

**T.C.**  
**TEKİRDAĞ NAMIK KEMAL ÜNİVERSİTESİ**  
**FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ**

**YÜKSEK LİSANS TEZİ**

**FE<sub>3</sub>O<sub>4</sub>@HA@AG SENTEZİ, YAPISININ İNCELENMESİ VE  
TEKSTİLDE KULLANIMI**

**CUMALİ DEMİR**

**TEKSTİL MÜHENDİSLİĞİ ANABİLİM DALI**

**DANIŞMAN: Doç. Dr. Aylin YILDIZ**

**TEKİRDAĞ – 2018**

**Her hakkı saklıdır**



Bu tez Bilimsel Araştırma Projeleri tarafından NKUBAP.06.YL.17.099 nolu proje ile desteklenmiştir.

Doç. Dr. Aylin YILDIZ danışmanlığında, Cumali DEMİR tarafından hazırlanan “Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>@HA@Ag sentezi, yapısının incelenmesi ve tekstilde kullanımı ” isimli bu çalışma aşağıdaki jüri tarafından Tekstil Mühendisliği Anabilim Dalı ‘nda Yüksek Lisans tezi olarak oy birliği ile kabul edilmiştir.

Jüri Başkanı: Prof. Dr. Rıza ATAV

*İmza:*

Üye: Doç. Dr. Gonca ÖZÇELİK KAYSERİ

*İmza:*

Üye: Doç. Dr. Aylin YILDIZ

*İmza:*

Fen Bilimleri Enstitüsü Yönetim Kurulu adına

Prof. Dr. Fatih KONUKCU  
**Enstitü Müdürü**

## ÖZET

Yüksek Lisans Tezi

Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>@HA@Ag SENTEZİ, YAPISININ İNCELENMESİ VE TEKSTİLDE KULLANIMI

**Cumali DEMİR**

Tekirdağ Namık Kemal Üniversitesi  
Fen Bilimleri Enstitüsü  
Tekstil Mühendisliği Anabilim Dalı

Danışman Doç. Dr. Aylin YILDIZ

Gelişen teknoloji ve sanayileşmeyle birlikte canlı hayatını tehdit eden atık miktarında da artış olmuştur. Her geçen yıl artan kanser vakaları da bunun bir kanıtıdır. Toprağa ve suya karışan zararlı atıkları temizlemek için sentezlenen ürünlerin bu amaç dışında farklı amaçlar için de kullanılabileceği fark edilmiştir. Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>@HA@Ag'nin bunlardan biri olabileceği düşünülmektedir. Elektrik, manyetik ve optik özellikleri nedeniyle Ferrit (Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>) gibi manyetik nano-malzemeler son yıllarda araştırmacıların dikkatini çekmiş ve çok farklı alanda kullanım alanı bulmuştur. Hümik asit (HA), doğada hayvan ve bitki atıklarının bozunması sonucu oluşmakta olup sanayi atığı olarak ortaya çıkan, toprağa ve suya geçerek hem çevre hem de insan sağlığını tehdit eden ağır metalleri temizleme kapasitesine sahip malzemeler arasında yer almaktadır. Gümüş (Ag) ise elektriksel iletkenliğinin yanı sıra antibakteriyel özellikleri ile birçok alanda kullanım alanına sahip bir metaldir. Özellikle medikal alanda antibakteriyel yara örtüleri geliştirilmesinde kullanılmaktadır. Bunun yanında Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>@HA@Ag nanokompozitin yapısı gereği uygulandığı materyale elektromanyetik kalkanlama özelliği sağlayabileceği öngörülmektedir.

**Anahtar kelimeler:** Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>, humik asit, gümüş, antibakteriyellik, nanolif, eletro lif çekimi

**2018, 46 Sayfa**

## **ABSTRACT**

MSc. Thesis

**Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>@HA@Ag SYNTHESIS, STRUCTURAL INVESTIGATION AND USAGE IN  
TEXTILE**

**Cumali DEMİR**

Namık Kemal University in Tekirdağ  
Graduate School of Natural and Applied Sciences  
Department of Textile Engineering

Supervisor: Asst. Prof. Dr. Aylin YILDIZ

Along with the development of technology and industrialization, the amount of life-threatening waste has also increased. The cancer cases, which are increasing every year, are proof of this. It has been noticed that the products synthesized to remove harmful wastes from the soil and the water may be used for different purposes except for this purpose. Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>@HA@Ag is thought to be one of these. Due to their electrical, magnetic and optical properties, magnetic nanomaterials such as ferrite (Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>) have attracted the attention of researchers in recent years and have found a very different field of application. Humic acid (HA) is the result of the degradation of animal and plant wastes in the environment and it is among the materials with heavy metal cleaning capacity, which emerges as industrial waste, which passes through the soil and water and threatens both the environment and human health. Silver (Ag) is a metal with many field applications with its electrical conductivity as well as antibacterial properties. Especially in the medical field, antibacterial wound dressings are used. In addition, it is predicted that the Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>@HA@Ag nanocomposite structure can provide the material with electromagnetic shielding properties.

**Keywords:** Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>, humic Acid, Ag (Silver) , antibacterially, nanofibre, electrospinning

**2018, 46 Pages**

## İÇİNDEKİLER

<b>ÖZET</b> .....	<b>i</b>
<b>ABSTRACT</b> .....	<b>ii</b>
<b>İÇİNDEKİLER</b> .....	<b>iii</b>
<b>ŞEKİL DİZİNİ</b> .....	<b>vi</b>
<b>KISALTMALAR</b> .....	<b>vii</b>
<b>ÖNSÖZ</b> .....	<b>viii</b>
<b>1.GİRİŞ</b> .....	<b>1</b>
<b>2.KURAMSAL BİLGİLER VE KAYNAK TARAMALARI</b> .....	<b>4</b>
2.1.Ferrit ( $Fe_3O_4$ ) .....	4
2.2. Hümik asid (HA) .....	8
2.3. Gümüş (Ag) .....	11
2.4. Nanoteknoloji ve Elektro lif çekimi .....	13
2.5. Elektro lif çekim yöntemi ile nanolif çekimi.....	14
<b>3. MATERYAL VE METOD</b> .....	<b>17</b>
3.1 $Fe_3O_4@HA@Ag$ nanokompozitin hazırlanması .....	18
3.2 $Fe_3O_4@HA@Ag$ 'nin farklı ağırlık oranlarını içeren nanolif membranların hazırlanması .	18
3.3 Antibakteriyel aktivitenin ölçülmesi .....	19
3.4 Hücre canlılığı tayini – MTT Analizi .....	19
<b>4. BULGULAR VE TARTIŞMA</b> .....	<b>22</b>
4.1 $Fe_3O_4@HA@Ag$ Manyetik Nanoliflerin özellikleri .....	22
4.2 VSM analizi.....	29
4.3 Antibakteriyel Aktivitenin Belirlenmesi .....	32
4.4. Hücre canlılığı –MTT analizi .....	36
<b>5. SONUÇ ve ÖNERİLER</b> .....	<b>39</b>
<b>6. KAYNAKLAR</b> .....	<b>40</b>

<b>TEŞEKKÜR.....</b>	<b>45</b>
<b>ÖZGEÇMİŞ.....</b>	<b>46</b>



## ÇİZELGE DİZİNİ

Sayfa

Çizelge 2.1: Farklı uygulamalarda kullanılan HA'ların fonksiyonel etkileri ve yapısal özellikleri.....	<b>Hata!</b>
<b>a! Yer işareti tanımlanmamış.</b>	
Çizelge 4.1: Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> @HA@Ag MNFs ürünlerin manyetik parametreleri (ağırlıkça 5% , %7,5 ve %10 ).....	30
Çizelge 4.2: Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> @HA@Ag MNF'leri için (ağırlıkça %5, %7,5 ve %10) $\alpha$ , $K_{eff}$ , $H_a$ ve $N$ 'nin değerleri products.....	<b>Hata! Yer işareti tanımlanmamış.</b>
Çizelge 4.4: Milimetre cinsinden Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> @ PVP@Ag nanoliflerin engelleme bölgeleri.....	<b>Hata!</b>
<b>Yer işareti tanımlanmamış.</b>	



## ŞEKİL DİZİNİ

Sayfa

- Şekil 2.1: Manyetik malzemelerin sınıflandırılması (Guimaraes, 1998) . ..... 6
- Şekil 2.2: Hümik asit formülü ..... **Hata! Yer işareti tanımlanmamış.**
- Şekil 2.3: Elektro eğrime yöntemi ile nanolif üretimi ..... **Hata! Yer işareti tanımlanmamış.**
- Şekil 2.4: Voltaj değişimi ile oluşan lif çap değişimi..... **Hata! Yer işareti tanımlanmamış.**
- Şekil 3.1: Ekim sonrası 24 saat L929 hücrelerinin morfolojisini gösteren ters faz kontrast mikrografi ..... **Hata! Yer işareti tanımlanmamış.**
- Şekil 4.1:  $Fe_3O_4@HA@Ag$  nanokompozitinin FT-IR spektrumları..... **Hata! Yer işareti tanımlanmamış.**
- Şekil 4.2: Üç farklı  $Fe_3O_4@HA@Ag$  (% 5, %7,5 ve %10) manyetik Nanolif konsantrasyonunun FTIR spektrumları (a) ve X-Ray toz kırınımı (b).....**Hata! Yer işareti tanımlanmamış.**
- Şekil 4.3:  $Fe_3O_4@HA$  nanokompozit,  $Fe_3O_4@HA@Ag$  MNC'ler ve üç farklı konsantrasyonda  $Fe_3O_4@HA@Ag$  manyetik Nanoliflerin (% 5, %7,5 ve %10) TGA termogramı ..... **Hata! Yer işareti tanımlanmamış.**
- Şekil 4.4: %5  $Fe_3O_4@HA@Ag$  manyetik nanoliflerin (A) , %7,5,  $Fe_3O_4@HA@Ag$  manyetik nanoliflerin (B) ve %10  $Fe_3O_4@HA@Ag$  manyetik nanoliflerin (C) SEM görüntüleri..... **Hata! Yer işareti tanımlanmamış.**
- Şekil 4.5: %5'lik  $Fe_3O_4@HA@Ag$  manyetik nanoliflerin (A) , %7,5'luk  $Fe_3O_4@HA@Ag$  manyetik nanoliflerin (B) ve %10  $Fe_3O_4@HA@Ag$  manyetik nanoliflerin (C) EDX Spektrumu ..... **Hata! Yer işareti tanımlanmamış.**
- Şekil 4.6:  $Fe_3O_4@HA@Ag$  manyetik nanokompozitinin (a) , farklı oranlardaki ( %5 , %7,5 ve %10)  $Fe_3O_4@HA@Ag$  MNF'lerin (b) M-H eğrileri ..... **Hata! Yer işareti tanımlanmamış.**
- Şekil 4.7:  $Fe_3O_4@HA@Ag$  MNFs.  $Fe_3O_4@HA@Ag$  manyetik nanokompozitinin (a), farklı oranlardaki (% 5,% 7,5 ve% 10)  $Fe_3O_4@HA@Ag$  MNF'lerin (b)  $1 / H^2$ 'sine karşı M'nin arazileri.. ..... **Hata! Yer işareti tanımlanmamış.**
- Şekil 4.8:  $Fe_3O_4@HA@Ag$  Nanoliflerin antibakteriyel etkisi ve kontrol çözümleri**Hata! Yer işareti tanımlanmamış.**
- Şekil 4.9: L929 hücreleri için hücre canlılığının 6 saat, 12 saat ve 24 saatte  $Fe_3O_4@HA@Ag$  MNF'lerin kompozit malzeme konsantrasyonuna maruz kalmasına bağlı olması. .... **Hata! Yer işareti tanımlanmamış.**

## KISALTMALAR

PVP	: Polivinilprolidon
HA	: Humik asit
ROS	: Reaktif oksijen türleri
FTIR	: Fourier dönüşümlü kızılötesi spektroskopisi
XRD	: X-Işınları kırınım cihazı
VSM	: Vibrating sample magnetometer
TGA	: Termogravimetrik analiz cihazı
DMF	: Dimetilformamid
DMEM	: Dulbecco'nun modifiye Eagle's yüksek glikoz ortamı
FBS	: Fetal bovin serum
DMSO	: Dimetil sülfoksit
MH	: Mueller Hinton
NF	: Nanolif
MNF	: Manyetik nanolif
NP	: Nanopartikül
EDX	: Enerji dispersive X-Ray Analizi
SEM	: Taramalı elektron mikroskobu
MTT	: [3- (4-dimetiltiazol-2-il) -2-difeniltetrazolyum bromür]
ppm	: Millionda bir parça

## ÖNSÖZ

Bu tez çalışmasında gelişen teknoloji ile birlikte tekstil ürünlerinden beklenen multifonksiyonel özelliklerin ürünlere kazandırılması ve bu ürünlerin daha yaygın kullanımının sağlanmasında izlenecek metotların belirlenmesi amaçlanmıştır.

Öncelikle tez konusu seçiminde beni yönlendirici olup, tekstildeki yeni gelişimler hakkındaki bilgi birikimi ile bana yardımcı olan tez danışmanım Doç. Dr. Aylin YILDIZ başta olmak üzere; Namık Kemal Üniversitesi Tekstil Mühendisliği Bölümü'ndeki öğretim görevlilerine, antibakteriyellik ve hücre uyumluluğu testlerinin yapılmasında bizlere yardımcı olan Hitit Üniversitesi, Fen-Edebiyat Fakültesi, Moleküler Biyoloji ve Genetik Bölümü 'nden Çiğdem DÖNMEZ GÜNGÜNEŞ 'e ve VSM analizlerinin yapılmasındaki katkısından dolayı TÜBİTAK Ulusal Metralurji Enstitüsü Manyetik Laboratuvar çalışanı Doç. Dr. Hüseyin SÖZERİ'ye teşekkürlerimi sunarım

## 1. GİRİŞ

Gelişen teknoloji ve sanayileşmeyle birlikte canlı hayatını tehdit eden atık miktarında da artış olmuştur. Her geçen yıl artan kanser vakaları da bunun bir kanıtıdır. Toprağa ve suya karışan zararlı atıkları temizlemek için sentezlenen ürünlerin bu amaç dışında farklı amaçlar için de kullanılabileceği fark edilmiştir.  $Fe_3O_4@HA@Ag$ 'nin bunlardan biri olabileceği düşünülmektedir.

Elektrik, manyetik ve optik özellikleri nedeniyle Ferrit ( $Fe_3O_4$ ) gibi manyetik nanomalzemeler son yıllarda araştırmacıların dikkatini çekmiş ve çok farklı alanda kullanım alanı bulmuştur.  $Fe_3O_4$  ve nano kompozitlerinin potansiyel uygulamalarından bazıları biyoteknoloji / biyomedikal, kataliz, veri depolama, elektrokimyasal ve biyoelektrokimyasal algılama, çevresel iyileştirme, süperkapasitörler ve lityum iyon piller için elektrotlar, manyetik akışkanlar kaydı, malzeme bilimleri, mikrodalga emilimi, manyetik rezonans görüntüleme (MRI), medikal tanı ve foto katalizi (LIB) olarak listelenebilir (S. Singamaneni ve ark 2011, Amir Md ve ark 2015). Son yıllarda literatürde manyetik nano parçacıkların ilaç veya gen taşıyıcıları, DNA, biyomoleküllerin ayrılması, tümörlerin hipotermik tedavisi, manyetik rezonans görüntüleme için kontrast ajanları için potansiyel bir materyal olarak kullanımı üzerine birçok makale yayınlanmıştır (Indira ve Lakshmi, 2010).

Hümitik asit (HA), doğada hayvan ve bitki atıklarının bozunması sonucu oluşmakta olan organik makromoleküllerdir. Ağır metaller ile kompleks oluşturması sonucunda sanayi atığı olarak ortaya çıkan, toprağa geçerek hem çevre hem de insan sağlığını tehdit eden ağır metalleri temizleme kapasitesine sahip malzemeler arasında yer alır. Köken, yaş, iklim ve diğer çevresel koşullar nedeniyle, miktarı da değişebilen çeşitli fonksiyonel gruplar içerebilir (Stevenson ve ark 1994). HA'ların fenol ve karboksilik asit fonksiyonel grupları, HA'ların çeşitli fonksiyonel özellikler kazanmasını sağlar (Aiken ve ark 1985) ve bu, OH / OOH'un deprotonasyonu ile ilişkilidir. Bu fonksiyonel özellikler, HA'ları, bitki büyümesi ve beslenmesinin iyileştirilmesi (Chen ve ark 1986, Piccolo ve ark 1992), ağır metallerle kompleksleştirme (Yates ve ark1999), antiviral ve anti-inflamatuar aktivite gibi birçok uygulama için çok yönlü hale getirir (Schols ve ark 1991, Melo ve ark 2016).

Kompozit malzemelerle kolay uygulanması ve entegrasyonu sayesinde, tekstil kumaşları bilim adamları arasında popülerlik kazanmaktadır (Abdullah ve ark. 2017). Tekstil ürünlerinden birçok farklı işlevsellik istenmektedir. Bunlar içinde elektromanyetik koruyucu ve antimikrobiyal etkiler listelenebilir. İletken tekstiller, endüstri, askeri ve sivil elektromanyetik koruma konularında olduğu kadar ilaç, telekomünikasyon ve giyilebilir teknoloji alanında da umut verici bir geleceğe sahiptir (Abdullah ve ark. 2017). Elektromanyetik koruyucu uygulamalar için hafif, esnek, kolay üretim, daha büyük harmanlama seçeneklerine ve maliyete bağlı olarak iletken lifli birçok dokusuz ve dokusuz kaplamalı kumaş kullanılmaktadır (Özen, 2015). Mükemmel manyetik ve dielektrik özellikleri  $Fe_3O_4$  nano partiküllerini elektromanyetik koruyucu kompozitlerde manyetik zayıflama kaynakları için uygun hale getirmiştir (Zhan ve ark. 2018). Öte yandan, antibakteriyel tekstiller sadece medikal uygulamalarda değil, günlük yaşam kullanımı açısından da önemlidir. Bu nedenle antibakteriyel tekstil üretimi hijyenik ve medikal uygulamalar için giderek daha belirgin hale gelmiştir (Kimiran ve ark. 2008). Kolloidal gümüş, iyi iletkenlik, kimyasal stabilite ve katalitik ve antibakteriyel aktivite gibi ayırt edici özelliklerden dolayı özellikle ilgi çekicidir ve endüstriyel uygulamalarda kullanılmaktadır (Sharma ve ark. 2009). Gümüş iyonlarının, antik çağlardan beri bakteriler, mantarlar ve virüsler için geniş antimikrobiyal aktivitelerin yanı sıra güçlü inhibitör ve bakterisit etkilerinin olduğu bilinmektedir (Lok ve ark. 2006, Cho ve ark. 2005). Önceki çalışmamızda, gümüşün karmaşık bir bileşiği sentezlenmiş ve pamuğun antibakteriyel terbiye işlemi için kullanılmıştır. Bu antibakteriyel ajanın önemli bir avantajı, kompleks bir bileşik olarak sınıflandırılmasıdır. Karmaşık bir bileşimde gümüş iyonunun cildin üzerine çıkması mümkün değildir, bunun bir sonucu olarak, sentezlenmiş gümüş sikloheksan mono karboksilat bileşiğinin tekstil sektöründe yeni bir antibakteriyel madde olarak kullanılabileceği söylenebilir (Yıldız ve ark. 2015). Yine bu çalışmada, gümüşlü karmaşık formda bir nano malzemenin üretilmesi ile sadece antibakteriyel etkiye değil, aynı zamanda elektromanyetik koruma etkisinde elde edilmesi amaçlanmıştır. Bu nedenle bu çalışmada,  $Fe_3O_4$  elektromanyetik koruyucu amaçlı kullanılmıştır, diğer taraftan Ag antibakteriyel etki için kullanılmıştır. Daha yüksek antimikrobiyal etkilere ulaşmak için hümitik asit de dahil edilmiştir. Bu amaçla  $Fe_3O_4@HA@Ag$  nanokompoziti sentezlenmiştir.

Bu alıřmada,  $Fe_3O_4@HA@Ag$  bileřiđi sentezlenip yapısının eřitli spektral analizlerle aıklanması, PVP ile bu malzemededen nanoliflerin retilmesi ve bu elde edilen nanoliflerin antibakteriyel ve hcre uyumluluđunun arařtırılması yapılmıřtır. Bu amala  $Fe_3O_4@HA@Ag$ 'nin PVP ile birlikte sentezi ve karakterizasyonu, bir elektro lif ekimi tekniđi ile yapılmıřtır. Hazırlanan  $Fe_3O_4@HA@Ag$  MNF'lerin antibakteriyel aktiviteleri ve antifungal etkileri arařtırılmıřtır. Ayrıca,  $Fe_3O_4@HA@Ag$  nanoliflerinin laboratuvar ortamındaki sitotoksosite testi, memeli fare deri fibroblast L929 hcre hattı kullanılarak gerekleřtirilmiřtir.



## 2. KURAMSAL BİLGİLER VE KAYNAK TARAMALARI

### 2.1. Ferrit ( $Fe_3O_4$ )

Manyetik malzemeler grubuna giren  $Fe_3O_4$  (ferrit) ile ilgili yapılan literatür çalışmalarına geçmeden önce manyetik malzemelerle ilgili bilgiler aşağıda verilmektedir.

Manyetik malzemeler, atomları ile ilgili manyetik momentlerin birbirleriyle etkileşme içine girip girmemesi ve bu etkileşmenin cinsine bağlı olarak çok farklı manyetik özellikler gösterirler. Manyetik momentlerin birbirinden bağımsız biçimde dış alana tepki vermesi diyamanyetizma ve paramanyetizmayı doğururken, bu momentlerin birbirleriyle kısa veya uzun mesafede etkili olabilen “değiş-tokuş” etkileşmeleri ile etkileşerek manyetik alan içindeki kollektif hareketi ferromanyetik, antiferromanyetik veya ferrimanyetik davranışın ortaya çıkmasına neden olur. Manyetik malzemelerin gösterdiği bu farklı manyetik düzenlenimlerin karakterizasyonunda manyetik doygunluğun büyüklüğü, sıcaklığa ve uygulanan alana göre değişimi belirleyici parametredir. Şekil 2.1’de malzemelerde gözlenen beş farklı manyetik düzenlenim ve davranış şematik olarak özetlenmektedir (Umut E. 2012).

**Diyamanyetizma** – Tüm elektronları, yörünge ve spinleri toplam manyetik momenti sıfır yapacak şekilde yönelmiş atomlardan oluşan malzemelerde gözlenen davranıştır. Bir dış manyetik alan altında çiftlenmiş elektronlar malzeme içindeki toplam alanı azaltacak şekilde yörüngesel hareketlerini değiştirerek, atomda net bir manyetik moment indüklerler, dolayısıyla malzeme içerisinde zıt yönde zayıf bir manyetik alan oluşur (Umut E. 2012). Yalnızca malzeme atomları içindeki doğal bir düzenlenim sonucu ortaya çıkan bu davranış sıcaklıktan bağımsız, dışarıdan uygulanan alan şiddeti ile doğru orantılı olduğundan diyamanyetik malzemeler negatif, küçük ve sabit bir manyetik doygunluk değeriyle karakterize edilir. Aslında tüm diğer manyetik malzemeler de, atomlarında kapalı iç kabuklardaki elektronların benzer şekilde davranışlarıyla belli oranda diyamanyetik özellik gösterirler ancak bu zayıf eğilim malzemenin diğer baskın manyetik özellikleri yanında ihmal edilir.

**Paramanyetizma** - Net manyetik momenti sıfırdan farklı olacak şekilde çiftlenmemiş elektron içeren atomların birbirinden bağımsız olarak davranışı sonucu ortaya çıkan bir

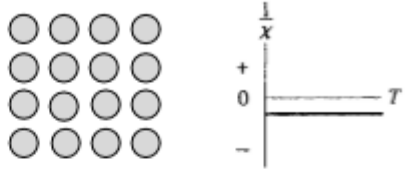

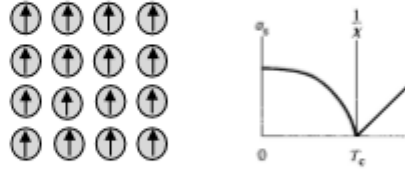
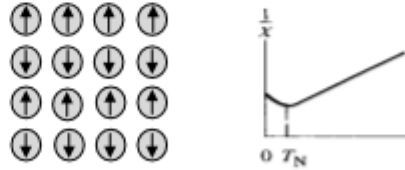

manyetik özelliktir. Paramanyetik bir malzemede dış alan yokluğunda atomik momentlerin ısı enerjisi etkisiyle rastgele yönelmesi sonucu net manyetizasyon sıfır iken, bir dış alan altında momentlerin birbirinden bağımsız şekilde kısmen alan yönünde yönelmesiyle küçük ve pozitif net bir manyetizasyon oluşur. Sıcaklığın artırılması, ısı enerjisi dolayısıyla da manyetik momentlerin rastgele yönelme eğilimlerini arttırarak manyetizasyonun azalmasına neden olur. Bu durum Curie yasası ya da daha genel haliyle Curie-Weiss yasası olarak bilinir ve manyetik doygunluğun sıcaklıkla ters orantılı olarak değişmesini ifade eder (Weiss, 1907).

**Ferromanyetizma** – Net manyetik momente sahip malzeme atomlarının, aralarında elektron değiş-tokuşuna dayanan ve elektrostatik kökenli olan kuvvetli “değiş-tokuş etkileşimleri” ile etkileşerek dış alan altında bir bütün olarak hareketinden kaynaklanan manyetizma türüdür. Ferromanyetik malzemelerde pozitif değiş-tokuş etkileşimleriyle etkileşen manyetik momentler birbirleriyle aynı yönde yöneldiğinden, oda sıcaklığında malzemede kalıcı bir manyetizasyon söz konusudur (Umut E. 2012). Bu malzemelerde paramanyetik malzemelere göre çok daha büyük olan manyetik doygunluk, geniş bir sıcaklık aralığında sabit kalırken, TC “Curie sıcaklığı” adı verilen kritik bir sıcaklık değerinin üzerinde Curie-Weiss yasasına uyacak şekilde hızla azalır ve malzeme paramanyetik hale gelir. Bu durum sıcaklıkla artan ısı enerjisinin manyetik momentler arasındaki etkileşimlere baskın çıkmasıyla açıklanabilir.

**Antiferromanyetizma** – Antiferromanyetik malzemelerde ferromanyetik malzemelerdekine aksine komşu manyetik momentler negatif değiş-tokuş etkileşimleri sonucu birbirlerine zıt yönde yönelmişlerdir. Dolayısıyla düşük sıcaklıklarda bir dış manyetik alan altında dahi malzemenin net manyetizasyonu sıfıra yakındır. Antiferromanyetik malzemelerde ferromanyetik malzemelerdekine benzer şekilde TN, “Neel sıcaklığı” adı verilen kritik bir sıcaklığın üzerinde ısı enerjisinin manyetik momentler arasındaki etkileşimlere baskın çıkmasıyla söz konusu manyetik düzen bozulur ve malzeme paramanyetik özellik göstermeye başlar. Buna göre antiferromanyetik malzemelerde TN sıcaklığının altında sıcaklıkla artan küçük bir manyetik doygunluk söz konusu iken, manyetik doygunluk TN sıcaklığının üzerinde Curie-Weiss yasasına uyacak şekilde sıcaklıkla azalır (Umut E. 2012).



**Ferrimanyetizma** – Ferrimanyetik malzemelerde antiferromanyetik malzemelerdekine benzer şekilde komşu manyetik momentlerin birbirlerine zıt yönde yöneldiği bir manyetik düzen söz konusudur. Ancak bu zıt yönlü momentlerin eşit büyüklükte olmamasından dolayı malzeme net bir kalıcı manyetizasyona sahiptir ve bu anlamda ferromanyetik malzemelerdekine benzer bir manyetik davranış gözlenir. Yine ferromanyetik malzemelerde olduğu gibi ferrimanyetik malzemeler de kritik Curie sıcaklığının üzerinde paramanyetik özellik gösterirler (Umut E. 2012).

Magnetik Özellik	Magnetik duyunluk	Malzeme atomlarındaki magnetik düzen ve magnetik duyunluğun sıcaklıkla değişimi
Diamagnetik	küçük ve negatif ( $-10^{-6}$ ile $-10^{-5}$ mertebesinde)	
Paramagnetik	küçük ve pozitif ( $10^{-5}$ ile $10^{-3}$ mertebesinde)	
Ferromagnetik	büyük ve pozitif, uygulanan alana bağlı	
Antiferromagnetik	küçük ve pozitif ( $10^{-5}$ ile $10^{-3}$ mertebesinde)	
Ferrimagnetik	büyük ve pozitif, uygulanan alana bağlı	

Şekil 2.1. Manyetik malzemelerin sınıflandırılması (Guimaraes, 1998) .

Soerja Koesnarpadi ve ark. manyetit nanopartikül ( $Fe_3O_4$ ) kaplı hümik asitler (HA), amonyum hidroksit kullanılarak birlikte çökeltme yöntemi ile, hümik asiti (Sambutan, Doğu Kalimantan, Endonezya'daki turba topraklarından çıkarıldı)  $Fe_3O_4$  yüzeyine başarıyla

kapladılar. FT-IR spektrumlarının karakterizasyonu,  $Fe_3O_4$  / HA kaplamanın Fe-COOR kimyasal bağ ile bağlandığını göstermektedir. XRD ölçümleri kristal yapısının etkilenmediğini gösterdi. Taramalı elektron mikroskopisi, manyetik parçacık boyutunun yaklaşık 10-18 nm'lik homojen olduğunu ortaya koydu.  $Fe_3O_4$  ve  $Fe_3O_4$  / HA kaplamanın her ikisi de kübik spinel yapısı ve küresel şekillendirilmiş morfolojiye sahipti. HA'nın  $Fe_3O_4$  üzerindeki modifikasyonu, doymuş miktardan 71,3 emu / g'den 69,5 emu / g'ye düşürebilmektedir.

Hüyük asitler (HA), karboksil ve hidroksil grubunun hakim olduğu çok fonksiyonlu gruba sahip doğal makromoleküler bileşimdir. HA'daki fonksiyonel grup, kompleks oluşumu yoluyla metal iyonunu bağlama konusunda farklı yeteneklere sahiptir. Çalışmada kullanılan Endonezya'daki topraklardan elde edilen hüyük asitin oksijen içeriği çok farklı idi. Bu çalışmanın temel amacı, farklı muson mevsiminde yer altı suyunun hidrokimyasını karakterize etmek ve seçilen iyonların iyonik gücüne dayanan Kapas Adası akiferindeki tuzlu su girişini belirlemektir. Parçacık yüzeyinin kaplanması, termal hareket sırasında çarpışan parçacıkların yapışmasını etkin bir şekilde önleyebilir.  $Fe_3O_4$  üzerinde HA bağlanması sorpsiyonu etkiler çünkü HA'nın adsorpsiyonu,  $Fe_3O_4$  üzerinde polianyonik organik kaplamaya neden olur ve böylece yüzey özelliklerini değiştirir. Kompleks HA ve  $Fe_3O_4$  içeren metal katyonların adsorpsiyon kapasitesinin tek başına ilgili HA veya  $Fe_3O_4$ 'ten daha yüksek olduğu bildirilmiştir (Rai ark 2009, Ramachandran ve ark 2004, Süpüren ve ark 2007 ). Son araştırmalara göre HA,  $Fe_3O_4$  nanopartiküllerine yüksek afiniteye sahip olduğundan, agregasyonunu önleyerek nano dağılımın stabilitesini arttırmıştır. Çalışmada, Co-çöktürme yöntemleri ile  $Fe_3O_4$  üzerinde Sambutan, Doğu Kalimatan turba topraklarından turba topraklı hüyük asit kullanılarak kompleks  $Fe_3O_4$  / HA kaplaması geliştirildi ve fonksiyonel gruplar, kristal yapısı, morfolojileri, dağılım ve boyut dağılımı ve manyetik özellikleri içeren spektrum karakterizasyonu yapılmıştır.

Manyetik kaplı HA, FT-IR spektrumu ile sentez edilmiş; HA,  $Fe_3O_4$  yüzeyine kimyasal bağ ile başarıyla kaplanmıştır.  $Fe_3O_4$  üzerinde HA modifikasyonu, kristal yapısını etkilememiştir, doygunluk miktardan ve mükemmel dağılımını azaltmıştır. HA'nın verimli bir şekilde toplanmasını azalttığını belirtilmiştir.

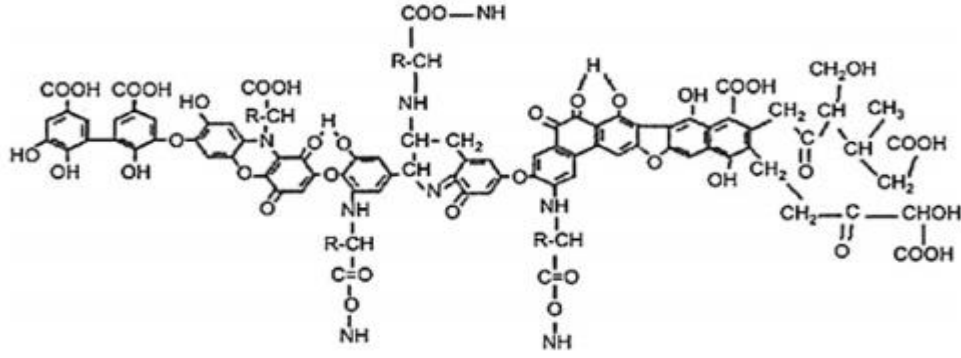
Wei-Hong Li ve Ning Yanfg'ın, Ag-Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> nanokompozitlerin *Crataegus pinnatifida* yapraklarının sulu ekstraktları kullanılarak yeşil ve kolay sentezi *Crataegus pinnatifida* ve bunların antibakteriyel performans hakkındaki çalışmalarında; antibakteriyel aktiviteyi araştırmak için, iki bakteri türü, *E. Koli* ve *S.Aureus* model bakteri olarak seçildi. Bakteri büyüme kinetiği, Luria-Bertani (LB) sıvısında nanokompozitlerin farklı konsantrasyonlarına sahip ortamlarda gözlenmiştir. Sonuçlar Optik Yoğunluk (OD) 600 nm'de (OD600) değerlendirilmiştir. Nano kompozitler, *E.koli* ve *S. Aureus*'un büyümesini yavaşlatabilmiş ve sırasıyla 40 ve 60 µg / mL'de *E. coli* ve *S. Aureusun* büyümesini tamamen önlemiştir. Bu sonuç Gram pozitif *S. aureus'un* Gram negatif *E.Kolinin* Ag-Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> nanokompozitlere göre daha toleranslı olduğunu düşündürmektedir.

Farklı geri dönüşüm sürelerinden elde edilen Ag-Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> nanokompozitlerin *E. coli* ve *S. Aureusu* önleme oranları araştırılmış ve 10 manyetik ayırma çevriminden sonra, önleme oranları sırasıyla %46 ve %40 olarak belirlenmiştir. Bu da geri dönüşümden elde edilen Ag-Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> nanokompozitlerin hala kararlı ve antibakteriyel özelliğe sahip olduğunu göstermiştir. Önleme oranındaki azalmanın sebebi, geri dönüşümden elde edilen nanokompozitlerin yüzeyinin geri dönüşüm işlemi sırasında kirli hale gelmesi ve parçacıkların yüzeyinin kirli olması nedeni ile nano kompozitlerdeki gümüş iyonlarının ayrılma oranını arttırması olabilir. Ayrıca elde edilen kompozit Ag-Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> 'ün oda sıcaklığında süper paramanyetik olduğu tespit edilmiştir.

## 2.2. Hümik asid (HA)

Hümik asitler (HA), toprakta, doğal suda ve tortuda dağılan organik madde olan hümik maddeler (HS) içeren makro moleküllerdir. Ticari hümik asitler, karbonun yenilenemez kaynakları olan turba ve kömürden çıkarılır. Son zamanlarda, hümik asitlerin doğal ve sürdürülebilir bir kaynak olan bir substrat olarak palmye ağaçlarının boş meyve demetini (EFB) kullanarak fermantasyon yoluyla üretilebileceği gösterilmiştir. Ayrıca, polimerizasyon / yoğunlaşma reaksiyonları yoluyla HA üretmek için kimyasal sentezler de kullanılabilir.

HA, diğ er hümik yapılarından (fulvik asit ve huminlerden) farklıdır, çünkü alkali ortamda çözü nürler, suda kısmen çözü nürler ve asidik ortamda çözü nmezler. Amfifilik karakterlerinden ötürü, HFA'lar tarım, kirlilik iyileştirme, ilaç ve ilaçlarda yararlı olan asidik koşullardan asidik koşullardaki misel benzeri yapılar oluştururlar. Psödo-miseller olarak adlandırılan ve asidik ortamlarda nötr olan bu yapılar özellikle kirliliğ in giderilmesinde ve hidrofobik olan ilaçların suda çözü nür lüğ ümü arttırmak üzere araştırılmışlardır. HA, yapılarında bulunan fonksiyonel gruplar kinonlar, fenoller ve karboksilik asitler gibi, elde etme sürecine ve kökene göre değ iş en tanımlamaları vardır. Kinonlar, HA içindeki reaktif oksijen türlerinin (ROS) oluşumundan sorumludur ve bu da yaraların iyileşmesi için faydalıdır ve kinonlar mantar öldürücü / bakteri öldürücü özelliklere sahiptir. Fenoller ve karboksilik asitler nötr ve alkali ortamda protosuz hale gelirler ve bunlarda HA'ların antioksidan ve iltihap önleyici gibi çeşitli diğ er işlevlerinden sorumludurlar. Özellikle, HA içindeki fenolik gruplar, serbest radikal temizleme kapasitesine sahip olmasından dolayı antioksidan özellik sağlar. HA'lar, farklı miktarlarda fonksiyonel gruplar içerirler ve bu grupların miktarları kökene, yaş a, iklim koşullarına ve HA'ların üretimi / ekstraksiyonunun çevresel koşullarına bağı ldır. HA'ların çeşitli fonksiyonları ağı rlıklı olarak Fenol ve karboksilik asit işlevsel gruplarına atfedilebilir (Steelink 1985), Bu da OH / OOH'nin deprotonasyonuna izin verir. Bu durum, bitki gelişiminin geliştirilmesi ve beslenmesi, ağı r metallerle kompleks oluşturma ve antiviral ve iltihap önleyici özellikler HA'ya kazandırır. Buna ek olarak, HA'ların yapısındaki fenoller, karboksilik asitler ve kinonların antioksidan, antimutajenik / desmutajenik ve mantar öldürücü / bakteri öldürücü aktiviteler ile bağı lantılıdır. Bununla birlikte, farmasötik ve kozmetik alanlarda HA'ların uygulanması, hidrofobik ilaçların çözü nür lüğ ü, UV-görünür absorpsiyon ve antioksidan gibi büyük potansiyeline rağmen iyi araştırılmamıştır. HA'ların kimyasal bileşimi coğrafi kökene, yaş a, iklim ve biyolojik koşullara göre değ iş ebilir. Bu da bu maddelerin analizlerini zorlaştırır. Moleküler ağı rlıkları 2.0 ila 1300 kDa aralığ ındadır ve bunlar aş ağı daki şekilde gösterildiğ i gibi birçok fonksiyonel grup içerirler.



**Şekil 2.2.**Hümik asit formülü

HA'lar ağırlıklı olarak fenol, karboksilik asit, enol, kinon ve eter fonksiyonel gruplarından oluşmaktadır. Ancak şeker ve peptitleri de içerebilir. Bununla birlikte, fenol ve karboksilik gruplar HAs yapılarında daha yaygındır. Dev bir HA molekülünün yapısı, OH grubu içeren hidrofilik kısımlardan ve alifatik zincirler ve aromatik halkalar içeren hidrofobik kısımlardan oluşur. Fenol ve karboksilik gruplar, HA'ların zayıf asit davranışından sorumludur. Toplam asitlik (fenolik + karboksilik grup asitliği) topraktan, sudan ve jeolojik yatlardan çıkarılan bileşiklerin yaklaşık 6 meq /g'dir. Kinonlar elektron kabul eden gruplardır ve reaktif oksijen türlerinin (ROS) üretiminden sorumludur. Aromatik halkalarıyla dengelenmiş olan semikinonlar ve ayrıca daha da kararlı olan hidrokinonlara indirgenirler. HAs'ların ana özellikleri, örneğin çözünürlük, pH'a bağlılık, hidrofobik gruplarla etkileşim ve metal şelasyonu gibi ana özellikleri HA'ların yapılarına yani amfifilikliğe ve her bir molekülü oluşturan farklı fonksiyonel gruplara bağlıdır. Çizelge 2.1 'de farklı uygulamalarda kullanılan HA'ların fonksiyonel etkileri, yapısal özellikleriyle ilişkilendirilerek gösterilmiştir.

**Çizelge 2.1.** Farklı uygulamalarda kullanılan HA'ların fonksiyonel etkileri, yapısal özellikleri

**HA'ların teknolojik uygulamaları    Fonksiyonel Etkiler    Yapısal Özellikler**

<b>Kirliliğin Giderilmesi</b>	<u>Ağır Metal Selatları</u>	<u>OH / OOH protonsuzaştırma</u>
	<u>Hirofobik kirleticileri çözme</u>	<u>Amfililik karakteri</u>

<b>Tarım</b>	Bitki büyümesi ve beslenmesi	<u>OH / OOH protonsuzaştırma</u>
	Bitki büyümesi ve beslenmesi	<u>Aktif Oksijen üretimi</u>
	Bakteri öldürücü	<u>Aktif Oksijen üretimi</u>
	Mantar öldürücü	<u>Aktif Oksijen üretimi</u>

<b>Tıp</b>	<u>Antiviral</u>	<u>OH / OOH protonsuzaştırma</u>
	<u>İltihap Önleyici</u>	<u>OH / OOH protonsuzaştırma</u>
	<u>Anti-mutejenik /</u>	<u>OOH varlığı</u>
	<u>Yara iyileşmesi</u>	<u>Aktif Oksijen üretimi</u>
	<u>Kanser tedavisi</u>	
	<u>Prion hastalığı tedavisi</u>	<u>Aktif Oksijen üretimi</u> <u>OH / OOH protonsuzaştırma</u>

### 2.3. Gümüş (Ag)

Gümüş; antibakteriyel, antifungal ve antiviral özellikleri ile geniş spektrumlu bir antimikrobiyal madde olarak yüzyıllardır pek çok alanda güvenle kullanılmaktadır. Gümüş; metalik gümüş, gümüş nitrat ve gümüş sülfadiazin formlarında uzun yıllardır yanıkların, yaraların ve çok sayıda bakteriyel enfeksiyonların tedavisinde kullanılmaktadır. Bakır, çinko, titanyum, altın gibi diğer metal iyonlarının da antimikrobiyal özellikte oldukları bilinmektedir, ancak bakterilere, virüslere ve diğer ökaryotik mikroorganizmalara karşı en iyi etkinliği gümüş göstermektedir. Gümüşün antibakteriyel madde olarak çok önemli avantajları bulunmaktadır. Bu avantajlar; gümüşün çok geniş spektrumlu bir antibiyotik olması, gümüşe bakteri direncinin neredeyse hiç bulunmaması ve düşük konsantrasyonlarda toksik olmamasıdır. Metalik haldeki gümüş aslında inert haldedir ancak ciltle temas ettiğinde, cilt üzerindeki nem ve yaranın sıvısı onu iyonize hale getirmektedir. İyonize gümüş son derece reaktiftir. Doku proteinlerine bağlanarak bakteriyel hücre duvarında ve daha sonra da nükleer zarda yapısal değişikliklere neden olarak mikroorganizmanın ölümüne yol açmaktadır. Gümüş sülfadiazin gümüş ve sülfadiazinin kombinasyonundan oluşmaktadır ve geniş spektrumlu bir

antimikrobiyal maddedir. Gümüş sülfadiazin DNA yapısına zarar vererek mikroorganizmayı öldürmektedir (Rai ve ark, 2009).

Gümüşün mikroorganizmaları öldürme mekanizması halen çok net açıklanamamaktadır. Metalik gümüşün, gümüş iyonlarının ve gümüş nano partiküllerin bakteri hücrelerinde meydana getirdiği morfolojik ve yapısal değişiklikler incelenerek mekanizma daha net anlaşılmasına çalışılmaktadır. Yapılan çalışmalar ışığında gümüşün bakteri hücre duvarına ve hücre zarına bağlandığı, tiyol grupları ile etkileşerek solunum enzimlerini inhibe ettiği ve böylece mikroorganizmanın ölümüne yol açtığı bilinmektedir (Rai ve ark, 2009, Ramachandran ve ark. 2004).

Liau ve arkadaşlarının 1997 yılında yaptıkları çalışmada tiol (-SH) grupları içeren aminoasitler ile içermeyen aminoasitlerde gümüş iyonlarının etkisi incelenmiştir. Çalışmada tiol grubu içeren aminoasitlerde gümüş iyonlarının tiol gruplarına bağlandıkları net bir şekilde açıklanmıştır (Süpüren ve ark 2007).

Feng ve arkadaşlarının 2000 yılında yaptıkları bir çalışmada gümüş iyonlarının gram-pozitif *S.Aureus* ve gram-negatif *E.Coli* bakterileri üzerinde meydana getirdiği morfolojik değişimler incelenmiştir. Çalışmada iyon kaynağı olarak  $AgNO_3$  kullanılmıştır. Gram-pozitif *S.Aureus*'un tipik bir pozitif bakteri olarak sahip olduğu kalın hücre duvarı nedeniyle gümüş iyonlarına daha iyi direnç gösterebildiği görülmüştür. Yine çalışmada kendisini sadece serbest haldeyken kopyalayabilen DNA'nın hücre içerisinde daha yoğun forma dönüştüğü bu durumun DNA'nın kendisini kopyalama yeteneğini kaybettiğini gösterdiği bildirilmektedir (Rai ve ark, 2009).

Li ve arkadaşlarının 2010 yılında yaptıkları bir çalışmada gümüş nano partiküllerinin *E.Coli* üzerinde antibakteriyel etki mekanizması incelenmiştir. Bu çalışmada gümüş nano partiküllerinin öncelikle hücre zarının yapısını bozarak hücre içine girdikleri, daha sonra solunum enzimlerini, sistine ait tiol (-SH) gruplarındaki hidrojen atomlarının yerlerini değiştirerek (-S-Ag-) inhibe ettikleri rapor edilmiştir. Hücre zarı geçirgenliği bozulan ve solunum yapamayan bakterinin gelişmesi ve çoğalması durmaktadır (Li ve ark. 2010).

Nano gümüş partiküllerinin antimikrobiyal etki mekanizması hakkında pek çok çalışma yapılmaktadır ancak toksisitesi hakkında yeterli çalışma bulunmamaktadır. Laboratuvar koşullarında yapılan sınırlı sayıda çalışma nano gümüş partiküllerinin konvansiyonel gümüşe ve diğer ağır metallerin nano formlarına oranla çok daha toksik olduklarını göstermektedir (Li ve ark. 2010, Stevenson ve ark 1995). Şekilleri, partikül büyüklükleri, kristaliniteleri, yüzey özellikleri, ortam nemi, ortam pH'ı, ortamda bulunan katyonlar ve derişimleri gümüş nano partiküllerin toksisitesini etkileyen faktörler arasında bulunmaktadır (Steelink ve ark 1985). Laboratuvar çalışmalarında nano gümüş partiküllerinin memelilerde beyin, karaciğer ve üreme hücrelerinde hasarlar meydana getirdiğini ortaya koymaktadır. FDA 1999 yılında, mikro ya da nano partiküller içeren koloidal gümüş çözeltilerinin kullanımının nörolojik problemlere, baş ağrısına, cilt irritasyonuna, halsizliğe, mide rahatsızlıklarına ve böbrek rahatsızlıklarına yol açabileceği konusunda uyarmıştır. Ayrıca gümüş nano partiküllerinin ırmak, göl ve yer altı sularına karışarak besin zincirine ulaşması ile hem doğanın hem de ekosistemi oluşturan tüm canlıların bundan etkileneceği rapor edilmektedir. Son yıllarda üretilen, nano gümüş teknolojisi kullanılan çamaşır makineleri de bu bağlamda sakıncalı bulunmaktadır. Bu konunun daha fazla aydınlatılabilmesi için, çok sayıda, üreticiler tarafından desteklenmeyen bağımsız hayvansal ve kliniksel çalışmaların yapılması gerekmektedir (Rai ve ark 2009, Li ve ark 2010, Lansdown ve ark 2002).

#### **2.4. Nanoteknoloji ve Elektro Lif Çekimi**

Nanoteknoloji göreceli olarak yeni bir bilim dalıdır. STEM (bilim, teknoloji, mühendislik ve matematik) disiplinleride dahil olmak üzere bir dizi bilim, 1 ila 100 nm arasındaki nanomateryalleri sentezlemede rol oynamaktadır. Nano ölçekte, materyaller geniş yüzey alanlarından hacim oranlarına bağlı olarak farklı kimyasal, fiziksel, optik, manyetik ve elektriksel özelliklere sahiptir (Chaturvedi ve ark 2012).

Nanoteknoloji ile tekstil ürünlerinin performanslarını geliştirmek mümkündür. Tekstil ürünleri, onlara değişik özellikler kazandıran nanoteknoloji sayesinde çok fonksiyonlu hale gelmektedir. Tekstil yüzeylerinin nano skalada düzenlenmesine yönelik çok sayıda yapılan çalışmalar katma değeri yüksek ürünlerin geliştirilmesini sağlamıştır. Tekstil ürünleri su itici, antibakteriyel olabilir, ısı yalıtımı, UV geçirmezliği, kendi kendine temizleme, filtrasyon

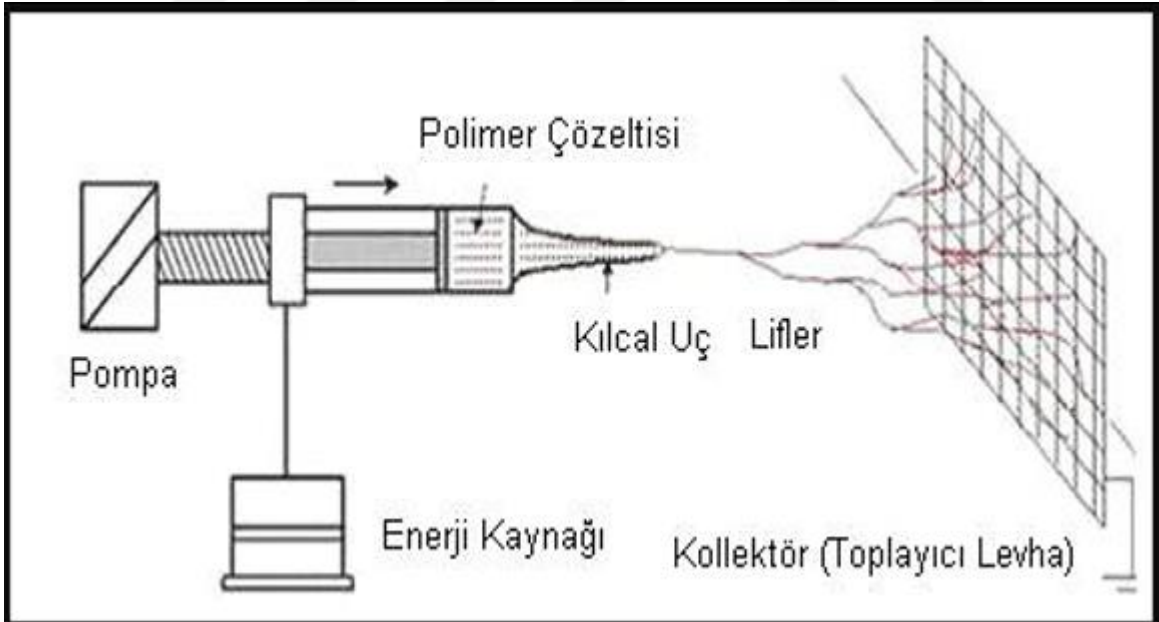


performansları geliştirilebilmektedir. Nanotekstil uygulamalarında üretilen antimikrobiyal kıyafetler, vücudun dermatolojik konforunun teminini mümkün kılar. Antimikrobiyal özelliği tekstillerde en etkili olan gümüş iyonları yardımıyla kazandırabildiğimiz takdirde çok fonksiyonlu yeni teknik tekstil ürünleri katma değeri yüksek, kullanıcı tercihi göre değiştirilebilecek özellikte olabilecektir.

## 2.5. Elektro lif yöntemi ile nanolif çekimi

Nanolif eldesi için geliştirilen yöntemlerden en yaygın ve avantajlı yöntem elektro lif çekim metodudur. Elektro lif çekim yöntemi, elektrik alan kuvvetleri yardımı ile polimerden nano boyutta lif oluşumunu sağlar. Basit bir elektro üretim düzeneği ana parçaları;

1. Yüksek voltaj güç kaynağı,
2. Besleme ünitesi (şırınga, metal iğne v.b.),
3. Toplayıcı



Şekil 2.3. Elektro eğrime yöntemi ile nanolif üretimi

Bu teknikte, polimer uygun bir çözücüde çözülür veya ısı ile eritilir, ucunda küçük bir delik bulunan cam bir pipetin veya şırınganın içine yerleştirilir. Tüpün arka kısmına yerleştirilmiş olan pompa, cam tüp içerisindeki polimer eriyiği ya da lif çekim çözeltisini,

pipet boyunca uç kısma doğru itecek sürekli bir basınç meydana getirmektedir. Daha sonra polimer çözeltisi/eriyeği ile pipetin açık ucunun karşısındaki bir toplayıcı levha arasına gerilim uygulanır. Besleyici üniteye bağlı olarak ucunda asılı durumda duran polimer damlası kritik bir voltaj değerine kadar, yüzey geriliminin uyguladığı kuvvetlerden dolayı, küresel bir biçimde bulunur. Uygulanan potansiyel fark bir eşik değerine ulaştığı anda, elektrostatik kuvvetler yüzey gerilimi kuvvetlerine eşitlenir. Bu noktada polimer damlası şekil değiştirerek koni biçimini alır. Bu koniye Taylor konisi denir. Herhangi bir yüzey gerilimine sahip olmayan polimer çözeltisi, özel tasarlanmış ve çok ince yapıdaki jet düzesinden geçirilerek düzenin karşısına yerleştirilmiş olan topraklanmış hedefe doğru akmaktadır. Lif ışını şeklinde topraklanmış yüzeyde biriken lifler ise sürekli olarak çekilmektedirler. Bu şekilde elektro lif çekim yöntemi, polimerlerin önce çok yüksek voltajlı elektrik akımı ile yüklenmeleri daha sonra da bir düzeden topraklı bir plakaya doğru akması esnasında katılaşmaları ile lif halini alırlar.

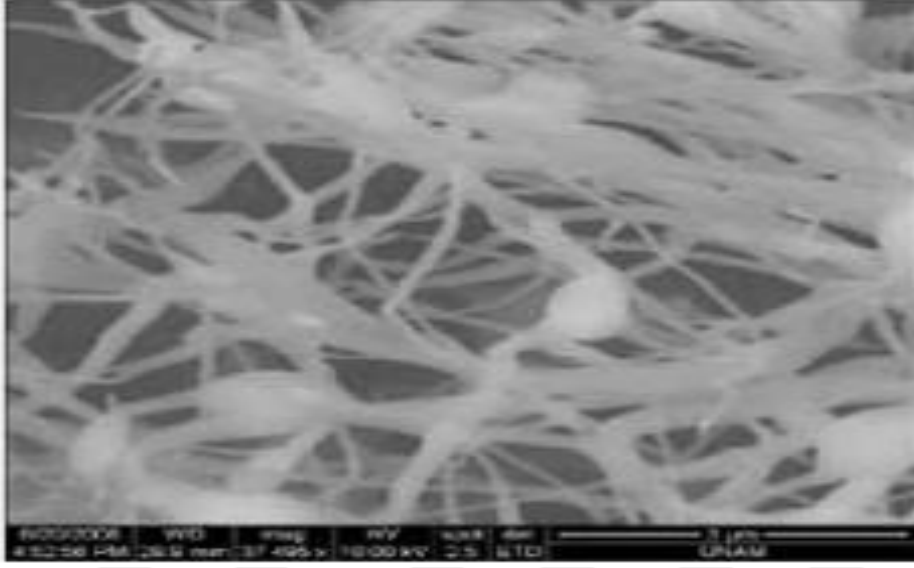
Nano boyutta liflerin hammadde olarak kullanılmasıyla birlikte elde edilen fonksiyonel özelliklere sahip malzemeler farklı sanayi dallarında yeni teknolojik gelişmelerde önemli bir yer tutarlar. Akıllı teknik tekstiller; katma değeri yüksek son ürünler; uluslararası tekstil arenasında ülkemiz ve sanayimiz açısından yenilikçi teknolojilerin öncüsü konumuna gelmemizde katkı sağlar.

Elektro lif çekimi yöntemi ile elde edilen liflerin yapısını ve boyutunu etkileyen birçok parametre söz konusudur. Bu parametreler:

**Polimer çözeltisinin özellikleri:** Polimer çözeltisinin özellikleri nanolifin eldesinde çok fazla etkin rol oynamaktır. Çözelti viskozitesi çok düşük ise yüzey geriliminin etkisi ile polimer toplayıcı üzerine damla şeklinde düşer. Eğer çözelti viskozitesi çok yüksek ise çözeltinin iğne ucundan akması zor olacağı için lif oluşumu gerçekleşmeyebilir. Bu nedenle optimum çözelti viskozitesinin belirlenmesi nanolif çekiminde çok önemli rol oynamaktadır.

**Voltajın etkisi:** Voltaj değerinin nanolif çapları üzerindeki etkisi belirsizdir. Bazı durumlarda voltaj arttıkça lif çapı azalırken bazı durumlarda da artmaktadır. Fakat kesin olan durum lif çap değişkenliğinin artan voltaj değeri ile arttığıdır. Ayrıca yüksek voltaj

değerlerinde polimer akışının daha düzensiz olmasından dolayı boncuklanma meydana gelmektedir (Şekil 2.4).



**Şekil 2.4.** Voltaj değişimi ile oluşan lif çap değişimi

**Pipet ucu ile toplayıcı arasındaki mesafenin etkisi:** Pipet ucu ile toplayıcı arasındaki mesafe arttıkça liflerin havada kalma süreleri artacağından life uygulanan kuvvetlerin etki süreleri artacak, çözücü daha fazla buharlaşacak, lif çapları azalacak, azalan lif çapları elektriksel kuvvetleri güçlendirecek ve liflerin daha küçük parçalara ayrılmasını sağlayacaktır.

**Konsantrasyon ve viskozitenin etkisi:** Düzgün lif oluşumunun sağlanması için çözeltilinin belli bir konsantrasyona ulaşması gerekir. Konsantrasyon çok düşük olduğunda polimer lif haline gelmeden yüzeye elektro püskürtme ile damlacıklar halinde düşmektedir. Konsantrasyon çok yüksek olduğunda elektriksel kuvvetler yüzey gerilimini ve viskoziteyi yenemediğinden polimer akışı sağlanamamaktadır.

### 3. MATERYAL VE METOD

$\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ,  $\text{FeCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ ,  $\text{C}_{18}\text{H}_{186}\text{O}_{89}\text{N}_9\text{S}_1$  (Hümik asit, HA),  $\text{AgNO}_3$ ,  $\text{NaBH}_4$  ve  $\text{NH}_3$ , Merck ve polivinilpirrolidon (( $\text{C}_6\text{H}_9\text{NO}$ ) X,  $M_w = 1.300.000$ ), N, N-dimetilformamid (DMF), etanol (çözücü olarak kullanıldı), bir daha arıtılmadan kullanılan ALDRICH'den elde edildi. DMEM (Dulbecco'nun modifiye Eagle's yüksek glikoz ortamı) ve Fetal bovin serum (FBS), Oğlak (Capricorn Scientific, Ebsdorfergrund, Almanya), MTT [3- (4-dimetiltiazol-2-il) -2-difeniltetrazolyum bromür] 'den satın alındı. Serva (Heidelberg, Almanya), Merck'ten (Darmstadt, Almanya) DMSO (Dimetil sülfoksit), Besin suyu ve Diffco'dan (Difco, Detroit, ABD) Mueller Hinton (MH) Agar) elde edilmiştir.

Fourier transform kızılötesi (FT-IR) spektrumları, BRUKER, VERTEX 70 ATR spektrometre ile iletim modunda kaydedildi. Numuneler,  $500\text{-}4000\text{ cm}^{-1}$  aralığında bir Thermo marka fourier alternatif kızılötesi spektrofotometre kullanılarak ölçüldü.

Elde edilen nanopartiküllerin kristal yapısı X-ışını difraksiyon ölçümleri (XRD) ile belirlendi. XRD analizlerinde Bruker AXS difraktometresi kullanıldı.

Kompozitlerin yüzey morfolojisi Quanta FEG 250 taramalı elektron mikroskobu (SEM) (FEI, Hollanda) ile analiz edildi.

VSM ölçümleri, titreşimli örnek bir manyetometre (LDJ Electronics Inc., Model 9600) kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Mıknatıslanma ölçümleri oda sıcaklığında 15 kOe'ye kadar harici bir sahada gerçekleştirilmiştir.

Termal kararlılık termogravimetrik analiz ( TGA, Perkin Elmer Instruments modeli, DSC 4000) ile belirlenmiştir. Numuneler bir Perkin Elmer termogravimetrik analiz cihazı kullanılarak ölçüldü. TGA termogramları, azot atmosferi altında  $30\text{-}800\text{ }^\circ\text{C}$  sıcaklık aralığında  $10\text{ }^\circ\text{C} / \text{dakikalık}$  bir ısıtma hızında 6 mg toz numunesi için kaydedildi.

Nanolif üretimi için Inovensa, Inc. tarafından üretilen tek iğneli bir electro lif çekimi cihazı kullanıldı. Elektrospinning, bir şırınga pompasından, bir yüksek voltaj güç

kaynağından, spinneret (iğne ucu) ve bir toplayıcıdan (metal plaka) oluşan bir cihazdır. Cihaz hem yatay hem de dikey üretime izin verir.

### **3.1 Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>@HA@Ag nanokompozitin hazırlanması**

FeCl<sub>3</sub>.2H<sub>2</sub>O ve FeCl<sub>2</sub>.4H<sub>2</sub>O'nun 2:1 mol ve 0,2 g hümik asit içeren tuzlar, üç boyunlu yuvarlak tabanlı balon içinde 50 ml damıtılmış su içinde çözülmüştür. Homojen çözeltiler, kuvvetli karıştırma altında 15 dakika boyunca 40 °C'de hazırlandı. Daha sonra ferritin çöktürüldüğü pH'ı ~ 11'e yükseltmek için damla damla NH<sub>3</sub> çözeltisi ilave edildi. Elde edilen siyah çökelti, argon gazı varlığında sürekli karıştırma ile 80 °C'de 2 saat reflux yapıldı. Son olarak, sulu çözeltilerden Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>@HA'nın ayrılması, manyetik dekantasyon ile gerçekleştirilmiştir. Elde edilen Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>@HA, birkaç kez damıtılmış su ile yıkandı, daha sonra kurutma için 4 saat 80 °C'de etüve konuldu. Hazırlanan Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>@HA, 100 ml deiyonize su içinde dağıtıldı ve bir saat süreyle ultrason yapıldı. Daha sonra 0,2 mmol/L AgNO<sub>3</sub> çözeltisi ilave edildi. Daha sonra 2 saat oda sıcaklığında ultrasona devam edildi. Bir sonraki aşamada, 0,6 g NaBH<sub>4</sub> hızla eklenmiş ve karışım 2 saat süreyle kuvvetlice karıştırılarak reaksiyona girmiştir. Son olarak, Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>@HA@Ag manyetik olarak ayrılmış ve daha sonra safsızlıkları gidermek için birkaç kez deiyonize su ve sıcak su ile yıkanmıştır.

### **3.2 Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>@HA@Ag'nin farklı ağırlık oranlarını içeren nanolif membranların hazırlanması**

PVP (%18 w/v) çözeltisi, saf etanol kullanılarak hazırlandı. Farklı ağırlık oranlarındaki (ağırlıkça %5, ağırlıkça %7,5 ve ağırlıkça % 10) Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>@ HA@Ag, DMF (10 mL) içerisinde çözüldürüldü. Elektro eğirme solüsyonu, PVP çözeltisinin Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>@HA@Ag jeli ile karıştırılmasıyla elde edildi. Karışım 6 saat 50 °C'de kuvvetlice karıştırıldı. Daha sonra, hazırlanan polimer 10 mL'lik bir şırınga ile şırınga pompasına yerleştirildi ve iç çapı 0,7 mm olan bir düz uçlu iğneye bağlandı. Elektrolif çekim parametreleri 0,5mL/h' lik bir besleme hızı, 17kV yüksekliğinde bir voltaj ve 15 cm'lik bir toplama mesafesi (iğne ucu ve toplayıcı arasındaki mesafe) olarak belirlenmiştir. Bu parametreler bir takım ön denemeler yapılarak bulunmuştur.

### 3.3 Antibakteriyel aktivitenin ölçülmesi

*Bacillus subtilis* (ATCC 6633), *Enterococcus faecalis* (ATCC-29212), *Staphylococcus aureus* (ATCC-25923)'in gram-pozitif bakteriler, *Pseudomonas aeruginosa* (ATCC-25923) gibi antibakteriyel ve antifungal etkilerini arařtırmak için Gram-negatif bakteriler olarak 27853) ve *Escherichia coli* (ATCC-25922) ve mantar olarak *Candida albicans* (ATCC-10231) kullanıldı. Bakteriler 24 saat  $37 \pm 2$  ° C'de inkübe edildi. Tüm mikroorganizmalar Nutrient broth (Diffco) 'da yetiřtirildi. Tüm suřlar, Hitit Üniversitesi Fen-Edebiyat Fakültesi, Moleküler Biyoloji Bölümü ve Genetik, Mikrobiyoloji Arařtırma Laboratuvarı Kültür Koleksiyonu'nda %10 gliserol içeren uygun ortamda -20 °C'de kültür toplanmasından elde edilmiřtir.

Antimikrobiyal aktivitenin belirlenmesi için disk difüzyon yöntemi kullanıldı. Kısaca, mikroorganizmalar besleyici et suyunda iki kez aktive edildi ve 16-24 saat 37 °C'de bekletildi. İkinci inkübasyondan sonra tüm mikroorganizmalar için optik yoğunluk (OD) yaklaşık 0.600 ( $OD_{600} \approx 600$ ) olarak ayarlandı ve 100 µL ayarlanmış kültür süspansiyonları Mueller Hinton (MH) Agar'da ařıldı. Üç farklı konsantrasyonda (A, B, C)  $Fe_3O_4@HA@Ag$  kompozit içeren  $Fe_3O_4@HA@Ag$  nanofiberlerden hazırlanan 5 mm diskler, bir kuru hava sterilizatörü içinde sterilize edilmiş ve ařılanmış plakalar üzerine yerleřtirilmiřtir. Nanoliflerin sentezinde kullanılan farklı miktarlarda  $Fe_3O_4@HA@Ag$  kompozit (I:%5, II:%7,5, III:%10) ve DMF çözeltisi içeren çözeltiler de kontrol olarak antimikrobiyal aktivite açısından test edildi. Whatman Filtre kağıdından 5 µL'lik test numuneleri (I, II, III ve DMF) ile emdirilerek hazırlanan 5 mm'lik steril diskler ařılanmış plakalar üzerine yerleřtirilmiřtir. Plaklar 37 °C'de 24 saat bekletildi ve daha sonra engelleme bölgelerinin çapları milimetre olarak ölçüldü Her bir deney iki kez gerçekteřtirildi ve ortalama deęerler hesaplandı.

### 3.4 Hücre canlılığı tayini – MTT Analizi

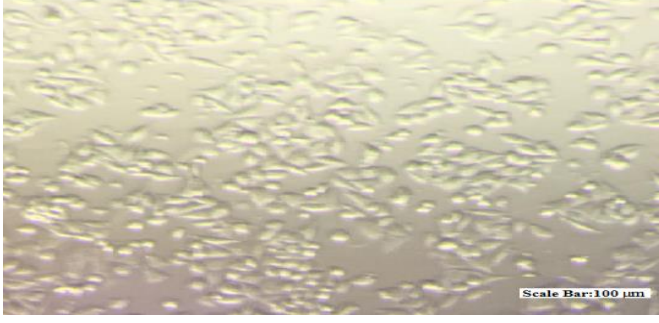
$Fe_3O_4@HA@Ag$  nano liflerin laboratuvar ortamındaki sitotoksisite testi, ISO-10993-5 kılavuzunu [REF1] takiben L929 olan memeli fare deri fibroblast hücre çizgisi kullanılarak gerçekteřtirilmiřtir. Birleřik tek tabakalı olarak büyüyen, ię şekilli, yapıřan hücreler (Şekil

3.1) olan L929 hücreleri, birçok biyomateryal yüzey üzerinde kolaylıkla kültürlenebilir, yapıştırılabilir ve çoğalabilir. Bu nedenle biyomedikal malzemelerin sitotoksosite taraması için yaygın olarak kullanılmaktadırlar. Bu çalışmada, Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>@HA@Ag nanoliflerinin hücre yaşayabilirlik testi için L929 hücreleri tercih edilmektedir. Kısaca, L929 hücreleri, %10 fetal sığır serumu (FBS) ile takviye edilmiş Dulbecco Modifiye Eagle Ortamı (DMEM) içeren düz-tabanlı 96-kuyucuklu mikro-kültür plakalarında (Costar, ABD) 5x10<sup>3</sup> hücre / oyuk olarak alt kültürlendi, tripsinize edildi ve tohumlandı. 100 U / mL penisilin ve 100 µg / mL streptomisin çözeltisi (Biyolojik Endüstriler, İsrail). Plakalar, karışana kadar %5 CO<sub>2</sub>'de 37 °C'de inkübe edildi. Morfolojideki L929 hücreleri, ters faz kontrast mikroskobu altında ekimden 24 saat sonra incelendi (Şekil 3.1).

Üç farklı konsantrasyonda Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>@HA@Ag nanolifler (%5, %7,5 ve %10); A, B ve C, serum proteini içeren kültür ortamı içinde 5 farklı seyreltilmiş numunede (10, 25, 50, 75 ve 100 ppm) hazırlandı ve filtrasyon ile sterilize edildi. Ekstrakt 24-26 saat inkübasyondan sonra 37 ± 1 ° C'de kullanıldı. Sterilize edilmiş test örnekleri, kültür ortamı kullanılarak 6 saat, 12 saat ve 24 saat süreyle 37 °C'de hücrelerle inkübe edildi Daha sonra, hücreler kolorimetrik MTT analizi kullanılarak metabolik aktiviteleri için test edildi. Bu test ile sarı renkli bir tetrazolyum tuzu olan MTT [3- (4,5-diametil tiyazol-2-il) -2,5-difeniltetrazolyum bromür] mor renkli formazana dönüştürülür. Kültürlenmiş hücreler 15 µL taze MTT test çözeltisi ile işleme tabi tutulup, nemlendirilmiş ve % 5 CO<sub>2</sub> atmosferinde 4 saat 37 ± 1 °C'de inkübe edildi. Daha sonra, ortam dikkatli bir şekilde havalandırıldı ve 150 uL / dimetil sülfoksit (DMSO) ilave edildi ve yaklaşık 10-15 dakika boyunca yumuşak bir şekilde sallandı. SpektraMax 190 mikropilaka okuyucusu (Molecular Devices, Sunnyvale, CA) kullanılarak renk değişimi derecesi spektrofotometrik olarak 570 nm'de tespit edilmiştir. Her numune için geliş güzel üç okuma yapıldı ve ortalama değerler alındı. Sitotoksosite testi üç kez aynı şekilde tekrarlanarak yapıldı ve göreceli hücre canlılığı (%) aşağıdaki gibi hesaplandı:

Hücre canlılığı ( %) = [A] numune / [A] kontrol x 100

[A] numunesi, test numunesinin absorbansı ise [A] kontrol, kontrol numunesinin absorbansıdır.



**Şekil 3.1.** Ekim sonrası 24 saat L929 hücrelerinin morfolojisini gösteren ters faz kontrast mikrografi

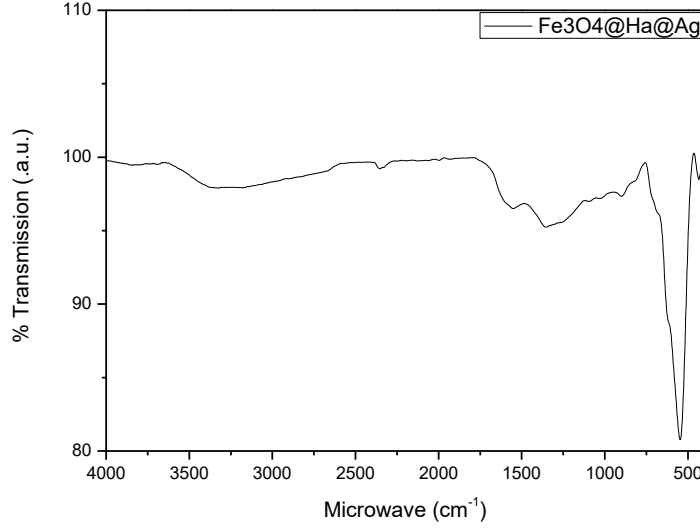


## 4. BULGULAR VE TARTIŞMA

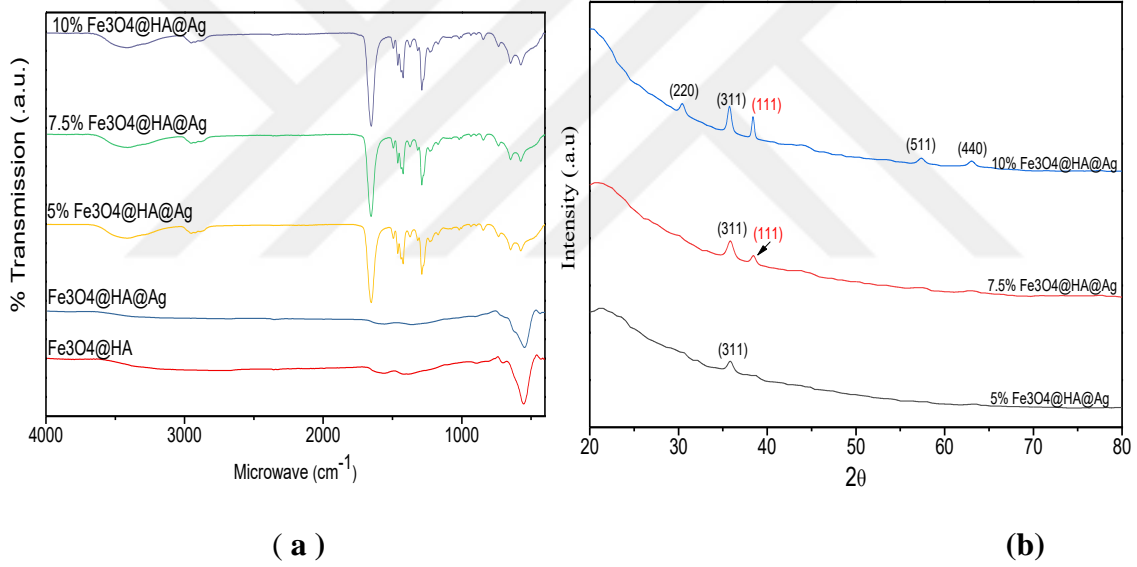
### 4.1 Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>@HA@Ag Manyetik Nanoliflerin özellikleri

Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> nanoparçacıklarının HA ile başarılı modifikasyonunu teyit etmek için, Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>@HA@Ag'nin FT-IR spektrumları analiz edilmiş ve Şekil 4.1'de sunulmuştur. 521 ve 540 cm<sup>-1</sup> deki gerilme titreşimleri HA (Yıldız ve ark 2015) ve Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>@HA@Ag nanokompozitlerin saf spektrumlarında Fe-O bağını göstermektedir. O-H gerdirme (ν) titreşimleriyle ilgili 3300 cm<sup>-1</sup> merkezli çok geniş bantlar olarak görülmektedir. Bu O-H titreşimleri, nanokompozite adsorbe edilen su moleküllerinden gelir (Niu ve ark 2011) 1362 ve 1561 cm<sup>-1</sup>'deki pikler, -C = O germe titreşimlerini gösterir ve 2928 ve 2858 cm<sup>-1</sup>'deki pikler, hem saf HA (Yıldız ve ark 2015) hem de Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>@HA@Ag nanokompozitinin spektrumunda CH titreşimine karşılık gelir (Niu ve ark 2011). FT-IR sonuçları, HA'nın Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> NP'lerinin yüzeyine başarıyla bağlandığını doğruladı.

Farklı miktarlarda Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>@HA@Ag ( %5, %7,5 ve %10) olan üç Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>@HA@Ag MNF'nin yüzey kimyası FT-IR spektrumu kullanılarak incelenmiştir. Şekil 4.2a'da, ~ 540cm<sup>-1</sup> de merkezlenen geniş tepeler, farklı Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>@HA@Ag konsantrasyonlarına sahip olan saf Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>@HA@Ag ve manyetik nanoliflerinde Fe-O bağının gerdirme titreşimlerine karşılık gelir. Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>@HA@Ag MNF'lerin spektrumunda ~ 1650 cm<sup>-1</sup>'deki ve ~ 1415 pikler -COO grupları, 2980 ve 2870 cm<sup>-1</sup> 'deki -CH<sub>2</sub>, -CH<sub>3</sub> karşılık gelmektedir (Niu ve ark 2011, Yıldız ve ark 2015). Bu şekilde FT-IR'den elde edilen sonuçlar, Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>@HA@Ag'in manyetik parçacıklarından oluşan elde edilen nanolifleri doğrulamıştır. Ürünlerin kristal yapılarını teyit etmek için, kristalize Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>@HA@Ag MNF'lerin faz araştırması (ağırlıkça % 5, %7,5 ve %10) XRD ile gerçekleştirilmiştir. Üç farklı Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>@HA@Ag MNF konsantrasyonunun XRD modelleri (ağırlıkça %5, %7,5 ve %10) Şekil 4.2b'de gösterilmektedir. Hem Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> ((220), (311)) (JCPDSNo.75-0033)) ve Ag (111) 'in (JCPDSNo.87-0720) mevcudiyeti, ağırlıkça %7,5 ve %10 Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>@HA@Ag katkılı numunelerde gözlemlenmiştir (Amir ve ark 2015, Kurtan ve ark 2015) %5 Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>@HA@Ag katkılı nanolif numunesinde ise Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>'ün tepe noktası gözlemlendi, fakat Ag zirvesi gözlenmedi.

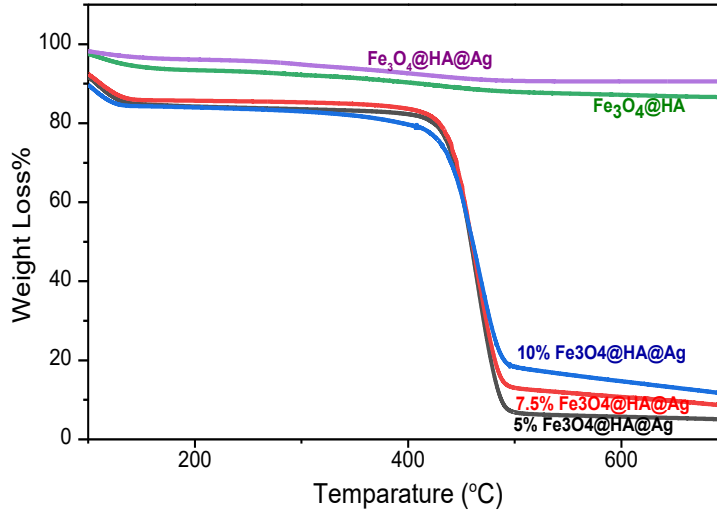


**Şekil 4.1.** Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>@HA@Ag nanokompozitinin FT-IR spektrumları



**Şekil 4.2.** Üç farklı Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>@HA@Ag (%5, %7,5 ve %10) manyetik Nanolif konsantrasyonunun FT-IR spektrumları (a) ve X-Ray toz kırınımı (b)

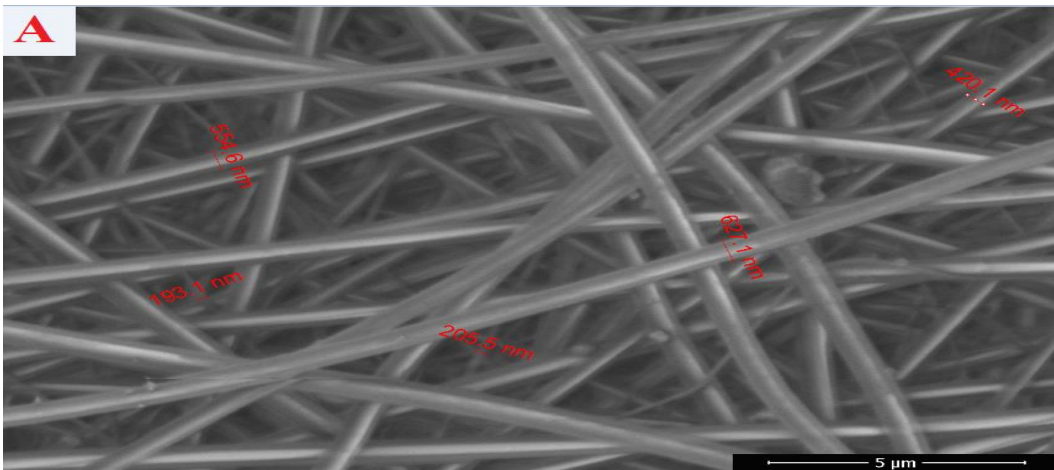
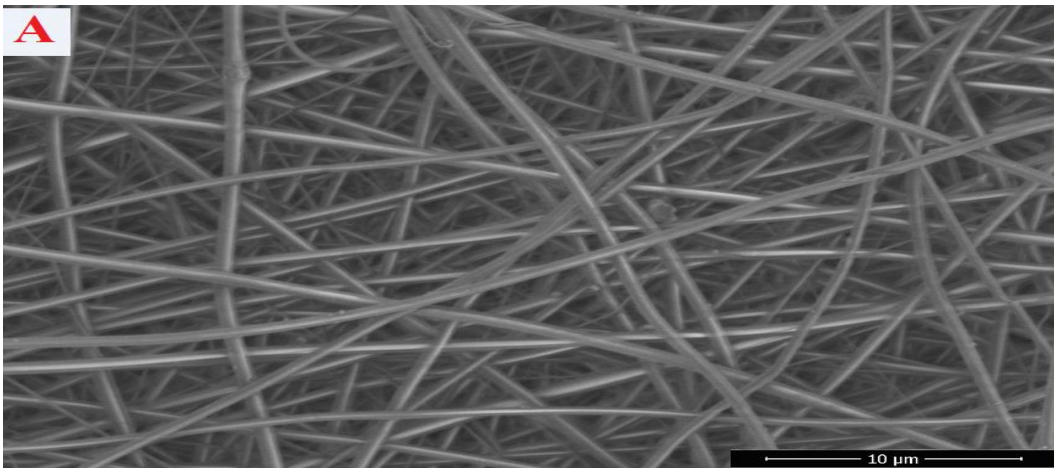
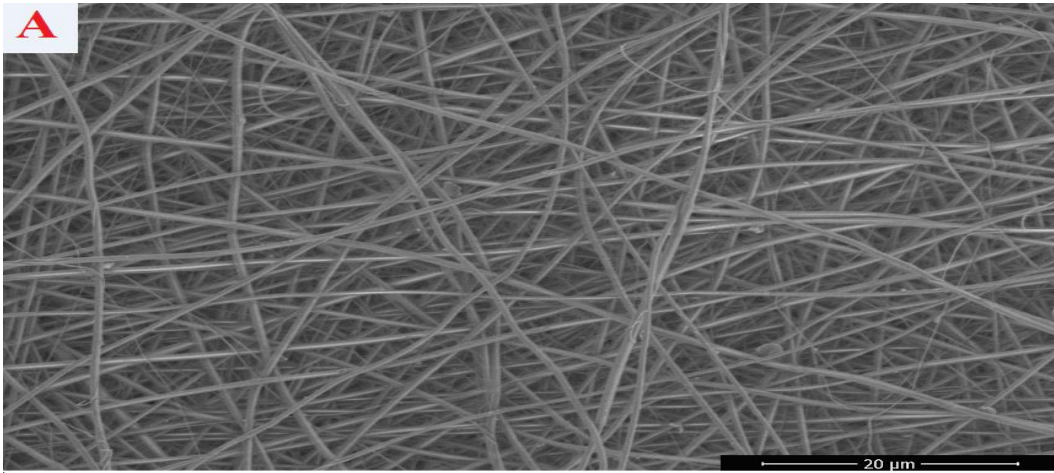
Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>@HA nanokompozitin, Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>@HA@Ag manyetik nanokompozitlerin ve Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>@HA@Ag manyetik nanofiberin (%5, %7,5 ve %10) TG termogramı, Şekil 4.3 'te gösterilmiştir. Başlangıç maddelerinden absorbe edilen H<sub>2</sub>O, DMF ve etanol gibi eğrilmiş liflerden çözücülere bağlı olarak, %10'luk bir ağırlık kaybının 20-150 °C aralığında olduğu gözlenmiştir. 150 ila 400 °C arasındaki aşama, metalik öncülerin ayrışması ve PVP'nin tutuşması ile ilişkilidir.

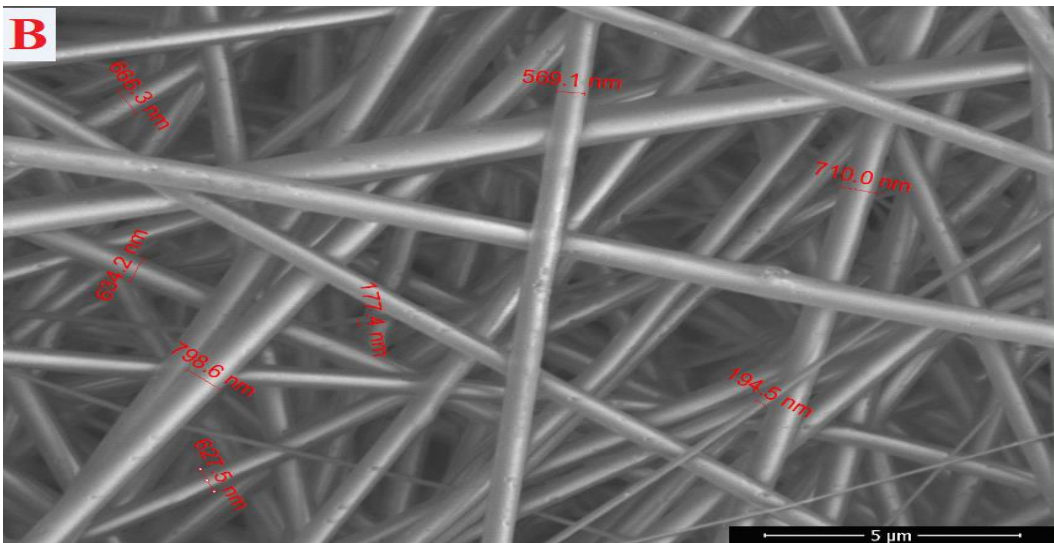
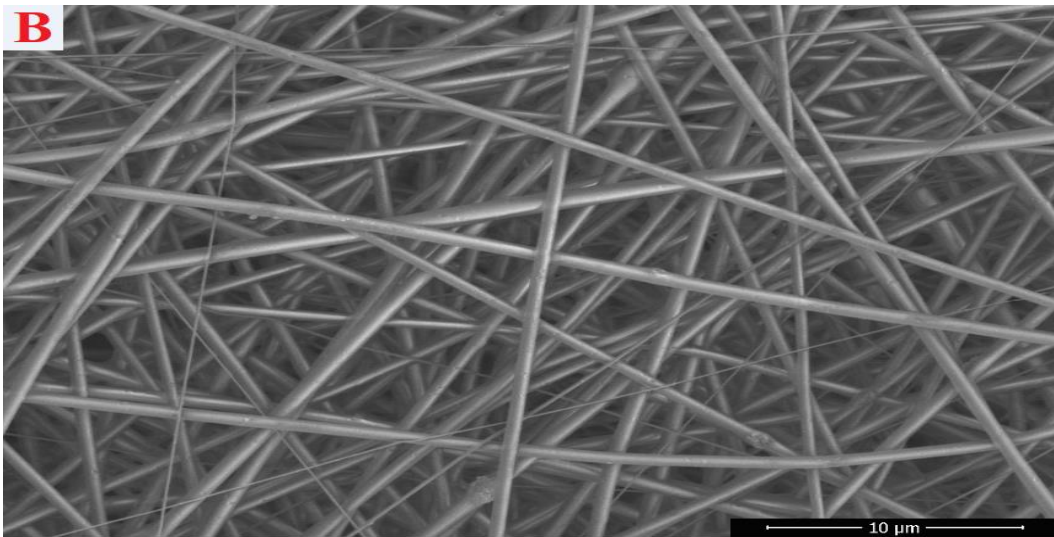
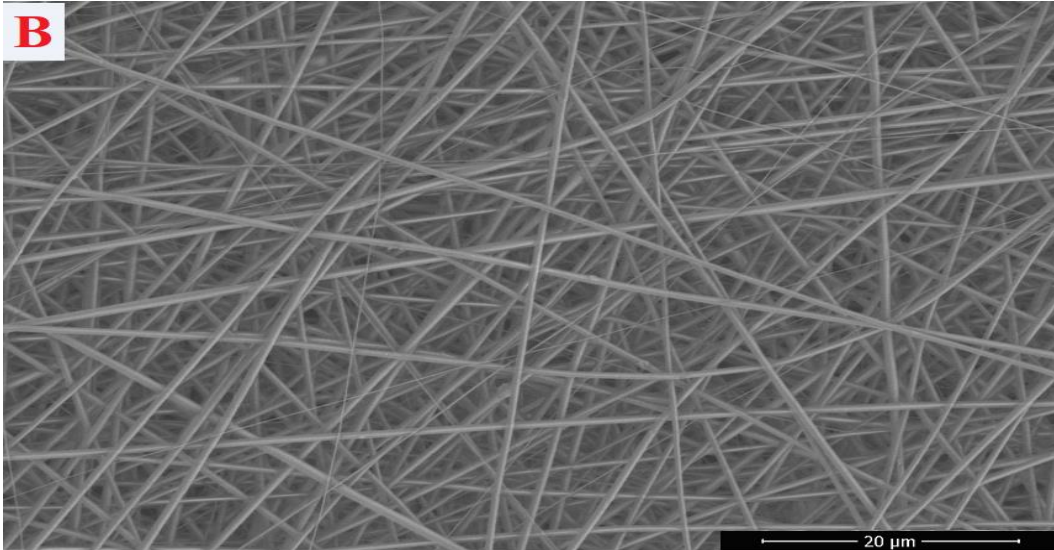


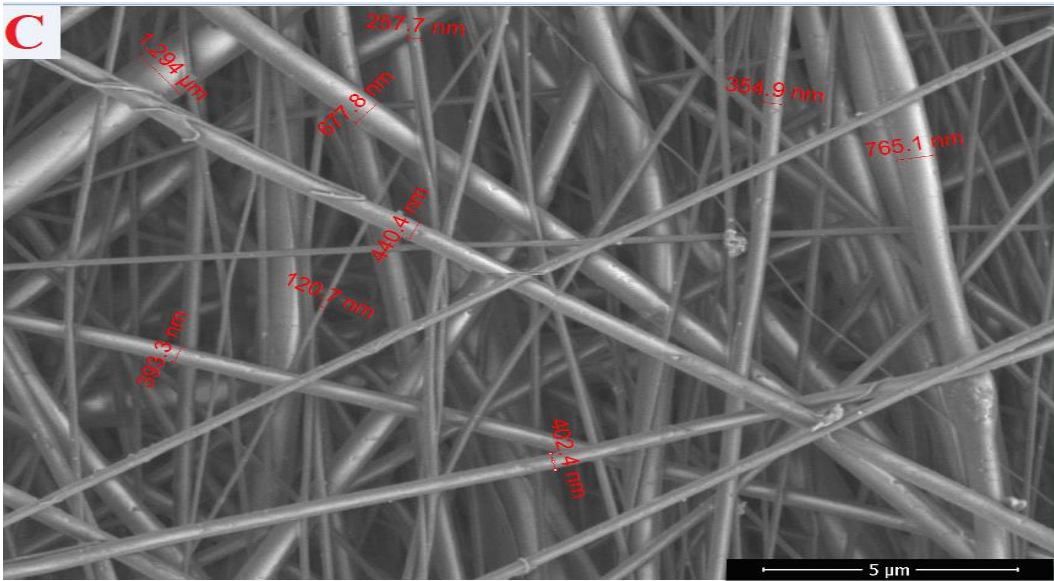
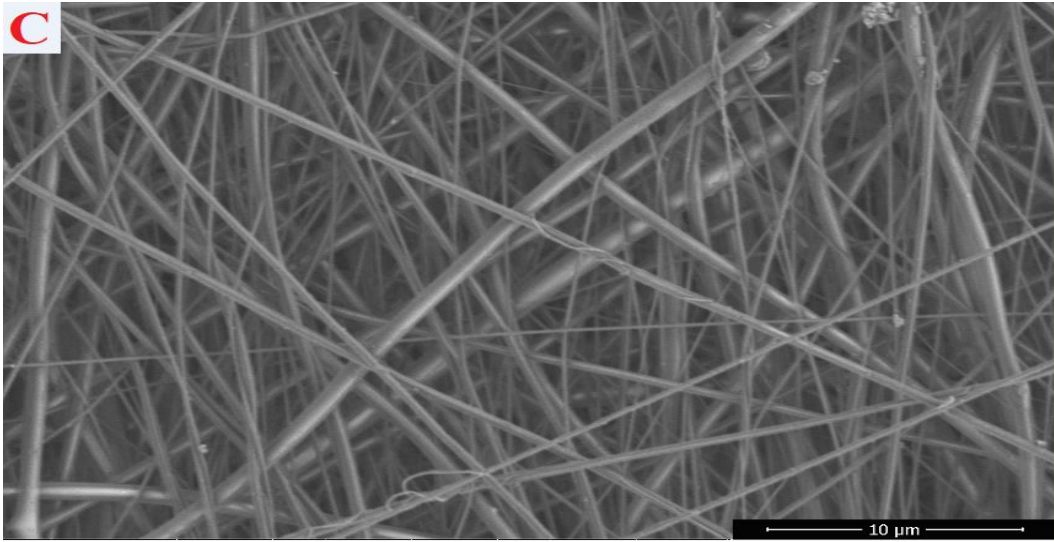
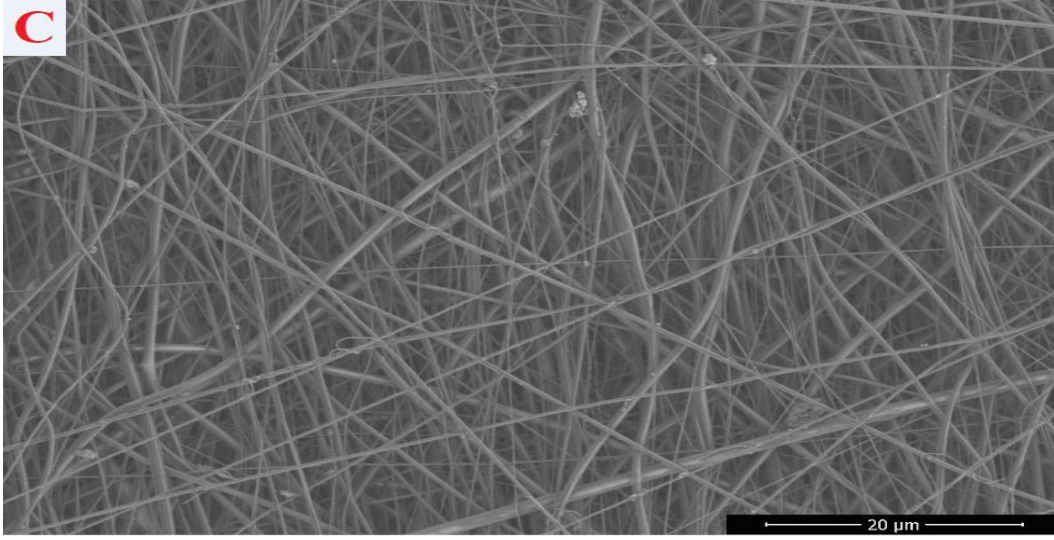
**Şekil 4.3.** Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>@HA nanokompozit, Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>@HA@Ag MNC'ler ve üç farklı konsantrasyonda Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>@HA@Ag manyetik Nanoliflerin (% 5, %7,5 ve %10) TGA termogramı

Şekil 4.4 (a), (b) ve (c) 'de ağırlıkça % 5, %7,5 ve %10 luk Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>@HA@Ag içeren, eğrilmiş Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>@HA@Ag/PVP MNF'lerin SEM görüntüleri sunulmuştur. SEM görüntülerinden boncukları (beat) oluşmadığı manyetik nanoliflerin başarılı bir şekilde üretildiği görülmektedir. Bükülmüş liflerin ortalama lif çapının 200-400nm olduğu belirlenmiştir.

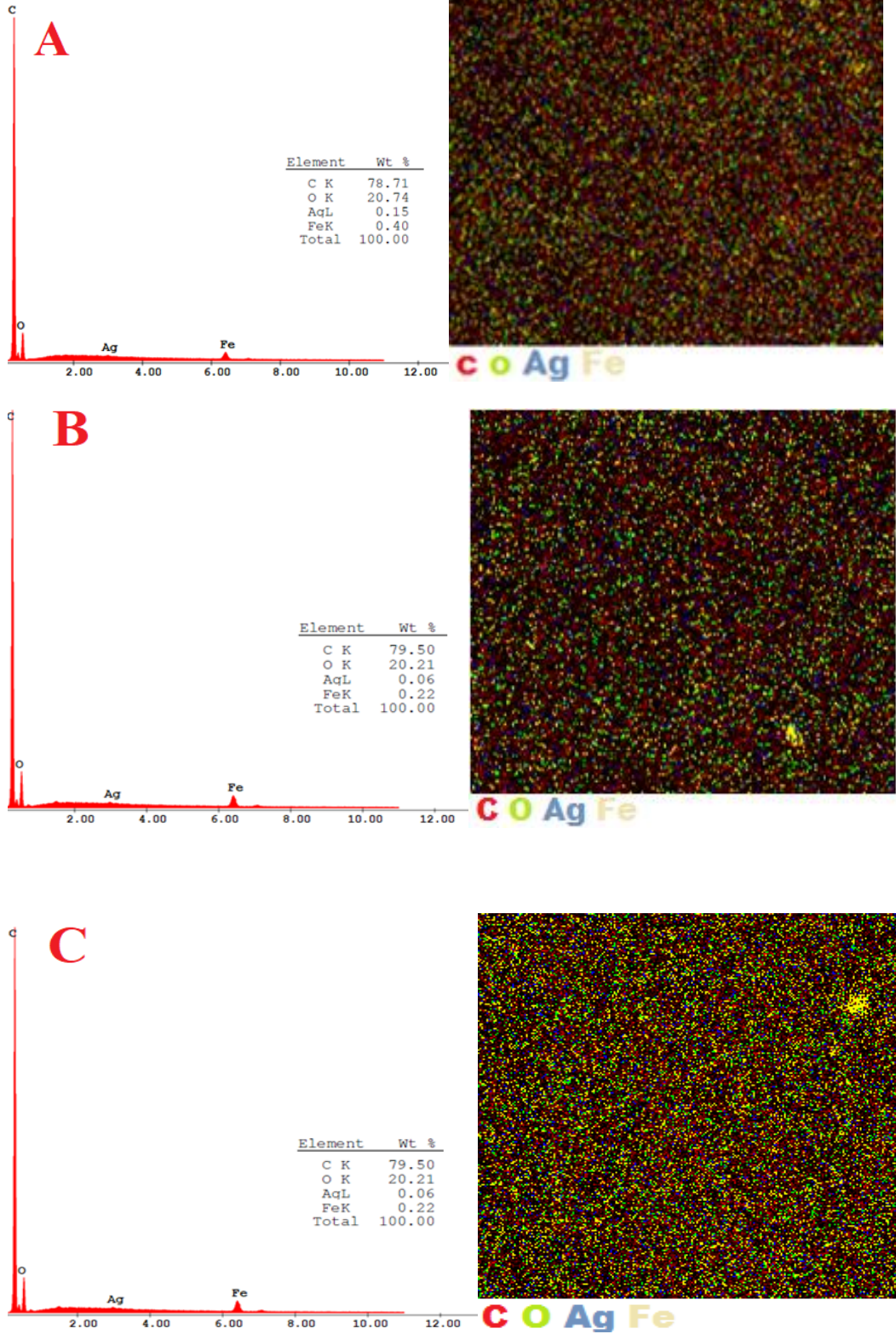
Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>@HA@Ag MNF'lerin kimyasal bileşimi, EDX ölçümlerinden elde edilen nicel bir elemental analiz ile belirlenmiştir. %5, %7,5 ve %10 Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>@HA@Ag içeren manyetik nanoliflerin elde edilen EDX spektrumları, sırasıyla Şekil 4.5 (a), (b) ve (c) 'de gösterilmiştir. EDX tespitlerinden, Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>@HA@Ag MNF'lerin gerçek bileşimlerinin homojen bir şekilde dağıldığı görülmektedir.







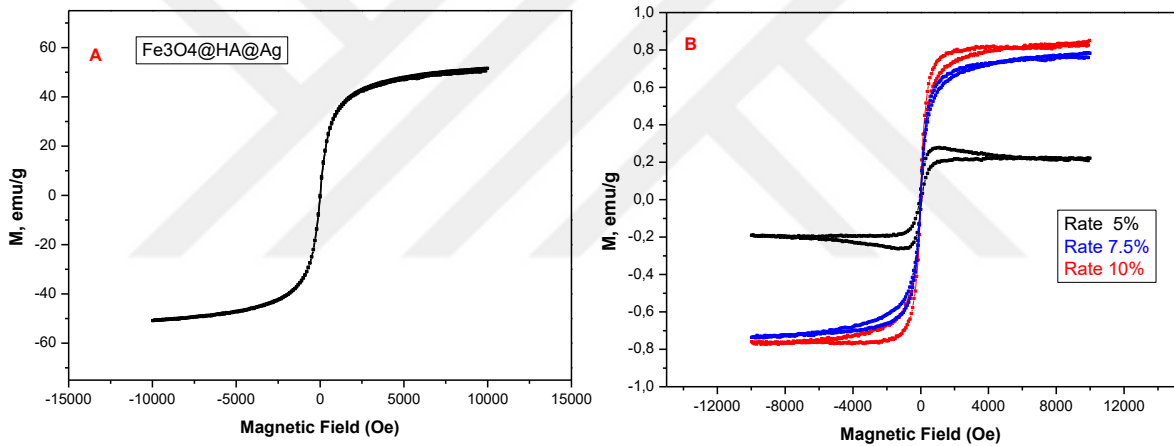
**Şekil 4.4.** A) %5 Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>@HA@Ag manyetik nanoliflerin, B) %7,5 Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>@HA@Ag manyetik nanoliflerin ve C) %10 Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>@HA@Ag manyetik nanoliflerin SEM görüntüleri



**Şekil 4.5.** %5'lik  $\text{Fe}_3\text{O}_4@HA@Ag$  manyetik nanoliflerin (A) , %7,5'luk  $\text{Fe}_3\text{O}_4@HA@Ag$  manyetik nanoliflerin (B) ve %10  $\text{Fe}_3\text{O}_4@HA@Ag$  manyetik nanoliflerin (C) EDX spektrumu

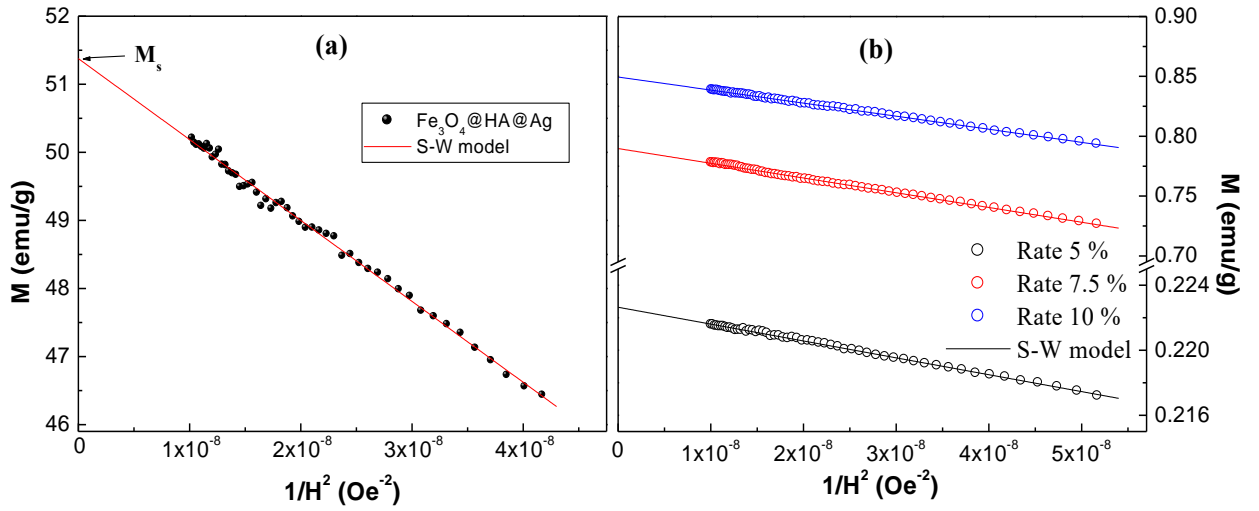
## 4.2 VSM analizi

MT mıknatıslanma ve manyetik alan,  $M(H)$ ,  $Fe_3O_4@HA@Ag$  MNF'lerin (ağırlıkça % 5, 7,5 ve 10) histerezis döngüleri Şekil 4.6 'da gösterilmektedir.  $M(H)$  'nin deneyleri VSM tarafından gerçekleştirilmiştir. Cihaz,  $\pm K 10$  kOe'ye kadar uygulanmış bir alana sahip 300 K'da. Doygunluk manyetizasyonu ( $M_s$ ), 0'a [36-39] yaklaşmak için  $M$  vs  $1 / H^2$  grafiğinin ekstrapolasyonu ile Stoner-Wohlfarth (SW) modeli kullanılarak tahmin edilmiştir.  $Fe_3O_4@HA@Ag$  MNF'leri için  $M / 1 / H^2$ 'nin grafikleri (ağırlıkça %5, 7,5 ve 10) Şekil 4.7'de sunulmuştur.  $H = 10$  kOe ( $M10kOe$ ) 'ye karşılık gelen maksimum  $M$  değerleri, arta kalan mıknatıslanma ( $M_r$ ),  $M_s$ , zorlayıcı alan ( $H_c$ ) ve  $Fe_3O_4@HA@Ag @ MN$  için  $M_s / M_s$  (ağırlıkça %5, 7,5 ve 10) Çizelge 4.1'de verilmiştir.



Şekil 4.6.  $Fe_3O_4@HA@Ag$  manyetik nanokompozitin (a), farklı oranlardaki (% 5 , %7,5 ve % 10)  $Fe_3O_4@HA@Ag$  MNF'lerin (b) M-H eğrileri





**Şekil 4.7.** Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>@HA@Ag MNFs. Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>@HA@Ag manyetik nanokompozitinin (a), farklı oranlardaki (% 5,% 7,5 ve% 10) Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>@ HA@Ag MNF'lerin (b)  $1 / H^2$ 'sine karşı M'nin arazileri.

**Çizelge 4.1.** Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>@HA@Ag MNFs ürünlerin manyetik parametreleri (ağırlıkça %5, %7,5 ve %10)

Oran (wt %)	$M_{\max}$ (10 kOe) (emu/g)	$M_s$ (emu/g)	$M_r$ (emu/g)	$M_r/M_s$	$H_c$ (Oe)
0 %	51,23	51,37	0,35	0,006	4,5
5 %	0,22	0,22	0,05	0,225	9,0
7,5 %	0,78	0,79	0,02	0,025	3,5
10 %	0,84	0,85	0,005	0,006	1,9

$M_s$  değerleri 10 kOe'ye çok yakındır, bu da uygulanan 10 kOe manyetik alanın özenle seçilmiş ürünlerimizi doyurmak için yeterli olduğunu gösterir. Maksimum  $M_s$  değeri 51,37 emu / g civarındadır ve Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>@HA@Ag manyetik nanokompozitine aittir. Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>@HA@Ag

MNF'leri (ağırlıkça %5, 7,5 ve 10) numuneleri için dikkat çekici bir azalma görülmüştür. Toplu Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> spinel ferrit için Ms'nin teorik değerleri 92 emu/g civarındadır (Baykal ve ark 2015, Güner ve ark 2015). Daha az bir manyetizasyonun, yüzey eğrilerinin çekilmesini sağlayan rakip antiferromanyetik etkileşimlere bağlı olduğu bildirilmiştir (Coey 1971). Dahası, düşük M değeri, yüksek manyeto-kristalin anizotropi sergileyen rasgele dağılmış küçük parçacıkların doymamışlık etkilerinden kaynaklanabilir. Spin cam özellikleri, manyetik inaktif tabakaların oluşumu (Chen ve ark 1996) ve nano yüzeyindeki düzensiz katyonların dağılımı (Vollath ve ark 1997) gibi nedenler nanopartiküldeki düşük M değerlerinin açıklanmasında ayrıca dikkate alındı. Tüm ürünlerden kaydedilen RT manyetik histerezis eğrileri, ihmal edilebilir büyüklükte zorlayıcı büyüklükler (H<sub>c</sub> <10 Oe) ve arta kalan mıknatıslanmalar gösterir (M<sub>r</sub> <0.35 emu / g). Sonuç olarak, tüm sentezlenmiş ürünler, RT'de yumuşak süperparamanyetik (SPM) çeşitliliği sergilemektedir. S-W modeline göre, M<sub>r</sub> / M<sub>s</sub> tek eksenli ve kübik anizotropiler için sırasıyla 0,50 ve 0,83 tahmini değerlere sahiptir (Slimani ve ark 2018). Bizim çalışmamızda, M<sub>r</sub> / M<sub>s</sub> oranları, Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>@HA@Ag MNF'ler için tek eksenli anizotropiyi (ağırlıkça %5, %7,5 ve %10) düşündüren, 0,50'den çok daha düşüktür.

Çizelge 4.2'de, doğrusal ayarın eğimi, manyeto-kristalimsi anizotropiyle ilişkili bir sabit "α" sağlar. M ve sabit α ile ilgili ifade, aşağıdaki gibi (Chen ve ark 1996, Slimani ve ark. 2018) gibi yeterince yüksek alanlar için verilir:

$$M = M_s \left(1 - \frac{\alpha}{H^2}\right) \quad (4.1)$$

A sabiti hesaplandıktan sonra, tek eksenli anizotropi için etkili anizotropi sabiti (K<sub>eff</sub>) aşağıdaki gibi çıkarılır (Chen ve ark 1996, Slimani ve ark. 2018):

$$K_{eff} = \sigma_s \left(\frac{15\alpha}{4}\right)^{0.5} \quad (4.2)$$

K<sub>eff</sub> değerlerinin belirlenmesi, içsel anizotropi alanını H<sub>a</sub> aşağıdaki gibi hesaplamaya izin verir (Chen ve ark 1996, Slimani ve ark. 2018):

$$H_a = \frac{2K_{eff}}{M_s} \quad (4.3)$$

S-W teorisine göre,  $H_c$  aşağıdaki gibi ifade edilmiştir (Chen ve ark 1996, Slimani ve ark 2018)

$$H_c = 0.48 \left[ \left( \frac{2K_{eff}}{\mu_0 M_s} \right) - NM_s \right] \quad (4.4)$$

$N$ , manyetikleşme faktörüdür. Eski denklem, çeşitli ürünlerin demanyetize edici faktörlerini hesaplamak için kullanılmıştır.  $Fe_3O_4@HA@Ag$  MNF'ler ( ağırlıkça %5, 7,5 ve 10) için  $a$  sabitleri  $K_{eff}$ ,  $H_a$  ve  $N$  değerleri, Çizelge 4.2'de verilmiştir.  $Fe_3O_4@HA@Ag$  manyetik nanokompoziti için  $K_{eff}$  değeri  $1,51 \times 10^6$  Erg/g olduğu belirlenmiştir.  $K_{eff}$ ,  $Fe_3O_4@HA@Ag$  MNF'leri (ağırlıkça %5, %7,5 ve %10) ürünleri için indirgeyici ve ağırlıkça %5 oranında sentezlenen ürün için minimumdur. Küçük  $H_a$ 'nin değerleri (5,8 kOe'den az), sentezlenmiş  $Fe_3O_4@HA@Ag$  MNF'lerin (ağırlıkça %5, 7,5 ve 10) ürünlerin manyetik olarak yumuşak olduğunu kanıtlar.

**Çizelge 4.2.**  $Fe_3O_4@HA@Ag$  MNF'leri için (ağırlıkça %5, %7,5 ve %10)  $\alpha$ ,  $K_{eff}$ ,  $H_a$  ve  $N$ 'nin değerleri.

Oran (wt %)	$\alpha$ (Oe <sup>2</sup> )	$K_{eff}$ (Erg/g)	$H_a$ (Oe)	$N$ (Oe <sup>2</sup> g/erg)
0 %	$2,31 \times 10^6$	$1,52 \times 10^5$	5886,4	114,4
5 %	$4,66 \times 10^5$	$2,93 \times 10^2$	2643,8	11824,8
7,5 %	$1,46 \times 10^6$	$1,84 \times 10^3$	4679,7	5921,7
10 %	$1,38 \times 10^6$	$1,93 \times 10^3$	4549,7	5354,2

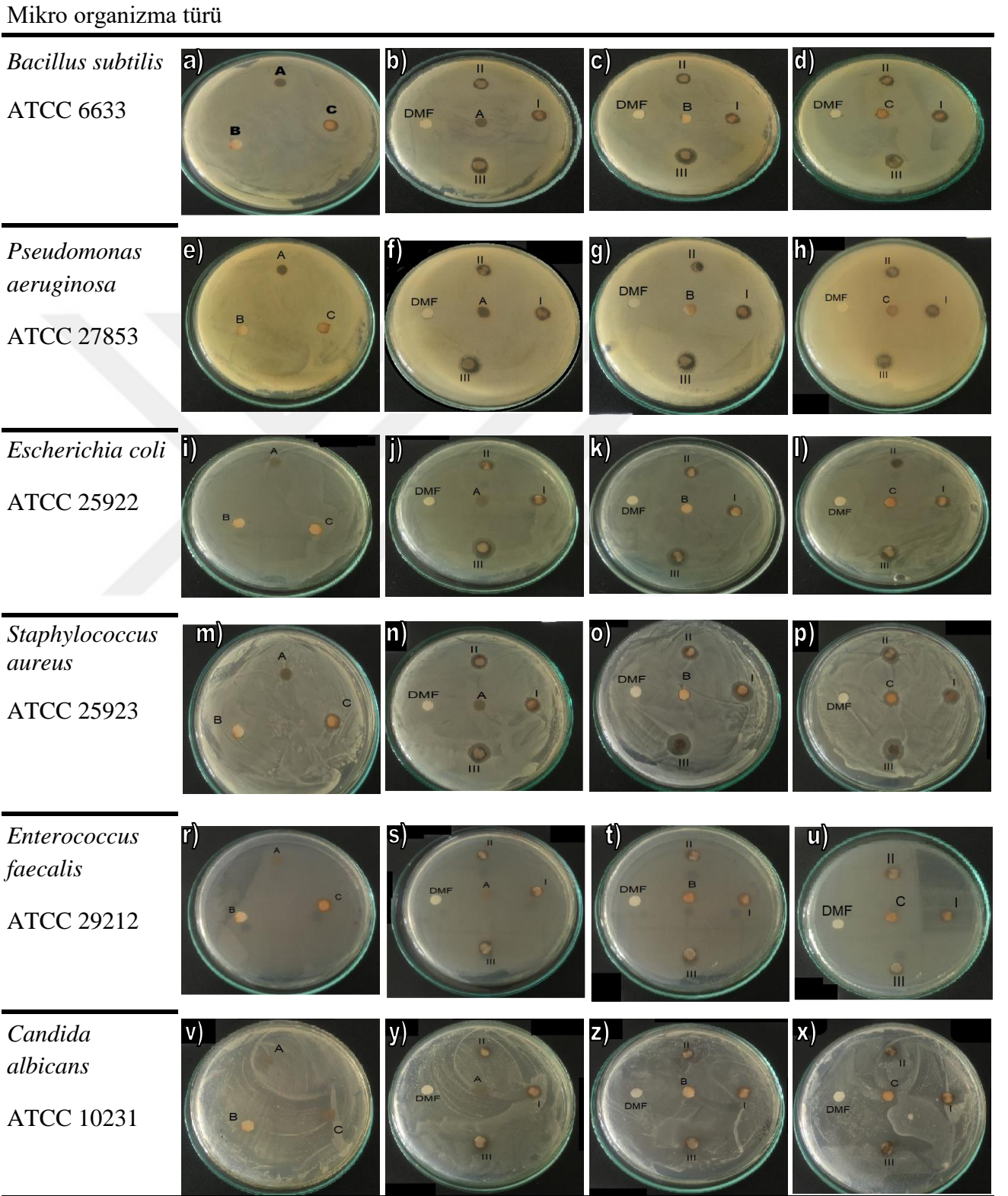
### 4.3 Antibakteriyel Aktivitenin Belirlenmesi

Üretilen nanoliflerin antibakteriyel aktivitesi Çizelge 4.3'te gösterilmiştir.  $Fe_3O_4@HA@Ag$  nanolifler için yapılan antibakteriyel testin sonuçları Çizelge 4.3'te gösterilmektedir. Çizelge 4.3'ten görülebileceği gibi, antimikrobiyal aktivite *C.albicans* haricinde konsantrasyona bağlı bir şekilde artmıştır. Sonuçlar doğrulama yapılmak üzere DMF ile karşılaştırıldı. Deney verilerine göre,  $Fe_3O_4@HA@Ag$  nanolifler, tüm

konsantrasyonlarda *E. faecalis* karşı antibakteriyel aktivite göstermemiştir. *S. aureus*, *E. coli*, *P.aeruginosa* ve *B.subtilis*'e karşı antimikrobiyal aktivitesi hafif fakat *C.albicans*'a karşı antifungal aktiviteye göre daha yüksekti. En yüksek antimikrobiyal aktivite (örnek C > 7 mm inhibisyon zonu) çalışılan mikroorganizmalar arasında *S. aureus* ve *B.subtilis*'e karşı çıkmıştır. En yüksek konsantrasyonlu (III) kompozit çözetisinin, *E. Faecalis* dışında çalışılan tüm mikroorganizmalar üzerinde daha yüksek (<10 mm) antimikrobiyal etkisi vardır. Sonuçlar, nano elyaflardaki maddelerin (PVP, Ag ve Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> içeriği) konsantrasyonunun antibakteriyel aktivite üzerinde önemli bir rol oynadığını doğrulamaktadır.



**Çizelge 4.3.** Altı farklı bakteriye karşı 3 farklı konsantrasyonda Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>@HA@Ag içeren manyetik nanoliflerin (% 5, % 7,5 ve % 10) antibakteriyel aktivitesi.



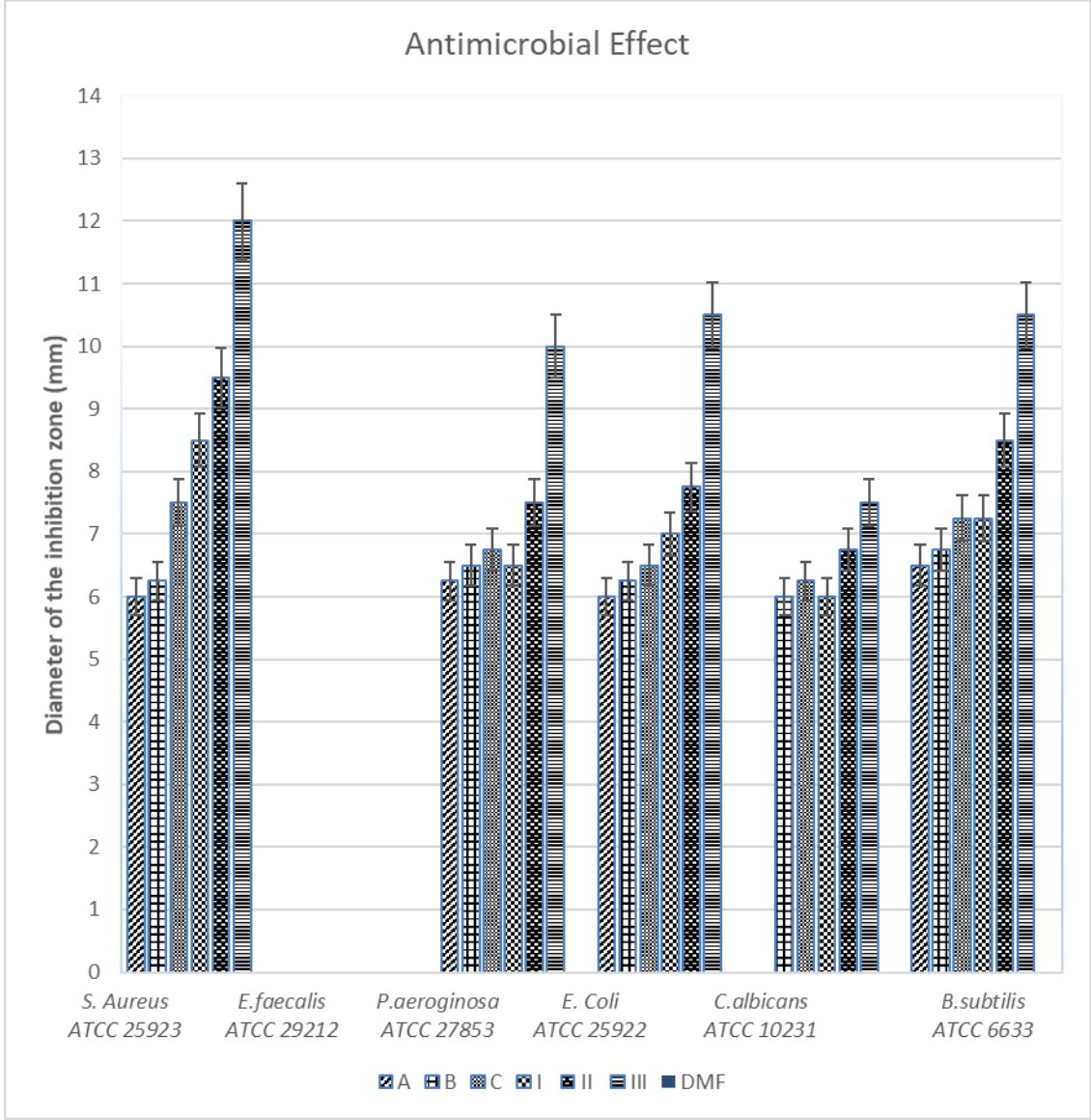
**Çizelge 4.4.** Milimetre cinsinden Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>@HA@Ag nanoliflerin engelleme bölgeleri (mm)

	<i>B.subtilis</i> ATCC 6633	<i>P.aeruginosa</i> ATCC 27853	<i>E. coli</i> ATCC 25922	<i>S. aureus</i> ATCC 25923	<i>E.faecalis</i> ATCC 29212	<i>C.albicans</i> ATCC 10231
A	6,5±0.5	6,25±0.25	6,0±0.0	6,0±0.0	-	-
B	6,75±0.2 5	6,5±0.5	6,25±0.25	6,25±0.25	-	6,0±0.0
C	7,25±0.2 5	6,75±0.25	6,5±0.25	7,5±0.5	-	6,25±0.25
I	7,25±0.2 5	6,5±0.5	7,0±0.5	8,5 ±0.5	-	6,0±0.0
II	8,5±0.5	7,5±0.5	7,75±0.25	9,5±0.5	-	6,75±0.25
III	10,5±0.5	10,0±1.0	10,5±0.5	12,0±1.0	-	7,5±0.5
DMF	-	-	-	-	-	-

Değerler iki kez okunup ortalaması alınmıştır (ortalama ± S.D). (-) = Algılanmadı

A, B ve C sırasıyla %5, %7,5 ve %10 Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>@HA@Ag içeren nanolif çözeltisi

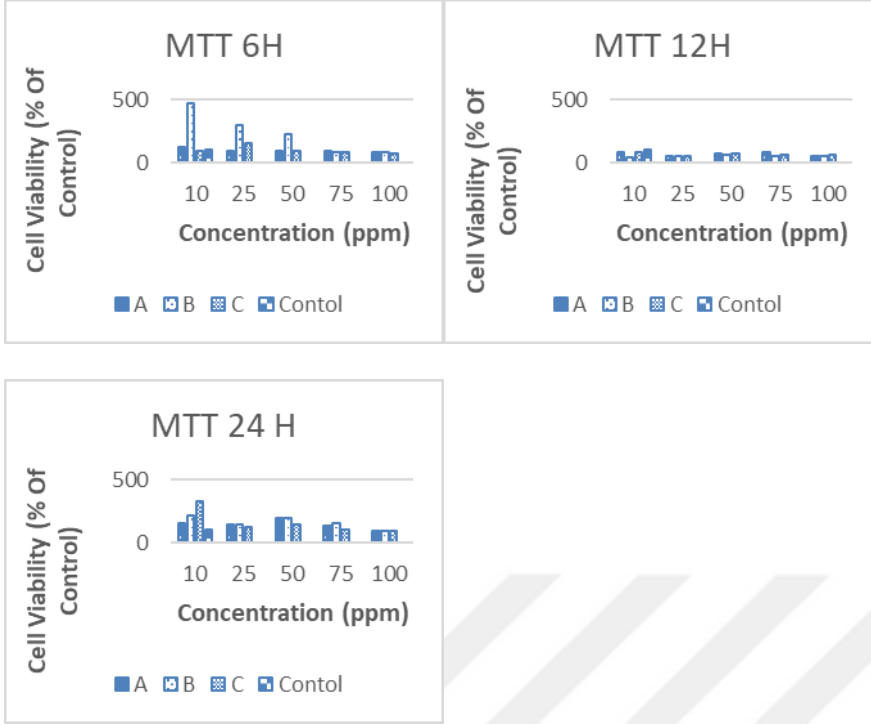
I, II ve III sırasıyla %5, %7,5 ve %10 Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>@HA@Ag içeren nanolifler



**Şekil 4.8 :** Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>@HA@Ag nanoliflerin antibakteriyel etkisi ve kontrol çözeltileri

#### 4.4. Hücre canlılığı –MTT analizi

Sitotoksosite taraması, özellikle pansuman bezleri gibi biyomedikal uygulamalar için tasarlanan ve deri ile doğrudan temas halinde olan kumaşlar için çok önemlidir. MTT testi, biyomedikal malzemelerin laboratuvar ortamında sitotoksitesini değerlendirmede hızlı ve etkili bir yöntemdir. Esas olarak sarı tetrazolyum tuzu 3- [4,5-dimetiltiyazolil-2] -2,5-difenil tetrazolyum bromür (MTT) 'nin çözünebilir mor formazana, canlı hücrelerde mitokondriyal enzimlerin etkisiyle dönüştürülmesine dayanır.



**Şekil 4.9 .** L929 hücreleri için hücre canlılığının 6 saat, 12 saat ve 24 saatte Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>@HA@Ag MNF'lerin kompozit malzeme konsantrasyonuna maruz kalmasına bağlı olması.

L929 fare deri fibroblast hücrelerinin 6, 12 ve 24 saat inkübasyondan sonra üç farklı Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>@HA@Ag Nanofiber (A, B ve C) konsantrasyonuna sitotoksik tepkisi Şekil 4.9'da gösterilmiştir. Belirtilen standarda göre (ISO 10993-5: 2009), hücre canlılığı test numunesi için %75'den daha büyük olmamalıdır, ancak bu, sitotoksikite sonuçları 6 saatlik maruz kalma sonunda hücre canlılığını ortaya çıkarmıştır. 100 ppm konsantrasyonda örnek C hariç tüm örnekler için %80'den daha büyüktür. Özellikle, B numunesi 10, 25 ve 50 ppm konsantrasyonları, kontrol numunesine kıyasla çok yüksek bir hücre yaşayabilirliği sergilemiştir. İlk 6 saatte anlamlı bir sitotoksikite tespit edilemediğinden, müdahale edilebilir. Bununla birlikte, 12 saat sonunda hücre canlılığı, 10 ppm'lik örnek A ve C konsantrasyonu haricinde, kontrollere göre neredeyse %50'ye kadar azalmıştır. Ancak 24 saat sonunda hücre canlılığı, minimum %90 seviyesine yükselmiştir. Bu deneysel kanıt, hücre kültürü ortamındaki yeni bileşiğe potansiyel bir hücre adaptasyonunun sonucu olabilir. Bu, enzim aktivitelerinde değişiklikler ve membran glikoprotein, ısı şoku proteinleri ve çok ilaca dirençli membran pompalarının indüklenmesini içerebilen, daha önce başka gruplar tarafından da bildirilen yeni bir ortama hücrenin toleransını arttırmak için yaygın bir fenomendir (Touseef



Amna M. 2013, Bhardwaj N.ve Kundu S.C. 2010, Baji A. 2010, Aldana J. 2005). 24 saat sonra hücre canlılığının minimum% 90'a yükselmesi, imal edilen nano liflerin test edilen konsantrasyon aralığında biyo-uyumlu ve eksotoksik olarak düşünülebildiğini gösterir. Ayrıca test sonuçlarından, 100 ppm'lik örnek hariç 24 saat inkübasyondan sonra nanoliflerin hücre proliferasyonunu kontrole göre indüklediği de söylenebilir.

Biyomedikal materyalin başlangıç potansiyelinin yorumlanması için laboratuvar ortamındaki uyumluluk testleri çok yararlıdır, ancak maruziyetin sonuçlarını tam olarak anlamak için ek sitotoksikite testleri göz önünde bulundurulmalıdır. Bu çalışmanın sınırlamaları dahilinde, elde edilmiş  $Fe_3O_4@HA@Ag$  nano liflerin antibakteriyel özelliklere sahip olduğu ve L929 hücreleri üzerinde nonistotoksik olduğu ve biyomedikal malzeme olarak kullanılma potansiyeline sahip olduğu ve bunun doğrulanması için doğal ortamda geliştirilip test edilmesi gerektiği sonucuna varılmıştır.

## 5. SONUÇ ve ÖNERİLER

$Fe_3O_4@HA@Ag$  / PVP; ağırlıkça %5, 7,5 ve 10  $Fe_3O_4@HA@Ag$  içeren; MNF'ler başarılı bir şekilde elektro lif çekimi yapılmıştır.

Üretilen nanoliflerin  $Fe_3O_4@HA@Ag$  içerdiğini doğrulayan FT-IR sonuçlarında Fe-O bağları açıkça görülmektedir ve FT-IR sonuçları XRD analizi ile desteklenmiştir. Her üç örnekte de XRD sonucuna göre  $Fe_3O_4$  gözlenirken Ag sadece %7,5 ve %10  $Fe_3O_4@HA@Ag$  içeren numunelerde net bir şekilde görülmektedir. Bununla birlikte, EDX sonuçları ile her üç örneğin de Fe ve Ag içerdiğini ve konsantrasyona bağlı olarak arttığını gösterilmiştir. SEM görüntüleri, 200-400 nm fiber çap aralığında tüm numuneler için başarılı ve tek tip manyetik nanolif üretim göstermiştir.

VSM analizine göre, sentezlenen ürünler oda sıcaklığında yumuşak süperparamanyetik (SPM) davranış sergilemektedir.

Antibakteriyel aktivite testleri sonuçları nanoliflerdeki maddelerin (HA, Ag ve  $Fe_3O_4$  içeriği) konsantrasyonunun antibakteriyel aktivite üzerinde önemli bir rol oynadığını ortaya koymaktadır. Sitotoksikite taraması yapılan örneklerin sonuçlarına göre, 24 saat sonra hücre canlılığının minimum %90'a yükselmesi, üretilen manyetik nanoliflerin test edilen konsantrasyon aralığında biyo-uyumlu ve toksik olmayan olarak kabul edilebileceğini göstermektedir. Üretilen  $Fe_3O_4@HA@Ag$  MNF'lerin antibakteriyel özelliklere sahip olduğu ve L929 hücreleri üzerinde nonistotoksik olduğu ve sonuçları doğrulamak için laboratuvar ortamında geliştirilmiş ve test edilmiş olması koşuluyla biyomedikal malzeme olarak kullanılma potansiyeline sahip olduğu sonucuna varılabilir. Gelecekteki çalışmalarda tekstil ürünlerine uygulanabilir.

## 6. KAYNAKLAR

- Abdulla, R. , Nişancı, M.H. , A., Yüzer, A.H., (2017), Statistical Analysis of Electromagnetic Shielding Effectiveness of Metal Fiber Blended Fabrics, Süleyman Demirel University Journal of Natural and Applied Sciences Volume 21, Issue 3, 711-717.
- Amir Md., Güner A. , Yıldız A. , Baykal A. (2015). Magneto-optical and catalytic properties of Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>@HA@Ag magnetic nanocomposite , Journal of Magnetism and Magnetic Materials 462-471.
- Amir Md., Güner A., Yıldız A. , Baykal A. (2017). Magneto-optical and catalytic properties of Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>@HA@Ag magnetic nanocomposite Journal of Magnetism and Magnetic Materials Volume 421, Pages 462-471.
- Amna T, Hassan MS, Van Ba H, Khil MS2, Lee HK, Hwang IH (2013). Electrospun Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>/TiO<sub>2</sub> hybrid nanofibers and their *in vitro* biocompatibility: Prospective matrix for satellite cell adhesion and cultivation, Materials Science and Engineering: C, Volume 33, Issue 2, 1 March, Pages 707-713.
- B. Zhang, Y. Du, P. Zhang, H. Zhao, L. Kang, X. Han, P. Xu, (2013) Microwave absorption enhancement of Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>/polyaniline core/shell hybrid microspheres with controlled shell thickness. J. App. Polym Sci. 130 1909–1916.
- Baji, Y.W. Mai, S.C. Wong, M. Abtahi, P. Chen, (2010) Electrospinning of polymernanofibers: effects on oriented morphology, structures and tensile properties, . Sci. & Technol. 70 (5) 703–718.
- Baykal, Md Amir, S. Güner, H. Sözeri, (2015), Preparation and characterization of SPION functionalized via caffeic acid, J. Magn. Magn. Mater. 395 199-204.
- C. Steelink, G.R. Aiken, D.M. McKnight, R.L. Wershaw, P. MacCarthy (1985), Elemental Characteristics of Humic Substances Humic Substances in Soil, Sediment, and Water, Wiley pp. 457-476.
- Chaturvedi S, Dave PN, Shah NK (2012). Application of nanocatalyst in new era. Journal of Saudi Chemical Society 16:307-325
- D. Vollath, D.V. Szabó, R.D. Taylor, J.O. Willis, (1997). Synthesis and magnetic properties of nanostructured maghemite, J. Mater. Res. 12 2175-2182.
- F.J. Stevenson (1995) Humus Chemistry: Genesis, Composition, Reactions, John Wiley & Sons
- G. Sposito (1986), Sorption of trace metals by humic materials in soils and natural waters Crit. Rev. Environ. Control., 16, pp. 193-229

- H. Teymourian, A. Salimi, S. Khezrian, (2013) Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> magnetic nanoparticles/reduced graphene oxide nanosheets as a novel electrochemical and bioelectrochemical sensing platform. *Biosens. Bioelectron.* 49 1-8.
- Indira, T.K., Lakshmi, P.K., (2010) Magnetic Nanoparticles: A Review, *International Journal of Pharmaceutical Sciences and Nanotechnology*, Vol. 3, Issue 3.
- İkiz Yüksel (2009) – Elektro çekim yöntemi işlem parametrelerinin PVA nanolif morfolojisine etkileri, *Pamukkale Univ Muh Bilim Derg.* 2009; 15(3): 363-369.
- J. Aldana, N. Lavelle, Y. Wang, X. Peng, (2005) Size-dependent dissociation pH of thiolate ligands from cadmium chalcogenide nanocrystals, *J. Am. Chem. Soc.* 127 (8) 2496–2504.
- J.M.D. Coey, (1971), Noncollinear spin arrangement in ultrafine ferrimagnetic crystallites, *Phys. Rev. Lett.* 27 1140–1142.
- J.P. Chen, C.M. Sorensen, K.J. Klabunde, G.C. Hadjipanayis, E. Devlin, A. Kostikas, (1996) Size-dependent magnetic properties of MnFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub> fine particles synthesized by coprecipitation, *Phys. Rev. B* 54 9288-9296.
- Kimiran Erdem, A, Sanli Yurudu, (2008), The Evaluation of Antibacterial Activity of Fabrics Impregnated with Dimethyltetradecyl (3-(Trimethoxysilyl) Propyl) Ammonium Chloride, *IUFS J Biol*, 67(2): 115-122.
- Lansdown, A.B.G. (2002) – Silver I: It's antibacterial properties and mechanism of action, *Journal of wound care*, cilt: 11, p. 125-130.
- Li, W., Xie , X., Shi , Q., Zeng, H., Ou, S., Chen, Y. (2010) – Antibacterial activity and mechanism of silver nanoparticles on *Escherichia Coli* , *Applied microbial and cell physiology* , vol : 85 , p. 1115-1222.
- Lok CN, Ho CM, Chen R, He QY, Yu WY, Sun H, Tam PK, Chiu JF, Chen CM. (2006), Proteomic analysis of the mode of antibacterial action of silver nanoparticles. *J. Proteome. Res*; 5(4): 916-924.
- Maccarthy P. (2001). The principles of humic substances: an introduction to the first principle *Soil Sci.*, 166, pp. 738-751.
- M. Perdue (1985), Acidic functional groups of humic substances G.R. Aiken, M.D. McKnight, R.L. Wershaw, P. MacCarthy (Eds.), *Humic Substances in Soil, Sediment and Water*, Wiley, pp. 494-526.

- M. Rashad, Ibrahim I. (2012). Structural, microstructure and magnetic properties of strontium hexaferrite particles synthesised by modified coprecipitation method. *Mater. Techno.* 27 308-314.
- Melo B.A.G, Motta F.L., Santana M.H., (2016), Humic acids: Structural properties and multiple functionalities for novel technological developments, *Materials Science and Engineering: C*, 62, 967-974
- Moriarty, P. (2001). Nanostructured materials, institute of physics publishing, Volume 64, Issue 3, Pages 297-381.
- N. Bhardwaj, S.C. Kundu, (2010) Electrospinning: a fascinating fiber fabrication technique, *Biotechnol. Adv.* 28 325–347.
- N.A. Frey, S. Peng, K. Cheng, S. Sun, (2009) Magnetic nanoparticles: synthesis, functionalization, and applications in bioimaging and magnetic energy storage. *Chem. Soc. Rev.* 38 2532-2542.
- Niu H., Zhang D., Zhang S., Zhang X., Meng Z., Cai Y., (2011). Humic acid coated Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> magnetic nanoparticles as highly efficient Fenton-like catalyst for complete mineralization of sulfathiazole, *Journal of Hazardous Materials*, 190, 559-565.
- Özen, M.S. (2015), Investigation of the Electromagnetic Shielding Effectiveness of Carded and Needle Bonded Nonwoven Fabrics Produced at Different Ratios with Conductive Steel Fibers, *Journal of Engineered Fibers and Fabrics*, Volume 10, Issue 1, 140-151.
- P. Weiss, *J. Phys.* 6 (1907) 661.
- Q.A. Pankhurst, R.J. Pollard, (1991) Origin of the spin-canting anomaly in small ferrimagnetic particles, *Phys. Rev. Lett.* 67 248-250.
- Rai, M., Yadav, A., Gade A. (2009) – Silver Nanoparticles as a new generation of antimicrobials, *Biotechnology advances*, cilt 27, p. 76-83.
- Ramachandran, T., Rajendrakumar, K., Rajendran, R. (2004) – Antimicrobial Textiles – An Overview, *IE (I) Journal-TX*, 84, p. 42-47.
- Review, Electrospun nanofibers: New generation materials for advanced applications, (2017) S. Thenmozhi a,b, N. Dharmaraj a, K. Kadirvelu b, Hak Yong Kim, *Materials Science and Engineering B* 217 36–48.
- S. Singamaneni, V.N. Bliznyuk, C. Binek, E.Y. Tsymbal, (2011) Magnetic nanoparticles: recent advances in synthesis, self-assembly and applications. *J Mater Chem.* 21 16819-16845.

- S.K. Poznyak, N.P. Osipovich, A. Shavel, D.V. Talapin, M.Y. Gao, A. (2005) Eychmuller, et al., Size-dependent electrochemical behavior of thiol-capped CdTenanocrystals in aqueous solution, *J. Phys. Chem. B* 109 (3) 1094–1100.
- Schols D., Wutzler P., Klöcking R., Helbig B., De Clercq E., (1991) Selective inhibitory action of polyhydroxycarboxylates derived from phenolic compounds against human immunodeficiency virus replication, *Journal of Acquired Immune Deficiency Syndromes*, 7, 677-685.
- Seyedeher Masumeh Ghaseminezhad , Seyed Abbas Shojaosadati (2016). Evulation of the antibacterial activity of Ag/Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> nanocomposites synthesized using starch. *Carbohydrate Polymers*, cilt 144 , 454-463.
- Sharma VK, Yngard RA, Lin Y.(2009), Silver nanoparticles: Green synthesis and their antimicrobial activities. *Advances in Colloid and Interface Science*; 145(1- 2): 83-96.
- Stankus et al., (2011), D.P. Stankus, S.E. Lohse, J.E. Hutchison, J.A. Nason Interactions between natural organic matter and gold nanoparticles stabilized with different organic capping agents *Environ. Sci. Technol.*, 45 (8), pp. 3238-3244.
- Süpüren G., Çay A., Kanat , E., Tarakçıoğlu I. (2006) – Antimikrobiyal Lifler, *Tekstil ve Konfeksiyon Dergisi* , Cilt 16, Sayı 2, Sayfalar 80 – 89.
- T. An, J. Chen, X. Nie, G. Li, H. Zhang, X. Liu, H, Zhao, (2012) Synthesis of Carbon Nanotube–Anatase TiO<sub>2</sub> Sub-micrometer-sized Sphere Composite Photocatalyst for Synergistic Degradation of Gaseous Styrene. *ACS App. Mater. Interfaces*. 4 5988-5996.
- T. Xie, L. Xu, and C. Liu, (2012) Synthesis and properties of composite magnetic material SrCo<sub>x</sub>Fe<sub>12-x</sub>O<sub>19</sub>(x= 0-0.3). *Powder Technol.* 232 87-92.
- Umut E. (2012) – Manyetik nanoparçacıkların manyetik özellikleri ve spin dinamiği, Doktora Tezi, Hacettepe Üniversitesi Fizik Mühendisliği Anabilim Dalı
- Valentina A. Litvin, Boris F. Minaev (2013). Spectroscopy study of silver nanoparticles fabrication using synthetic humic substances and their antimicrobial activity. *Spectrochimica Acta Part A: Molecular and Biomolecular Spectroscopy*, Volume 108, p. 115-122.

- Weily Khoo and Ching Theng Koh (2016) – A review of electrospinning process and microstructure morphology control. *ARNP Journal of Engineering and Applied Sciences*, vol. 11, no. 12.
- Weiwei Pan, Rui Han, Xiao Chi, Qingfang Liu, Jianbo Wang (2013) – Ferromagnetic Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> nanofibres: Electrospinning synthesis and characterization. *Journal of Alloys and Compounds* 577,192–194,sayfa 275.
- Y. Chen, F.J. (1986).StevensonSoil organic matter interactions with trace elements. *The Role of Organic Matter in Modern Agriculture*, pp. 73-116.
- Y. Slimani, H. Güngüneş, M. Nawaz, A. Manikandan, H.S. El Sayed, M.A. Almessiere, H. Sözeri, S.E. Shirsath, I. Ercan, A. Baykal, (2018), Magneto-optical and microstructural properties of spinel cubic copper ferrites with Li-Al co-substitution, *Ceramics International* , <https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2018.05.028>
- Yates L.M., Wandruszka R. V. (1999), Decontamination of polluted water by treatment with a crude humic acid blend, *Environmental. Science. Technoly*, 33 (12), 2076-2080
- Zhan, Y., Long, Z., Wan, X., Zhang, J., He, S., He, Y. (2018), 3D carbon fiber mats/nano-Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> hybrid material with high electromagnetic shielding performance, *Applied Surface Science*, 444, 710-720.

## TEŐEKKÜR

Bu alıőmanın gerekleőtirilmesinde, deęerli bilgilerini benimle paylaőan, desteklerini esirgemeyen danıőmanım Do. Dr. Aylin YILDIZ' a laboratuvar kaynak ve yntem aısından bana yardımda bulunan Ahmet zgr AęIRGAN'a, Derman VATANSEVER BAYRAMOL' a ve Uęur ERGNAY' a teőekkr ederim.

Ayrıca, hcre canlılıęı analizinin yapılmasında Hitit niversitesi, Fen-Edebiyat Fakltesi, Molekler Biyoloji ve Genetik Blm 'nden iędem DNMEZ GNGNEŐ 'e teőekkrlerimi sunarım.



## ÖZGEÇMİŞ

Cumali Demir 12.03.1982 yılında Sakarya'nın Akyazı ilçesinde doğdu. Lise eğitimini 2000 yılında Mersin Atatürk Lisesi'nde tamamladı. Lisans eğitimini 2005 yılında Ege Üniversitesi Mühendislik Fakültesi Tekstil Mühendisliği Bölümünde tamamlamıştır. Yüksek Lisans eğitimini Namık Kemal Üniversitesi Çorlu Mühendislik Fakültesinde devam etmektedir. Aynı zamanda Toraman Tekstil A.Ş de yurtdışı pazarlama sorumlusu olarak çalışmaktadır.

