



Seramik Nanotozların Fizikokimyasal Karakterizasyonu

Ceyda Öksel Karakuş^{1*}, Aysel Tomak²

^{1*} İzmir Yüksek Teknoloji Enstitüsü, Mühendislik Fakültesi, Biyomühendislik Bölümü, İzmir, Türkiye, (ORCID: 0000-0001-5282-4114), ceydaoksel@gmail.com

^{2*} İzmir Yüksek Teknoloji Enstitüsü, Mühendislik Fakültesi, Biyomühendislik Bölümü, İzmir, Türkiye, (ORCID: 0000-0003-2544-5201), tomakaysel@gmail.com

(İlk Geliş Tarihi 7 Ocak 2023 ve Kabul Tarihi 3 Şubat 2023)

(DOI: 10.31590/ejosat.1054927)

ATIF/REFERENCE: Öksel Karakuş, C. & Tomak, A. (2023). Seramik Nanotozların Fizikokimyasal Karakterizasyonu. *Avrupa Bilim ve Teknoloji Dergisi*, (50), 8-13.

Öz

Nanopartikül içeren çalışmalardaki tutarsız sonuçların oluşumunda nanomalzemelerin nasıl tanımlanacağı konusunda süregelen belirsizliklere ek olarak başta örnek hazırlama ve fizikokimyasal karakterizasyon olmak üzere nano-yapılı sistemlerin analizlerine ilişkin stratejilerin farklı nanopartiküller için spesifik olarak bilinmemesi ve uygulanmaması gibi etmenler rol oynamaktadır. Bu çalışmada dental uygulamalarda sıklıkla kullanılan kalsiyum fosfat yapıları seramik nanotozların fizikokimyasal karakterizasyonuna ilişkin teknik hususların tespit edilmesi amaçlanmıştır. Bu nanopartiküller Taramalı Elektron Mikroskopu (SEM), Dinamik Işık Saçılımı (DLS), Brunauer, Emmet ve Teller (BET), X-Işınlı Kırınımı (XRD) ve Termogravimetrik Analiz ve Differansiyel Termal Analiz (TGA/DTA) teknikleri yardımıyla detaylı olarak karakterize edilmiştir. SEM ve DLS boyut analizleri incelendiğinde nanopartiküllerin homojen olmayan bir boyut dağılımına sahip olduğu anlaşılmaktadır. BET yüzey analizi daha küçük parçacık boyutuna sahip nanopartiküllerin daha yüksek yüzey alanına sahip olduğunu doğrulamıştır. Zeta potansiyel ölçümleri nanopartiküllerin nötr pH'da negatif potansiyele sahip olduğunu (< -16 mV) ancak bu değerin partiküllerin stabil olarak kabul edildiği -30 mV'den az olması dolayısıyla dağılımlarının kararlı olmadığını ortaya koymuştur. TGA analizi yapılarak nanopartiküllerin 900 °C'ye kadar dayanıklı olduğu gözlemlenmiştir. Elde edilen XRD pikleri nanopartiküllere ait karakteristik piklerdir ve literatür ile uyumludur. Ölçülen BET yüzey alanı değerleri tedarikçi tarafından sağlanan değerlerden 2–3 kat daha fazladır. Tüm bu ölçümler nanopartiküllerin karakteristik özelliklerinin belirlenmesinde tedarikçinin verilerine bağlı kalınmamasının ve detaylı karakterizasyon yöntemlerine başvurulmasının gerekliliğini ortaya koymuştur.

Anahtar Kelimeler: Nanopartikül, Nanoseramik, Nanoteknoloji, Karakterizasyon.

Physicochemical Characterization of Ceramic Nanopowders

Abstract

Inconsistent results are often reported in studies involving nanoparticles. Factors contributing to these inconsistencies include regional and sectoral differences in how nanoparticle-containing materials are defined, as well as lack of standardization of experimental procedures and techniques involved in the preparation and characterization of nanoparticles. The aim of this study is to highlight the technical issues related to the physicochemical characterization of three different calcium phosphate-based ceramic nanopowders that are frequently used in dental applications. These three nanopowders were characterized in detail using different techniques such as Scanning Electron Microscopy (SEM), Dynamic Light Scattering (DLS), Brunauer, Emmet and Teller (BET), X-Ray Diffraction (XRD) and Thermogravimetric Analysis (TGA). The results of SEM and DLS particle sizing showed that all three ceramic nanoparticles had heterogeneous size distribution. BET analysis confirmed that ceramic nanoparticles with smaller particle size had relatively larger surface area. Zeta potential measurements revealed that nanoparticles were negatively charged at neutral pH but the observed negativity (< 20 mV) was not high enough to achieve colloidal stability. TGA analysis revealed that nanoparticles were thermally stable up around 900 °C. The XRD pattern of nanoparticles were compatible with the literature. Measured BET surface area values were 2–3 times greater than surface area values provided by the supplier. Overall, these results highlighted the importance of carrying out detailed physicochemical characterization of nanoparticles and not just relying on the supplier's data.

Keywords: Nanoparticles, Nanoceramic, Nanotechnology, Characterization.

* Sorumlu Yazar: ceydaoksel@gmail.com

1. Giriş

Nano boyutlu malzemeler tabiatın varoluşundan bu yana doğada bulunmalarına rağmen, mühendislik ürünü olarak üretimlerinin temeli ünlü fizikçi Richard Feynman'ın 1959 yılında Amerikan Fizik Cemiyeti'nin toplantısında yaptığı "Aşağıda Daha Çok Yer Var (Ing. There's Plenty of Room at the Bottom)" başlıklı konuşmasıyla atılmıştır. Feynman'ın atom ve molekül boyutunda imalat yapılabileceğine ve bunun insanlık tarihine yön verebilecek pek çok keşfin ilk nüvelerini oluşturacağına ilişkin öngörülleri, 1974 yılında Japon bilim insanı Norio Taniguchi'nin nanoteknoloji terimini ilk kez kullanmasıyla somut bir bilimsel alana dönüşmüştür. Takip eden yıllarda, maddelerin atomik ya da moleküler düzeyde işlenmesi sonucu insan yaşamını kolaylaştıran ve iyileştiren yeni malzemeler üretilmiş ve bu malzemeler pek çok endüstriyel alanda kullanım için özelleştirilmiştir. 2015 yılında yayımlanan tüketici ürünleri envanterinde (Vance, Kuiken, Vejerano, McGinnis, Hochella Jr, Rejeski, & Hull, 2015) piyasada %42'si sağlık kategorisinde olmak üzere 1814 nanomalzeme bulunduğu rapor edilmiş olsa da güncel kaynaklar bu sayının 5200'den fazla olduğunu işaret etmektedir (<https://nanodb.dk/en/> Erişim Tarihi:03.01.2022).

Günümüzde pek çok bilim ve mühendislik alanında kullanılan nanomalzemeler genel olarak boyutlarına (0D, 1D, 2D veya 3D), formlarına (nanopartikül, nanoküre, nanokapsül vb.), oluşum yollarına (doğal veya sentetik) veya bileşimlerine (metalik, seramik, polimerik, karbon-tabanlı, peptid-tabanlı, organik, inorganik vb.) göre gruplandırılmaktadır (Lynch, Weiss, & Valsami-Jones, 2014). Nanoseramikler olarak adlandırılan ve genel olarak kristal oksit, nitrür, karbür, karbonat ve fosfat gibi yapılardan oluşan inorganik malzemeler başta implant, protez uygulamaları ve kemik yapısının yenilenmesi olmak üzere pek çok rejeneratif tıp ve diş hekimliği cerrahisi alanında kullanım bulmuştur (Ming, Jiang, Luo, Xu, He, Xie, Shen, & Li, 2022). Nano-boyutlu kalsiyum fosfat, trikalsiyum fosfat ve hidroksiapatit tozları biyo-uyumlu yapıları ve osteokondüktif özellikleri dolayısıyla dental implant uygulamalarında sıklıkla tercih edilmektedir (Bordea, Candrea, Alexescu, Bran, Băciuț, Băciuț, Lucaciu, Dinu, & Todea, 2020).

Son yıllarda literatürde nanoseramik yapıları malzemelerin sentezini ve karakterizasyonunu içeren çalışmaların sayısı artmaktadır (D'Amato, Falconieri, Gagliardi, Popovici, Serra, Terranova, & Borsella, 2013; Fathian, Maleki, & Niroumand, 2017; Moreno-Vega, Gomez-Quintero, Nunez-Anita, Acosta-Torres, & Castaño, 2012; Wang, Wang, Yu, Cao, Gao, Wu, Yao, Lin, & Zou, 2022). Farklı yöntemlerle sentezlenen biyoseramik nanomalzemeler sonrasında kullanılacağı biyomedikal uygulamaya bağlı olarak özelleştirilmektedir. Örneğin Ebrahimi ve ark. sentezledikleri nano-hidroksiapatit ve nano-trikalsiyum fosfat içeren kompozit malzemeyi biyolojik performansını arttıracak şekilde modifiye etmiş ve bu sayede tek fazlı biyoseramik malzemelere kıyasla biyolojik apatite daha çok benzeyen, homojen ve dar boyut dağılımlı bir malzeme elde etmişlerdir (Ebrahimi, Botelho, Lu, & Monmatrapoj, 2019). Benzer bir çalışmada Khandan ve iş ark. kalsiyum silikat biyoseramik nanomalzemeye ağırlıkça %15 manyetit (Fe₃O₄) eklentisinin mekanik dayanımı ve gözenekli yapıyı önemli ölçüde arttırdığını ve bu sayede implant uygulamalarındaki performansını iyileştirdiğini vurgulamıştır (Khandan, Nassireslami, Saber-Samandari, & Arabi, 2020). Daha güncel bir çalışmada Wu ve ark. trikalsiyum fosfat yapıları biyoseramik nanomalzemeyi farklı miktarlardaki titanyum nanopartikülleri ile modifiye etmiş ve ortopedik protez uygulamaları için daha elverişli hale getirmiştir (Wu, Ling, Ge, Jiang, Baghaei, & Kolooshani, 2022). Tüm bu çalışmalar detaylı karakterizasyon adımları içermekte ve değişen fizikokimyasal özelliklerin (örn. bileşim, parçacık boyutu, yüzey alanı, gözeneklilik vb) malzeme performansına olan etkisini açık olarak ortaya koymaktadır.

Nano-boyutlu malzemelerin yapısal özelliklerindeki ufak değişimlerin biyolojik aktiviteleri üzerinde büyük etkiler yarattığı bilinmektedir (Winkler, Mombelli, Pietroiusti, Tran, Worth, Fadeel, & McCall, 2013). Aktiviteyi etkilediği düşünülen en önemli yapısal parametreler arasında parçacık boyutu, morfolojisi, spesifik yüzey alanı, yüzey yükü ve kristallografik özellikleri yer almaktadır (Zare, Zheng, Makvandi, Gheybi, Sartorius, Yiu, Adeli, Wu, Zarrabi, & Varma, 2021; Zhao, Zhang, Pan, & Liu, 2021). Yapı-aktivite arasındaki ilişki uzun yıllardır biliniyor olmasına rağmen nanopartikül içeren çalışmalara bakıldığında fizikokimyasal karakterizasyonun çoğunlukla yeterince kapsamlı olarak yapılmadığı görülmektedir (Karakus & Winkler, 2021). Dahası bu çalışmalarda takip edilen örnek hazırlama ve fiziko-kimyasal karakterizasyon metod ve stratejilerine ilişkin uluslararası kabul görmüş teknik kriterlerin azlığı birbiriyile uyumlanmayan sonuçların ortaya çıkmasına neden olmaktadır (Oksel Karakus, Bilgi & Winkler, 2021). Bu çalışmada, dental uygulamalarda sıklıkla kullanılan kalsiyum fosfat yapıları üç farklı seramik nanopartikülün (nano-boyutlu kalsiyum fosfat, trikalsiyum fosfat ve hidroksiapatit tozları) fizikokimyasal karakterizasyonuna ilişkin teknik hususların tespit edilmesi amaçlanmıştır. Bu kapsamda her üç nanotoz, boyut ve morfoloji, hidrodinamik çap ve yüzey yükü, yüzey alanı, kristal yapı ve termal kararlılık açısından detaylı olarak karakterize edilmiştir.

2. Materyal ve Metot

2.1. Materyal

Nano-boyutlu hidroksiapatit (HA, Katalog no. 677418), kalsiyum fosfat (KF, Katalog no. 693871) ve trikalsiyum fosfat (TKF, Katalog no. 693898) tozları Sigma-Aldrich (Amerika) firmasından temin edilmiştir. Tüm malzemeler yüksek saflıkta olduğu için ek saflaştırma tekniklerine ihtiyaç duyulmamıştır.

2.2. Karakterizasyon

Seramik nanopartiküllerin detaylı yapısal ve morfolojik karakterizasyonu Taramalı Elektron Mikroskopisi (SEM), Termogravimetrik Analiz ve Differansiyel Termal Analiz (TGA/DTA), Dinamik Işık Saçılımı (DLS), Brunauer-Emmett-Teller (BET) Yüzey Alanı Analizi ve X Işını Kırınım Spektroskopisi (XRD) teknikleri kullanılarak yapılmıştır. SEM görüntüleri, geri saçılmış elektron (BSE) ve ikincil e-ISSN: 2148-2683

elektron (SE) dedektörleri ile 5-10 keV çalışma voltajı aralığında FEI QUANTA 250 FEG cihazı kullanılarak elde edilmiştir. Toplam 20 µL numune dispersiyonu Silisyum (Si) alttaş üzerine damlatılarak açık atmosferde kurumaya bırakılmıştır. Yeni hazırlanmış numuneler, iletken karbon yapışkan bant ile numune tutucuya yapıştırılmıştır. Nanotozların yüzey özelliklerini belirlemek amacı ile BET metoduyla yüzey alanı tayinleri Mikromeritics Gemini V Tristar 3000 Micromeritics cihazı yardımı ile yapılmıştır. Nanotozların kristalografik özelliklerinin karakterize edilmesi için, bakır (Cu) X-ışını tüpüne sahip, 40 kV ve 30 mA'da, 1,544 Å dalga boyunda ve Cu K α X-ışınlarına sahip Philips X'Pert Pro XRD cihazı kullanılmıştır. XRD analizinde 2 θ tarama aralığı 10° ile 80° arasında ve çözünürlük 0,1° olarak seçilmiştir. Nanotozların sıcaklığa bağlı kütle kaybı değişimleri Perkin Elmer Diamond marka TGA/DTA cihazı ile 25-900 °C arasında 10 °C/dak'lık ısıtma hızında ve Nitrojen (N $_2$) gazı atmosferi altında ölçülmüştür. Nanopartiküllerin hidrodinamik çap ölçümleri MALVERN Zetasizer Nano ZS kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Tüm analizler İzmir Yüksek Teknoloji Enstitüsü Tümlşik Araştırma Merkezi'nde yapılmıştır.

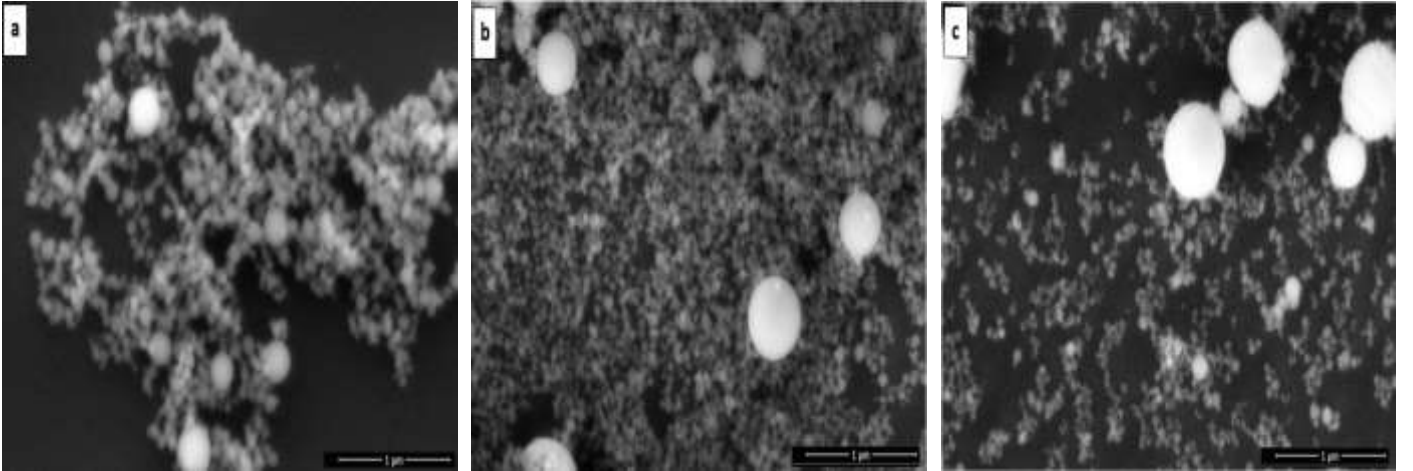
2.3. Örnek Hazırlama

DLS ölçümleri öncesi toz halinde bulunan HA, KF ve TKF, NANOGENOTOX dağılım protokolü takip edilerek koloidal çözelti haline getirilmiştir (Hartmann, Jensen, Baun, Rasmussen, Rauscher, Tantra, Cupi, Gilliland, Pianella, & Riego Sintes, 2015). Takip edilen protokol %0,05 sığır serum albumin (BSA) içeren steril damıtılmış su ile hazırlanan nanotozların iki farklı konsantrasyonda (0,5 ve 1,00 mg/ml) ve iki farklı çözücüde (ultra saf su ve fosfat tamponlu salin- PBS) dispersiyonu ve numunenin buzlu suda 15 dakika ultrasonik banyo uygulaması adımlarını içermektedir. Örnek hazırlamaya bağlı farkları minimuma indirebilmek için tüm ölçümler en az üç kez tekrarlanmıştır.

3. Araştırma Sonuçları ve Tartışma

3.1. Boyut ve Morfoloji Analizi

KF, TKF ve HA nanopartiküllerinin morfolojik ve boyut tayini için yapılan SEM analizlerine ait görüntüler Şekil 1' de verilmiştir. SEM görüntüleri nanopartikülleri polidispers yani birbirinden farklı tanecik boyutuna sahip yapıda olduğunu göstermiştir. SEM görüntülerinin analizi sonucu ortalama boyut dağılımının KF için yaklaşık 100 nm, TKF ve HA için yaklaşık 60 nm olduğu sonucuna varılmıştır.



Şekil 1. a: KF nanopartiküllerinin; b: TKF nanopartiküllerinin; c: HA nanopartiküllerinin SEM görüntüsü
(Figure 1. SEM images of nano-sized a: Calcium phosphate; b: Tricalcium phosphate; c: Hydroxyapatite)

SEM ile elde edilen parçacık boyutu ölçümleri tedarikçi tarafından sağlanan parçacık boyut verisiyle (KF<150 nm; TKF&HA <200 nm) aynı aralıkta olmasına karşın en küçük parçacık boyutuna sahip olduğu düşünülen KF'nin boyutları diğer nanopartiküllerden fazla ölçülmüştür. TKF ve HA için yapılan ölçümler parçacık boyutunun doğal kemiğin yapısıyla uyumlu olduğunu göstermiştir.

Nanopartiküllerin hidrodinamik çapları DLS ile ölçülmüş ve sonuçlar Tablo 1'de sunulmuştur. Ölçümler iki farklı nanopartikül konsantrasyonunda (0,5 ve 1,0 mg/ml) tekrar edilmiş ve seyreltme işlemi için iki farklı çözücü (ultra saf su ve PBS) kullanılmıştır. Tablo 1'den görüldüğü üzere genel olarak ultra saf su ile seyreltme sonucu KF ve HA nanopartikülleri için hidrodinamik çap azalırken fosfat grupları içeren PBS ile seyreltme sonucunda ciddi oranda agregasyonu işaret eden boyut artışı görülmektedir. TKF nanopartikülleri için ultra saf su ile seyreltme hidrodinamik çapı azaltmamış ancak PBS benzer şekilde agregasyona sebep olmuştur. Konsantrasyon artışı PBS ile seyreltilme durumunda agregasyonu arttırmış ancak ölçüm yapılan diğer iki durumda önemli bir boyut değişimine neden olmamıştır. SEM sonuçları ile kıyaslandığında, KF'nin diğer iki nanopartikülden daha yüksek boyutlu olduğu DLS ile doğrulanmıştır.

Tablo 1. DLS boyut ölçümleri (A*: BSA ile hazırlanmış; B**: Ultra saf su ile seyreltilmiş; C***: PBS ile seyreltilmiş)

(Table 1. DLS hydrodynamic size measurements of samples prepared with A*: BSA; B**: Ultra-pure water; C***: PBS)

Malzeme	Konsantrasyon (mg/ml)	Hidrodinamik çap (nm)		
		A*	B**	C***
Kalsiyum Fosfat (KF)	0,5	365,0 ±54,1	261,1 ±16,3	296,6 ±29,7
	1,0	338,3 ±5,2	248,4 ±8,5	972,2 ±505,7
Trikalsiyum Fosfat (TKF)	0,5	183,9 ±14,0	186,6 ±20,7	905,0 ±22,9
	1,0	162,1 ±8,9	166,4 ±9,7	1962 ±835,4
Hidroksiapatit (HA)	0,5	217,4 ±15,8	192,6 ±7,8	673,4 ±116,6
	1,0	226,0 ±9,8	206,3 ±12,5	1073,3 ±27,6

3.2. Yüzey Yükü Analizi

Zeta potansiyel ölçümleri partiküller arası itme ve çekme değerinin ölçülmesine dayanır. Zeta potansiyel değerinin belirlenmesi partiküllerin dispersiyon ve agregasyon davranışlarının kontrol edilmesi açısından kritik önem taşımaktadır. TKF ve HA nanopartiküllerinin zeta potansiyel ölçümü hidrodinamik çap ölçümleri için de kullanılan Malvern Zeta-Sizer cihazı ile gerçekleştirilmiştir. Elde edilen zeta potansiyel ölçüm sonucu TKF için $-14,4 \pm 1,8$ mV, HA için $-16,5 \pm 0,5$ mV olarak bulunmuştur (pH:7). Zeta potansiyel değeri -30 mV'den daha negatif olan partiküllerin normal olarak stabil kabul edildiği düşünüldüğünde ölçüm yapılan nanotozların dağılım kararlılığı olmadığı söylenebilir.

3.3. Yüzey Alanı Analizi

BET analiz cihazı ile ölçülen BET yüzey alanı, Langmuir yüzey alanı, tek nokta yüzey alanı, gözenek hacmi ve gözenek çapı gibi yüzey özellikleri Tablo 2'de sunulmuştur. Tablodaki değerler incelendiğinde nanotozların BET yüzey alanlarının $21,6-36,5$ m²/g aralığında değiştiği görülmektedir. Ölçülen bu değerler tedarikçi tarafından bildirilen yüzey alanı değerlerinden yaklaşık 2-3 kat daha fazladır. Bu sonuçlar parçacık boyutu sonuçları ile birlikte incelendiğinde yüzey alanı ve nanopartikül boyutu arasındaki ters ilişki görülmektedir. Örneğin en küçük parçacık boyutuna sahip olan TKF nanotozlarının aynı zamanda en yüksek yüzey alanı değerlerine sahip olduğu görülmüştür. Ayrıca, analizi yapılan üç malzeme arasından HA'nın yüzeyinin en fazla gözenek yapısına sahip olduğu da belirlenmiştir. HA'nın gözenekli yapısı vücut sıvılarının malzemeye kolayca erişebilmesi ve kemik yenilenmesine destek olması dolayısıyla dental uygulamalarda avantaj sağlayabilmektedir (Chang, Hong, Youn, Ryu, Chung, & Park, 2000; He, Standard, Huang, Latella, & Swain, 2008).

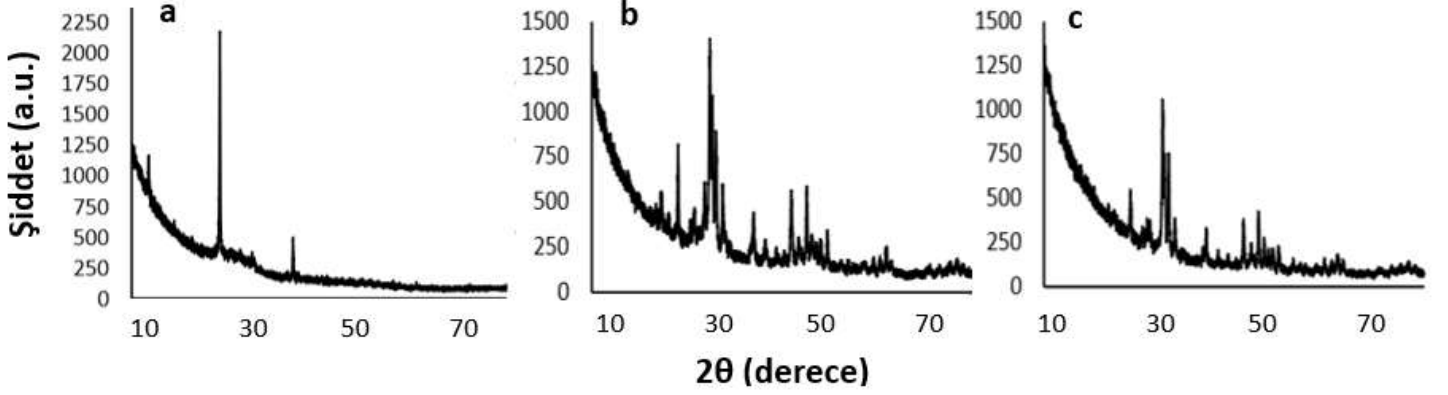
Tablo 2. Seramik nanotozların BET ile ölçülen yüzey özellikleri

(Table 2. Surface properties of ceramic nanopowders measured with BET)

BET Ölçümleri	KF	TKF	HA
Tek nokta yüzey alanı (m ² /g)	21.1	35,8	30,7
BET yüzey alanı (m ² /g)	21.6	36,5	31,3
Langmuir yüzey alanı (m ² /g)	33,8	57,1	49,1
Gözenek hacmi (cm ³ /g)	0,2	0,8	1,8
Gözenek çapı (Å)	401	883	2357

3.4. Kristaloğrafik Analiz

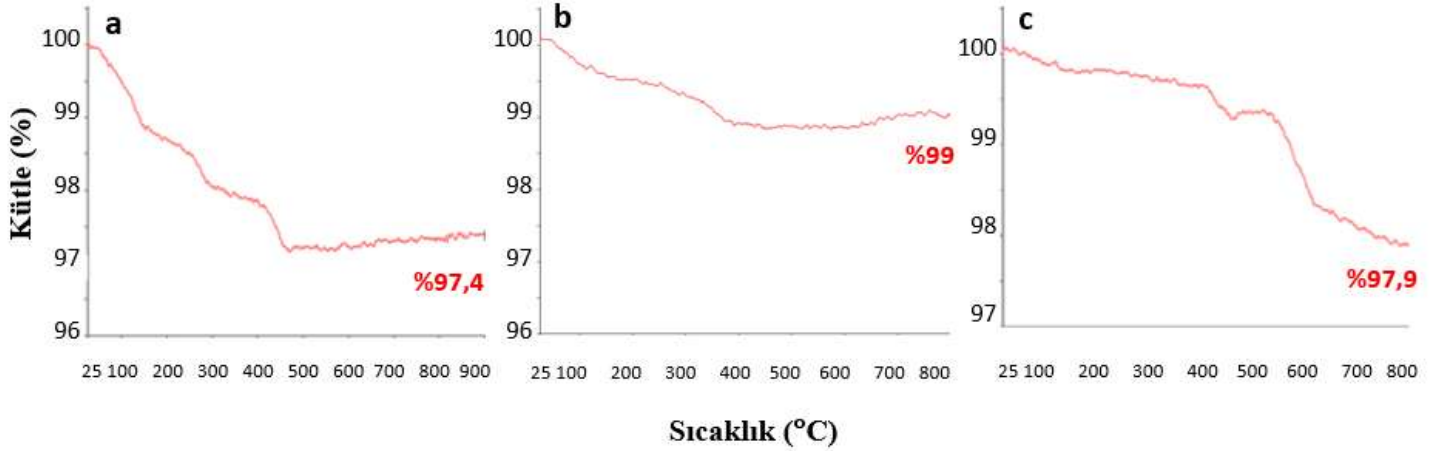
Nanotozlarına ait XRD pikleri Şekil 2’de verilmiştir. Elde edilen XRD grafikleri üzerinde tepe noktalarına karşılık gelen 2θ açı değerleri KF, TKF ve HA için sırasıyla ve $26,4^\circ$, $31,7^\circ$ ve $31,8^\circ$ olarak belirlenmiştir. Bu sonuçların tüm XRD modellerinin kalsiyum fosfatlar için geçerli Toz Kırınım Standartları Ortak Komitesi (JCPDS) dosyaları (JCPDS no. 09-0169 ve 09-0432) ile tutarlı karakteristik zirvelere sahip olduğu görülmüştür.



Şekil 2. a: KF nanopartiküllerinin; b: TKF nanopartiküllerinin; c: HA nanopartiküllerinin XRD analiz sonucu
(Figure 2. XRD analysis results of nano-sized a: Calcium phosphate; b: Tricalcium phosphate; c: Hydroxyapatite)

3.5. Termogravimetrik Analiz

Seramik nanotozların sıcaklığa bağlı kütle kaybı TGA/DTA cihazı ile ölçülmüş ve sonuçlar Şekil 3’te sunulmuştur. TGA/DTA spektrumları incelendiğinde KF için kütle kaybı % 2,6, TKF için %1 ve HA için % 2,1 olarak ölçülmüştür. Nanotozlara ait TGA eğrileri incelendiğinde KF ve HA için $500-600^\circ\text{C}$ civarında yaklaşık %2’lik bir kütle kaybı olduğu ancak genel olarak test edilen üç nanotozun da termal kararlılığının yüksek olduğu görülmektedir.



Şekil 3. a: KF nanopartiküllerinin; b: TKF nanopartiküllerinin; c: HA nanopartiküllerinin TGA spektrumu
(Figure 3. TGA analysis results of nano-sized a: Calcium phosphate; b: Tricalcium phosphate; c: Hydroxyapatite)

4. Sonuç

Bu çalışmada dental uygulamalarda sıklıkla kullanılan kalsiyum fosfat yapıları 3 farklı seramik nanomalzeme detaylı olarak karakterize edilmiştir. Nanopartiküllerin karakterizasyonu için SEM, DLS, XRD, BET ve TGA analiz yöntemleri kullanılmıştır. SEM analizi sonuçları nanopartiküllerin genel olarak küresel yapıda olduklarını ancak homojen bir dağılım sergilemediğini göstermiştir. SEM görüntüleri ortalama parçacık boyutunun KF için yaklaşık 100 nm, TKF ve HA için yaklaşık 60 nm civarında olduğunu ve nanopartiküllerin agregasyon eğilimini göstermiştir. DLS ölçümleri nanopartiküllerin nötr pH’da negatif zeta potansiyeli (≈ -15 mV) sahip olduğunu ancak bu negativitenin kararlı dağılım şartını (< -30 mV) sağlamadığını ortaya koymuştur. 2θ açısında KF, TKF ve HA için sırasıyla ve $26,4^\circ$, $31,7^\circ$ ve $31,8^\circ$ görülen XRD pikleri nanopartiküllere ait karakteristik piklerdir ve literatür ile uyumludur (Chen, Mccrate, Lee, & Li, 2011). TGA analizi sonucu seramik nanotozların yüksek sıcaklıklarda bile ($800-900^\circ\text{C}$) kütle kaybının çok az ($< \%2,6$) olduğunu ve dolayısıyla yüksek termal kararlılıkta olduklarını göstermiştir. KF, TKF ve HA nanotozlarının BET yüzey alanları sırasıyla $21,6$, $36,5$ ve $31,3$ m^2/g olarak belirlenmiştir. BET analizi sonucunda hesaplanan bu değerler tedarikçi tarafından sağlanan e-ISSN: 2148-2683

yüzey alanı değerlerinden en az 2 kat daha fazladır. Yapılan çalışmalar karakterizasyon ölçümlerinin örnek hazırlama adımlarına ve deneysel parametre seçimlerine yakından bağlı olduğunu ortaya koymuştur. Sonraki adımda detaylı olarak karakterizasyonu yapılan bu üç seramik yapıları nanomalzemenin insan sağlığı üzerindeki olası olumsuz etkilerinin *in vitro* sitotoksikite testleri yardımıyla ölçülmesi planlanmaktadır.

Kaynakça

- Bordea, I. R., Candrea, S., Alexescu, G. T., Bran, S., Băciuț, M., Băciuț, G., . . . Todea, D. A. (2020). Nano-hydroxyapatite use in dentistry: A systematic review. *Drug metabolism reviews*, 52(2), 319-332.
- Chang, B.-S., Hong, K.-S., Youn, H.-J., Ryu, H.-S., Chung, S.-S., & Park, K.-W. (2000). Osteoconduction at porous hydroxyapatite with various pore configurations. *Biomaterials*, 21(12), 1291-1298.
- Chen, L., Mccrate, J. M., Lee, J. C., & Li, H. (2011). The role of surface charge on the uptake and biocompatibility of hydroxyapatite nanoparticles with osteoblast cells. *Nanotechnology*, 22(10), 105708.
- D'Amato, R., Falconieri, M., Gagliardi, S., Popovici, E., Serra, E., Terranova, G., & Borsella, E. (2013). Synthesis of ceramic nanoparticles by laser pyrolysis: from research to applications. *Journal of analytical and applied pyrolysis*, 104, 461-469.
- Ebrahimi, M., Botelho, M., Lu, W., & Monmaturapoj, N. (2019). Synthesis and characterization of biomimetic bioceramic nanoparticles with optimized physicochemical properties for bone tissue engineering. *Journal of Biomedical Materials Research Part A*, 107(8), 1654-1666.
- Fathian, Z., Maleki, A., & Niroumand, B. (2017). Synthesis and characterization of ceramic nanoparticles reinforced lead-free solder. *Ceramics International*, 43(6), 5302-5310.
- Hartmann, N. B., Jensen, K. A., Baun, A., Rasmussen, K., Rauscher, H., Tantra, R., . . . Riego Sintes, J. M. (2015). Techniques and protocols for dispersing nanoparticle powders in aqueous media—Is there a rationale for harmonization? *Journal of Toxicology and Environmental Health, Part B*, 18(6), 299-326.
- He, L.-H., Standard, O. C., Huang, T. T., Latella, B. A., & Swain, M. V. (2008). Mechanical behaviour of porous hydroxyapatite. *Acta Biomaterialia*, 4(3), 577-586.
- Karakus, C. O., & Winkler, D. A. (2021). Overcoming roadblocks in computational roadmaps to the future for safe nanotechnology. *Nano Futures*, 5(2), 022002.
- Khandan, A., Nassireslami, E., Saber-Samandari, S., & Arabi, N. (2020). Fabrication and characterization of porous bioceramic-magnetite biocomposite for maxillofacial fractures application. *Dental Hypotheses*, 11(3), 74.
- Lynch, I., Weiss, C., & Valsami-Jones, E. (2014). A strategy for grouping of nanomaterials based on key physico-chemical descriptors as a basis for safer-by-design NMs. *Nano today*, 9(3), 266-270.
- Ming, W., Jiang, Z., Luo, G., Xu, Y., He, W., Xie, Z., . . . Li, L. (2022). Progress in Transparent Nano-Ceramics and Their Potential Applications. *Nanomaterials*, 12(9), 1491.
- Moreno-Vega, A.-I., Gomez-Quintero, T., Nunez-Anita, R.-E., Acosta-Torres, L.-S., & Castaño, V. (2012). Polymeric and ceramic nanoparticles in biomedical applications. *Journal of Nanotechnology*, 2012.
- Oksel Karakus, C., Bilgi, E., & Winkler, D. A. (2021). Biomedical nanomaterials: applications, toxicological concerns, and regulatory needs. *Nanotoxicology*, 15(3), 331-351.
- Vance, M. E., Kuiken, T., Vejerano, E. P., McGinnis, S. P., Hochella Jr, M. F., Rejeski, D., & Hull, M. S. (2015). Nanotechnology in the real world: Redeveloping the nanomaterial consumer products inventory. *Beilstein journal of nanotechnology*, 6(1), 1769-1780.
- Wang, B., Wang, C., Yu, X., Cao, Y., Gao, L., Wu, C., . . . Zou, Z. (2022). General synthesis of high-entropy alloy and ceramic nanoparticles in nanoseconds. *Nature Synthesis*, 1(2), 138-146.
- Winkler, D. A., Mombelli, E., Pietroiusti, A., Tran, L., Worth, A., Fadeel, B., & McCall, M. J. (2013). Applying quantitative structure-activity relationship approaches to nanotoxicology: current status and future potential. *Toxicology*, 313(1), 15-23.
- Wu, J., Ling, C., Ge, A., Jiang, W., Baghaei, S., & Kolooshani, A. (2022). Investigating the performance of tricalcium phosphate bioceramic reinforced with titanium nanoparticles in friction stir welding for coating of orthopedic prostheses application. *Journal of Materials Research and Technology*, 20, 1685-1698.
- Zare, E. N., Zheng, X., Makvandi, P., Gheybi, H., Sartorius, R., Yiu, C. K., . . . Varma, R. S. (2021). Nonspherical Metal-Based Nanoarchitectures: Synthesis and Impact of Size, Shape, and Composition on Their Biological Activity. *Small*, 17(17), 2007073.
- Zhao, Y., Zhang, Z., Pan, Z., & Liu, Y. (2021). Advanced bioactive nanomaterials for biomedical applications. Paper presented at the Exploration.