaktif Cam İlaveli Jelatin/PCL/Aljinat Kompozitinin SEM Görüntüleri (a) %0 biyoaktif cam, (b) %5 biyoaktif cam ve (c) %10 biyoaktif cam

Ağırlıkça %0, %5 ve %10 biyoaktif cam içeren jelatin/PCL ve ağırlıkça %0, %5 ve %10 cam ilaveli jelatin/PCL/aljinat numuneleri karşılaştırıldığında, en iyi nanokompozit yapının aljinat ilavesiz ve ağırlıkça %5 biyoaktif cam içeren jelatin/PCL numunesi olduğu tespit edilmiştir. Ayrıca, kemik doku mühendisliği uygulamalarında nanolif çapının 250-500 nm aralığında olması tercih edilmektedir. Bu nedenle, en uygun lif yapısı ağırlıkça %5 cam içeren çözeltilere ait numunede gözlemlenmiştir. Ağırlıkça %5 biyoaktif cam içeren jelatin/PCL numunesinin kemik doku mühendisliği uygulamalarında kullanılabilir potansiyel bir malzeme olduğuna karar verilmiştir.

#### 4.Sonuçlar

Kemik doku mühendisliğinin ve gıda mühendisliğinin nanoteknolojiden yararlanma potansiyeli yüksek olmasına rağmen, halen çok sınırlı sayıda çalışmalar yapılmaktadır. Nanoteknolojinin potansiyel uygulamalarından birisi de elektrospinning yöntemidir. Biyopolimerlerden elektrospinning yöntemiyle nanolif üretiminin artmasıyla birlikte, kemik doku mühendisliği ve gıda mühendisliği uygulamalarının da artacağı düşünülmektedir. Bu çalışmada, kemik doku mühendisliği ve gıda mühendisliği uygulamaları için biyoaktif cam-polimer nanokompozit malzeme üretimi başarılı bir şekilde gerçekleştirilmiştir. Reoloji çalışmaları sonucunda, düzgün bir nanolif yapısı üretebilmek için polimer çözeltilerinin viskozite değerlerinin 0.65-0.70 Pa.s aralığında olması gerektiği belirlenmiştir. SEM çalışmaları sonucunda, jelatin/PCL numunesinde asetik asit miktarı arttıkça nanoliflerin homojen dağılımı azalmış ve nanoliflerin ortalama çaplarının arttığı görülmüştür. Jelatin/PCL/aljinat numunesinde, aljinat derişimi arttıkça nanolif yapıda istenmeyen boncuksu yapıların daha fazla oluştuğu, nanolif yapıların daha çok bozulduğu ve nanoliflerin ortalama çapının küçüldüğü saptanmıştır. Gıda ambalaj maddesi olarak kullanılmak amacıyla, biyoaktif cam ilavesiz polimer çözeltileri tercih edilmiştir. Bu amaçla, hacimce %100 formik asit kullanılarak oluşturulan jelatin/PCL numunesi seçilmiştir. Bunun nedeni, bu numunedeki nanoliflerin ince olması, homojen dağılması ve boncuksu yapıların bulunmamasıdır. Kemik doku mühendisliğinde kullanılmak üzere biyoaktif cam ilaveli numuneler tercih edilmiştir. Bu amaçla, ağırlıkça %5 biyoaktif cam içeren jelatin/PCL nanolifi seçilmiştir. Bunun nedeni, bu kompozitteki nanoliflerin homojen dağılımı ve biyoaktif cam ilavesinden kaynaklanan herhangi bir boncuksu yapı oluşmamasıdır.

#### Kaynaklar

- Armentano I, Dottori M, Fortunati E, Mattoli S, Kenny JM 2010. Biodegradable polymer matrix nanocomposites for tissue engineering: A review. *Polymer Degradation and Stability*, 95: 2126-2146.
- Gao C, Gao Q, Li Y, Rahaman MN, Teramoto A, Abe K 2013. In vitro evaluation of electrospun gelatin-bioactive glass hybrid scaffolds for bone regeneration. *Journal of Applied Polymer Science*, 127: 2588-2599.
- Jones JR, and Hench LL 2003. Regeneration of trabecular bone using porous ceramics. *Current Opinion Solid State and Materials Science*, 7: 301-307.
- Loh XJ, Peh P, Liao S, Sng C, Li J 2010. Controlled drug release from biodegradable thermoresponsive physical hydrogel nanofiber. *Journal of Controlled Release*, 143: 175-182.
- Moraru CI, Panchapakesan CP, Huang Q, Takhistov P, Liu S, Kokini JL 2003. Nanotechnology: A new frontier in food science. *Food Technology*, 57 (12): 24-29.
- Rezwan K, Chen QZ, Blaker JJ, Boccaccini AR, 2006. Biodegradable and bioactive porous polymer/inorganic composite scaffolds for bone tissue engineering. *Biomaterials*, 27: 3413-3431.
- Zhu Y. and Kaskel S 2009. Comparison of the in vitro bioactivity and drug release property of mesoporous bioactive glasses

(MBGs) and bioactive glasses (BGs) scaffolds. *Microporous and Mesoporous Materials*, 118: 176-182.