

**ISLAK ELEKTROEĞİRME İLE ÜRETİLEN 3B  
POLİMERİK YUMAKLARDA GÖZENEK  
BOYUTLARININ KONTROLÜ**

**CONTROLLING PORE-SIZE IN 3D POLYMERIC SKEINS  
PRODUCED BY WET ELECTROSPINNING**

**NUR MERVE KAZAROĞLU SÖNMEZ**

**PROF. DR. BORA MAVİŞ**

**Tez Danışmanı**

Hacettepe Üniversitesi

Lisansüstü Eğitim-Öğretim ve Sınav Yönetmeliğinin

Biyomühendislik Anabilim Dalı için Öngördüğü

DOKTORA TEZİ olarak hazırlanmıştır.

2020

## ETİK

Hacettepe Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, tez yazım kurallarına uygun olarak hazırladığım bu tez çalışmada,

- tez içindeki bütün bilgi ve belgeleri akademik kurallar çerçevesinde elde ettiğimi,
- görsel, işitsel ve yazılı tüm bilgi ve sonuçları bilimsel ahlak kurallarına uygun olarak sunduğumu,
- başkalarının eserlerinden yararlanılması durumunda ilgili eserlere bilimsel normlara uygun olarak atıfta bulunduğumu,
- atıfta bulunduğum eserlerin tümünü kaynak olarak gösterdiğimi,
- kullanılan verilerde herhangi bir değişiklik yapmadığımı,
- ve bu tezin herhangi bir bölümünü bu üniversite veya başka bir üniversitede başka bir tez çalışması olarak sunmadığımı beyan ederim.

15 / 01 / 2019



NUR MERVE KAZAROĞLU SÖNMEZ

## YAYINLANMA FİKRİ MÜLKİYET HAKLARI BEYANI

Enstitü tarafından onaylanan lisansüstü tezimin/raporumun tamamını veya herhangi bir kısmını, basılı (kağıt) ve elektronik formatta arşivleme ve aşağıda verilen koşullarla kullanıma açma iznini Hacettepe üniversitesine verdiğimi bildiririm. Bu izinle Üniversiteye verilen kullanım hakları dışındaki tüm fikri mülkiyet haklarım bende kalacak, tezimin tamamının ya da bir bölümünün gelecekteki çalışmalarda (makale, kitap, lisans ve patent vb.) kullanım hakları bana ait olacaktır.

Tezin kendi orijinal çalışmam olduğunu, başkalarının haklarını ihlal etmediğimi ve tezimin tek yetkili sahibi olduğumu beyan ve taahhüt ederim. Tezimde yer alan telif hakkı bulunan ve sahiplerinden yazılı izin alınarak kullanması zorunlu metinlerin yazılı izin alarak kullandığımı ve istenildiğinde suretlerini Üniversiteye teslim etmeyi taahhüt ederim.

Yükseköğretim Kurulu tarafından yayınlanan “*Lisansüstü Tezlerin Elektronik Ortamda Toplanması, Düzenlenmesi ve Erişime Açılmasına İlişkin Yönerge*” kapsamında tezim aşağıda belirtilen koşullar haricince YÖK Ulusal Tez Merkezi / H. Ü. Kütüphaneleri Açık Erişim Sisteminde erişime açılır.

- Enstitü / Fakülte yönetim kurulu kararı ile tezimin erişime açılması mezuniyet tarihimden itibaren 2 yıl ertelenmiştir.
- Enstitü / Fakülte yönetim kurulu gerekçeli kararı ile tezimin erişime açılması mezuniyet tarihimden itibaren .... ay ertelenmiştir.
- Tezim ile ilgili gizlilik kararı verilmiştir.

12 / 02 / 2020

NUR MERVE KAZAROĞLU SÖNMEZ

## ÖZET

### ISLAK ELEKTROEĞİRME İLE ÜRETİLEN 3B POLİMERİK YUMAKLARDA GÖZENEK BOYUTLARININ KONTROLÜ

Nur Merve KAZAROĞLU SÖNMEZ

Doktora, Biyomühendislik Anabilim Dalı

Tez Danışmanı: Prof. Dr. Bora MAVİŞ

Şubat 2020, 160 sayfa

Sunulan tez çalışması kapsamında, yoğunluğu ve gözenek çapları ayarlanabilir, 3-boyutlu (3B) polikaprolakton (PCL) doku iskelelerinin ıslak elektroegirme yöntemi ile üretilmesi hedeflenmiştir. Söz konusu gözenek çapları ayarlanabilir iskeleler, yüzey bağımlı hücrelerin infiltrasyonunu kolaylaştırarak 3B doku oluşumuna elverişli bir ortam sunacaktır. 3B PCL yapıların gözenek çapları, koagülasyon banyosunun sıcaklığı ve banyo altına yerleştirilen iletken desen sayesinde sabit sıcaklıkta elektrik alan dönüş hızının değiştirilmesi ile ayarlanmıştır. 3B yapıların üretimi için banyo sıcaklığını (R1) ve hem banyo sıcaklığı hem de elektrik alan şiddetini (R2) kontrol edebilen 2 adet koagülasyon banyosu tasarlanmıştır.

3B yapılar moleküler ağırlığı 80000 g/mol olan PCL'den üretilmiştir. PCL için çözücü olarak diklorometan (DCM) ve N,N-dimetilformamid (DMF) karışımları (50:50, 65:35) kullanılmıştır. 3B yapıların üretimi sabit süre, sıcaklık, akış hızı ve voltaj değerlerinde gerçekleştirilmiştir. Islak elektroegirme işlemini etkileyen parametreler optimize edilerek,  $3.33 \pm 0.71$  µm fiber çaplarına sahip 3B yumaklar üretilmiştir. 50:50 çözeltisi kullanılan R1 sıcaklık-kontrollü koagülasyon banyosunun sıcaklığı 25 °C iken; hüzmeye

çapı  $0.21 \pm 0.03$  cm, geometrik faktörü  $1.83 \pm 0.20$  cm ve ortalama gözenek çapı  $24.9 \pm 3.5$   $\mu$ m boyutlarında 3B yapılar elde edilmiştir. R1'in sıcaklığı kademeli olarak indirilmiş ve  $7^\circ\text{C}$ 'de 3B yumakların hüzmeye çapı  $0.62 \pm 0.07$  cm'ye, geometrik faktörü  $2.85 \pm 0.09$  cm'ye ve ortalama gözenek çapları  $85.5 \pm 5.6$   $\mu$ m'ye yükselmiştir. Benzer şekilde 65:35 çözeltisi kullanılan R1 sıcaklık kontrollü koagülasyon banyosunun sıcaklığı  $25^\circ\text{C}$ 'de iken hüzmeye çapı  $0.23 \pm 0.02$  cm, geometrik faktörü  $2.16 \pm 0.57$  cm ve ortalama gözenek çapı  $37.2 \pm 6.1$   $\mu$ m olarak ölçülmüştür. Aynı polimer çözeltisi ile, banyoda inilebilen en düşük sıcaklıkta ( $5^\circ\text{C}$ ) elde edilen hüzmeye çapı, geometrik faktör ve ortalama gözenek çapı değerleri sırasıyla  $0.36 \pm 0.04$  cm,  $3.22 \pm 14.7$  cm ve  $111.5 \pm 14.7$   $\mu$ m olarak ölçülmüştür. Bu örneğin X-ışını mikrotomografi ( $\mu$ -CT) taramasından elde edilen toplam gözenekliliği %87.22 olarak bulunmuştur. Elektrik alan şiddetinin arttırıldığı sıcaklık-kontrollü koagülasyon banyosu R2'de, R1'e benzer şekilde sıcaklık düşükçe 3B yapıların hüzmeye çapları, geometrik faktörleri ve ortalama gözenek çapları artmış, bunun yanında sabit koagülasyon banyosu sıcaklıklarında elektrik alan dönüşü değiştirilerek 3B yapıların gözenek çapları ve hacimleri değiştirilebilmiştir. R2'de,  $5^\circ\text{C}$  banyo sıcaklığında elde edilen en yüksek hüzmeye çapı  $0.45 \pm 0.02$  cm, geometrik faktör  $2.54 \pm 0.22$  cm ve ortalama gözenek çapı  $128.29 \pm 57.67$   $\mu$ m olarak kaydedilmiştir. Aynı koşullarda üretilen  $25^\circ\text{C}$  banyo örneğinin  $\mu$ -CT taramasında elde edilen toplam gözenekliliği %70.35 iken,  $5^\circ\text{C}$  örneklerinin toplam gözenekliliği ortalama  $\%83.22 \pm 2.92$  olarak bulunmuştur.

Tez kapsamında yapılan çalışmalarda 3B PCL yapılar için elde edilen veriler, tasarlanan sıcaklık-kontrollü koagülasyon banyoları içerisinde sıcaklık ve elektrik alan dönüşü değiştirilerek ihtiyaca uygun olarak ayarlanabilir gözenek boyutlarına sahip doku iskelesi üretiminin olanaklı olduğunu göstermektedir. Değiştirilebilir gözenek boyutu dağılımına sahip 3B yapılar, doku iskelesi, akustik malzemeler, filtrasyon medyası ve pil teknolojileri gibi birçok alanda kullanılabilme özelliğine sahiptir.

**Anahtar Kelimeler:** Islak elektroegirme, fiber, doku iskelesi, polikaprolakton, gözenek boyutu kontrolü.

# **ABSTRACT**

## **CONTROLLING PORE-SIZE IN 3D POLYMERIC SKEINS PRODUCED BY WET ELECTROSPINNING**

**Nur Merve KAZAROĞLU SÖNMEZ**

**Doctor of Philosophy, Department of Bioengineering**

**Supervisor: Prof. Dr. Bora MAVİŞ**

**February 2020, 160 pages**

In this thesis, it is aimed to produce 3-dimensional (3D) polycaprolactone (PCL) scaffolds by wet electrospinning method with adjustable density and pore diameters. These scaffolds having adjustable pore diameters will facilitate the infiltration of surface-dependent cells, providing a favorable environment for 3D tissue formation. The pore diameters of 3D PCL structures were adjusted by varying temperature of the coagulation bath and the electric field rotation speed at constant temperature thanks to the conductive patterns underneath the bath. Two coagulation baths were designed to control the bath temperature (R1) and both bath temperature and electric field strength (R2) for the production of 3D structures.

3D structures are made of PCL with a molecular weight of 80000 Da. A mixture of dichloromethane (DCM) and N,N-dimethylformamide (DMF) (50:50, 65:35) was used as solvent for the PCL. Production of the 3D structures was carried out at constant time, temperature, flow rate and voltage values. The parameters affecting the wet

electrospinning process were optimized and 3D structures with fiber diameters of  $3.33\pm 0.71\ \mu\text{m}$  were produced. The temperature of the R1 temperature-controlled coagulation bath while using a 50:50 solution was  $25\ ^\circ\text{C}$ , 3D structures were obtained with a fiber yarn diameter of  $0.21\pm 0.03\ \text{cm}$ , geometric factor of  $1.83\pm 0.20\ \text{cm}$ , and average pore diameter of  $24.9\pm 3.5\ \mu\text{m}$ . The temperature of R1 was gradually reduced and the fiber yarn diameter of 3D structures increased to  $0.62\pm 0.07\ \text{cm}$ , geometric factor to  $2.85\pm 0.09\ \text{cm}$ , average pore diameters to  $85.5\pm 5.6\ \mu\text{m}$  at  $7\ ^\circ\text{C}$ . Similarly, the temperature of the R1 temperature-controlled coagulation bath using a 65:35 solution was measured fiber yarn diameter of  $0.23\pm 0.02\ \text{cm}$ , geometric factor of  $2.16\pm 0.57\ \text{cm}$ , pore diameter of  $37.2\pm 6.1\ \mu\text{m}$  at  $25\ ^\circ\text{C}$ . The fiber yarn diameter, geometric factor and average pore size values were obtained with the same polymer solution at the lowest despicable temperature ( $5\ ^\circ\text{C}$ ) in the R1 bath, were  $0.36\pm 0.04\ \text{cm}$ ,  $3.22\pm 0.28\ \mu\text{m}$  and  $111.5\pm 14.7\ \mu\text{m}$ , respectively. The total porosity of this sample obtained from X-ray microtomography ( $\mu\text{-CT}$ ) is 87.22%. In the temperature-controlled coagulation bath R2, where the electric field strength is increased, the fiber yarn diameters, geometric factors and mean pore diameters of the 3D structures increased as the temperature decreased, as well as the R1, and the pore diameters and volumes of the 3D structures were changed by changing the electric field rotation at constant coagulation bath temperatures. The highest fiber yarn diameter obtained at a bath temperature of  $5\ ^\circ\text{C}$  was  $0.45\pm 0.02\ \text{cm}$ , geometric factor was  $2.54\pm 0.22\ \text{cm}$ , average pore size diameter was  $128.29\pm 57.67\ \mu\text{m}$ . The total porosity of the  $25\ ^\circ\text{C}$  bath samples produced under the same conditions during  $\mu\text{-CT}$  scanning was 70.35%, while the average porosity of  $5\ ^\circ\text{C}$  samples was found to be  $83.22\pm 2.92\%$ .

The data obtained from 3D PCL structures in the studies carried out within the scope of the thesis show that it is feasible to produce tissue scaffold with adjustable pore sizes in accordance with the needs by changing the temperature and electric field rotation in the designed temperature-controlled coagulation baths. 3D structures with exchangeable pore size distribution can be used in many areas such as tissue scaffold, acoustic materials, filtration media and battery technologies.

**Keywords:** Wet electrospinning, fiber, tissue scaffold, polycaprolactone, pore size control.

## TEŞEKKÜR

10 yılı aşkın süredir maddi ve manevi desteğini benden esirgemeyen değerli tez danışmanım Prof. Dr. Bora Maviş'e değerli emekleri ve katkılarından dolayı teşekkür ederim.

Tez çalışmalarım süresince 2211-C Öncelikli Alanlar Doktora Burs Programı kapsamında maddi destek sağlayan TÜBİTAK'a, analizlerim için gerekli imkânları seferber eden UNAM'a, HÜNİTEK'e ve değerli çalışanı Neval Dicle Sungur'a emeklerinden ötürü teşekkürlerimi sunarım. Doç. Dr. H. Evren Çubukçu ve Doç. Dr. Murat Demirbilek'e çok kıymetli destekleri nedeniyle teşekkürü bir borç bilirim.

Akademi macerasına atılmama önyak olan değerli hocam Prof. Dr. Cengiz Koçum'a yıllar boyu verdiği moral ve tezime yapmış olduğu çok değerli katkılardan dolayı teşekkürü bir borç bilirim. Değerli hocam Prof. Dr. Petek Korkusuz'a çalışmanın şekillenmesi ve yürütülmesinde vermiş olduğu kıymetli desteklerinden ötürü teşekkürlerimi sunarım. Prof. Dr. Mehmet Ali Onur'a ders döneminde verdiği eşsiz bilgiler ile hevesle donattığı zihinlerimizi akademik çalışma hayatına hazırladığı için teşekkürlerimi sunarım. Doç. Dr. Erhan Bat'a tezime yapmış olduğu değerli katkıları ve destekleri için teşekkür ederim. Doç. Dr. Benat Koçkar'a, bölümün neşesi Ahmet Belli'ye, değerli laboratuvar arkadaşlarım Mustafa Utku Yıldırım ve Şule Karagülleoğlu'na güler yüzleriyle verdikleri desteklerinden ötürü şükranlarımı sunarım.

Hepsi birbirinden değerli ve eşsiz arkadaşlarım Nesrin Paşaoğlu, Eda Çolakoğlu, Dr. Vedat Yıldırım, Tümay Tüfekçioğlu, Tuğba TÜresin, Uzm. Dr. Aysu Özay, Nur Yamaç, Zeynep Cansu Özçınar, Sinan Özcan, Dr. Özlem Aydın, Dr. Ayşegül Kavas, Dr. Özge Erdemli, Merve Güldiken, Nil Göl, Meltem Bayram Yamankurt, Dr. Semih Erhan, Deniz Atila, Elif-Fırat Özgenel, Deniz Şimşek, Orkun Çoruh, Melike Kılıçoğlu, Ramiz Aydın, Hasan Hüseyin Saygılı, Halil Onat Tuğrul, Ali Amini, Derya Kalelioğlu Ergül, Sevcan Dalkıranoğlu Aldemir, Dr. Handan Sevim, Dr. Gülseren Irmak, Pelin Deniz Uçgun, Dr. Dilek Şura Özden Dinç ve isimlerini buraya sığdıramadığım tüm değerli dostlarıma, varlıklarını ve sevgilerini hep hissettirdikleri için sonsuz teşekkür ederim.

Eşime, anne-babalarım, kuzenlerim-yeğenlerim ile tüm aileme, en zorda olduğum zamanlarda bile enerjileriyle beni besledikleri ve tekrar hayata döndürdükleri için en derin şükranlarımı sunarım.



# İÇİNDEKİLER

ABSTRACT .....	iii
TEŞEKKÜR .....	v
İÇİNDEKİLER.....	vi
ŞEKİLLER DİZİNİ.....	viii
ÇİZELGELER DİZİNİ .....	xvii
SİMGELER VE KISALTMALAR.....	xviii
1. GİRİŞ.....	1
2. GENEL BİLGİLER.....	3
2.1. Elektroğirme Yöntemi .....	3
2.2. Elektroğirme Yöntemi ile 3B Yapıların Üretilmesinde Kullanılan Teknikler ....	5
2.2.1. Çok Tabakalı Elektroğirme.....	5
2.2.2. Elektroğirme Sonrası İşlem .....	6
2.2.3. Kalıp (Toplayıcı) Destekli Toplama.....	7
2.2.4. Porojen Katkılı Elektroğirme.....	9
2.2.5. Fiberlerin Kendiliğinden Düzenlenmesi.....	9
2.2.6. Sıvı Destekli Toplama .....	11
2.2.6.1. Islak Elektroğirme Yöntemi.....	12
3. DENEYSEL ÇALIŞMALAR .....	29
3.1. Malzemeler .....	29
3.2.1. 3B PCL Üretiminde Kullanılan Islak Elektroğirme Düzenekleri.....	29
3.2.1.1. Uygun Koagülasyon Banyosuna Karar Verilmesi .....	29
3.2.1.2. Koagülasyon Banyosu Olarak Cam Petri Kullanımı.....	31
3.2.1.3. Cam Petri Yerine Elektrik Alanın Döndürülmesi.....	34
3.2.1.4. Koagülasyon Banyosu Olarak Sıcaklık Kontrollü Ceketli Silindirik Reaktör (R1) Kullanılması .....	38
3.2.1.5. Sıcaklık Kontrollü ve Akışlı Ceketli Silindirik Reaktör (R2) Kullanılması...	42
3.3. PCL Yumakların Karakterizasyonu.....	45
3.3.1. Hüzme Çaplarının Ölçülmesi .....	45

3.3.2. Yumakların Boyutlarının Ölçülmesi ve Geometrik Faktör Hesabı.....	45
3.3.3. Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) Analizleri.....	46
3.3.4. Mikro-CT ( $\mu$ -CT) Ölçümleri.....	47
3.3.5. İstatistiksel Değerlendirme.....	47
4. SONUÇLAR VE TARTIŞMA .....	48
4.1. Cam Petri Koagülasyon Banyosunun Yatay Eksende Döndürülmesiyle Üretilen Yapılar.....	48
4.2. Cam Petri Yerine Elektrik Alanın Döndürülmesiyle Üretilen Yapılar .....	51
4.3. Sıcaklık Kontrollü Koagülasyon Banyosunda (R1) Islak Elektroğirme Çalışmaları .....	53
4.3.1. 50:50 DCM:DMF Çözücü Oranına Sahip PCL Çözeltisi ile Yapılan Çalışmalar .....	53
4.3.2. Sıcaklık Kontrollü Koagülasyon Banyosuna Toplanan Fiberlerin Morfolojilerinin İyileştirilmesi.....	63
4.3.3. 65:35 DCM:DMF Çözücü Oranına Sahip PCL Çözeltisi ile Yapılan Çalışmalar .....	64
4.4. Sıcaklık Kontrollü Koagülasyon Banyosunda (R2) Islak Elektroğirme Çalışmaları.....	75
4.4.1. R2'de Üretilen Yumakların Ayrıntılı SEM Analizi.....	83
4.4.2. R2'de Üretilen Yumakların $\mu$ -CT Tarama Sonuçları.....	102
4.4.3. R2'de Üretilen Yumakların Banyo Sıcaklığı, Elektrik Alan Döndürme Hızı, Geometrik Faktör ve Gözenek Çaplarının İstatistiksel Olarak Değerlendirilmesi... ..	113
5. YORUM.....	116
6. KAYNAKLAR.....	118
EKLER .....	127
EK 1 – İstatistiksel Değerlendirme Tabloları.....	127
EK 2 - Tez Çalışması Orjinallik Raporu.....	158
ÖZGEÇMİŞ.....	159

## ŞEKİLLER DİZİNİ

Şekil 2.1. Elektroğirme işleminde kullanılacak polimerik sıvı, iğne ucu ve toplayıcı çeşitleri ([18]'den değiştirilerek) ve Taylor konisinin oluşumu (iğne ucu). ....	4
Şekil 2.2. Islak elektroğirme yönteminin şematik gösterimi ([21]'den değiştirilerek)...	12
Şekil 3.1. Beher içerisindeki vorteks uygulanan EtOH koagülasyon banyosuna bakır plaka yardımıyla fiber toplama denemesi. ....	29
Şekil 3.2. EtOH dolu koagülasyon banyosu içerisinde hava sirkülasyonu oluşturarak bakır plakaya fiber toplama denemesi. ....	30
Şekil 3.3. Cam petri kabının fiziksel olarak döndürüldüğü ıslak elektroğirme düzeneği (sol), toplama sırasında karşıdan görünüm (sağ). ....	31
Şekil 3.4. Petrideki EtOH içerisine toplanan PCL 3B kararlı yapılar; yukarıdan görünüm (A), yandan görünüm (B). ....	32
Şekil 3.5. Oda koşullarında kurutulan örnek (A), konvansiyonel elektroğirme yöntemiyle üretilen 2B PCL membran (B), cam petriden 50 ml falkon tüpüne aktarılarak dondurarak kurutma cihazında kurutulan PCL yapı (C), 12 gözlü hücre kültür kabı içerisine aktarıldıktan sonra dondurarak kurutma cihazında kurutulan 3B PCL yumak (D). ....	33
Şekil 3.6. İğne ucuna eklenen konik yardımcı elektrot; toplama sırasında (sol) ve yakından görünümü (sağ). ....	33
Şekil 3.7. Elektrik alan yönlendirmesi ile 3B yapıların toplanması. ....	34
Şekil 3.8. Elektrik alanı yönlendirmek üzere alüminyum disk üzerinde kullanılan desenler; soldan sağa desen1, desen2, desen3. ....	35
Şekil 3.9. Saf EtOH'nin sıcaklığa bağlı değişen yüzey gerilimi değerleri ([133]'deki veriler kullanılarak). ....	36
Şekil 3.10. Sıcaklık kontrollü ıslak elektroğirme düzeneği; sıcaklık kontrollü ceketli cam reaktör (sol), ceket içerisinde belirlenen sıcaklıkta su devridaim eden termal sirkülatör (sağ). ....	38
Şekil 3.11. 4 gerilim çıkışı olan voltaj bölücü (sol), 9 gerilim çıkışı olan voltaj bölücü (sağ) fotoğrafları. ....	39
Şekil 3.12. 4 gerilim çıkışına sahip voltaj bölücünün devre şeması ve çıkış voltajının hesaplanması. ....	40

Şekil 3.13. Güç kaynağının çıkış empedansının dahil edilmesi ile devreden geçen akımın ve $V_{\text{çıkış2}}$ geriliminin hesaplanması. ....	40
Şekil 3.14. 3 dk'lık PCL örneklerin 0 rpm (sol) ve 60 rpm (sağ) elektrik alan döndürme hızlarındaki görüntüleri.....	41
Şekil 3.15. R2 (sol) ve R1'in (sağ) ceket kalınlıklarını gösteren fotoğraf. ....	42
Şekil 3.16. R2 koagülasyon banyosunun (sol) ve bağlı olan peristaltik pompaların (sağ) görüntüleri.....	43
Şekil 3.17. R2'nin (sol) ve banyo içerisindeki akış yönlerinin (sağ) şematik gösterimi. ....	43
Şekil 3.18. Hüzme çapının ölçülmesi; teflon şerit kalınlığının ölçek olarak yazılıma tanıtılması (sol) ve hüzme üzerinde 3 farklı yerden ölçüm alınması (sağ). ....	45
Şekil 3.19. PCL yumakların çapının ve yüksekliğinin ölçülmesi. ....	46
Şekil 4.1. 15 rpm (sol), 22.5 rpm (orta), 30 rpm (sağ) hızda döndürülen koagülasyon banyosu içerisinde, 18 cm mesafede üretilen PCL fiberlerin SEM görüntüleri (x 10000). ....	48
Şekil 4.2. 37.5 rpm (sol), 45 rpm (orta), 60 rpm (sağ) hızda döndürülen banyo içerisinde, 18 cm mesafede üretilen PCL fiberlerin SEM görüntüsü (x 10000). ....	48
Şekil 4.3. 22.5 rpm hızda döndürülen koagülasyon banyosu içerisinde, 10 cm mesafede üretilen PCL fiberlerin SEM görüntüleri (x 10000). ....	49
Şekil 4.4. İnce fiber hüzmesinden (sol) ve geniş fiber hüzmesinden (sağ) elde edilen fibröz yapılar (x 2500). ....	50
Şekil 4.5. İğne ucunda konik elektrot ile sırasıyla 1 ml/sa, 1.5 ml/sa ve 2 ml/sa akış hızlarında ve 12 cm mesafede üretilen fiberlerin SEM görüntüleri (x 2500). ....	51
Şekil 4.6. 50:50 çözücü oranındaki PCL çözeltisinden, iğne ucunda konik elektrot varlığında 25 °C R1 banyosuna toplanan fiberlerin 1.5 ve 2 ml/sa akış hızlarındaki SEM görüntüleri (x 2500). ....	54
Şekil 4.7. Soldan sağa sırasıyla, 38, 25 ve 12°C banyo sıcaklıklarında 15 dk toplanan PCL yumakların görüntüleri. ....	54
Şekil 4.8. 38, 25 ve 12°C banyo sıcaklıklarına ait hüzme çaplarının zamana bağlı değişimi. ....	55
Şekil 4.9. 50:50 çözücü oranındaki PCL çözeltisinden 30, 33, 36 ve 39 °C banyoya toplanan fiberlerin SEM görüntüleri (x 2500). ....	56

Şekil 4.10. 50:50 çözücü oranındaki PCL çözeltilisinden, soldan sağa sırasıyla 25, 15, 10°C (üst sıra) ve 9, 8, 7°C (alt sıra) R1 banyosuna toplanan örneklerin 3. dk ekran görüntüleri. ....	58
Şekil 4.11. 50:50 çözücü oranındaki PCL çözeltilisinden 25, 15, 10, 9, 8 ve 7 °C R1 banyosuna toplanan örneklerin hüzmeye çaplarının zamana bağlı değişimi. ....	59
Şekil 4.12. 50:50 çözücü oranındaki PCL çözeltilisinden, soldan sağa 25, 15, 10, 9, 8 ve 7 °C R1 banyosuna toplanan yumakların karşıdan ve üstten görünüşleri.....	59
Şekil 4.13. 50:50 çözücü oranındaki PCL çözeltilisinden, soldan sağa 25, 15, 10, 9, 8 ve 7 °C R1 banyosuna toplanan örneklerin SEM görüntüleri (x 1000). ....	60
Şekil 4.14. 50:50 çözücü oranındaki PCL çözeltisi ile, 7 °C R1 banyosuna toplanan yumak yüzeyinde detaylı SEM analizi; yumaktan alınan örneğin SEM görüntüsü (sol) ve yüzeyden gözenek çapı analizi için 5 farklı bölge seçilmesi (sağ) (x 70)..	61
Şekil 4.15. 50:50 çözeltilisinden 7 °C'de R1 banyosuna toplanan yumak yüzeyinden yapılan ayrıntılı SEM analizinden elde edilen gözenek çapı dağılımları. ....	61
Şekil 4.16. R1'de 50:50 çözücü oranındaki PCL çözeltilisinden üretilen örneklerin hüzmeye çaplarının ve kurutma sonrası ölçülen geometrik faktörlerinin banyo sıcaklığına bağlı değişimleri. ....	63
Şekil 4.17. Farklı çözücü oranlarına sahip PCL çözeltilerinden oda sıcaklığında üretilen yapıların SEM görüntüleri; soldan sağa sırasıyla 50:50, 60:40, 65:35, 70:30 (x 2500). ....	64
Şekil 4.18. 65:35 çözücü oranındaki PCL çözeltilisinden, soldan sağa sırasıyla 25, 20 ve 15 °C R1 banyosuna toplanan örneklerin 3. dk ekran görüntüleri. ....	64
Şekil 4.19. 65:35 çözücü oranındaki PCL çözeltilisinden, soldan sağa sırasıyla 10, 9 ve 8 °C R1 banyosuna toplanan örneklerin 3. dk ekran görüntüleri. ....	65
Şekil 4.20. 65:35 çözücü oranındaki PCL çözeltilisinden, soldan sağa sırasıyla 7, 6 ve 5 °C R1 banyosuna toplanan örneklerin 3. dk ekran görüntüleri. ....	65
Şekil 4.21. 65:35 çözücü oranındaki PCL çözeltilisinden, 5 ve 6 °C R1 banyosuna toplanan yüzey hüzmelerinin 3. dk'daki ekran görüntüleri. ....	66
Şekil 4.22. 65:35 çözücü oranındaki çözeltiliden, soldan sağa sırasıyla 25, 20, 15 ve 10 °C R1 banyosuna toplanan 3 dk'lık yumakların üstten (sol) ve yandan (sağ) görünüşleri. ....	66

Şekil 4.23. 65:35 çözücü oranındaki çözelti ile, soldan sağa sırasıyla 9, 8, 7, 6, 5, yüzen hüzmelerden 6 ve yüzen hüzmelerden 5 °C R1 banyosuna toplanan 3 dk'luk yumakların üstten (sol) ve yandan (sağ) görünüşleri. ....	66
Şekil 4.24. R1'de 65:35 çözücü oranında üretilen örneklerin hüzmelerinin ve kurutma sonrası ölçülen geometrik faktörlerinin banyo sıcaklığına bağlı değişimleri. ....	68
Şekil 4.25. 65:35 çözücü oranındaki PCL çözeltisinden, soldan sağa sırasıyla 25, 20 ve 15 °C R1 banyosuna toplanan örneklerin SEM görüntüleri (x 1000). ....	68
Şekil 4.26. 65:35 çözücü oranındaki PCL çözeltisinden, soldan sağa sırasıyla 10, 9 ve 8 °C R1 banyosuna toplanan örneklerin SEM görüntüleri (x 1000). ....	69
Şekil 4.27. 65:35 çözücü oranındaki PCL çözeltisinden, soldan sağa sırasıyla 7, 6 ve 5 °C R1 banyosuna toplanan örneklerin SEM görüntüleri (x 1000). ....	69
Şekil 4.28. R1'de 65:35 çözücü oranında üretilen örneklere ait 5 ve 6 °C banyoda yüzen hüzmelerin, çaplarının ve geometrik faktörlerinin banyo sıcaklığına bağlı değişimleri. ....	70
Şekil 4.29. 65:35 çözücü oranındaki PCL çözeltisi ile, yüzen hüzmelerden 6 (sol) ve 5 °C (sağ) R1 banyosuna toplanan örneklerin SEM görüntüleri (x 1000). ....	70
Şekil 4.30. 65:35 çözücü oranındaki PCL çözeltisinden, 6 (sol) ve 5 °C (sağ) R1 banyosunda yüzen hüzmelerin SEM görüntüleri (x 40). ....	71
Şekil 4.31. 65:35 çözücü oranındaki PCL çözeltisi ile, 5 °C R1 banyosuna toplanan hüzmelerin detaylı SEM analizi; hüzmelerinin ölçümü (sol) ve yüzeyden gözenek çapı analizi için 5 farklı bölge seçilmesi (sağ) (x 70). ....	72
Şekil 4.32. 65:35 çözeltisinden 5 °C'de R1 banyosuna toplanan hüzmeler yüzeyinden yapılan SEM analizinden elde edilen gözenek çapı dağılımı. ....	73
Şekil 4.33. 5 °C R1 banyosunda üretildikten sonra dondurularak kurutma yapılan yumağın $\mu$ -CT tarama görüntüsü. ....	73
Şekil 4.34. 65:35 çözeltisi ile 5 °C R1 banyosunda üretilen ve $\mu$ -CT'de taranan yumağın gözenek çapı dağılımı (%). ....	74
Şekil 4.35. 65:35 çözeltisi ile 5 °C R1 banyosunda üretilen ve $\mu$ -CT'de taranan yumağın gözenek çapı dağılımının %69.34'lük kısmı. ....	74
Şekil 4.36. R2'de 25 °C'de 0 rpm (sol), CW 60 rpm (orta) ve CCW 60 rpm (sağ) elektrik alan döndürme hızlarında 3 dk toplanan örneklerin ekran görüntüleri. ....	76

Şekil 4.37. R2'de 25 °C'de soldan sağa sırasıyla 0 rpm, CW 30 rpm, CCW 30 rpm, CCW 60 rpm ve CW 60 rpm elektrik alan döndürme hızlarında 3 dk toplanan örneklerin ekran görüntüleri. ....	76
Şekil 4.38. R2'de 25 °C'de soldan sağa sırasıyla 0 rpm, CW 30 rpm, CCW 30 rpm, CCW 60 ve CW 60 rpm elektrik alan döndürme hızlarında toplanan örneklerin SEM görüntüleri (x 1000). ....	77
Şekil 4.39. R2'de 15 °C'de soldan sağa sırasıyla 0 rpm, CW 30 rpm, CCW 30 rpm, CCW 60 rpm ve CW 60 rpm elektrik alan döndürme hızlarında 3 dk toplanan örneklerin ekran görüntüleri. ....	77
Şekil 4.40. R2'de 15 °C'de sırasıyla 0 rpm, CW 30 rpm, CCW 30 rpm, CCW 60 ve CW 60 rpm elektrik alan döndürme hızlarında toplanan örneklerin SEM görüntüleri (x 1000).....	78
Şekil 4.41. R2'de 10 °C'de soldan sağa sırasıyla 0 rpm, CW 30 rpm, CCW 30 rpm, CCW 60 rpm ve CW 60 rpm elektrik alan döndürme hızlarında 3 dk toplanan örneklerin ekran görüntüleri. ....	79
Şekil 4.42. R2'de 10 °C'de soldan sağa sırasıyla 0 rpm, CW 30 rpm, CCW 30 rpm, CCW 60 ve CW 60 rpm elektrik alan döndürme hızlarında toplanan örneklerin SEM görüntüleri (x 1000). ....	79
Şekil 4.43. R2'de 5 °C'de soldan sağa sırasıyla 0 rpm, CW 30 rpm, CCW 30 rpm, CCW 60 rpm ve CW 60 rpm elektrik alan döndürme hızlarında 3 dk toplanan örneklerin ekran görüntüleri. ....	80
Şekil 4.44. R2'de 5 °C'de soldan sağa sırasıyla 0 rpm, CW 30 rpm, CCW 30 rpm, CCW 60 ve CW 60 rpm elektrik alan döndürme hızlarında toplanan örneklerin SEM görüntüleri (x 1000). ....	80
Şekil 4.45. R2'de 65:35 çözücü oranında CW yönünde elektrik alan döndürmesi ile üretilen örneklerin hüzmeye çaplarının ve kurutma sonrası hacimlerinin banyo sıcaklığına bağlı değişimleri.....	81
Şekil 4.46. R2'de 65:35 çözücü oranında CCW yönünde elektrik alan döndürmesi ile üretilen örneklerin hüzmeye çaplarının ve kurutma sonrası hacimlerinin banyo sıcaklığına bağlı değişimleri.....	83
Şekil 4.47. 65:35 çözücü oranındaki PCL çözeltisi ile, 25 °C 0 rpm R2 banyosuna toplanan hüzmelerin detaylı SEM analizi; hüzmeye çapının ölçümü (sol) ve yüzeyden gözenek çapı analizi için 5 farklı bölge seçilmesi (sağ) (x 70). ....	84

Şekil 4.48. 65:35 çözeltisinden 25 °C 0 rpm'de R2 banyosuna toplanan hüzmeye yüzeyinden yapılan SEM analizinden elde edilen gözenek çapı dağılımı. ....	84
Şekil 4.49. 65:35 çözücü oranındaki PCL çözeltisi ile, 25 °C CW 30 rpm R2 banyosuna toplanan hüzmelerin detaylı SEM analizi; hüzmeye çapının ölçümü (sol) ve yüzeyden gözenek çapı analizi için 5 farklı bölge seçilmesi (sağ) (x 70).....	85
Şekil 4.50. 65:35 çözeltisinden 25 °C CW 30 rpm'de R2 banyosuna toplanan hüzmeye yüzeyinden yapılan SEM analizinden elde edilen gözenek çapı dağılımı.....	86
Şekil 4.51. 65:35 çözücü oranındaki PCL çözeltisi ile, 25 °C CCW 30 rpm R2 banyosuna toplanan hüzmelerin detaylı SEM analizi; hüzmeye çapının ölçümü (sol) ve yüzeyden gözenek çapı analizi için 5 farklı bölge seçilmesi (sağ) (x 70).....	86
Şekil 4.52. 65:35 çözeltisinden 25 °C CCW 30 rpm'de R2 banyosuna toplanan hüzmeye yüzeyinden yapılan SEM analizinden elde edilen gözenek çapı dağılımı.....	87
Şekil 4.53. 65:35 çözücü oranındaki PCL çözeltisi ile, 25 °C CCW 60 rpm R2 banyosuna toplanan hüzmelerin detaylı SEM analizi; hüzmeye çapının ölçümü (sol) ve yüzeyden gözenek çapı analizi için 5 farklı bölge seçilmesi (sağ) (x 70).....	87
Şekil 4.54. 65:35 çözeltisinden 25 °C'de CCW 60 rpm'de R2 banyosuna toplanan hüzmeye yüzeyinden yapılan SEM analizinden elde edilen gözenek çapı dağılımı.....	88
Şekil 4.55. 65:35 çözücü oranındaki PCL çözeltisi ile, 25 °C CW 60 rpm R2 banyosuna toplanan hüzmelerin detaylı SEM analizi; hüzmeye çapının ölçümü (sol) ve yüzeyden gözenek çapı analizi için 5 farklı bölge seçilmesi (sağ) (x 70).....	89
Şekil 4.56. 65:35 çözeltisinden 25 °C CW 60 rpm'de R2 banyosuna toplanan hüzmeye yüzeyinden yapılan SEM analizinden elde edilen gözenek çapı dağılımı.....	89
Şekil 4.57. 65:35 çözücü oranındaki PCL çözeltisi ile, 15 °C 0 rpm R2 banyosuna toplanan hüzmelerin detaylı SEM analizi; hüzmeye çapının ölçümü (sol) ve yüzeyden gözenek çapı analizi için 5 farklı bölge seçilmesi (sağ) (x 70).....	90
Şekil 4.58. 65:35 çözeltisinden 15 °C 0 rpm'de R2 banyosuna toplanan hüzmeye yüzeyinden yapılan SEM analizinden elde edilen gözenek çapı dağılımı. ....	91
Şekil 4.59. 65:35 çözücü oranındaki PCL çözeltisi ile, 15 °C CW 30 rpm R2 banyosuna toplanan hüzmelerin detaylı SEM analizi; hüzmeye çapının ölçümü (sol) ve yüzeyden gözenek çapı analizi için 5 farklı bölge seçilmesi (sağ) (x 70).....	91
Şekil 4.60. 65:35 çözeltisinden 15 °C CW 30 rpm'de R2 banyosuna toplanan hüzmeye yüzeyinden yapılan SEM analizinden elde edilen gözenek çapı dağılımı.....	92



Şekil 4.61. 65:35 çözücü oranındaki PCL çözeltisi ile, 15 °C CCW 30 rpm R2 banyosuna toplanan hüzmelerin detaylı SEM analizi; hüzmeye çapının ölçümü (sol) ve yüzeyden gözenek çapı analizi için 5 farklı bölge seçilmesi (sağ) (x 70). .....	92
Şekil 4.62. 65:35 çözeltisinden 15 °C CCW 30 rpm'de R2 banyosuna toplanan hüzmeye yüzeyinden yapılan SEM analizinden elde edilen gözenek çapı dağılımı. ....	93
Şekil 4.63. 65:35 çözücü oranındaki PCL çözeltisi ile, 15 °C CCW 60 rpm R2 banyosuna toplanan hüzmelerin detaylı SEM analizi; hüzmeye çapının ölçümü (sol) ve yüzeyden gözenek çapı analizi için 5 farklı bölge seçilmesi (sağ) (x 70). .....	94
Şekil 4.64. 65:35 çözeltisinden 15 °C CCW 60 rpm'de R2 banyosuna toplanan hüzmeye yüzeyinden yapılan SEM analizinden elde edilen gözenek çapı dağılımı. ....	94
Şekil 4.65. 65:35 çözücü oranındaki PCL çözeltisi ile, 15 °C CW 60 rpm R2 banyosuna toplanan hüzmelerin detaylı SEM analizi; hüzmeye çapının ölçümü (sol) ve yüzeyden gözenek çapı analizi için 5 farklı bölge seçilmesi (sağ) (x 70). .....	95
Şekil 4.66. 65:35 çözeltisinden 15 °C CW 60 rpm'de R2 banyosuna toplanan hüzmeye yüzeyinden yapılan SEM analizinden elde edilen gözenek çapı dağılımı. ....	95
Şekil 4.67. 65:35 çözücü oranındaki PCL çözeltisi ile, 5 °C 0 rpm R2 banyosuna toplanan hüzmelerin detaylı SEM analizi; hüzmeye çapının ölçümü (sol) ve yüzeyden gözenek çapı analizi için 5 farklı bölge seçilmesi (sağ) (x 70). .....	96
Şekil 4.68. 65:35 çözeltisinden 5 °C 0 rpm'de R2 banyosuna toplanan hüzmeye yüzeyinden yapılan SEM analizinden elde edilen gözenek çapı dağılımı. ....	97
Şekil 4.69. 65:35 çözücü oranındaki PCL çözeltisi ile, 5 °C CW 30 rpm R2 banyosuna toplanan hüzmelerin detaylı SEM analizi; hüzmeye çapının ölçümü (sol) ve yüzeyden gözenek çapı analizi için 5 farklı bölge seçilmesi (sağ) (x 70). .....	97
Şekil 4.70. 65:35 çözeltisinden 5 °C CW 30 rpm'de R2 banyosuna toplanan hüzmeye yüzeyinden yapılan SEM analizinden elde edilen gözenek çapı dağılımı. ....	98
Şekil 4.71. 65:35 çözücü oranındaki PCL çözeltisi ile, 5 °C CCW 30 rpm R2 banyosuna toplanan hüzmelerin detaylı SEM analizi; hüzmeye çapının ölçümü (sol) ve yüzeyden gözenek çapı analizi için 5 farklı bölge seçilmesi (sağ) (x 70). .....	98
Şekil 4.72. 65:35 çözeltisinden 5 °C CCW 30 rpm'de R2 banyosuna toplanan hüzmeye yüzeyinden yapılan SEM analizinden elde edilen gözenek çapı dağılımı. ....	99
Şekil 4.73. 65:35 çözücü oranındaki PCL çözeltisi ile, 5 °C CCW 60 rpm R2 banyosuna toplanan hüzmelerin detaylı SEM analizi; hüzmeye çapının ölçümü (sol) ve yüzeyden gözenek çapı analizi için 5 farklı bölge seçilmesi (sağ) (x 70). .....	99

Şekil 4.74. 65:35 çözeltisinden 5 °C CCW 60 rpm'de R2 banyosuna toplanan hüzmeye yüzeyinden yapılan SEM analizinden elde edilen gözenek çapı dağılımı.....	100
Şekil 4.75. 65:35 çözücü oranındaki PCL çözeltisi ile, 5 °C CW 60 rpm R2 banyosuna toplanan hüzmelerin detaylı SEM analizi; hüzmeye çapının ölçümü (sol) ve yüzeyden gözenek çapı analizi için 5 farklı bölge seçilmesi (sağ) (x 70).....	101
Şekil 4.76. 65:35 çözeltisinden 5 °C CW 60 rpm'de R2 banyosuna toplanan hüzmeye yüzeyinden yapılan SEM analizinden elde edilen gözenek çapı dağılımı.....	101
Şekil 4.77. 5 °C R2 banyosunda 0 rpm elektrik alan döndürme hızında üretildikten sonra dondurarak kurutma yapılan yumakların $\mu$ -CT tarama görüntüleri. ....	102
Şekil 4.78. 65:35 çözeltisi ile 5 °C 0 rpm R2 banyosunda üretilen ve $\mu$ -CT'de taranan 1 numaralı yumağın gözenek çapı dağılımı (%). ....	103
Şekil 4.79. 65:35 çözeltisi ile 5 °C 0 rpm R2 banyosunda üretilen ve $\mu$ -CT'de taranan 1 numaralı yumağın gözenek çapı dağılımının %75.21'lik kısmı. ....	104
Şekil 4.80. 65:35 çözeltisi ile 5 °C 0 rpm R2 banyosunda üretilen ve $\mu$ -CT'de taranan 2 numaralı yumağın gözenek çapı dağılımı (%). ....	105
Şekil 4.81. 65:35 çözeltisi ile 5 °C 0 rpm R2 banyosunda üretilen ve $\mu$ -CT'de taranan 3 numaralı yumağın gözenek çapı dağılımı (%). ....	105
Şekil 4.82. 65:35 çözeltisi ile 5 °C 0 rpm R2 banyosunda üretilen ve $\mu$ -CT'de taranan 4 numaralı yumağın gözenek çapı dağılımı (%). ....	106
Şekil 4.83. 5 °C R2 banyosunda CW 60 rpm elektrik alan döndürme hızında üretildikten sonra dondurarak kurutma yapılan yumakların $\mu$ -CT tarama görüntüleri.....	107
Şekil 4.84. 65:35 çözeltisi ile 5 °C CW 60 rpm R2 banyosunda üretilen ve $\mu$ -CT'de taranan 1 numaralı yumağın gözenek çapı dağılımı (%). ....	108
Şekil 4.85. 65:35 çözeltisi ile 5 °C CW 60 rpm R2 banyosunda üretilen ve $\mu$ -CT'de taranan 2 numaralı yumağın gözenek çapı dağılımı (%). ....	109
Şekil 4.86. 25 °C R2 banyosunda sırasıyla 0 rpm ve CW 60 rpm elektrik alan döndürme hızlarında üretildikten sonra dondurarak kurutma yapılan yumakların $\mu$ -CT tarama görüntüleri.....	109
Şekil 4.87. 65:35 çözeltisi ile 25 °C 0 rpm R2 banyosunda üretilen ve $\mu$ -CT'de taranan yumağın gözenek çapı dağılımı (%). ....	110
Şekil 4.88. 65:35 çözeltisi ile 25 °C CW 60 rpm R2 banyosunda üretilen ve $\mu$ -CT'de taranan yumağın gözenek çapı dağılımı (%). ....	111

Şekil 4.89. R2'de 65:35 çözücü oranında CW yönünde elektrik alan döndürmesi ile üretilen örneklerin hüzme çaplarının ve kurutma sonrası geometrik faktörlerinin banyo sıcaklığına bağlı değişimleri (* için $0.01 < p < 0.05$ , ** için $p < 0.01$ ). .....	113
Şekil 4.90. R2'de 65:35 çözücü oranında CW yönünde elektrik alan döndürmesi ile üretilen örneklerin hüzme çaplarının ve gözenek çaplarının banyo sıcaklığına bağlı değişimleri (* için $0.01 < p < 0.05$ , ** için $p < 0.01$ ). .....	114



## ÇİZELGELER DİZİNİ

Çizelge 2.1. Islak Elektroğirme Yöntemi ile İlgili Literatürde Yapılmış Malzeme Çalışmaları.....	16
Çizelge 2.2. Islak Elektroğirme Yöntemi ile İlgili Literatürde Yapılmış In Vitro ve In Vivo Çalışmalar. ....	18
Çizelge 2.3. Islak elektroğirmede kullanılan gözenek büyütme ve hücre infiltrasyonunu artırma stratejileri. ....	23
Çizelge 3.1. Petri kabına farklı döndürme hızlarında toplanan örnekler ve ıslak elektroğirme parametreleri. ....	32
Çizelge 3.2. Elektrik alan döndürmesi kullanılan cam petride toplanan yapıların üretiminde kullanılan ıslak elektroğirme parametreleri. ....	35
Çizelge 4.1. Desen1 ve desen2'nin döndürme hızı, kurutma koşulları, fiber çapı dağılımı (minimum, maksimum, ortalama çap ve standart sapma) ve fiber morfolojisi bakımından karşılaştırılması (SEM görüntüleri x 10000). ....	52
Çizelge 4.2. 50:50 çözücü oranındaki PCL çözeltilisinden farklı banyo sıcaklıklarında R1'e toplanan yumaklara ait fiberlerin çap değerleri ve SEM görüntüleri (x 2500).....	56
Çizelge 4.3. R1'de yapılan sıcaklık ve R2'de yapılan sıcaklık ve elektrik alan dönüşü deneylerinden elde edilen hüzme çapı (H. Ç.), geometrik faktör (G. F.), gözenek çapı (G. Ç.) ve gözeneklilik (G.) değerlerinin verildiği özet çizelge. ....	115

## SİMGELER VE KISALTMALAR

### Simgeler

2B	2-boyutlu
3B	3-boyutlu
50:50	50:50 DCM:DMF çözücü oranı içeren PCL çözeltisi
65:35	65:35 DCM:DMF çözücü oranı içeren PCL çözeltisi
R1	Sıcaklık Kontrollü Reaktör 1
R2	Sıcaklık Kontrollü Reaktör 2

### Kısaltmalar

CCW	Saat Yönünün Tersİ
CW	Saat Yönü
DC	Doğru Akım
DCM	Diklorometan
DE	Dietil Eter
dk	Dakika
DMF	N,N-Dimetilformamid
ECM	Hücre Dışı Matris
EtOH	Etanol
kV	Kilo Volt
ml	Mililitre
PCL	Polikaprolakton
IPA	İzopropil Alkol
MeOH	Metanol
MP	Mega Piksel
Np	Nanopartikül

rpm	dakikadaki dönüş hızı
SEM	Taramalı Elektron Mikroskobu
t-BuOH	Tersiyer Bütanol
v/v	Hacimce
w	Ağırlıkça
w/v	Hacimde Ağırlıkça



# 1. GİRİŞ

“Islak Elektroğirme ile Üretilen 3B Polimerik Yumaklarda Gözenek Boyutlarının Kontrolü” isimli tez çalışması kapsamında, elektroğirme ve sıvı destekli elektroğirme yöntemlerinin kombinasyonu olan ıslak elektroğirme ile farklı yoğunluk ve gözenek boyutlarına sahip 3-boyutlu (3B) doku iskeleleri üretilmiştir.

Geleneksel yöntemlerle (liyofilizasyon [1], gaz köpükleştirme [2], porojen ekleme [3, 4] vb.) üretilen doku iskeleleri, fiziksel ve kimyasal olarak homojen bir yapıya sahip olduğundan, doğal dokuları tam anlamıyla taklit edememektedir. Özellikle karmaşık yapısal özelliklere sahip yumuşak-sert doku ara yüzeyleri konvansiyonel doku iskeleleri ile tam bir iyileşme gösteremezler. Hasarlı organ veya dokuların sentetik olarak onarılmasını amaçlayan doku mühendisliğinin günümüzdeki esas hedeflerinden biri, orijinal dokuyu fonksiyonel ve morfolojik olarak taklit edebilecek anizotropik yapıların üretilmesidir. Bu nedenle hızlı prototipleme, peptid kendiliğinden düzenlenme ve elektroğirme gibi ileri düzey fabrikasyon yöntemleri geliştirilmiştir [5]. Elektroğirme yöntemi ile üretilen fibröz doku iskeleleri, canlı dokulardaki çapları birkaç nm ila birkaç yüz nm arasında değişen, kollajen, elastin, fibronektin gibi fibröz proteinlerden oluşan hücre dışı matris (ECM) yapısını taklit edebilme özelliğine sahiptir ve bu nedenle, doku mühendisliği uygulamalarında yoğun olarak tercih edilmektedir [6, 7]. Fibröz katmanlara hücre yapışmasını arttırmak için fiberlerin nm boyutlarına indirilerek ya da yüzeylerinde nanoskopik desenler oluşturularak yüzey alanının arttırılması gerekmektedir [8]. Fakat üretilen fiber çaplarının  $\mu\text{m}$  altına inmesine bağlı olarak, 2-boyutlu (2B) katmanların gözenek boyutları birkaç  $\mu\text{m}$ , kalınlıkları da çok uzun toplama sürelerinde dahi 1-2 mm ile sınırlı kalmaktadır (örn. 2 saatlik toplama süresinde polikaprolakton (PCL) katman kalınlığı yaklaşık 40  $\mu\text{m}$ 'dir [9]). Söz konusu boyut kısıtlaması, iskele üzerine ekilen hücrelerin ultrafiltrasyonuna izin verirken, iskele içerisine infiltrasyonunu ve belli bir derinliğe infiltre olmuş hücrelerin besin-oksijen alışverişini engelleyerek, oluşan dokunun nekrozuna neden olabilmektedir [10].

Doku mühendisliğinde ideal doku iskelesi, hedeflenen dokuya bağlı olarak yaklaşık 10-100  $\mu\text{m}$  arasında değişen gözenek boyutlarına ve birkaç mm kalınlığa sahip olmalıdır [11]. Doku iskelelerinin gözenek boyutları ve gözenekliliğinin arttırılabilmesi için son yıllarda elektroğirme yöntemi ile birleştirilen diğer geleneksel doku iskelesi üretim

yöntemleri ile farklı yönelim, gözenek ve fiber çaplarında iskelelerin üretimi mümkün hale gelmiştir. Elektroğirmeye ek olarak üfleme ajanı, gaz ya da tuz kullanarak porojen eklenmesi, elektroğirme ile üretilen tabakaların üstüste eklenmesi, elektroğirme yöntemi ile 3B yazıcı tekniğinin birleştirilmesi, elektroğirme sırasında kendiliğinden düzenlenme, elektroğirme sonrası işlemler, farklı toplayıcı şablonu kullanımı ya da toplayıcı olarak sıvı ortam kullanılması gibi birçok yöntem mevcuttur.

Yukarıda sözü edilen yöntemlerden, fibröz yapıların koagülasyon banyosu adı verilen sıvı bir ortama toplandığı ıslak elektroğirme yöntemi, ihtiyaç duyulan büyüklük, yoğunluk ve gözenek çapına sahip yapıların eldesine olanak tanıdığından, yukarıda sıralanmış diğer geleneksel doku iskelesi üretim yöntemlerine göre öne çıkmaktadır.

Sunulan tez çalışması kapsamında ıslak elektroğirme yöntemi ile üretilen 3B PCL yapıların gözenek çapları, koagülasyon banyosunun sıcaklığı ve banyo altına yerleştirilen iletken desen yardımıyla oluşturulan elektrik alan dönüş hızının değiştirilmesiyle ayarlanabilmektedir. Söz konusu gözenek çapı dağılımı ayarlanabilir iskeleler, farklı dokulara ait yüzey bağımlı hücrelerin iskele boyunca infiltrasyonuna izin vererek 3B doku oluşumunu destekleyecek uygun mikroçevreyi sağlayacaktır.



## 2. GENEL BİLGİLER

### 2.1. Elektroğirme Yöntemi

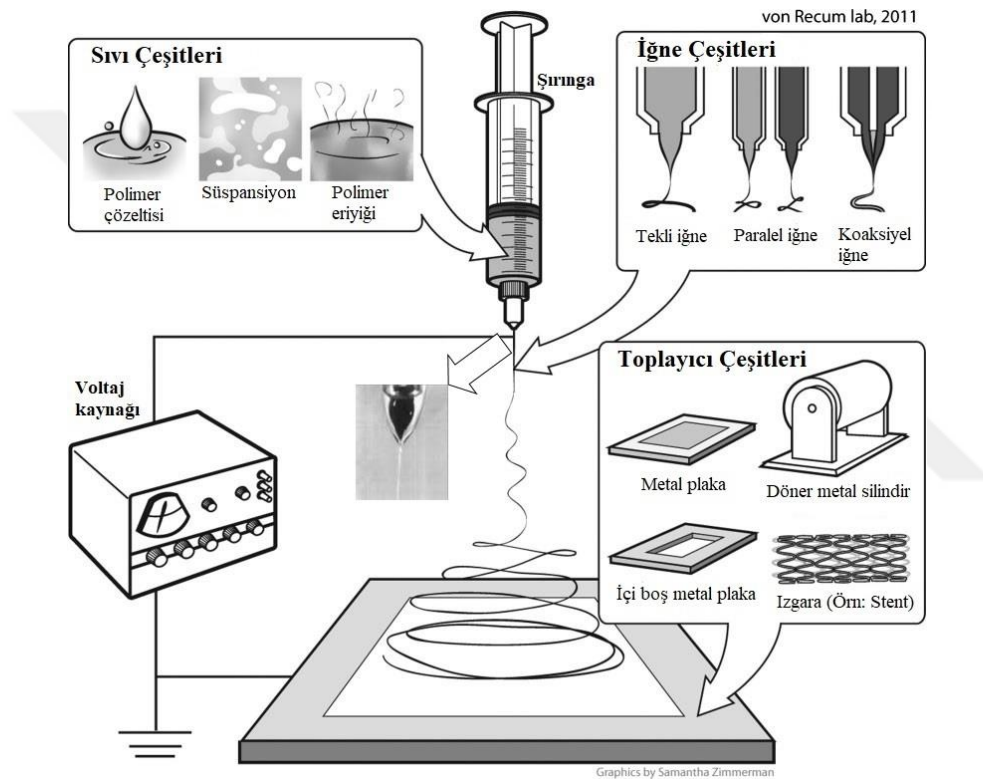
Elektrostatik kuvvetler kullanarak fiber üretme fikri ilk kez 1897 yılında Rayleigh tarafından ortaya atılmış, 1914 yılında Zeleny [12, 13] sıvı damlacıkların elektrostatik kuvvetler etkisindeki davranışını modellemiş ve ilk elektrospreyleme düzeneği 1934 yılında Formhals tarafından patentlenmiştir [14]. Taylor'un 1969 yılında yapmış olduğu çalışmalarda, elektriksel yönlendirmeye oluşan jetler, günümüzdeki elektroğirme çalışmaları için zemin hazırlamıştır. Bulunuşu 85 yıl öncesine dayanan yöntemin isim babası, eSpin Technologies, Inc.'in kurucusu Jayesh Doshi, "electrospinning" terimini ilk kez 1991 yılında doktora çalışmaları sırasında kullanmıştır [15, 16].

Elektroğirme, genel olarak elektriksel kuvvetler kullanarak sentetik ve doğal polimerlerin çözeltilerinden veya eriyiklerinden, boyutları birkaç nm'den birkaç µm'ye değişen polimer fiberleri elde etme yöntemidir [17, 18]. Plastik sanayindeki gelişmeler ve doku mühendisliği alanının ortaya çıkmasıyla, standart mekanik fiber eğirme tekniklerine karşın öne çıkan elektroğirme yöntemi, son 20 yıldır dikkat çeken ve çok fazla çalışılan bir teknik haline gelmiştir.

Geleneksel elektroğirme yönteminde kullanılan sistemde temel olarak; polimer çözeltisinin konulduğu bir pipet veya şırınga, yüksek voltajlı bir doğru akım (DC) güç kaynağı ve topraklanmış bir toplayıcı yüzey yer almaktadır [17, 19]. Uygulanan gerilim farkı, şırınga ucu ile toplayıcı arasındaki mesafe, polimer çözeltisinin derişimi ve polimerin akış hızı gibi işlem parametrelerinin yanı sıra, polimerin moleküler ağırlığı, dağılımı ve mimarisi (lineer, dallanmış vs.), polimer çözeltisinin viskozite, iletkenlik ve yüzey gerilimi özellikleri gibi sistem parametreleri, çözelti sıcaklığı, işlemin gerçekleştirildiği kapalı ortam içerisindeki havanın nem oranı ve akış hızı gibi çevresel parametreler elektroğirme işlemini etkilemekte ve sonuçta elde edilen fiberlerin morfolojisini değiştirmektedir [9].

Elektroğirme işleminde, şırınga ucuna pompalanan polimer damlası, yüksek voltajlı güç kaynağından verilen gerilim ile oluşan elektriksel kuvvetlerin polimerin yüzey gerilimini yenmesi sonucu Taylor konisi formunu alır (Şekil 2.1'deki iğne ucundan ok ile işaret edilen küçük resim) ve elektriksel olarak yüklü polimer jeti, bu koninin uç kısmından

serbestçe çıkarak elektriksel kuvvetlerin etkisinde uzamaya başlar. Elektrik alan boyunca toplayıcıya doğru hareket eden jette bükülme kararsızlığı oluşur ve jet bir miktar daha uzama imkânı bulur. Kuruyup katılaştan jet, mikro ve/veya nano fiberler halinde toplayıcı üzerinde toplanarak son haline ulaşır [20]. Şekil 2.1’de görüldüğü üzere, ihtiyaca yönelik olarak polimer çözeltisi, şırınga ucu ve toplayıcıda değişiklikler yapmak mümkündür [21]. Örneğin; geleneksel elektroğirmeye, düz metal plaka üzerinde, 2B rastgele toplanmış fibröz membranlar elde edilirken, döner silindirik toplayıcı üzerinde birbirine paralel hizalanmış fiberlerden oluşan yapılar elde etmek mümkündür.



Şekil 2.1. Elektroğirme işleminde kullanılacak polimerik sıvı, iğne ucu ve toplayıcı çeşitleri ([18]’den değiştirilerek) ve Taylor konisinin oluşumu (iğne ucu).

Elektroğirme ile elde edilen fibröz matris kalınlığı, genişliğinden çok daha küçük olduğundan bu yapılar 2B olarak kabul edilmektedir. Filtrasyon ortamı, pil elektrodu ve ayırıcı membran gibi test ortamının boyutunu kısıtlayan alanlarda düşük kalınlığa (<100µm) ve yüksek yüzey alanına sahip bu yapılar tercih edilmektedir. Fakat doku mühendisliği gibi 3. boyutun önem kazandığı uygulamalarda 2B matrislerin kullanımı belli kısıtlamaları da beraberinde getirmektedir. İdeal doku iskelesinin sahip olması gereken özelliklerden biri olan 3B ekstraselüler matris (ECM) yapısını taklit edebilmek,

2B nanofibröz matların yetersiz kalınlık ve düşük gözenek çapı gibi yapısal özellikleri nedeniyle mümkün olamamaktadır [11]. Bu nedenle, ECM yapısını taklit edebilen yapıların üretiminde kullanılan elektroğirme işlemi üzerinde birtakım değişiklikler yaparak ya da söz konusu işleme ek yöntemler ekleyerek, 3B yapıların üretilmesini sağlayacak yöntem birleşimlerinin geliştirilmesine çalışılmaktadır.

## **2.2. Elektroğirme Yöntemi ile 3B Yapıların Üretilmesinde Kullanılan Teknikler**

Temelde çözelti ve toplayıcı özelliklerinin değiştirilmesiyle hazırlanan 3B yapıların üretimine ilişkin literatürde çok sayıda çalışma yer almaktadır: Çok tabakalı (multilayering) elektroğirme [22], elektroğirme sonrası art işlem (post-processing) [23], sıvı destekli toplama (liquid-assisted electrospinning) [24, 25], kalıp destekli toplama [26], porojen katkılı (tuz, şeker, polimer gibi tanecikler) elektroğirme [27-29], gaz köpükleştirici ajanlar [30, 31], üfleme (blowing) ajanları [32] ile elektroğirme, ve kendiliğinden düzenlenme en çok çalışılan yöntemlerdir. Bu yöntemlerden bir veya birden fazlası biraraya getirilerek, ihtiyaca uygun 3B yapılar üretilebilmektedir. Söz konusu yöntemler temelde, doku mühendisliğine yönelik üretilen iskelelerin gözenekliliğini arttırmak ve erişilebilir gözenek boyutuna ulaşmak amacıyla kullanılmaktadır [20].

### **2.2.1. Çok Tabakalı Elektroğirme**

2B yapıların üretilmesinde kullanılan geleneksel elektroğirme tekniği, toplama süresinin uzatılması veya bir başka nanofibröz ve/veya mikrofibröz matris üzerine toplama yoluyla 3B yapıların eldesinde de kullanılmaktadır. Üst üste konulan tabakalar arası gözenek geçişlerinde yaşanan zorluklar nedeniyle çeşitli stratejiler geliştirilmiştir. Örneğin Pham ve arkadaşları tarafından, 2 farklı polimer çözeltisi kullanılarak, PCL mikro ve nano tabakalardan oluşan 3B yapılar üretilmiştir [22]. Kalınlığı 1 mm'den biraz fazla olan 3B yapı, aynı ECM yapısında olduğu gibi mikro ve nano boyutta fiberleri bir arada içermektedir. Mezenkimal kök hücrelerle yapılan kültür çalışmalarında özellikle perfüzyon biyoreaktöründe yapılan ekimler sonucu, hücrelerin doku iskelesinin tüm katmanlarına infiltre olduğu gösterilmiştir. İnfiltrasyonun özellikle nanofibröz katmanın kalınlığının artmasıyla azaldığına dikkat çekilmiştir.

Han ve Gouma'nın yapmış olduğu çalışmada; polimer derişimi, akış hızı ve voltaj yükseltilecek, selüloz asetat yapının yoğun katmandan fibröz katmana doğru dağılım göstermesi sağlanmıştır. Her bir katman üretimi sonrasında geçici olarak bakır teller yerleştirilerek katmanlar arası gözenek bağlantıları sağlanmaya çalışılmıştır [33]. Çok tabakalı iskelelerin en önemli avantajı, her bir tabakanın fiber çapı, kompozisyonu, porozitesi, tabaka sayısı ve kalınlığının kontrol edilebilir olmasıdır. Söz konusu yöntemin en büyük dezavantajları ise katmanların üretiminin geleneksel elektroğirmedi olduğu gibi çok zaman alması ve gözenek boyutu ayarlamasının zahmetli olmasıdır.

### 2.2.2. Elektroğirme Sonrası İşlem

Elektroğirme işleminin ardından elde edilen 2B veya çok tabakalı yapılar, katlama, rulo yapma gibi yaklaşımlar kullanılarak 3B hale getirilebilmektedir. Örneğin, Deng ve arkadaşlarının yaptığı çalışmada, poli(laktid-ko-glikolid) (PLAGA) ve poli[(glisin etil glisinat)<sub>1</sub> (fenil fenoksi)<sub>1</sub> fosfazen] (PPHOS) karışımından elde edilen 250 µm kalınlığındaki 2B nanofibröz matlar, 4 cm x 1 cm boyutlarında kesilmiş ve kemiğin yapısında bulunan osteonlar gibi rulo haline getirilmiştir. Söz konusu yapının osteoblast yapışması ve proliferasyonunu desteklediği ve doğal kemik matrisinin mekanik dayanımına yakın davranış gösterdiği belirtilmiştir [34].

Fibröz yapıların gözenek boyutlarını genişletmek amacıyla, PLLA mikrofibröz doku iskelesi de mekanik genişletmeyle 3B hale getirilmiştir. MC3T3-E1 hücreleriyle yapılan hücre kültürü çalışmalarında, 3B yapıların, 2B yapılara oranla, 1 haftada 1.8 kat fazla osteoblast proliferasyonuna neden olduğu görülmüştür. Osteoblastların 3B yapılara infiltre olduğu ve homojen dağılım gösterdiği, fakat kontrol grubu olarak kullanılan 2B yapılarda infiltrasyon probleminin ortaya çıktığı belirtilmiştir [35].

3B makro yapıların üretilmesinde kullanılan bir başka yaklaşım ise elektroğirme işleminden sonra uygulanan sinterlemedir. Örneğin, yaklaşık 40 adet poly(D,L-laktik-ko-glikolik asit) (PLGA) ve PLGA/hidroksiapatit (HAp) kompozit nanofibröz tabakalar üst üste dizilmiş ve 0.35 kPa basınçta gaz kullanılarak 10'ar sn sinterlenmiştir. HA derişimi %10'un üzerine çıktığında sinterleme sonrası fiberler erimekte, tabakalar katılaşmakta ve tabakalı yapıların hacmi küçülmektedir. Bu durum, yapıların mekanik dayanımını da düşürmektedir [36].

Düşük mekanik özelliklere sahip 3B fibröz yapılar üzerinde üretim sonrası yapılacak modifikasyonlar, çoğunlukla söz konusu yapıların çökmesi ve gözenekliliğin zarar görmesi ile sonuçlanmaktadır. Bu nedenle, bu tip örnekler piko ( $10^{-12}$ ) veya femto ( $10^{-15}$ ) sn lazer ile yakma gibi yöntemler uygulanarak, sahip oldukları mikro gözenekliliğin yanı sıra yapılar içerisinde makro gözeneklilik de oluşturulmaktadır. Böylece iskeleler, iyi bir hücre yapışması ile 3B doku rejenerasyonuna elverişli bir ortam haline getirilmektedir [37]. Kim ve Kim'in çalışmasında, ıslak elektroçirme ile üretilmiş 3B PCL/ $\beta$ -trikalsiyum fosfat ( $\beta$ -TCP) (%15 w) yapıların yüzeylerinde, kemik doku rejenerasyonunu desteklemesi için titanyum-safir lazer ile 35 femto sn'de yaklaşık 300  $\mu$ m'nin üzerinde makro gözenekler açılmıştır. İskeleler üzerinde MG63 insan osteosarkoma hücreleriyle yapılan kültür çalışmalarında, kontrol grubu olan hızlı prototipleme iskelelerine göre lazerle gözeneklendirilmiş fibröz biyokompozit yapılardaki hücre canlılığının çok daha yoğun ve homojen olduğu, hızlı prototipleme iskelelerinde ise gözenek etrafında ve yüzeyde kaldığı tespit edilmiştir [38]. Lazer ablasyonu ile oluşturulan makro gözeneklerin birbiriyle bağlantılı olmaması, iskele boyunca hücre-hücre etkileşimlerinin kısıtlanması açısından bir dezavantaj olarak görülebilir.

Çoklu tabaka ve elektroçirme sonrası işlem olarak yukarıda sayılan yöntemler yavaş süreçler olmakla birlikte mekanik açıdan yetersiz malzemelerin elde edilmesi ile sonuçlanmakta ve geniş ölçekte üretime elverişli olmadığından, 3B yapıların eldesinde yetersiz kalmaktadır [20]. Bu yaklaşımlar yerine literatürde daha sıklıkla, toplayıcı ve çözelti özelliklerinin değiştirildiği yöntemler çalışılmaktadır.

### **2.2.3. Kalıp (Toplayıcı) Destekli Toplama**

Kolay kontrol edilebilir oluşundan dolayı kalıp destekli toplama yöntemleri, 3B nanofibröz yapıların eldesinde sıklıkla tercih edilmektedir [39]. Özel tasarlanmış iletken toplayıcılarda biriktirilen fibröz yapıların yoğunluğu ve yönelimi değiştirilerek gözenek boyutları arttırılmış 3B yapılar elde etmek mümkündür.

Geleneksel olarak döner silindirik toplayıcılar, hizalı fiberlere sahip 3B içi boş tübüler ya da membran formda yapıların üretiminde kullanılmaktadır. Son yıllarda üretilen fibröz yapıların kalınlığını ve gözenek boyutlarını arttırabilmek için döner silindirik toplayıcılar üzerinde birtakım değişiklikler yapılmıştır. Örneğin McClure ve arkadaşları, klasik döner

silindirik toplayıcı yerine, üzerinde 1 mm'den küçük delikler olan ve içerisine basınçlı hava üflenen, hava akış dirençli bir döner toplayıcı düzeneği geliştirmiştir. Delikli döner silindir içerisine verilen basınçlı havanın akış hızı değiştirilerek üretilen PCL yapılar üzerinde makro çöküntüler oluşturulmuştur [40]. Aynı düzeneğin kullanıldığı bir başka grubun çalışmasında, poli(L-laktik asit-ko-ε-kaprolakton) (P(LLA-CL))/ipek fibroin (SF) fiberler arası mesafenin en fazla olduğu hava basıncı 50 kPa olarak kaydedilmiştir, daha yüksek basınçlarda fiberler arası mesafe azalmıştır. Fakat söz konusu mesafe artışı 10 µm'yi geçememiştir [41].

Döner silindir ile gözenek artırma çalışmalarından bir diğerinde, Zhu ve arkadaşlarının kullandığı çerçeveli döner silindirin dönüş hızı düşürülerek PLGA fibröz yapıların gözenek çapı 59.5 µm'den 132.7 µm'ye çıkarılmıştır. Fakat elde edilen fibröz yapıların kalınlığı 250-300 µm'yi geçememiştir [42]. Döner silindirik toplayıcının değiştirildiği bir başka çalışmada, içi kuru buz ile doldurulan döner silindir yüzeyinde oluşan buz kristalleri sayesinde yüzeye toplanan PLGA/TCP kompozit fiberler arasındaki mesafe arttırılmıştır. Buz kristalleri sayesinde fiberler arasında yaklaşık 40 µm'lik gözenekler oluşturulmuş, ayrıca polimer çözeltilisine %5 w oranında eklenen Tween 20 sürfaktan sayesinde fiberler üzerinde nanoskopik gözenekler elde edilmiştir [43].

Blakeney ve arkadaşlarının yaptığı çalışmada [26], FLUF (Focused, Low density, Uncompressed, nanoFiber) adını verdikleri pamuk topağı benzeri nanofibröz yapıların eldesi için içerisinde birbirinden eşit uzaklıkta yerleştirilmiş paslanmaz çelik iğneler bulunan özel bir toplayıcı geliştirilmiştir. Çanağın merkezinde toplanan pamuk benzeri PCL nanofibröz yapı daha sonra bir cam çubuk yardımıyla toplayıcıdan çıkarılmıştır. INS-1 832/13 pankreatik beta hücre hattı ile yapılan kültürün 7. günü sonunda, hücrelerin çoğunun pamuk benzeri yapılar içerisinde dağınık olarak 300 µm derinliğe kadar infiltre oldukları, fakat geleneksel yöntemle üretilen nanofibröz yapıların yüzeyinde kaldıkları gösterilmiştir. Fakat 2B yapılar ile kıyaslandığında, 3B yapıların gözenek boyutları 1 µm'den 2-5 µm aralığına çıkarılabilmektedir.

#### **2.2.4. Porojen Katkılı Elektroeğirme**

Buz kristalleri [43-45], tuz-şeker partikülleri [28, 46] ve polietilen oksit (PEO) [29], polietilen glikol (PEG) [47] gibi su ile uzaklaştırılabilen bazı polimerler, 3B makro yapıların üretilmesinde kullanılmaktadır. Porojen gibi davranan patiküller, elektroeğirme çözeltisine karıştırılarak, nanofibröz yapının hacminin hızlı bir şekilde artması sağlanır. Daha sonra bu malzemeler belirli bir kalınlığa ulaşan nanofibröz yapılardan yıkama-kurutma işlemleriyle uzaklaştırılmaktadır [48].

Elektroeğirme ve partikül uzaklaştırma yöntemlerinin birleşimi örnekte, Kim ve arkadaşlarının üretmiş olduğu 3B makroporoz ve nanofibröz hyaluronik asit/kollajen doku iskelesi içerisinde porojen olarak, boyutları 100-200 µm arasındaki sodyum klorür (NaCl) partikülleri kullanılmıştır. Partiküller elektroeğirme ile eş zamanlı olarak, altında 200 µm gözenek boyutuna sahip elek bulunan bir titreşimli orbital çalkalama cihazı vasıtasıyla, nanofiberlere göre 10:90 ve 20:80 oranlarında yapıya ilave edilmiştir. Hyaluronik asit (HA)/kollajen iskeleler, 1-etil-3-(3-dimetilaminopropil) karbodiimid hidroklorid (EDC) çözeltisinde çapraz bağlandıktan sonra, yapıdaki tuz yıkamalarla uzaklaştırılmıştır. Bu işlemlerden sonra, yapının kalınlığı %50 oranında azalmıştır. Çapraz bağlama sonrasında, büyüklüğü 50 ila 100 µm arasında değişen, düzensiz ve açık gözenek geometrisine sahip makro gözeneklerin yanı sıra, nanofibröz yapılardan kaynaklı nano porlar gözlenmiştir. Şişme tesleri sonucunda, yapının yüksek oranda gözenek boyutunu koruduğu bildirilmiştir. Ayrıca yapılan hücre kültürü çalışmaları ile yapıdaki kollajenin kondrosit adezyonu ve proliferasyonunu arttırdığı belirtilmiştir. Söz konusu yöntemin en büyük dezavantajı, porojeni uzaklaştırmak amacıyla yapılan yıkamalar sonrasında yapıların mevcut hacimlerini koruyamamasıdır [46].

#### **2.2.5. Fiberlerin Kendiliğinden Düzenlenmesi**

Dışarıdan bir müdahale olmaksızın küçük bileşenlerin biraraya gelerek düzenli sistemler oluşturması prensibine dayanan kendiliğinden düzenlenme teknikleri, günümüzde elektroeğirme ile gözenekliliği kontrol edilebilir 3B yapıların eldesinde de kullanılmaktadır. Literatürde yapılan çalışmalarda, elektroeğirme yöntemini etkileyen parametrelerin (çözelti derişimi/viskozitesi, elektrik alan, çevresel nem vs.) kontrol edilmesiyle, 3B nanofibröz yapıların herhangi bir ek işleme gerek kalmadan, hızlı ve kolay büyüme ile elde edildiği kaydedilmiştir.

Kendiliğinden düzenlenen bal peteği şeklindeki nanofibröz yapılar ilk kez Deitzel ve arkadaşları tarafından keşfedilmiştir [20, 49]. Çalışmada, toplayıcı üzerindeki boncuklu fiber oluşumunun, yeni PEO nanofiberlerin birikmesini engellediğini ve böylece petek yapılı ağların ortaya çıktığını bildirmişlerdir. Fakat Thandavamoorthy ve arkadaşlarının pamuk ve cam yüzeylere topladıkları poliüretan yapıların boncuk içermediği tespit edilmiştir. Dolayısıyla, yüksek yük oranına sahip boncukların değil, üzerine toplama yapılan malzemenin ve fiberler üzerinde tutulan yükün, kendiliğinden düzenlenme işleminden sorumlu olduğu sonucuna varılmıştır [50]. Yan ve arkadaşları, poliakrilonitril (PAN), polivinil alkol (PVA) ve PEO ile yaptıkları çalışmada, kendiliğinden düzenlenme ile elde edilen 3B bal peteği desenli yapıların üretiminde, çözelti derişimi (>%1 ve <%3) ve ortamdaki nemin (PAN için <%60, PVA için <%45, PEO için <%40) yanı sıra yüzey geriliminin ve elektrostatik itme kuvvetlerinin de önemli rol oynadığını keşfetmişlerdir [51].

Kendiliğinden düzenlenmeye bir başka örnek olan 3B yığın yapılar, ilk kez Li ve arkadaşları tarafından rapor edilmiştir. İpeksi pamuk görünümünde olan demir, kobalt ve nikel nitrat eklenmiş polivinil prolidon (PVP) yığın yapıların sertliği, yapıdaki çözücünün uçurulmasıyla artmaktadır. 3B yığın yapıların fiber çapı dağılımı, geleneksel olarak üretilen 2B yapılarla benzerlik göstermektedir [52]. Aynı grubun yaptığı benzer bir çalışmada, bu sefer polistiren (PS) çözeltilerinden benzer şekilde yığın yapılar elde edilmiştir [53]. Bonino ve arkadaşları tarafından yapılan bir başka çalışmada, benzer yığın yapısı, aljinat/PEO/Pluronic F127 (%10.6:0.8:1.5 w) karışımından elde edilmiştir. 23°C sıcaklıkta, %30 bağıl nemde, 0.5 ml/sa akış hızında, 40 dk toplanan fibröz yığın, toplayıcı yüzeyinden iğne ucuna doğru yaklaşık 7 cm yüksekliğe ulaşmıştır [11]. Yığılan pürüzlü yüzeye sahip nanofiber katmanlar statik yüklenerek yeni bir toplayıcı yüzey gibi davranmaktadır, dolayısıyla yeni gelen fiberler bu yığın yağının üzerine toplanmakta ve toplanan alan küçüldüğünden söz konusu yığının büyüme hızı artmaktadır [53]. Yukarıda bahsedilen kendiliğinden düzenlenme ile elde edilen yapıların gözenek boyutları, nanofiber oluşumuna bağlı olarak çok düşük kalmakta ve hücre göçünü 2B iskelelerde olduğu üzere engellemektedir. Doku iskelesi olarak kullanılabilmesi için üretim sonrası ek işlemlerden geçirilmesi gerekmektedir.



Doku mühendisliği uygulamalarında 3B yapıların performansını arttırmak amacıyla gözenekliliği, gözenek boyutunu ve dağılımını optimize etmenin yanı sıra, fiberlerin yüzeyini kollajen, jelatin veya arjinin-glisin-aspartik asit (RGD) sekansı gibi biyolojik moleküller veya HAp gibi biyoaktif inorganik nanopartiküller ile fonksiyonel hale getirmek gibi yaklaşımlar da kullanılmaktadır [54]. Karmaşık dokuların mühendisliği, doğal dokuların sahip olduğu yapısal bileşimi taklit edecek kademeli bir iskeleye ihtiyaç duyduğundan, gözeneklilik ve içerik açısından fonksiyonel ve kademeli biyobozunur 3B doku iskelesi üretimi hala çözülmesi gereken bir problem olarak karşımızda durmaktadır. Sözü edilen karmaşık yapıların üretimi ancak, üretim sonrasında ek bir yöntem gerek kalmadan gerçekleştirilecek in situ modifikasyonlar ile mümkündür. Üretim ile eş zamanlı olarak 3B yapılara müdahaleye en fazla olanak sağlayan yöntem sıvı-destekli elektroegirme olarak karşımıza çıkmaktadır.

#### **2.2.6. Sıvı Destekli Toplama**

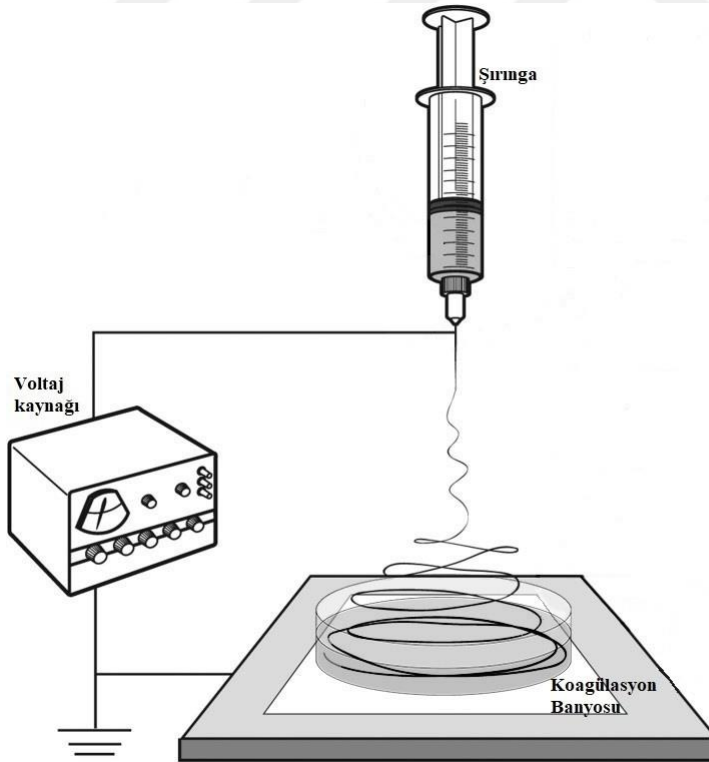
Hizalanmış fiberlerin üretiminde kullanılan ve genellikle su rezervuarına veya su vorteksine toplama metodu, 3B yapıların eldesinde de kullanılmaktadır. Öncelikle nanofiberler bir hazne içerisindeki deiyonize su yüzeyinde biriktirilmekte, ardından haznenin çıkışında bir su vorteksi yaratılarak 3B yapılar hemen aşağıdaki rezervuara toplanmaktadır. Toplama işleminden sonra 3B PCL yapılar kalıplara alınarak dondurarak veya oda koşullarında kurutma işlemleri gerçekleştirilmektedir. Bu işlemler sonrasında, oda sıcaklığında kurutulan PCL 3B yapılar oldukça yoğun ve görünürde gözenek içermezken, dondurarak kurutma yöntemiyle kurutulan yapıların yüzeylerinde gözle görünür gözeneklerin var olduğu kaydedilmiştir [24]. Bu durum, katı/sıvı arayüzünün enerjisinin, katı/buhar arayüzünün enerjisinden daha düşük olmasına bağlanabilir.

Aynı grubun yapmış olduğu bir başka çalışmada, hizalanmış PAN nanofiberler, iğne ucuna yerleştirilen disk şeklinde bir yardımcı elektrot varlığında, benzer bir düzenekte direkt vorteks üzerine, farklı geometrilere toplanmıştır. Disk şeklindeki yardımcı elektrod, elektrik alanı sınırladığından, fiberler iğnenin altında toplanmaya başlamaktadır. Elektrodun çapı küçültülerek, fiberleri daha geniş alana toplamak mümkündür [25].

Yüksek yüzey gerilimine sahip su yerine daha düşük yüzey geriliminde çeşitli alkoller banyo içerisine toplanan fiberlerin batmasına izin verdiğinden, düşük yoğunluğa ve yüksek gözenekliliğe sahip yapıların eldesinde toplayıcı ortam olarak tercih edilmektedir.

### 2.2.6.1. Islak Elektroğirme Yöntemi

Sıvı destekli elektroğirme yöntemlerinden biri olan ıslak elektroğirme veya kuru jet-ıslak elektroğirmede, geleneksel elektroğirmede kullanılan iletken düz toplayıcı yerine sıvı bir toplayıcı ortam kullanılmaktadır. Islak elektroğirme yöntemi kısaca, yüksek voltajlı elektriksel gerilim altındaki polimer çözeltisinden eğirilen fiberlerin, söz konusu polimeri çözmeyecek (fiberlerin koagüle olmasını sağlayacak) ve yüzey gerilimi düşük bir solvent içeren koagülasyon banyosunda toplanmasıdır (Şekil 2.2). Fiberler bu yöntem ile düşük yüzey gerilimine sahip sıvı içerisinde daha hızlı katılaştığından, elde edilen yapıların kalınlıkları 2B membranlara göre çok daha yüksektir. Dolayısıyla, sünger formdaki 3B yapıların 2B olanlara göre düşük yoğunluğa ve yüksek gözenekliliğe sahip oldukları görülmüştür [55].



Şekil 2.2. Islak elektroğirme yönteminin şematik gösterimi ([21]'den değiştirilerek).

Saf suya oranla sahip oldukları düşük yüzey geriliminden dolayı, metanol (MeOH), tersiyer bütanol (t-BuOH), etanol (EtOH) gibi alkoller, ıslak elektroegirmede 3B fibröz yapıların eldesinde toplayıcı ortam olarak tercih edilmektedirler. Nonsolvent (çözücü olmayan) toplama ortamı olarak da bilinen koagülasyon banyosuna toplanan polimerik nanofiberler banyodan alınır. Eğer içerisindeki alkol, EtOH ve MeOH gibi düşük donma sıcaklıklarına sahip ise distile su ile yapıdan uzaklaştırılır ve ardından düşük sıcaklıkta dondurma işlemi (örn. -80°C) gerçekleştirilir. Ardından dondurarak kurutma cihazı ile fiberler arası sıvı faz süblimleştirilerek, yapıların düşük yoğunluk ve yüksek hacimdeki yapılarının korunması sağlanır. Söz konusu yöntemin tek dezavantajı, üretim sonrasında ek bir kurutma basamağına ihtiyaç duyulmasıdır.

Koagülasyon banyosuna fiber toplama fikrinin ilk defa uygulandığı Viswanathan ve ekibinin çalışmasında [56], polar ve apolar bileşikler çözme kapasitesine sahip “oda sıcaklığında iyonik sıvı” (RTIL) içerisinde selüloz ve heparin çözeltisi hazırlanmış, EtOH içeren koagülasyon banyosunda RTIL’in tamamen çözünmesi sağlanarak, kanla temas ettiğinde koagülasyonu geciktirici, dallanmış damar ağı benzeri, fakat 3B olmayan selüloz ve heparin karışımı fibröz yapılar elde edilmiştir.

Koagülasyon banyosunda ilk kez 3B doku iskelesi üretimi ise Ki ve arkadaşları tarafından gerçekleştirilmiştir [57]. SF fiberlerin kristalinitesini arttırmak amacıyla MeOH içeren koagülasyon banyosu içerisinde üretilen 3B yapıların gözenekliliği (~%94), SF liyofilize sünger (~%90) ve 2B membranlardan (~%84) daha yüksek bulunmuştur. 3T3 fare fibroblastları ile 1 haftalık kültür sonrası örnek yüzeylerinden alınan SEM görüntülerinde hücrelerin 3B SF fiberler arasına bir miktar penetre olabildiği gösterilmiştir. Aynı grubun bir diğer çalışmasında, 3B SF iskeleler içerisinde 300-500 µm arası boyutlara sahip NaCl porojen eklenerek gözenek çapları büyütülmüştür. 3B SF üzerine ekilen MC3T3 preosteoblast hücrelerinin metabolik aktivitesi 7. günde, 2B SF iskelelere göre yaklaşık 7, TCPS’e göre yaklaşık 4 kat artış göstermiştir [58].

Literatürde ilk defa 2009 yılında Yokoyama ve arkadaşları [59] tarafından “ıslak elektroegirme” terimi kullanılarak 3B poliglikolik asit (PGA) yapılar üretilmiştir. Koagülasyon banyosunda yüzey gerilimleri birbirinden farklı 3 sıvı; su, %50 t-BuOH ve %99 t-BuOH kullanılmış ve en düşük yüzey gerilimine sahip %99’luk t-BuOH içerisinde toplanan süngerimsi yapıların görünür yoğunluğunun ( $49.6 \pm 1.7 \text{ mg/cm}^3$ ), %50 t-BuOH ( $50.8 \pm 2.4 \text{ mg/cm}^3$ ), su ( $124.4 \pm 10.4 \text{ mg/cm}^3$ ) ve geleneksel elektroegirme ile toplanan 2B

membranlara ( $222.3 \pm 16.2 \text{ mg/cm}^3$ ) göre çok daha düşük olduğu ve su solvent olarak seçildiğinde yüksek yüzey geriliminden dolayı toplanmanın yalnızca yüzeyde olduğu tespit edilmiştir. Gözeneklilik değerleri de yoğunlukla ters orantılı olarak  $\%85.3 \pm 1.1$  (2B membran),  $\%91.8 \pm 0.7$  (suda toplanan),  $\%96.6 \pm 0.2$  ( $\%50$  t-BuOH'de toplanan) ve  $\%96.7 \pm 0.1$  ( $\%99$  t-BuOH'de toplanan) olarak artış göstermiştir. Sonuç olarak, ıslak elektroçirme banyosundaki farklı yüzey gerilimlerine sahip solventler kullanılarak elde edilen yapıların görünür yoğunluğu ve gözenekliliğinin kontrol edilebildiği gösterilmiştir [60].

Islak elektroçirme yöntemi ile yukarıda bahsedilen örnekler dışında birçok polimerik 3B fibröz malzeme; PAN [61], polistiren (PS) [62], poli(vinil alkol)-metakrilat (PVA-MA)/kondroitin sülfat-metakrilat (CS-MA) karışımı [63], pullulan (PULL) [64], selüloz asetat (CA) [65], CA/PULL karışımı [66], nişasta [67, 68], poli(glikolik asit) (PGA)/kollajen karışımı [69, 70], ipek fibroin (SF) [71-74], kollajen kaplı PLGA [75], kollajen veya fibronektin kaplı PLGA [76], sırasıyla CHIT ve CaP kaplı PCL/ poli-L-laktik asit (PLLA) karışımı [77], PCL/PLLA karışımı [78], Citalopram yüklü jelatin nano taşıyıcılar (np) ile kaplı CA/PLA karışımı [79], PLA [80, 81], içinde hindistan cevizi yağı bulunan koaksiyel selüloz [82] gibi doğal ve sentetik polimerlerden; poli(3-hidroksibütirat-ko-3-hidroksivalerat) (PHBV) [83], Kitosan (CHIT) aşılı PCL (CHIT-g-PCL)/poli(3-hidroksibütirat-ko-3-hidroksiheksanoat) (PHBHH) karışımı [84] poli(trimetilen karbonat-ko- $\epsilon$ -kaprolakton)-blok-poli(*p*-dioksanon) (PTMC-ko-CL)-b-PPDO [85], poli- $\beta$ -alanin (PBA) katkılı poli(3-hidroksibütirat) (P3HB) [86], poli(bütillen süksinat-ko-dilinoleik süksinat) (PBS-DLS) [87, 88], polikaprolakton fumarat (PCLF)/PCL [89] gibi sentetik kopolimerlerden; PCL fiber/PEG-diakrilat (PEGDA) [90], polimer-hidrojel kompozitlerden, koaksiyel PLGA (dış)/Siloksan katkılı vaterit (SiV) (iç) [91], PLLA/SiV karışımı [92], PLLA/çoklu duvar karbon nanotüpler (MWCNTs) karışımı [93, 94], sırasıyla jelatin, aljinat, MWCNTs ve jelatin kaplı PLA [95], SF emdirilmiş PHBV/HAp [96], PHBV/deselülerize balık pulu karışımı [97], bor katkılı HAp ve poli(bütillen adipat-ko-tereftalat) (PBAT) karışımı [98], SF/nHAp çözeltisine gömülüp dondurarak kurutulmuş SF [99], 10x yapay vücut sıvısı (SBF) ile mineralize edilmiş ve poliglutamat ile konjuge edilmiş kemik morfogenetik protein 2 (BMP-2) peptid modifiye 3B SF/PCL [100], PCL/HAp karışımı [101], SF/PEO/altın nanopartikül (AuNP) karışımı [102], PCL/silikat katkılı hidrosiapatit (SiHAp)/grafen oksit (GO) [103], iki şırınganın tek banyoya spinlendiği PHBV/PCL/sefuroksim aksetil (SA) ve PULL/diatom

kabuğu (DS) karışımı [104], Nişasta/SF/kalsiyum fosfat (CaP) [105] gibi organik-inorganik kompozitlerden, başarılı bir şekilde üretilmiştir.

Ayrıca koagülasyon banyosu içerisinde toplanan fiberlere, eş zamanlı olarak çeşitli kaplamalar yapılmıştır; örn. selülozik fiberler  $Mg(OH)_2$  ile kaplanarak yanmaz malzeme [106], koaksiyel selüloz (dış)/süperparamanyetik magnetit ( $Fe_3O_4$ ) (iç) yapılar heparin ile kaplanarak manyetik olarak yönlendirilebilen antikoagülan malzeme [107], Kollajen/PCL fibröz yapılar EtOH koagülasyon banyosuna eklenen gümüş nanopartiküllerle (AgNP) kaplanarak antibakteriyel yara örtüsü malzemesi [108], CA iskeleler su/EtOH banyosunda gabapentin ile kaplanarak siyatik siniri hasarının onarımı için iskele [109], rekombinant insan eritropoietini (rhEpo) yüklü CHIT nanopartikül içeren PVA fibröz yapılar su banyosunda aloe vera kaplanarak yara örtüsü malzemesi [110], PCL fiberler 1 mM sodyum hidroksit (NaOH) ve 5 mg/ml polidopamin (pDA) içeren EtOH koagülasyon banyosunda polidopamin kaplanarak miyoblastik ve fibroblastik farklılaşmayı indükleyici iskele [111], PCL/PEO karışımı fiberler, 1 mM NaOH ve 2.5 mg/ml poli(norepinefrin) (pNE) içeren EtOH koagülasyon banyosunda kaplanarak nöral farklılaşmayı indükleyici iskele [112], selüloz fiberler banyo içerisinde halloysite nanokil ile kaplanarak kanı durduran malzeme [113], PLGA fiberler banyoda eş zamanlı olarak kollajen-I ve fibronektin ECM proteinleri kaplanarak primer hepatositlerin regülasyonu [114] gibi farklı amaçlara yönelik 3B fibröz yapılar üretilmiştir. Majidi ve arkadaşları jelatin ve aljinat karışımı 3B iskeleleri üretim esnasında, PEO ve F127 sürfaktan içeren aljinatı  $CaCl_2$  içeren banyoda, foto başlatıcı eklenmiş ve metakrilatlanmış jelatini ultraviyole ışınlanması ile çapraz bağlamıştır [115].

Literatürde yer alan 3B tüm ıslak elektroçirme çalışmaları; sadece malzeme üretimine yönelik olanlar, *in vitro/in vivo* çalışmaları yapılanlar ve gözenek büyütme-hücre infiltrasyonunu arttırma stratejileri kullanılanlar olmak üzere 3'e ayrılarak Çizelge 2.1, Çizelge 2.2 ve Çizelge 2.3'de verilmiştir. İlgili çizelgelerde; kullanılan polimer, banyo içeriği/boyutları ve varsa iskele kalınlığı, maksimum gözenek çapı ve gözeneklilik değerleri, kullanılan hücre/defekt modeli ile infiltrasyon değerleri ve çalışmaların amaçları verilmiştir.

Çizelge 2.1. Islak Elektroçirime Yöntemi ile İlgili Literatürde Yapılmış Malzeme Çalışmaları.

Polimer	Banyo İçeriği / Çap- Derinlik	Maksimum Gözenek Çapı / Gözeneklilik	Amaç	Ref.
Selüloz / Heparin	EtOH/-	- / -	Potansiyel yapay damar uygulamaları	[56]
PGA	Su, %50 t-BuOH, %99 t-BuOH /-	- / %96.7 ± 0.1	Kontrol edilebilir fiber yoğunluğuna sahip 3B yapılar	[59]
PAN	EtOH / 90-150 mm	-	Fiber morfolojisini iyileştirme çalışmaları	[61]
PS	EtOH /-	-	Fiber morfolojisini iyileştirme çalışmaları	[62]
PHBV	EtOH /-	-	Düzcün fiber morfolojisi elde etme ve ıslatılabilirlik ilişkisinin incelenmesi	[83]
PCL	EtOH:Su (9:1) / 40-10 mm	-	Potansiyel 3B doku iskelesi	[116]
PLGA / SiV	EtOH/ 100 mm çaplı cam Petri	-	Kemik doku mühendisliğine yönelik koaksiyel 3B doku iskelesi	[91]
Pullulan	EtOH (>%99.5) / -	19.54 µm / -	3B fibröz yapıların üretimi ve ısı işlem ile mekanik özelliklerinin iyileştirilmesi	[64]
Niştasta	EtOH (>%99.5) / -	- / -	3B fibröz yapıların üretimi ve ısı işlem ile mekanik özelliklerinin iyileştirilmesi	[67]

Niřasta	EtOH ierisine daldırılmıř dner silindir/-	- / -	Potansiyel doku iskelesi 3B hizalı fibrz yapıların retimi	[68]
Niřasta / Pullulan	EtOH / -	- / -	Gıda, ila, kozmetik ve biyomedikal alanlarına ynelik potansiyel malzeme retimi	[117]
Selloz / Mg(OH) <sub>2</sub> np	Mg(OH) <sub>2</sub> ieren su banyosu / -	-	Koaglasyon banyosunda sellozik fiberlerin Mg(OH) <sub>2</sub> ile kaplanmasıyla yanmaz malzeme retimi	[106]
Selloz / Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> np koaksiyel yapılar / Heparin (immobilize)	EtOH-su / 10 mm aplı cam Petri	-	Koaksiyel sperparamanyetik antikoaglan fibrz yapıların retimi	[107]
Selloz / Hindistan cevizi yađı koaksiyel yapılar	EtOH:su (50:50) / -	-	Koaksiyel ısı yalıtımı malzemesi retimi	[82]
Selloz / Halloysite	EtOH:su (50:50) + %10 Halloysite / -	-	Hemostatik kompozit malzeme retimi	[113]
İpek Fibroin	IPA (%70) / -	12 μm / -	3B ipek fibroin iskelelerin ıslak elektroirme ile retimi ve kristal yapıya etkisinin incelenmesi	[73]

Çizelge 2.2. Islak Elektroçirime Yöntemi ile İlgili Literatürde Yapılmış In Vitro ve In Vivo Çalışmalar.

Polimer	Banyo İçeriği / Çap- Derinlik	Maksimum Gözenek Çapı/ Gözeneklilik	Hücre-Derinlik ( <i>In Vitro</i> ) / Model- Derinlik ( <i>In Vivo</i> )	Amaç	Ref
SF	MeOH / -	10-100 µm / %94	3T3 - / -	3B kültür için uygun doku iskelesi üretimi	[57]
P(TMC-ko-CL)-b-PPDO	MeOH / -	18.2±6.6 µm / %90±0.2	MC3T3 E1 - / -	Kemik hasarlarının iyileştirilmesi için 3B iskele üretimi	[85]
PCL/ PEGDA	EtOH+Su (9:1) / -	- / -	Keçi kemik iliği kaynaklı MKH - / -	Kıkırdak ECM'sini taklit eden fiber-hidrojel kompozit iskele üretimi	[90]
(PVA-MA) / (PVA-MA)-(CS-MA)	EtOH (%100) / -	- / -	Keçi kemik iliği kaynaklı MKH - ~2 mm / Sıçan osteokondral defekt - ~500 µm	Kıkırdak onarımı için 3B iskele üretimi	[63]
PLLA/SiV	EtOH/ 100 mm çaplı cam kap-	~42 µm (~10 µm fiber çapı) / -	MC3T3 E1 - / -	3B kompozit kemik dolgu malzemesi	[92]
PGA/ Kollajen	%99 t-BuOH /152-28	- / %98.8±0.2	-/Sıçan submüsküler fasya lata konak hücreleri - ~600 µm	Damarlanma indükleyici 3B dermal greft	[69]
PGA/ Kollajen	%99 t-BuOH /152-28	-	-/Fare sırt derisi yara modeli, konak hücreleri - ~450 µm	Damarlanma indükleyici 3B dermal greft üretimi	[70]
PLLA/ MWCNTs	MeOH/-	-	Kemik iliği kaynaklı hMSC-/-	Kondrojenik farklılaşmayı uyarıcı nanokompozit doku iskelesi	[94]
PLGA/ PCL	EtOH (100%) / - (iskele kalınlığı 2.5 mm)	- / %99.0±0.2	Fischer sıçanı RBMC - 500 µm'lik histolojik kesit boyunca kondrojenik/osteojenik farklılaşma	3B iskelelerde endokondral yolak kullanılarak kemik oluşumunun tetiklenmesi	[118]
PLGA/ PCL	EtOH (100%) / - (iskele kalınlığı 2-3 mm)	3-30 µm / -	Fisher sıçanı RBMC - /Sıçan periodontal defekt-iskele kesiti boyunca osteojenik/kondrojenik farklılaşma	Periodontal defekte alveoler kemik/periodontal ligament oluşumunu destekleyen 3B iskele üretimi	[119]
PLGA/ PCL	EtOH (%100)- (iskele kalınlığı 2 mm)	- / % 99	ADMSC (THP1 monositleri ve M1&M2 makrofajları ile) - / -	ADMSCler ile monosit ve makrofaj ko-kültürlerinin osteojenik farklılaşma üzerindeki etkisi	[120]



PCL/ β-TCP	EtOH (95%) / 100-200 mm akışlı cam Petri	-	İnsan osteosarkoma hücre hattı (MG63)-/-	Lazerle gözeneklendirilmiş 3B ıslak elektroçizme ile kompozit yapıların üretimi	[38]
SF/nHAp	MeOH (100%) / -	~42.30 µm (2.5 mg/cm <sup>3</sup> SF fiber kons.), ~301.10 µm (0.625 mg/cm <sup>3</sup> SF fiber kons.) /-	İnsan osteoblast hücre hattı (hFOB1.19) – SF/HAp iskelelerde ~500 µm infiltrasyon/ Kritik boyut sıçan kalvarial defekti – SF/HAp-BMP-2 iskelelerde ~2mm	Diyaliz edilen SF fiberlere SF/nHAp çözeltisi eklenerek kurutulan kompozit yapıların kritik boyut kemik hasarlarında kullanımı	[99]
Polygluta mat konjuge BMP-2 peptit modifiye SF/PCL	EtOH (40°C) / - (<1 cm iskele kalınlığı)	181±102 µm /%82.24±1.1 4 (2 sa SBF muamelesi sonrası)	ADSCs - /-	x10 SBF ile mineralize edilmiş ve BMP-2 peptit ile modifiye iskelelerin mekanik ve osteojenik özelliklerinin incelenmesi	[100]
PCL/HAp	IPA:su (80:20) (banyoda balık üstüne toplama) / - (15 mm iskele kalınlığı)	-	İnsan osteosarkoma hücreleri (HOS) -/-	Kritik boyut defektleri için manyetik karıştırıcı yardımıyla dinamik sıvı banyosunda 3B kompozit yapıların üretimi	[101]
CA/PULL	EtOH (100%) / - döner toplayıcı cam Petri (5-6 mm iskele kalınlığı)	100 µm üstü (>10 µm fiber çapı) (P <sub>80</sub> /CA <sub>20</sub> ve P <sub>50</sub> /CA <sub>50</sub> ç.b.sonrası) / %84.04 (P <sub>80</sub> /CA <sub>20</sub> , ç.b.sonrası)	İnsan osteosarkoma hücre hattı (Saos-2)- (14 gün inkübasyon sonrası 210 µm (sadece belirli derinlik aralıklarında üst üste binen görüntüler, belirsiz hücre yoğunluğu)-	Kemik dokuya yönelik çapraz bağlama ile ayarlanabilir gözenek boyutu ve gözenekliliğe sahip CA/PULL doku iskelesi üretimi	[121]
SF/PEO/ AuNPs	EtOH (%96) /- döner toplayıcı cam petri (1- 2 mm iskele kalınlığı)	0-20µm %35, 60-180µm %35 (SFM-AuE) /%69.25 (SFM-E)	L929 - / Wistar sıçanlarda sırt tam kat yara modeli -	SF/PEO/AuNP iskelelerin yara örtü materyali olarak değerlendirilmesi	[102]
PCL/ SiHAp/GO	EtOH (%96) /- döner toplayıcı cam petri (0.2 mm iskele kalınlığı)	-	Saos-2 - / -	Kemik doku mühendisliğine yönelik 3B kompozit iskele üretimi	[103]
PHBV/ PCL/ SA:PULL/ DS	EtOH (%96) /- döner toplayıcı cam petri (0.2 mm	0-20µm %28.9, 20- 100µm %50.3, 100- 200µm	Saos-2 - / -	Kemik doku mühendisliğine yönelik ko-ıslak elektroçizme ile PHBV/PCL/CA ve	[104]

	iskele kalınlığı)	%20.9 (PHBV/PCL /SA:PUL/D S) / %75.85 (PHBV/PCL )		PULL/DS karışımı 3B iskele üretimi	
PLGA / Kollajen tip I	IPA:su (%0.05 P188 sürfaktan) (7:3) / - (5 mm iskele kalınlığı)	14.54±6.47 µm (%80 5-20 µm) / -	İnsan dermal fibroblast hücreleri (HDF)- ~1400 µm (7. Gün) / Diabetik farelerde tam kat yara modeli -	Deri ECM'sini taklit etmek ve kronik yara tedavisinde kullanmak üzere 3B iskele üretimi	[75]
PLGA / Kollajen tip I + Fibronektin (3:1)	IPA:su (%0.05 P188 sürfaktan) (7:3) / -(3 mm kalınlık)	30.03±8.86 µm / %95.9±2.3	İnsan hepatosellüler karsinom hücreleri (Huh-7.5) - / -	Karaciğer doku mühendisliğine yönelik multiprotein kaplı 3B doku iskelesi üretimi	[114]
Nişasta/SF /CaP	MeOH / -	~200 µm (Nişasta (ST)), ~120 µm (ST:SF, 95:5) / %73.19±1.64, %67.14±2.51	MG63 - / -	SF kesilmiş nanofiberler içeren parçacık uzaklaştırma, dondurarak kurutma ile CaP kaplı nişasta iskele üretimi	[105]
SF	MeOH / -	-	MG63 - / -	Farklı kristaliniteye sahip SF fiberlerine hücre yapışmasının değerlendirilmesi	[72]
CHIT-g-PCL/ PHBHH	MeOH / -	2-50 µm (çoğunlukla 2 ve 20 µm) (50/50) / %91.1 (0/100)	HDF - / -	Farklı oranlardaki iskelelerin yüzey özellikleri, kristalinite ve mekanik performansının; hücre yapışması ve antibakteriyel etkinliğe olan etkisi	[84]
SF	EtOH / - yarıya kadar EtOH içinde döner silindir (2.48 mm iskele kalınlığı (1sa))	Hızalı SF fiberler arası 5.57±0.39 µm / %68.76±1.15	MC3T3 E1 - Azalan yoğunlukta ~150 µm / -	Kemik doku rejenerasyonuna yönelik 3B hizalanmış SF doku iskelesi üretimi	[71]
SF	Sitrik asit tamponu içeren %30 t-BuOH / 150×200×20 paslanmaz çelik (50 µm iskele kalınlığı (1sa))	~12 µm / -	NIH3T3 - / -	3B hücre büyümesi için 3B kristalin SF iskele üretimi	[74]

Kollajen / PCL/ AgNP	AgNP içeren (%0.5-2 w) Sabit akışlı (2-4 ml/dk) EtOH banyosu /-	Hepsi ~6 µm / %93.6±2 (%1.5 AgNP)	HDF - / -	3B antibakteriyel yara örtüsü üretimi	[108]
PCLF/PCL	Su:asetik asit (80:20) / -	-	3T3 - / -	Yumuşak doku rejenerasyonu için potansiyel doku iskelesi üretimi	[89]
PCL/ PLLA (CHIT&Ca P kaplama)	Sulu NaOH (pH~10) : EtOH (1:1) / - (PS banyo derinliği 50 mm)	- / %80 (PCL/PLLA/CP+CT), %91.5 (PCL/PLLA)	İnsan adipoz kökenli mezenkimal kök hücreler (hASCs) - / -	3B iskelelerin kemik rejenerasyonuna uygunluğunun değerlendirilmesi	[77]
PCL/ PLLA	Sulu NaOH (pH~13), EtOH, Su:EtOH (3:7), Su:EtOH:Me OH (6:2:2) / - (PS banyo derinliği 20 mm)	- / %78 (en yüksek, Sıvı.NaOH banyosuna toplanan)	hASCs - / -	Farklı banyolarda farklı mekanik, morfolojik, ıslatılabilirlik ve biyouyumluluk özelliklerine sahip 3B yapıların üretimi	[78]
PLA/ MWCNTs	Sulu NaOH (pH~13) banyosu / - (PS banyo derinliği 100 mm)	-	İnsan menstrüel kan kökenli kök hücreleri (hMenSC) - / -	MWCNTs içeren PLA iskelelerin potansiyel infertilite tedavisinde kullanımının araştırılması	[93]
CA	Sulu NaOH (pH~13) + Tween 80 (200 ml NaOH içinde 0.5 ml) banyosu / - (PS banyo derinliği 20 mm)	- / %69.5 % (en yüksek, CA%12)	L929 - / -	3B iskelelerin, CA konsantrasyonuna bağlı olarak değişen fiber morfolojisi, çap ve gözenekliliğin incelenmesi	[65]
CA/PLA (Citalopram yüklü Jelatin np kaplı)	Su banyosu / - (PP banyo derinliği 6 cm, 1 mm iskele kalınlığı)	- / %60	Primer sıçan Schwann hücreleri (SCs) - / Wistar sıçanlarında siyatik sinir defekti -	3B koaksiyel fibröz sinir konduiti iskelelerinin siyatik siniri hasarının onarımında kullanılması	[79]
CA/ Gelatin (Gabapentin yüklü)	Su/EtOH (3:7) (%3, %6, %12 (w/v) Gabapentin) / - (PP banyo derinliği 50 mm)	- / %75.83 (CA/Gel/GB P3%) %69.83 (CA/Gel/GB P6%) %65.07 (CA/Gel/GB P12%)	SCs - / Wistar sıçanlarında siyatik sinir defekti -	Analjezik Gabapentin-yüklü CA/Gel iskelelerin siyatik siniri onarımını uyarıcı iskele olarak kullanımı	[109]

PVA/ CHIT (aloe vera kaplı & rhEPO yüklü CHIT np)	Su banyosu (200 ml, 12 g aloe vera içeren) / -	-	L929 - / Wistar sıçanlarında tam kat yara modeli -	Tam kat yara modelinde neo-vaskülarizasyonu tetikleyecek 3B yara örtüsü üretimi	[110]
PLA	Sulu NaOH (pH~13) banyosu /- (banyo derinliği 50 mm)	-	Wistar sıçanlarından izole kemik iliği kaynaklı kök hücreler (BMSCs) -/ Wistar sıçanlarında tam kat yara modeli -	BMSCs ve PLA kombinasyonu iskelelerin yara iyileşme malzemesi olarak kullanılması	[80]
Jelatin&Aljinat&MWCNTs & Jelatin kaplı PLA	Sulu NaOH (pH~13) /- (banyo derinliği 50 mm)	- / %88.2±2.4% (%15 PLA), %82.5±1.9 (kaplı PLA)	İnsan Wharton jeli kaynaklı mezenkimal kök hücreler (hWJMSCs) (nöral far. için valproik asit muamelesi) - / -	3B iskelelerde nöronal farklılaşmasının araştırılması	[95]
PCL/PEO/ pNE	1mM NaOH ve 2,5 mg/ml norepinefrin içeren EtOH (%95) /- (2-3 mm iskele kalınlığı)	~%62 (GF; oluklu fib.), ~%73 (GF/pNE), ~%81 (RF; kaynaşık-pürüzlü fib.), ~%81 (RF/pNE)	PC12 Sıçan böbreküstü bezi medullası feokromositoma tümöründen elde edilen nöroblastik hücre hattı (PC12) - ~80 µm / -	pNE ile kaplanmış 3B PCL/PEO iskelelere ekilen PC12 hücrelerinin nöral farklılaşmasının araştırılması	[112]
PLGA /Kollajen veya Fibronectin kaplama (EDC/NH S ile)	İzopropil alkol:DI su (7:3) (%0,05 w Pluronic® F-108 sürfaktan) / -	30.0±9.5 µm (PLGA-F (yüks.kons.) ) /%96.0±1.6 (PLGA-F (düşük kons.))	Primer insan Hepatosit hücreleri - / -	Hepatositlere uygun 3B mikroçevreyi sağlayacak doku iskelesi üretimi	[76]
SF emdirilmiş PHBV/HAP	EtOH:su (9:1) / - 25 cm çaplı cam banyo	~30 µm / %80-85	MG63 - / -	Kemik doku mühendisliğine yönelik 3B iskele üretimi	[96]
PHBV/ balık pulu	EtOH:su (9:1) / - 25 cm çaplı cam banyo	- / %82	MG63 - / -	3B kompozit kemik dolgu malzemesi üretimi	[97]
PBAT	EtOH / 5 cm çaplı cam petri (2 mm iskele kalınlığı)	32±12 µm / ~%91.2±0.6	hBMSC - / -	Kemik doku renenerasyonuna yönelik 3B kompozit doku iskelesi üretimi	[98]
P3HB/ PBA	EtOH (%96) / -	-	MC3T3-E1 - / -	Kemik doku renenerasyonuna yönelik 3B doku iskelesi üretimi	[86]
PBS-ko-DLS (70:30 w)	MeOH / 19.5 cm - 2 cm cam kap (~ 5 mm iskele kalınlığı)	- / % 85.4	L929 - / -	Helezonik sarmal yapıda 3B fibröz iskele üretimi	[88]
PBS-ko-DLS(70:30 w)	MeOH / 19.5 cm-2cm cam (~ 5 mm)	- / % 85.4	L929 - / -	Helezonik sarmal yapıda 3B fibröz iskele üretimi	[87]

Alginate /PEO (2% F127&Gelatin-MA)	EtOH:su (5:1) (%2 CaCl <sub>2</sub> w/v) / -	-	hEGFP-MSC(yeşil floresan protein geni) / hIPSC-CM (insan indüklenmiş pluripotent kök hücre türevli ventriküler kardiyomyositler)	Doku rejenerasyonu ve kök hücre terapisine yönelik 3B doku iskelesi üretimi	[115]
------------------------------------	----------------------------------------------	---	----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------	-----------------------------------------------------------------------------	-------

Islak elektroğirme yönteminde de geleneksel elektroğirmede olduğu gibi, üretilen yapıların fiberler arası boşluklarının genişletilerek gözenekliliğinin artırılmasına yönelik birçok ek yöntem kullanılmıştır. Söz konusu ek yöntemler Çizelge 2.3’de verilmiştir.

Çizelge 2.3. Islak elektroğirmede kullanılan gözenek büyütme ve hücre infiltrasyonunu artırma stratejileri.

Polimer	Banyo İçeriği / Çap-Derinlik	Maksimum Gözenek Çapı/ Gözeneklilik	Hücre-Derinlik ( <i>In Vitro</i> ) / Model-Derinlik ( <i>In Vivo</i> )	Amaç	Ref
SF	MeOH / -	586-931 µm (NaCl porojen ile) /%94±2	MC3T3 E1 - / -	Kemik rejenerasyonuna yönelik 3B doku iskelesi üretimi	[58]
PCL	EtOH (%70) / -	- / %95.3	3T3 - ~200 µm (10 gün) / -	“escaping foaming” tekniği ile gözenekliliği artırılmış doku iskelesi üretimi	[122]
PLA	EtOH (%70) / -	22.5±2.5 µm / %96.4	3T3 – 10 günde ~400 µm	“escaping foaming” tekniği ile gözenekliliği artırılmış doku iskelesi üretimi	[81]
CA/PULL	EtOH (%100) / - döner toplayıcı cam Petri (5-6 mm iskele kalınlığı)	5-200 µm(çoğunluk 50-200 µm (sakar sonrası)/ %88.54 (CA <sub>50</sub> /PULL <sub>50</sub> sonrası)	L929 (yüzeyden 20-30 µm derinliğe kadar yoğun hücre göçü/-	Deri dokuya yönelik PULL sakrifiye edilerek gözenekliliği ayarlanabilen 3B doku iskelesi üretimi	[66]
PLGA/ PCL/nHA	EtOH (%100) /- (iskele kalınlığı 2-3 mm)	- / % 99.00 (3BHu)	hDM, pDE kokültürü-yaklaşık 500 µm (3B), 200µm (3DHu) /-	3B iskelelere nHA eklenmesi ve yapılan ultrasonik işlemin gözenekliliğe ve dental doku farklılaşmasına etkisinin incelenmesi	[123]

PCL	EtOH(%95) /100-200 mm cam Petri, (EtOH yüks.2.5 mm)	6.2±2.5 µm / %85	-	Banyoda farklı hızda EtOH sirkülasyonu ile kontrol edilebilir 3B fibröz yapıların üretimi	[124]
PCL/ Aljinat	EtOH (%95) /100-200 mm akışlı cam Petri	>800 µm (lazer ile) / %98.05(PCL), %97.38(PCL /Alj.)	MC3T3 E1-/-	Islak elektroegirme ve hızlı prototipleme yöntemlerinin birleşimi ile 3B iskele üretimi	[125]
PCL/ Kollajen tip I	EtOH (%99) / statik cam Petri - 4 mm EtOH yüksekliği	409.9±50.2 µm (PCL), 345.1±81.4 µm (Kolajen kapl. sonrası) /%95.6±1.4 (PCL), %91.2±1.5 (PCL/Kolajen)	MC3T3 E1- kesit alana kıyasla yüzeyde 1.4 kat fazla hücre yoğunluğu, 500 µm derinlik boyunca yoğun hücre grupları /-	EHDP+ıslak elektroegirme ile mekanik olarak kontrol edilebilir 3B çekirdek-kabuk fiber yapısında 3B şerit iskele üretimi	[126]
PCL/ α-TCP	EtOH (99%) / statik cam Petri - 8 mm EtOH yüksekliği	~460 µm / ~%87.5	MC3T3 E1-/-	EHDP kombinasyonu ıslak elektroegirme ile 3B PCL/CDHA fibröz şeritlerin üretimi	[127]
PCL	EtOH (%99) / statik cam Petri - 8 mm EtOH yüksekliği	1, 1.5, 2 µm (fibröz şeritler arası gözenek) /%93.3 (1µm) %94.8(1.5µm) %96.7 (2 µm gözenek)	MC3T3 E1- kesit alana kıyasla yüzeyde 4.7 kat fazla hücre yoğunluğu, 200 µm derinlikte dağınık hücre grupları/-	EHDP+ıslak elektroegirme yöntemi ile 3B fibröz şeritli (strut) yapıların üretimi	[128]
PCL/pDA	1mM NaOH ve 5mg/ml dopamin içeren EtOH(%95) banyosu /-	- /%95.34±0.16 (3B PCL), %94.97±0.28 (3B PCL/pDA), %89.63±0.59, (2B PCL)	hBMSCs, H&F-aktin boyama ile ~170 (2B), ~260 (3B) ve ~300 (pDA-3B) µm ((28. gün) / -	Polidopamin ile kaplanmış 3B iskelelere ekilen hBMSC'lerin miyoblastik farklılaşmasının araştırılması	[111]
PCL	DMEM / ekzantrik dönüşlü banyo (1500-1700 rpm) 150, 150, 100 (7-8 mm iskele kalınlığı)	-	Embriyonik fare fibroblast hücre hattı (NIH3T3) GrupC (%29 yüzeyde, %23-25 1-3 mm, %23 merkezde) / -	Üretim sırasında eş zamanlı hücre ekimi ile hücre infiltrasyonunun artırılması	[129]

Jing ve arkadaşları [122] “escaping foaming” adını verdikleri yöntemde, kuru buz içeren EtOH banyosunda beklettikleri ıslak elektroğirme ile üretilmiş PCL yapıları oda sıcaklığında su içerisine atmış, karbon dioksitin (CO<sub>2</sub>) suda çözünmesi ile gaz köpükleştirme gerçekleştirmişler ve söz konusu yapıları 3B hale getirmişlerdir. Gaz köpükleştirme yapılan örneklerin hacmi EtOH içerisinde ıslak elektroğirme ile üretilen örneklere oranla 5.5 kat artmış, gözenekliliği %81.2’den %95.3’e çıkmıştır. Ayrıca 3B fiberler üretim sonrasında pentil asetat ile 5 dk muamele edilerek yüzeyleri periyodik şiş kebab morfolojisine dönüştürülmüş, arttırılan yüzey pürüzlülüğü ile ECM’nin nanotopografisi de taklit edilmiştir. 3T3 hücreleri 10 günün sonunda 2B iskeleler içerisinde 50 µm derinliğe infiltre olurken, 3B iskelelerde 200 µm derinliğe ulaşmıştır. Aynı grubun yapmış olduğu bir başka çalışmada 3B PLA iskeleler aynı yöntem ile üretilmiş, gözenekliliği %96.4 olan iskeleler içerisinde 10 günün sonunda 3T3 hücreleri 400 µm derinliğe kadar inebilmiştir [81].

Atila ve arkadaşlarının çalışmasında [66], geleneksel elektroğirmede fiber uzaklaştırma veya fiber sakrifikasyonu adı verilen yöntem kullanılmıştır. Islak elektroğirme ile üretilen 50:50 CA/PULL iskelelerden PULL yıkama ile uzaklaştırılmış, iskele gözenekliliği %82.90’dan %88.54’e, gözenek çapı 10-20 µm aralığından 50-200 µm aralığına yükseltilmiştir.

Cai ve arkadaşları, ıslak elektroğirme ile üretilen PLGA/PCL iskelelere uyguladıkları 5 dk’lık ultrasonik muamele ile iskelelerin sahip olduğu fiberler arası mesafeyi 6 kata kadar, gözenekliliği de %99.07’den %99.48’e arttırmışlardır. Söz konusu işlem sonucu fibröz yapıların homojenitesinin bozulmasına karşılık insan diş pulpası kökenli mezenkimal hücreleri (hDM) ve domuz dental epitel hücrelerinin (pDE) etkileşimleri artmıştır [123].

Tez çalışması kapsamında kullanılan biyobozunur sentetik bir polyester olan PCL, ıslak elektroğirme ile yapılan pek çok çalışmada kullanılmıştır. Hong ve Kim, cam petri koagülasyon banyosu içerisindeki EtOH’nin akış hızını bir sirkülasyon pompası yardımıyla arttırarak (1.5-3.5 ml/dk), banyo içerisine topladıkları 3B PCL yapıların yüksekliğini (~0.55-1.25 cm), gözenek çaplarını (4.7±1.7-6.6±1.4 µm) ve gözenekliliğini arttırmayı başarmıştır (~%66-77). Ayrıca EtOH yüzeyi ile iğne ucu arasında mesafeyi arttırarak (8.5-11 cm), gözenekliliği bir miktar daha (~%65-86) arttırabilmiştir. [124]. Söz konusu sığ EtOH banyosuna toplanan yapıların gözenekliliği, 2B PCL nanofibröz

yapıların gözenekliliğinin (%79-81) çok fazla üzerine çıkamamıştır [130, 131]. Grubun daha sonraki çalışmalarında, iskelelerin gözenek boyutlarını arttırmak amacıyla, ıslak elektroçirme yöntemiyle hızlı-prototipleme tekniklerinin birleştirilmesi fikri öne sürülmüştür [125]. Söz konusu yapılara uygulanan lazer ile makro gözenek oluşturma uygulamasına, genel bilgi kısmında elektroçirme sonrası işlem alt başlığında değinilmiştir. Grubun ıslak elektroçirme yöntemi ile üretmiş olduđu mevcut 3B yapıların gözenek boyutlarını, mekanik dayanımını ve yapılara hücre infiltrasyonunu arttırmak amacıyla söz konusu yöntem 3B yazdırma teknikleri ile birleştirilmiştir. Islak elektroçirme ve hızlı prototipleme yöntemlerinin birleştirildiđi 3B PCL/Aljinat karışımı fibröz yapılar [125], ıslak elektroçirme ve elektrohüdrodinamik jet yazdırma (EHDP) yöntemlerinin kombinasyonu kullanılarak kontrollü 3B PCL ve koaksiyel PCL (dış)/Kollajen (iç) çekirdek/kabuk ve PCL/kalsiyumca eksik HAp (CDHAp) karışımı fibröz yapılar [126-128] üretilmiştir.

PCL ile yapılan bir başka çalışmada Taşkın ve arkadaşları, fiberlere EtOH banyosu içerisinde üretim ile eş zamanlı NaOH ile yüzey aşındırma ve polidopamin ile aşındırılan yüzeyleri kaplama gerçekleştirmiş ve elde edilen 3B yapıları, kemik iliđi kaynaklı insan mezenkimal kök hücrelerinin (hBMSC) kolonizasyonu ve miyofibroblastik farklılaşma yönünden incelemiştir. hBMSC'lerin uzun dönem hücre canlılığı CCK-8 analizi ile yapılmış, kültürün 28. gününde 2B'ye kıyasla proliferasyon 3B'de ve pDA-3B'de 2 kattan fazla artış göstermiştir. 28. günde alınan konfokal mikroskop görüntülerinde hücre infiltrasyonu en fazla ~300 µm ile hidrofilik pDA-3B iskelelerdedir (3B PCL'de ~260 µm). 3B ve pDA-3B iskelelerin gözenekliliđi sırasıyla %95.34±0.16 ve %94.97±0.28 olarak ölçülmüştür [111].

Gözenek çapını arttırmaya çalışmak yerine Heo ve arkadaşları [129] ıslak elektroçirme ile ürettikleri PCL ile eş zamanlı hücre ekimi yaparak, hücrelerin iskele boyunca homojen dağılmasını sağlamıştır. İçerisine  $1.4 \times 10^5$  hücre/ml NIH3T3 içeren Dulbecco's modified Eagle's medium (DMEM) (%1 penisilin-streptomisin, 80 ml) içeren kültür ortamı konulmuş koagülasyon banyosuna bir kasnak yardımıyla yüksek hızda ekzantrik dönüş kazandırılmış (1500-1700 rpm) ve yün çilesi görünümünde hücre yüklü 3B yapılar elde edilmiştir. Optimum kesme sıcaklığı (OCT) bileşimine gömülerek kriyotomda alınan kesitlere yapılan DAPI boyaması ile 21 gün boyunca takip edilen iskelelerden, statik ekim yapılanlarda hücrelerin %80'inin yüzeyde kaldığı, eçirme ile eş zamanlı ekim



yapılanlarda ise yüzeyden merkeze kadar (~1 cm) hücrelerin homojen dağıldığı ve iskelenin merkezine kadar infiltre olduğu görülmüştür. Söz konusu çalışma, şu ana kadar yapılmış en yüksek ve homojen hücre infiltasyon oranının kaydedildiği çalışma olmuştur.

Tez kapsamında kullanılan ıslak elektroğirme yaklaşımında, Yokoyama ve arkadaşlarının koagülasyon banyosunda farklı yüzey gerilimine sahip sıvıları kullanarak yoğunluğu değişen yapıları üretmesine benzer bir mantıkla [59], koagülasyon ortamı değiştirilmeden yalnızca banyo sıcaklığı değiştirilerek, banyo içerisindeki EtOH'nin yüzey gerilimi sıcaklık düşüşüne bağlı olarak arttırılmış ve bu sayede gözenek boyutları artan yapılar üretilmiştir. Daha önce yapılmış çalışmalarda sıklıkla kullanılan ve kapasitesi yaklaşık 100 ml olan cam Petri banyo yerine çalışma kapsamında kullanılan kapasitesi 500 ml olan ve ~330 ml ETOH doldurulan ceketli reaktör içerisine yerleştirilen halka elektrod sayesinde, elektroğirme jeti başarılı bir şekilde banyoya yönlendirilmiştir. Literatürde elde edilen yapıların yükseklikleri çoğunlukla sığ banyo yükseliği ile sınırlanmaktadır, fakat mevcut çalışmada kullanılan banyo ile tam kapasitenin (500 ml) izin verdiği hacimde 3B yapılar toplamak mümkündür. Ayrıca, banyo kapasitesinin arttırılması banyoya toplanan fiber hüzmelerinin dar alanda yığılmasını engelleyerek yumaklar içerisinde oluşan gözenek boyutlarının belli bir oranda artmasına neden olmuştur.

Elektroğirme jetini banyoya yönlendirmek amacıyla yardımcı bir elektrot, literatürde yalnızca Kawahara ve arkadaşları tarafından kullanılmıştır [73]. Koagülasyon banyosu olarak kullandıkları cam petrinin kenarlarına tutturdıkları paslanmaz çelik telden halkayı, fiberleri banyonun merkezine toplamak amacıyla kullanmışlardır. Söz konusu halka elektrod elektrik alan şiddetini arttırmış ve fibröz yapıların koagülasyon banyosunu hedeflemesi sağlanmıştır. Fakat, kısa eğirme mesafesinde (5 cm) ve sığ banyoya topladıkları SF fibröz yapılar elektrik alan etkisiyle yoğunlaşmış ve gözenek çapları 10 µm'nin altında kalmıştır.

Literatürde banyo sıcaklığının değiştirildiği tek çalışmada Luo ve arkadaşları, EtOH'nin yüzey gerilimini düşürerek banyoya toplanan PCL/SF fiberlerin EtOH içerisine batmasını kolaylaştırmak amacıyla EtOH içeren koagülasyon banyosunu ısıtılmalı bir manyetik karıştırıcı yardımıyla 40°C sabit sıcaklıkta ısıtmıştır. 2 saat SBF muamelesi sonrası gözeneklilik %82.24±1.14 olarak ölçülmüştür [100].

Islak elektroęirme yöntemi ile yapılmış olan çalışmalar incelendiğinde şimdiye kadar elde edilmiş en yüksek gözenek çapları, ek bir gözenek büyütme yöntemi kullanılmaksızın; 10-100  $\mu\text{m}$  (SF, %94 gözeneklilik) [57], ~20  $\mu\text{m}$  (PGA, %98.8 $\pm$ 0.2 gözeneklilik) [69], ~20-30  $\mu\text{m}$  (PLGA/PCL, %99.0 $\pm$ 0.2 gözeneklilik) [118, 120], 30.03 $\pm$ 8.86  $\mu\text{m}$  (PLGA/Kollajen tip I&Fibronektin kaplı, %95.9 $\pm$ 2.3 gözeneklilik) [114] ve ek gözenek büyütme yöntemleri ile; ultrasonik muamele kullanılarak ~20-30  $\mu\text{m}$  (PLGA/PCL, %99.48 $\pm$ 0.15 gözeneklilik) [123], gaz köpükleştirme (30 dk) ve fiber yüzeylerini aşındırma kullanılarak ~10-20  $\mu\text{m}$  (PCL, %95.3 gözeneklilik) [122], olarak belirtilmiştir. Tez kapsamında düşük sıcaklıkta üretilen 3B PCL yumakların gözenek çapları herhangi bir ek yöntem kullanılmaksızın sadece hüzme yüzeyinde ortalama 100  $\mu\text{m}$ 'nin üzerine çıkarılabılmış ve 3B doku oluşumunu destekleyecek yapılar elde edilmiştir.

### 3. DENEYSEL ÇALIŞMALAR

#### 3.1. Malzemeler

Çalışmada kullanılan biyobozunur sentetik bir polyester olan polikaprolaktonun (PCL, Sigma-Aldrich, Almanya) molekül ağırlığı 80000 g/mol'dür. PCL için çözücü olarak diklorometan (DCM, Merck, Almanya) ve N,N-dimetilformamid (DMF, Sigma-Aldrich, Almanya) kullanılmıştır. Koagülasyon banyosu ortamı olarak yoğunluğu 0.80 g/cm<sup>3</sup> olan %96 oranındaki teknik EtOH, Kimetsan'dan (Ankara, Türkiye) temin edilmiştir. Elektroğirme düzeneğinde bir adet şırınga pompası (New Era Syringe Pump, ABD) ve bir adet yüksek voltajlı güç kaynağı (Gamma High-Voltage Research, ABD) kullanılmıştır.

#### 3.2. 3B PCL Yumakların Üretimi

##### 3.2.1. 3B PCL Üretiminde Kullanılan Islak Elektroğirme Düzenekleri

###### 3.2.1.1. Uygun Koagülasyon Banyosuna Karar Verilmesi

3B yumakların üretimi için 50:50 (v/v) oranında hazırlanan DCM/DMF çözücü karışımı içerisinde %12'lik (w/v) PCL çözeltisi hazırlanmıştır. PCL polimer çözeltisi, 100 rpm hızında, 1 gece boyunca oda sıcaklığında manyetik karıştırıcıda karıştırılmıştır.

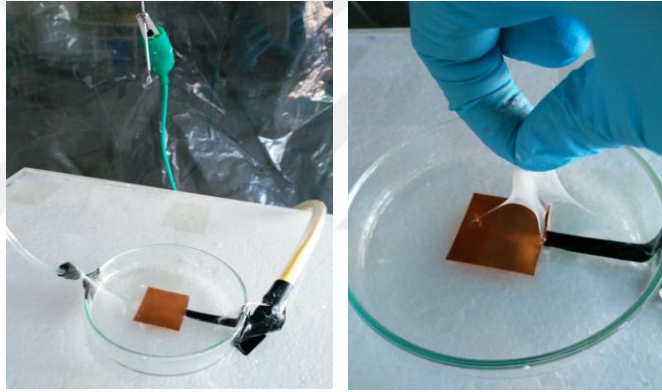


Şekil 3.1. Beher içerisindeki vorteks uygulanan EtOH koagülasyon banyosuna bakır plaka yardımıyla fiber toplama denemesi.

Literatürde 3B fibröz yapıların üretiminde sıklıkla kullanılan akışlı koagülasyon banyosu içerisinde sirkülasyonu sağlamak üzere çeşitli düzenekler denenmiştir (Şekil 3.1 ve Şekil 3.2). Toplayıcı banyo olarak seçilen cam beherin altına yerleştirilen manyetik karıştırıcı

ile vorteks oluşturularak gerçekleştirilen ön denemelerde, fiber jetinin iletken borosilikat camının kendine yakın kısımlarını hedeflemesi ve fiberlerin EtOH'ye ulaşmadan yüksek ve sivri yüzeylere toplanması sebebiyle 3B malzeme üretmek mümkün olmamıştır.

Kullanılan ikinci düzenekte (Şekil 3.2), elektrik alanın yüksek ve sivri yüzeylerde yoğunlaşmasını engellemek amacıyla koagülasyon banyosu olarak beher yerine petri kullanılmıştır. Koagülasyon banyosu içerisindeki sirkülasyon, Kim ve arkadaşlarının yaptığı çalışmadan [38] esinlenerek fakat EtOH pompalamak yerine, petrinin kenarından kompresör ile hava basılarak gerçekleştirilmiştir. Koagülasyon banyosunda oluşturulan devridaimin taşırmayacağı yükseklikte EtOH konulmuştur. Fakat polimer jetininin dallanarak ilk düzenekteki gibi yüksek kısımlara ve banyo içerisine yerleştirilen toplayıcı bakır plakanın izole edilmiş bağlantılarına yönelmesi nedeniyle, 3B yapıların eldesi sağlanamamıştır.



Şekil 3.2. EtOH dolu koagülasyon banyosu içerisinde hava sirkülasyonu oluşturularak bakır plakaya fiber toplama denemesi.

### 3.2.1.2. Koagülasyon Banyosu Olarak Cam Petri Kullanımı

Yapılan ön çalışmalar sonucunda, ıslak elektroğirme esnasında koagülasyon banyosunun fiziksel olarak döndürülmesine karar verilmiş ve toplayıcı iletken cam petrinin (çap 10 cm, yükseklik 1.5 cm) altına yerleştirilerek Şekil 3.3'deki ıslak elektroğirme düzeneği kurulmuştur. Görseldeki ahşap kutunun içerisinde yer alan redüktörlü DC motor (12 V, 60 rpm) üzerine yerleştirilen ve toplayıcı yüzey görevi gören alüminyum diski döndürmekte, disk üzerine sabitlenen cam petri koagülasyon banyosu da beraberinde dönerek fiberlerin banyo merkezinde toplanması için kararlı bir ortam yaratmaktadır. Motorun dönüş hızını değiştirebilmek için voltaj ayarlı bir kademeli

adaptör kullanılmıştır. Alüminyum disk üzerine yerleştirilen petri alabildiği kadar EtOH doldurulmuş, böylece elektroëirme jetinin cam koagülasyon banyosunun kenar kısımlarını değil EtOH'yi hedeflemesi sağlanmıştır.









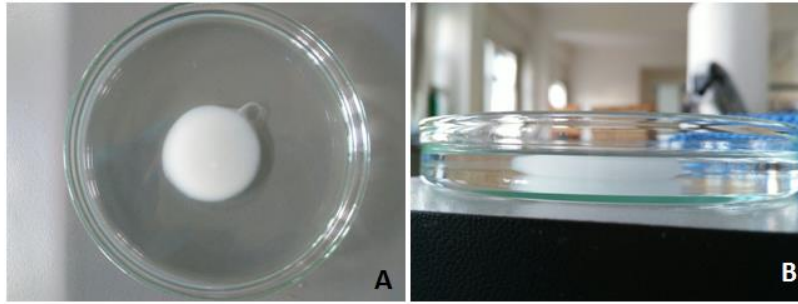
Şekil 3.3. Cam petri kabının fiziksel olarak döndürüldüğü ıslak elektroëirme düzeneği (sol), toplama sırasında karşıdan görünüm (sağ).

DCM ve DMF (50:50 v/v) içerisinde %12 w/v derişimde hazırlanan PCL polimer çözeltisi ile yapılan ön çalışmalarda, Taylor konisinin gözlemlendiği sabit voltaj-mesafe-akış hızı değerlerinde koagülasyon banyosunun uygun döndürme hızına karar verilmiştir (Çizelge 3.1).

EtOH içerisine toplanan fiber hüzmelerinin biraraya gelerek 3B yapılar oluşturduğu döndürme hızı 22.5 rpm olarak belirlenmiştir. 37.5 rpm ve üzerindeki hızlarda cam petriyi hem alüminyum disk üzerinde sabit tutmak mümkün olmamıştır, hem de merkezkaç kuvvetinin artması nedeniyle elde edilen yapılar genişleyerek 2B hale gelmiştir. Polimer jetinin EtOH'nin yüzey gerilimini yenerek koagülasyon banyosu içerisinde toplanmasını kolaylaştırmak ve fiber morfolojisini iyileştirmek için fiber jetinin havada aldığı yol azaltılarak iğne ucu ile EtOH banyosu arasındaki toplama mesafesi 18 cm'den 10 cm'ye düşürülmüş, koagülasyon banyosu yüksekliği boyunca 3B kararlı yapılar üretilebilmiştir (Şekil 3.4).

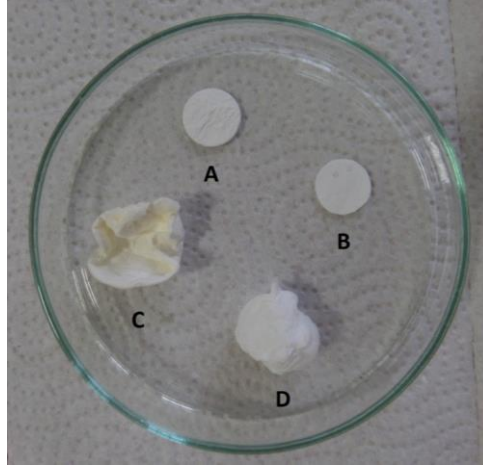
Çizelge 3.1. Petri kabına farklı döndürme hızlarında toplanan örnekler ve ıslak elektroçirme parametreleri.

EtOH'den çıkan örnekler	Voltaj (kV)	Akış Hızı (ml/s)	Mesafe (cm)	Döndürme Hızı (rpm)
	15	1	18	15
	15	1	18	22.5
	15	1	18	30
	15	1	18	37.5
	15	1	18	45
	15	1	18	60



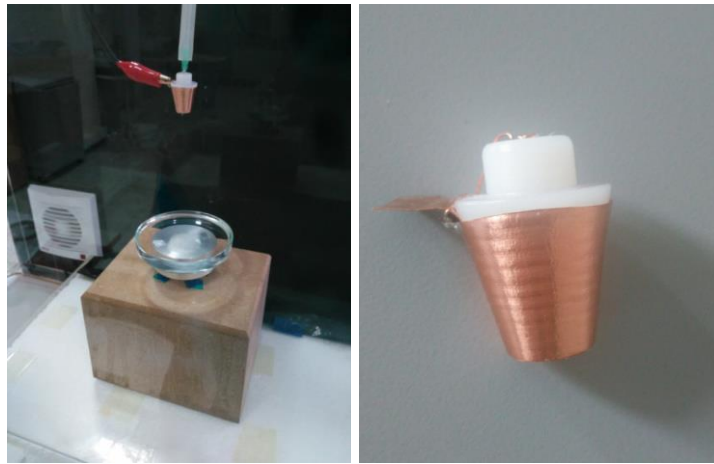
Şekil 3.4. Petrideki EtOH içerisinde toplanan PCL 3B kararlı yapılar; yukarıdan görünüm (A), yandan görünüm (B).

Elde edilen yapılar, deiyonize su ile EtOH'den arındırılarak oda sıcaklığı koşullarında ve dondurarak kurutma cihazında (Telstar LyoQuest, Brezilya)  $-85\text{ }^{\circ}\text{C}$ 'de kurutulmuştur. Oda sıcaklığında kurutulan örneğin 3B yapısını kaybettiği, dondurarak kurutma cihazıyla kurutulan yapıların dondurma işleminden önce bulunduğu kaptaki 3B yapısını muhafaza ettiği gözlemlenmiştir (Şekil 3.5).



Şekil 3.5. Oda koşullarında kurutulmuş örnek (A), konvansiyonel elektroğirme yöntemiyle üretilen 2B PCL membran (B), cam petriden 50 ml falkon tüpüne aktarılıp dondurularak kurutma cihazında kurutulmuş PCL yapı (C), 12 gözlü hücre kültür kabı içerisine aktarıldıktan sonra dondurularak kurutma cihazında kurutulmuş 3B PCL yumak (D).

Elektroğirme işlemi sırasında iğnenin ucuna, daha önceki çalışmalarda kullanılan bir yardımcı elektrot eklenmiştir (Şekil 3.6) [132]. Söz konusu elektrot, şırınga iğnesi boyunca uzanan elektrik alan çizgilerini iğne ucunda yoğunlaştırarak, Taylor konisinin ucundan tek ve kararlı bir polimer jeti elde etmeye olanak sağlamaktadır. Oluşan kararlı elektroğirme jetinden çıkan fiber hüzmeleri EtOH banyosunun merkezine doğru dibe çökmekte, bir arada kararlı yapılar oluşmaktadır.



Şekil 3.6. İğne ucuna eklenen konik yardımcı elektrot; toplama sırasında (sol) ve yakından görünümü (sağ).

Yardımcı elektrot aynı zamanda, çok yüksek voltaj değerlerine çıkmaya gerek kalmadan, polimerin akış hızını arttırmaya olanak sağlamaktadır. Bu sayede akış hızı 1 ml/s'den 2 ml/s'ye çıkarılmış, voltaj 15 kV'da sabit tutulmuştur. İğne ucu konik elektrodun 1.5 mm ilerisinde olacak şekilde konumlandırılmıştır. İğne ucu ile EtOH yüzeyi arasındaki mesafe, yapılan seri denemeler sonucu 12 cm olarak belirlenmiştir. Ayrıca, motor düzeneğinin elektrik bağlantıları, yüksek voltajlı güç kaynağının yarattığı elektrik alanı etkilememesi için ahşap motor kutusunun içine gizlenmiştir.

### 3.2.1.3. Cam Petri Yerine Elektrik Alanın Döndürülmesi

Koagülasyon banyosunda yapılacak devridaim vs. gibi değişikliklere hazırlık aşaması olarak, cam petriyi alüminyum disk üzerinde fiziksel olarak döndürmek yerine, alüminyum disk üzerine yerleştirilen yalıtkan bantlar yardımıyla desenler oluşturulmuş ve elektroğirme işlemi sırasında oluşan elektrik alanın banyonun merkezine yönlendirilmesi sağlanmıştır. Cam petri, alüminyum disk etrafına yerleştirilen mukavva bir yükselti üzerine oturtularak disk ile temas etmesi önlenmiştir (Şekil 3.7).



Şekil 3.7. Elektrik alan yönlendirmesi ile 3B yapıların toplanması.

Elektrik alan yönlendirmesi için alüminyum disk (desen0; üzeri boş) üzerinde çeşitli desenler kullanılmıştır (Şekil 3.8). Şekilde görüldüğü üzere soldan sağa desen1, desen2, desen3 olarak adlandırılan desenlerin iletken yüzeylerinin alanları sırasıyla 12.09 cm<sup>2</sup>, 15.4 cm<sup>2</sup> ve 15.4 cm<sup>2</sup>'dir.









Şekil 3.8. Elektrik alanı yönlendirmek üzere alüminyum disk üzerinde kullanılan desenler; soldan sağa desen1, desen2, desen3.

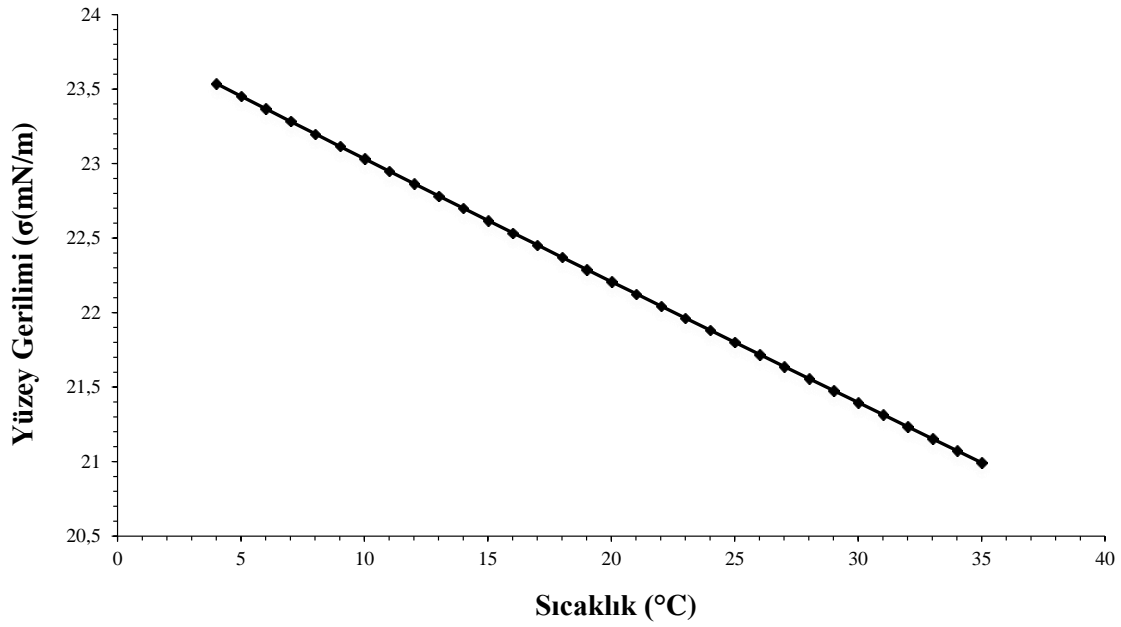
Her bir desen için, farklı elektrik alan döndürme hızlarında ön denemeler yapılmıştır. Elektrik alan döndürme hızı arttıkça, 3B yapıların koagülasyon banyosunun merkezine doğru odaklı bir şekilde toplandığı gözlemlenmiştir.

Aralık ayındaki ani hava sıcaklığı düşüşü ile birlikte EtOH'nin yüzey gerilimi artmış ve oda koşullarında örnek toplamak imkansız hale gelmiştir. Önce elektroğirme kabinin içi ısıtılmış fakat bu ısıtma çabuk ısınıp soğuyan EtOH'nin sıcaklığını yükseltmede yetersiz kalınca koagülasyon banyosuna konulan EtOH 40 °C'ye kadar ısıtılmıştır. Çizelge 3.2'de farklı elektrik alan döndürme hızlarında toplanan yapıların banyo sıcaklıkları ve işlem parametreleri verilmiştir.

Çizelge 3.2. Elektrik alan döndürmesi kullanılan cam petride toplanan yapıların üretiminde kullanılan ıslak elektroğirme parametreleri.

Desen	Voltaj (kV)	Akış Hızı (ml/s)	Mesafe (cm)	Desenin Dönme Hızı (rpm)	Banyo Sıcaklığı (°C)
 (desen0- fiziksel döndürme)	15	2	12	- 22.5	- ~25
				- 30	- ~30
				- 35	- ~35
				- 37.5	- ~40

 (desen 1)	15	2	12	-37.5 -45 -60	- ~25 - ~30 - ~35 - ~40
 (desen 2)	15	2	12	-37.5 -45 -60	- ~25 - ~30 - ~35 - ~40
 (desen 3)	15	2	12	-37.5 -45 -60	- ~25 - ~30 - ~35 - ~40



Şekil 3.9. Saf EtOH'nin sıcaklığa bağlı değişen yüzey gerilimi değerleri ([133]'deki veriler kullanılarak).

Fiberlerin, içi EtOH dolu koagülasyon banyosuna toplanması sırasında, alkol yüzeyinden petri dibine çöken fiber hüzmesinin (fiber jetinden dallanarak oluşan ve içerisinde yüzlerce fiber barındıran “fiber yarn”) EtOH içerisine toplanma davranışı, EtOH'nin ortam sıcaklığıyla birlikte değişen yüzey geriliminden etkilenmektedir. Ortam sıcaklığı oda sıcaklığının altına düştüğünde fiber hüzmesi, sıcaklıkla ters orantılı bir şekilde artan yüzey gerilimi nedeniyle EtOH içerisine penetre olamadan yüzeyinde birikmektedir. Şekil 3.9'da, EtOH'nin 4-35 °C arasındaki yüzey geriliminin değişim grafiği verilmiştir.

Isıtılan EtOH'nin düşen yüzey gerilimini aşabilen fiber demetleri, farklı desenler üzerinde elektrik alan yönlendirmesi ile cam petri banyoya toplanmıştır. Fakat ısıtılan EtOH dakikada yaklaşık 1 °C soğuduğu için, sıcaklığını muhafaza etmesi mümkün olmamıştır. Bu nedenle sıcaklık kontrollü bir koagülasyon banyosu tasarlanmış ve sonraki deneylere bu banyo ile devam edilmiştir.

Elektrik alan dönüşü ile elde edilen yapılar, EtOH'den arındırılarak oda sıcaklığında ve dondurarak kurutma cihazında (-80 °C) kurutulmuştur. Daha önceki düzenekte de gösterildiği üzere, oda sıcaklığında (25 °C) ve vakumda (37 °C) gece boyunca kurutulan örneklerin 3B yapısını kaybettiği, dondurarak kurutma cihazıyla kurutulan yapıların 3B yapısını koruduğu gözlemlenmiştir.

### 3.2.1.4. Koagülasyon Banyosu Olarak Sıcaklık Kontrollü Ceketli Silindirik Reaktör (R1) Kullanılması

Ortam sıcaklığından bağımsız olarak ıslak elektrodeleme yapılabilmesi için koagülasyon banyosunun sıcaklığını sabit tutacak bir düzeneğe ihtiyaç duyulmuştur. Standart ceketli silindirik cam reaktörün boyun kısmı kesilmiş ve koagülasyon banyosu R1 yapılmıştır. Reaktörün ceket giriş-çıkışlarına bağlanan termal sirkülatör yardımı ile banyo içerisindeki EtOH'nin sıcaklığı kontrol edilmiştir (Şekil 3.10).



Şekil 3.10. Sıcaklık kontrollü ıslak elektrodeleme düzeneği; sıcaklık kontrollü ceketli cam reaktör (sol), ceket içerisinde belirlenen sıcaklıkta su devridaim eden termal sirkülatör (sağ).

Mevcut sisteme, daha önceki deneylerde iğne ucunda kullanılan konik elektrodun yanı sıra, elektrodeleme jetinin cam reaktör içerisinden geçerek EtOH yüzeyine kadar rahatça yol alabilmesi için yine bakırdan bir halka elektrot eklenmiş ve reaktörün içerisine teflon bir şerit aracılığıyla yerleştirilmiştir (Şekil 3.10 (sol)). Halka elektroda bağımsız olarak gerilim verilebilmesi için, yüksek voltajlı güç kaynağına bağlı bir voltaj bölücü (Şekil 3.11) yapılmıştır [134].

Ön denemeler ile, ihtiyaç duyulan banyo kapasitesi belirlenerek, halka elektrodun reaktör içerisindeki uygun konumuna ve iğne ucu ile halka elektrod arasındaki mesafeye karar verilmiştir. İlk denemede, halka elektrot reaktörün ağız kısmına yerleştirilmiş ve iğne ucu ile elektrot arasında 6 cm boşluk bırakılmıştır. Halka elektrodun mevcut konumu, reaktörün tamamını EtOH ile doldurmayı gerektirmiştir. 500 ml kapasiteye sahip reaktörü

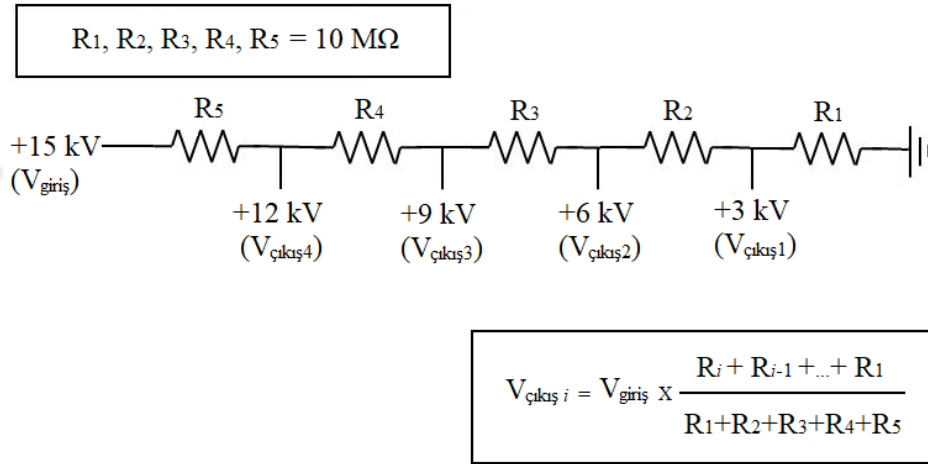
dolduracak kadar PCL yumağına ihtiyaç olmadığından, 1 cm genişliğindeki halka elektrod, 1.5 cm kalınlığa sahip bir teflon şerit yardımıyla reaktör içerisinde konumlandırılmıştır. EtOH yüzeyi ile halka elektrot üzerinde yaklaşık 1 cm'den fazla boşluk bırakıldığı takdirde, cam reaktörün iç duvarına ve halka elektrot üzerine toplanma gerçekleşmektedir. Bu nedenle halka elektrod, EtOH seviyesinin 5 mm üstüne yerleştirilmiştir. Halka elektroda voltaj bölücünden verilen gerilim 3 kV iken polimer jeti kararlıdır. Bu gerilim 6 kV'a çıkarıldığında toplanma halka elektrod üzerinde, gerilim 9 kV iken toplanma önce halka elektrod üzerinde, ardından cam reaktör duvarı ve reaktör dışında gerçekleşmiştir. İğne ucu ile halka elektrot arasındaki mesafe 6 cm'nin üzerine çıkarıldığında toplanma yine halka elektrod ve reaktör içerisine gerçekleştiğinden, bu mesafe değiştirilmemiştir. İğne ucunun konumu reaktör ağzına yakın fakat çok içeriye sarkmayacak şekilde seçilmiş, böylelikle toplanma sonunda örnek aktarımı için reaktörün bulunduğu konumdan kaldırılması kolaylaşmıştır.

Sonuç olarak, iğne ucu ile teflon şerit arasındaki mesafe 6 cm, halka elektrod ile EtOH yüzeyi arasındaki mesafe ise 5 mm olmak üzere iğne ucu ile EtOH arasındaki toplam mesafe 8 cm olarak belirlenmiştir. Yapılan ön deneyler sonucu; akış hızı 2ml/sa, ana voltaj 15 kV, halka elektrodun voltajı 3 kV ( $V_{\text{çıkış1}}$ ) olarak belirlenmiştir (Şekil 3.11).

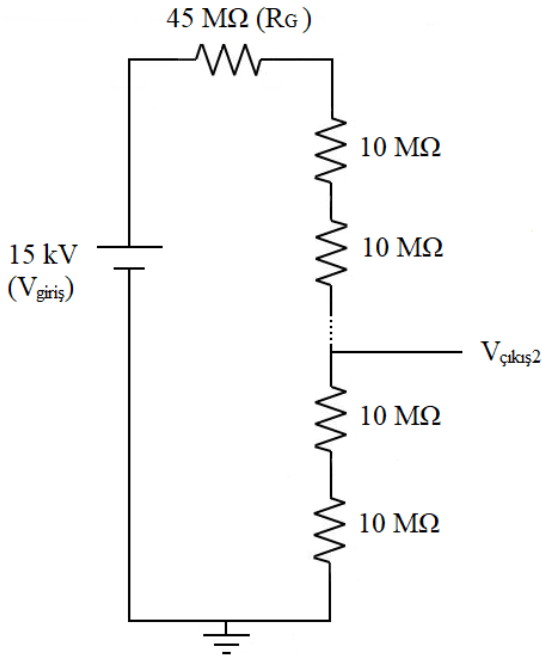


Şekil 3.11. 4 gerilim çıkışı olan voltaj bölücü (sol), 9 gerilim çıkışı olan voltaj bölücü (sağ) fotoğrafları.

Şekil 3.12’de görülen çıkış gerilimleri, çıkış gerilimi ucu ile topraklama arasında kalan dirençlerin toplamının, tüm devredeki dirençlerin toplamına bölümünün, giriş gerilimi ( $V_{giriş}$ ) ile çarpımından bulunur. İlerleyen çalışmalarda, daha dar aralıkta gerilim değeri çıkışları elde edebilmek için 10 adet  $10\text{ M}\Omega$  direnç içeren, 9 çıkışlı voltaj bölücü yapılmıştır.  $15\text{ kV}$  giriş gerilimi için alınan gerilim çıkışları teoride sırasıyla,  $13.5$ ,  $12$ ,  $10.5$ ,  $9$ ,  $7.5$ ,  $6$ ,  $4.5$ ,  $3$ ,  $1.5\text{ kV}$ ’dir. Islak elektroegirme işleminde, 9 çıkışlı voltaj bölücünde halka elektrodu beslemek için  $V_{çıkış2}$  ( $3\text{ kV}$ ) gerilim değeri kullanılmıştır.



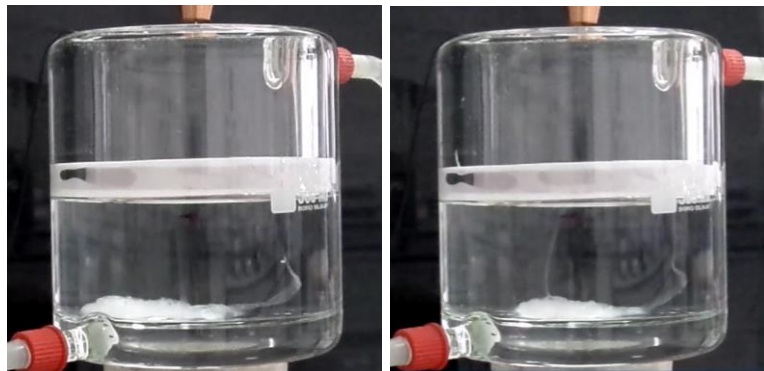
Şekil 3.12. 4 gerilim çıkışına sahip voltaj bölücünün devre şeması ve çıkış voltajının hesaplaması.



Şekil 3.13. Güç kaynağının çıkış empedansının dahil edilmesi ile devreden geçen akımın ve  $V_{çıkış2}$  geriliminin hesaplanması.

Gerilim bölücüden alınan  $V_{\text{çıkış}}$  gerilim değerleri, güç kaynağının çıkış empedansının (Gamma High-Voltage Research marka güç kaynağı ES30 modeli için  $45 \text{ M}\Omega$ ) voltaj bölücüler içerisindeki dirençlerin toplamına ( $50, 100 \text{ M}\Omega$ ) yakın olması nedeniyle düşüş göstermiştir. Şekil 3.13'deki devre şeması için Kirchoff kanunu kullanılarak yapılan hesaplamada, devreye  $15 \text{ kV}$  gerilim uygulandığında  $145 \text{ M}\Omega$  ( $45+100\Omega$ ) direnç üzerinden geçen akım  $103.4 \mu\text{A}$  ve  $V_{\text{çıkış2}}$  için gerilim değeri  $2.2 \text{ kV}$  olarak bulunmuştur. Teorik olarak hesaplanan  $3 \text{ kV}$  olan  $V_{\text{çıkış2}}$  değeri gerçekte  $2.2 \text{ kV}$ 'dir.

Koagülasyon banyosunun altındaki iletken alüminyum disk üzerine yalıtkan bantlar yardımıyla oluşturulan desenlerden (Şekil 3.8), desen2 (4 kanatlı helezonik desen) sıcaklık kontrollü cam reaktör için kullanılmaya devam edilmiştir. Farklı döndürme hızlarında ( $0 - 60 \text{ rpm}$ ) reaktör içerisine toplanan fiber hüzmeleri ve reaktör tabanında biriken 3B yapılar toplanma süresi boyunca, dijital bir kamera (WB200F 14.2MP, Samsung) yardımıyla, reaktöre  $115 \text{ cm}$  mesafede ve  $\times 7.4$  sabit büyütmede kaydedilmiştir. Farklı elektrik alan döndürme hızlarında yapılan çekimler incelenmiş, reaktör tabanında en odaklı ve merkezli toplanmanın olduğu hız olarak  $60 \text{ rpm}$  belirlenmiştir. Şekil 3.14'de  $0 \text{ rpm}$  (elektrik alan dönüşü kapatıldığında) ve  $60 \text{ rpm}$  döndürme hızlarında toplanan PCL yapıların 3.dk'daki ekran görüntülerinde  $60 \text{ rpm}$  elektrik alan döndürme hızında toplanan yapıların daha bir arada olduğu görülmektedir. Bu aşamadan sonra, desen2 ile  $60 \text{ rpm}$  döndürme hızında, koagülasyon banyosu içerisinde oda sıcaklığının altında ve üstünde örnekler toplanmıştır.



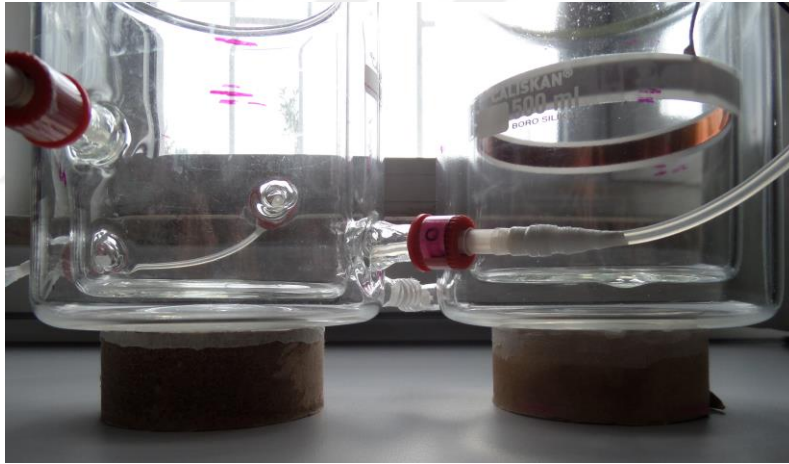
Şekil 3.14. 3 dk'lık PCL örneklerin  $0 \text{ rpm}$  (sol) ve  $60 \text{ rpm}$  (sağ) elektrik alan döndürme hızlarındaki görünüşleri.

Sıcaklık kontrollü reaktör R1'de üretilen yumaklara ait fiber morfolojilerinin homojen olmadığı anlaşılmış ve bu nedenle PCL'nin  $50:50$  olan DCM:DMF (v/v) çözücü oranları

değiştirilerek daha eş boyulu fiberler üretilmeye çalışılmıştır. Çözeltide, daha uçucu olan DCM'in oranı artırılarak, dielektrik sabiti yüksek olan DMF'in oranı düşürülmüştür. 70:30, 65:35 ve 60:40 (v/v) oranında hazırlanan DCM/DMF çözücü karışımları içerisinde yine aynı derişimde (%12 (w/v)) PCL çözeltileri hazırlanmış ve oda sıcaklığında, 100 rpm hızda, gece boyunca manyetik karıştırıcıda karıştırılmıştır. Seçilen 65:35 çözücü oranına sahip PCL çözeltileri ile 15 kV ana voltaj, 3 kV halka elektrot voltajı, 2ml/sa akış hızı olmak üzere farklı banyo sıcaklıklarında (25-5°C), sabit elektrik alan döndürme hızında (CW 60 rpm) örnekler toplanmıştır.

### 3.2.1.5. Sıcaklık Kontrollü ve Akışlı Ceketli Silindirik Reaktör (R2) Kullanılması

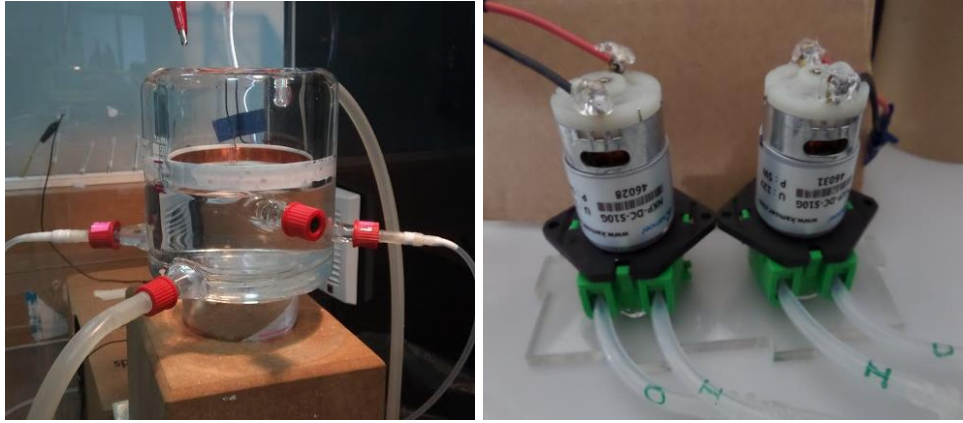
Koagülasyon banyosu altındaki elektrik alan dönüşünün banyoya toplanan fiber hüzmeleri üzerindeki etkisini arttırabilmek için, ceket kalınlığının 0.9 cm'den 0.2 cm'ye düşürüldüğü yeni bir cam reaktör (R2) yaptırılmıştır (Şekil 3.15 (sol)).



Şekil 3.15. R2 (sol) ve R1'in (sağ) ceket kalınlıklarını gösteren fotoğraf.

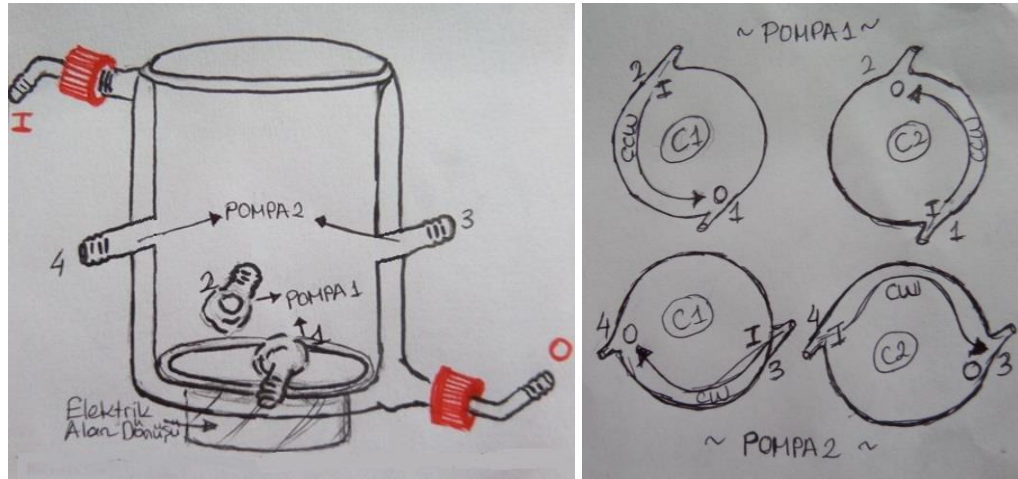
Aynı zamanda, fiberler üzerinde banyo içerisine toplanma ile eş zamanlı modifikasyonlar yapabilmek amacıyla, R2 banyosu içerisinde devridaim oluşturacak kanallar açılmıştır. Söz konusu kanallara silikon hortumlar aracılığıyla 2 adet peristaltik pompa (12 V – 80 ml/dk) bağlanmıştır (Şekil 3.16 (sağ)). Peristaltik pompalara, akış hızlarının 20-80 ml/dk aralığında ayarlanabilmesi için birer voltaj ayarlı kademeli adaptör bağlanmıştır.





Şekil 3.16. R2 koagülasyon banyosunun (sol) ve bağlı olan peristaltik pompaların (sağ) görüntüleri.

İmalat sırasında cam reaktörün ceket kısmı, banyo içerisine yerleştirilen halka elektrodun hemen altından ve tabana yakın kısmından olmak üzere iki farklı seviyede (üst/alt) karşılıklı olarak delinerek birbirine paralel giriş-çıkışlar oluşturulmuştur. Böylece banyonun sıcaklık kontrolü ile birlikte eş zamanlı olarak devridaim yapılması olanaklı hale gelmiştir. Söz konusu giriş-çıkışlara bağlanan peristaltik pompaların, banyo içerisinde oluşturduğu akış yönleri Şekil 3.17’de verilmiştir.



Şekil 3.17. R2'nin (sol) ve banyo içerisindeki akış yönlerinin (sağ) şematik gösterimi.

R2’de yapılan akış denemelerinde, öncelikle peristaltik pompaların akış hızları ayarlanmıştır. 12 V, 80 ml/dk akış hızı banyoya toplanan fiber hüzmelerini savurarak zarar verdiği için, hız her iki pompa için de en düşük voltaja (3V) ayarlanmıştır. Şekil 3.17 sağda görülen, pompa1 (P1) ve pompa2 (P2) akış yönleri (C1, C2) (Şekil 3.17 (sağ))

göz önünde bulundurularak aşağıda yer alan konfigürasyonlar oluşturulmuş, her bir akış konfigürasyonu için elektrik alan döndürme hızı ve yönü değiştirilmiştir.

- P1-C1: 0 rpm, saat yönü (CW) 30 rpm, saat yönünün tersi (CCW) 30 rpm,
- P1-C2: 0 rpm, CW 30 rpm, CCW 30 rpm,
- P2-C1: 0 rpm, CW 30 rpm, CCW 30 rpm,
- P2-C2: 0 rpm, CW 30 rpm, CCW 30 rpm,
- P1-C1+P2-C1: 0 rpm, CW 30 rpm, CCW 30 rpm,
- P1-C2+P2-C1: 0 rpm, CW 30 rpm, CCW 30 rpm,
- P1-C1+P2-C2: 0 rpm, CW 30 rpm, CCW 30 rpm,
- P1-C2+P2-C2: 0 rpm, CW 30 rpm, CCW 30 rpm.

Mevcut konfigürasyonlardan sadece P1-C1+P2-C2 CW 30 rpm koşullarında üretilen örneklerin banyo tabanında bir arada toplanabildiği, diğer durumlarda toplanan fiber hüzmelerinin banyo içerisinde oluşturulan akışın etkisinde savrulmuş ve incelmiş olduğu gözlemlenmiştir. Sonuç olarak yukarıda bahsedilen konfigürasyonlarda fiber hüzmelerinin akıştan etkilenerek zarar görmesi nedeniyle akış deneylerine devam edilmemiştir.

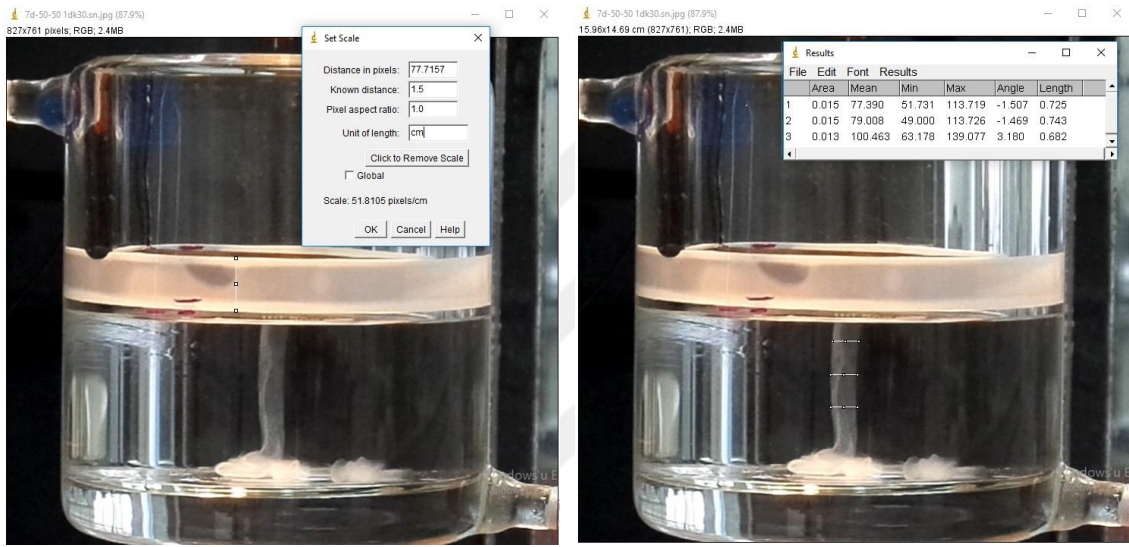
CCW 30 rpm elektrik alan döndürmesi kullanıldığında örneklerin akıştan bağımsız olarak daha dağınık toplandığı, elektrik alan döndürmesi kapatıldığında (0 rpm) ise örneklerin hacminde bir miktar artış olduğu belirlenmiştir. R2 banyosunun sıcaklığı yine oda sıcaklığından başlanıp, toplama yapılabilecek en düşük sıcaklığa kadar inilerek örnek toplanmıştır (25-5°C). Elektrik alan dönüş hızı ve yönünün fiber hüzmeleri üzerindeki etkisini daha detaylı incelemek üzere, her bir banyo sıcaklığında 0 rpm, CW 30 rpm, CCW 30 rpm, CW 60 rpm ve CCW 60 rpm elektrik alan döndürme hızlarında örnekler toplanmıştır.

Elektrik alanın etkisinin, R2'de inceltelen ceket kalınlığı nedeniyle artmasına dayanılarak, başlangıçta düşünülen sirkülasyon banyosu fikrinden farklı olarak sadece sıcaklık değişimi ile farklı elektrik alan döndürme hızlarının kullanılmasına odaklanılmıştır.

### 3.3. PCL Yumakların Karakterizasyonu

#### 3.3.1. Hüzme Çaplarının Ölçülmesi

R1 ve R2’de değişen EtOH banyosu sıcaklıklarında örnek üretimi sırasında çekilen videolardan 30 sn aralıklarla alınan ekran görüntülerinden ImageJ (NIH, A.B.D.) programı ile hüzme çapları ölçülmüştür. Videolardan alınan ekran görüntüsünden hüzme çapı ölçülürken, kalınlığı bilinen beyaz teflon şerit referans ölçek olarak kullanılmış ve seçilen zaman aralığındaki hüzme üzerinde 3 farklı yerden ölçüm alınmıştır (Şekil 3.18).



Şekil 3.18. Hüzme çapının ölçülmesi; teflon şerit kalınlığının ölçek olarak yazılıma tanıtılması (sol) ve hüzme üzerinde 3 farklı yerden ölçüm alınması (sağ).

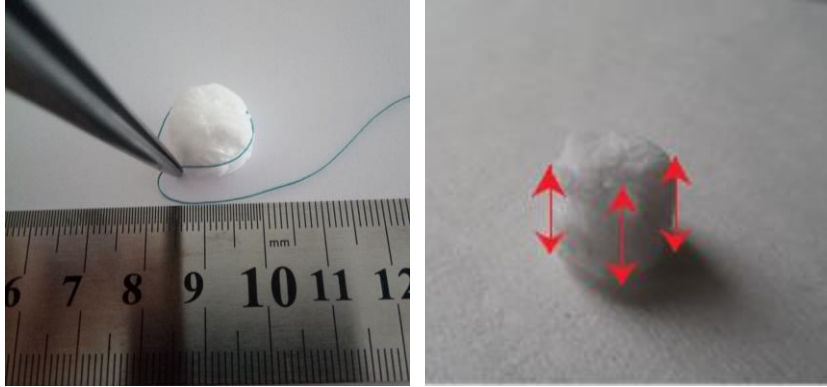
Her bir örnek için alınan ölçümlerin ortalaması ve standart sapması kaydedilerek zamana ve sıcaklığa bağlı grafik analizleri gerçekleştirilmiştir.

#### 3.3.2. Yumakların Boyutlarının Ölçülmesi ve Geometrik Faktör Hesabı

24-gözlü kültür kaplarında kalıplanarak kurutulmasına rağmen düzgün bir geometriye sahip olmayan PCL yumakların büyüklükleri, herhangi bir kesme işlemi (delgi ile veya sıvı azotta dondurarak) uygulandığında hacim kaybına uğraması nedeniyle el ile ölçülmüştür.

Her biri kendi içinde farklı çap ve yüksekliklere sahip yumakların çevresi, yumağın üst orta ve alt olmak üzere birbirine eşit mesafede 3 farklı yerinden, bir dikiş ipliği yardımıyla ölçülmüştür (Şekil 3.19.(sol)). Ölçülen her bir çevre için yumak çapı hesaplanarak,

çapların ortalaması alınmıştır. Yumağın yükseklikleri de birbirine eşit mesafede 3 farklı kenardan ölçülmüş ve 3 ölçümün ortalaması alınmıştır (Şekil 3.19.(sağ)).



Şekil 3.19. PCL yumakların çapının ve yüksekliğinin ölçülmesi.

Söz konusu yumaklar üzerinden yapılan ölçümler, ölçüm araçlarından kaynaklanan (örneğe dolanan ipin örnek yüzeyindeki girinti çıkıntılar nedeniyle örnek çevresini olduğundan fazla ölçmesi ile ipliğin ve örnek yüksekliğinin ölçüldüğü cetvelin yalnızca 0.5 mm hassasiyetinde olması) hatalar nedeniyle hacim olarak ifade edilemeyeceği için “geometrik faktör” adı verilen bir başka büyüklük tanımlaması kullanılmıştır. Geometrik faktör; yumağın ortalama çap ve yükseklik değerlerinin toplamına eşit olarak tanımlanmıştır.

### 3.3.3. Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) Analizleri

3B PCL yumakların morfolojik karakterizasyonları SEM (FEI Quanta 200 FEG, A.B.D.) ile yapılmıştır. İnceleme öncesinde iskeleler, 15 nm kalınlığında altın-paladyum ile kaplanmıştır.

R1 ve R2 banyolarında üretilen yumaklara ait fiber çapları ve gözenek boyutları, SEM görüntüleri üzerinden ImageJ yazılımı ile ölçülmüştür. Düşük büyütmedeki (x250, x500) R1’de 50:50 ve 65:35 çözeltilerinden üretilen örneklerden alınan SEM görüntülerinden ImageJ’de 15’er ölçüm alınarak gözenek çapları, 30’ar ölçüm alınarak fiber çapları hesaplanmıştır. Ayrıca, en düşük sıcaklıklardaki R1 50:50 7 °C ve R1 65:35 5 °C örnekleri için ve R2 banyosunda üretilen 25, 15 ve 5 °C’de üretilen tüm elektrik alan döndürme hızları için ayrıntılı SEM analizleri gerçekleştirilmiştir. Örneklerden kesilen hüzmeye yüzeyleri üzerinde seçilen 5 farklı bölgeden alınan 30’ar ölçüm ile gözenek çapı dağılımları bulunmuştur.

### 3.3.4. Mikro-CT ( $\mu$ -CT) Ölçümleri

3B PCL yumakların X-ışını mikrotomografi çalışmaları Hacettepe Üniversitesi İleri Teknolojiler Uygulama ve Araştırma Merkezi (HÜNİTEK) bünyesinde kurulu  $\mu$ -CT (Bruker SkyScan 1272, Belçika) tarayıcı kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Tarama öncesinde numuneler çift taraflı yapışkan bant kullanılarak alüminyum tutucular üzerine yerleştirilmiştir.

Tarama öncesinde numuneler çift taraflı yapışkan bantlar kullanılarak alüminyum tutucular üzerine yerleştirilmiştir. Numunelerin hassas doğaları gereği donanımın elverdiği en düşük X-ışını enerji seviyelerinde çalışılmıştır. Taramalar 30 kV kaynak gerilimi, 45  $\mu$ A kaynak akımı, 0.3 ° döngü adımı ve 625 ms pozlama süresi koşullarında elde edilmiştir. Taramada alınan piksel büyüklüğü her bir tarama için yaklaşık ~21  $\mu$ m'dir. Elde edilen ham verisetleri, InstaRecon platformunda sanal kesitlere dönüştürülmüştür. Sanat kesitler CTAn yazılımı kullanılarak ilgi hacmi (volume of interest, VOI) belirlenmiş ve eşikleme (thresholding) işlemlerinin ardından, farklı banyo sıcaklıkları (25 ve 5 °C) ve elektrik alan dönüş hızlarında (0 ve CW 60 rpm) üretilmiş yumakların toplam gözeneklilik ve gözenek çapı dağılımları hesaplanmıştır.

### 3.3.5. İstatistiksel Değerlendirme

R2 banyosunda 25, 15 ve 5 °C banyolarda 0, CW 30 ve CW 60 rpm elektrik alan döndürme hızlarında üretilen örneklerin (n=4) hüzme çaplarının ve geometrik faktörlerinin istatistiksel incelemeleri, Excel veri çözümüleme eklentisi kullanılarak yapılmıştır. Varyans analizleri (ANOVA) yapıldıktan sonra gruplar arası karşılaştırma eşit veya farklı varyans varsayımı ile t-test kullanılarak yapılmıştır. Sonuçlar ortalama değer ve standart sapma şeklinde verilmiştir. Değerlendirmede, istatistiksel olarak anlamlı fark olarak kabul edilen durum  $p < 0.05$  olarak kabul edilmiştir.

## 4. SONUÇLAR VE TARTIŞMA

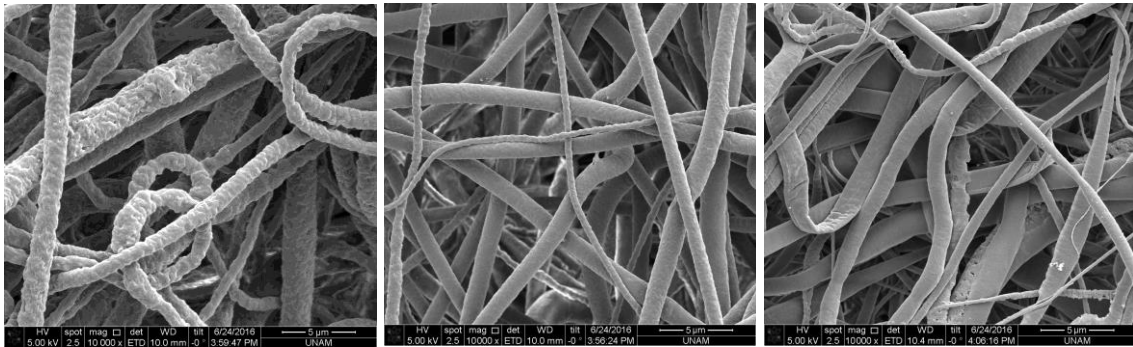
### 4.1. Cam Petri Koagülasyon Banyosunun Yatay Ekseninde Döndürülmesiyle Üretilen Yapılar

Cam petrinin Al disk üzerinde farklı dönüş hızlarında (15 rpm, 22.5 rpm, 30 rpm, 37.5 rpm, 45 rpm ve 60 rpm), iğne ucu ile EtOH yüzeyi arasında 18 cm toplama mesafesinde, 15 kV sabit voltajda ve 1 ml/sa akış hızında elde edilen PCL yapıların SEM görüntüleri aşağıda verilmiştir.



Şekil 4.1. 15 rpm (sol), 22.5 rpm (orta), 30 rpm (sağ) hızda döndürülen koagülasyon banyosu içerisinde, 18 cm mesafede üretilen PCL fiberlerin SEM görüntüleri (x 10000).

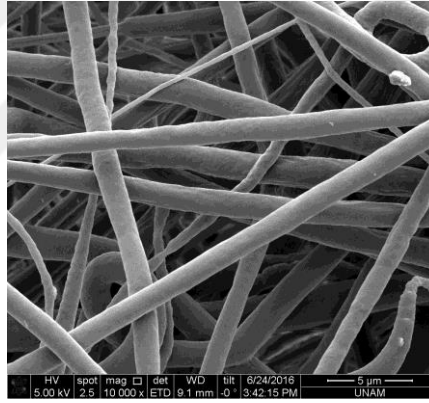
30 rpm ve üzerindeki döndürme hızlarında, merkezkaç kuvvetinin artmasıyla beraber alüminyum disk üzerine sabitlenen petri yalpalamaya başlamış ve içeriye toplanan fiber hüzmesi petrinin kenarlarına doğru dağılmıştır. Şekil 4.2’de 60 rpm’de döndürülen banyoda, yüksek hızdan dolayı fiberlerin yassı bir morfoloji kazandığı görülmektedir.



Şekil 4.2. 37.5 rpm (sol), 45 rpm (orta), 60 rpm (sağ) hızda döndürülen banyo içerisinde, 18 cm mesafede üretilen PCL fiberlerin SEM görüntüsü (x 10000).

Özellikle 15, 22.5, 30 ve 37.5 rpm döndürme hızlarında yoğun olarak fiber yüzeylerinin pürüzlü olduğu görülmektedir (Şekil 4.1 ve 4.2). Yüksek banyo döndürme hızlarında (45, 60 rpm) merkazkaç kuvvetinin etkisiyle fiber yüzeyi üzerinde kalan fazla çözücü (DCM/DMF) EtOH içerisinde daha hızlı dağılacığından, elde edilen fiberlerin yüzeyinin daha düzgün olduğu düşünülmektedir.

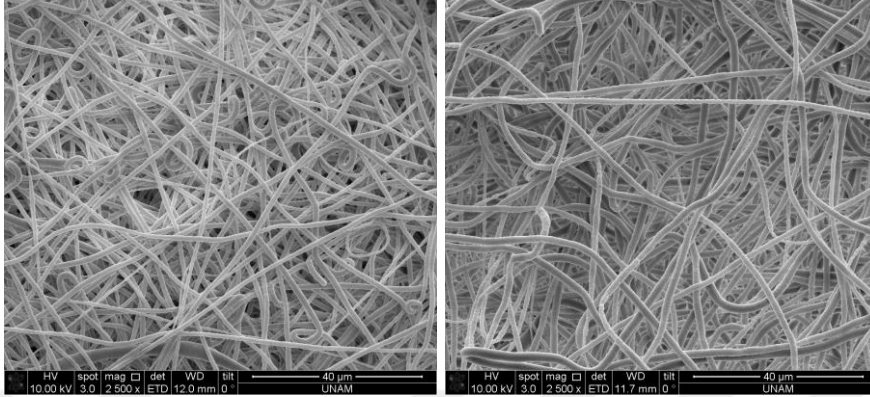
Islak elektroçirime işleminde sırasında petri banyosuna toplama yapılırken elektroçirime jetinin stabil kalması için iğne ucu-banyo mesafesini mümkün olduğu kadar azaltmak ve petriyi tamamen EtOH ile doldurmak gereklidir. Bu nedenle, iğne ucu ile EtOH yüzeyi arasındaki mesafe 10 cm'ye indirilmiştir. Petrinin alüminyum disk üzerinde 22.5 rpm dönüş hızı, 15 kV voltaj, 1ml/sa akış hızı ve 10 cm mesafede elde edilen fibröz yapılar Şekil 4.3'deki verilmiştir. SEM görüntüleri üzerinden ImageJ ile alınan 30 fiber çapı ölçümünün ortalaması  $1.44\pm 0.39$   $\mu\text{m}$  olarak bulunmuştur.



Şekil 4.3. 22.5 rpm hızda döndürülen koagülasyon banyosu içerisinde, 10 cm mesafede üretilen PCL fiberlerin SEM görüntüleri (x 10000).

EtOH'nin yüzey geriliminin ortam sıcaklığına bağlı olarak değişmesi nedeniyle, EtOH içerisinde dibe çöken fiber hüzmeleri farklı toplanma davranışları göstermiştir. Şekil 4.4'de, oda sıcaklığına yakın EtOH'ye toplanan “ince ve helezonik” morfolojideki fiber demetlerinden elde edilen fibröz yapıların ve oda sıcaklığından düşük sıcaklığa sahip EtOH içerisine toplanan “geniş ve yelpazemsi” fiber demetlerinden oluşan yapıların SEM görüntüleri yer almaktadır. ImageJ ile yapılan ölçümlerde fiber çapları sırasıyla  $1.28\pm 0.17$   $\mu\text{m}$  ve  $1.66\pm 0.21$   $\mu\text{m}$  olarak bulunmuştur. Oda sıcaklığının üzerinde daha düşük EtOH yüzey geriliminde toplanan hüzmeler yüzeyden dibe çöktüğü için elektrik alanın çekme etkisi altında bir miktar daha gerilmiş ve çapları az da olsa düşmüştür. Banyo sıcaklığı oda sıcaklığının altına düştüğünde ise artan yüzey geriliminin etkisiyle

fiber hüzmeleri petrinin merkezinde EtOH yüzeyine değdikten sonra kenara doğru yüzerek yerçekimin etkisi ile dibe çökmüş ve elektrik alan çekimi tarafından daha az esnetildikleri için çapları bir miktar daha yüksek kalmıştır.



Şekil 4.4. İnce fiber hüzmesinden (sol) ve geniş fiber hüzmesinden (sağ) elde edilen fibröz yapılar (x 2500).

Fiberler arası mesafeler Şekil 4.4'deki SEM görüntüleri üzerinden ImageJ ile 15'er ölçüm alınarak bulunmuştur. İnce hüzmeye ait fiberler arası genişlik  $11.89 \pm 1.61 \mu\text{m}$  ve geniş hüzmeye ait fiberler arası genişlik  $24.21 \pm 2.5 \mu\text{m}$  olarak ölçülmüştür. Söz konusu örnekler oda koşullarında kurutulmuş olmasına rağmen, fiberler arası mesafe 2 kattan fazla artış göstermiştir. Sonuç olarak EtOH sıcaklığındaki değişimin, fiber hüzmesini ve elde edilen fibröz yapıların gözenekliliğini etkilediği öngörülmüştür. Söz konusu etki daha sonra kullanılan sıcaklık kontrollü koagülasyon banyolarında detaylı olarak incelenmiştir. Sıcaklık kontrollü banyoya geçiş aşamasında mevcut sistemde, iğne ucuna konik elektrot eklenmesi ve banyoda fiziksel döndürmeden bağımsız bir elektrik alan dönüşü ile toplanma yapılmasına yönelik değişiklikler yapılmıştır.

Öncelikle ortam koşullarından sıklıkla etkilenen polimer jetini kararlı hale getirebilmek ve daha kısa sürede daha fazla miktarda örnek toplayabilmek için iğne ucuna bakır konik elektrot eklenmiştir. Konik elektrot ile birlikte polimerin akış hızı ve iğne ucu ile banyo arası mesafe tekrar ayarlanmıştır. Konik elektrot iğne ucundaki Taylor konisinden çıkan jeti uzattığı için eş zamanlı olarak eğirme mesafesi ve akış hızı bir miktar arttırılmıştır. Şekil 4.5'de konik elektrot ile akış hızının 1, 1.5 ve 2 ml/sa, mesafenin 12 cm'ye çıkarıldığı örneklerin SEM görüntüleri verilmiştir. 1ml/sa eski akış hızına oranla 1.5 ve 2 katına çıkarılan akış hızları sonucu beklendiği üzere fiber çapları da yaklaşık 1.5 ve 2 katına artmış, 30 ölçümün ortalamaları sırasıyla  $2.77 \pm 0.95$  ve  $3.33 \pm 0.71 \mu\text{m}$  olarak



bulunmuştur. 1ml/sa akış hızında toplanan örneğin fiber çapı ortalaması  $1.44 \pm 0.39$ 'dan  $2.03 \pm 0.83 \mu\text{m}$ 'ye yükselmiştir. Akış hızı, daha eş boylu dağılıma sahip mikron boyutta fiberlerin daha geniş gözenek boyutlarına sahip olması nedeniyle, 2 ml/sa olarak tercih edilmiştir.




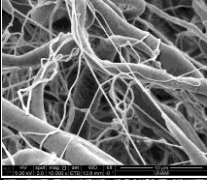

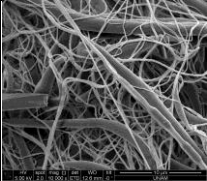



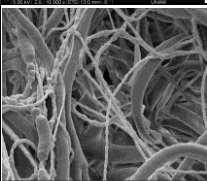



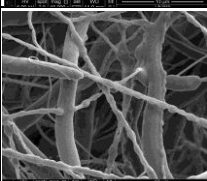

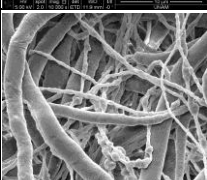

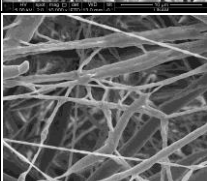
Şekil 4.5. İğne ucunda konik elektrot ile sırasıyla 1 ml/sa, 1.5 ml/sa ve 2 ml/sa akış hızlarında ve 12 cm mesafede üretilen fiberlerin SEM görüntüleri (x 2500).


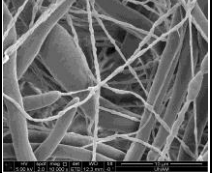

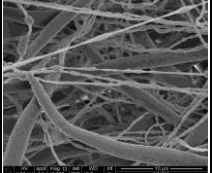
#### 4.2. Cam Petri Yerine Elektrik Alanın Döndürülmesiyle Üretilen Yapılar

Petrinin üzerine sabitlendiği ve toplayıcı görevi gören alüminyum diski fiziksel olarak döndürmek yerine, üzerinde çeşitli desenler oluşturularak, dönen desen sayesinde elektrik alan yönlendirmesi sağlanmıştır. Deneysel kısımda belirtildiği üzere, hava sıcaklığındaki ani düşüşe bağlı olarak EtOH'nin yüzey geriliminin yükselmesi nedeniyle, banyoya toplama işleminin gerçekleştirilebilmesi için EtOH ısıtılmıştır. 5'er dk toplanan örnekler 24 gözlü kültür kaplarına alınarak, dondurarak kurutma, vakum altında kurutma ve oda sıcaklığında kurutma işlemleri yapılmıştır.

Çizelge 4.1'de başlangıç sıcaklığı  $25^{\circ}\text{C}$  olan EtOH içerisine, desen1 ve desen2 ile toplanan yapıların farklı kurutma koşullarında elde edilen fiber çapları ve SEM görüntüleri yer almaktadır. Desen3 ile desen2 arasında herhangi bir fark gözlemlenmediği için çizelgeye koyulmamıştır. SEM görüntülerinden ImageJ programı ile fiber çapları, her bir görüntüden 30 fiber ölçülerek hesaplanmış, çapların ortalamaları, standart sapmaları, en küçük ve en büyük değerleri verilmiştir. Elektrik alan döndürme hızı 37.5 rpm'den 60 rpm'e çıkarıldığında artan elektrik alan şiddeti nedeniyle fiber çapında görece düşüş olduğu gözlemlenmiştir. Ayrıca beklendiği üzere, dondurarak kurutma cihazında kurutulan yapıların, vakum altında ve oda sıcaklığında kurutulanlara göre daha geniş gözenek yapısına sahip olduğu görülmektedir.

Çizelge 4.1. Desen1 ve desen2'nin döndürme hızı, kurutma koşulları, fiber çapı dağılımı (minimum, maksimum, ortalama çap ve standart sapma) ve fiber morfolojisi bakımından karşılaştırılması (SEM görüntüleri x 10000).

Desen	Dönme Hızı	EtOH (°C)	Kurutma Koşulları	Min. çap (µm)	Maks. çap (µm)	Ort. (µm)	SS (µm)	SEM görüntüsü
	37,5	26	DK	0.145	3.444	1.131	1.058	
	60	25	DK	0.157	1.793	0.775	0.576	
	37,5	25	VK	0.157	2.854	1.096	0.826	
	60	25	VK	0.141	3.103	1.033	0.885	
	37,5	25	DK	0.141	5.847	1.44	1.282	
	60	25	DK	0.079	2.626	0.961	0.889	
	37,5	25	VK	0.141	3.594	1.506	0.969	
	37,5	40	FD	0.158	5.642	1.466	1.354	

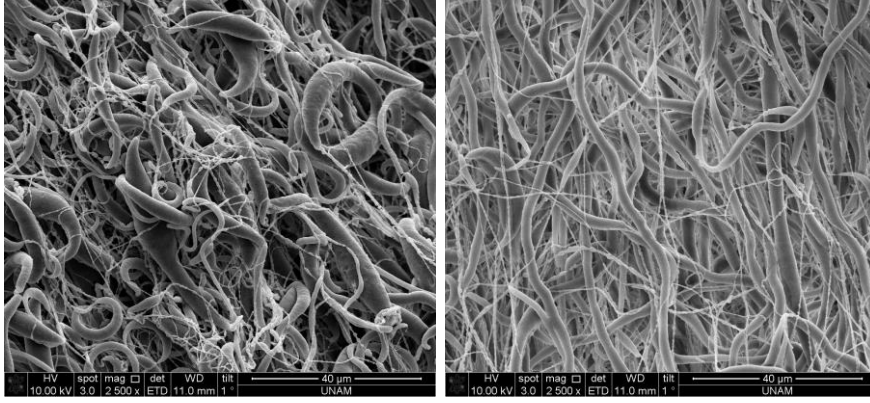
	37.5	25	DK	0.141	5.17	1.606	1.362	
	60	30	DK	0.157	2.773	0.92	0.829	

Yapılara ait fiber morfolojilerinin genel olarak iki farklı çap dağılımına sahip olmasının nedeni hava sıcaklığı ve nemin, ıslak elektroçirime işlemi sırasında koagülasyon banyosu içerisindeki EtOH'nin yüzey gerilimi ve buharlaşma hızına doğrudan etkisidir. Alüminyum disk (desen0) üzerinde petrinin fiziksel olarak döndürüldüğü tarihlerde hava sıcaklığı ortalama 29 °C, nem ise %25 civarında iken, desenler kullanılarak yapılan elektrik alan döndürmesi ile yapılan deneyler ortalama hava sıcaklığı -2 °C ve nem %65 iken gerçekleştirilmiştir ve ıslak elektroçirime kabinin içi 20 °C'nin üzerine çıkarılmamıştır. EtOH sıcaklığının 20 °C'nin altına düşmesiyle birlikte yüzey gerilimi artışının ve havadaki nem oranının artmasıyla birlikte EtOH yüzeyinde su buharı oluşmasının, fiber morfolojisini olumsuz yönde etkilediğini söylemek mümkündür. Yüzey gerilimini düşürmek için ısıtılan EtOH'nin sıcaklığı ıslak elektroçirime sırasında dakikada yaklaşık 1 °C azalmış ve soğurken dışarıya verdiği ısı, havadaki yüksek nem oranı ile etkileşerek yoğunlaşmayı tetiklemiştir. Bu durumun sığ petri kabı içerisine toplanan fiberlerin morfolojisini bozduğu düşünülmektedir.

### 4.3. Sıcaklık Kontrollü Koagülasyon Banyosunda (R1) Islak Elektroçirime Çalışmaları

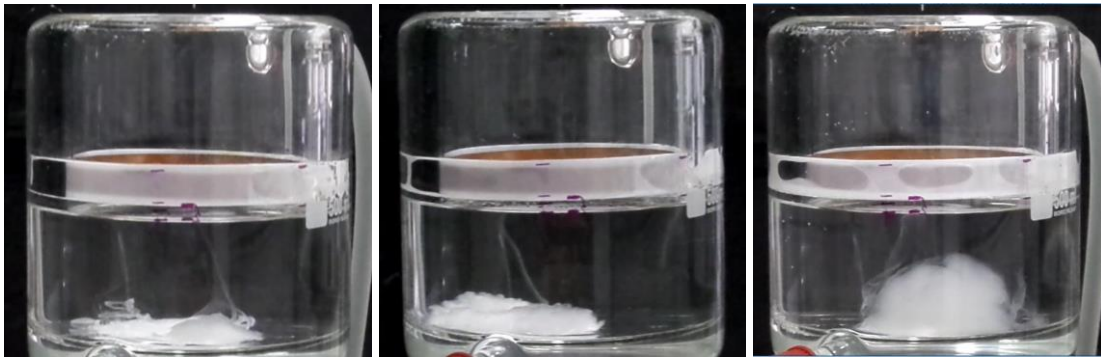
#### 4.3.1. 50:50 DCM:DMF Çözücü Oranına Sahip PCL Çözeltisi ile Yapılan Çalışmalar

Cam petride homojen fiber morfolojisinin elde edildiği 1, 1.5 ve 2 ml/sa PCL akış hızları R1'de de denenmiş olup 1 ve 1.5 ml/h akış hızı toplama için yetersiz kalmış, 2 ml/sa akış hızı tercih edilmiştir. Şekil 4.6'da verilen SEM görüntülerinden de anlaşıldığı üzere 2 ml/sa akış hızında toplanan fiberler ikili fiber çapına sahip olmasına rağmen morfolojileri daha düzgündür.



Şekil 4.6. 50:50 çözücü oranındaki PCL çözeltisinden, iğne ucunda konik elektrot varlığında 25 °C R1 banyosuna toplanan fiberlerin 1.5 ve 2 ml/sa akış hızlarındaki SEM görüntüleri (x 2500).

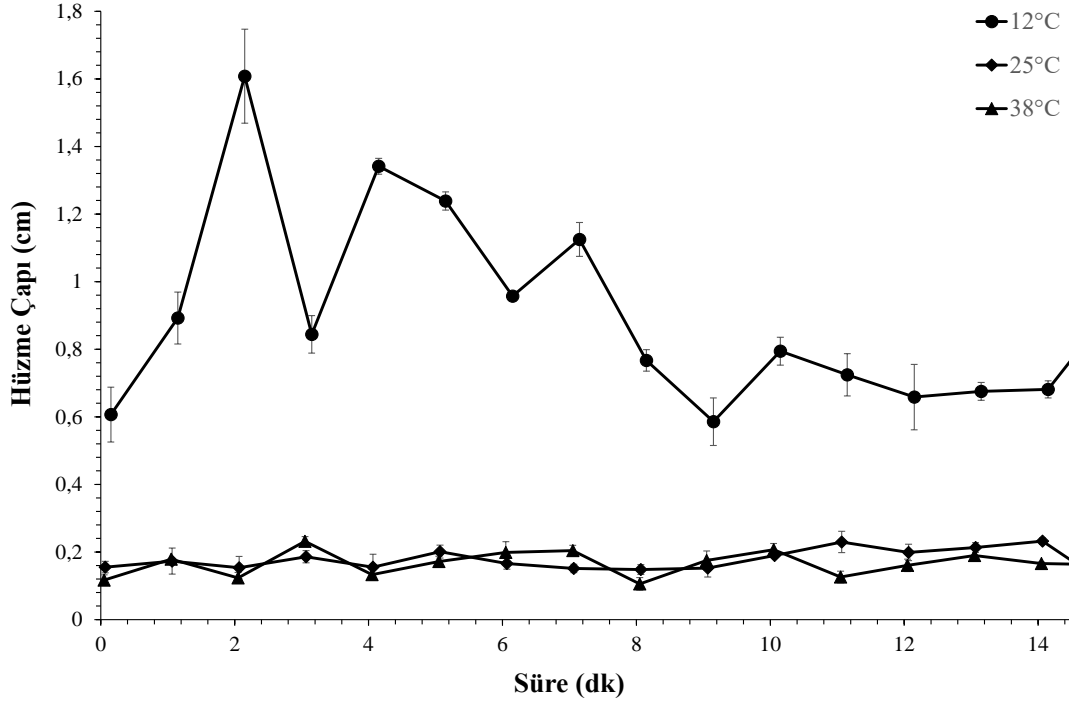
Sabit ana voltaj (15 kV), halka elektrod voltajı (2.2 kV) akış hızı (2 ml/sa), elektrik alan döndürme hızı (CW 60 rpm) ve farklı banyo sıcaklıklarında (11–47°C) yapılan çalışmalarda, sıcaklık azaldıkça EtOH içerisine toplanan fiber hüzmesinin çapının arttığı ve bu artışın banyo içerisine toplanan fibröz yapıların hacminin artmasına yol açtığı gözlemlenmiştir. 38, 25 ve 12°C banyo sıcaklıklarında toplanan PCL yumakların 15 dk toplama süresi sonunda reaktör içerisindeki görünüşleri Şekil 4.7’de verilmiştir. Sıcaklık azaldıkça örnek hacminin arttığı açıkça görülmektedir. İlk ölçüm hüzmenin reaktörde dibe çöktüğü an olmak üzere 15 dk boyunca 1’er dk aralıklarla hüzme ölçümü alınmıştır. Hüzme çapı ölçümünün ayrıntıları, Deneysel Çalışmalar 3.3.1 başlığı altında verilmiştir.



Şekil 4.7. Soldan sağa sırasıyla, 38, 25 ve 12°C banyo sıcaklıklarında 15 dk toplanan PCL yumakların görüntüleri.

38, 25 ve 12°C banyo sıcaklıklarında hüzme çaplarının zamana bağlı değişimi, Şekil 4.8’deki grafikte verilmiştir. Grafığe göre 38°C ve 25°C banyolardaki hüzme çapları birbirine yakın seyrederken, 12°C’deki hüzme çapları en az 3 kat ve üzerinde artış

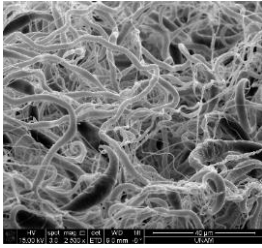
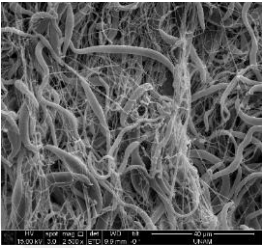
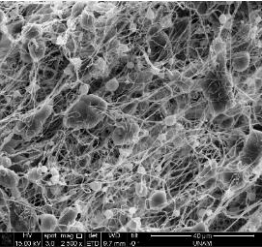
göstermiştir. Düşük banyo sıcaklıklarında, artan hüzmeye kalınlıklarının değişkenlikleri de artmaktadır. EtOH'nin artan yüzey gerilimi hüzmelerin yassı ve geniş bir morfoloji almalarını sağlamaktadır. Aynı açıdan yapılan video çekimlerinde, yüzeyden dibe çöken hüzmelerin hep aynı geniş yüzünden ölçüm alınmadığı için yapılan ölçümlerin değişkenliği de artmıştır. Çizgi grafik üzerinde gösterilen hata çubukları her 1 dk sonunda 3 defa alınan hüzmeye çapı ölçümlerinin standart sapmalarını göstermektedir.



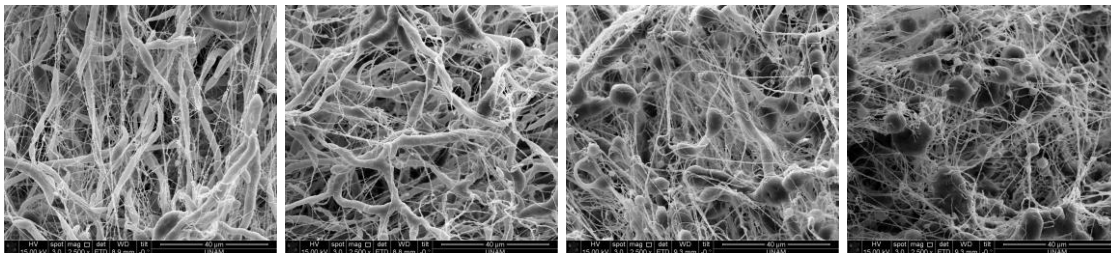
Şekil 4.8. 38, 25 ve 12°C banyo sıcaklıklarına ait hüzmeye çaplarının zamana bağlı değişimi.

Çizelge 4.2'de 12 °C, 25 °C ve 38 °C 'deki R1'e toplanan PCL yumaklara ait fiberlerin çap dağılımları ve 2500 büyütmedeki SEM görüntüleri verilmiştir. R1'e toplanarak dondurarak kurutma cihazı ile kurutulan yumakların SEM görüntüleri kıyaslandığında, banyo sıcaklığı azaldıkça fiberler arası mesafenin genişlediği görülmektedir. Şekil 4.7'de verilmiş ekran görüntüleri ile birlikte ele alındığında, düşük sıcaklıktaki yumağın hacim artışının, hüzmeye çapı ve buna bağlı olarak fiberler arası mesafenin artmasının sonucu olduğu düşünülmektedir.

Çizelge 4.2. 50:50 çözücü oranındaki PCL çözeltisinden farklı banyo sıcaklıklarında R1'e toplanan yumaklara ait fiberlerin çap değerleri ve SEM görüntüleri (x 2500).

Dönme Hızı (rpm)	EtOH Sıcaklı. (°C)	Min. çap (µm)	Maks. çap (µm)	Ortalama çap (µm)	SS (µm)	SEM görüntüsü
60	12	0.522	4.841	2.155	1.227	
60	25	0.142	5.702	1.645	1.340	
60	38	0.142	10.354	2.833	0.142	

Banyo sıcaklığının artmasıyla birlikte fiber çapında azalma gözlenmiştir. Yapılan SEM analizinde, banyo sıcaklığı 30 °C ve üzerine çıktığında fiberlerin yüzey pürüzlülüğünün arttığı ve fiberler arasında boncuklanma benzeri yapıların olduğu görülmüştür (Şekil 4.9). Söz konusu boncuklanmalar Çizelge 3.4'de 38 °C'de görüldüğü üzere fiber çaplarında artışa neden olmuştur.



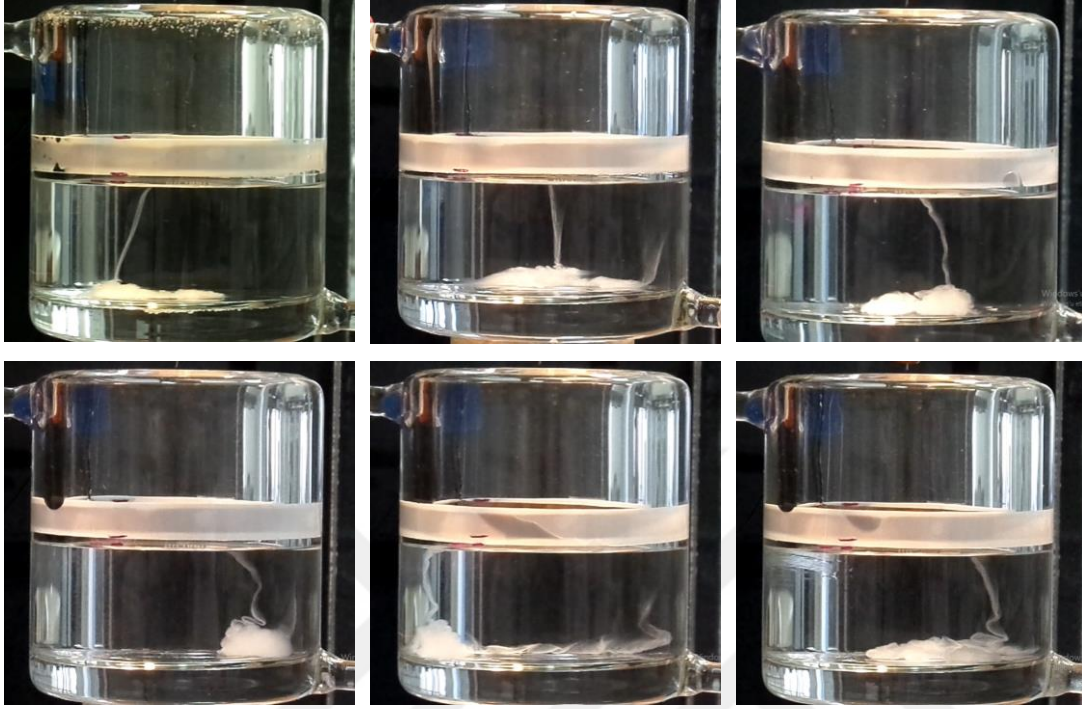
Şekil 4.9. 50:50 çözücü oranındaki PCL çözeltisinden 30, 33, 36 ve 39 °C banyoya toplanan fiberlerin SEM görüntüleri (x 2500).

Sıcaklık kontrollü koagülasyon banyosu R1, cam petride olduğu gibi ısıtılan EtOH'nin hızlı soğumasını engellemekte, reaktörün iç duvarlarında ortam sıcaklığı ile banyo sıcaklığı arasındaki farktan kaynaklanan yoğuşmanın tetiklenmesi çok daha düşük sıcaklıklarda olmaktadır. Yukarıda farklı banyo sıcaklıklarında yapılan deneyler, ortam sıcaklığı 19 °C ve bağıl nem %50'nin üzerinde yapılmış, en fazla 12 °C banyo sıcaklığına inilebilmiştir. Ortam sıcaklığı 20-25 °C civarında ve ortamın bağıl nemi %35'in altındayken tekrarlanan sıcaklık deneylerinde R1'in sıcaklığı, banyonun iç duvarlarında yoğuşma oluşmadan 7 °C'ye kadar indirilebilmiş, ve ıslak elektroegirme işlemi sorunsuz bir şekilde gerçekleştirilmiştir. Oda sıcaklığı ve altındaki banyo sıcaklıkları için tekrarlanan deneylerde, daha önce 15 ve 5'er dk toplanan örneklerin üretim süresi, örnekler 24 gözlü kültür kabında taşmayacak şekilde ayarlanarak, 3 dk'ya indirilmiştir. Örnekler banyo içerisinden çapı 6 cm olan bir kepçe yardımıyla alınarak içinde bir miktar EtOH olan 25 ml'lik behere boşaltılmış, ardından dikkatlice 24 gözlü kaba aktarılmıştır. Dondurarak kurutma öncesi EtOH'nin yapılardan uzaklaştırılması, yumaklara temas etmeyecek şekilde kuyucuğun kenarından 27 g dental enjektör iğnesi kullanılarak yapılmıştır.

Elektroegirme kabini içerisinde deneyler, %31-36 bağıl nem ve 21-24 °C sıcaklık aralığında gerçekleştirilmiştir. Banyo sıcaklığı; 25, 15, 10, 9, 8 ve 7 °C'de PCL yumaklar üretilmiştir. Banyo sıcaklığı en fazla 7 °C'ye indirilebilmiştir, altındaki sıcaklıklarda EtOH'nin artan yüzey gerilimi ve R1'in iç duvarlarındaki yoğuşma nedeniyle fiber hüzmeleri dibe çökmemiştir. 7 °C banyoya örnek toplandığında, ortamın nemi %36 ve ortam sıcaklığı 21 °C iken, 15'er dk'luk sıcaklık ön çalışmalarındaki en düşük egirme yapılabilen sıcaklık olan 12 °C'deki banyoya örnek toplanırken ortamın nemi %53, ortam sıcaklığı 19 °C'dir. Ortamdaki bağıl nem oranının artması, banyo içerisine örneğin toplanabildiği en düşük sıcaklığı yükseltmektedir.

Şekil 4.10'da, 25, 15, 10, 9, 8 ve 7 °C'deki banyolara toplanan örneklerin 3. dk'daki ekran görüntüleri verilmiştir. 15 °C'nin altındaki banyo sıcaklıklarında hüzmeler EtOH yüzeyinde yüzme eğilimi göstermiştir. 8 °C banyoya toplanan hüzmeler banyo kenarına doğru yüzerek kadrajdan çıktığı için çapı ölçülememiştir (Şekil 4.16'daki grafikte kırmızı çarpı ile gösterilmiştir). Şekilde görüldüğü üzere 10 °C'nin altındaki banyo sıcaklıklarında EtOH yüzeyinden dibe çöken fiber hüzmeleri banyonun merkezinden sapmaya başlamıştır, yani hüzmeler bu sıcaklıklarda yüzme eğilimindedir. Söz konusu

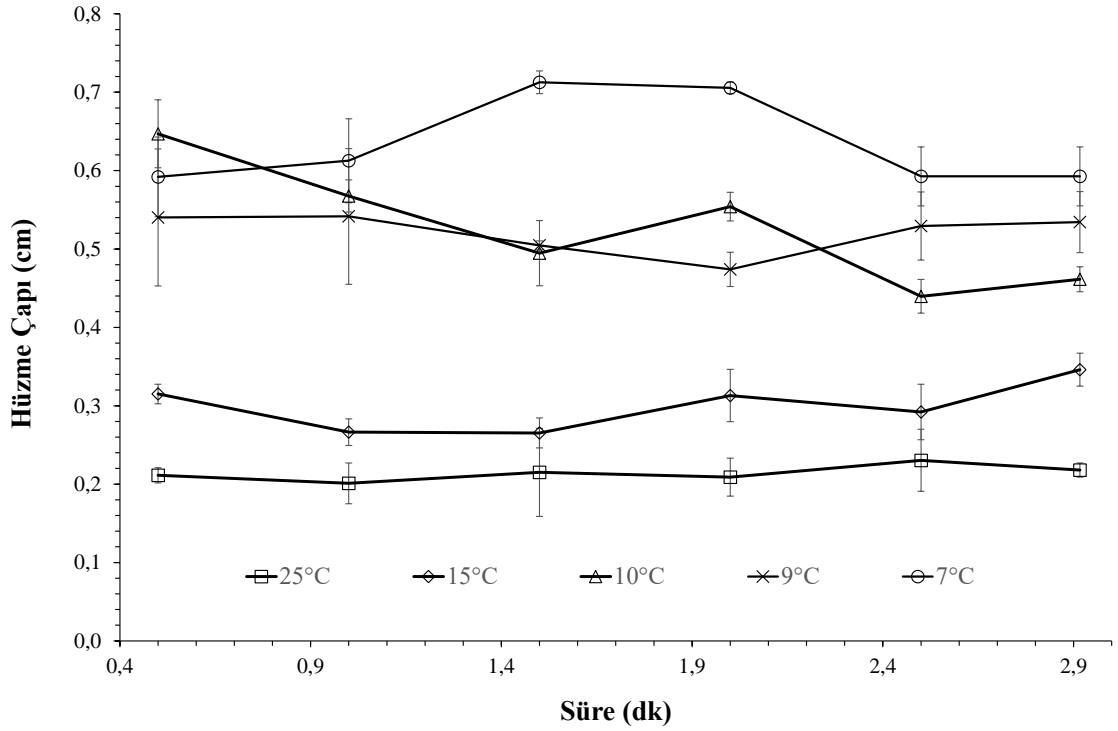
eğilim fiberler arası mesafeyi arttırarak toplanan yumakların hacminin genişlemesine neden olmaktadır.



Şekil 4.10. 50:50 çözücü oranındaki PCL çözeltisinden, soldan sağa sırasıyla 25, 15, 10°C (üst sıra) ve 9, 8, 7°C (alt sıra) R1 banyosuna toplanan örneklerin 3. dk ekran görüntüleri.

Şekil 4.11'deki grafikte, 25, 15, 10, 9 ve 7 °C banyo sıcaklıklarında 3'er dk toplanan yumaklardan toplanma süresince çekilen videolardan, 30 sn arayla alınan hüzme çapı ölçümleri verilmiştir. Banyo sıcaklığının düşüşü ile beraber hüzme çapları artış göstermiştir. Hemen her banyo sıcaklığında EtOH'ye toplanan hüzmeler az bir mesafe de olsa EtOH yüzeyinde yüzme eğiliminde olduğu için, çaplarının değişim oranı da yer yer artmaktadır. 3 dk boyunca alınan hüzme çapı ölçümlerinde görülen değişim 10 °C ve altında artmıştır, nedeni genişleyen hüzmelerin belli açıdan yapılan video çekimlerinde hep aynı geniş yüzünün görülememesidir. Grafik üzerinde gösterilen hata çubukları her 30 sn'de bir alınan 3 ölçümün standart sapmalarını göstermektedir.





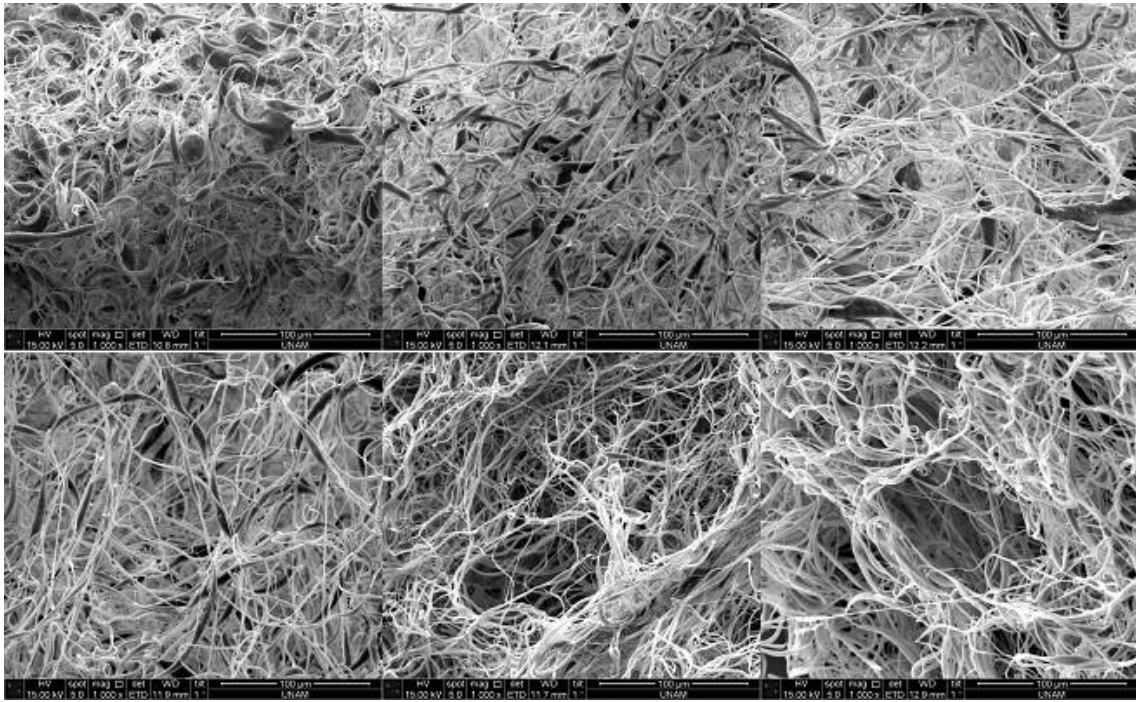
Şekil 4.11. 50:50 çözücü oranındaki PCL çözeltisinden 25, 15, 10, 9, 8 ve 7 °C R1 banyosuna toplanan örneklerin hüzme çaplarının zamana bağlı değişimi.

Sıcaklığı değişen banyolara toplanan ve dondurarak kurutma cihazı ile kurutulan yumakların üstten ve yandan görünüşleri Şekil 4.12’de verilmiştir. Banyo sıcaklığının düşmesi ve hüzme çaplarının artması ile birlikte yumakların toplam hacmi de artış göstermektedir.



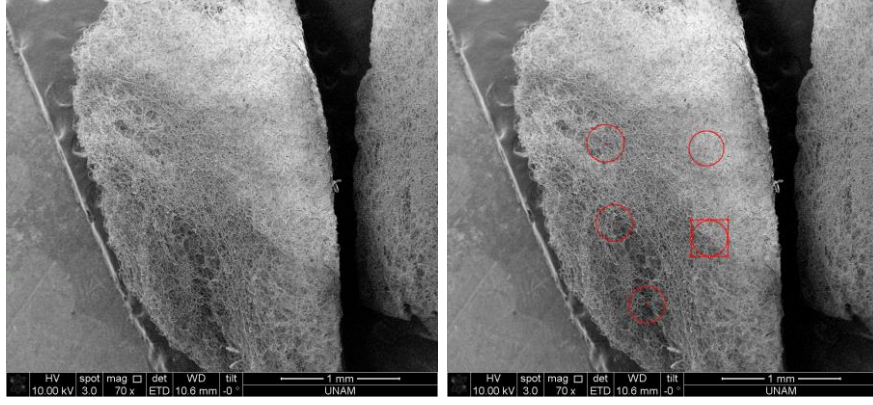
Şekil 4.12. 50:50 çözücü oranındaki PCL çözeltisinden, soldan sağa 25, 15, 10, 9, 8 ve 7 °C R1 banyosuna toplanan yumakların karşıdan ve üstten görünüşleri.

Şekil 4.13'deki yumaklara ait SEM görüntülerinden banyo sıcaklığı düştükçe fiberler arası mesafenin arttığı görülmektedir. Ayrıca tüm sıcaklıklara ait SEM örneklerinin tamamı incelendiğinde, özellikle 9 °C'nin altındaki sıcaklıklarda, daha yüksek sıcaklıklarda görülen boncuklanma benzeri yapıların küçüldüğü ve fibröz morfolojinin düzeldiği gözlemlenmiştir. Banyo sıcaklığının düşmesi ile birlikte genişleyen hüzmeler içerisindeki fiberler arasında pencereler oluşmuş, her bir sıcaklığa ait örneklerin yüzeyinden alınan 500 büyütmedeki SEM görüntüleri üzerinde yapılan 15 ölçümde, 25, 15, 10, 9, 8 ve 7 °C banyo için sırasıyla;  $24.9 \pm 3.5 \mu\text{m}$ ,  $41.2 \pm 5.3 \mu\text{m}$ ,  $56.3 \pm 6.1 \mu\text{m}$ ,  $66.7 \pm 4.6 \mu\text{m}$ ,  $73.7 \pm 5.6 \mu\text{m}$  ve  $85.5 \pm 5.6 \mu\text{m}$  çapında gözenek açıklıkları oluşmuştur.

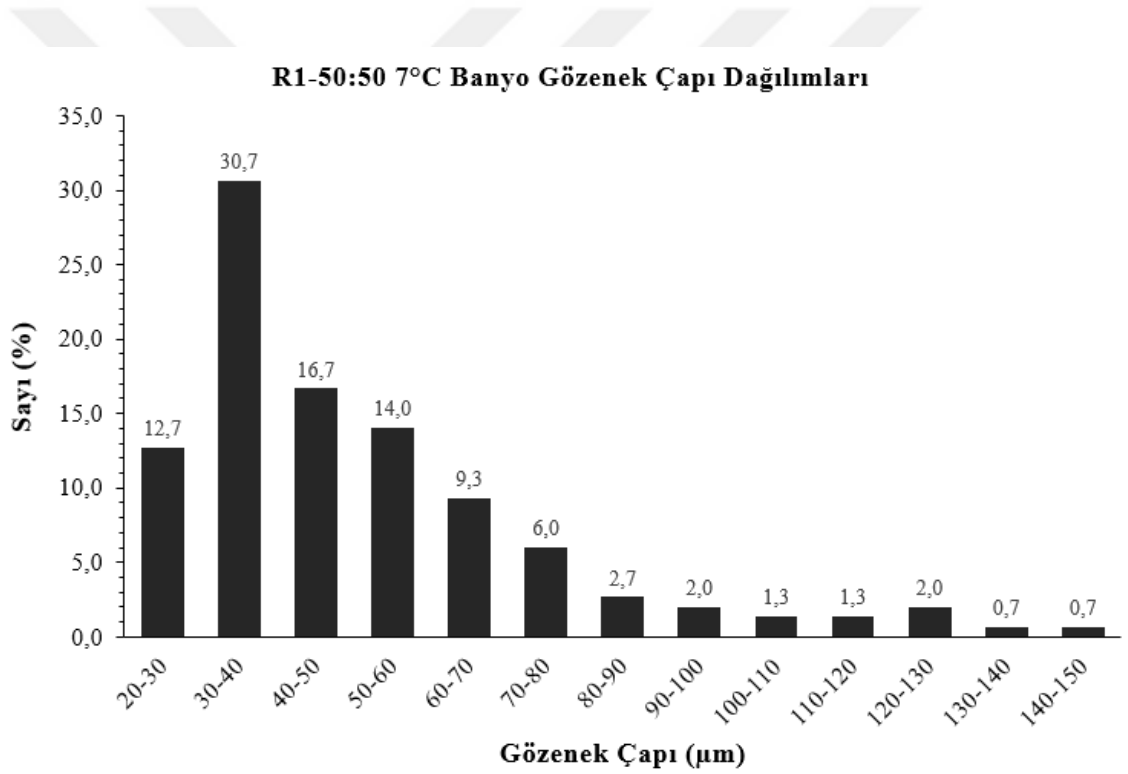


Şekil 4.13. 50:50 çözücü oranındaki PCL çözeltisinden, soldan sağa 25, 15, 10, 9, 8 ve 7 °C R1 banyosuna toplanan örneklerin SEM görüntüleri (x 1000).

Söz konusu 3B örneklerde gri skalada SEM görüntülerinden yapılan görüntü işleme yöntemlerinde, fiberler arası derinlik nedeniyle ölçümsel sıkıntılar çıkmaktadır, bu nedenle örneklere ait daha az büyütmedeki SEM görüntüleri üzerinden ayrıntılı SEM analizleri gerçekleştirilmiştir. 50:50 çözeltiden 7 °C sıcaklıktaki R1 banyosuna toplanan yumağa ait örnek parçası yüzeyinde yapılan ayrıntılı SEM analizinde, yüzeyde 5 farklı bölge seçilmiş ve ImageJ yazılımı kullanılarak her bir bölge için 30'ar, toplamda 150 gözenek çapı ölçümü yapılmıştır. Şekil 4.14'de örneğin SEM görüntüsü (sol) ve gözenek çapı dağılımı için hüzmeye yüzeyinde seçilen 5 farklı ölçüm bölgesi (sağ) görülmektedir.



Şekil 4.14. 50:50 çözücü oranındaki PCL çözeltisi ile, 7 °C R1 banyosuna toplanan yumak yüzeyinde detaylı SEM analizi; yumaktan alınan örneğin SEM görüntüsü (sol) ve yüzeyden gözenek çapı analizi için 5 farklı bölge seçilmesi (sağ) (x 70).



Şekil 4.15. 50:50 çözeltisinden 7 °C'de R1 banyosuna toplanan yumak yüzeyinden yapılan ayrıntılı SEM analizinden elde edilen gözenek çapı dağılımları.

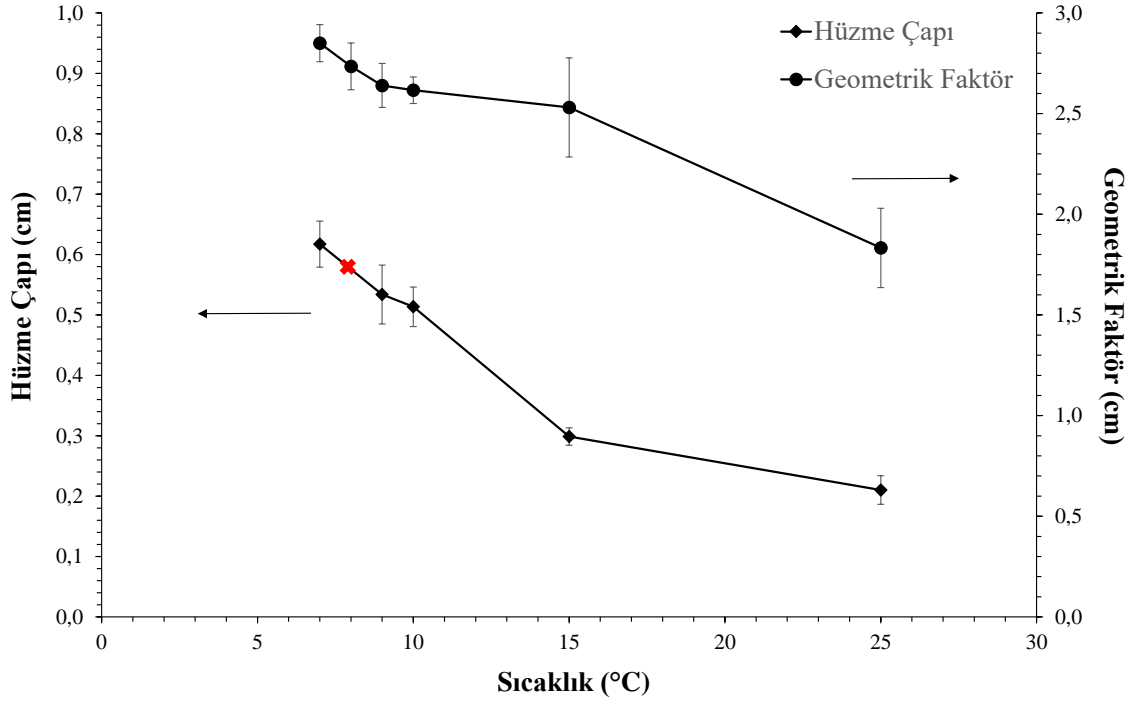
Seçilen 5 bölge üzerinde yapılan ölçümlerden elde edilen gözenek çapı dağılımı Şekil 4.15'de verilmiştir. Çap dağılımının yaklaşık %60'ı 20-50 µm, %34'ü 50-100 µm ve %6'sı 100-150 µm aralığında ölçülmüştür. 150 ölçümün ortalaması  $51.17 \pm 24.03$  µm olarak bulunmuştur. Benzer koşulda üretilmiş örneğe ait 500 büyütmedeki SEM

görüntüsünden yapılan 15 ölçümün ortalaması  $85.5 \pm 5.6 \mu\text{m}$  olarak bulunmuştur (Şekil 4.13 (alt sağ)).

Şekil 4.16'da her bir banyo sıcaklığındaki rastgele seçilen 1'er örnekten alınan hüzme çapı ölçümlerinin ortalaması ve örneklerin kurutma sonrası çap ve yükseklik ölçümlerinden elde edilen geometrik faktörlerin banyo sıcaklığına bağlı değişimleri verilmiştir. Grafikte yer alan hata çubukları örnek toplama süresi boyunca yapılan hüzme çapı ölçümlerinin (30 sn'de bir hüzmenin 3 farklı yerinden) ve geometrik faktör ölçümleri sırasında 3'er kez çevre ve yükseklik ölçümlerinden kaynaklanan standart sapma değerlerini göstermektedir.

Banyo sıcaklığı oda sıcaklığından  $7 \text{ }^\circ\text{C}$ 'ye düştüğünde, hüzme çapları 3 kat, geometrik faktör değerleri de 1.5 kattan fazla artış göstermiştir. Hüzme çapları  $25 \text{ }^\circ\text{C}$  banyo sıcaklıklarında çok fazla değişiklik göstermezken  $15 \text{ }^\circ\text{C}$ 'nin altında, banyo sıcaklığının düşmesine bağlı olarak genişleyen hüzmenin, banyonun tek bir açıdan çekildiği videoda hep aynı yüzünün görülememesi nedeniyle, ölçülen hüzme çaplarının değişkenliği de artmıştır. Banyo sıcaklığı düştükçe 24 gözlülere konulan örneklerin çap ve yükseklik değerleri artmış ve birbirine yaklaşmıştır, bu nedenle  $15 \text{ }^\circ\text{C}$ 'nin altında geometrik faktör ölçümlerinin değişkenliği de azalma göstermiştir.  $8 \text{ }^\circ\text{C}$  banyoda toplanan hüzmelerin hepsi yüzme eğiliminde olduğundan bu sıcaklıkta hüzme ölçümü yapılamamış, grafikte bu ölçüme denk gelen yer kırmızı çarpı ile işaretlenmiştir (Şekil 4.16).

Cam petride toplanan yapılara kıyasla R1'e toplanan yapılara ait fiber morfolojilerinin düzensiz olmasının nedeninin, R1'e eklenen halka elektrodun fiber hüzmesini EtOH'ye daha hızlı çekmesi ve fiberler üzerinde kalan çözücünün tamamı buharlaşmadan banyoya toplanması olduğu düşünülmektedir. Bu nedenle PCL çözeltilisinde kullanılan 50:50 çözücü oranı ile R1'de yapılan tekrar deneylerinden sonra, eş boylu fiberlerin üretilebilmesi için çözeltideki çözücü oranları değiştirilerek, fiberler koagülasyon banyosuna erişmeden önce çözeltilinin fiber yüzeyi üzerinden buharlaşması hızlandırılmıştır. Söz konusu denemeler, 4.3.2 başlığı altında değerlendirilmiştir.

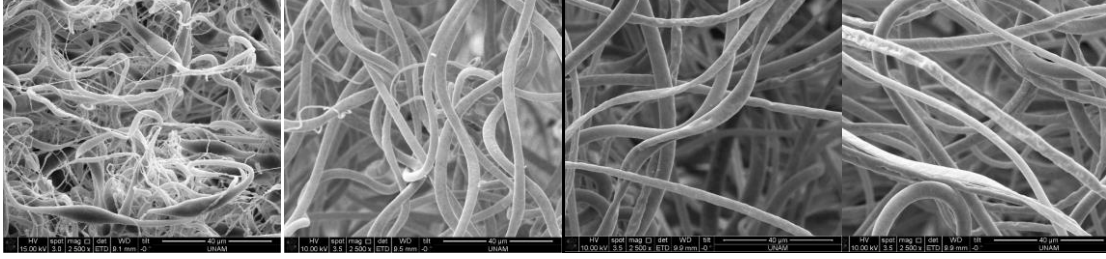


Şekil 4.16. R1'de 50:50 çözücü oranındaki PCL çözeltisinden üretilen örneklerin hüzmeye çaplarının ve kurutma sonrası ölçülen geometrik faktörlerinin banyo sıcaklığına bağlı değişimleri.

#### 4.3.2. Sıcaklık Kontrollü Koagülasyon Banyosuna Toplanan Fiberlerin Morfolojilerinin İyileştirilmesi

Çizelge 4.2'de ve Şekil 4.13'de görülen bozuk fiber morfolojilerinin düzeltilmesi; daha eş boylu ve homojen dağılımlı olarak elde edilebilmesi amacıyla, daha önce kullanılan 50:50 DCM:DMF çözücü oranına sahip PCL çözeltisi (%12 w/v) yerine, farklı hacim oranlarında DCM/DMF karışımları içeren (70:30, 65:35, 60:40) aynı derişimde PCL çözeltileri hazırlanmıştır. DCM, PCL için yapılan elektroğirme çalışmalarında yüksek uçuculuğa sahip olması nedeniyle, DMF ise sahip olduğu yüksek dielektrik sabiti ile elektroğirme işlemini kolaylaştırması nedeniyle tercih edilmektedir. Fakat çözeltildeki DMF oranı arttıkça, çözeltilin uçuculuğu azalmakta ve elektroğirme işlemi sırasında fiberler oluşurken üzerlerinde artık çözücü kaldığı için morfolojileri bozulmaktadır. Bu nedenle çözeltildeki oranı en fazla DCM kadar olmalıdır. 70:30 DCM/DMF çözücü oranına sahip PCL çözeltisinden eğirilen fibröz yapılar, eş boylu ve homojen olmasına rağmen, yüksek DCM oranı nedeniyle çözeltilin uçuculuğu artmış ve 1 saatten kısa sürede donarak iğne ucunu tıkamaya başlamıştır. Bu nedenle 65:35 DCM/DMF oranı, fiber morfolojisi ve çözeltil kararlılığı açısından ıslak elektroğirme için uygun

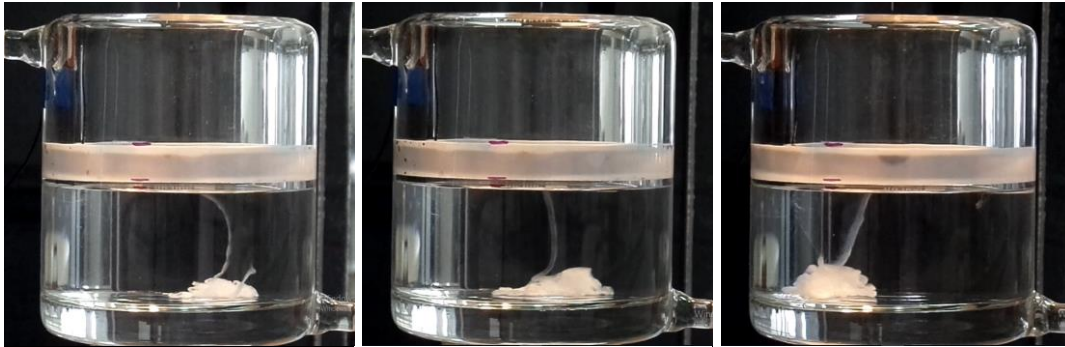
bulunmuştur. Şekil 4.17'deki SEM görüntülerinde, çözücü oranının değişimine bağlı olarak değişen fiber morfolojileri görülmektedir.



Şekil 4.17. Farklı çözücü oranlarına sahip PCL çözeltilerinden oda sıcaklığında üretilen yapıların SEM görüntüleri; soldan sağa sırasıyla 50:50, 60:40, 65:35, 70:30 (x 2500).

### 4.3.3. 65:35 DCM:DMF Çözücü Oranına Sahip PCL Çözeltisi ile Yapılan Çalışmalar

65:35 DCM:DMF çözücü oranına sahip PCL çözeltileri ile R1'de sıcaklık deneyleri yapılmıştır. Deneyler, ortam koşulları %28-36 bağıl nem ve 20-25 °C sıcaklık aralığında gerçekleştirilmiştir. Banyo sıcaklığı; 25, 20, 15, 10, 9, 8, 7, 6 ve 5 °C'de PCL yumaklar üretilmiştir. Banyo sıcaklığı en fazla 5 °C'ye indirilebilmiştir. 25-5 °C banyo sıcaklıkları arasında toplanan yumakların 3. dk ekran görüntüleri Şekil 4.18, 4.19 ve 4.20'de verilmiştir.



Şekil 4.18. 65:35 çözücü oranındaki PCL çözeltisinden, soldan sağa sırasıyla 25, 20 ve 15 °C R1 banyosuna toplanan örneklerin 3. dk ekran görüntüleri.



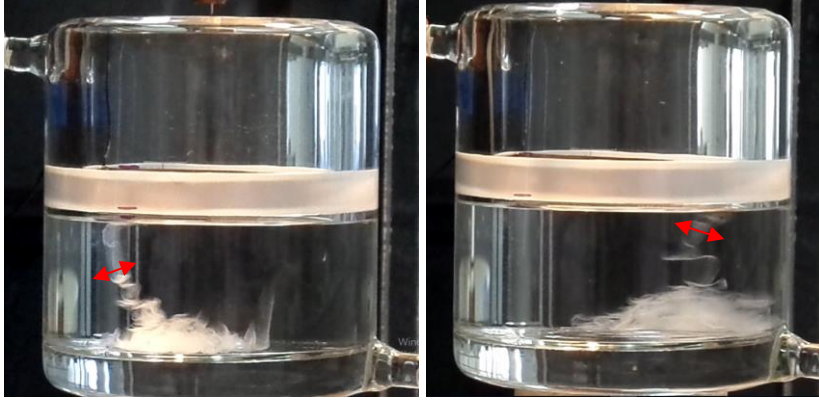
Şekil 4.19. 65:35 çözücü oranındaki PCL çözeltisinden, soldan sağa sırasıyla 10, 9 ve 8 °C R1 banyosuna toplanan örneklerin 3. dk ekran görüntüleri.



Şekil 4.20. 65:35 çözücü oranındaki PCL çözeltisinden, soldan sağa sırasıyla 7, 6 ve 5 °C R1 banyosuna toplanan örneklerin 3. dk ekran görüntüleri.

50:50'ye oranla daha iyi koagüle olan 65:35 hüzmelerinin arasında ekran görüntülerinden görüldüğü üzere, 15 °C ve altındaki banyo sıcaklıklarında ek olarak hüzmeler arası boşluklar oluşmaktadır. Söz konusu boşluklar oluşan yumak hacimlerini daha da arttırmaktadır.

Banyo sıcaklığı 6 ve 5 °C'ye indirildiğinde, deney tekrarlarından bazılarında hüzmelerin yüzdüğü ve toplanma sonucu elde edilen yumağın hacminin hüzme çapındaki artışa rağmen düştüğü görülmüştür. Söz konusu çaplar hüzmelerin geliş açısı göz önünde bulundurularak ölçülmüştür. Kırmızı çift yönlü oklar ile gösterilen ölçüm yönleri ve yüzen hüzmelerden toplanmanın 3. dk'sında alınan ekran görüntüleri Şekil 4.21'de verilmiştir.

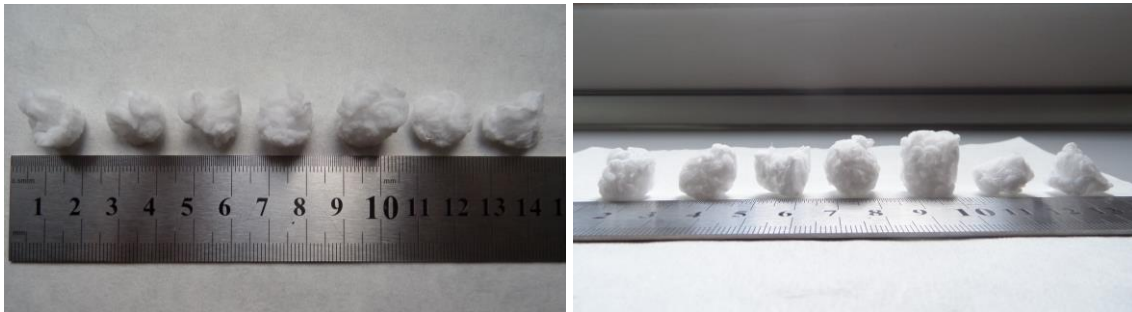


Şekil 4.21. 65:35 çözücü oranındaki PCL çözeltilisinden, 5 ve 6 °C R1 banyosuna toplanan yüzen hüzmelerin 3. dk'daki ekran görüntüleri.

65:35 çözücü oranındaki çözeltilerden elde edilen PCL yumakların sıcaklık düşüşüne bağlı artan hacimleri Şekil 4.22 ve 4.23'de görülmektedir. Şekil 4.23'de görülen son iki yumak 5 ve 6 °C'de yüzen hüzmelerden toplanmıştır ve yumakların hacimlerinde meydana gelen düşüş açıkça görülmektedir.



Şekil 4.22. 65:35 çözücü oranındaki çözeltilerden, soldan sağa sırasıyla 25, 20, 15 ve 10 °C R1 banyosuna toplanan 3 dk'lık yumakların üstten (sol) ve yandan (sağ) görünüşleri.



Şekil 4.23. 65:35 çözücü oranındaki çözeltilerle, soldan sağa sırasıyla 9, 8, 7, 6, 5, yüzen hüzmelerden 6 ve yüzen hüzmelerden 5 °C R1 banyosuna toplanan 3 dk'lık yumakların üstten (sol) ve yandan (sağ) görünüşleri.

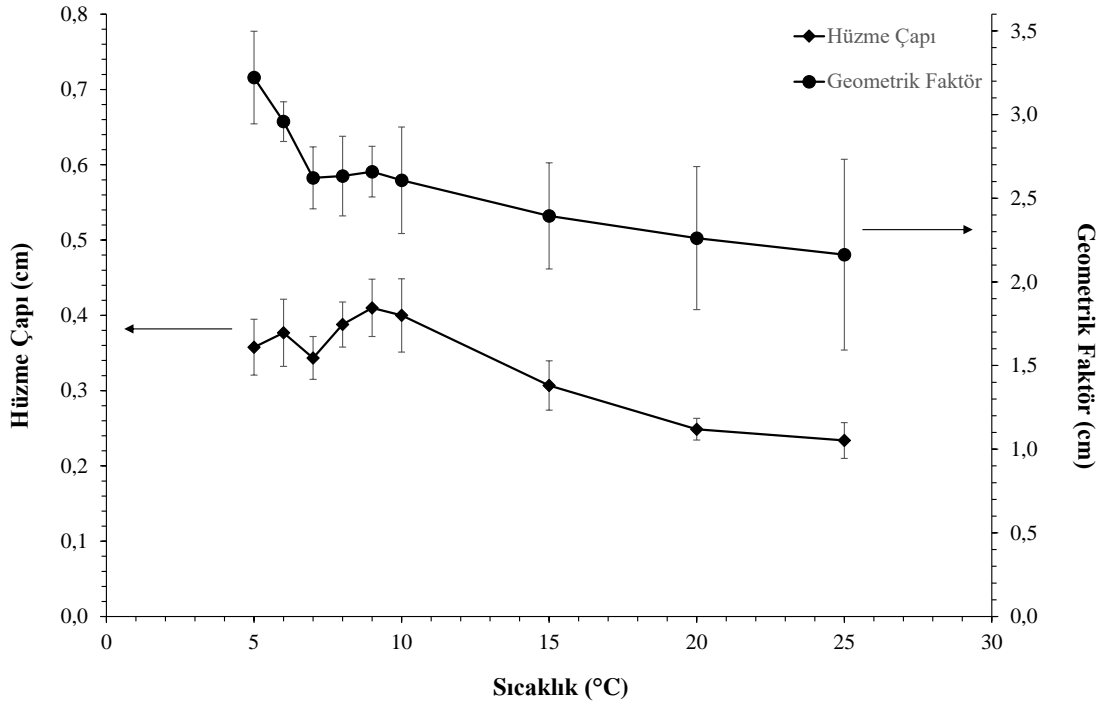


Üretim sırasında 25, 20, 15, 10, 9, 8, 7, 6 ve 5 °C banyo sıcaklıklarında ölçülen hüzme çapları ve aynı sıcaklıklarda elde edilen örneklere ait geometrik faktörlerin sıcaklığa göre değişim grafiği Şekil 4.24’de verilmiştir. Elde edilen hüzme çapı ve geometrik faktör ölçümleri her bir sıcaklık için rastgele seçilen birer örnekten elde edilmiştir. Grafikte yer alan hata çubukları örnek toplanma süresi boyunca yapılan hüzme çapı ölçümleri (30 sn’de bir hüzmenin 3 farklı yerinden) ve geometrik faktör ölçümlerinden (örneğin 3 farklı yerinden çap ve yükseklik ölçümleri) kaynaklanan standart sapma değerlerini göstermektedir.

Banyo sıcaklığının düşmesiyle birlikte, daha önce üretilen 50:50 çözücü oranındaki örneklere benzer şekilde 65:35 çözücü oranındaki örneklerin geometrik faktörlerindeki artış yaklaşık 1.5 kattır. Hüzme çapları 50:50’de oda sıcaklığındaki banyoya oranla 3 kata yakın artış gösterirken, 65:35’de en fazla 1.75 kat (9 °C) yükselmiştir. Hüzme çaplarında 50:50 çözücü oranına sahip çözelti kadar marjinal fark görülmemesinin nedeni, 65:35 çözeltisinden elektroegirme sırasında oluşan fiber hüzmesinin EtOH banyosu içerisinde daha fazla koagüle olmasıdır. 50:50’ye kıyasla daha uçucu olan 65:35 çözeltisinden eğirilen fiber hüzmesi içerisindeki fiberler aynı mesafeyi katederken daha hızlı kuruyacağından ve 65:35 çözeltisinin viskozitesi ( $\eta_{DCM} = 0.43$  cp,  $\eta_{DMF} = 0.92$  cp, 20 °C) ve yoğunluğu ( $\rho_{DCM} = 0.94$  g/ml,  $\rho_{DMF} = 1.33$  g/ml, 20 °C) daha düşük olduğundan, daha fazla ve daha geniş sıcaklık aralığında koagüle olmaktadır. Daha önce, koagülasyon banyosu olarak kullanılan petri deneylerinde tanımlanmış “geniş ve yelpazemsi” hüzme 50:50’de, “ince ve helezonik” hüzme morfolojisi 65:35’de görülmektedir.

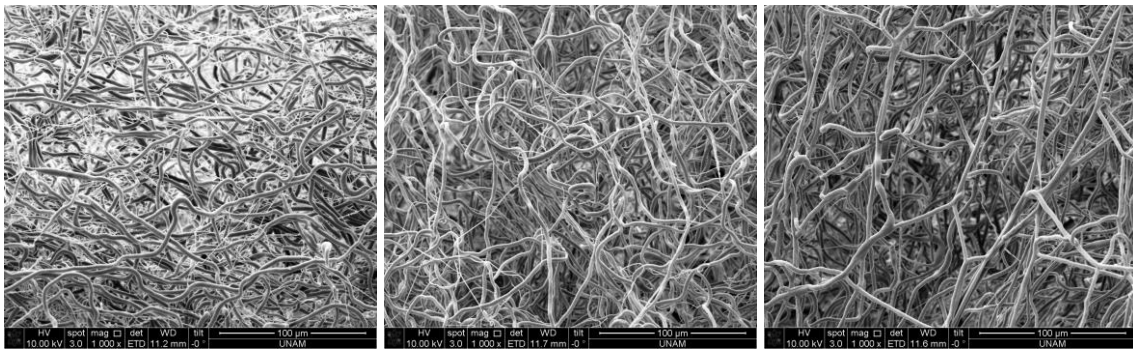
Şekil 4.24’deki grafikte, rastgele seçilen 1’er örnekten alınan hüzme çapı ve geometrik faktör ölçümlerinin banyo sıcaklığına bağlı değişimlerinin ortalamaları ve standart sapmaları verilmiştir. Grafikte yer alan hata çubukları örnek toplanma süresi boyunca her 30 sn’de bir 3’er kez yapılan hüzme çapı ölçümleri ve geometrik faktör ölçümlerinden kaynaklanan standart sapma değerlerini göstermektedir. 9 °C’nin altına düşen banyo sıcaklıklarında hüzme çapları azalmaya başlamış, yumakların geometrik faktörleri ise 7 °C’de bir miktar düşmüş sonrasında artmaya devam etmiştir. Hüzme çapındaki azalmaya karşın yumakların geometrik faktörlerindeki artış, yukarıdaki ekran görüntülerinde görüldüğü üzere, düşük EtOH sıcaklıklarında toplanan hüzmelerin arasındaki mesafelerin artmasından kaynaklanmaktadır. Geometrik faktörlerdeki toplam artış, 50:50’ye oranla

daha az olan hüzmeye çaplarındaki artışın yanı sıra, hüzmeler arası bağlantı bölgelerinin azalması nedeniyle mesafenin artması nedeniyledir.

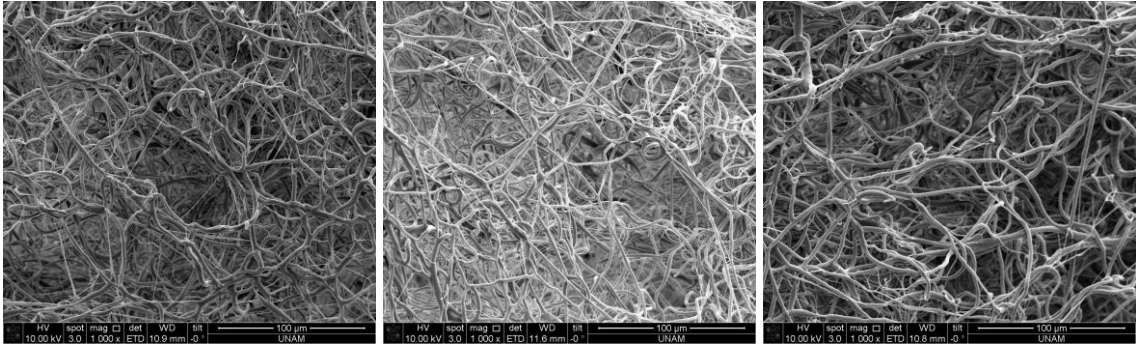


Şekil 4.24. R1'de 65:35 çözücü oranında üretilen örneklerin hüzmeye çaplarının ve kurutma sonrası ölçülen geometrik faktörlerinin banyo sıcaklığına bağlı değişimleri.

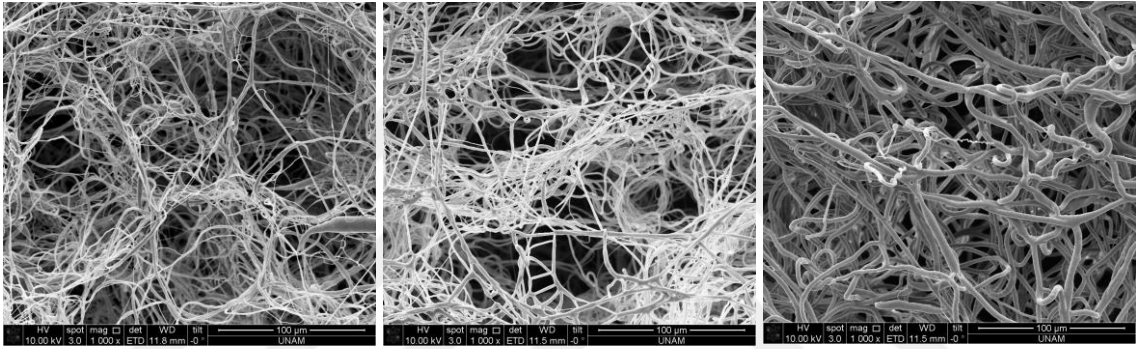
Şekil 4.25, 4.26 ve 4.27'de 25, 15, 10, 9, 8, 7, 6 ve 5 °C banyo sıcaklıklarında, EtOH yüzeyinden dibe çökerek koagüle olan hüzmelerden alınan SEM görüntüleri verilmiştir. Banyo sıcaklığı düştükçe 50:50'ye göre daha az genişleyen hüzmelerin içerisinde daha geniş pencereler oluştuğu ve söz konusu pencerelerin boyutlarının giderek arttığı görülmektedir.



Şekil 4.25. 65:35 çözücü oranındaki PCL çözeltisinden, soldan sağa sırasıyla 25, 20 ve 15 °C R1 banyosuna toplanan örneklerin SEM görüntüleri (x 1000).

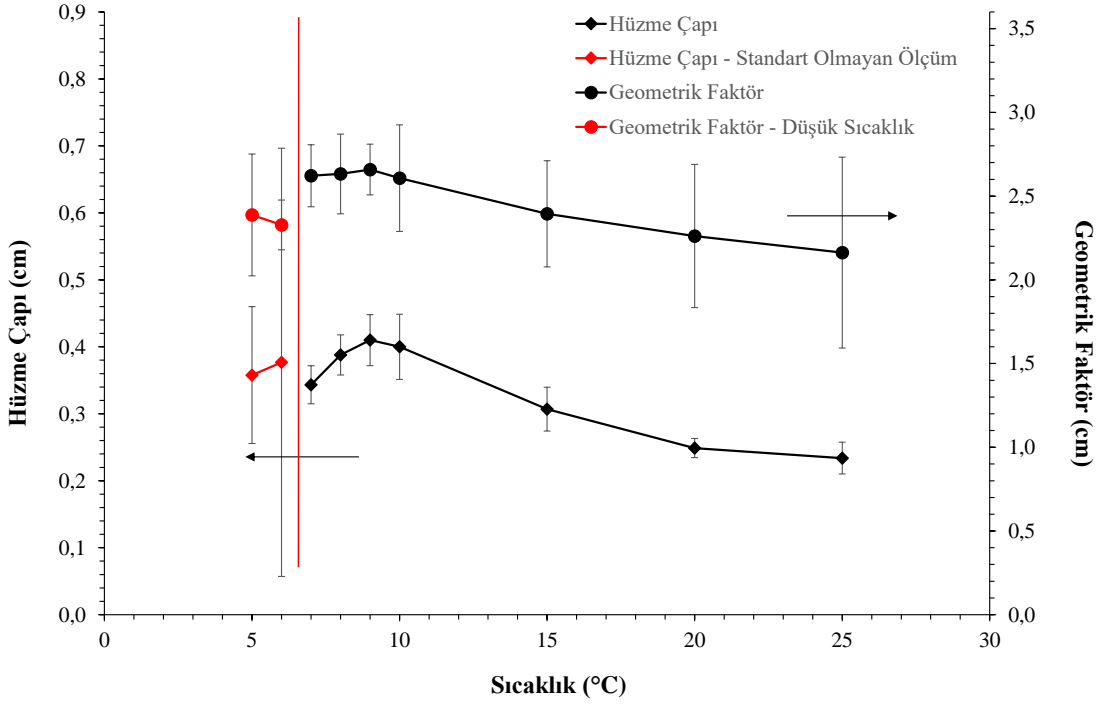


Şekil 4.26. 65:35 çözücü oranındaki PCL çözeltilisinden, soldan sağa sırasıyla 10, 9 ve 8 °C R1 banyosuna toplanan örneklerin SEM görüntüleri (x 1000).

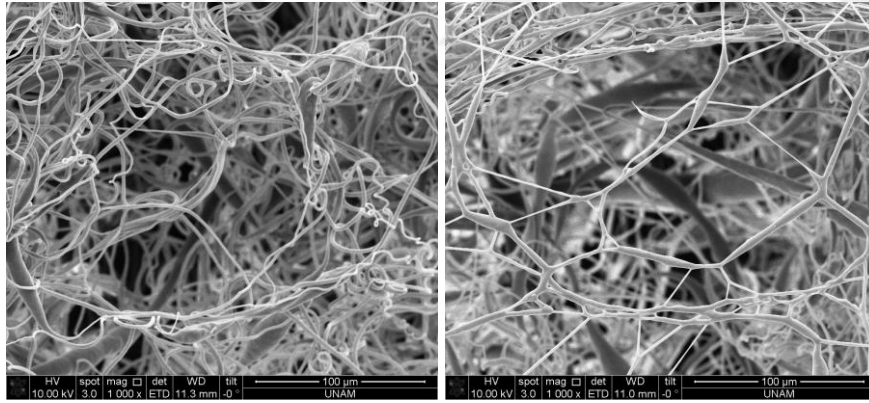


Şekil 4.27. 65:35 çözücü oranındaki PCL çözeltilisinden, soldan sağa sırasıyla 7, 6 ve 5 °C R1 banyosuna toplanan örneklerin SEM görüntüleri (x 1000).

Şekil 4.28'deki grafikte 5 ve 6 °C banyo sıcaklıklarında yüzeyden dibe çökerek koagüle olan hüzmeler ve geometrik faktörler yerine, aynı sıcaklıklarda EtOH'nin artan yüzey gerilimi nedeniyle 1'er örnekte elde edilen yüzen hüzmelerin çapları ve geometrik faktörleri verilmiştir. Yüzen hüzmeler belli açılarla dibe çöktükleri için hüzmelerinin ölçümü grafik üzerinde standart olmayan ölçüm olarak verilmiştir. 6 °C banyosunda yüzen hüzmelerin çapında 5 °C'ye oranla daha büyük artış oluşmuş ve elde edilen yumağın geometrik faktöründe daha büyük bir düşüş meydana gelmiştir. Yüzen hüzmelerin çapı ne kadar genişlerse değişkenliği de o kadar artmaktadır. Grafik üzerindeki hata çubukları örnek toplanma süresi boyunca yapılan hüzmelerinin çapı ölçümleri ve geometrik faktör ölçümlerinden kaynaklanan standart sapma değerlerini göstermektedir.

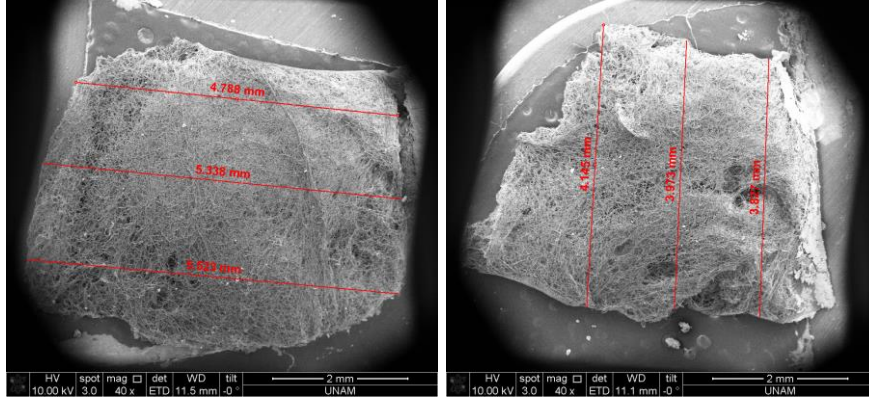


Şekil 4.28. R1'de 65:35 çözücü oranında üretilen örnekler için 5 ve 6 °C banyoda yüzen hüzmelerin, çaplarının ve geometrik faktörlerinin banyo sıcaklığına bağlı değişimleri.



Şekil 4.29. 65:35 çözücü oranındaki PCL çözeltisi ile, yüzen hüzmelerden 6 (sol) ve 5 °C (sağ) R1 banyosuna toplanan örneklerin SEM görüntüleri (x 1000).

Şekil 4.29'da 6 ve 5 °C sıcaklıklardaki banyolarda yüzen hüzmelerden alınan SEM görüntüleri verilmiştir. Sıcaklık düşüşü ile artan pencere boyutları söz konusu örneklerde daha da artmış ve yüzeyde dağınık hale gelmiştir. 6 ve 5 °C'de yüzen hüzmelerden alınan 15'er ölçümden bulunan gözenek çapları ortalama  $126.3 \pm 25.9$  ve  $107.5 \pm 23.5$  µm olarak ölçülmüştür.

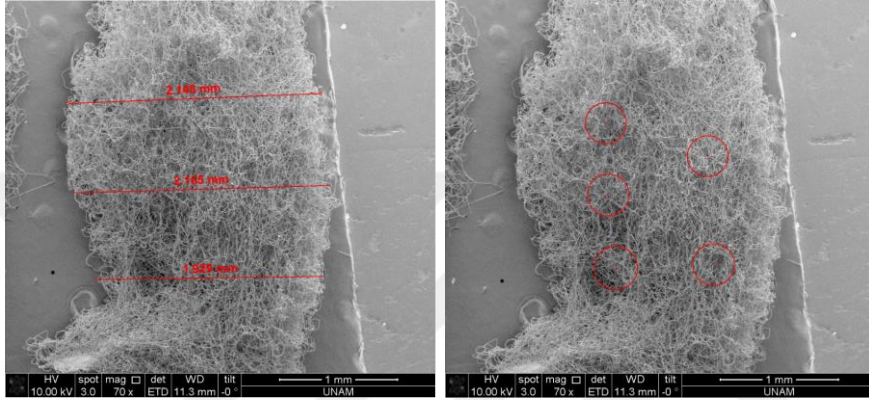


Şekil 4.30. 65:35 çözücü oranındaki PCL çözeltisinden, 6 (sol) ve 5 °C (sağ) R1 banyosunda yüzen hüzmelerin SEM görüntüleri (x 40).

Şekil 4.30'da yüzen hüzmelerin SEM görüntüleri verilmiştir. 6 °C banyoda yüzen hüzmelerin kaydedildiği video üzerinden yapılan ölçümde ortalama 1.3 cm olan hüzmelerin çapı SEM görüntüsü üzerinde alınan (kırmızı ile işaretli) 3'er ölçümün ortalaması olan yaklaşık 5.2 mm'ye düşmüştür. Aynı şekilde, 5 °C'de yüzen hüzmelerin çapı 7.5 mm'den yaklaşık 4 mm'ye düşmüştür. Banyoda yüzeyden dibe çöken hüzmelerde hemen her banyo sıcaklığı için hüzmelerin çapındaki düşüş miktarı yaklaşık 1-1.5 mm civarındadır ve yumakların banyodan transferi, yıkama-kurutma basamakları nedeniyle söz konusu kayıp verilmektedir. Yüzen hüzmelerde oluşan düzensiz ve boyutları 500 µm'ye varan pencereler, yumakların toplama sonrası hacimlerini kolaylıkla kaybetmelerine ve gözenekliliklerinin düşmesine neden olmuştur.

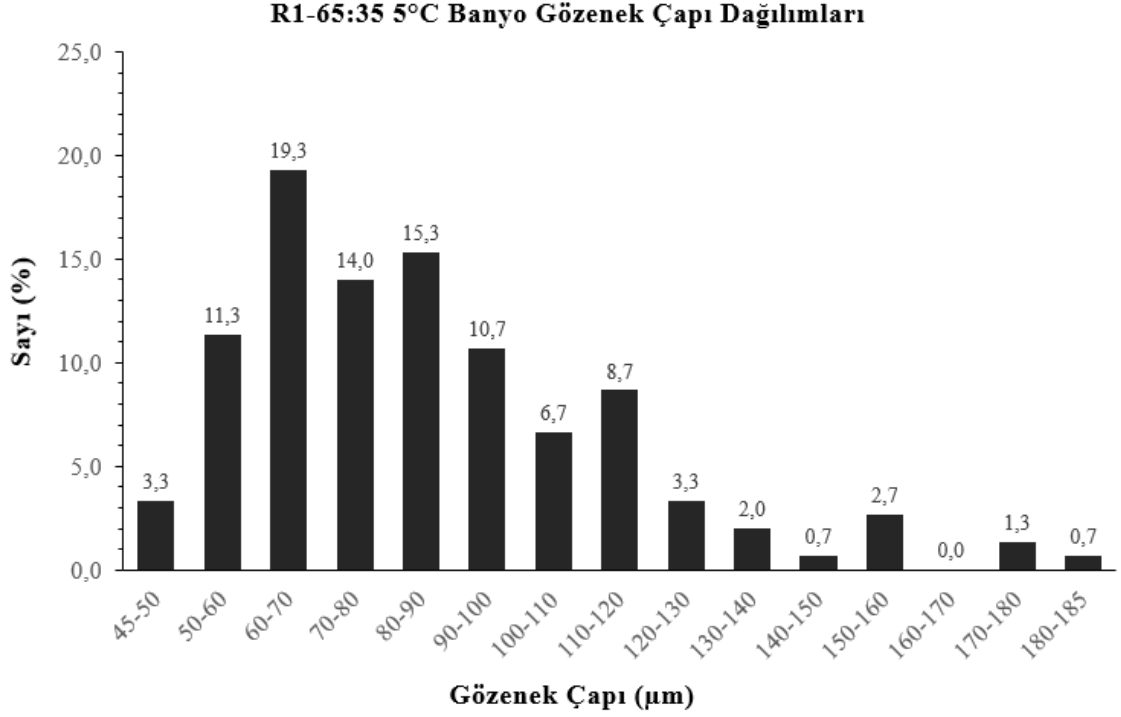
500 büyütmede çekilen SEM fotoğraflarından alınan 15'er gözenek çapı ölçümünde; 25, 20, 15, 10, 9, 8, 7, 6 ve 5 °C banyolar için (yüzeyden dibe çöken hüzmelerden elde edilen) sırasıyla  $37.2 \pm 6.1 \mu\text{m}$ ,  $53.5 \pm 7.5 \mu\text{m}$ ,  $75.4 \pm 8.1 \mu\text{m}$ ,  $78.2 \pm 4.1 \mu\text{m}$ ,  $86.04 \pm 5.4 \mu\text{m}$ ,  $93.2 \pm 13 \mu\text{m}$ ,  $105.2 \pm 9.7 \mu\text{m}$ ,  $100.4 \pm 13.8 \mu\text{m}$  ve  $111.5 \pm 14.7 \mu\text{m}$  olarak bulunmuştur. 6°C'de gözenek çapında bir miktar düşüş gözlenmiştir. EtOH'nin düşük sıcaklarda yoğunluğunun artması ve eş zamanlı olarak hareketliliği azalan EtOH molekülleri nedeniyle artan elektriksel gerilimin etkisiyle daralan hüzmelerden kaynaklı bir düşüş olduğu düşünülmektedir. Nitekim Şekil 4.24'deki hüzmelerin sıcaklığa bağlı değişim grafiğinde 8 °C'den itibaren hüzmelerin çaplarında düşüş görülmüştür. 5 °C'deki banyoya toplanan yumaklar hüzmelerin çapındaki düşüşe rağmen, hüzmeler arası mesafelerin de artmasının etkisiyle en yüksek geometrik faktör ve gözenek çapı değerlerine ulaşmıştır.

5 °C sıcaklıktaki R1 banyosuna toplanan yumağa ait hüzme yüzeyinde yapılan ayrıntılı SEM analizinde, yüzeyde 5 farklı nokta seçilmiş ve ImageJ yazılımı kullanılarak 30'ar, toplamda 150 gözenek çapı ölçümü yapılmıştır. Üretim sırasında ortalama 3.6 mm olarak ölçülen hüzme çapı, yıkama-kurutma işlemlerinden sonra ortalama 2.1 mm'ye düşmüştür. 5 °C R1 banyosuna toplandıktan sonra kurutulmuş hüzmenin SEM görüntüsü (sol) ve gözenek çapı dağılımı için hüzme yüzeyinde seçilen 5 farklı ölçüm bölgesi (sağ) Şekil 4.31'de görülmektedir.



Şekil 4.31. 65:35 çözücü oranındaki PCL çözeltisi ile, 5 °C R1 banyosuna toplanan hüzmelerin detaylı SEM analizi; hüzme çapının ölçümü (sol) ve yüzeyden gözenek çapı analizi için 5 farklı bölge seçilmesi (sağ) (x 70).

Bölgeler üzerinde yapılan ölçümlerden elde edilen gözenek çapı dağılımı Şekil 4.32'de verilmiştir. Çap dağılımının yaklaşık %70.6'sı 50-100 µm aralığında, %21.4'ü 110-150 µm aralığında, %4.7'si ise 150-185 µm aralığında ölçülmüştür. 150 ölçümün ortalaması  $86,61 \pm 27,76$  µm olarak bulunmuştur. Benzer koşulda üretilmiş örneğe ait 500 büyütmedeki SEM görüntüsünden yapılan 15 ölçümün ortalaması  $111,5 \pm 14,7$  µm olarak bulunmuştur (Şekil 4.26). Benzer koşullarda µ-CT'de taratılan örneğe ait görüntü Şekil 4.33'de ve gözenek çapı dağılımı grafiği Şekil 4.34'de verilmiştir. Tek bir örnekten tarama sonucu elde edilen toplam gözeneklilik %87.22 olarak ölçülmüştür.

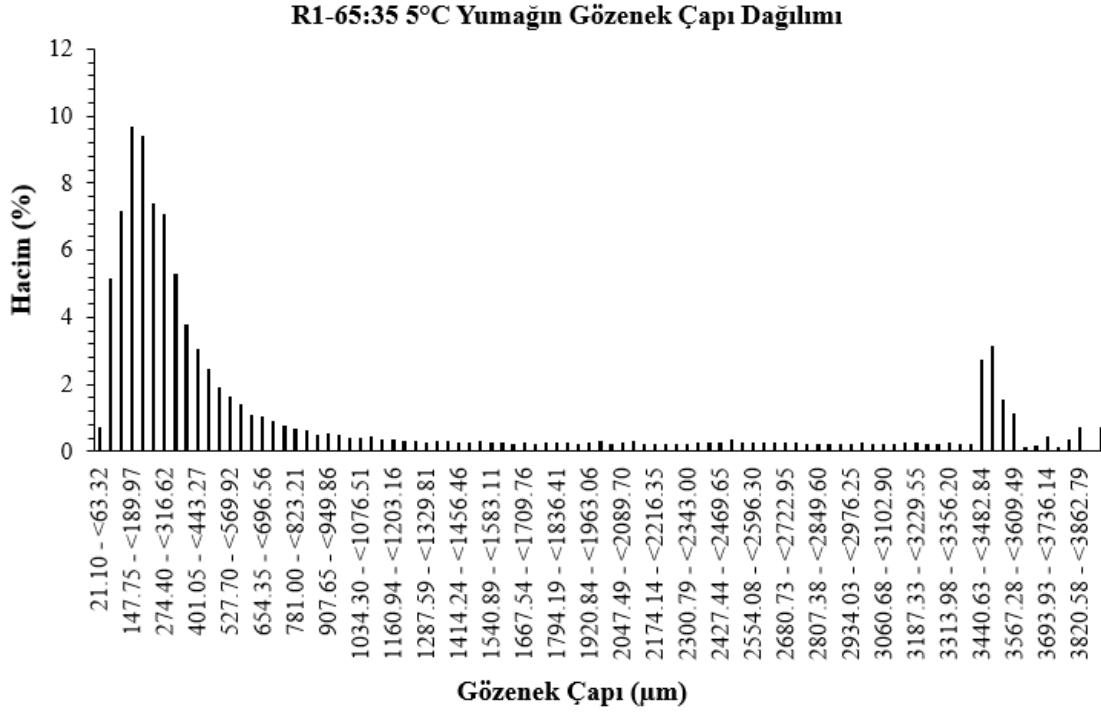


Şekil 4.32. 65:35 çözeltisinden 5 °C'de R1 banyosuna toplanan hüzme yüzeyinden yapılan SEM analizinden elde edilen gözenek çapı dağılımı.

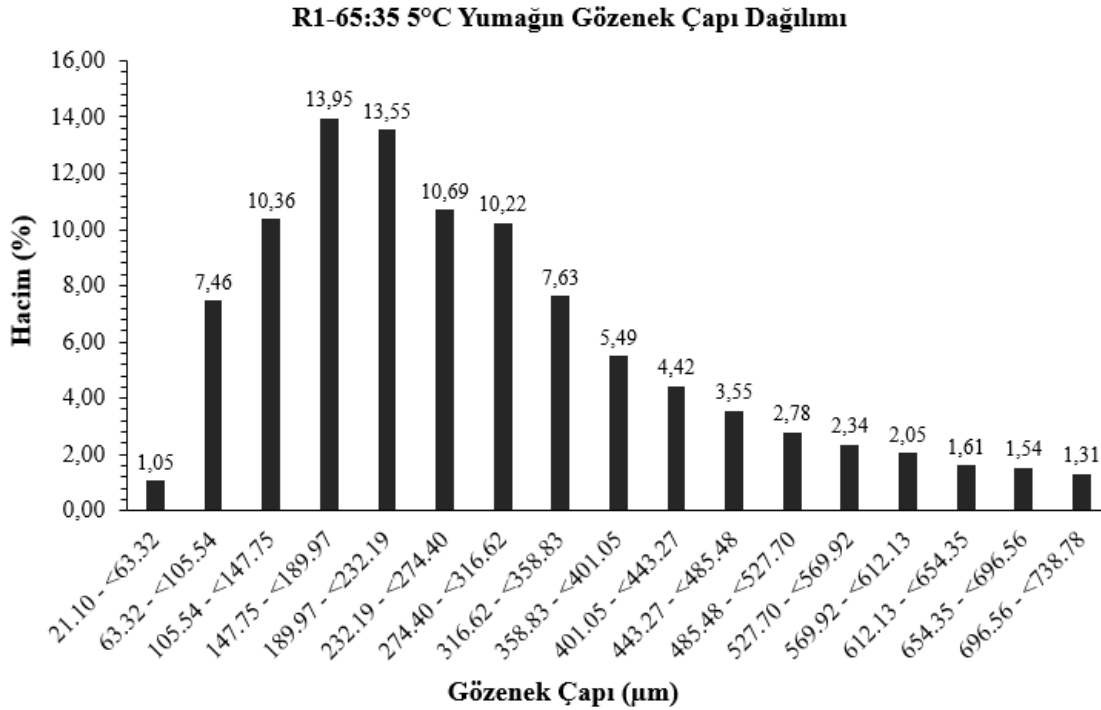


Şekil 4.33. 5 °C R1 banyosunda üretildikten sonra dondurarak kurutma yapılan yumağın µ-CT tarama görüntüsü.

Şekil 4.34'deki grafikte görüldüğü üzere gözenek çapı dağılımının %5.90'ı 21.10-105.54 µm arasında, %26.26'sı 105.54-232.19 µm arasında, %23.59'u 232.19-401.06 µm, % 12.68'i 401.06-696.56 µm aralığındadır (Toplamda %68.43). Kalan %8.59 yaklaşık 3.4-3.6 mm aralığında yoğunlaşmış ve geri kalan yaklaşık %23'lük kısım ise 696.56 µm-3.4 mm arasında geniş bir aralıkta dağılmıştır. Taramadan elde edilen gözeneklilik %87.22 olarak verilmiştir.



Şekil 4.34. 65:35 çözeltisi ile 5 °C R1 banyosunda üretilen ve  $\mu$ -CT'de taranan yumağın gözenek çapı dağılımı (%).



Şekil 4.35. 65:35 çözeltisi ile 5 °C R1 banyosunda üretilen ve  $\mu$ -CT'de taranan yumağın gözenek çapı dağılımının %69.34'lük kısmı.

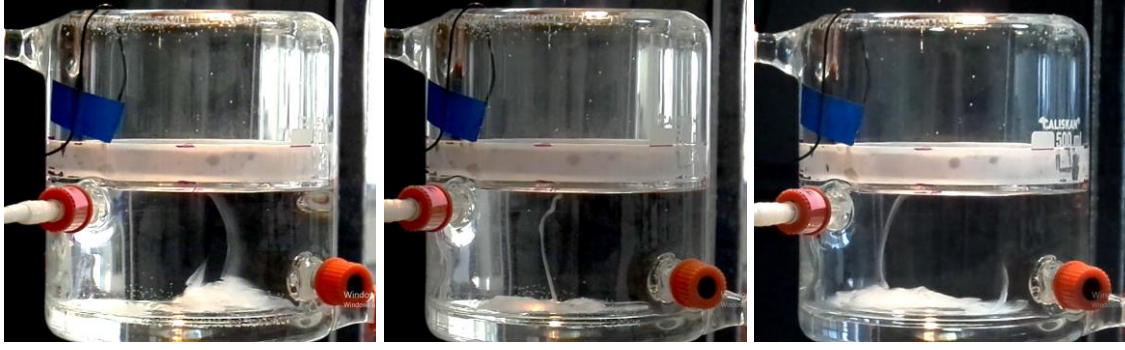


Taramada ortaya çıkan mm mertebesinde gözenek hacimlerinin örnek taraması sonrasında seçilen örnek ilgi hacminin (VOI) kenarlarında beliren boşluğa ait toplam hacmin hesaplanması nedeniyle ortaya çıktığı düşünülmektedir. Söz konusu dağılım, ayrıntılı SEM analizinden elde edilen dağılımdan elde edilen ortalama gözenek çapı  $86.61 \pm 27.76$  iken,  $\mu$ -CT taramasından elde edilen ortalama gözenek hacmi  $966.32 \mu\text{m}$  olarak bulunmuştur. Söz konusu yüksek gözenek hacmi değerleri eşit oranda düşük hacim değerlerine eklenerek tekrar çizdirilen Şekil 4.35'deki grafikte en düşük gözenek hacmi oranı %1 civarı seçilmiş (toplam gözenek hacmi verisinin % 69.34'lük kısmı), yaklaşık  $738 \mu\text{m}$ 'nin üzerindeki gözenek hacmi değerleri düşük gözenek hacmi aralıklarına eşit oranda eklenmiştir. Elde edilen ortalama gözenek hacmi yaklaşık  $280.09 \mu\text{m}$  olarak bulunmuştur.

65:35 DCM:DMF Çözücü Oranına Sahip PCL çözeltisi ile yapılan banyo sıcaklığı çalışmalarına, sıcaklığın yanı sıra elektrik alan döndürmesinin hüzmeler ve elde edilecek yumaklar üzerindeki etkisini incelemek üzere, ceket kalınlığı azaltılmış R2 banyosunda devam edilmiştir.

#### **4.4. Sıcaklık Kontrollü Koagülasyon Banyosunda (R2) Islak Elektroçirime Çalışmaları**

Ceket kalınlığı 0.2 cm'ye indirilen R2 banyosunda, R1 banyosunda gözlemlenen banyo sıcaklığının hüzmeye çapına ve yumak yoğunluğuna etkisinin yanı sıra, banyo altındaki elektrik alan dönüşü hızının ve yönünün hüzmeye çapı üzerindeki etkisi de gözlemlenebilir hale gelmiştir. R1'de tüm yumak üretimleri en yüksek hız olan CW 60 rpm sabit elektrik alan dönüş hızında gerçekleştirilmiştir. Elektrik alan dönüşü kapatıldığında toplanma bir miktar dağılmış hüzmeye çaplarında yüksek elektrik alan dönüş hızı (CW 60 rpm) karşılaştırıldığında herhangi bir farklılık gözlemlenmemiştir. Fakat R2 banyosunda, en yüksek hız olan CW 60 rpm elektrik alan dönüş hızında hüzmelerin incelendiği ve helezonik bir morfoloji aldığı görülmektedir. Elektrik alan dönüşü durdurulduğunda (0 rpm) ise hüzmelerin genişlediği gözlemlenmiştir. Sıcaklığın etkisine benzer bir şekilde hüzmeye morfolojisi, elektrik alan dönüşünden de etkilenmektedir. 60 rpm hızda, elektrik alan dönüşünün yönü değiştirildiğinde (CCW), desen2; toplama etkisi yerine dağıtma etkisi yarattığından, hüzmelerin bir miktar kalınlaştığı ve dağınık toplanma eğiliminde olduğu görülmüştür (Şekil 4.36).



Şekil 4.36. R2'de 25 °C'de 0 rpm (sol), CW 60 rpm (orta) ve CCW 60 rpm (sağ) elektrik alan döndürme hızlarında 3 dk toplanan örneklerin ekran görüntüleri.

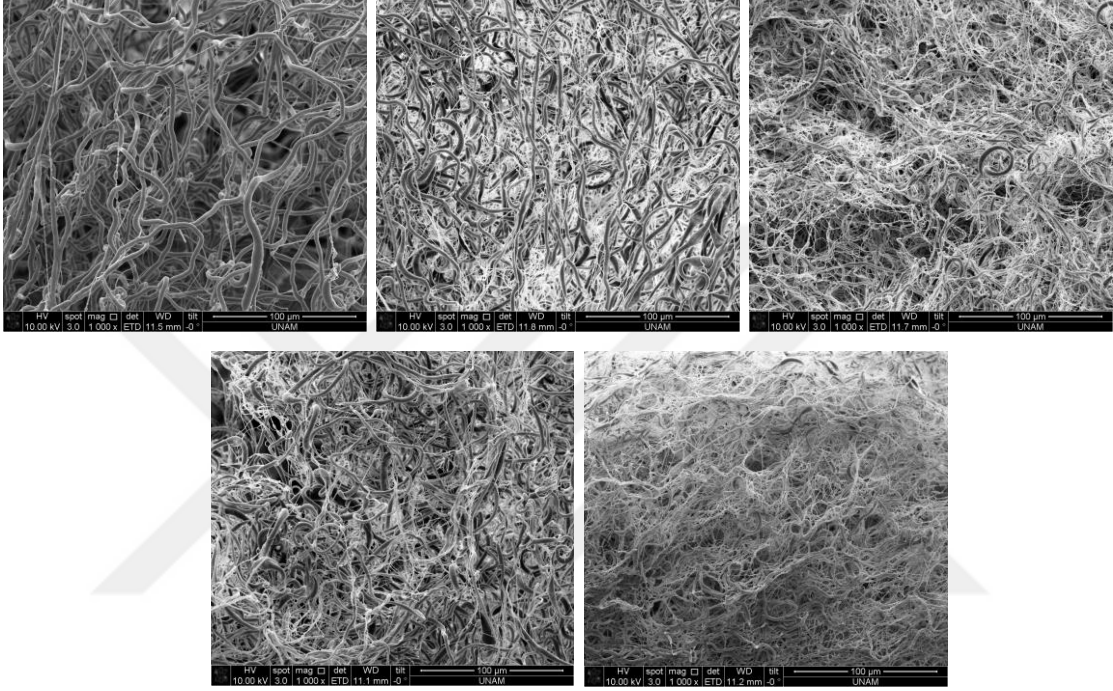
Şekil 4.37'de 25 °C banyoya toplanan yapıların farklı elektrik alan döndürme hızlarında 3. dk'daki ekran görüntüleri verilmiştir. Hüzme çapları büyükten küçüğe 0 rpm > CCW 30 rpm > CW 30 rpm > CCW 60 rpm > CW 60 rpm olarak sıralanmaktadır. Hüzme çapı, elektrik alan döndürmesiz toplamada en yüksek değerine ulaşmakta, 30 rpm hız CW ve CCW yönlerinde çap bir miktar küçülmekte ve en yüksek döndürme hızı olan 60 rpm'de CW yönünde en küçük değerine ulaşmaktadır. CW 30 ve CCW 30'daki hüzme çaplarının sıralaması hariç diğer banyo sıcaklıklarında toplanan hüzme çaplarında benzer bir sıralama mevcuttur.



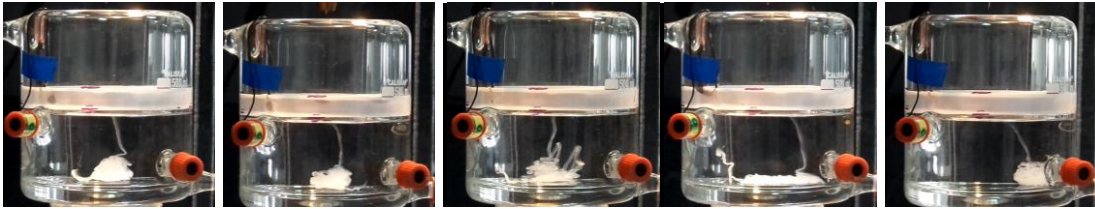
Şekil 4.37. R2'de 25 °C'de soldan sağa sırasıyla 0 rpm, CW 30 rpm, CCW 30 rpm, CCW 60 rpm ve CW 60 rpm elektrik alan döndürme hızlarında 3 dk toplanan örneklerin ekran görüntüleri.

Şekil 4.38'de 25 °C'deki banyonun farklı döndürme hızları ve yönlerinde SEM görüntüleri verilmiştir. 500 büyütmedeki SEM görüntülerinden 15'er ölçüm alınarak elde edilen gözenek çapları 0 rpm, CW 30 rpm, CCW 30 rpm, CCW 60 rpm ve CW 60 rpm için sırasıyla;  $33.80 \pm 3.28$ ,  $25.03 \pm 3.06$ ,  $23.86 \pm 4.13$ ,  $18.30 \pm 2.88$  ve  $16.66 \pm 2.92$   $\mu\text{m}$  olarak bulunmuştur. R1'deki diğer oda sıcaklığı deneylerine oranla 0 rpm, CW 30 ve CCW 30 rpm elektrik alan döndürme hızlarında hüzme çapları aşırı genişlemiştir. Bu genişleme

R2'nin ceket kalınlığının düşmesine bağlı elektrik alan şiddetinin artması ile açıklanabilir. Söz konusu hüzmeye çapları, R1'de daha yüksek dielektrik sabitine sahip 50:50 ile yapılan 25 °C deneylerinde ölçülen hüzmeye çaplarının 3 katından daha yüksektir. SEM görüntülerinden elde edilen gözenek çapları hüzmeye çapı ölçümlerine benzer bir sıralamada azalmıştır. Elektrik alan döndürmesi CW 60 rpm'de iken hüzmeye, söz konusu sıcaklıkta en dar haline gelmiş ve fiberler arası mesafeler daha da daralmıştır.



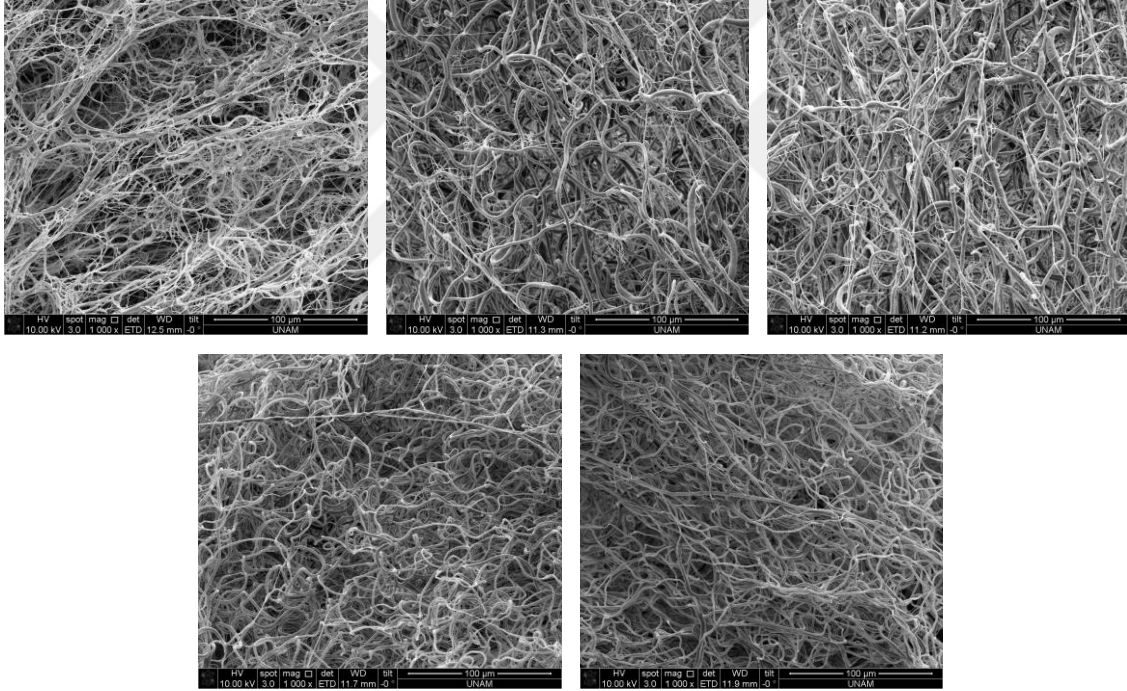
Şekil 4.38. R2'de 25 °C'de soldan sağa sırasıyla 0 rpm, CW 30 rpm, CCW 30 rpm, CCW 60 ve CW 60 rpm elektrik alan döndürme hızlarında toplanan örneklerin SEM görüntüleri (x 1000).



Şekil 4.39. R2'de 15 °C'de soldan sağa sırasıyla 0 rpm, CW 30 rpm, CCW 30 rpm, CCW 60 rpm ve CW 60 rpm elektrik alan döndürme hızlarında 3 dk toplanan örneklerin ekran görüntüleri.

Şekil 4.39’da 15 °C banyoya farklı elektrik alan döndürme hızlarında toplanan yumakların 3. dk’daki ekran görüntüleri verilmiştir. Hüzme çaplarının büyüklüğü, 0 rpm > CW 30 rpm > CCW 30 rpm > CCW 60 rpm > CW 60 rpm olarak sıralanmaktadır.

Şekil 4.40’da 15 °C’deki banyonun farklı döndürme hızları ve yönlerinde SEM görüntüleri verilmiştir. 500 büyütmedeki SEM görüntüleri üzerinden 15 ölçüm alınarak bulunan gözenek çapları; 0 rpm’de  $54.07 \pm 7.60$ , CW 30 rpm  $40.29 \pm 4.14$ , CCW 30 rpm’de  $27.70 \pm 2.66$ , CCW 60 rpm’de  $16.94 \pm 1.86$  ve CW 60 rpm’de  $12.91 \pm 2.48$   $\mu\text{m}$  olarak ölçülmüştür. Söz konusu gözenek çapları hüzme çapları ile orantılıdır ve 25°C’ye ait gözenek çaplarından daha yüksek değerler elde edilmiştir. 15 °C’nin hüzme çapları 25°C’nin hüzme çaplarına oranla yarıdan fazla düşmesine rağmen gözenek çapları artmıştır.



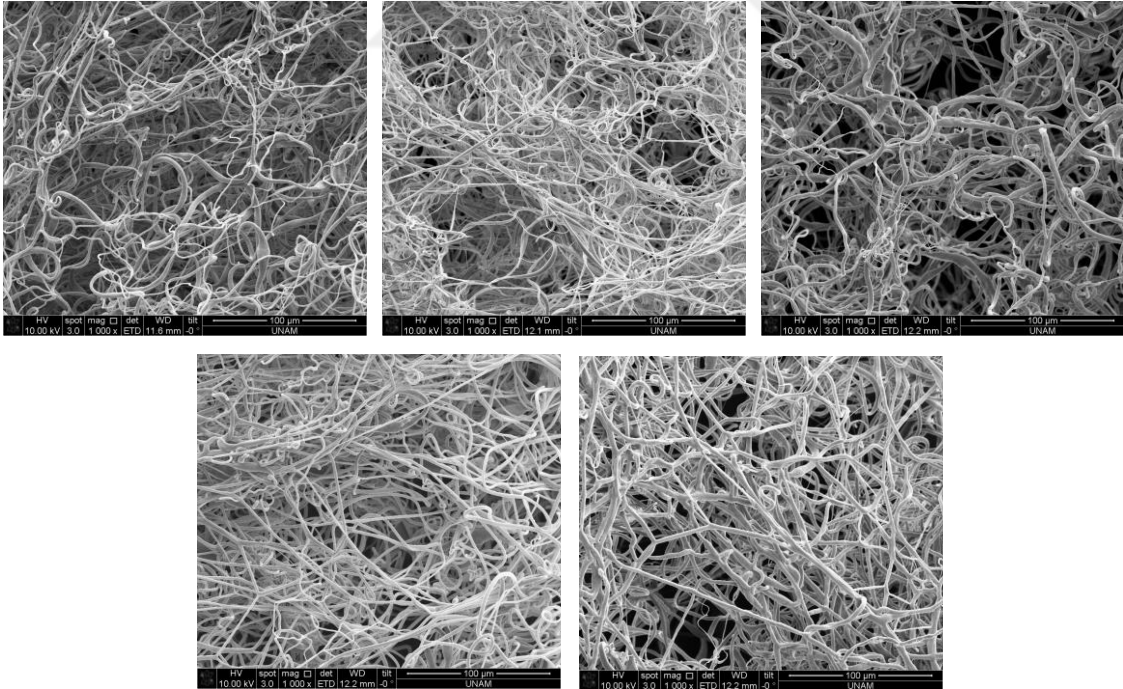
Şekil 4.40. R2’de 15 °C’de sırasıyla 0 rpm, CW 30 rpm, CCW 30 rpm, CCW 60 ve CW 60 rpm elektrik alan döndürme hızlarında toplanan örneklerin SEM görüntüleri (x 1000).

Şekil 4.41’de ekran görüntüleri verilen, 10 °C banyoya toplanan yapıların elektrik alan dönüş hızına bağlı değişen hüzme çapı büyüklükleri de 15 °C’dekilere benzer olarak sıralanmaktadır. 15 °C’ye oranla hüzme çaplarında az bir miktar artış olmuştur.



Şekil 4.41. R2'de 10 °C'de soldan sağa sırasıyla 0 rpm, CW 30 rpm, CCW 30 rpm, CCW 60 rpm ve CW 60 rpm elektrik alan döndürme hızlarında 3 dk toplanan örneklerin ekran görüntüleri.

Şekil 4.42'de 10 °C'deki banyonun farklı döndürme hızları ve yönlerinde SEM görüntüleri verilmiştir. 500 büyütmedeki SEM görüntüleri üzerinden alınan 15 ölçümden bulunan gözenek çapları; 0 rpm'de  $53.51 \pm 7.57$ , CW 30 rpm  $42.09 \pm 7.31$ , CCW 30 rpm'de  $39.94 \pm 8.16$ , CCW 60 rpm'de  $31.02 \pm 4.71$  ve CW 60 rpm'de  $28.43 \pm 4.37$   $\mu\text{m}$  olarak ölçülmüştür. Söz konusu gözenek çapları yine hüzme çapları ile orantılıdır ve 0 rpm'deki bir miktar düşüş hariç, 15°C'ye ait gözenek çaplarından daha yüksek değerler elde edilmiştir. 10 °C'nin hüzme çapları 15°C'nin hüzme çaplarına oranla bir miktar düşmesine rağmen gözenek çapları artmıştır.



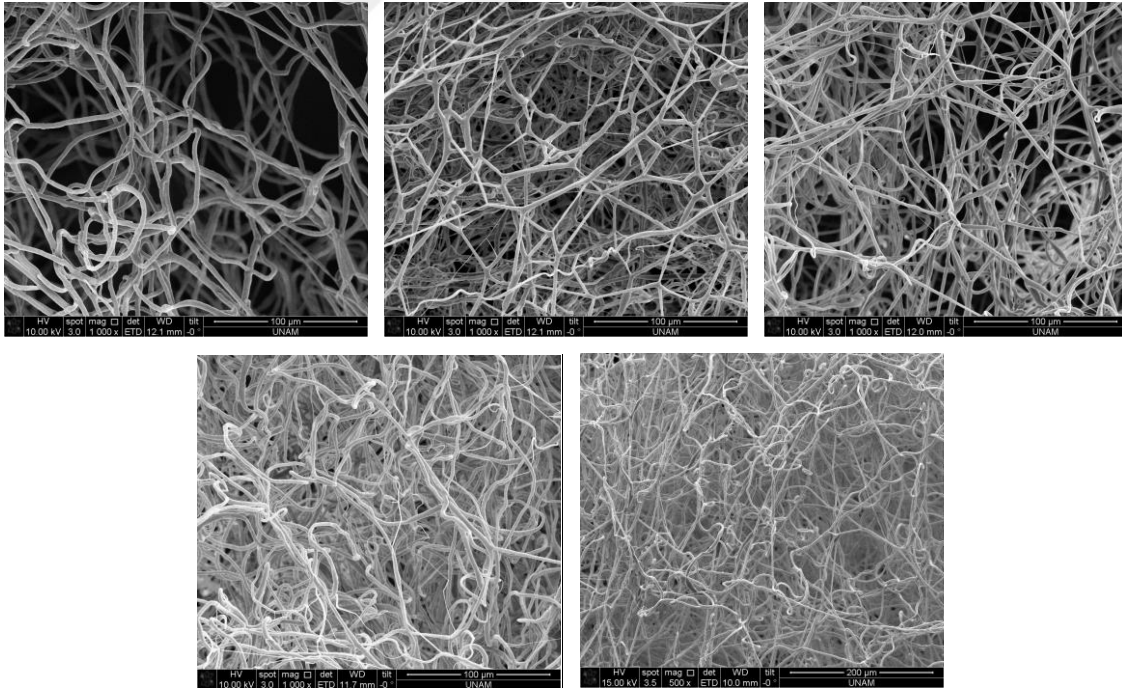
Şekil 4.42. R2'de 10 °C'de soldan sağa sırasıyla 0 rpm, CW 30 rpm, CCW 30 rpm, CCW 60 ve CW 60 rpm elektrik alan döndürme hızlarında toplanan örneklerin SEM görüntüleri (x 1000).

Şekil 4.43'de 5 °C banyodaki toplamalara ait ekran görüntüleri yer almaktadır. Hüzme çapları 15 ve 10 °C'deki banyolara benzer sıralanmış ve sıcaklığın düşüşüne bağlı olarak artış göstermiştir.



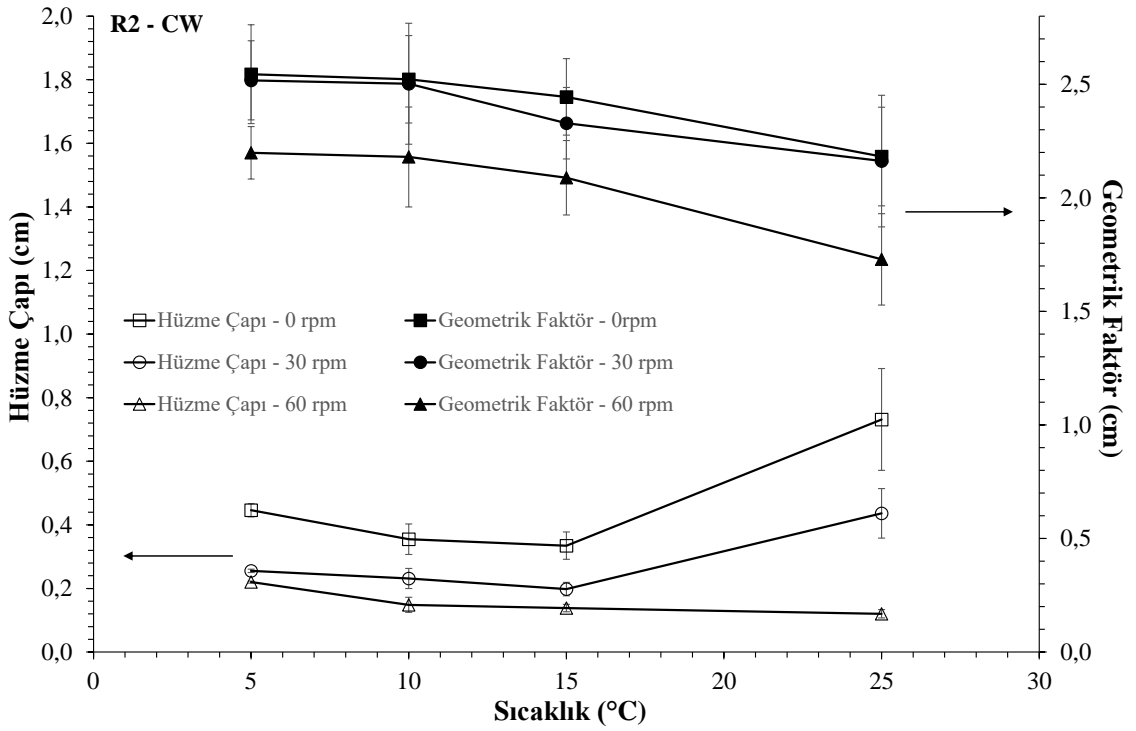
Şekil 4.43. R2'de 5 °C'de soldan sağa sırasıyla 0 rpm, CW 30 rpm, CCW 30 rpm, CCW 60 rpm ve CW 60 rpm elektrik alan döndürme hızlarında 3 dk toplanan örneklerin ekran görüntüleri.

5 °C banyo sıcaklıklarında ve farklı döndürme hız ve yönlerinde elde edilen yumakların SEM görüntüleri 4.44'de verilmiştir. 500 büyütmedeki SEM görüntülerinden alınan 15'er ölçüm sonucu elde edilen gözenek çapları; 0 rpm için  $110.50 \pm 12.34$ , CW 30 rpm için  $82.19 \pm 10.53$ , CCW 30 rpm için  $64.78 \pm 8.54$ , CCW 60 rpm için  $53.23 \pm 6.28$  ve CW 60 rpm için  $44.48 \pm 5.65$   $\mu\text{m}$  olarak bulunmuştur.



Şekil 4.44. R2'de 5 °C'de soldan sağa sırasıyla 0 rpm, CW 30 rpm, CCW 30 rpm, CCW 60 rpm ve CW 60 rpm elektrik alan döndürme hızlarında toplanan örneklerin SEM görüntüleri (x 1000).

R2’de 65:35 DCM:DMF çözücü oranına sahip PCL çözeltisinden, 25, 15, 10 ve 5 °C banyo sıcaklıklarında yapılan toplamalarda, her bir banyo sıcaklığı için değiştirilen elektrik alan dönüş hızları (0 rpm, CW 30 rpm, CCW30 rpm, CW 60 rpm, CCW 60 rpm) ve hüzmeye çapı değişimlerinin elde edilen yumakların geometrik faktörleri üzerine etkisi incelenmiştir. R2’de üretilen CW ve CCW yönlerinde farklı hızlarda elektrik alan döndürmesi altında üretilen örneklere ait hüzmeye çapı ve geometrik faktörler değişen banyo sıcaklıklarında karşılaştırılmıştır. Şekil 4.45 (CW yönünde elektrik alan dönüşü için) ve 4.46’da (CCW yönünde elektrik alan dönüşü için) verilen grafiklerde verilen hüzmeye çapı ve geometrik faktör ölçümlerinin ortalamaları, her bir banyo sıcaklığı ve elektrik alan döndürme hızı için rastgele seçilen 1’er örnekten elde edilmiştir. Grafiklerde yer alan hata çubukları, örnek toplanma süresince yapılan hüzmeye çapı ölçümleri ve dondurarak kurutma sonrası elde edilen geometrik faktör ölçümlerinden kaynaklanan standart sapma değerlerini göstermektedir.

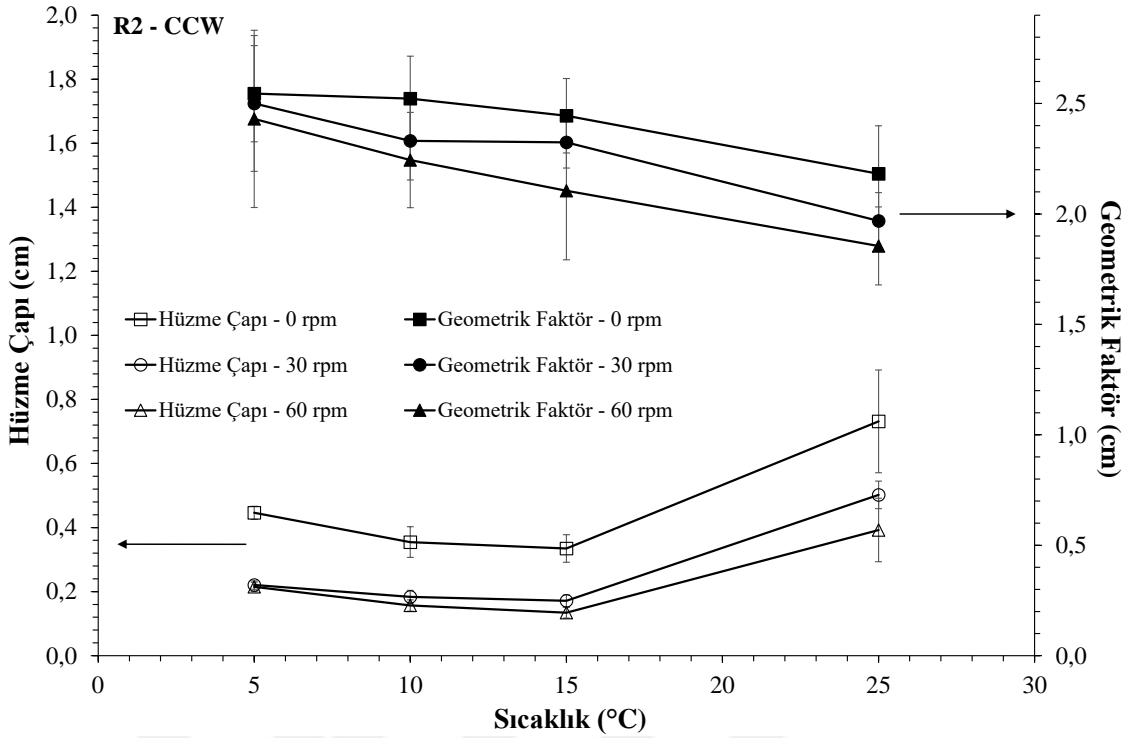


Şekil 4.45. R2’de 65:35 çözücü oranında CW yönünde elektrik alan döndürmesi ile üretilen örneklerin hüzmeye çaplarının ve kurutma sonrası hacimlerinin banyo sıcaklığına bağlı değişimleri.

25 °C'deki hüzme çapları, R2 banyosunun ceket kalınlığının düşmesine bağılı olarak yüksek elektrik alan şiddetine maruz kalmakta, oda sıcaklığında EtOH'nin düşük yüzey gerilimi altında, diğery banyo sıcaklıklarında toplanan hüzmelerden daha çok genişlemektedir. Söz konusu sıcaklıkta aşırı genişleyen hüzmelerden elde edilen yumaklar banyo içerisinden 24 gözlü kültür kaplarına alınırken hızla hacmini yitirmiş ve diğery sıcaklıklar arasında en düşük geometrik faktör değerine ulaşmıştır. 25 °C banyo 0 rpm elektrik alan döndürme hızında elde edilen hüzme çaplarının standart sapması, çap aşırı genişlediğinden diğery elektrik alan döndürme hızlarına kıyasla yüksek çıkmıştır. Söz konusu hüzme çapları genişleyerek yelpazemsi bir morfoloji kazandığından ölçümler arası farklarda artış olmaktadır. 5 °C banyo içerisinde oluşan hüzme çapları, 10 ve 15 °C'deki hüzme çaplarına nazaran artış göstermiştir. Banyo sıcaklığı düştükçe silindirik morfoloji kazanan hüzmelerin çap ölçümleri arasındaki farklar, yani standart sapma değerleri azalmaktadır. Hüzme çaplarına benzer şekilde geometrik faktör değerleri her bir banyo sıcaklığı değery için, yüksek elektrik alan döndürme hızından (60 rpm) düşük elektrik alan döndürme hızına (0 rpm) doğru ve banyo sıcaklığı 25 °C'den 5 °C'ye düştükçe kademeli olarak artış göstermektedir. Banyo sıcaklığı düştükçe yumakların yüksekliği arttığından geometrik faktör ölçümlerine ait standart sapma değerleri de artış göstermiştir (Şekil 4.45).

4.46'daki grafikte tüm banyo sıcaklıklarına ait 0 rpm ve CCW (30 ve 60 rpm) yönünde toplanan yumakların hüzme çapı ve geometrik faktör değerlerinin sıcaklığa bağılı değişimleri verilmiştir. CW yönünde toplanmaya benzer şekilde, en yüksek elektrik alan dönüşü 60 rpm'de elektrik alan şiddeti arttığından, hüzme çapı ve dolayısıyla geometrik faktörlerin büyüklüğü azalmıştır. Aynı zamanda sıcaklık düşüşüne bağılı olarak artan hüzme çapı nedeniyle geometrik faktörlerde artış kaydedilmiştir. R2-CW grafiğine benzer şekilde, CW yönünde toplanan hüzme çapı ve geometrik faktör değerleri banyo sıcaklığı azaldıkça artmış, elektrik alan dönüş hızına bağılı elektrik alan dönüşünün hızı arttıkça azalmıştır. Farklı banyo sıcaklıklarında elde edilen hüzme çapı ve geometrik faktörlerin büyüklük sıralaması ve söz konusu ölçümlerin standart sapmaları ise CW yönüne benzer bulunmuştur.





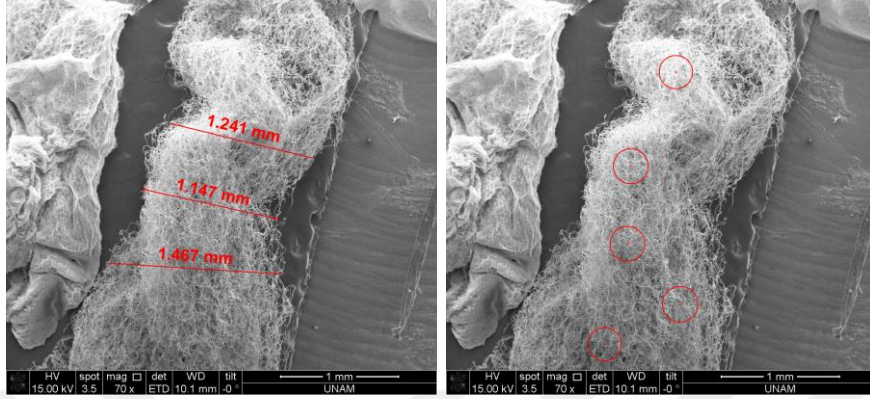
Şekil 4.46. R2'de 65:35 çözücü oranında CCW yönünde elektrik alan döndürmesi ile üretilen örneklerin hüzme çaplarının ve kurutma sonrası hacimlerinin banyo sıcaklığına bağlı değişimleri.

#### 4.4.1. R2'de Üretilen Yumakların Ayrıntılı SEM Analizi

25, 15 ve 5 °C sıcaklıktaki R2 banyosunda farklı elektrik alan döndürme hızlarında üretilen yumakların içerisindeki hüzmeler üzerinde, gözenek çapı dağılımlarının belirlenebilmesi için ayrıntılı SEM analizleri gerçekleştirilmiştir. 25 °C sıcaklıktaki R2 banyosuna toplanan hüzme yüzeylerinde yapılan ayrıntılı SEM analizlerinde, yüzeyde 5 farklı bölge seçilmiş ve her bir bölgeden alınan 250 veya 500 büyütmedeki SEM görüntüleri üzerinde 30'ar, toplamda 150 gözenek çapı ölçümü, ImageJ yazılımı kullanılarak gerçekleştirilmiştir.

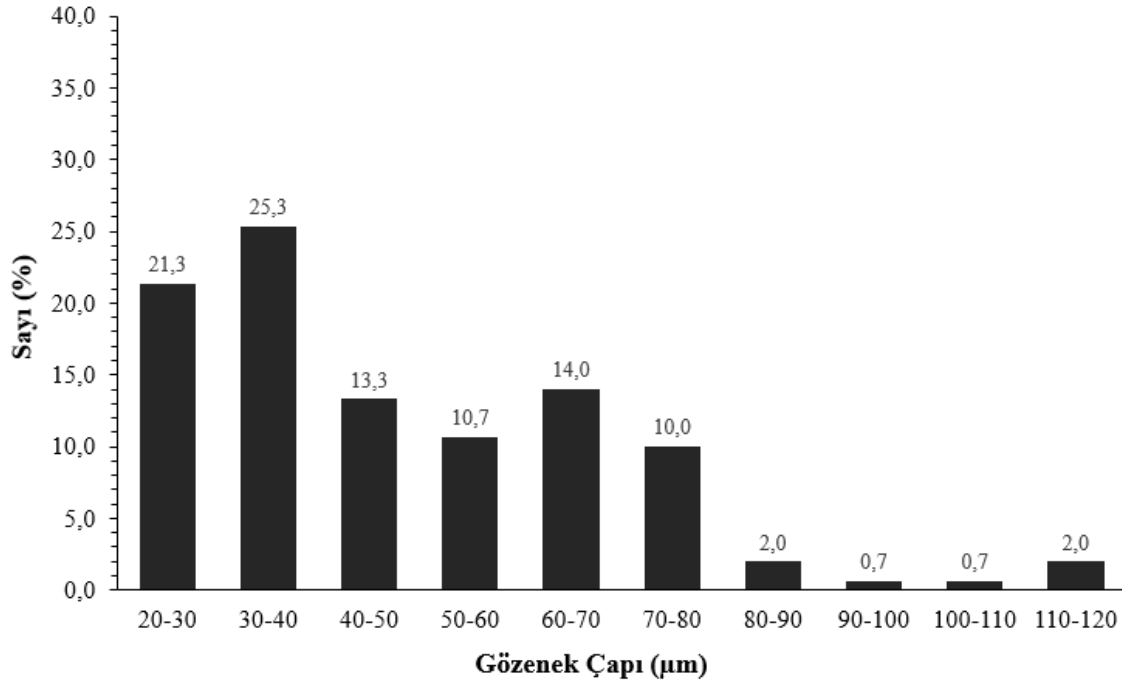
25 °C banyoda 0 rpm elektrik alan döndürme hızında üretilen yumağa ait hüzme çapı üretim sırasında ortalama  $7.32 \pm 1.6$  mm olarak ölçülen hüzme çapı, yıkama-kurutma işlemlerinden sonra marjinal bir düşüş ile yaklaşık 1.29 mm'ye düşmüştür. Bu marjinal düşüş CW 60 rpm elektrik alan dönüşü dışında tüm hızlarda görülmüştür. Nedeni, daha önce belirtildiği üzere, R1'e oranla 4.5 kat düşüt ceket kalınlığına ve dolayısıyla daha yüksek elektrik alan şiddetine sahip R2'de oda sıcaklığında elde edilen geniş hüzmelerin, yumağın 24 gözlü kültür kabına transferi sırasında ve kurutma sonrasında, hacmini ve

çapını kolayca yitirmiş olmasıdır. Şekil 4.47’de 25 °C R2 banyosuna toplandıktan sonra kurutulmuş hüzmelerin SEM görüntüsü (sol) ve gözenek çapı dağılımı için hüzmeye yüzeyinde seçilen 5 farklı ölçüm bölgesi (sağ) görülmektedir.



Şekil 4.47. 65:35 çözücü oranındaki PCL çözeltisi ile, 25 °C 0 rpm R2 banyosuna toplanan hüzmelerin detaylı SEM analizi; hüzmeye çapının ölçümü (sol) ve yüzeyden gözenek çapı analizi için 5 farklı bölge seçilmesi (sağ) (x 70).

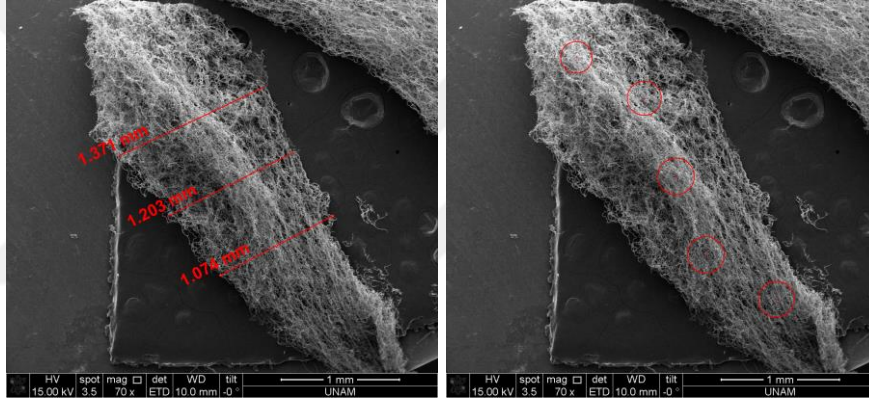
**R2-65:35 25°C Banyo 0 rpm Gözenek Çapı Dağılımı**



Şekil 4.48. 65:35 çözeltisinden 25 °C 0 rpm’de R2 banyosuna toplanan hüzmeye yüzeyinden yapılan SEM analizinden elde edilen gözenek çapı dağılımı.

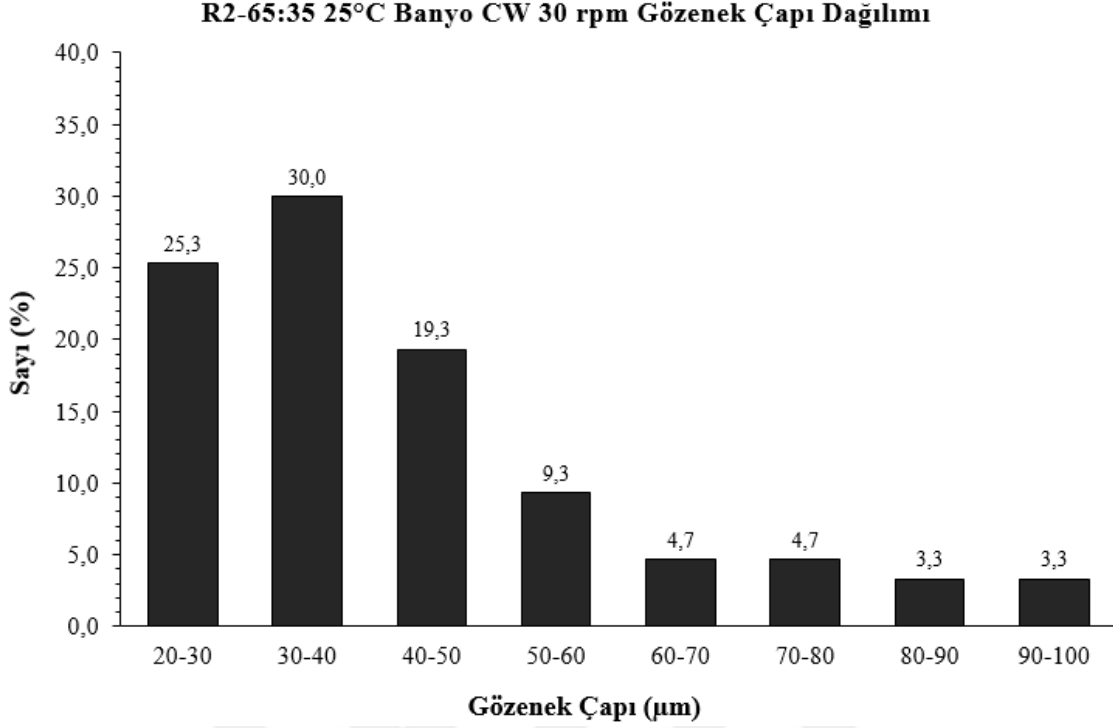
25 °C 0 rpm hüzmesindeki bölgeler üzerinde yapılan ölçümlerden elde edilen gözenek çapı dağılımı Şekil 4.48’de verilmiştir. Çap dağılımının %59.9’u 20-50 µm aralığında, %37.4’ü 50-100 µm ve kalan %2.7’si ise 100-120 µm aralığında ölçülmüştür. 150 ölçümün ortalaması  $48.06 \pm 20.43$  µm olarak bulunmuştur. Daha önce 500 büyütmedeki SEM görüntüsü üzerinden alınan 15’er ölçümün ortalaması  $33.80 \pm 3.28$  µm olarak verilmiştir.

25 °C CW 30 rpm elektrik alan döndürme hızında üretilen yumağa ait hüzme çapı üretim sırasında ortalama  $6.10 \pm 1.1$  mm olarak ölçülen hüzme çapı, yıkama-kurutma işlemlerinden sonra yaklaşık 1.22 mm’ye düşmüştür. Şekil 4.49’da söz konusu koşullarda R2 banyosuna toplandıktan sonra kurutulmuş hüzmenin SEM görüntüsü (sol) ve gözenek çapı dağılımı için hüzme yüzeyinde seçilen 5 farklı ölçüm bölgesi (sağ) verilmiştir.

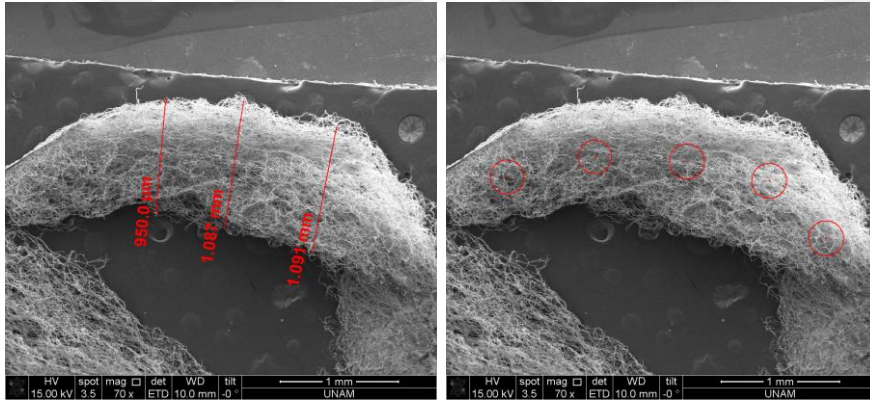


Şekil 4.49. 65:35 çözücü oranındaki PCL çözeltisi ile, 25 °C CW 30 rpm R2 banyosuna toplanan hüzmelerin detaylı SEM analizi; hüzme çapının ölçümü (sol) ve yüzeyden gözenek çapı analizi için 5 farklı bölge seçilmesi (sağ) (x 70).

25 °C CW 30 rpm hüzmesindeki bölgeler üzerinde yapılan ölçümlerden elde edilen gözenek çapı dağılımı Şekil 4.50’deki grafikte verilmiştir. Çap dağılımının %74.6’sı 20-50 µm aralığında ve kalan %25.3’ü 50-100 µm aralığında ölçülmüştür. 150 ölçümün ortalaması  $42.99 \pm 18.60$  µm olarak bulunmuştur. Daha önce yapılmış SEM analizinde, 500 büyütmedeki görüntü üzerinden alınan 15’er ölçümün ortalaması  $25.03 \pm 3.06$  µm olarak verilmiştir.

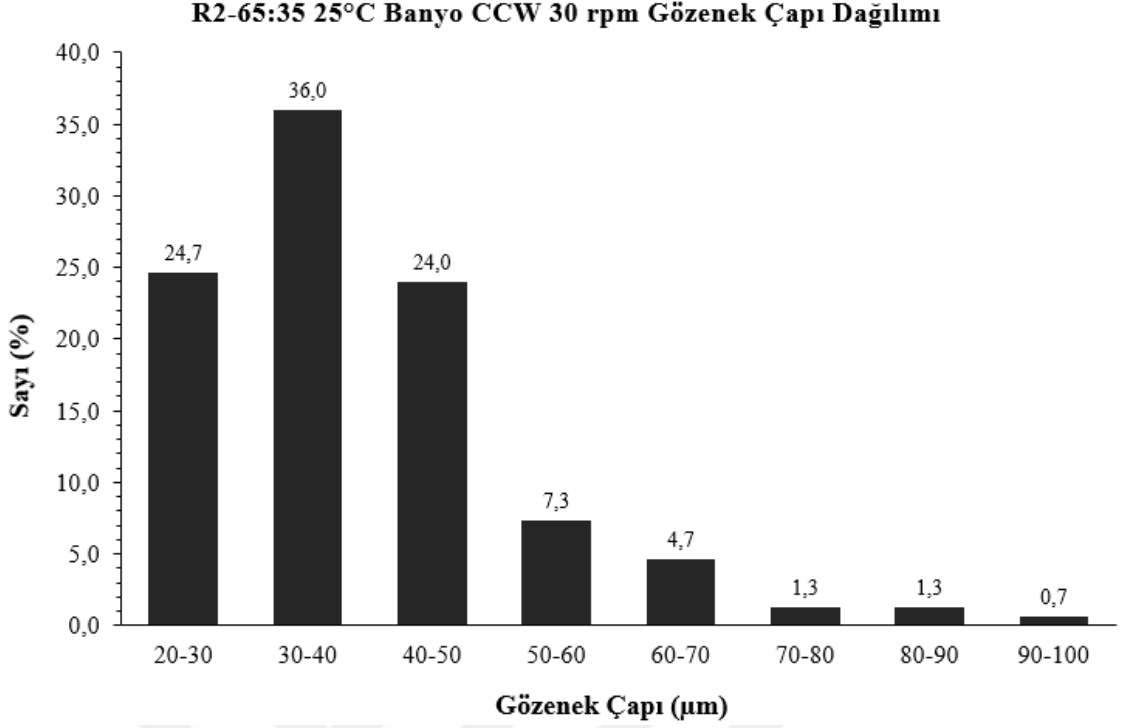


Şekil 4.50. 65:35 çözeltisinden 25 °C CW 30 rpm'de R2 banyosuna toplanan hüzmeye yapılan SEM analizinden elde edilen gözenek çapı dağılımı.



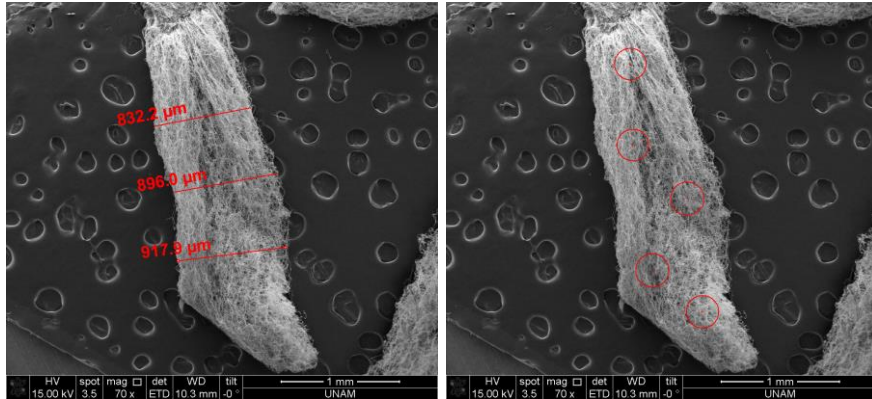
Şekil 4.51. 65:35 çözücü oranındaki PCL çözeltisi ile, 25 °C CCW 30 rpm R2 banyosuna toplanan hüzmelerin detaylı SEM analizi; hüzmeye çapının ölçümü (sol) ve yüzeyden gözenek çapı analizi için 5 farklı bölge seçilmesi (sağ) (x 70).

25 °C CCW 30 rpm elektrik alan döndürme hızında üretilen yumağa ait hüzmeye çapı üretim sırasında ortalama  $7.28 \pm 0.6$  mm iken, yıkama-kurutma işlemlerinden sonra yaklaşık 1.04 mm'ye düşmüştür. Şekil 4.51'de banyoya toplandıktan sonra kurutulmuş hüzmeye SEM görüntüsü (sol) ve gözenek çapı dağılımı için hüzmeye yüzeyinde seçilen 5 farklı ölçüm bölgesi (sağ) verilmiştir.



Şekil 4.52. 65:35 çözeltilisinden 25 °C CCW 30 rpm'de R2 banyosuna toplanan hüzmeye yüzeyinden yapılan SEM analizinden elde edilen gözenek çapı dağılımı.

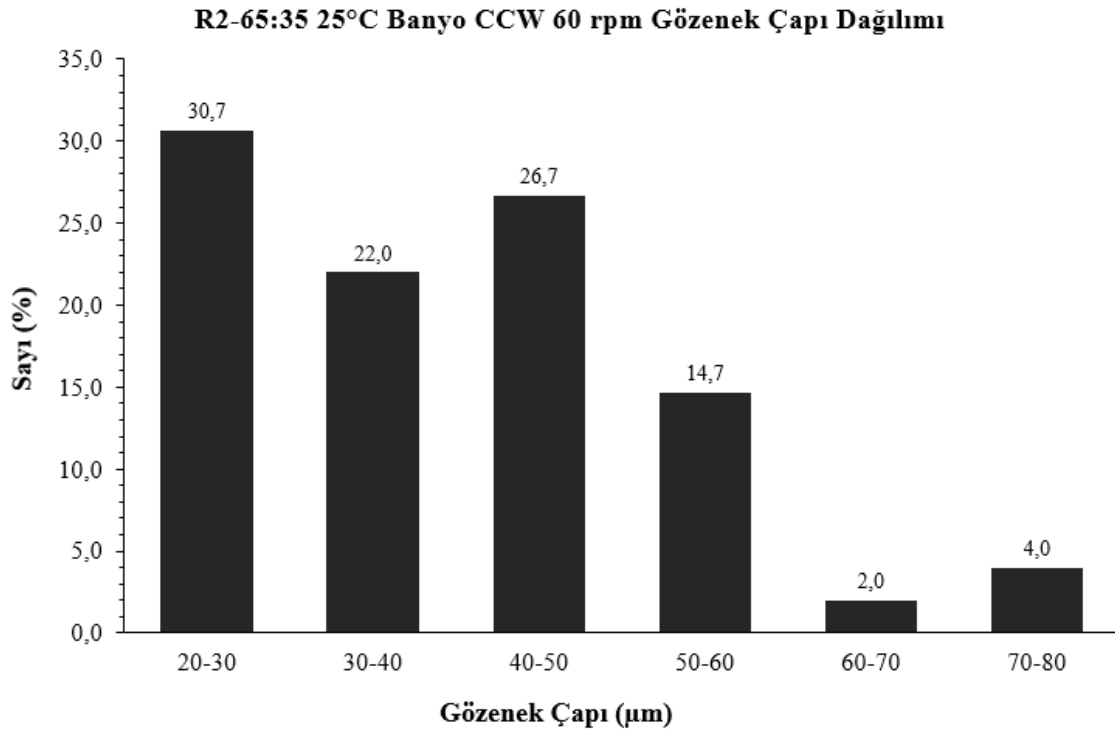
25 °C CCW 30 rpm hüzmesindeki bölgeler üzerinde yapılan ölçümlerden elde edilen gözenek çapı dağılımı Şekil 4.52'de verilmiştir. Çap dağılımının %84.7'si 20-50 µm aralığında ve kalan %15.3'ü 50-100 µm aralığında ölçülmüştür. 150 ölçümün ortalaması  $39.33 \pm 13.16$  µm olarak bulunmuştur. 500 büyütmedeki SEM görüntüsü üzerinde alınan 15 ölçümün ortalaması  $23.86 \pm 4.13$  µm olarak verilmiştir.



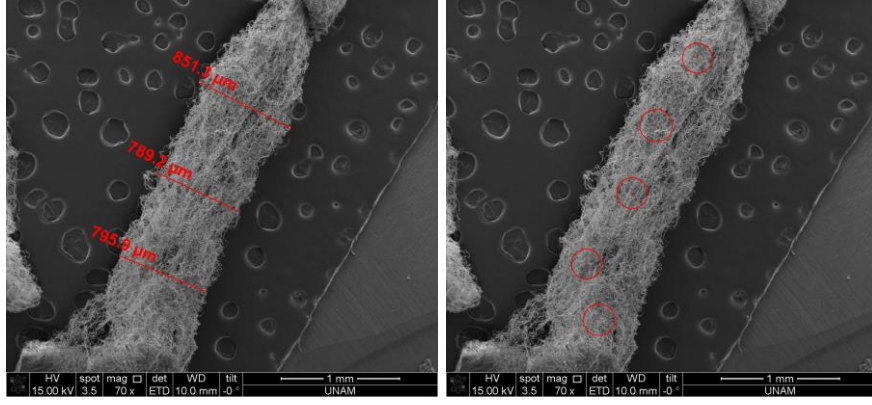
Şekil 4.53. 65:35 çözücü oranındaki PCL çözeltilisi ile, 25 °C CCW 60 rpm R2 banyosuna toplanan hüzmelerin detaylı SEM analizi; hüzmeye çapının ölçümü (sol) ve yüzeyden gözenek çapı analizi için 5 farklı bölge seçilmesi (sağ) (x 70).

25 °C CCW 60 rpm elektrik alan döndürme hızında üretilen yumağa ait hüzme çapı üretim sırasında ortalama  $5.69 \pm 1.4$  mm iken, yıkama-kurutma işlemlerinden sonra yaklaşık 0.88 mm'ye düşmüştür. Şekil 4.53'de banyoya toplandıktan sonra kurutulmuş hüzmenin SEM görüntüsü (sol) ve gözenek çapı dağılımı için hüzme yüzeyinde seçilen 5 farklı ölçüm bölgesi (sağ) verilmiştir.

25 °C CCW 60 rpm hüzmesindeki bölgeler üzerinde yapılan ölçümlerden elde edilen gözenek çapı dağılımı Şekil 4.54'de verilmiştir. Çap dağılımının %79.4'ü 20-50  $\mu$ m aralığında ve kalan %20.7'si 50-80  $\mu$ m aralığında ölçülmüştür. 150 ölçümün ortalaması  $39.25 \pm 13.49$   $\mu$ m olarak bulunmuştur. Önceki SEM analizinde benzer koşullarda üretilen örneğe ait 500 büyütmedeki görüntü üzerinde alınan 15 ölçümün ortalaması  $18.30 \pm 2.88$  olarak bulunmuştur. 15 ve 5 °C banyolarda farklı elektrik alan döndürme hızlarında elde edilen örnek hüzmeleri üzerinde yapılan önceki SEM analizlerinde (500 büyütmedeki SEM görüntüsü üzerinde 15'er ölçüm alınarak) ölçülen gözenek çapları, ayrıntılı SEM analizlerinden çok daha düşük çıkmıştır. Ayrıntılı SEM analizlerinde, örnekten alınan hüzmenin tüm yüzeyini tarayabilmek için 250 büyütmedeki görüntüler kullanıldığından, elde edilen gözenek çapı verileri daha güvenilirdir.

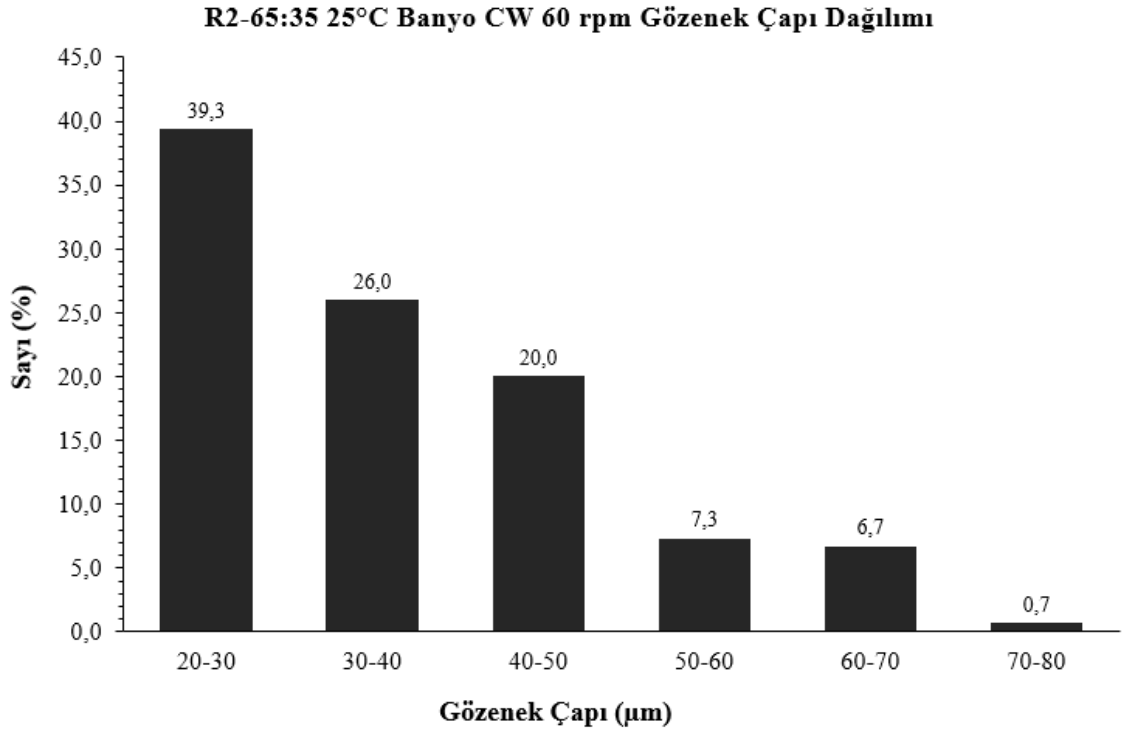


Şekil 4.54. 65:35 çözeltisinden 25 °C'de CCW 60 rpm'de R2 banyosuna toplanan hüzme yüzeyinden yapılan SEM analizinden elde edilen gözenek çapı dağılımı.



Şekil 4.55. 65:35 çözücü oranındaki PCL çözeltisi ile, 25 °C CW 60 rpm R2 banyosuna toplanan hüzmelerin detaylı SEM analizi; hüzmeye çapının ölçümü (sol) ve yüzeyden gözenek çapı analizi için 5 farklı bölge seçilmesi (sağ) (x 70).

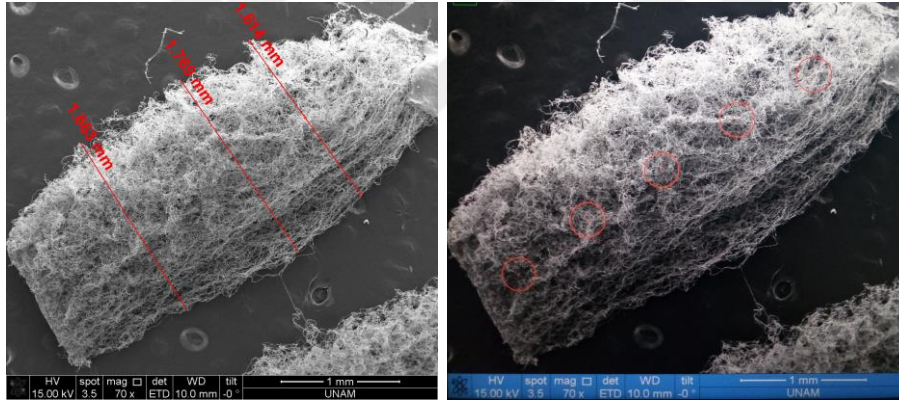
25 °C CW 60 rpm elektrik alan döndürme hızında üretilen yumağa ait hüzmeye çapı üretim sırasında ortalama  $1.68 \pm 0.2$  mm olarak ölçülen hüzmeye çapı, yıkama-kurutma işlemlerinden sonra yaklaşık 0.81 mm'ye düşmüştür. Şekil 4.55'de banyoya toplandıktan sonra kurutulmuş hüzmeye çapının SEM görüntüsü (sol) ve gözenek çapı dağılımı için hüzmeye yüzeyinde seçilen 5 farklı ölçüm bölgesi (sağ) verilmiştir.



Şekil 4.56. 65:35 çözeltisinden 25 °C CW 60 rpm'de R2 banyosuna toplanan hüzmeye yüzeyinden yapılan SEM analizinden elde edilen gözenek çapı dağılımı.

25 °C CW 60 rpm hüzmesindeki bölgeler üzerinde yapılan ölçümlerden elde edilen gözenek çapı dağılımı Şekil 4.56'da verilmiştir. Çap dağılımının %85.3'ü 20-50 µm aralığında ve kalan %14.7'si 50-80 µm aralığında ölçülmüştür. 150 ölçümün ortalaması  $36.47 \pm 13.16$  µm olarak bulunmuştur. Daha önce 500 büyütmedeki SEM görüntüsü üzerinden alınan 15'er ölçümün ortalaması  $16.66 \pm 2.92$  µm olarak verilmiştir.

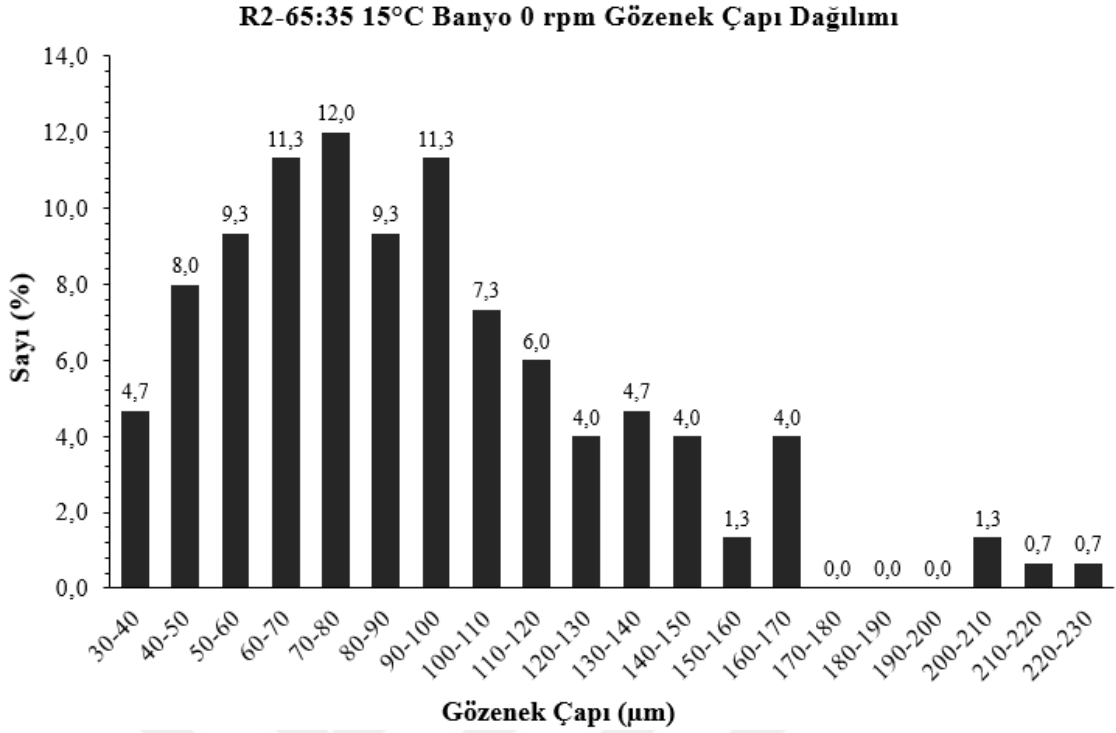
15 °C sıcaklıktaki R2 banyosuna toplanan yumaklara ait hüzme yüzeylerinde yapılan ayrıntılı SEM analizlerinde, 25 °C banyo örneklerinde olduğu gibi yüzeyde 5 farklı bölge seçilmiş ve ImageJ yazılımı kullanılarak her bir görüntüden 30'ar, toplamda 150 gözenek çapı ölçümü alınmıştır. 15 °C 0 rpm elektrik alan döndürme hızında üretilen yumağa ait hüzme çapı üretim sırasında ortalama  $3.33 \pm 0.5$  mm olarak ölçülen hüzme çapı, yıkama-kurutma işlemlerinden sonra yaklaşık 1.68 mm'ye düşmüştür. Şekil 4.57'de 15 °C R2 banyosuna toplandıktan sonra kurutulmuş hüzmenin SEM görüntüsü (sol) ve gözenek çapı dağılımı için hüzme yüzeyinde seçilen 5 farklı ölçüm bölgesi (sağ) görülmektedir.



Şekil 4.57. 65:35 çözücü oranındaki PCL çözeltisi ile, 15 °C 0 rpm R2 banyosuna toplanan hüzmelerin detaylı SEM analizi; hüzme çapının ölçümü (sol) ve yüzeyden gözenek çapı analizi için 5 farklı bölge seçilmesi (sağ) (x 70).

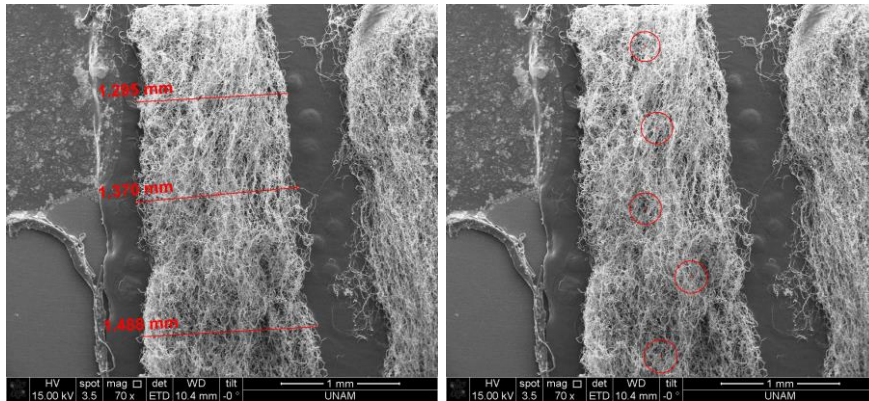
15 °C 0 rpm hüzmesindeki bölgeler üzerinde yapılan ölçümlerden elde edilen gözenek çapı dağılımı Şekil 4.58'de verilmiştir. Çap dağılımının %12.7'si 30-50 µm, %53.2'si 50-100 µm aralığında, %26'sı 100-150 µm aralığında, %5.3'ü 150-200 µm aralığında ve kalan %2.7'si 200-230 µm aralığında ölçülmüştür. 150 ölçümün ortalaması  $91.64 \pm 39.54$  µm olarak bulunmuştur.



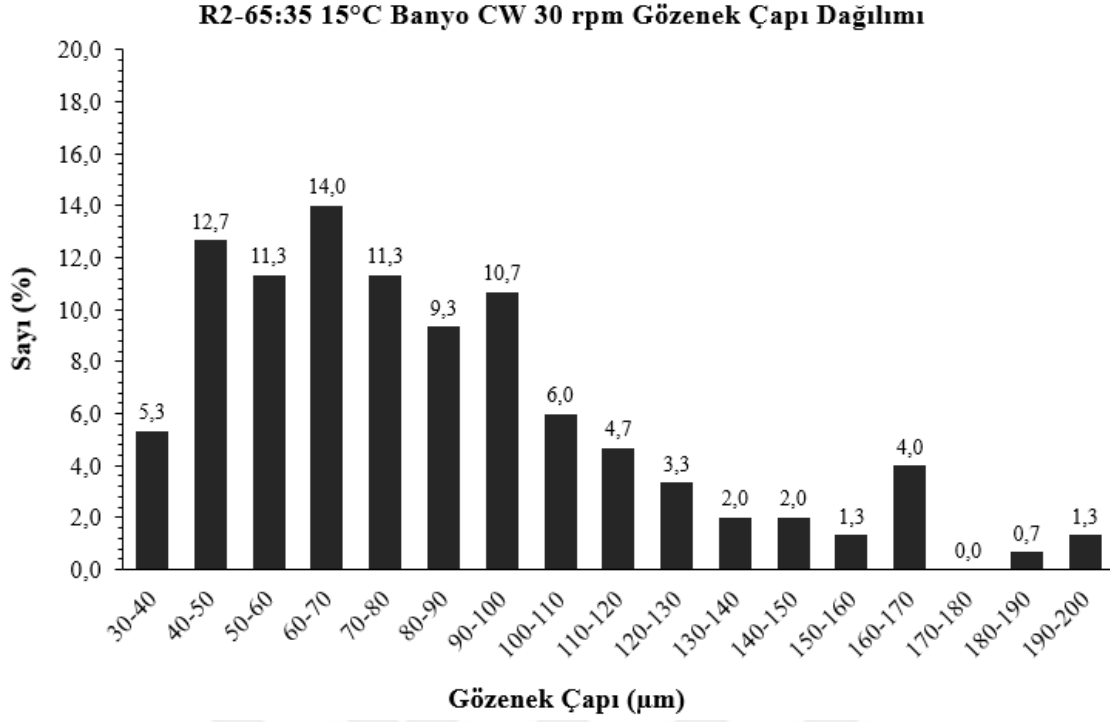


Şekil 4.58. 65:35 çözeltilisinden 15 °C 0 rpm'de R2 banyosuna toplanan hüzmeye yüzeyinden yapılan SEM analizinden elde edilen gözenek çapı dağılımı.

15 °C CW 30 rpm elektrik alan döndürme hızında üretilen yumağa ait hüzmeye çapı üretim sırasında ortalama  $2.73 \pm 0.3$  mm iken, yıkama-kurutma işlemlerinden sonra yaklaşık 1.38 mm'ye düşmüştür. Şekil 4.59'da banyoya toplandıktan sonra kurutulmuş hüzmeyin SEM görüntüsü (sol) ve gözenek çapı dağılımı için hüzmeye yüzeyinde seçilen 5 farklı ölçüm bölgesi (sağ) verilmiştir.

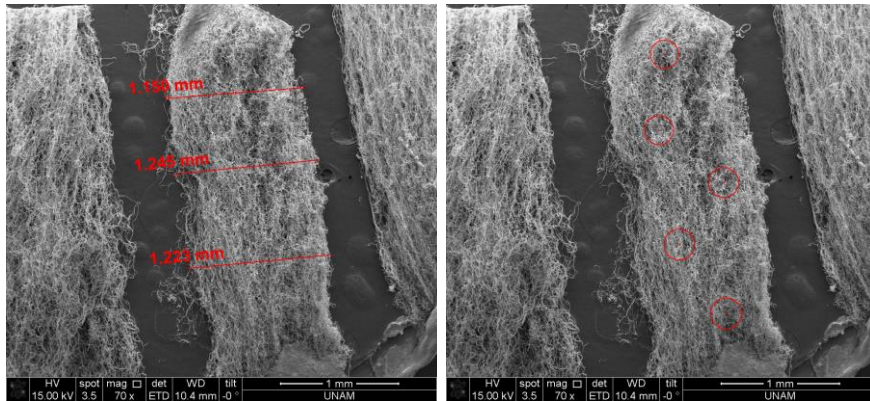


Şekil 4.59. 65:35 çözücü oranındaki PCL çözeltilisi ile, 15 °C CW 30 rpm R2 banyosuna toplanan hüzmelerin detaylı SEM analizi; hüzmeye çapının ölçümü (sol) ve yüzeyden gözenek çapı analizi için 5 farklı bölge seçilmesi (sağ) (x 70).



Şekil 4.60. 65:35 çözeltisinden 15 °C CW 30 rpm'de R2 banyosuna toplanan hüzmeye yüzeyinden yapılan SEM analizinden elde edilen gözenek çapı dağılımı.

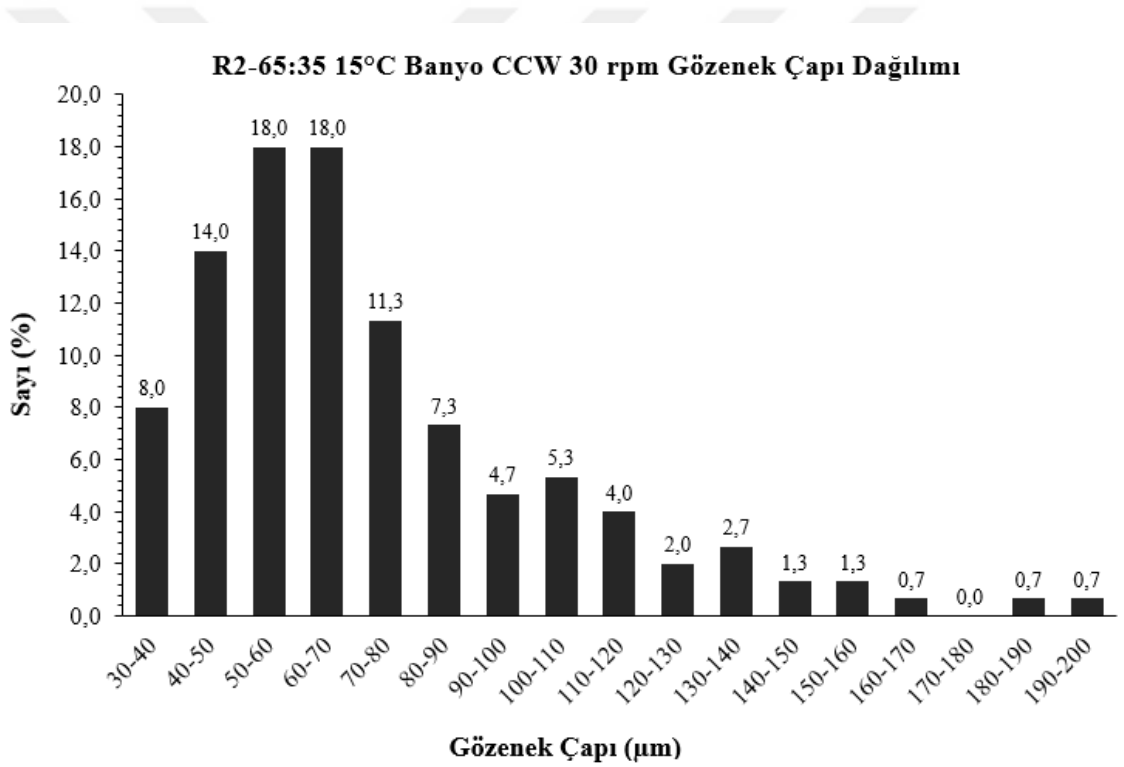
15 °C CW 30 rpm hüzmesindeki bölgeler üzerinde yapılan ölçümlerden elde edilen gözenek çapı dağılımı Şekil 4.60'da verilmiştir. Çap dağılımının %18'i 30-50 µm, %56.6'sı 50-100 µm aralığında, %18'i 100-150 µm aralığında ve kalan %7.3'ü 150-200 µm aralığında ölçülmüştür. 150 ölçümün ortalaması  $87.37 \pm 36.59$  µm olarak bulunmuştur.



Şekil 4.61. 65:35 çözücü oranındaki PCL çözeltisi ile, 15 °C CCW 30 rpm R2 banyosuna toplanan hüzmelerin detaylı SEM analizi; hüzmeye çapının ölçümü (sol) ve yüzeyden gözenek çapı analizi için 5 farklı bölge seçilmesi (sağ) (x 70).

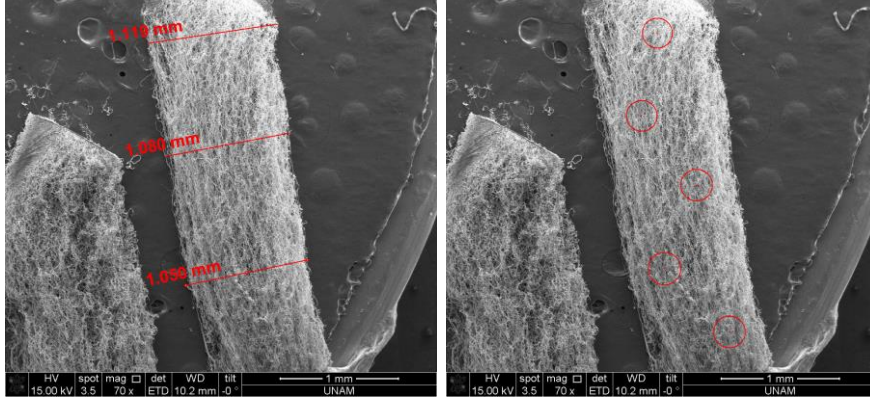
15 °C CCW 30 rpm elektrik alan döndürme hızında üretilen yumağa ait hüzme çapı üretim sırasında ortalama  $2.48 \pm 0.3$  mm iken, yıkama-kurutma işlemlerinden sonra yaklaşık 1.21 mm'ye düşmüştür. Şekil 4.61'de banyoya toplandıktan sonra kurutulmuş hüzmenin SEM görüntüsü (sol) ve gözenek çapı dağılımı için hüzme yüzeyinde seçilen 5 farklı ölçüm bölgesi (sağ) verilmiştir.

15 °C CCW 30 rpm hüzmesindeki bölgeler üzerinde yapılan ölçümlerden elde edilen gözenek çapı dağılımı Şekil 4.62'de verilmiştir. Çap dağılımının %22'si 30-50  $\mu\text{m}$ , %59.3'ü 50-100  $\mu\text{m}$  aralığında, %15.3'ü 100-150  $\mu\text{m}$  aralığında ve kalan %3.4'ü 150-200  $\mu\text{m}$  aralığında ölçülmüştür. 150 ölçümün ortalaması  $73.78 \pm 31.39$   $\mu\text{m}$  olarak bulunmuştur.



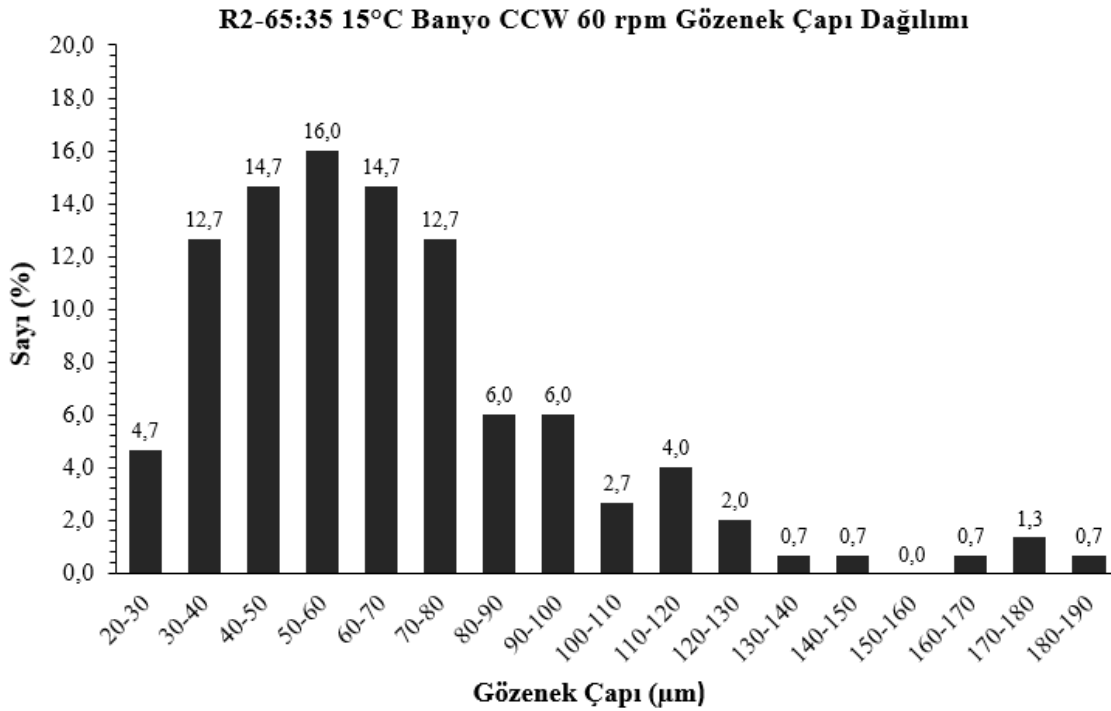
Şekil 4.62. 65:35 çözeltisinden 15 °C CCW 30 rpm'de R2 banyosuna toplanan hüzme yüzeyinden yapılan SEM analizinden elde edilen gözenek çapı dağılımı.

15 °C CCW 60 rpm elektrik alan döndürme hızında üretilen yumağa ait hüzme çapı üretim sırasında ortalama  $1.95 \pm 0.3$  mm iken, yıkama-kurutma işlemlerinden sonra yaklaşık 1.08 mm'ye düşmüştür. Şekil 4.63'de banyoya toplandıktan sonra kurutulmuş hüzmenin SEM görüntüsü (sol) ve gözenek çapı dağılımı için hüzme yüzeyinde seçilen 5 farklı ölçüm bölgesi (sağ) verilmiştir.

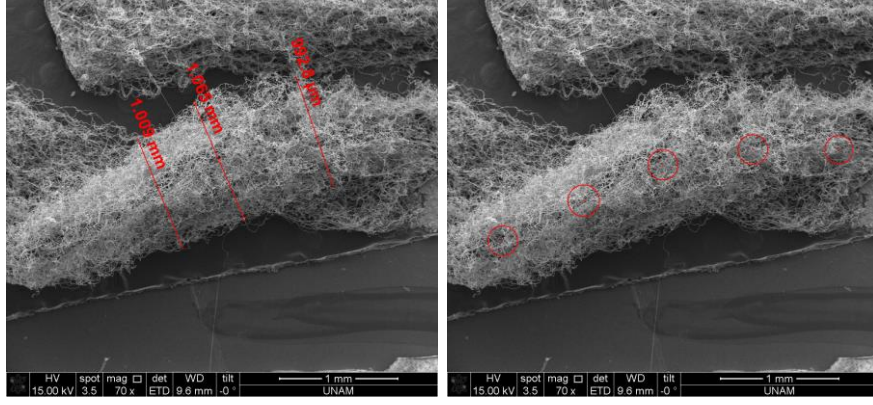


Şekil 4.63. 65:35 çözücü oranındaki PCL çözeltisi ile, 15 °C CCW 60 rpm R2 banyosuna toplanan hüzmelerin detaylı SEM analizi; hüزمة çapının ölçümü (sol) ve yüzeyden gözenek çapı analizi için 5 farklı bölge seçilmesi (sağ) (x 70).

15 °C CCW 60 rpm hüzmesindeki bölgeler üzerinde yapılan ölçümlerden elde edilen gözenek çapı dağılımı Şekil 4.64’de verilmiştir. Çap dağılımının %32’si 20-50 µm, %55.3’ü 50-100 µm aralığında, %10’u 100-150 µm aralığında ve kalan %2.7’si 150-190 µm aralığında ölçülmüştür. 150 ölçümün ortalaması  $67.33 \pm 31.23$  µm olarak bulunmuştur.

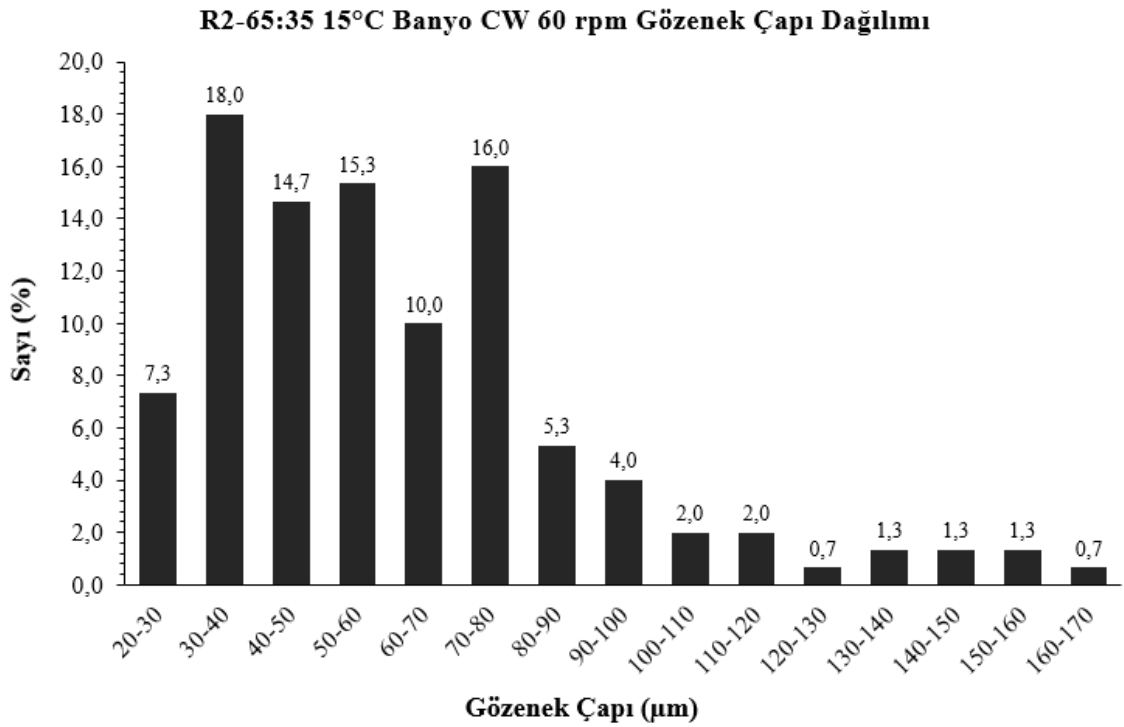


Şekil 4.64. 65:35 çözeltisinden 15 °C CCW 60 rpm’de R2 banyosuna toplanan hüزمة yüzeyinden yapılan SEM analizinden elde edilen gözenek çapı dağılımı.



Şekil 4.65. 65:35 çözücü oranındaki PCL çözeltisi ile, 15 °C CW 60 rpm R2 banyosuna toplanan hüzmelerin detaylı SEM analizi; hüzmeye çapının ölçümü (sol) ve yüzeyden gözenek çapı analizi için 5 farklı bölge seçilmesi (sağ) (x 70).

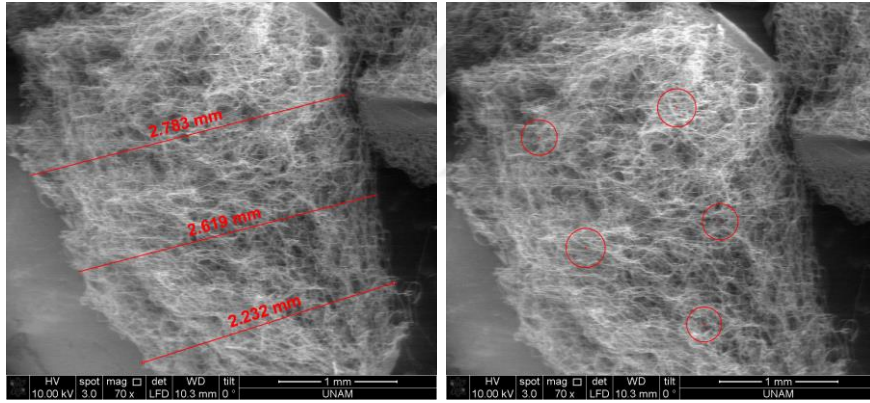
15 °C CW 60 rpm elektrik alan döndürme hızında üretilen yumağa ait hüzmeye çapı üretim sırasında ortalama  $1.94 \pm 0.2$  mm iken, yıkama-kurutma işlemlerinden sonra yaklaşık 1.02 mm'ye düşmüştür. Şekil 4.65'de banyoya toplandıktan sonra kurutulmuş hüzmelerin SEM görüntüsü (sol) ve gözenek çapı dağılımı için hüzmeye yüzeyinde seçilen 5 farklı ölçüm bölgesi (sağ) verilmiştir.



Şekil 4.66. 65:35 çözeltisinden 15 °C CW 60 rpm'de R2 banyosuna toplanan hüzmeye yüzeyinden yapılan SEM analizinden elde edilen gözenek çapı dağılımı.

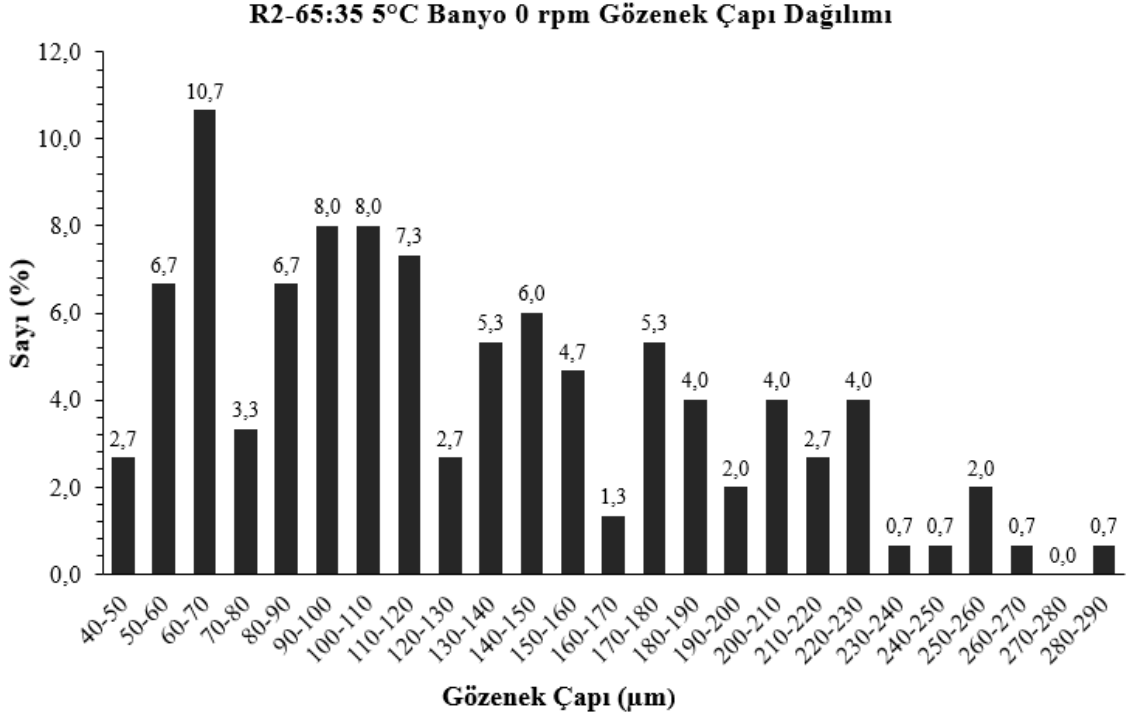
15 °C CW 60 rpm hüzmesindeki bölgeler üzerinde yapılan ölçümlerden elde edilen gözenek çapı dağılımı Şekil 4.66'daki grafikte verilmiştir. Çap dağılımının %40'ı 20-50 µm, %50.7'si 50-100 µm aralığında, %7.3'ü 100-150 µm aralığında ve kalan %2'si 150-170 µm aralığında ölçülmüştür. 150 ölçümün ortalaması  $62.09 \pm 29.37$  µm olarak bulunmuştur.

5 °C sıcaklıktaki R2 banyosuna toplanan yumaklara ait hüzme yüzeylerinde yapılan ayrıntılı SEM analizlerinde, diğer banyo sıcaklıklarında olduğu üzere yüzeyde 5 farklı bölge seçilmiş ve ImageJ yazılımı kullanılarak 30'ar, toplamda 150 gözenek çapı ölçümü yapılmıştır. 0 rpm elektrik alan döndürme hızında üretim sırasında yumağa ait ortalama  $4.46 \pm 0.2$  mm olarak ölçülen hüzme çapı, yıkama-kurutma işlemlerinden sonra yaklaşık 2.54 mm'ye düşmüştür. Şekil 4.67'de, 5 °C R2 banyosuna toplandıktan sonra kurutulmuş hüzmenin SEM görüntüsü (sol) ve gözenek çapı dağılımı için hüzme yüzeyinde seçilen 5 farklı ölçüm bölgesi (sağ) görülmektedir.

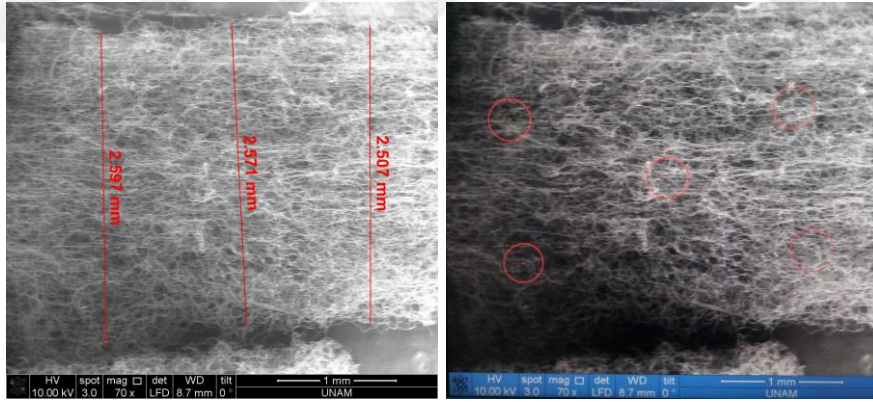


Şekil 4.67. 65:35 çözücü oranındaki PCL çözeltisi ile, 5 °C 0 rpm R2 banyosuna toplanan hüzmelerin detaylı SEM analizi; hüzme çapının ölçümü (sol) ve yüzeyden gözenek çapı analizi için 5 farklı bölge seçilmesi (sağ) (x 70).

5 °C 0 rpm hüzmesindeki bölgeler üzerinde yapılan ölçümlerden elde edilen gözenek çapı dağılımı Şekil 4.68'de verilmiştir. Çap dağılımının yaklaşık %2.7'si 40-50 µm, %35.3'ü 50-100 µm aralığında, %29.3'ü 100-150 µm aralığında, %17.3'ü 150-200 µm aralığında, %12.1'i 200-250 µm aralığında ve kalan %3.4'ü 250-290 µm aralığında ölçülmüştür. 150 ölçümün ortalaması  $128.29 \pm 57.67$  µm olarak bulunmuştur.



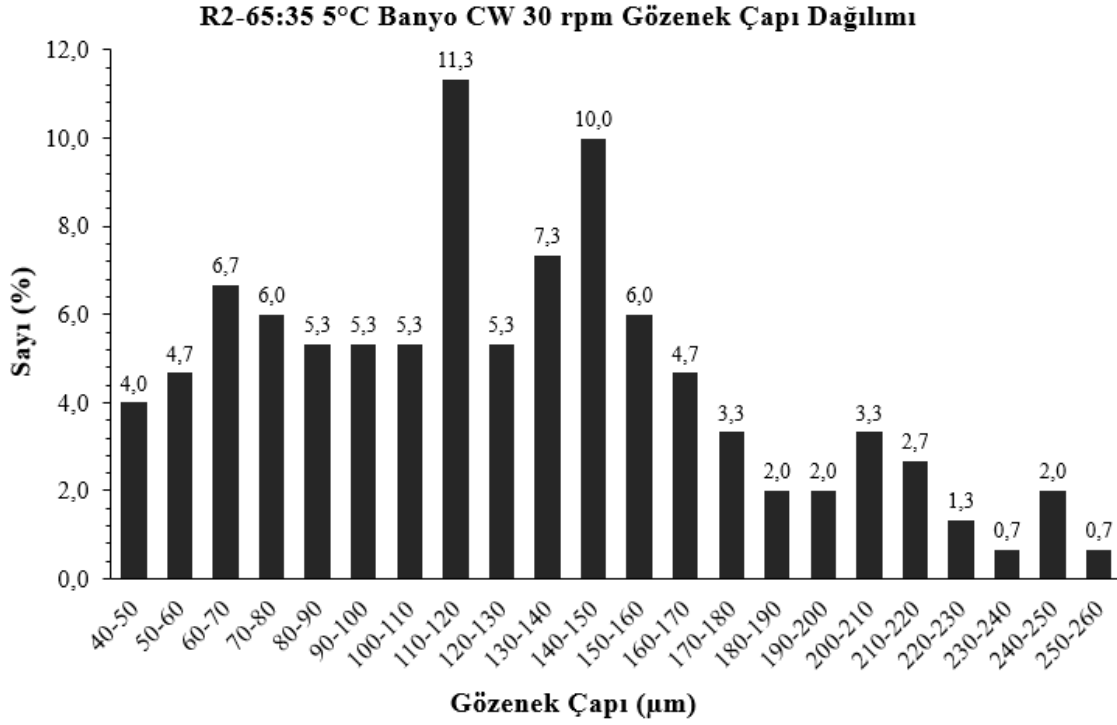
Şekil 4.68. 65:35 çözeltisinden 5 °C 0 rpm'de R2 banyosuna toplanan hüzmeye yüzeyinden yapılan SEM analizinden elde edilen gözenek çapı dağılımı.



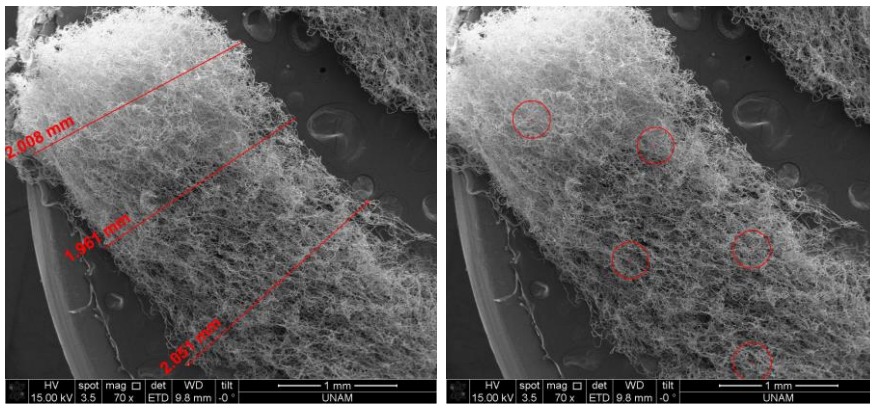
Şekil 4.69. 65:35 çözücü oranındaki PCL çözeltisi ile, 5 °C CW 30 rpm R2 banyosuna toplanan hüzmelerin detaylı SEM analizi; hüzmeye çapının ölçümü (sol) ve yüzeyden gözenek çapı analizi için 5 farklı bölge seçilmesi (sağ) (x 70).

5 °C CW 30 rpm elektrik alan döndürme hızında üretilen yumağa ait hüzmeye çapı üretim sırasında ortalama  $3.58 \pm 0.1$  mm iken, yıkama-kurutma işlemlerinden sonra yaklaşık 2.56 mm'ye düşmüştür. Şekil 4.69'da 5 °C CW 30 rpm koşullarında R2 banyosuna toplandıktan sonra kurutulmuş hüzmeye SEM görüntüsü (sol) ve gözenek çapı dağılımı için hüzmeye yüzeyinde seçilen 5 farklı ölçüm bölgesi (sağ) görülmektedir.

5 °C CW 30 rpm hüzmesindeki bölgeler üzerinde yapılan ölçümlerden elde edilen gözenek çapı dağılımı Şekil 4.70'de verilmiştir. Çap dağılımının yaklaşık %4'ü 40-50 µm, %28'i 50-100 µm aralığında, %39.3'ü 100-150 µm aralığında, %18'i 150-200 µm aralığında ve kalan %10.7'si 200-260 µm aralığında ölçülmüştür. 150 ölçümün ortalaması  $126.51 \pm 50.22$  µm olarak bulunmuştur.



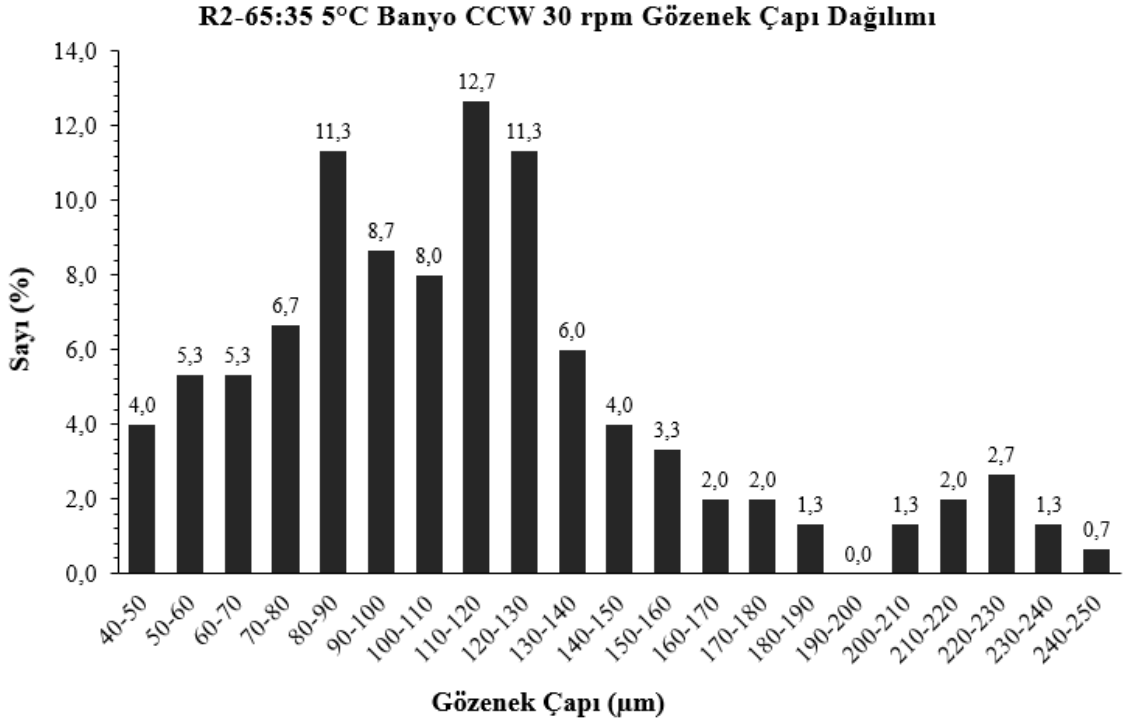
Şekil 4.70. 65:35 çözeltilisinden 5 °C CW 30 rpm'de R2 banyosuna toplanan hüzme yüzeyinden yapılan SEM analizinden elde edilen gözenek çapı dağılımı.



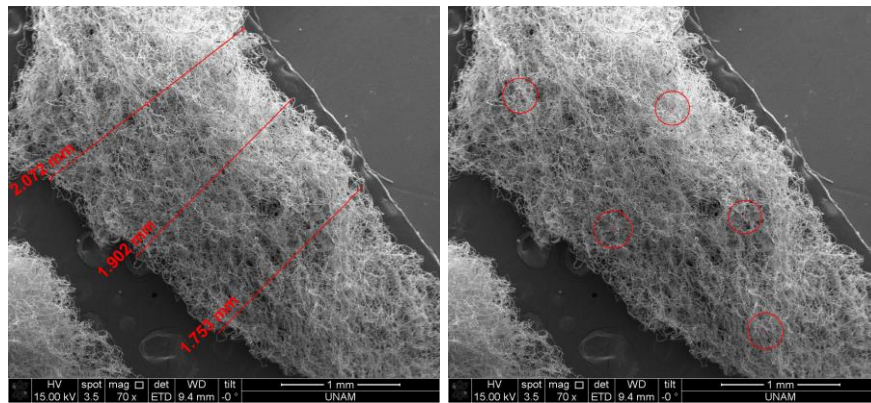
Şekil 4.71. 65:35 çözücü oranındaki PCL çözeltisi ile, 5 °C CCW 30 rpm R2 banyosuna toplanan hüzmelerin detaylı SEM analizi; hüzme çapının ölçümü (sol) ve yüzeyden gözenek çapı analizi için 5 farklı bölge seçilmesi (sağ) (x 70).



5 °C CCW 30 rpm elektrik alan döndürme hızında üretim sırasında yumağa ait ortalama  $3.20 \pm 0.2$  mm olarak ölçülen hüzmeye çapı, yıkama-kurutma işlemlerinden sonra yaklaşık 2.01 mm'ye düşmüştür. Şekil 4.71'de 5 °C R2 banyosuna toplandıktan sonra kurutulmuş hüzmelerin SEM görüntüsü (sol) ve gözenek çapı dağılımı için hüzmeye yüzeyinde seçilen 5 farklı ölçüm bölgesi (sağ) görülmektedir.

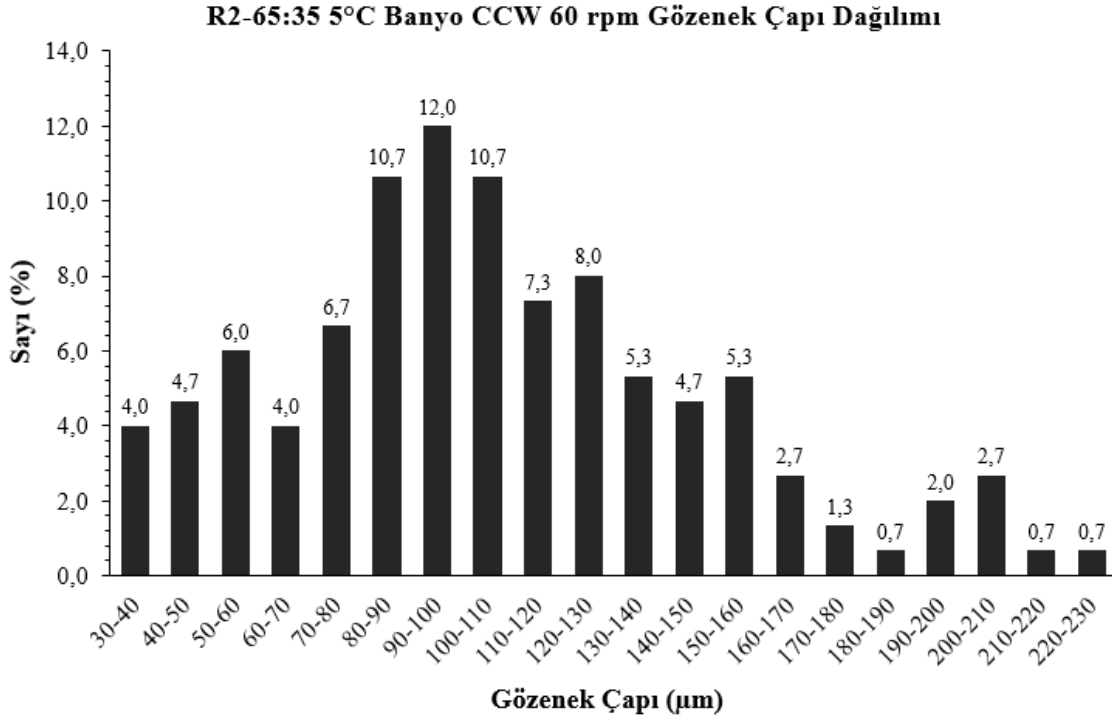


Şekil 4.72. 65:35 çözeltisinden 5 °C CCW 30 rpm'de R2 banyosuna toplanan hüzmeye yüzeyinden yapılan SEM analizinden elde edilen gözenek çapı dağılımı.



Şekil 4.73. 65:35 çözücü oranındaki PCL çözeltisi ile, 5 °C CCW 60 rpm R2 banyosuna toplanan hüzmelerin detaylı SEM analizi; hüzmeye çapının ölçümü (sol) ve yüzeyden gözenek çapı analizi için 5 farklı bölge seçilmesi (sağ) (x 70).

5 °C CCW 30 rpm hüzmesindeki bölgeler üzerinde yapılan ölçümlerden elde edilen gözenek çapı dağılımı grafiği Şekil 4.72’de verilmiştir. Çap dağılımının yaklaşık %4’ü 40-50 µm, %37.3’ü 50-100 µm aralığında, %42’si 100-150 µm aralığında, %8.7’si 150-200 µm aralığında ve kalan %8’i 200-250 µm aralığında ölçülmüştür. 150 ölçümün ortalaması  $113.67 \pm 44.28$  µm olarak bulunmuştur.

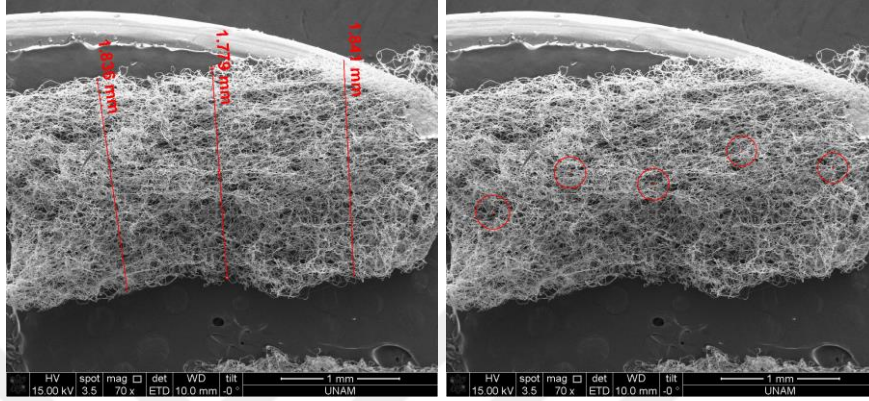


Şekil 4.74. 65:35 çözeltisinden 5 °C CCW 60 rpm’de R2 banyosuna toplanan hüzme yüzeyinden yapılan SEM analizinden elde edilen gözenek çapı dağılımı.

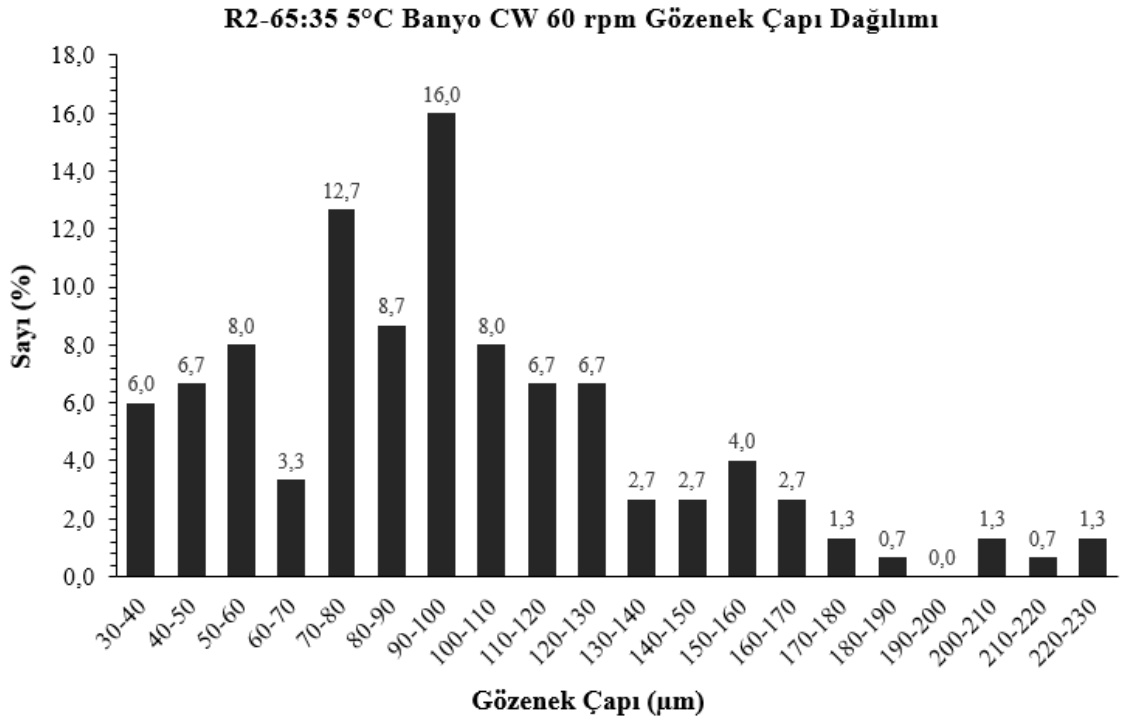
5 °C CCW 60 rpm elektrik alan döndürme hızında üretilen yumağa ait hüzme çapı üretim sırasında ortalama  $3.12 \pm 0.2$  mm iken, yıkama-kurutma işlemlerinden sonra yaklaşık 1.91 mm’ye düşmüştür. Şekil 4.73’de 5 °C R2 banyosuna toplandıktan sonra kurutulmuş hüzmenin SEM görüntüsü (sol) ve gözenek çapı dağılımı için hüzme yüzeyinde seçilen 5 farklı ölçüm bölgesi (sağ) görülmektedir.

5 °C CCW 60 rpm hüzmesindeki bölgeler üzerinde yapılan ölçümlerden elde edilen gözenek çapı dağılımı Şekil 4.74’de verilmiştir. Çap dağılımının yaklaşık %8.7’si 30-50 µm, %39.3’ü 50-100 µm aralığında, %36’sı 100-150 µm aralığında, %12’si 150-200 µm aralığında ve kalan %4’ü 200-230 µm aralığında ölçülmüştür. 150 ölçümün ortalaması  $107.08 \pm 42.35$  µm olarak bulunmuştur.

5 °C CW 60 rpm elektrik alan döndürme hızında üretilen yumağa ait hüzmeye ait üretim sırasında ortalama  $3.08 \pm 0.04$  mm iken, yıkama-kurutma işlemlerinden sonra yaklaşık 1.82 mm'ye düşmüştür. Şekil 4.75'de 5 °C R2 banyosuna toplandıktan sonra kurutulmuş hüzmelerin SEM görüntüsü (sol) ve gözenek çapı dağılımı için hüzmeye yüzeyinde seçilen 5 farklı ölçüm bölgesi (sağ) görülmektedir.



Şekil 4.75. 65:35 çözücü oranındaki PCL çözeltisi ile, 5 °C CW 60 rpm R2 banyosuna toplanan hüzmelerin detaylı SEM analizi; hüzmeye çapının ölçümü (sol) ve yüzeyden gözenek çapı analizi için 5 farklı bölge seçilmesi (sağ) (x 70).



Şekil 4.76. 65:35 çözeltisinden 5 °C CW 60 rpm'de R2 banyosuna toplanan hüzmeye yüzeyinden yapılan SEM analizinden elde edilen gözenek çapı dağılımı.

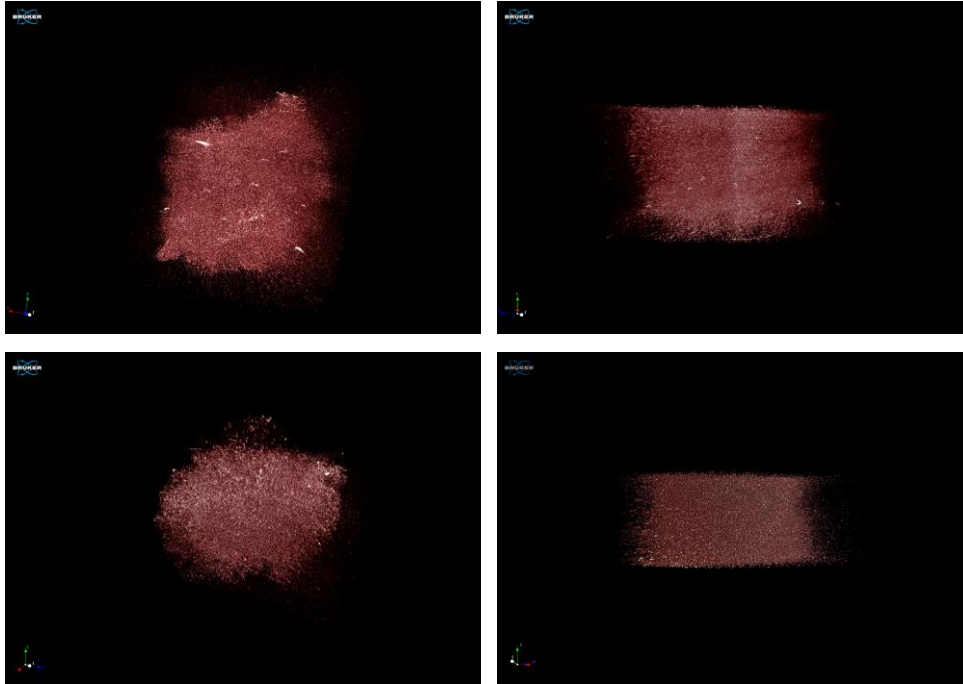
5 °C CW 60 rpm hüzmesindeki bölgeler üzerinde yapılan ölçümlerden elde edilen gözenek çapı dağılımı Şekil 4.76'da verilmiştir. Çap dağılımının yaklaşık %12.7'si 30-50 µm, %48.7'si 50-100 µm, %26.7'si 100-150 µm, %8.7'si 150-200 µm aralığında ve kalan %3.3'ü 200-230 µm aralığında ölçülmüştür. 150 ölçümün ortalaması  $97.17 \pm 41.46$  µm olarak bulunmuştur.

Sonuç olarak, 25, 15 ve 5 °C sıcaklığa sahip banyolarda üretilen yumaklar üzerinde yapılan ayrıntılı SEM analizlerinde, banyo sıcaklığı düştükçe ve elektrik alan dönüş hızı azaldıkça yapılar içerisindeki gözenek boyutlarının kademeli olarak arttığı tespit edilmiştir.

#### 4.4.2. R2'de Üretilen Yumakların µ-CT Tarama Sonuçları

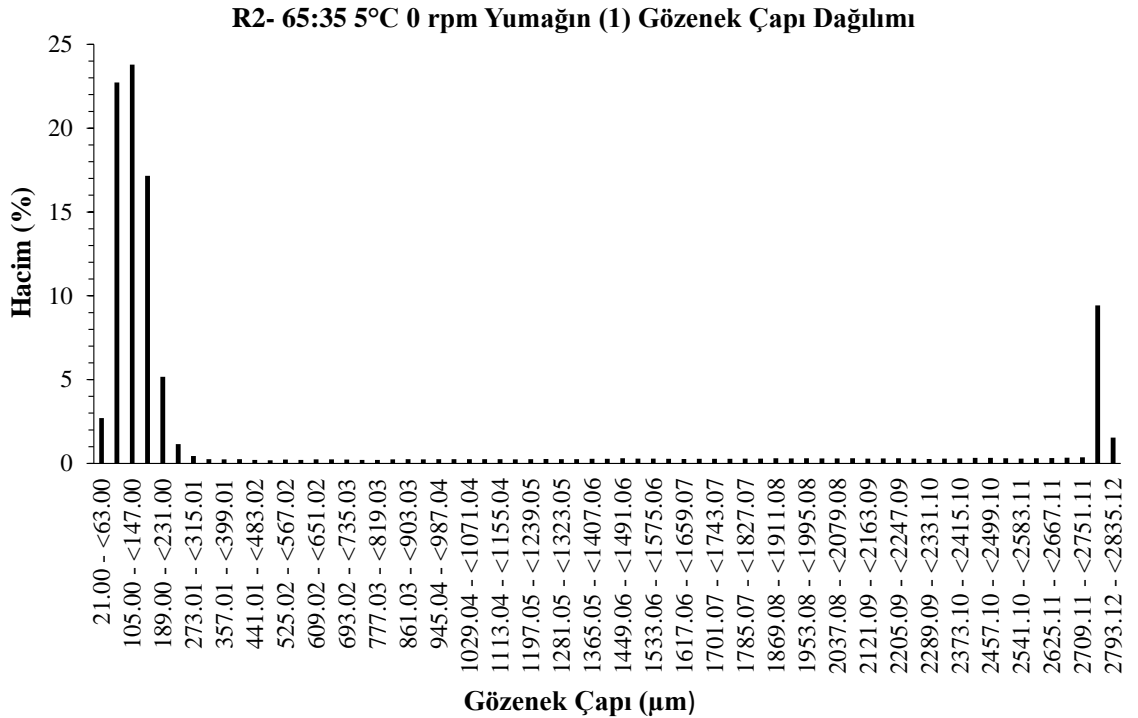
Farklı banyo sıcaklıkları ve elektrik alan döndürme hızlarında üretilen yumakların µ-CT taramaları gerçekleştirilerek gözeneklilik ve gözenek çapı dağılımları belirlenmiştir.

5 °C 0 rpm koşullarında üretilerek µ-CT'de taranan 4 örneğe ait görüntüler Şekil 4.77'de ve gözenek çapı dağılımı grafikleri Şekil 4.79, 4.80, 4.81 ve 4.82'de verilmiştir. 4 örnekten tarama sonucu elde edilen toplam gözeneklilik  $\%83.22 \pm 2.92$  olarak ölçülmüştür.



Şekil 4.77. 5 °C R2 banyosunda 0 rpm elektrik alan döndürme hızında üretildikten sonra dondurarak kurutma yapılan yumakların µ-CT tarama görüntüleri.

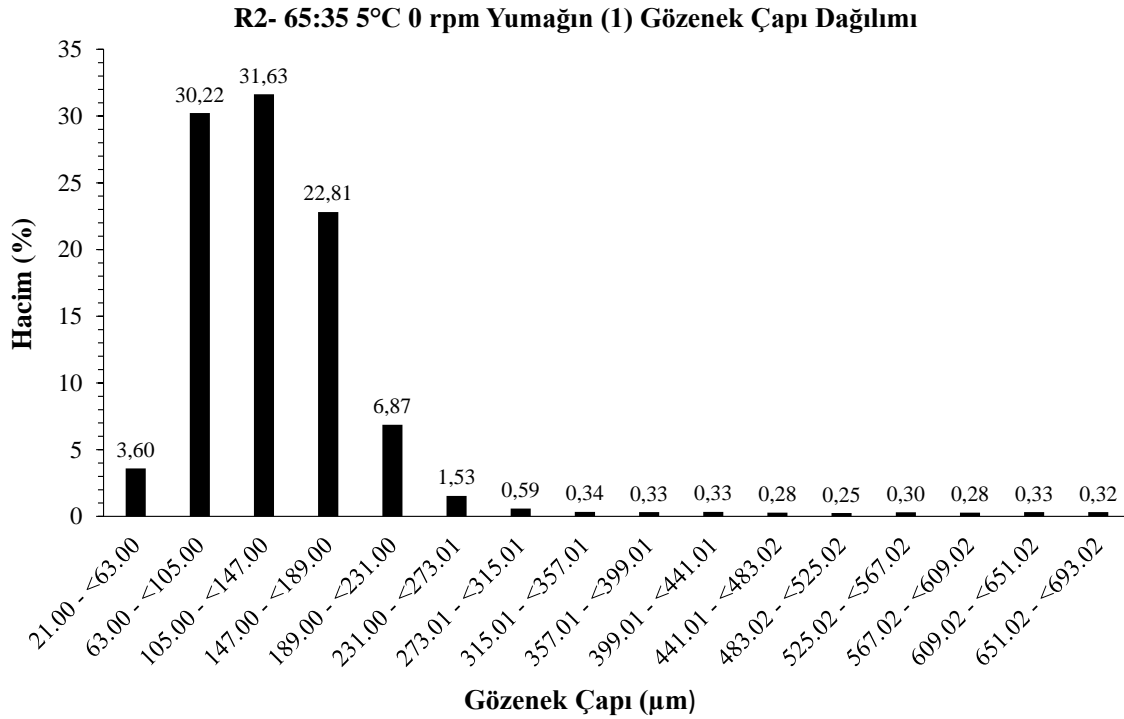
Şekil 4.78’de 5 °C 0 rpm koşullarında üretilen ilk örneğin (1) gözenek çapı dağılımı verilmiştir. Çap dağılımının %2.7’si 21-63 µm arasında, %22.7’si 63-105 µm arasında, %23.8’i 105-147 µm arasında, %17.2’si 147-189 µm arasında, %5.2’si 189-231 µm arasında, %1.1’i 231-273 µm arasında ve geri kalan %1’den küçük hacimlerin toplam yüzdesi %16.33 olup 273 µm-2.75 mm arasında seyretmektedir. Geriye kalan %10.97’lik kısım 2.71-2.84 mm aralığındadır ve mm mertebesinde gözenek hacimlerinin örnek taraması sonrasında seçilen örnek hacminin (VOI) kenarlarında beliren boşluktan kaynaklandığı düşünülmektedir. Örneğe ait gözeneklilik, tarama sonucunda %84.44 olarak bulunmuştur.



Şekil 4.78. 65:35 çözültisi ile 5 °C 0 rpm R2 banyosunda üretilen ve µ-CT’de taranan 1 numaralı yumağın gözenek çapı dağılımı (%).

Ayrıntılı SEM analizlerinde yalnızca hüzmeye yüzeyinden gözenek çapı ölçülmüş, dolayısıyla hüzmeler arası boşluklar hesaba katılmamıştır. Bunun sonucu olarak µ-CT taramalarında yaklaşık 500 µm’ye kadar gözenek hacmi ile karşılaşmak beklenen bir durumdur. Benzer koşullarda üretilen örnek üzerinde yapılan ayrıntılı SEM analizinden elde edilen gözenek çapı dağılımlarına ait yüzdeler (50-60 µm: %9.4, 60-100 µm: %28.7, 100-150 µm: %29.3, 150-200 µm: % 17.3, 200-250 µm: % 12.1, 250-290: %3.1) ile

kıyaslandığında her iki ölçüm için de 20-270 µm arası dağılımlar birbirine yakın bulunmuştur.

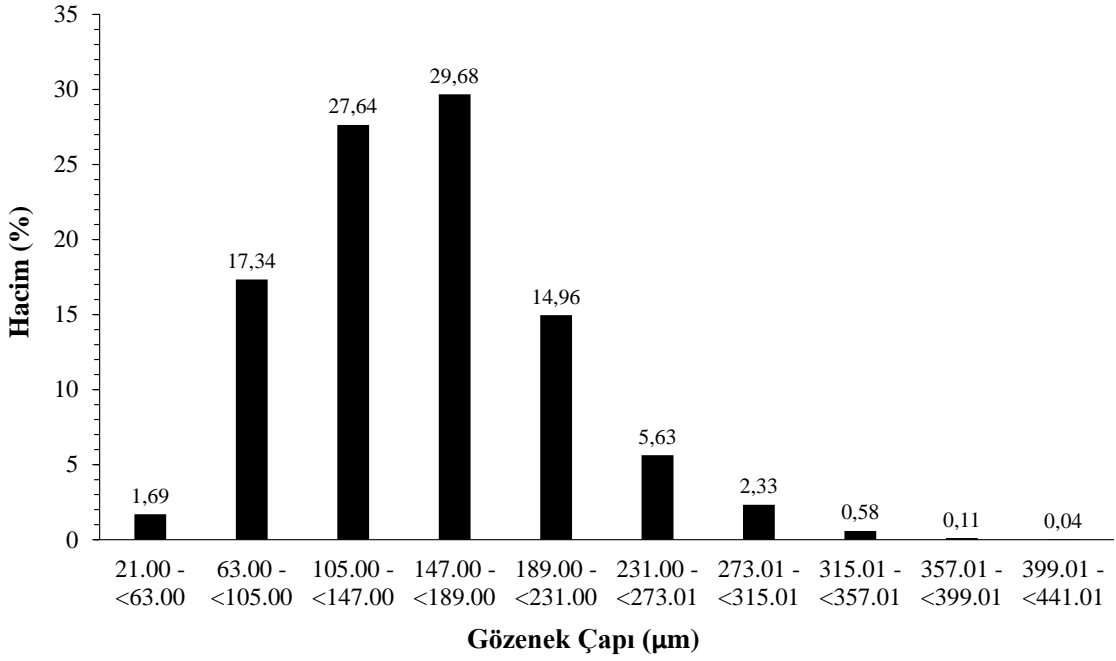


Şekil 4.79. 65:35 çözeltisi ile 5 °C 0 rpm R2 banyosunda üretilen ve µ-CT'de taranan 1 numaralı yumağın gözenek çapı dağılımının %75.21'lik kısmı.

Şekil 4.78'de görülen mm mertebesindeki gözenek hacmi değerleri eşit oranda düşük hacim değerlerine eklenerek Şekil 4.79'daki dağılım grafiği elde edilmiştir. Toplam gözenek hacmi verisinin % 75.21'lik kısmı olan 21-693 µm aralığında ortalama gözenek çapı yaklaşık 138.9 µm olarak bulunmuştur.

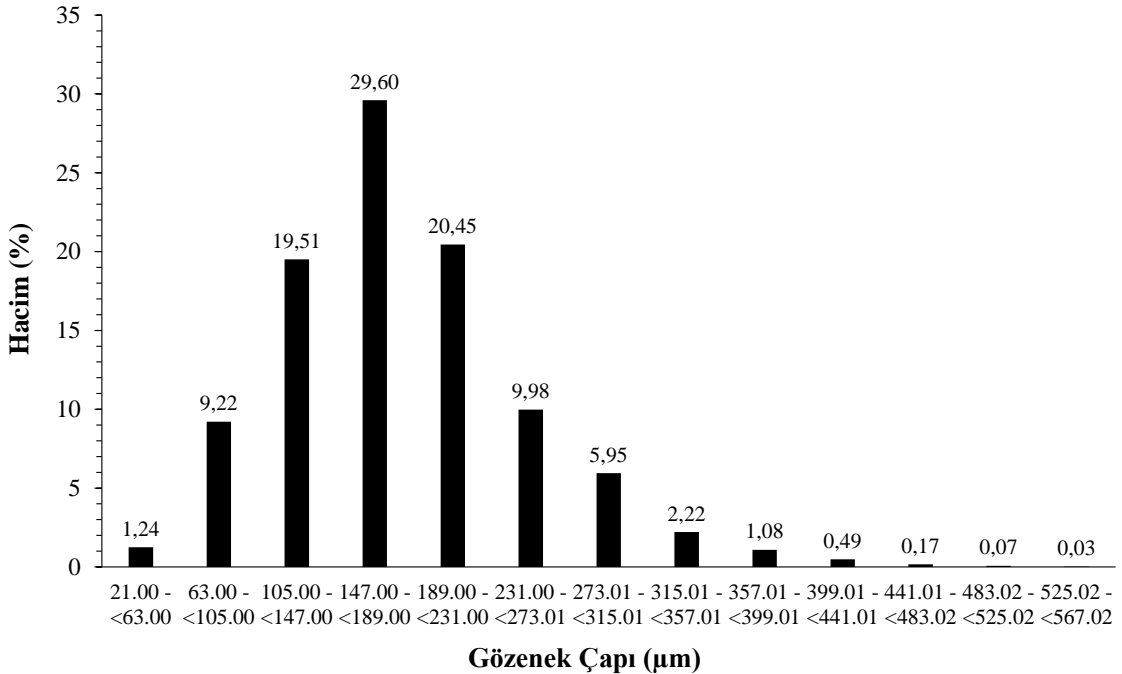
Şekil 4.80'deki 2. 0 rpm örneğinde gözenek çapı dağılımı yoğun olarak 63-231.01 µm aralığındadır (%89.62) ve gözenek çaplarının ortalaması yaklaşık 154.95 µm'dir. Gözenek çapı aralıklarının %1.7'si 21-63 µm arasında, %17.3'ü 63-105 µm arasında, %27.6'sı 105-147 µm arasında, %29.7'si 147-189 µm arasında, %15'i 189-231 µm arasında, %5.6'sı 231-273 µm arasında, %2.3'ü 273-315 µm arasında ve geri kalan %0.7'lik kısım 315-441.01 µm arasındadır. Söz konusu taramadan elde edilen gözeneklilik %85.27 olarak bulunmuştur. Benzer örneğin ayrıntılı SEM analizi ile kıyaslandığında gözenek çapı dağılımları bir miktar artmıştır.

**R2- 65:35 5°C 0 rpm Yumağın (2) Gözenek Çapı Dağılımı**



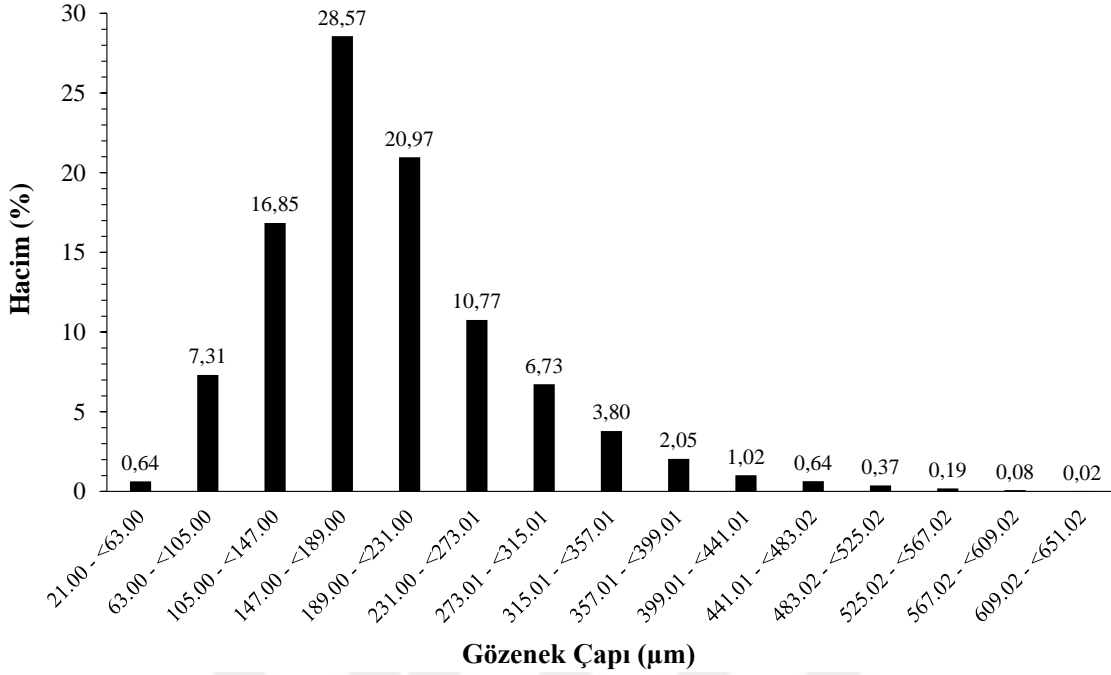
Şekil 4.80. 65:35 çözeltisi ile 5 °C 0 rpm R2 banyosunda üretilen ve µ-CT'de taranan 2 numaralı yumağın gözenek çapı dağılımı (%).

**R2- 65:35 5°C 0 rpm Yumağın (3) Gözenek Çapı Dağılımı**



Şekil 4.81. 65:35 çözeltisi ile 5 °C 0 rpm R2 banyosunda üretilen ve µ-CT'de taranan 3 numaralı yumağın gözenek çapı dağılımı (%).

**R2- 65:35 5°C 0 rpm Yumağın (4) Gözenek Çapı Dağılımı**



Şekil 4.82. 65:35 çözeltisi ile 5 °C 0 rpm R2 banyosunda üretilen ve  $\mu$ -CT'de taranan 4 numaralı yumağın gözenek çapı dağılımı (%).

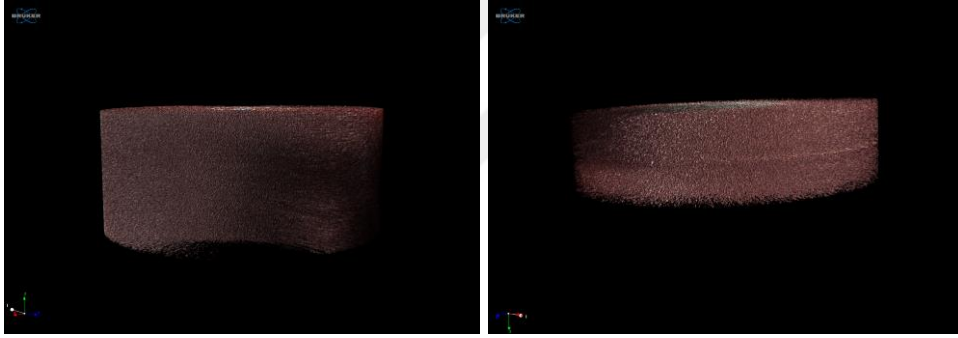
Şekil 4.81'deki 3. 0 rpm örneğinde ise %94.71 oranında 63-315.01  $\mu$ m aralığındadır, tüm verilerin ortalaması 183.07  $\mu$ m'dir. Gözenek çapı aralıklarının %1.2'si 21-63  $\mu$ m arasında, %9.2'si 63-105  $\mu$ m arasında, %19.5'i 105-147  $\mu$ m arasında, %29.6'sı 147-189  $\mu$ m arasında, %20.5'i 189-231  $\mu$ m arasında, %10'u 231-273  $\mu$ m arasında, %6'sı 273-315  $\mu$ m arasında, %3.8'i 315-441  $\mu$ m arasında ve geri kalan %0.3'lük kısım 441-567  $\mu$ m arasındadır. Söz konusu taramadan elde edilen gözeneklilik %84.26'dır. Bir önceki örneğe benzer dağılıma sahip gözenek çaplarında bir miktar artış kaydedilmiştir.

Şekil 4.82'deki 4. 0 rpm örneğinde gözenek çapı dağılımı yoğun olarak 63-357.01  $\mu$ m aralığındadır (%94.99), gözenek hacimlerinin ortalaması 197.87  $\mu$ m'dir. Gözenek çapı aralıklarının %0.6'sı 21-63  $\mu$ m arasında, %7.3'ü 63-105  $\mu$ m arasında, %17'si 105-147  $\mu$ m arasında, %28.6'sı 147-189  $\mu$ m arasında, %21'i 189-231  $\mu$ m arasında, %10.8'i 231-273  $\mu$ m arasında, %6.7'si 273-315  $\mu$ m arasında, %6.9'u 315-441  $\mu$ m arasında ve geri kalan %1.3'lük kısım ise 441-651  $\mu$ m arasındadır. Söz konusu tarama sonucu ölçülen gözeneklilik %78.89 olarak bulunmuştur. Söz konusu örneğin gözenek çapı dağılımı 3. örneğe oldukça benzer çıkmıştır.

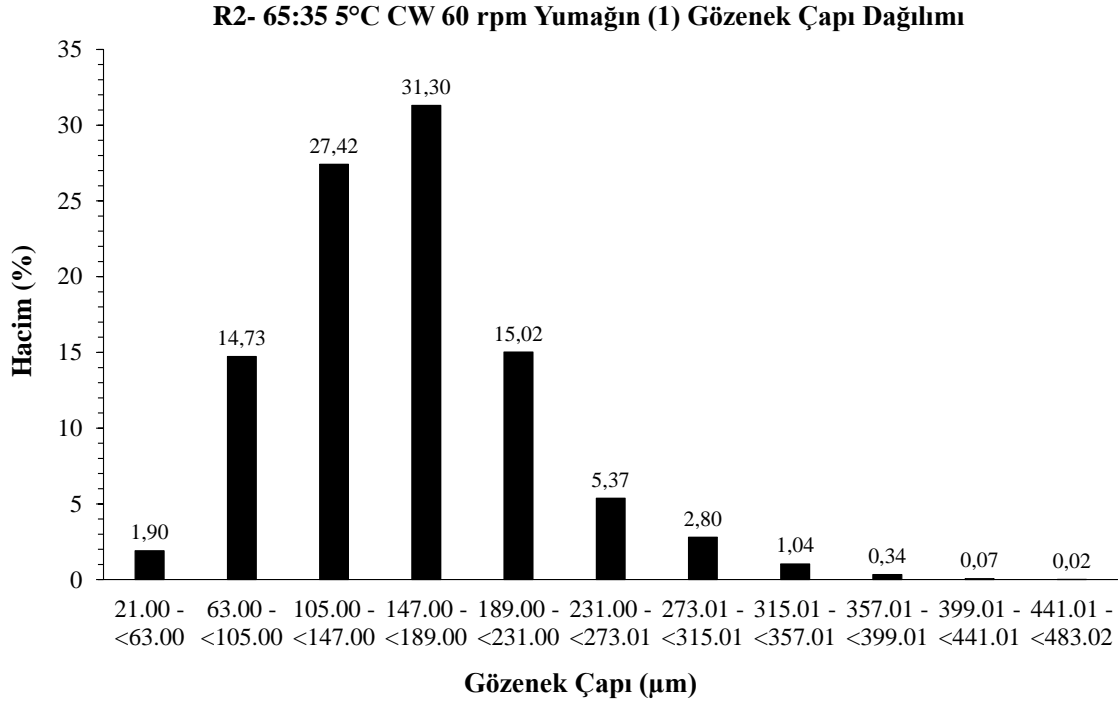


Taraması gerçekleştirilen 4 adet 5 °C 0 rpm örneğinin ortalama gözenekliliği %83.22±2.92, gözenek çapları ortalaması 168.7±26.7 µm olarak kaydedilmiştir. Daha önce yüzeyden yapılan detaylı SEM analizi ile kıyaslandığında (ortalama gözenek çapı 128.61± 58.11 µm), 5 °C 0 rpm örneklerinin yoğun olarak yaklaşık 147-300 µm aralığında uzanan geniş bir gözenek çapı aralığına sahip olduğu görülmektedir. Ayrıntılı SEM analizleri 2B SEM görüntüleri üzerinde ve yalnızca hüzmeye yüzeylerinden gerçekleştirilmiş, yapıların 3B derinliği ve hüzmeler arası boşluklar hesaba katılmamıştır. SEM analizi sonucu elde edilen ortalamanın üzerinde kalan gözeneklerin hüzmeler arası boşluklardan ve gözeneklerin 3B derinliğinden kaynaklandığı söylenebilir. Hüzmeler arasındaki söz konusu boşluklar, düşük banyo sıcaklıklarına bağlı olarak oluşmaktadır.

5 °C CW 60 rpm koşullarında µ-CT’de taratılan 2 örneğe ait görüntüler Şekil 4.83’de ve gözenek çapı dağılımı grafikleri Şekil 4.84 ve 4.85’de verilmiştir. 2 örnekten tarama sonucu elde edilen toplam gözeneklilik %75.72±1.38 µm olarak ölçülmüştür.



Şekil 4.83. 5 °C R2 banyosunda CW 60 rpm elektrik alan döndürme hızında üretildikten sonra dondurarak kurutma yapılan yumakların µ-CT tarama görüntüleri.

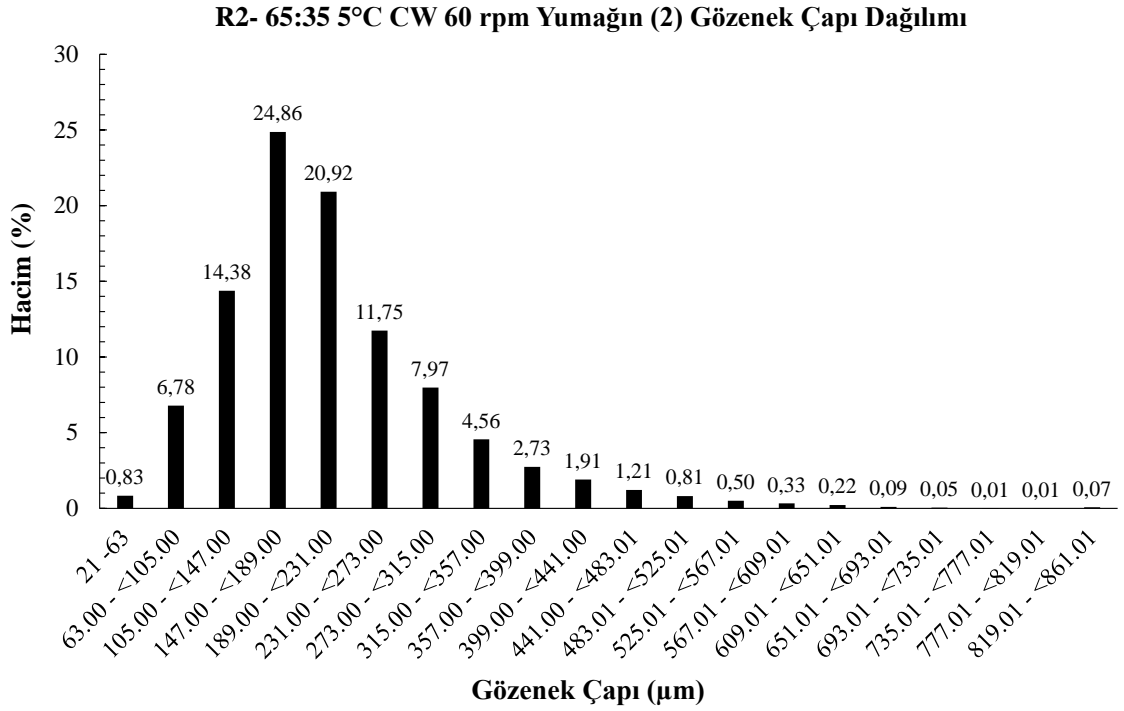


Şekil 4.84. 65:35 çözeltisi ile 5 °C CW 60 rpm R2 banyosunda üretilen ve  $\mu$ -CT'de taranan 1 numaralı yumağın gözenek çapı dağılımı (%).

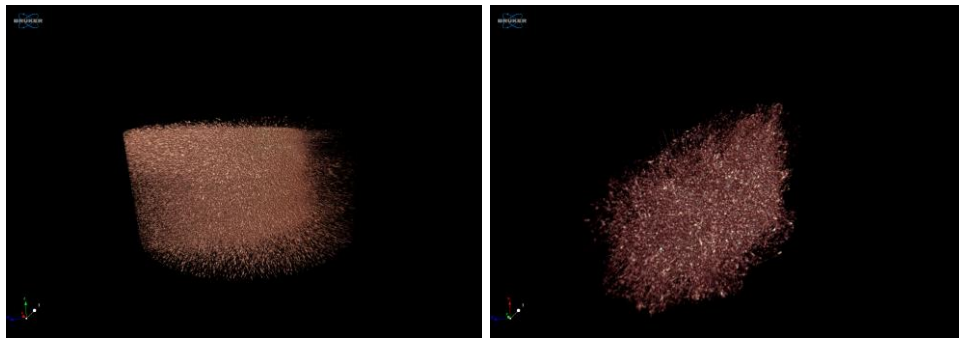
Şekil 4.84'deki CW 60 rpm'in ilk örneğinde gözenek çapı dağılımı yoğun olarak 63-273.01  $\mu$ m aralığındadır (%93.84), gözenek hacimlerinin ortalaması 158.73  $\mu$ m'dir. Gözenek çapı aralıklarının %1.9'u 21-63  $\mu$ m arasında, %14.7'si 63-105  $\mu$ m arasında, %27.4'ü 105-147  $\mu$ m arasında, %31.3'ü 147-189  $\mu$ m arasında, %15'i 189-231  $\mu$ m arasında, %5.4'ü 231-273  $\mu$ m arasında, %2.8'i 273-315  $\mu$ m arasında, %1.5'i 315-441  $\mu$ m arasında ve geri kalan %0.02'lik kısım ise 441-651  $\mu$ m arasındadır. 5 °C 0 rpm'de üretilen örnek taramaları ile kıyaslandığında, CW 60 rpm de gözenek çapı dağılımları düşüş göstermiştir. Söz konusu taramadan elde edilen gözeneklilik %74.74, 4 adet 0 rpm örneğinden elde edilen gözenekliliğe göre (%83.22 $\pm$ 2.92) daha düşüktür.

Aynı koşullarda üretilmiş 5 °C CW 60 rpm'e ait 2. örneğin gözenek çaplarının dağılımı Şekil 4.85'de verilmiştir. Örneğin gözenek çapı dağılımının %91.23'ü 63-357.01  $\mu$ m aralığındadır. Gözenek hacimlerinin ortalaması 214.03  $\mu$ m'dir ve gözenekliliği %76.69 olarak bulunmuştur. Gözenek çapı aralıklarının %0.8'i 21-63  $\mu$ m arasında, %6.8'i 63-105  $\mu$ m arasında, %14.4'ü 105-147  $\mu$ m arasında, %24.9'u 147-189  $\mu$ m arasında, %20.9'u 189-231  $\mu$ m arasında, %11.8'i 231-273  $\mu$ m arasında, %8'i 273-315  $\mu$ m arasında, %9.2'si 315-441  $\mu$ m arasında ve geri kalan %3.3'lük gözenek hacmi 441-861  $\mu$ m aralığında

dağılmıştır. Söz konusu tarama aynı koşullara sahip ilk örneğe kıyasla daha yüksek gözenek çapına ve gözenekliliğe sahiptir. 0 rpm'in en yüksek gözenek çapı ortalamasının elde edildiği 4. örneğe ait aralıklar (%7.95; 21-105  $\mu\text{m}$ , %45.41; 105-189  $\mu\text{m}$ , %31.74; 189-273.01  $\mu\text{m}$ , %10.52; 273.01-357.01  $\mu\text{m}$ , %3.07; 357.01-483.02  $\mu\text{m}$ ) ile kıyaslandığında gözenek çapı dağılımları benzerdir, fakat gözeneklilik düşmüştür (%76.69).

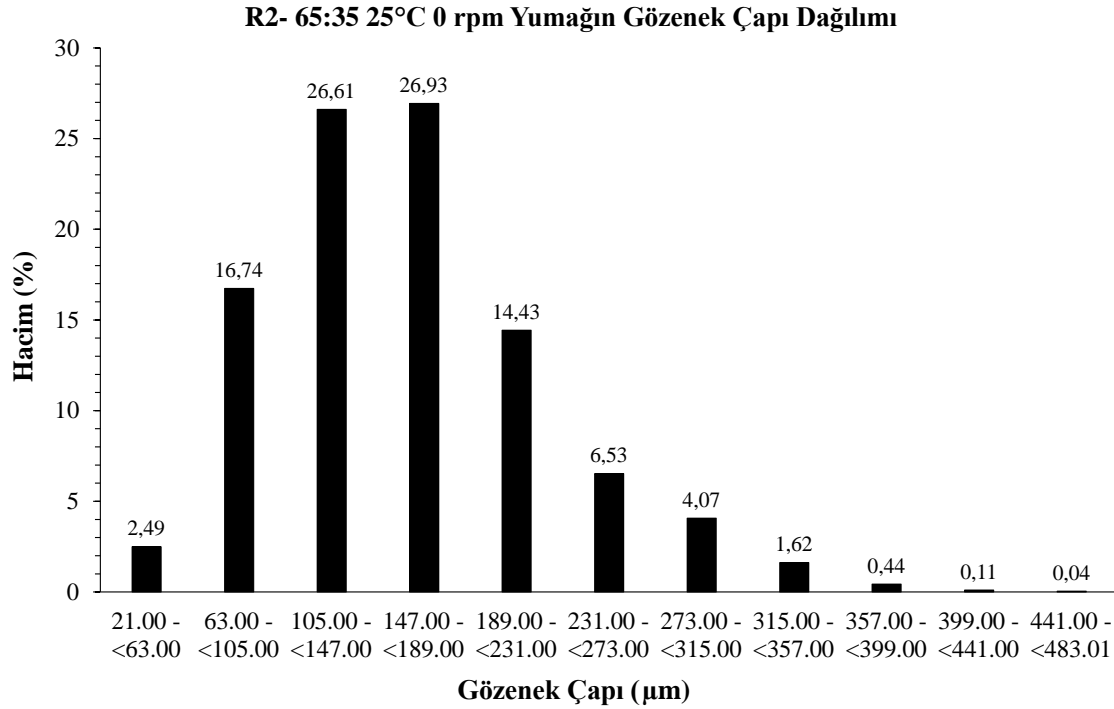


Şekil 4.85. 65:35 çözeltisi ile 5 °C CW 60 rpm R2 banyosunda üretilen ve  $\mu$ -CT'de taranan 2 numaralı yumağın gözenek çapı dağılımı (%).



Şekil 4.86. 25 °C R2 banyosunda sırasıyla 0 rpm ve CW 60 rpm elektrik alan döndürme hızlarında üretildikten sonra dondurarak kurutma yapılan yumakların  $\mu$ -CT tarama görüntüleri.

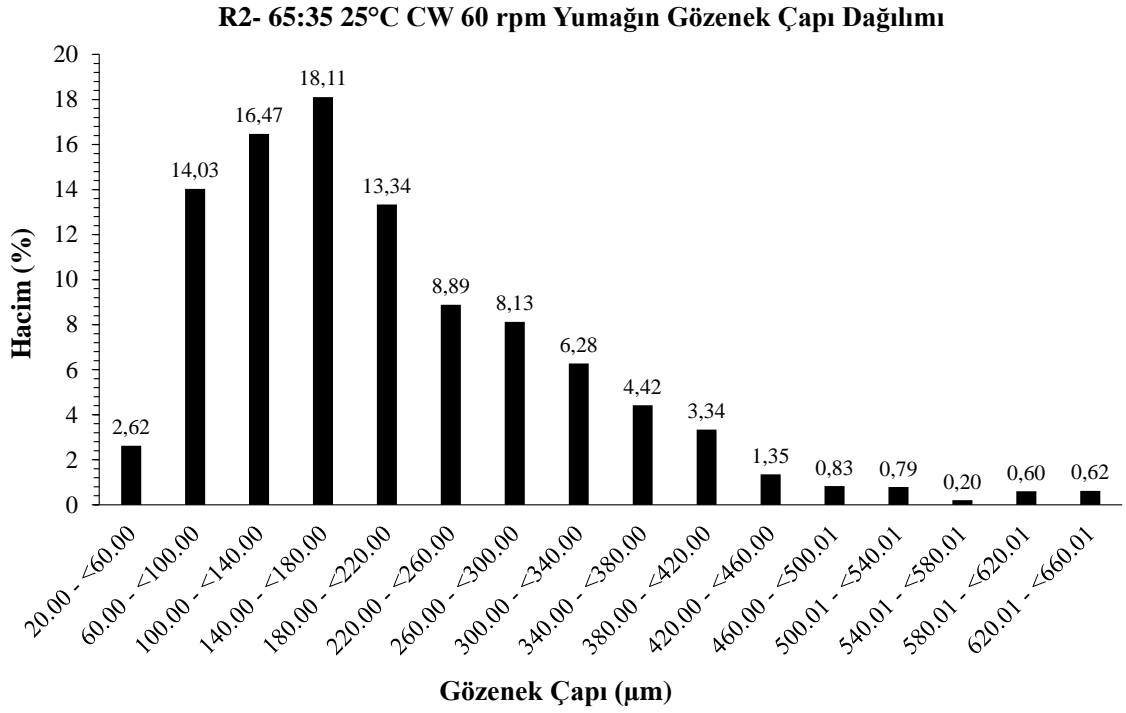
5 °C 0 rpm ve CW 60 rpm koşullarında üretilen örneklerin yanında kontrol grubu olarak birer 25 °C 0 rpm ve CW 60 rpm örneği  $\mu$ -CT'de taranmıştır. 25 °C banyoda 0 rpm'de üretilen örnek yüzeyinden yapılan ayrıntılı SEM analizinden ortalama gözenek çapı  $48.06 \pm 20.43$  ve CW 60 rpm'de  $36.47 \pm 13.16$   $\mu$ m olarak bulunmuştur. Benzer koşullarda üretilerek  $\mu$ -CT'de taranan 2 örneğe ait görüntüler Şekil 4.86'da ve gözenek çapı dağılımı grafikleri Şekil 4.87 ve 4.88'de verilmiştir.



Şekil 4.87. 65:35 çözeltisi ile 25 °C 0 rpm R2 banyosunda üretilen ve  $\mu$ -CT'de taranan yumağın gözenek çapı dağılımı (%).

Taranan 25 °C 0 rpm örneğinde gözenek çaplarının %97.80'i 21-315  $\mu$ m aralığındadır. Kalan %2.2 315-483.01  $\mu$ m aralığındadır. Gözenek hacimlerinin ortalaması 160.33  $\mu$ m'dir ve gözenekliliği %70.35 olarak bulunmuştur. Gözenek çapı aralığının %2.5'i 21-63  $\mu$ m arasında, %16.7'si 63-105  $\mu$ m arasında, %26.6'sı 105-147  $\mu$ m arasında, %26.9'u 147-189  $\mu$ m arasında, %14.4'ü 189-231  $\mu$ m arasında, %6.5'i 231-273  $\mu$ m arasında, %4.1'i 273-315  $\mu$ m arasında, %2.2'si 315-441  $\mu$ m arasında ve geri kalan %0.04'lük gözenek hacmi 441-861  $\mu$ m aralığında dağılmıştır. 5 °C CW 60 rpm'in yüksek gözenek çapı ortalaması ve gözenekliliğe sahip 2. örneği ile kıyaslandığında (%7.61; 21-105  $\mu$ m, %39.24; 105-189  $\mu$ m, %32.67; 189-273.01  $\mu$ m, %12.54; 273.01-357.01  $\mu$ m, %5.85;

357.01-483.02  $\mu\text{m}$ ) ile kıyaslandığında gözenek çapı dağılımı azalmış ve gözeneklilik düşmüştür.



Şekil 4.88. 65:35 çözeltisi ile 25 °C CW 60 rpm R2 banyosunda üretilen ve  $\mu$ -CT'de taranan yumağın gözenek çapı dağılımı (%).

Şekil 4.88'de tarama sonuçları verilen 25°C CW 60 rpm örneğinde gözenek hacimlerinin ortalaması 203.88  $\mu\text{m}$ 'dir ve gözenekliliği %70.66 olarak bulunmuştur. Gözenek çapı aralıklarının %2.6'sı 20-60  $\mu\text{m}$  arasında, %14'ü 60-100  $\mu\text{m}$  arasında, %16.5'i 100-140  $\mu\text{m}$  arasında, %18.1'i 140-180  $\mu\text{m}$  arasında, %13.3'ü 180-220  $\mu\text{m}$  arasında, %8.9'u 220-260  $\mu\text{m}$  arasında, %8.1'i 260-300  $\mu\text{m}$  arasında, %14'ü 300-420  $\mu\text{m}$  arasında ve geri kalan %5'lik gözenek hacmi 441-660  $\mu\text{m}$  aralığında dağılmıştır. Aynı sıcaklıkta üretilen 0 rpm örneği ile kıyaslandığında (%2.5; 21-63  $\mu\text{m}$ , %16.7: 63-105  $\mu\text{m}$ , %26.6: 105-147  $\mu\text{m}$ , %26.9: 147-189  $\mu\text{m}$ , %14.4; 189-231  $\mu\text{m}$ , %6.5; 231-273  $\mu\text{m}$ , %4.1: 273-315  $\mu\text{m}$ , %2.2; 315-441  $\mu\text{m}$ , %0.04: 441-483  $\mu\text{m}$ ) gözenek çapları ve gözeneklilik, söz konusu koşulda azalması beklenmesine az miktarda artış göstermiştir.

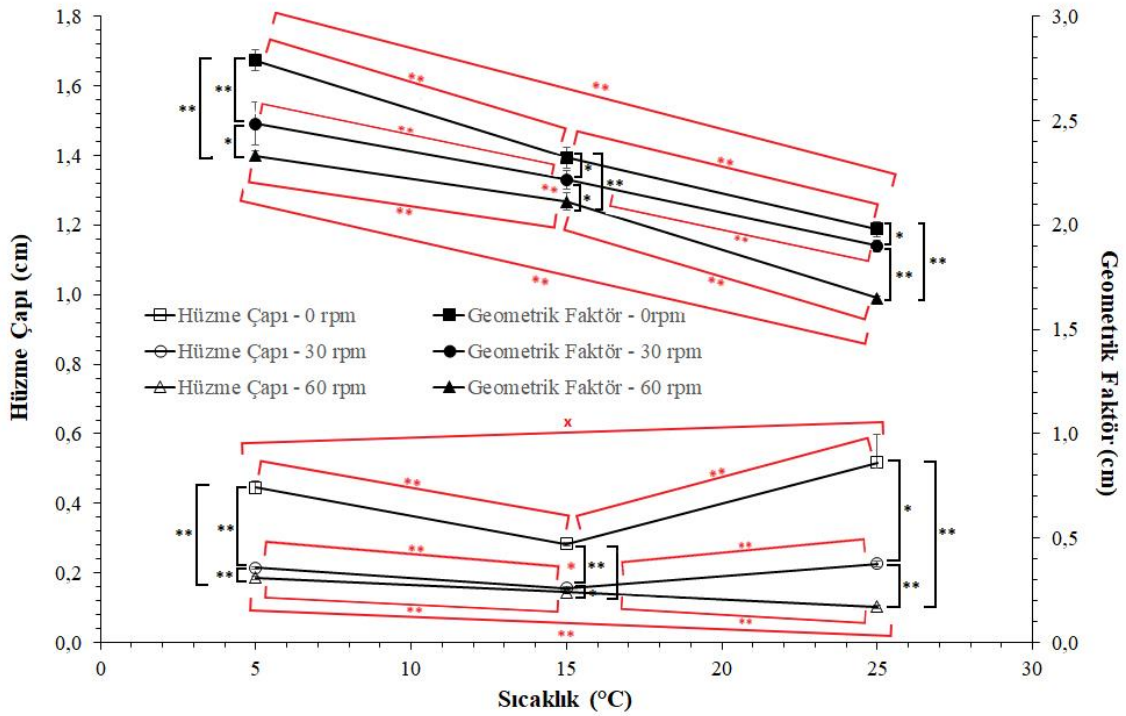
Eldeki  $\mu$ -CT verileri birbiri ile kıyaslandığında toplam gözeneklilik sıcaklık düştükçe beklendiği üzere artış göstermiştir. 25 °C 0 rpm koşullarında üretilen yumağın sahip olduğu gözenek çapı dağılımı, 5 °C banyoda üretilene kıyasla düşmüştür, söz konusu sonuç ayrıntılı SEM analizlerini destekler niteliktedir. 5 °C CW 60 rpm'in ilk örneğinin

gözenek çapı dağılımı, 0 rpm örneklerine kıyasla düşük çıkmıştır, elde edilen bu veri de SEM analizleri ile örtüşmektedir.

#### **4.4.3. R2’de Üretilen Yumakların Banyo Sıcaklığı, Elektrik Alan Döndürme Hızı, Geometrik Faktör ve Gözenek Çaplarının İstatistiksel Olarak Değerlendirilmesi**

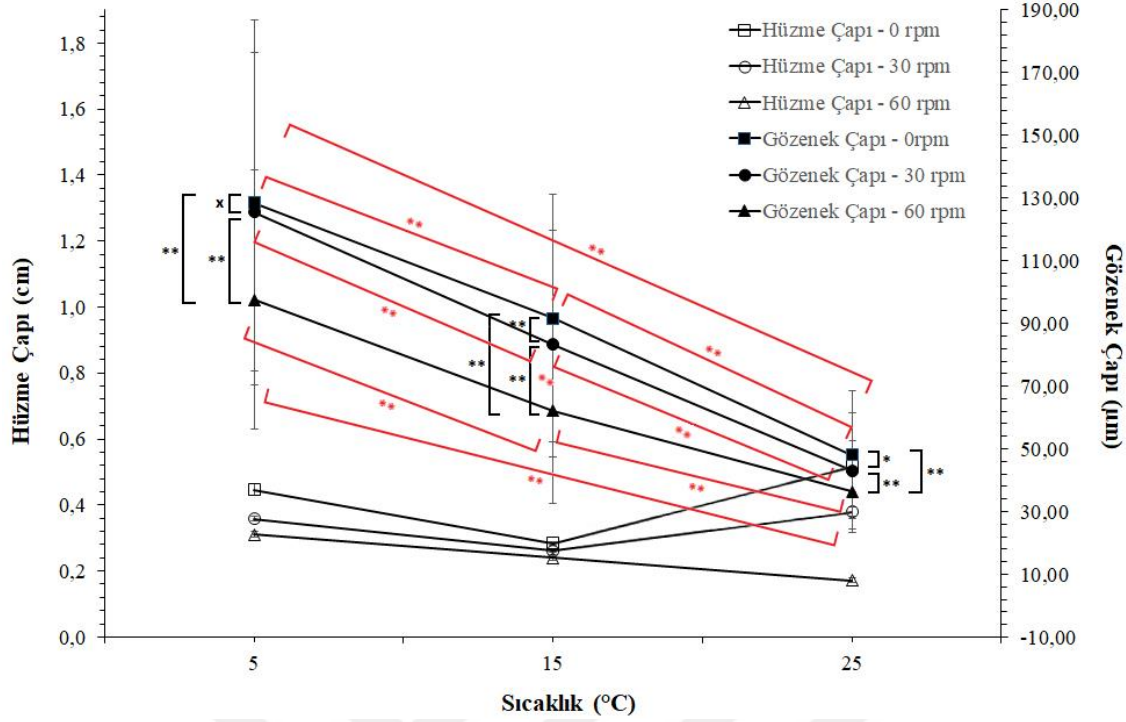
R2 banyosunda 25, 15 ve 5°C banyo sıcaklıklarında ve her bir banyo sıcaklığı için 0 rpm, CW 30 rpm, CW 60 rpm elektrik alan döndürme hızlarında tekrarlanan deneyler sonucunda hüzmeye çapı ve geometrik faktör ölçümleri n=4 olmak üzere ölçülmüştür. R2 65:35 çözeltisi için daha önce yapılan deney setinde ortam koşulları %25-35 bağıl nem ve 19-23 °C sıcaklık aralığında iken, söz konusu tekrarlar %33-39 bağıl nem ve 20-22.5 °C sıcaklık aralığında gerçekleştirilmiştir. Tekrar deneylerinde artan bağıl nem, üretim sırasında elde edilen hüzmeye çaplarında artışa neden olmuştur, bu nedenle farklı elektrik alan döndürme hızlarında hüzmeye çapları birbirine yaklaştığından yalnızca 0 rpm, CW 30 rpm ve CW 60 rpm elektrik alan döndürme hızları değerlendirilmiştir. Şekil 4.87’de verilen grafikte 0, CW 30 ve CW 60 rpm elektrik alan döndürme hızlarında hüzmeye çaplarının ve geometrik faktörlerin banyo sıcaklığına bağlı değişimleri verilmiştir. R2’de yapılan daha önceki deney sonuçları ile uyumlu olan hüzmeye çapı ve geometrik faktör değişimleri, söz konusu yumakların tekrarlanabilir olarak üretilebildiğini göstermektedir.

Mevcut deney setindeki bağımsız değişkenler banyo sıcaklığı ve elektrik alan dönüş hızı iken yumak üzerinden alınan hüzmeye çapı, geometrik faktör ve gözenek çapı ölçümleri bağımlı değişkenlerdir. Şekil 4.89’da görüldüğü üzere, yumaklardan elde edilen hüzmeye çapları ve geometrik faktör değerleri sabit banyo sıcaklıkları için istatistiksel olarak karşılaştırılmış (grafikteki siyah işaretçiler); 0 rpm, CW 30 rpm ve CW 60 rpm koşullarında hüzmeye çapları ve geometrik faktör değerleri arasındaki değişimler anlamlı bulunmuştur. Yani sabit banyo sıcaklıklarında (25, 15 ve 5 °C) 0 rpm, CW 30 rpm ve CW 60 rpm elektrik alan döndürme hızlarında üretilen örneklerin hüzmeye çapı ve geometrik faktör değerleri birbirinden farklıdır ve sıcaklık düştükçe artmaktadır olarak değerlendirilmiştir. Ayrıca hüzmeye çapları ve geometrik faktörler farklı banyo sıcaklığı değerleri için sabit elektrik alan döndürme hızlarında istatistiksel olarak karşılaştırılmış (grafikteki kırmızı işaretçiler), yalnızca 5 ve 25 °C 0 rpm döndürme hızlarında anlamlı bir fark bulunamamıştır. Bunun nedeni daha önce değinildiği üzere, 25 °C’deki banyoda elektrik alan yönlendirmesi kullanılmadığında R2’de düşen ceket kalınlığına bağlı olarak hüzmeye çapının marjinal şekilde artmasıdır.



Şekil 4.89. R2'de 65:35 çözücü oranında CW yönünde elektrik alan döndürmesi ile üretilen örneklerin hüzme çaplarının ve kurutma sonrası geometrik faktörlerinin banyo sıcaklığına bağlı değişimleri (\* için  $0.01 < p < 0.05$ , \*\* için  $p < 0.01$ ).

Şekil 4.90'da, 4.87'de verilen hüzme çaplarına karşılık ayrıntılı SEM analizlerinden elde edilen gözenek çaplarının değişimi verilmiştir. Şekil 4.89'da geometrik faktör değerleri için yapılan istatistiksel analiz, Şekil 4.90'da gözenek çapları için de gerçekleştirilmiştir. Sabit banyo sıcaklıklarında elektrik alan döndürme hızları ve sabit elektrik alan döndürme hızlarında farklı banyo sıcaklıklarında üretilen fibröz yapıların sahip olduğu gözenek çapları istatistiksel olarak değerlendirilmiştir. Yapılan değerlendirmede, sabit banyo sıcaklıklarında (25, 15 ve 5 °C) 0 rpm, CW 30 rpm ve CW 60 rpm elektrik alan döndürme hızlarında üretilen örneklere ait gözenek çapı değerlerinin, 5 °C'de 0 rpm ve CW 30 rpm hariç, birbirinden anlamlı olarak farklı olduğu ve sıcaklık düştükçe arttığı sonucuna varılmıştır. Ayrıca gözenek çapları, farklı banyo sıcaklığı değerleri için sabit elektrik alan döndürme hızlarında istatistiksel olarak karşılaştırılmış (grafikteki kırmızı işaretçiler), ve sıcaklığa bağlı olarak artan hüzme çapları arasında tüm veriler için anlamlı farklılık bulunmuştur. Gerçekleştirilen tüm istatistiksel değerlendirmelere ait tablolar EK-1 içerisinde verilmiştir.



Şekil 4.90. R2'de 65:35 çözücü oranında CW yönünde elektrik alan döndürmesi ile üretilen örneklerin hüzme çaplarının ve gözenek çaplarının banyo sıcaklığına bağlı değişimleri (\* için  $0.01 < p < 0.05$ , \*\* için  $p < 0.01$ ).

R1 ve R2'de yapılan çalışmalarda kaydedilen hüzme çapları, geometrik faktörler, yüzeyden elde edilen ortalama gözenek çapları ve  $\mu$ -CT'den elde edilen gözeneklilikler bir özet halinde Çizelge 4.3'de verilmiştir. Ulaşılan en yüksek hüzme çapları, geometrik faktörler, gözenek çapları ve gözeneklilikler her bir deney seti için (R1-50:50, R1-65:35, R2-65:35) koyu renk olarak verilmiştir. Deney setlerinin en düşük banyo sıcaklıkları, ulaşılan en yüksek hüzme çapı, geometrik faktör, gözenek çapı ve  $\mu$ -CT'den elde edilen gözeneklilik değerlerine sahiptir. R2'de 25, 15 ve 5 °C banyo sıcaklıklarındaki gözenek çapları ayrıntılı SEM analizinden elde edilen verilerdir. Özetle banyo sıcaklığının düşmesi, elde edilen yumakların yoğunluğunu azaltarak gözenek çaplarını arttırmıştır. Banyo sıcaklığının yanı sıra, R2'de etkisi gözlemlenen elektrik alan dönüş hızı yüksekten düşüğe doğru değiştirilerek sabit bir sıcaklıkta; örn. 25 °C'de ortalama 36.5-48.1 µm, 15 °C'de ortalama 62.1-91.6 µm, 5 °C'de ortalama 97.2-128.6 µm arasında gözenek çapları elde etmek mümkündür. Elektrik alan dönüş hızının değiştirilmesi ile, sabit banyo sıcaklığında anlık olarak yumaklar içerisindeki gözenek çaplarında aşamalı değişim oluşturmak olanaklıdır. Başka bir deyişle, mevcut ıslak elektrogerme sisteminde “gradiyent” yapılar oluşturmak mümkün hale gelmiştir.



Çizelge 4.3. R1’de yapılan sıcaklık ve R2’de yapılan sıcaklık ve elektrik alan dönüşü deneylerinden elde edilen hüzme çapı (H. Ç.), geometrik faktör (G. F.), gözenek çapı (G. Ç.) ve gözeneklilik (G.) değerlerinin verildiği özet çizelge.

R1 - 50:50											
	25 °C	15 °C	10 °C	9 °C	8 °C	7 °C	-	-	-	-	
H. Ç. (cm)	0.21 ±0.03	0.30 ±0.01	0.51 ±0.08	0.53 ±0.05	-	<b>0.62</b> <b>±0.07</b>	-	-	-	-	
G.F (cm)	1.83 ±0.20	2.53 ±0.25	2.62 ±0.07	2.64 ±0.11	2.73 ±0.12	<b>2.85</b> <b>±0.09</b>	-	-	-	-	
G. Ç. (µm)	24.9± 3.5	41.2± 5.3	56.3± 6.1	66.7± 4.6	73.7± 5.6	<b>85.5±</b> <b>5.6</b>	-	-	-	-	
G. (%)	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	
R1 – 65:35											
	25 °C	20 °C	15 °C	10 °C	9 °C	8 °C	7 °C	6 °C	5 °C	6 °C (y)	5 °C (y)
H. Ç. (cm)	0.234 ±0.02	0.249 ±0.01	0.307 ±0.03	0.400 ±0.05	0.410 ±0.04	0.388± 0.03	0.34 3±0 .03	0.377 ±0.05	<b>0.358</b> <b>±0.04</b>	<b>1.304</b> <b>±0.32</b>	0.749 ±0.10
G.F. (cm)	2.16± 0.57	2.26± 0.43	2.39± 0.32	2.61± 0.32	2.66± 0.15	2.63±0. 24	2.62 ±0. 19	2.96± 0.12	<b>3.22±</b> <b>0.28</b>	2.33± 0.15	2.39± 0.36
G. Ç. (µm)	37.2 ±6.1	53.5 ±7.5	75.4 ±8.1	78.2 ±4.1	86.04 ±5.4	93.2 ±13	105. 2±9 .7	100.4 ±13.8	<b>111.5</b> <b>±14.7</b>	<b>126.3</b> <b>±25.9</b>	107.5 ±23.5
G. (%)	-	-	-	-	-	-	-	-	<b>87.22</b>	-	-
R2 – 65:35											
	25 °C					15 °C					
D.H. (rpm)	<b>0</b>	CW 30	CCW 30	CCW 60	CW 60	<b>0</b>	CW 30	CCW 30	CCW 60	CW 60	
H. Ç. (cm)	<b>0.732</b> <b>±0.16</b>	0.610 ±0.11	0.728 ±0.06	0.569 ±0.14	0.168 ±0.02	<b>0.335</b> <b>±0.04</b>	0.278 ±0.03	0.248 ±0.03	0.195 ±0.03	0.194± 0.02	
G.F. (cm)	<b>2.18</b> <b>±0.22</b>	2.16 ±0.29	1.97 ±0.13	1.86 ±0.18	1.73 ±0.20	<b>2.44</b> <b>±0.17</b>	2.33 ±0.16	2.32 ±0.12	2.11 ±0.31	2.09 ±0.16	
G. Ç. (µm)	<b>48.06</b> <b>±20.4</b> <b>3</b>	42.99 ±18.6	39.33 ±13.1 6	39.25 ±13.4 9	36.47 ±13.1 6	<b>91.64±</b> <b>39.54</b>	83.37 ±36.59	73.78 ±31.39	67.33 ±31.23	62.09± 29.36	
G. (%)	<b>70.35</b>	-	-	-	70.66	-	-	-	-	-	
	10 °C					5 °C					
D.H. (rpm)	<b>0</b>	CW 30	CCW 30	CCW 60	CW 60	<b>0</b>	CW 30	CCW 30	CCW 60	CW 60	
H. Ç. (cm)	<b>0.355</b> <b>±0.05</b>	0.324 ±0.04	0.267 ±0.03	0.227 ±0.03	0.208 ±0.03	<b>0.446±</b> <b>0.02</b>	0.358 ±0.01	0.320 ±0.02	0.312 ±0.02	0.308 ±0.004	
G.F (cm)	<b>2.52</b> <b>±0.19</b>	2.50 ±0.27	2.33 ±0.18	2.24 ±0.22	2.20 ±0.12	<b>2.54</b> <b>±0.22</b>	2.52 ±0.17	2.50 ±0.31	2.43 ±0.40	2.20±0. 12	
G. Ç. (µm)	-	-	-	-	-	<b>128.29</b> <b>±57.67</b>	126.51 ±50.22	113.67 ±44.28	107.08 ±42.35	97.17± 41.46	
G. (%)	-	-	-	-	-	<b>83.22±</b> <b>2.92</b>	-	-	-	76.69	

## 5. YORUM

Tez kapsamında üretilmiş olan 3B PCL doku iskelelerinin üretimi için 3 farklı düzenek kullanılmıştır.

- İlk düzenekte, literatürde ıslak elektroğirme için çoğunlukla kullanılan cam petri koagülasyon banyosu olarak kullanılmış, sınırlı yükseklikte ve miktarda 3B PCL yumak yapılar üretilmiştir. İlk etapta cam petri, yumakların bir arada toplanabilmesi için, toplayıcı yüzey olarak kullanılan alüminyum disk üzerinde sabitlenerek döndürülmüştür. Yapılan ön denemeler sonucu, ortam koşullarından kaynaklanan EtOH banyosuna toplanma sorununu çözebilmek için sıcaklık kontrollü bir koagülasyon banyosuna geçilmesine karar verilmiştir. Geçiş aşamasında, koagülasyon banyosunu fiziksel dönüşten bağımsız hale getirebilmek için cam petri bir miktar yükseltilmiş ve alüminyum disk üzerinde oluşturulan desenler sayesinde toplanan yapılar elektrik alan dönüşü ile banyonun merkezine yönlendirilmiştir.
- İkinci düzenek olarak, ağız kısmı kesilmiş 500 ml kapasiteli standart ceketli silindirik reaktör (R1) kullanılmıştır. R1'in sıcaklık kontrolü bir termal sirkülatör ile gerçekleştirilmiştir. R1 içerisine, fiber jetinin EtOH yüzeyini hedefleyebilmesi için bir halka elektrod sabitlenmiştir. R1'de geniş bir aralıkta (11°C-47°C) yapılan deneyler sonucu, içerisinde yüzlerce fiber bulunduran fiber hüzmesinin, banyo sıcaklığı düştükçe çapının ve toplanan yapıların hacminin arttığı farkedilmiştir. Toplanma sırasında çekilen videolardan yapılan hüzme çapı analizleri sonucu, sıcaklık düştükçe hüzme çapının ve toplanan hacmin arttığı doğrulanmıştır.
- Elektrik alan dönüşünün hüzme üzerindeki etkisini daha iyi görebilmek için, R1'in ceket et kalınlığı 0,9 cm'den 0.2 cm'ye indirilmiş bir ikinci reaktör yaptırılmıştır (R2). Bu sayede reaktör tabanı elektrik alan dönüşünü sağlayan toplayıcı diske yaklaştırılmıştır. R2 ile yapılan çalışmalarda sıcaklığın yanı sıra elektrik alan dönüşünün hızının ve yönünün de fiber hüzmesini ve elde edilen yapıları etkilediği gözlemlenmiştir. Yapılan video analizlerinden elde edilen hüzme verileri, hüzmeler üzerinde yapılan ayrıntılı SEM analizler ve  $\mu$ -CT sonuçları da söz konusu eğilimi doğrular niteliktedir.
- Sonuç olarak, literatürde ilk defa sıcaklık kontrollü bir ıslak elektroğirme düzeneği geliştirilmiş ve sıcaklıkla ters orantılı olarak 3B yapıların yoğunlukları

azaltılarak gözenek çapları arttırılmıştır. Koagülasyon banyosuna toplanan fiber hüzmesinin morfolojik değişimi de mevcut tez kapsamında ilk defa değerlendirilmiştir. Islak elektroğirme sistemine dahil edilen elektrik alan dönüşü ve elde edilen yapıların gözenek boyutlarına olan etkisi de literatürde ilk defa ele alınmıştır. Gözenek çapını arttırmaya yönelik ek bir işlem uygulanmadan ilk defa, banyo ortamında 3B yumakların gözenekliliği ve gözenek çapı değiştirilebilmiştir. Ayrıca, literatürde ilk defa kapasitesi 500 ml'ye kadar arttırılabilen banyo sayesinde toplanan yapıların ölçüğü banyo kapasitesinin elverdiğince arttırılabilmektedir.

- Sıcaklık kontrollü banyo aynı zamanda belli bir sıcaklıkta elektrik alan dönüşü ile yapılar içerisinde oluşturulacak fiziksel bir derecelendirmenin yanı sıra, eş zamanlı olarak akışlı banyo (R2) ortamına eklenecek çeşitli ajanlar ile kimyasal derecelendirme gerçekleştirmeye olanak sunmaktadır. Söz konusu reaksiyon ortamında fibröz yapılara yüzey aşındırma, kaplama vb. işlemlerin üretim sırasında yapılabilmesi mümkündür.

## 6. KAYNAKLAR

- [1] Z. Fereshteh, Freeze-drying technologies for 3D scaffold engineering, *Functional 3D Tissue Engineering Scaffolds*, Elsevier, Chapter 7, pp. 151-174, 2018.
- [2] M. Costantini, A. Barbetta, Gas foaming technologies for 3D scaffold engineering, *Functional 3D Tissue Engineering Scaffolds*, Elsevier, Chapter 6, pp. 127-149, 2018.
- [3] S.H. Barbanti, C.A.C. Zavaglia, E.A.d.R. Duek, Effect of salt leaching on PCL and PLGA (50/50) resorbable scaffolds, *Materials Research*, 11 (2008) 75-80.
- [4] J. Reignier, M.A. Huneault, Preparation of interconnected poly ( $\epsilon$ -caprolactone) porous scaffolds by a combination of polymer and salt particulate leaching, *Polymer*, 47 (2006) 4703-4717.
- [5] R.C. Dutta, M. Dey, A.K. Dutta, B. Basu, Competent processing techniques for scaffolds in tissue engineering, *Biotechnology Advances*, 35 (2017) 240-250.
- [6] Z. Ma, M. Kotaki, R. Inai, S. Ramakrishna, Potential of nanofiber matrix as tissue-engineering scaffolds, *Tissue engineering*, 11 (2005) 101-109.
- [7] S. Mwenifumbo, M.M. Stevens, ECM interactions with cells from the macro-to nanoscale, *Biomedical nanostructures*, 1 (2007) 225-260.
- [8] R. Murugan, S. Ramakrishna, Nano-featured scaffolds for tissue engineering: a review of spinning methodologies, *Tissue engineering*, 12 (2006) 435-447.
- [9] N.M. Kazaroğlu, Yara Örtüleri İçin Alternatif Doku İskeleleri: In vitro Çalışmalar, Yüksek Lisans Tezi, Başkent Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Ankara, 2009.
- [10] I. Smith, X. Liu, L. Smith, P. Ma, Nanostructured polymer scaffolds for tissue engineering and regenerative medicine, *Wiley Interdisciplinary Reviews: Nanomedicine and Nanobiotechnology*, 1 (2009) 226-236.
- [11] C.A. Bonino, K. Efimenko, S.I. Jeong, M.D. Krebs, E. Alsberg, S.A. Khan, Three-dimensional electrospun alginate nanofiber mats via tailored charge repulsions, *Small*, 8 (2012) 1928-1936.
- [12] M. Afshari, *Electrospun nanofibers*, Woodhead Publishing, 2016.
- [13] J.J.P.R. Zeleny, The electrical discharge from liquid points, and a hydrostatic method of measuring the electric intensity at their surfaces, 3 (1914) 69-91.
- [14] P. Bhattarai, K. Thapa, R. Basnet, S. Sharma, Electrospinning: how to produce nanofibers using most inexpensive technique? An insight into the real challenges of electrospinning such nanofibers and its application areas, *International Journal of Biomedical and Advance Research*, 5 (2014) 401-405.
- [15] Anonim, the first use of "electrospinning" term, <http://www.internano.org/nms/2011/doshi> (Erişim tarihi: 12.01.2019), 2011.
- [16] J. Doshi, D.H. Reneker, Electrospinning process and applications of electrospun fibers, *Journal of Electrostatics*, 35 (1995) 151-160.
- [17] N. Bhardwaj, S.C. Kundu, Electrospinning: a fascinating fiber fabrication technique, *Biotechnology Advances*, 28 (2010) 325-347.
- [18] D.H. Reneker, I. Chun, Nanometre diameter fibres of polymer, produced by electrospinning, *Nanotechnology*, 7 (1996) 216-223.
- [19] T. Subbiah, G.S. Bhat, R.W. Tock, S. Parameswaran, S.S. Ramkumar, Electrospinning of nanofibers, *Journal of applied polymer science*, 96 (2005) 557-569.
- [20] B. Sun, Y. Long, H. Zhang, M. Li, J. Duvail, X. Jiang, H. Yin, Advances in three-dimensional nanofibrous macrostructures via electrospinning, *Progress in Polymer Science*, 39 (2014) 862-890.
- [21] S.R. Merritt, A.A. Exner, Z. Lee, H.A. Von Recum, Electrospinning and imaging, *Advanced Engineering Materials*, 14 (2012) B266-B278.

- [22] Q.P. Pham, U. Sharma, A.G. Mikos, Electrospun poly ( $\epsilon$ -caprolactone) microfiber and multilayer nanofiber/microfiber scaffolds: characterization of scaffolds and measurement of cellular infiltration, *Biomacromolecules*, 7 (2006) 2796-2805.
- [23] B.M. Baker, A.O. Gee, R.B. Metter, A.S. Nathan, R.A. Marklein, J.A. Burdick, R.L. Mauck, The potential to improve cell infiltration in composite fiber-aligned electrospun scaffolds by the selective removal of sacrificial fibers, *Biomaterials*, 29 (2008) 2348-2358.
- [24] W. Teo, S. Liao, C. Chan, S. Ramakrishna, Remodeling of three-dimensional hierarchically organized nanofibrous assemblies, *Current Nanoscience*, 4 (2008) 361-369.
- [25] M. Yousefzadeh, M. Latifi, M. Amani-Tehran, W.-E. Teo, S. Ramakrishna, A Note on the 3D Structural Design of Electrospun Nanofibers, *Journal of Engineered Fabrics and Fibers*, 7 (2012) 17-23.
- [26] B.A. Blakeney, A. Tambralli, J.M. Anderson, A. Andukuri, D.-J. Lim, D.R. Dean, H.-W. Jun, Cell infiltration and growth in a low density, uncompressed three-dimensional electrospun nanofibrous scaffold, *Biomaterials*, 32 (2011) 1583-1590.
- [27] T.G. Kim, H.J. Chung, T.G.J.A.b. Park, Macroporous and nanofibrous hyaluronic acid/collagen hybrid scaffold fabricated by concurrent electrospinning and deposition/leaching of salt particles, 4 (2008) 1611-1619.
- [28] J. Nam, Y. Huang, S. Agarwal, J. Lannutti, Improved cellular infiltration in electrospun fiber via engineered porosity, *Tissue engineering*, 13 (2007) 2249-2257.
- [29] K. Wang, M. Xu, M. Zhu, H. Su, H. Wang, D. Kong, L. Wang, Creation of macropores in electrospun silk fibroin scaffolds using sacrificial PEO-microparticles to enhance cellular infiltration, *Journal of Biomedical Materials Research Part A*, 101 (2013) 3474-3481.
- [30] J. Jiang, M.A. Carlson, M.J. Teusink, H. Wang, M.R. MacEwan, J. Xie, Expanding two-dimensional electrospun nanofiber membranes in the third dimension by a modified gas-foaming technique, *ACS Biomaterials Science & Engineering*, 1 (2015) 991-1001.
- [31] M.K. Joshi, H.R. Pant, A.P. Tiwari, C.H. Park, C.S.J.C.E.J. Kim, Multi-layered macroporous three-dimensional nanofibrous scaffold via a novel gas foaming technique, 275 (2015) 79-88.
- [32] G. Kim, W. Kim, Highly porous 3D nanofiber scaffold using an electrospinning technique, *Journal of Biomedical Materials Research Part B: Applied Biomaterials*, 81 (2007) 104-110.
- [33] P.I. Gouma, D. Han, Electrospun Bioscaffolds That Mimic the Topology of Extracellular Matrix, *Nanomedicine in Cancer*, (2017) 185-196.
- [34] M. Deng, S.G. Kumbar, L.S. Nair, A.L. Weikel, H.R. Allcock, C.T. Laurencin, Biomimetic Structures: Biological Implications of Dipeptide-Substituted Polyphosphazene–Polyester Blend Nanofiber Matrices for Load-Bearing Bone Regeneration, *Advanced Functional Materials*, 21 (2011) 2641-2651.
- [35] I.K. Shim, M.R. Jung, K.H. Kim, Y.J. Seol, Y.J. Park, W.H. Park, S.J. Lee, Novel three-dimensional scaffolds of poly (L-lactic acid) microfibers using electrospinning and mechanical expansion: Fabrication and bone regeneration, *Journal of Biomedical Materials Research Part B: Applied Biomaterials*, 95 (2010) 150-160.
- [36] L.H. Leung, S. Fan, H.E. Naguib, Fabrication of 3D electrospun structures from poly (lactide-co-glycolide acid)–nano-hydroxyapatite composites, *Journal of Polymer Science Part B: Polymer Physics*, 50 (2012) 242-249.
- [37] B.L.-P. Lee, H. Jeon, A. Wang, Z. Yan, J. Yu, C. Grigoropoulos, S. Li, Femtosecond laser ablation enhances cell infiltration into three-dimensional electrospun scaffolds, *Acta biomaterialia*, 8 (2012) 2648-2658.

- [38] M.S. Kim, G.H. Kim, Highly porous electrospun 3D polycaprolactone/ $\beta$ -TCP biocomposites for tissue regeneration, *Materials Letters*, 120 (2014) 246-250.
- [39] J.M. Ameer, N. Kasoju, Strategies to Tune Electrospun Scaffold Porosity for Effective Cell Response in Tissue Engineering, *Journal of functional biomaterials*, 10 (2019) 30.
- [40] M.J. McClure, P.S. Wolfe, D.G. Simpson, S.A. Sell, G.L. Bowlin, The use of air-flow impedance to control fiber deposition patterns during electrospinning, *Biomaterials*, 33 (2012) 771-779.
- [41] A. Yin, J. Li, G.L. Bowlin, D. Li, I.A. Rodriguez, J. Wang, T. Wu, H.A. El-Hamshary, S.S. Al-Deyab, X. Mo, Fabrication of cell penetration enhanced poly (l-lactic acid-co- $\epsilon$ -caprolactone)/silk vascular scaffolds utilizing air-impedance electrospinning, *Colloids and Surfaces B: Biointerfaces*, 120 (2014) 47-54.
- [42] X. Zhu, W. Cui, X. Li, Y. Jin, Electrospun fibrous mats with high porosity as potential scaffolds for skin tissue engineering, *Biomacromolecules*, 9 (2008) 1795-1801.
- [43] O.D. Schneider, F. Weber, T.J. Brunner, S. Loher, M. Ehrbar, P.R. Schmidlin, W.J. Stark, In vivo and in vitro evaluation of flexible, cottonwool-like nanocomposites as bone substitute material for complex defects, *Acta Biomaterialia*, 5 (2009) 1775-1784.
- [44] M.F. Leong, M.Z. Rasheed, T.C. Lim, K.S. Chian, In vitro cell infiltration and in vivo cell infiltration and vascularization in a fibrous, highly porous poly (d, l-lactide) scaffold fabricated by cryogenic electrospinning technique, *Journal of Biomedical Materials Research Part A: An Official Journal of The Society for Biomaterials, The Japanese Society for Biomaterials, and The Australian Society for Biomaterials and the Korean Society for Biomaterials*, 91 (2009) 231-240.
- [45] M. Simonet, O.D. Schneider, P. Neuenschwander, W.J. Stark, Ultraporous 3D polymer meshes by low-temperature electrospinning: use of ice crystals as a removable void template, *Polymer Engineering & Science*, 47 (2007) 2020-2026.
- [46] T.G. Kim, H.J. Chung, T.G. Park, Macroporous and nanofibrous hyaluronic acid/collagen hybrid scaffold fabricated by concurrent electrospinning and deposition/leaching of salt particles, *Acta biomaterialia*, 4 (2008) 1611-1619.
- [47] Y. Ji, K. Ghosh, X.Z. Shu, B. Li, J.C. Sokolov, G.D. Prestwich, R.A. Clark, M.H. Rafailovich, Electrospun three-dimensional hyaluronic acid nanofibrous scaffolds, *Biomaterials*, 27 (2006) 3782-3792.
- [48] B. Subia, J. Kundu, S. Kundu, Biomaterial scaffold fabrication techniques for potential tissue engineering applications, *Tissue engineering*, 141 (2010) 145.
- [49] J.M. Deitzel, J. Kleinmeyer, D. Harris, N.B. Tan, The effect of processing variables on the morphology of electrospun nanofibers and textiles, *Polymer*, 42 (2001) 261-272.
- [50] S. Thandavamoorthy, N. Gopinath, S. Ramkumar, Self-assembled honeycomb polyurethane nanofibers, *Journal of Applied Polymer Science*, 101 (2006) 3121-3124.
- [51] G. Yan, J. Yu, Y. Qiu, X. Yi, J. Lu, X. Zhou, X. Bai, Self-assembly of electrospun polymer nanofibers: A general phenomenon generating honeycomb-patterned nanofibrous structures, *Langmuir*, 27 (2011) 4285-4289.
- [52] M.M. Li, Y.Z. Long, Fabrication of self-assembled three-dimensional fibrous stackings by electrospinning, *Materials Science Forum*, 688 (2011) 95-101.
- [53] B. Sun, Y.-Z. Long, F. Yu, M.-M. Li, H.-D. Zhang, W.-J. Li, T.-X. Xu, Self-assembly of a three-dimensional fibrous polymer sponge by electrospinning, *Nanoscale*, 4 (2012) 2134-2137.
- [54] S.R. Motamedian, S. Hosseinpour, M.G. Ahsaie, A. Khojasteh, Smart scaffolds in bone tissue engineering: A systematic review of literature, *World journal of stem cells*, 7 (2015) 657-668.

- [55] W. Lin, M. Chen, T. Qu, J. Li, Y. Man, Three-dimensional electrospun nanofibrous scaffolds for bone tissue engineering, *Journal of Biomedical Materials Research Part B: Applied Biomaterials*, (2019) 1-11.
- [56] G. Viswanathan, S. Murugesan, V. Pushparaj, O. Nalamasu, P.M. Ajayan, R.J. Linhardt, Preparation of biopolymer fibers by electrospinning from room temperature ionic liquids, *Biomacromolecules*, 7 (2006) 415-418.
- [57] C.S. Ki, J.W. Kim, J.H. Hyun, K.H. Lee, M. Hattori, D.K. Rah, Y.H. Park, Electrospun three-dimensional silk fibroin nanofibrous scaffold, *Journal of Applied Polymer Science*, 106 (2007) 3922-3928.
- [58] C.S. Ki, S.Y. Park, H.J. Kim, H.-M. Jung, K.M. Woo, J.W. Lee, Y.H. Park, Development of 3-D nanofibrous fibroin scaffold with high porosity by electrospinning: implications for bone regeneration, *Biotechnology letters*, 30 (2008) 405-410.
- [59] Y. Yokoyama, S. Hattori, C. Yoshikawa, Y. Yasuda, H. Koyama, T. Takato, H. Kobayashi, Novel wet electrospinning system for fabrication of spongiform nanofiber 3-dimensional fabric, *Materials letters*, 63 (2009) 754-756.
- [60] Y.Y. H. Kobayashi, T. Takato, H. Koyama, S. Ichioka, , Spongiform Structured Materials and its Manufacturing Methods, Japanese patent, 2007-103201.
- [61] J. Fang, H. Wang, H. Niu, T. Lin, X. Wang, Evolution of fiber morphology during electrospinning, *Journal of Applied Polymer Science*, 118 (2010) 2553-2561.
- [62] E. Bafekrpour, M. Parhizkar, J. Fang, X. Wang, T. Lin, A novel method to investigate the polystyrene nanofiber formation during electrospinning process, *International Journal of Advanced Engineering Applications*, 1 (2013) 1-7.
- [63] J.M. Coburn, M. Gibson, S. Monagle, Z. Patterson, J.H. Elisseeff, Bioinspired nanofibers support chondrogenesis for articular cartilage repair, *Proceedings of the National Academy of Sciences*, 109 (2012) 10012-10017.
- [64] L. Kong, G.R. Ziegler, Rheological aspects in fabricating pullulan fibers by electro-wet-spinning, *Food Hydrocolloids*, 38 (2014) 220-226.
- [65] M.N. Nosar, M. Salehi, S. Ghorbani, S.P. Beiranvand, A. Goodarzi, M. Azami, Characterization of wet-electrospun cellulose acetate based 3-dimensional scaffolds for skin tissue engineering applications: influence of cellulose acetate concentration, *Cellulose*, 23 (2016) 3239-3248.
- [66] D. Atila, D. Keskin, A. Tezcaner, Cellulose acetate based 3-dimensional electrospun scaffolds for skin tissue engineering applications, *Carbohydrate Polymers*, 133 (2015) 251-261.
- [67] L. Kong, G.R. Ziegler, Fabrication of pure starch fibers by electrospinning, *Food Hydrocolloids*, 36 (2014) 20-25.
- [68] H. Wang, L. Kong, G.R. Ziegler, Aligned wet-electrospun starch fiber mats, *Food Hydrocolloids*, 90 (2019) 113-117.
- [69] H. Kobayashi, D. Terada, Y. Yokoyama, D.W. Moon, Y. Yasuda, H. Koyama, T. Takato, Vascular-inducing poly (glycolic acid)-collagen nanocomposite-fiber scaffold, *Journal of Biomedical Nanotechnology*, 9 (2013) 1318-1326.
- [70] N. Sekiya, S. Ichioka, D. Terada, S. Tsuchiya, H. Kobayashi, Efficacy of a poly glycolic acid (PGA)/collagen composite nanofibre scaffold on cell migration and neovascularisation in vivo skin defect model, *Journal of Plastic Surgery and Hand Surgery*, 47 (2013) 498-502.
- [71] H. Ding, J. Zhong, F. Xu, F. Song, M. Yin, Y. Wu, Q. Hu, J. Wang, Establishment of 3D culture and induction of osteogenic differentiation of pre-osteoblasts using wet-collected aligned scaffolds, *Materials Science and Engineering: C*, 71 (2017) 222-230.

- [72] Z. Hadisi, J. Nourmohammadi, N. Haghhighipour, S. Heidari, How direct electrospinning in methanol bath affects the physico-chemical and biological properties of silk fibroin nanofibrous scaffolds, *Micro & Nano Letters*, 11 (2016) 514-517.
- [73] Y. Kawahara, S. Okamura, T. Yoshioka, Structure of regenerated nonwoven silk fibroin nanofiber fabric produced by wet electrospinning, *The Journal of Silk Science and Technology of Japan*, 26 (2018) 47-51.
- [74] Y. Kishimoto, T. Kobashi, H. Morikawa, Y. Tamada, Production of three-dimensional silk fibroin nanofiber non-woven fabric by wet electrospinning, *The Journal of Silk Science and Technology of Japan*, 25 (2017) 49-57.
- [75] H. Chen, Y. Peng, S. Wu, L.P. Tan, Electrospun 3D fibrous scaffolds for chronic wound repair, *Materials*, 9 (2016) 272.
- [76] J.H. Brown, P. Das, M.D. DiVito, D. Ivancic, L.P. Tan, J.A. Wertheim, Nanofibrous PLGA electrospun scaffolds modified with type I collagen influence hepatocyte function and support viability in vitro, *Acta Biomaterialia*, 73 (2018) 217-227.
- [77] M. Salehi, F. Bastami, Characterization of Wet-electrospun Poly ( $\epsilon$ -caprolactone)/Poly (L-lactic) Acid with Calcium Phosphates Coated with Chitosan for Bone Engineering, *Regeneration, Reconstruction & Restoration*, 1 (2016) 69-74.
- [78] M. Salehi, M. Naseri-Nosar, S. Ghorbani, S. Farzamfar, M. Azami, Wet-electrospun PCL/PLLA Blend Scaffolds: Effects of Versatile Coagulation Baths on Physicochemical and Biological Properties of the Scaffolds, *Regeneration, Reconstruction & Restoration*, 2 (2017) 1-7.
- [79] M. Naseri-Nosar, M. Salehi, S. Hojjati-Emami, Cellulose acetate/poly lactic acid coaxial wet-electrospun scaffold containing citalopram-loaded gelatin nanocarriers for neural tissue engineering applications, *International Journal of Biological Macromolecules*, 103 (2017) 701-708.
- [80] S. Ghorbani, H. Eyni, T. Tiraihi, L.S. Asl, M. Soleimani, A. Atashi, S.P. Beiranvand, M.E. Warkiani, Combined effects of 3D bone marrow stem cell-seeded wet-electrospun poly lactic acid scaffolds on full-thickness skin wound healing, *International Journal of Polymeric Materials and Polymeric Biomaterials*, (2017) 1-7.
- [81] X. Jing, H. Li, H.-Y. Mi, Y.-J. Liu, Y.-M. Tan, Fabrication of Three-Dimensional Fluffy Nanofibrous Scaffolds for Tissue Engineering via Electrospinning and CO<sub>2</sub> Escaping Foaming, *Industrial & Engineering Chemistry Research*, 58 (2019) 9412-9421.
- [82] W.R.N. Udangawa, C.F. Willard, C. Mancinelli, C. Chapman, R.J. Linhardt, T.J. Simmons, Coconut oil-cellulose beaded microfibers by coaxial electrospinning: An eco-model system to study thermoregulation of confined phase change materials, *Cellulose*, 26 (2018) 1-14.
- [83] S. Zhu, H. Yu, Y. Chen, M. Zhu, Study on the morphologies and formational mechanism of poly (hydroxybutyrate-co-hydroxyvalerate) ultrafine fibers by dry-jet-wet-electrospinning, *Journal of Nanomaterials*, 25 (2012) 1-8.
- [84] A.M. Díez-Pascual, A.L. Díez-Vicente, Electrospun fibers of chitosan-grafted polycaprolactone/poly (3-hydroxybutyrate-co-3-hydroxyhexanoate) blends, *Journal of Materials Chemistry B*, 4 (2016) 600-612.
- [85] T.J. Shin, S.Y. Park, H.J. Kim, H.J. Lee, J.H. Youk, Development of 3-D poly (trimethylenecarbonate-co- $\epsilon$ -caprolactone)-block-poly (p-dioxanone) scaffold for bone regeneration with high porosity using a wet electrospinning method, *Biotechnology Letters*, 32 (2010) 877-882.
- [86] E. Çatiker, E. Konuk, T. Gültan, M. Gümüşderelioğlu, Enhancement of scaffolding properties for poly (3-hydroxybutyrate): blending with poly- $\beta$ -alanine and wet electrospinning, *International Journal of Polymeric Materials and Polymeric Biomaterials*, 68 (2018) 1-11.



- [87] A. Sonseca, R. Sahay, K. Stepien, J. Bukala, A. Wcislek, A. McClain, P. Sobolewski, X. Sui, J.E. Puskas, J. Kohn, Architected helically coiled scaffolds from elastomeric poly (butylene succinate)(PBS) copolyester via wet electrospinning, (2018) 1-23.
- [88] A. Sonseca, R. Sahay, K. Stepien, A. Wcislek, A. McClain, P. Sobolewski, X. Sui, J.E. Puskas, H.D. Wagner, J. Kohnz, Wet electrospinning of poly (butylene succinate)(PBS) copolyester into helically coiled 3D structures, (2018) 1-25.
- [89] E. Shamirzaei Jeshvaghani, L. Ghasemi-Mobarakeh, R. Mansurnezhad, F. Ajalloueiian, M. Kharaziha, M. Dinari, M. Sami Jokandan, I.S. Chronakis, Fabrication, characterization, and biocompatibility assessment of a novel elastomeric nanofibrous scaffold: A potential scaffold for soft tissue engineering, *Journal of Biomedical Materials Research Part B: Applied Biomaterials*, 106 (2018) 2371-2383.
- [90] J. Coburn, M. Gibson, P.A. Bandalini, C. Laird, H.-Q. Mao, L. Moroni, D. Seliktar, J. Elisseeff, Biomimetics of the extracellular matrix: an integrated three-dimensional fiber-hydrogel composite for cartilage tissue engineering, *Smart Structures and Systems*, 7 (2011) 213-222.
- [91] J. Wang, P. Zhou, A. Obata, J.R. Jones, T. Kasuga, Preparation of Cotton-Wool-Like Poly (lactic acid)-Based Composites Consisting of Core-Shell-Type Fibers, *Materials*, 8 (2015) 7979-7987.
- [92] T. Kasuga, A. Obata, H. Maeda, Y. Ota, X. Yao, K. Oribe, Siloxane-poly (lactic acid)-vaterite composites with 3D cotton-like structure, *Journal of Materials Science: Materials in Medicine*, 23 (2012) 2349-2357.
- [93] H. Eyni, S. Ghorbani, R. Shirazi, L. Salari Asl, S. P Beiranvand, M. Soleimani, Three-dimensional wet-electrospun poly (lactic acid)/multi-wall carbon nanotubes scaffold induces differentiation of human menstrual blood-derived stem cells into germ-like cells, *Journal of Biomaterials Applications*, 32 (2017) 373-383.
- [94] B. Holmes, N.J. Castro, J. Li, M. Keidar, L.G. Zhang, Enhanced human bone marrow mesenchymal stem cell functions in novel 3D cartilage scaffolds with hydrogen treated multi-walled carbon nanotubes, *Nanotechnology*, 24 (2013) 1-10.
- [95] S. Ghorbani, T. Tiraihi, M. Soleimani, Differentiation of mesenchymal stem cells into neuron-like cells using composite 3D scaffold combined with valproic acid induction, *Journal of Biomaterials Applications*, 32 (2018) 702-715.
- [96] O. Colpankan Gunes, I. Unalan, B. Cecen, A. Ziylan Albayrak, H. Havitcioglu, O. Ustun, B.U. Ergur, Three-dimensional silk impregnated HAp/PHBV nanofibrous scaffolds for bone regeneration, *International Journal of Polymeric Materials and Polymeric Biomaterials*, 68 (2018) 1-12.
- [97] A. Kara, O.C. Gunes, A.Z. Albayrak, G. Bilici, G. Erbil, H. Havitcioglu, Fish scale/poly (3-hydroxybutyrate-co-3-hydroxyvalerate) nanofibrous composite scaffolds for bone regeneration, *Journal of Biomaterials Applications*, (2020) 1-15.
- [98] A. Arslan, S. Çakmak, M. Gümüşderelioglu, Enhanced osteogenic activity with boron-doped nanohydroxyapatite-loaded poly (butylene adipate-co-terephthalate) fibrous 3D matrix, *Artificial Cells, Nanomedicine, and Biotechnology*, 46 (2018) 1-10.
- [99] S.Y. Yang, T.H. Hwang, L. Che, J.S. Oh, Y. Ha, W. Ryu, Membrane-reinforced three-dimensional electrospun silk fibroin scaffolds for bone tissue engineering, *Biomedical Materials*, 10 (2015) 035011.
- [100] J. Luo, H. Zhang, X. Cui, J. Gao, X. Wang, J. Xiong, 3-D Mineralized Silk Fibroin/Polycaprolactone Composite Scaffold Modified with Polyglutamate Conjugated with BMP-2 Peptide for Bone Tissue Engineering, *Colloids and Surfaces B: Biointerfaces*, 163 (2017) 369-378.

- [101] V.Y. Chakrapani, T.S. Kumar, D.K. Raj, T. Kumary, Electrospun 3D composite scaffolds for craniofacial critical size defects, *Journal of Materials Science: Materials in Medicine*, 28 (2017) 1-10.
- [102] O. Akturk, K. Kismet, A.C. Yasti, S. Kuru, M.E. Duymus, F. Kaya, M. Caydere, S. Hucumenoglu, D. Keskin, Wet electrospun silk fibroin/gold nanoparticle 3D matrices for wound healing applications, *RSC Advances*, 6 (2016) 13234-13250.
- [103] A.D. Dalgic, A.Z. Alshemary, A. Tezcaner, D. Keskin, Z. Evis, Silicate-doped nano-hydroxyapatite/graphene oxide composite reinforced fibrous scaffolds for bone tissue engineering, *Journal of Biomaterials Applications*, 32 (2018) 1392-1405.
- [104] A.D. Dalgic, D. Atila, A. Karatas, A. Tezcaner, D.J.M.S. Keskin, E. C, Diatom shell incorporated PHBV/PCL-pullulan co-electrospun scaffolds for bone tissue engineering, *Materials Science and Engineering: C*, 100 (2019) 735-746.
- [105] Z. Hadisi, J. Nourmohammadi, J. Mohammadi, Composite of porous starch-silk fibroin nanofiber-calcium phosphate for bone regeneration, *Ceramics International*, 41 (2015) 10745-10754.
- [106] Y. Zheng, J. Miao, N. Maeda, D. Frey, R.J. Linhardt, T.J. Simmons, Uniform nanoparticle coating of cellulose fibers during wet electrospinning, *Journal of Materials Chemistry A*, 2 (2014) 15029-15034.
- [107] L. Hou, W.R.N. Udangawa, A. Pochiraju, W. Dong, Y. Zheng, R.J. Linhardt, T.J. Simmons, Synthesis of Heparin-Immobilized, Magnetically Addressable Cellulose Nanofibers for Biomedical Applications, *ACS Biomaterials Science & Engineering*, 2 (2016) 1905-1913.
- [108] M. Zhang, H. Lin, Y. Wang, G. Yang, H. Zhao, D. Sun, Fabrication and durable antibacterial properties of 3D porous wet electrospun RCSC/PCL nanofibrous scaffold with silver nanoparticles, *Applied Surface Science*, 414 (2017) 52-62.
- [109] S. Farzamfar, M. Naseri-Nosar, A. Vaez, F. Esmaeilpour, A. Ehterami, H. Sahrapeyma, H. Samadian, A.-A. Hamidieh, S. Ghorbani, A. Goodarzi, Neural tissue regeneration by a gabapentin-loaded cellulose acetate/gelatin wet-electrospun scaffold, *Cellulose*, 25 (2018) 1229-1238.
- [110] M. Naseri-Nosar, S. Farzamfar, M. Salehi, A. Vaez, R. Tajerian, M. Azami, Erythropoietin/aloë vera-releasing wet-electrospun polyvinyl alcohol/chitosan sponge-like wound dressing: In vitro and in vivo studies, *Journal of Bioactive and Compatible Polymers*, 33 (2018) 269-281.
- [111] M.B. Taskin, R. Xu, H. Gregersen, J.V. Nygaard, F. Besenbacher, M. Chen, Three-Dimensional Polydopamine Functionalized Coiled Microfibrous Scaffolds Enhance Human Mesenchymal Stem Cells Colonization and Mild Myofibroblastic Differentiation, *ACS Applied Materials & Interfaces*, 8 (2016) 15864-15873.
- [112] Y. Chen, M.B.B. Taskin, Z. Zhang, Y. Su, X. Han, M. Chen, Bioadhesive Anisotropic Nanogrooved Microfibers Directing Three-dimensional Neurite Extension, *Biomaterials Science*, 7 (2019) 2165-2173.
- [113] R.N. Udangawa, P.E. Mikael, C. Mancinelli, C. Chapman, C.F. Willard, T.J. Simmons, R.J. Linhardt, Novel Cellulose-Halloysite Hemostatic Nanocomposite Fibers with a Dramatic Reduction in Human Plasma Coagulation Time, *ACS Applied Materials & Interfaces*, 11 (2019) 15447-15456.
- [114] P. Das, M.D. DiVito, J.A. Wertheim, L.P. Tan, Collagen-I and fibronectin modified three-dimensional electrospun PLGA scaffolds for long-term in vitro maintenance of functional hepatocytes, *Materials Science and Engineering: C*, (2020) 110723.
- [115] S.S. Majidi, P. Slemming-Adamsen, M. Hanif, Z. Zhang, Z. Wang, M. Chen, Wet electrospun alginate/gelatin hydrogel nanofibers for 3D cell culture, *International Journal of Biological Macromolecules*, 118 (2018) 1648-1654.

- [116] E. Kostakova, M. Seps, P. Pokorny, D. Lukas, Study of polycaprolactone wet electrospinning process, *Express Polymer Letters*, 8 (2014) 554-564.
- [117] H. Wang, G.R. Ziegler, Electrospun nanofiber mats from aqueous starch-pullulan dispersions: Optimizing dispersion properties for electrospinning, *International Journal of Biological Macromolecules*, 133 (2019) 1168-1174.
- [118] W. Yang, F. Yang, Y. Wang, S.K. Both, J.A. Jansen, In vivo bone generation via the endochondral pathway on three-dimensional electrospun fibers, *Acta Biomaterialia*, 9 (2013) 4505-4512.
- [119] X. Cai, F. Yang, X. Yan, W. Yang, N. Yu, D.A. Oortgiesen, Y. Wang, J.A. Jansen, X.F. Walboomers, Influence of bone marrow-derived mesenchymal stem cells pre-implantation differentiation approach on periodontal regeneration in vivo, *Journal of clinical periodontology*, 42 (2015) 380-389.
- [120] H. Tang, J.F. Husch, Y. Zhang, J.A. Jansen, F. Yang, J.J.J.J.o.t.e. van den Beucken, r. medicine, Co-culture with monocytes/macrophages modulates osteogenic differentiation of adipose-derived mesenchymal stromal cells on PLGA/PCL scaffolds, *Journal of Tissue Engineering and Regenerative Medicine*, 13 (2019) 785-798.
- [121] D. Atila, D. Keskin, A. Tezcaner, Crosslinked pullulan/cellulose acetate fibrous scaffolds for bone tissue engineering, *Materials Science and Engineering C*, 69 (2016) 1103-1115.
- [122] X. Jing, H. Li, H.-Y. Mi, Y.-J. Liu, Y.-M. Tan, Fabrication of fluffy shish-kebab structured nanofibers by electrospinning, CO<sub>2</sub> escaping foaming and controlled crystallization for biomimetic tissue engineering scaffolds, *Chemical Engineering Journal*, 372 (2019) 785-795.
- [123] X. Cai, S. ten Hoopen, W. Zhang, C. Yi, W. Yang, F. Yang, J.A. Jansen, X. Frank Walboomers, P.C. Yelick, Influence of highly porous electrospun PLGA/PCL/nHA fibrous scaffolds on the differentiation of tooth bud cells in vitro, *Journal of Biomedical Materials Research Part A*, (2017).
- [124] S. Hong, G.J.A.P.A. Kim, Fabrication of size-controlled three-dimensional structures consisting of electrohydrodynamically produced polycaprolactone micro/nanofibers, 103 (2011) 1009-1014.
- [125] M.S. Kim, G. Kim, Three-dimensional electrospun polycaprolactone (PCL)/alginate hybrid composite scaffolds, *Carbohydrate Polymers*, 114 (2014) 213-221.
- [126] M. Kim, G.H. Kim, Electrohydrodynamic direct printing of PCL/collagen fibrous scaffolds with a core/shell structure for tissue engineering applications, *Chemical Engineering Journal*, 279 (2015) 317-326.
- [127] M. Kim, H.-s. Yun, G.H. Kim, Electric-field assisted 3D-fibrous bioceramic-based scaffolds for bone tissue regeneration: Fabrication, characterization, and in vitro cellular activities, *Scientific Reports*, 7 (2017) 1-13.
- [128] M.S. Kim, G. Kim, Electrohydrodynamic jet process for pore-structure-controlled 3D fibrous architecture as a tissue regenerative material: fabrication and cellular activities, *Langmuir*, 30 (2014) 8551-8557.
- [129] J. Heo, H. Nam, D. Hwang, S.J. Cho, S.-Y. Jung, D.-W. Cho, J.-H. Shim, G. Lim, Enhanced cellular distribution and infiltration in a wet electrospun three-dimensional fibrous scaffold using eccentric rotation-based hydrodynamic conditions, *Sensors and Actuators B: Chemical*, 226 (2016) 357-363.
- [130] H. Cao, K. Mchugh, S.Y. Chew, J.M. Anderson, The topographical effect of electrospun nanofibrous scaffolds on the in vivo and in vitro foreign body reaction, *Journal of Biomedical Materials Research Part A*, 93 (2010) 1151-1159.

- [131] R.S. Tıǒlı, N.M. Kazaroǒlu, B. Maviş, M. Gümüşderelioǒlu, Cellular behavior on epidermal growth factor (EGF)-immobilized PCL/gelatin nanofibrous scaffolds, *Journal of Biomaterials Science, Polymer Edition*, 22 (2011) 207-223.
- [132] G.H. Kim, H. Han, J.H. Park, W.D. Kim, An applicable electrospinning process for fabricating a mechanically improved nanofiber mat, *Polymer Engineering & Science*, 47 (2007) 707-712.
- [133] Anonim, Ethanol Surface Tension Calculator, <http://ddbonline.ddbst.de/DIPPR106SFTCalculation/DIPPR106SFTCalculationCGI.exe>, (Erişim tarihi: 13 Ağustos 2019).
- [134] O. Karatay, M. Dogan, T. Uyar, D. Cokeliler, I.C. Kocum, An alternative electrospinning approach with varying electric field for 2-D-aligned nanofibers, *IEEE Transactions on Nanotechnology*, 13 (2014) 101-108.



## EKLER

### EK 1 – İstatistiksel Değerlendirme Tabloları

#### 25 °C Banyoda; 0 rpm, CW 30 rpm, CW 60 rpm Döndürme Hızlarında Elde Edilen Hüzme Çaplarının Karşılaştırılması

Hüzme çapı 25°C, 0 rpm	Hüzme çapı 25°C, 30 rpm	Hüzme çapı 25°C, 60 rpm
0,430	0,381	0,164
0,613	0,389	0,177
0,540	0,388	0,177
0,484	0,359	0,165

Hüzme çapı 25°C, 0 rpm		Hüzme çapı 25°C, 30 rpm		Hüzme çapı 25°C, 60 rpm	
Ortalama	0,517	Ortalama	0,379	Ortalama	0,171
Standart Hata	0,039	Standart Hata	0,007	Standart Hata	0,004
Ortanca	0,512	Ortanca	0,385	Ortanca	0,171
Kip	#YOK	Kip	#YOK	Kip	0,177
Standart Sapma	0,078	Standart Sapma	0,014	Standart Sapma	0,007
Örnek Varyans	0,006	Örnek Varyans	0,000	Örnek Varyans	0,000
Basıklık	-0,753	Basıklık	2,561	Basıklık	-5,905
Çarpıklık	0,300	Çarpıklık	-1,642	Çarpıklık	-0,017
Aralık	0,183	Aralık	0,030	Aralık	0,013
En Büyük	0,430	En Büyük	0,359	En Büyük	0,164
En Küçük	0,613	En Küçük	0,389	En Küçük	0,177
Toplam	2,067	Toplam	1,517	Toplam	0,683
Say	4,000	Say	4,000	Say	4,000
Güvenirlilik Düzeyi (95,0%)	0,125	Güvenirlilik Düzeyi (95,0%)	0,022	Güvenirlilik Düzeyi (95,0%)	0,012

t-Test: Farklı Varyanslar Varsayarak İki Örnek		
	Hüzme çapı 25 °C, 0 rpm	Hüzme çapı 25 °C, 30 rpm
Ortalama	0,517	0,3793
Varyans	0,006	0,0002
Gözlem	4,000	4,0000
Öngörülen Ortalama Farkı	0,000	
df	3,000	
t Stat	3,457	
P(T<=t) tek-uçlu	0,020	
t Kritik tek-uçlu	2,353	
P(T<=t) iki-uçlu	0,041	*
t Kritik iki-uçlu	3,182	

t-Test: Farklı Varyanslar Varsayarak İki Örnek		
	Hüzme çapı 25°C, 0rpm	Hüzme çapı 25°C, 60rpm
Ortalama	0,517	0,1708
Varyans	0,006	0,0001
Gözlem	4,000	4,0000
Öngörülen Ortalama Farkı	0,000	
df	3,000	
t Stat	8,798	
P(T<=t) tek-uçlu	0,002	
t Kritik tek-uçlu	2,353	
P(T<=t) iki-uçlu	0,003	**
t Kritik iki-uçlu	3,182	

t-Test: Farklı Varyanslar Varsayarak İki Örnek		
	Hüzme çapı 25 °C, 30 rpm	Hüzme çapı 25°C, 60 rpm
Ortalama	0,379250	0,1708
Varyans	0,000195	0,0001
Gözlem	4,000000	4,0000
Öngörülen Ortalama Farkı	0,000000	
df	5,000000	
t Stat	26,524127	
P(T<=t) tek-uçlu	0,000001	
t Kritik tek-uçlu	2,015048	
P(T<=t) iki-uçlu	0,000001	**
t Kritik iki-uçlu	2,570582	

### 25 °C Banyoda; 0 rpm, CW 30 rpm, CW 60 rpm Döndürme Hızlarında Elde Edilen Yumakların Geometrik Faktörlerinin Karşılaştırılması

Geometrik faktör 25 °C, 0rpm	Geometrik faktör 25 °C, 30 rpm	Geometrik faktör 25 °C, 60 rpm
1,951	1,904	1,665
2,020	1,865	1,642
2,004	1,899	1,654
1,950	1,932	1,638

Geometrik faktör 25 °C, 0 rpm		Geometrik faktör 25 °C, 30 rpm		Geometrik faktör 25 °C, 60 rpm	
Ortalama	1,981	Ortalama	1,900	Ortalama	1,650
Standart Hata	0,018	Standart Hata	0,014	Standart Hata	0,006
Ortanca	1,977	Ortanca	1,901	Ortanca	1,648
Kip	#YOK	Kip	#YOK	Kip	#YOK
Standart Sapma	0,036	Standart Sapma	0,027	Standart Sapma	0,012
Örnek Varyans	0,001	Örnek Varyans	0,001	Örnek Varyans	0,000
Basıklık	-5,068	Basıklık	1,423	Basıklık	-1,700
Çarpıklık	0,162	Çarpıklık	-0,328	Çarpıklık	0,631
Aralık	0,070	Aralık	0,067	Aralık	0,027
En Büyük	1,950	En Büyük	1,865	En Büyük	1,638
En Küçük	2,020	En Küçük	1,932	En Küçük	1,665
Toplam	7,925	Toplam	7,599	Toplam	6,599
Say	4,000	Say	4,000	Say	4,000
Güvenirlilik Düzeyi (95,0%)	0,058	Güvenirlilik Düzeyi (95,0%)	0,043	Güvenirlilik Düzeyi (95,0%)	0,019

t-Test: Farklı Varyanslar Varsayarak İki Örnek		
	Geometrik faktör 25 °C, 0 rpm	Geometrik faktör 25 °C, 30 rpm
Ortalama	1,981	1,900
Varyans	0,001	0,001
Gözlem	4,000	4,000
Öngörülen Ortalama Farkı	0,000	
df	6,000	
t Stat	3,576	
P(T<=t) tek-uçlu	0,006	
t Kritik tek-uçlu	1,943	
P(T<=t) iki-uçlu	0,012	*
t Kritik iki-uçlu	2,447	

t-Test: Farklı Varyanslar Varsayarak İki Örnek		
	Geometrik faktör 25 °C, 0 rpm	Geometrik faktör 25 °C, 60 rpm
Ortalama	1,9813	1,6497
Varyans	0,0013	0,0001
Gözlem	4,0000	4,0000
Öngörülen Ortalama Farkı	0,0000	
df	4,0000	
t Stat	17,2771	
P(T<=t) tek-uçlu	0,0000	
t Kritik tek-uçlu	2,1318	
P(T<=t) iki-uçlu	0,0001	**
t Kritik iki-uçlu	2,7764	

t-Test: Farklı Varyanslar Varsayarak İki Örnek		
	Geometrik faktör 25 °C, 30 rpm	Geometrik faktör 25 °C, 60 rpm
Ortalama	1,8998	1,6497
Varyans	0,0007	0,0001
Gözlem	4,0000	4,0000
Öngörülen Ortalama Farkı	0,0000	
df	4,0000	
t Stat	16,7557	
P(T<=t) tek-uçlu	0,0000	
t Kritik tek-uçlu	2,1318	
P(T<=t) iki-uçlu	0,0001	**
t Kritik iki-uçlu	2,7764	

### 15 °C Banyoda; 0 rpm, CW 30 rpm, CW 60 rpm Döndürme Hızlarında Elde Edilen Hüzme Çaplarının Karşılaştırılması

Hüzme çapı 15 °C, 0rpm	Hüzme çapı 15 °C, 30 rpm	Hüzme çapı 15 °C, 60 rpm
0,279	0,256	0,248
0,280	0,262	0,229
0,287	0,261	0,243
0,288	0,266	0,244

Hüzme çapı 15 °C, 0 rpm		Hüzme çapı 15 °C, 30 rpm		Hüzme çapı 15 °C, 60 rpm	
Ortalama	0,28350	Ortalama	0,26125	Ortalama	0,2409
Standart Hata	0,00233	Standart Hata	0,00206	Standart Hata	0,0041
Ortanca	0,28350	Ortanca	0,26150	Ortanca	0,2433
Kip	#YOK	Kip	#YOK	Kip	#YOK
Standart Sapma	0,00465	Standart Sapma	0,00411	Standart Sapma	0,0082
Örnek Varyans	0,00002	Örnek Varyans	0,00002	Örnek Varyans	0,0001
Basıklık	-5,54556	Basıklık	1,28215	Basıklık	2,8933
Çarpıklık	0,00000	Çarpıklık	-0,35572	Çarpıklık	-1,5530
Aralık	0,00900	Aralık	0,01000	Aralık	0,0190
En Büyük	0,27900	En Büyük	0,25600	En Büyük	0,2290
En Küçük	0,28800	En Küçük	0,26600	En Küçük	0,2480
Toplam	1,13400	Toplam	1,04500	Toplam	0,9637
Say	4,00000	Say	4,00000	Say	4,0000
Güvenirlilik Düzeyi (95,0%)	0,00741	Güvenirlilik Düzeyi (95,0%)	0,00654	Güvenirlilik Düzeyi (95,0%)	0,0131



t-Test: Eşit Varyanslar Varsayarak İki Örnek		
	Hüzme çapı 15 °C, 0 rpm	Hüzme çapı 15 °C, 30 rpm
Ortalama	0,2835	0,26125
Varyans	0,0000	0,00002
Gözlem	4,0000	4,00000
Birikimli Varyans	0,0000	
Öngörülen Ortalama Farkı	0,0000	
df	6,0000	
t Stat	7,1641	
P(T<=t) tek-uçlu	0,0002	
t Kritik tek-uçlu	1,9432	
P(T<=t) iki-uçlu	0,0004	**
t Kritik iki-uçlu	2,4469	

t-Test: Farklı Varyanslar Varsayarak İki Örnek		
	Hüzme çapı 15 °C, 0 rpm	Hüzme çapı 15° C, 60 rpm
Ortalama	0,2835	0,24092
Varyans	0,0000	0,00007
Gözlem	4,0000	4,00000
Öngörülen Ortalama Farkı	0,0000	
df	5,0000	
t Stat	8,9926	
P(T<=t) tek-uçlu	0,0001	
t Kritik tek-uçlu	2,0150	
P(T<=t) iki-uçlu	0,0003	**
t Kritik iki-uçlu	2,5706	

t-Test: Farklı Varyanslar Varsayarak İki Örnek		
	Hüzme çapı 15°C, 30rpm	Hüzme çapı 15°C, 60rpm
Ortalama	0,2613	0,24092
Varyans	0,0000	0,00007
Gözlem	4,0000	4,00000
Öngörülen Ortalama Farkı	0,0000	
df	4,0000	
t Stat	4,4124	
P(T<=t) tek-uçlu	0,0058	
t Kritik tek-uçlu	2,1318	
P(T<=t) iki-uçlu	0,0116	*
t Kritik iki-uçlu	2,7764	

**15 °C Banyoda; 0 rpm, CW 30 rpm, CW 60 rpm Döndürme Hızlarında Elde Edilen Yumakların Geometrik Faktörlerinin Karşılaştırılması**

Geometrik faktör 15 °C, 0 rpm	Geometrik faktör 15 °C, 30 rpm	Geometrik faktör 15 °C, 60 rpm
2,379	2,237	2,155
2,329	2,153	2,058
2,323	2,226	2,137
2,257	2,248	2,099

Geometrik faktör 15 °C, 0 rpm		Geometrik faktör 15 °C, 30 rpm		Geometrik faktör 15 °C, 60 rpm	
Ortalama	2,322	Ortalama	2,216	Ortalama	2,112
Standart Hata	0,025	Standart Hata	0,022	Standart Hata	0,021
Ortanca	2,326	Ortanca	2,232	Ortanca	2,118
Kip	#YOK	Kip	#YOK	Kip	#YOK
Standart Sapma	0,050	Standart Sapma	0,043	Standart Sapma	0,043
Örnek Varyans	0,003	Örnek Varyans	0,002	Örnek Varyans	0,002
Basıklık	1,568	Basıklık	3,174	Basıklık	-1,448
Çarpıklık	-0,468	Çarpıklık	-1,744	Çarpıklık	-0,569
Aralık	0,123	Aralık	0,095	Aralık	0,097
En Büyük	2,257	En Büyük	2,153	En Büyük	2,058
En Küçük	2,379	En Küçük	2,248	En Küçük	2,155
Toplam	9,288	Toplam	8,864	Toplam	8,449
Say	4,000	Say	4,000	Say	4,000
Güvenirlilik Düzeyi (95,0%)	0,080	Güvenirlilik Düzeyi (95,0%)	0,069	Güvenirlilik Düzeyi (95,0%)	0,068

t-Test: Eşit Varyanslar Varsayarak İki Örnek		
	Geometrik faktör 15 °C, 0 rpm	Geometrik faktör 15 °C, 30 rpm
Ortalama	2,322	2,216
Varyans	0,003	0,002
Gözlem	4,000	4,000
Birikimli Varyans	0,002	
Öngörülen Ortalama Farkı	0,000	
df	6,000	
t Stat	3,195	
P(T<=t) tek-uçlu	0,009	
t Kritik tek-uçlu	1,943	
P(T<=t) iki-uçlu	0,019	*
t Kritik iki-uçlu	2,447	

t-Test: Eşit Varyanslar Varsayarak İki Örnek		
	Geometrik faktör 15 °C, 0 rpm	Geometrik faktör 15 °C, 60 rpm
Ortalama	2,322	2,112
Varyans	0,003	0,002
Gözlem	4,000	4,000
Birikimli Varyans	0,002	
Öngörülen Ortalama Farkı	0,000	
df	6,000	
t Stat	6,334	
P(T<=t) tek-uçlu	0,000	
t Kritik tek-uçlu	1,943	
P(T<=t) iki-uçlu	0,001	**
t Kritik iki-uçlu	2,447	

t-Test: Eşit Varyanslar Varsayarak İki Örnek		
	Geometrik faktör 15 °C, 30 rpm	Geometrik faktör 15 °C, 60 rpm
Ortalama	2,216	2,112
Varyans	0,002	0,002
Gözlem	4,000	4,000
Birikimli Varyans	0,002	
Öngörülen Ortalama Farkı	0,000	
df	6,000	
t Stat	3,410	
P(T<=t) tek-uçlu	0,007	
t Kritik tek-uçlu	1,943	
P(T<=t) iki-uçlu	0,014	*
t Kritik iki-uçlu	2,447	

### 5 °C Banyoda; 0 rpm, CW 30 rpm, CW 60 rpm Döndürme Hızlarında Elde Edilen Hüzme Çaplarının Karşılaştırılması

Hüzme çapı 5 °C, 0 rpm	Hüzme çapı 5 °C, 30 rpm	Hüzme çapı 5 °C, 60 rpm
0,476	0,348	0,303
0,441	0,365	0,323
0,439	0,357	0,309
0,428	0,361	0,307

Hüzme çapı 5 °C, 0 rpm		Hüzme çapı 5 °C, 30 rpm		Hüzme çapı 5 °C, 60 rpm	
Ortalama	0,4460	Ortalama	0,3578	Ortalama	0,3105
Standart Hata	0,0104	Standart Hata	0,0036	Standart Hata	0,0043
Ortanca	0,4400	Ortanca	0,3590	Ortanca	0,3080
Kip	#YOK	Kip	#YOK	Kip	#YOK
Standart Sapma	0,0208	Standart Sapma	0,0073	Standart Sapma	0,0087
Örnek Varyans	0,0004	Örnek Varyans	0,0001	Örnek Varyans	0,0001
Basıklık	2,8462	Basıklık	0,6796	Basıklık	2,6462
Çarpıklık	1,5334	Çarpıklık	-0,8865	Çarpıklık	1,5041
Aralık	0,0480	Aralık	0,0170	Aralık	0,0200
En Büyük	0,4280	En Büyük	0,3480	En Büyük	0,3030
En Küçük	0,4760	En Küçük	0,3650	En Küçük	0,3230
Toplam	1,7840	Toplam	1,4310	Toplam	1,2420
Say	4,0000	Say	4,0000	Say	4,0000
Güvenirlilik Düzeyi (95,0%)	0,0331	Güvenirlilik Düzeyi (95,0%)	0,0116	Güvenirlilik Düzeyi (95,0%)	0,0138

t-Test: Farklı Varyanslar Varsayarak İki Örnek		
	Hüzme çapı 5 °C, 0 rpm	Hüzme çapı 5 °C, 30 rpm
Ortalama	0,4460	0,3578
Varyans	0,0004	0,0001
Gözlem	4,0000	4,0000
Öngörülen Ortalama Farkı	0,0000	
df	4,0000	
t Stat	8,0096	
P(T<=t) tek-uçlu	0,0007	
t Kritik tek-uçlu	2,1318	
P(T<=t) iki-uçlu	0,0013	**
t Kritik iki-uçlu	2,7764	

t-Test: Farklı Varyanslar Varsayarak İki Örnek		
	Hüzme çapı 5 °C, 0 rpm	Hüzme çapı 5 °C, 60 rpm
Ortalama	0,4460	0,3105
Varyans	0,0004	0,0001
Gözlem	4,0000	4,0000
Öngörülen Ortalama Farkı	0,0000	
df	4,0000	
t Stat	12,0197	
P(T<=t) tek-uçlu	0,0001	
t Kritik tek-uçlu	2,1318	
P(T<=t) iki-uçlu	0,0003	**
t Kritik iki-uçlu	2,7764	

t-Test: Eşit Varyanslar Varsayarak İki Örnek		
	Hüzme çapı 5°C, 30 rpm	Hüzme çapı 5 °C, 60 rpm
Ortalama	0,3578	0,3105
Varyans	0,0001	0,0001
Gözlem	4,0000	4,0000
Birikimli Varyans	0,0001	
Öngörülen Ortalama Farkı	0,0000	
df	6,0000	
t Stat	8,3337	
P(T<=t) tek-uçlu	0,0001	
t Kritik tek-uçlu	1,9432	
P(T<=t) iki-uçlu	0,0002	**
t Kritik iki-uçlu	2,4469	

### 5 °C Banyoda; 0 rpm, CW 30 rpm, CW 60 rpm Döndürme Hızlarında Elde Edilen Yumakların Geometrik Faktörlerinin Karşılaştırılması

Geometrik Faktör 5 °C, 0 rpm	Geometrik Faktör 5 °C, 30 rpm	Geometrik Faktör 5 °C, 60 rpm
2,766	2,413	2,351
2,727	2,418	2,330
2,839	2,478	2,299
2,823	2,584	2,342

Geometrik Faktör 5°C, 0 rpm		Geometrik Faktör 5 °C, 30 rpm		Geometrik Faktör 5 °C, 60 rpm	
Ortalama	2,789	Ortalama	2,473	Ortalama	2,331
Standart Hata	0,026	Standart Hata	0,040	Standart Hata	0,011
Ortanca	2,794	Ortanca	2,448	Ortanca	2,336
Kip	#YOK	Kip	#YOK	Kip	#YOK
Standart Sapma	0,052	Standart Sapma	0,080	Standart Sapma	0,023
Örnek Varyans	0,003	Örnek Varyans	0,006	Örnek Varyans	0,001
Basıklık	-3,010	Basıklık	0,916	Basıklık	1,364
Çarpıklık	-0,371	Çarpıklık	1,287	Çarpıklık	-1,183
Aralık	0,112	Aralık	0,171	Aralık	0,052
En Büyük	2,727	En Büyük	2,413	En Büyük	2,299
En Küçük	2,839	En Küçük	2,584	En Küçük	2,351
Toplam	11,155	Toplam	9,893	Toplam	9,322
Say	4,000	Say	4,000	Say	4,000
Güvenirlilik Düzeyi (95,0%)	0,082	Güvenirlilik Düzeyi (95,0%)	0,127	Güvenirlilik Düzeyi (95,0%)	0,036

t-Test: Farklı Varyanslar Varsayarak İki Örnek		
	Geometrik Faktör 5 °C, 0 rpm	Geometrik Faktör 5°C, 30 rpm
Ortalama	2,789	2,473
Varyans	0,003	0,006
Gözlem	4,000	4,000
Öngörülen Ortalama Farkı	0,000	
df	5,000	
t Stat	6,653	
P(T<=t) tek-uçlu	0,001	
t Kritik tek-uçlu	2,015	
P(T<=t) iki-uçlu	0,001	**
t Kritik iki-uçlu	2,571	

t-Test: Farklı Varyanslar Varsayarak İki Örnek		
	Geometrik Faktör 5 °C, 0 rpm	Geometrik Faktör 5 °C, 60 rpm
Ortalama	2,7887	2,331
Varyans	0,0027	0,001
Gözlem	4,0000	4,000
Öngörülen Ortalama Farkı	0,0000	
df	4,0000	
t Stat	16,2295	
P(T<=t) tek-uçlu	0,0000	
t Kritik tek-uçlu	2,1318	
P(T<=t) iki-uçlu	0,0001	**
t Kritik iki-uçlu	2,7764	

t-Test: Farklı Varyanslar Varsayarak İki Örnek		
	Geometrik Faktör 5 °C, 30 rpm	Geometrik Faktör 5 °C, 60 rpm
Ortalama	2,4731	2,331
Varyans	0,0063	0,001
Gözlem	4,0000	4,000
Öngörülen Ortalama Farkı	0,0000	
df	3,0000	
t Stat	3,4487	
P(T<=t) tek-uçlu	0,0205	
t Kritik tek-uçlu	2,3534	
P(T<=t) iki-uçlu	0,0410	*
t Kritik iki-uçlu	3,1824	

**0 rpm Döndürme Hızında; 25, 15 ve 5 °C Banyoda Elde Edilen Hüzme Çaplarının Karşılaştırılması**

Hüzme Çapı - 5 °C 0 rpm	Hüzme Çapı - 15 °C 0 rpm	Hüzme Çapı - 25 °C 0 rpm
0,476	0,279	0,430
0,441	0,280	0,613
0,439	0,287	0,540
0,428	0,288	0,484

Hüzme Çapı - 5 °C 0 rpm		Hüzme Çapı - 15 °C 0 rpm		Hüzme Çapı - 25 °C 0 rpm	
Ortalama	0,4460	Ortalama	0,28350	Ortalama	0,5168
Standart Hata	0,0104	Standart Hata	0,00233	Standart Hata	0,0392
Ortanca	0,4400	Ortanca	0,28350	Ortanca	0,5120
Kip	#YOK	Kip	#YOK	Kip	#YOK
Standart Sapma	0,0208	Standart Sapma	0,00465	Standart Sapma	0,0783
Örnek Varyans	0,0004	Örnek Varyans	0,00002	Örnek Varyans	0,0061
Basıklık	2,8462	Basıklık	-5,54556	Basıklık	-0,7528
Çarpıklık	1,5334	Çarpıklık	0,00000	Çarpıklık	0,3001
Aralık	0,0480	Aralık	0,00900	Aralık	0,1830
En Büyük	0,4280	En Büyük	0,27900	En Büyük	0,4300
En Küçük	0,4760	En Küçük	0,28800	En Küçük	0,6130
Toplam	1,7840	Toplam	1,13400	Toplam	2,0670
Say	4,0000	Say	4,00000	Say	4,0000
Güvenirlilik Düzeyi (95,0%)	0,0331	Güvenirlilik Düzeyi (95,0%)	0,00741	Güvenirlilik Düzeyi (95,0%)	0,1246

t-Test: Farklı Varyanslar Varsayarak İki Örnek		
	Hüzme Çapı - 5 °C 0 rpm	Hüzme Çapı - 15 °C 0 rpm
Ortalama	0,44600	0,28
Varyans	0,00043	0,00
Gözlem	4,00000	4,00
Öngörülen Ortalama Farkı	0,00000	
df	3,00000	
t Stat	15,24741	
P(T<=t) tek-uçlu	0,00031	
t Kritik tek-uçlu	2,35336	
P(T<=t) iki-uçlu	0,00061	**
t Kritik iki-uçlu	3,18245	

t-Test: Farklı Varyanslar Varsayarak İki Örnek		
	Hüzme Çapı - 5 °C 0 rpm	Hüzme Çapı - 25 °C 0 rpm
Ortalama	0,446	0,517
Varyans	0,000	0,006
Gözlem	4,000	4,000
Öngörülen Ortalama Farkı	0,000	
df	3,000	
t Stat	-1,746	
P(T<=t) tek-uçlu	0,090	
t Kritik tek-uçlu	2,353	
P(T<=t) iki-uçlu	0,179	-
t Kritik iki-uçlu	3,182	

t-Test: Farklı Varyanslar Varsayarak İki Örnek		
	Hüzme Çapı - 15 °C 0 rpm	Hüzme Çapı - 25 °C 0 rpm
Ortalama	0,284	0,517
Varyans	0,000	0,006
Gözlem	4,000	4,000
Öngörülen Ortalama Farkı	0,000	
df	3,000	
t Stat	-5,946	
P(T<=t) tek-uçlu	0,005	
t Kritik tek-uçlu	2,353	
P(T<=t) iki-uçlu	0,010	**
t Kritik iki-uçlu	3,182	



**0 rpm Döndürme Hızında; 25, 15 ve 5 °C Banyoda Elde Edilen Yumakların Geometrik Faktörlerinin Karşılaştırılması**

Geometrik Faktör 5 °C, 0 rpm	Geometrik faktör 15 °C, 0 rpm	Geometrik faktör 25 °C, 0rpm
2,77	2,38	1,95
2,73	2,33	2,02
2,84	2,32	2,00
2,82	2,26	1,95

Geometrik Faktör - 5 °C 0 rpm		Geometrik Faktör - 15 °C 0 rpm		Geometrik Faktör - 25 °C 0 rpm	
Ortalama	2,789	Ortalama	2,322	Ortalama	1,981
Standart Hata	0,026	Standart Hata	0,025	Standart Hata	0,018
Ortanca	2,794	Ortanca	2,326	Ortanca	1,977
Kip	#YOK	Kip	#YOK	Kip	#YOK
Standart Sapma	0,052	Standart Sapma	0,050	Standart Sapma	0,036
Örnek Varyans	0,003	Örnek Varyans	0,003	Örnek Varyans	0,001
Basıklık	-3,010	Basıklık	1,568	Basıklık	-5,068
Çarpıklık	-0,371	Çarpıklık	-0,468	Çarpıklık	0,162
Aralık	0,112	Aralık	0,123	Aralık	0,070
En Büyük	2,727	En Büyük	2,257	En Büyük	1,950
En Küçük	2,839	En Küçük	2,379	En Küçük	2,020
Toplam	11,155	Toplam	9,288	Toplam	7,925
Say	4,000	Say	4,000	Say	4,000
Güvenirlilik Düzeyi (95,0%)	0,082	Güvenirlilik Düzeyi (95,0%)	0,080	Güvenirlilik Düzeyi (95,0%)	0,058

t-Test: Eşit Varyanslar Varsayarak İki Örnek		
	Geometrik Faktör - 5 °C 0 rpm	Geometrik Faktör - 15 °C 0 rpm
Ortalama	2,78869	2,322
Varyans	0,00267	0,003
Gözlem	4,00000	4,000
Birikimli Varyans	0,00260	
Öngörülen Ortalama Farkı	0,00000	
df	6,00000	
t Stat	12,93226	
P(T<=t) tek-uçlu	0,00001	
t Kritik tek-uçlu	1,94318	
P(T<=t) iki-uçlu	0,00001	**
t Kritik iki-uçlu	2,44691	

t-Test: Farklı Varyanslar Varsayarak İki Örnek		
	Geometrik Faktör - 5 °C 0 rpm	Geometrik Faktör - 25 °C 0 rpm
Ortalama	2,788686	1,981
Varyans	0,002673	0,001
Gözlem	4,000000	4,000
Öngörülen Ortalama Farkı	0,000000	
df	5,000000	
t Stat	25,526043	
P(T<=t) tek-uçlu	0,000001	
t Kritik tek-uçlu	2,015048	
P(T<=t) iki-uçlu	0,000002	**
t Kritik iki-uçlu	2,570582	

t-Test: Farklı Varyanslar Varsayarak İki Örnek		
	Geometrik Faktör - 15 °C 0 rpm	Geometrik Faktör - 25 °C 0 rpm
Ortalama	2,3220	1,981
Varyans	0,0025	0,001
Gözlem	4,0000	4,000
Öngörülen Ortalama Farkı	0,0000	
df	5,0000	
t Stat	10,9617	
P(T<=t) tek-uçlu	0,0001	
t Kritik tek-uçlu	2,0150	
P(T<=t) iki-uçlu	0,0001	**
t Kritik iki-uçlu	2,5706	

### CW 30 rpm Döndürme Hızında; 25, 15 ve 5 °C Banyoda Elde Edilen Hüzme Çaplarının Karşılaştırılması

Hüzme Çapı - 5 °C CW 30 rpm	Hüzme Çapı - 15 °C CW 30 rpm	Hüzme Çapı - 25 °C CW 30 rpm
0,348	0,256	0,381
0,365	0,262	0,389
0,357	0,261	0,388
0,361	0,266	0,359

Hüzme Çapı - 5 °C CW 30 rpm		Hüzme Çapı - 15 °C CW 30 rpm		Hüzme Çapı - 25 °C CW 30 rpm	
Ortalama	0,3578	Ortalama	0,26125	Ortalama	0,3793
Standart Hata	0,0036	Standart Hata	0,00206	Standart Hata	0,0070
Ortanca	0,3590	Ortanca	0,26150	Ortanca	0,3845
Kip	#YOK	Kip	#YOK	Kip	#YOK
Standart Sapma	0,0073	Standart Sapma	0,00411	Standart Sapma	0,0140
Örnek Varyans	0,0001	Örnek Varyans	0,00002	Örnek Varyans	0,0002
Basıklık	0,6796	Basıklık	1,28215	Basıklık	2,5610
Çarpıklık	-0,8865	Çarpıklık	-0,35572	Çarpıklık	-1,6418
Aralık	0,0170	Aralık	0,01000	Aralık	0,0300
En Büyük	0,3480	En Büyük	0,25600	En Büyük	0,3590
En Küçük	0,3650	En Küçük	0,26600	En Küçük	0,3890
Toplam	1,4310	Toplam	1,04500	Toplam	1,5170
Say	4,0000	Say	4,00000	Say	4,0000
Güvenirlilik Düzeyi (95,0%)	0,0116	Güvenirlilik Düzeyi (95,0%)	0,00654	Güvenirlilik Düzeyi (95,0%)	0,0222

t-Test: Farklı Varyanslar Varsayarak İki Örnek		
	Hüzme Çapı - 5 °C CW 30 rpm	Hüzme Çapı - 15 °C CW 30 rpm
Ortalama	0,35775	0,26
Varyans	0,00005	0,00
Gözlem	4,00000	4,00
Öngörülen Ortalama Farkı	0,00000	
df	5,00000	
t Stat	23,09542	
P(T<=t) tek-uçlu	0,00000	
t Kritik tek-uçlu	2,01505	
P(T<=t) iki-uçlu	0,00000	**
t Kritik iki-uçlu	2,57058	

t-Test: Farklı Varyanslar Varsayarak İki Örnek		
	Hüzme Çapı - 5 °C CW 30 rpm	Hüzme Çapı - 25 °C CW 30 rpm
Ortalama	0,358	0,3793
Varyans	0,000	0,0002
Gözlem	4,000	4,0000
Öngörülen Ortalama Farkı	0,000	
df	5,000	
t Stat	-2,731	
P(T<=t) tek-uçlu	0,021	
t Kritik tek-uçlu	2,015	
P(T<=t) iki-uçlu	0,041	*
t Kritik iki-uçlu	2,571	

t-Test: Farklı Varyanslar Varsayarak İki Örnek		
	Hüzme Çapı - 15 °C CW 30 rpm	Hüzme Çapı - 25 °C CW 30 rpm
Ortalama	0,2613	0,3793
Varyans	0,0000	0,0002
Gözlem	4,0000	4,0000
Öngörülen Ortalama Farkı	0,0000	
df	4,0000	
t Stat	-16,2149	
P(T<=t) tek-uçlu	0,0000	
t Kritik tek-uçlu	2,1318	
P(T<=t) iki-uçlu	0,0001	**
t Kritik iki-uçlu	2,7764	

### CW 30 rpm Döndürme Hızında; 25, 15 ve 5 °C Banyoda Elde Edilen Yumakların Geometrik Faktörlerinin Karşılaştırılması

Geometrik Faktör 5 °C - CW 30 rpm	Geometrik faktör 15 °C - CW 30 rpm	Geometrik faktör 25 °C - CW 30 rpm
2,41	2,24	1,90
2,42	2,15	1,86
2,48	2,23	1,90
2,58	2,25	1,93

Geometrik Faktör - 5 °C CW 30 rpm		Geometrik Faktör - 15 °C CW 30 rpm		Geometrik Faktör - 25 °C CW 30 rpm	
Ortalama	2,473	Ortalama	2,216	Ortalama	1,8998
Standart Hata	0,040	Standart Hata	0,022	Standart Hata	0,0137
Ortanca	2,448	Ortanca	2,232	Ortanca	1,9013
Kip	#YOK	Kip	#YOK	Kip	#YOK
Standart Sapma	0,080	Standart Sapma	0,043	Standart Sapma	0,0273
Örnek Varyans	0,006	Örnek Varyans	0,002	Örnek Varyans	0,0007
Basıklık	0,916	Basıklık	3,174	Basıklık	1,4234
Çarpıklık	1,287	Çarpıklık	-1,744	Çarpıklık	-0,3279
Aralık	0,171	Aralık	0,095	Aralık	0,0667
En Büyük	2,413	En Büyük	2,153	En Büyük	1,8649
En Küçük	2,584	En Küçük	2,248	En Küçük	1,9316
Toplam	9,893	Toplam	8,864	Toplam	7,5991
Say	4,000	Say	4,000	Say	4,0000
Güvenirlilik Düzeyi (95,0%)	0,127	Güvenirlilik Düzeyi (95,0%)	0,069	Güvenirlilik Düzeyi (95,0%)	0,0435

t-Test: Farklı Varyanslar Varsayarak İki Örnek		
	Geometrik Faktör - 5 °C CW 30 rpm	Geometrik Faktör - 15 °C CW 30 rpm
Ortalama	2,473	2,216
Varyans	0,006	0,002
Gözlem	4,000	4,000
Öngörülen Ortalama Farkı	0,000	
df	5,000	
t Stat	5,682	
P(T<=t) tek-uçlu	0,001	
t Kritik tek-uçlu	2,015	
P(T<=t) iki-uçlu	0,002	**
t Kritik iki-uçlu	2,571	

t-Test: Farklı Varyanslar Varsayarak İki Örnek		
	Geometrik Faktör - 5 °C CW 30 rpm	Geometrik Faktör - 25 °C CW 30 rpm
Ortalama	2,4731	1,900
Varyans	0,0063	0,001
Gözlem	4,0000	4,000
Öngörülen Ortalama Farkı	0,0000	
df	4,0000	
t Stat	13,6350	
P(T<=t) tek-uçlu	0,0001	
t Kritik tek-uçlu	2,1318	
P(T<=t) iki-uçlu	0,0002	**
t Kritik iki-uçlu	2,7764	

t-Test: Farklı Varyanslar Varsayarak İki Örnek		
	Geometrik Faktör - 15 °C CW 30 rpm	Geometrik Faktör - 25 °C CW 30 rpm
Ortalama	2,2161	1,900
Varyans	0,0019	0,001
Gözlem	4,0000	4,000
Öngörülen Ortalama Farkı	0,0000	
df	5,0000	
t Stat	12,3939	
P(T<=t) tek-uçlu	0,0000	
t Kritik tek-uçlu	2,0150	
P(T<=t) iki-uçlu	0,0001	**
t Kritik iki-uçlu	2,5706	

**CW 60 rpm Döndürme Hızında; 25, 15 ve 5 °C Banyoda Elde Edilen Hüzme Çaplarının Karşılaştırılması**

Hüzme Çapı - 5 °C CW 60 rpm	Hüzme Çapı - 15 °C CW 60 rpm	Hüzme Çapı - 25 °C CW 60 rpm
0,303	0,248	0,164
0,323	0,229	0,177
0,309	0,243	0,177
0,307	0,244	0,165

Hüzme Çapı - 5 °C CW 60 rpm		Hüzme Çapı - 15 °C CW 60 rpm		Hüzme Çapı - 25 °C CW 60 rpm	
Ortalama	0,3105	Ortalama	0,2409	Ortalama	0,1708
Standart Hata	0,0043	Standart Hata	0,0041	Standart Hata	0,0036
Ortanca	0,3080	Ortanca	0,2433	Ortanca	0,1710
Kip	#YOK	Kip	#YOK	Kip	0,1770
Standart Sapma	0,0087	Standart Sapma	0,0082	Standart Sapma	0,0072
Örnek Varyans	0,0001	Örnek Varyans	0,0001	Örnek Varyans	0,0001
Basıklık	2,6462	Basıklık	2,8933	Basıklık	-5,9045
Çarpıklık	1,5041	Çarpıklık	-1,5530	Çarpıklık	-0,0165
Aralık	0,0200	Aralık	0,0190	Aralık	0,0130
En Büyük	0,3030	En Büyük	0,2290	En Büyük	0,1640
En Küçük	0,3230	En Küçük	0,2480	En Küçük	0,1770
Toplam	1,2420	Toplam	0,9637	Toplam	0,6830
Say	4,0000	Say	4,0000	Say	4,0000
Güvenirlilik Düzeyi (95,0%)	0,0138	Güvenirlilik Düzeyi (95,0%)	0,0131	Güvenirlilik Düzeyi (95,0%)	0,0115

t-Test: Eşit Varyanslar Varsayarak İki Örnek		
	Hüzme Çapı - 5 °C CW 60 rpm	Hüzme Çapı - 15 °C CW 60 rpm
Ortalama	0,31050	0,24
Varyans	0,00008	0,00
Gözlem	4,00000	4,00
Birikimli Varyans	0,00007	
Öngörülen Ortalama Farkı	0,00000	
df	6,00000	
t Stat	11,60955	
P(T<=t) tek-uçlu	0,00001	
t Kritik tek-uçlu	1,94318	
P(T<=t) iki-uçlu	0,00002	**
t Kritik iki-uçlu	2,44691	

t-Test: Farklı Varyanslar Varsayarak İki Örnek		
	Hüzme Çapı - 5 °C CW 60 rpm	Hüzme Çapı - 25 °C CW 60 rpm
Ortalama	0,3105000	0,1708
Varyans	0,0000757	0,0001
Gözlem	4,0000000	4,0000
Öngörülen Ortalama Farkı	0,0000000	
df	6,0000000	
t Stat	24,7125889	
P(T<=t) tek-uçlu	0,0000001	
t Kritik tek-uçlu	1,9431803	
P(T<=t) iki-uçlu	0,0000003	**
t Kritik iki-uçlu	2,4469119	

t-Test: Eşit Varyanslar Varsayarak İki Örnek		
	Hüzme Çapı - 15 °C CW 60 rpm	Hüzme Çapı - 25 °C CW 60 rpm
Ortalama	0,24092	0,1708
Varyans	0,00007	0,0001
Gözlem	4,00000	4,0000
Birikimli Varyans	0,00006	
Öngörülen Ortalama Farkı	0,00000	
df	6,00000	
t Stat	12,79582	
P(T<=t) tek-uçlu	0,00001	
t Kritik tek-uçlu	1,94318	
P(T<=t) iki-uçlu	0,00001	**
t Kritik iki-uçlu	2,44691	

### CW 60 rpm Döndürme Hızında; 25, 15 ve 5 °C Banyoda Elde Edilen Yumakların Geometrik Faktörlerinin Karşılaştırılması

Geometrik Faktör 5 °C - CW 60 rpm	Geometrik faktör 15 °C - CW 60 rpm	Geometrik faktör 25 °C - CW 60 rpm
2,35	2,16	1,66
2,33	2,06	1,64
2,30	2,14	1,65
2,34	2,10	1,64

Geometrik Faktör - 5 °C CW 60 rpm		Geometrik Faktör - 15 °C CW 60 rpm		Geometrik Faktör - 25 °C CW 60 rpm	
Ortalama	2,331	Ortalama	2,112	Ortalama	1,6497
Standart Hata	0,011	Standart Hata	0,021	Standart Hata	0,0060
Ortanca	2,336	Ortanca	2,118	Ortanca	1,6478
Kip	#YOK	Kip	#YOK	Kip	#YOK
Standart Sapma	0,023	Standart Sapma	0,043	Standart Sapma	0,0120
Örnek Varyans	0,001	Örnek Varyans	0,002	Örnek Varyans	0,0001
Basıklık	1,364	Basıklık	-1,448	Basıklık	-1,7005
Çarpıklık	-1,183	Çarpıklık	-0,569	Çarpıklık	0,6313
Aralık	0,052	Aralık	0,097	Aralık	0,0265
En Büyük	2,299	En Büyük	2,058	En Büyük	1,6384
En Küçük	2,351	En Küçük	2,155	En Küçük	1,6649
Toplam	9,322	Toplam	8,449	Toplam	6,5989
Say	4,000	Say	4,000	Say	4,0000
Güvenirlilik Düzeyi (95,0%)	0,036	Güvenirlilik Düzeyi (95,0%)	0,068	Güvenirlilik Düzeyi (95,0%)	0,0191

t-Test: Farklı Varyanslar Varsayarak İki Örnek		
	Geometrik Faktör - 5 °C CW 60 rpm	Geometrik Faktör - 15 °C CW 60 rpm
Ortalama	2,3305	2,112
Varyans	0,0005	0,002
Gözlem	4,0000	4,000
Öngörülen Ortalama Farkı	0,0000	
df	5,0000	
t Stat	8,9778	
P(T<=t) tek-uçlu	0,0001	
t Kritik tek-uçlu	2,0150	
P(T<=t) iki-uçlu	0,0003	**
t Kritik iki-uçlu	2,5706	

t-Test: Farklı Varyanslar Varsayarak İki Örnek		
	Geometrik Faktör - 5 °C CW 60 rpm	Geometrik Faktör - 25 °C CW 60 rpm
Ortalama	2,33051656	1,6497
Varyans	0,00051493	0,0001
Gözlem	4,00000000	4,0000
Öngörülen Ortalama Farkı	0,00000000	
df	5,00000000	
t Stat	53,06047607	
P(T<=t) tek-uçlu	0,00000002	
t Kritik tek-uçlu	2,01504837	
P(T<=t) iki-uçlu	0,00000004	**
t Kritik iki-uçlu	2,57058184	



t-Test: Farklı Varyanslar Varsayarak İki Örnek		
	Geometrik Faktör - 15 °C CW 60 rpm	Geometrik Faktör - 25 °C CW 60 rpm
Ortalama	2,1123	1,6497
Varyans	0,0018	0,0001
Gözlem	4,0000	4,0000
Öngörülen Ortalama Farkı	0,0000	
df	3,0000	
t Stat	20,7312	
P(T<=t) tek-uçlu	0,0001	
t Kritik tek-uçlu	2,3534	
P(T<=t) iki-uçlu	0,0002	**
t Kritik iki-uçlu	3,1824	

### 25 °C Banyoda; 0 rpm, CW 30 rpm, CW 60 rpm Döndürme Hızlarında Elde Edilen Gözenek Çaplarının Karşılaştırılması

Gözenek Çapı 25 °C, 0 rpm	Gözenek Çapı 25 °C, 30 rpm	Gözenek Çapı 25 °C, 60 rpm
46,16	42,26	38,39
45,35	42,03	37,51
46,41	43,09	34,72
50,17	45,02	36,59
52,21	42,54	35,14

Gözenek Çapı 25 °C, 0rpm		Gözenek Çapı 25 °C, 30 rpm		Gözenek Çapı 25 °C, 60 rpm	
Ortalama	48,06	Ortalama	42,99	Ortalama	36,47
Standart Hata	1,33	Standart Hata	0,54	Standart Hata	0,69
Ortanca	46,41	Ortanca	42,54	Ortanca	36,59
Kip	#YOK	Kip	#YOK	Kip	#YOK
Standart Sapma	2,97	Standart Sapma	1,20	Standart Sapma	1,55
Örnek Varyans	8,83	Örnek Varyans	1,44	Örnek Varyans	2,40
Basıklık	-1,75	Basıklık	2,88	Basıklık	-2,09
Çarpıklık	0,79	Çarpıklık	1,68	Çarpıklık	0,05
Aralık	6,85	Aralık	2,99	Aralık	3,67
En Büyük	45,35	En Büyük	42,03	En Büyük	34,72
En Küçük	52,21	En Küçük	45,02	En Küçük	38,39
Toplam	240,31	Toplam	214,95	Toplam	182,35
Say	5,00	Say	5,00	Say	5,00
Güvenirlilik Düzeyi (95,0%)	3,69	Güvenirlilik Düzeyi (95,0%)	1,49	Güvenirlilik Düzeyi (95,0%)	1,92

t-Test: Farklı Varyanslar Varsayarak İki Örnek		
	Gözenek Çapı 25 °C, 0rpm	Gözenek Çapı 25 °C, 30 rpm
Ortalama	48,06	42,99
Varyans	8,83	1,44
Gözlem	5,00	5,00
Öngörülen Ortalama Farkı	0,00	
df	5,00	
t Stat	3,54	
P(T<=t) tek-uçlu	0,01	
t Kritik tek-uçlu	2,02	
P(T<=t) iki-uçlu	0,02	*
t Kritik iki-uçlu	2,57	

t-Test: Farklı Varyanslar Varsayarak İki Örnek		
	Gözenek Çapı 25 °C, 0rpm	Gözenek Çapı 25 °C, 60 rpm
Ortalama	48,0616	36,47
Varyans	8,8252	2,40
Gözlem	5,0000	5,00
Öngörülen Ortalama Farkı	0,0000	
df	6,0000	
t Stat	7,7359	
P(T<=t) tek-uçlu	0,0001	
t Kritik tek-uçlu	1,9432	
P(T<=t) iki-uçlu	0,0002	**
t Kritik iki-uçlu	2,4469	

t-Test: Farklı Varyanslar Varsayarak İki Örnek		
	Gözenek Çapı 25 °C, 30 rpm	Gözenek Çapı 25 °C, 60 rpm
Ortalama	42,9897	36,47
Varyans	1,4417	2,40
Gözlem	5,0000	5,00
Öngörülen Ortalama Farkı	0,0000	
df	8,0000	
t Stat	7,4373	
P(T<=t) tek-uçlu	0,0000	
t Kritik tek-uçlu	1,8595	
P(T<=t) iki-uçlu	0,0001	**
t Kritik iki-uçlu	2,3060	

### 15 °C Banyoda; 0 rpm, CW 30 rpm, CW 60 rpm Döndürme Hızlarında Elde Edilen Gözenek Çaplarının Karşılaştırılması

Gözenek Çapı 15 °C, 0rpm	Gözenek Çapı 15 °C, 30 rpm	Gözenek Çapı 15 °C, 60 rpm
95,91	81,50	61,90
91,47	85,63	66,31
89,21	81,54	64,48
92,60	84,12	59,54
89,01	84,06	58,23

Gözenek Çapı 15 °C, 0rpm		Gözenek Çapı 15 °C, 30 rpm		Gözenek Çapı 15 °C, 60 rpm	
Ortalama	91,64	Ortalama	83,37	Ortalama	62,09
Standart Hata	1,27	Standart Hata	0,81	Standart Hata	1,50
Ortanca	91,47	Ortanca	84,06	Ortanca	61,90
Kip	#YOK	Kip	#YOK	Kip	#YOK
Standart Sapma	2,83	Standart Sapma	1,80	Standart Sapma	3,35
Örnek Varyans	8,00	Örnek Varyans	3,25	Örnek Varyans	11,23
Basıklık	0,11	Basıklık	-2,06	Basıklık	-1,93
Çarpıklık	0,85	Çarpıklık	-0,03	Çarpıklık	0,16
Arahk	6,90	Arahk	4,13	Arahk	8,07
En Büyük	89,01	En Büyük	81,50	En Büyük	58,23
En Küçük	95,91	En Küçük	85,63	En Küçük	66,31
Toplam	458,20	Toplam	416,85	Toplam	310,46
Say	5,00	Say	5,00	Say	5,00
Güvenirlilik Düzeyi (95,0%)	3,51	Güvenirlilik Düzeyi (95,0%)	2,24	Güvenirlilik Düzeyi (95,0%)	4,16

t-Test: Farklı Varyanslar Varsayarak İki Örnek		
	Gözenek Çapı 15 °C, 0rpm	Gözenek Çapı 15 °C, 30 rpm
Ortalama	91,641	83,37
Varyans	8,003	3,25
Gözlem	5,000	5,00
Öngörülen Ortalama Farkı	0,000	
df	7,000	
t Stat	5,513	
P(T<=t) tek-uçlu	0,000	
t Kritik tek-uçlu	1,895	
P(T<=t) iki-uçlu	0,001	**
t Kritik iki-uçlu	2,365	

t-Test: Farklı Varyanslar Varsayarak İki Örnek		
	Gözenek Çapı 15 °C, 0rpm	Gözenek Çapı 15 °C, 60 rpm
Ortalama	91,6407000	62,09
Varyans	8,0030803	11,23
Gözlem	5,0000000	5,00
Öngörülen Ortalama Farkı	0,0000000	
df	8,0000000	
t Stat	15,0675809	
P(T<=t) tek-uçlu	0,0000002	
t Kritik tek-uçlu	1,8595480	
P(T<=t) iki-uçlu	0,0000004	**
t Kritik iki-uçlu	2,3060041	

t-Test: Farklı Varyanslar Varsayarak İki Örnek		
	Gözenek Çapı 15 °C, 30 rpm	Gözenek Çapı 15 °C, 60 rpm
Ortalama	83,36953	62,09
Varyans	3,25170	11,23
Gözlem	5,00000	5,00
Öngörülen Ortalama Farkı	0,00000	
df	6,00000	
t Stat	12,50421	
P(T<=t) tek-uçlu	0,00001	
t Kritik tek-uçlu	1,94318	
P(T<=t) iki-uçlu	0,00002	**
t Kritik iki-uçlu	2,44691	

**5 °C Banyoda; 0 rpm, CW 30 rpm, CW 60 rpm Döndürme Hızlarında Elde Edilen Gözenek Çaplarının Karşılaştırılması**

Gözenek Çapı 5 °C, 0 rpm	Gözenek Çapı 5 °C, 30 rpm	Gözenek Çapı 5 °C, 60 rpm
127,88	125,99	94,13
125,08	123,81	97,22
126,64	126,76	103,42
133,59	125,13	97,39
129,84	126,33	96,05

Gözenek Çapı 5 °C, 0 rpm		Gözenek Çapı 5 °C, 30 rpm		Gözenek Çapı 5 °C, 60 rpm	
Ortalama	128,61	Ortalama	125,61	Ortalama	97,64
Standart Hata	1,47	Standart Hata	0,52	Standart Hata	1,56
Ortanca	127,88	Ortanca	125,99	Ortanca	97,22
Kip	#YOK	Kip	#YOK	Kip	#YOK
Standart Sapma	3,29	Standart Sapma	1,17	Standart Sapma	3,48
Örnek Varyans	10,82	Örnek Varyans	1,37	Örnek Varyans	12,11
Basıklık	0,46	Basıklık	0,41	Basıklık	2,83
Çarpıklık	0,87	Çarpıklık	-1,02	Çarpıklık	1,44
Aralık	8,52	Aralık	2,96	Aralık	9,28
En Büyük	125,08	En Büyük	123,81	En Büyük	94,13
En Küçük	133,59	En Küçük	126,76	En Küçük	103,42
Toplam	643,03	Toplam	628,03	Toplam	488,21
Say	5,00	Say	5,00	Say	5,00
Güvenirlilik Düzeyi (95,0%)	4,08	Güvenirlilik Düzeyi (95,0%)	1,45	Güvenirlilik Düzeyi (95,0%)	4,32

t-Test: Farklı Varyanslar Varsayarak İki Örnek		
	Gözenek Çapı 5 °C, 0 rpm	Gözenek Çapı 5 °C, 30 rpm
Ortalama	128,61	125,61
Varyans	10,82	1,37
Gözlem	5,00	5,00
Öngörülen Ortalama Farkı	0,00	
df	5,00	
t Stat	1,92	
P(T<=t) tek-uçlu	0,06	
t Kritik tek-uçlu	2,02	
P(T<=t) iki-uçlu	0,11	-
t Kritik iki-uçlu	2,57	

t-Test: Eşit Varyanslar Varsayarak İki Örnek		
	Gözenek Çapı 5 °C, 0 rpm	Gözenek Çapı 5 °C, 60 rpm
Ortalama	128,605000	97,64
Varyans	10,821106	12,11
Gözlem	5,000000	5,00
Birikimli Varyans	11,463085	
Öngörülen Ortalama Farkı	0,000000	
df	8,000000	
t Stat	14,460161	
P(T<=t) tek-uçlu	0,000000	
t Kritik tek-uçlu	1,859548	
P(T<=t) iki-uçlu	0,000001	**
t Kritik iki-uçlu	2,306004	

t-Test: Farklı Varyanslar Varsayarak İki Örnek		
	Gözenek Çapı 5 °C, 30 rpm	Gözenek Çapı 5 °C, 60 rpm
Ortalama	125,60524	97,64
Varyans	1,36972	12,11
Gözlem	5,00000	5,00
Öngörülen Ortalama Farkı	0,00000	
df	5,00000	
t Stat	17,03427	
P(T<=t) tek-uçlu	0,00001	
t Kritik tek-uçlu	2,01505	
P(T<=t) iki-uçlu	0,00001	**
t Kritik iki-uçlu	2,57058	

### 0 rpm Döndürme Hızında; 25, 15 ve 5 °C Banyoda Elde Edilen Gözenek Çaplarının Karşılaştırılması

Gözenek Çapı - 5 °C 0 rpm	Gözenek Çapı - 15 °C 0 rpm	Gözenek Çapı - 25 °C 0 rpm
127,88	95,91	46,16
125,08	91,47	45,35
126,64	89,21	46,41
133,59	92,60	50,17
129,84	89,01	52,21

Gözenek Çapı - 5 °C 0 rpm		Gözenek Çapı - 15 °C 0 rpm		Gözenek Çapı - 25 °C 0 rpm	
Ortalama	128,61	Ortalama	91,64	Ortalama	48,06
Standart Hata	1,47	Standart Hata	1,27	Standart Hata	1,33
Ortanca	127,88	Ortanca	91,47	Ortanca	46,41
Kip	#YOK	Kip	#YOK	Kip	#YOK
Standart Sapma	3,29	Standart Sapma	2,83	Standart Sapma	2,97
Örnek Varyans	10,82	Örnek Varyans	8,00	Örnek Varyans	8,83
Basıklık	0,46	Basıklık	0,11	Basıklık	-1,75
Çarpıklık	0,87	Çarpıklık	0,85	Çarpıklık	0,79
Aralık	8,52	Aralık	6,90	Aralık	6,85
En Büyük	125,08	En Büyük	89,01	En Büyük	45,35
En Küçük	133,59	En Küçük	95,91	En Küçük	52,21
Toplam	643,03	Toplam	458,20	Toplam	240,31
Say	5,00	Say	5,00	Say	5,00
Güvenirlilik Düzeyi (95,0%)	4,08	Güvenirlilik Düzeyi (95,0%)	3,51	Güvenirlilik Düzeyi (95,0%)	3,69

t-Test: Eşit Varyanslar Varsayarak İki Örnek		
	Gözenek Çapı - 5 °C 0 rpm	Gözenek Çapı - 15 °C 0 rpm
Ortalama	128,6050000	91,64
Varyans	10,8211055	8,00
Gözlem	5,0000000	5,00
Birikimli Varyans	9,4120929	
Öngörülen Ortalama Farkı	0,0000000	
df	8,0000000	
t Stat	19,0506320	
P(T<=t) tek-uçlu	0,0000000	
t Kritik tek-uçlu	1,8595480	
P(T<=t) iki-uçlu	0,0000001	**
t Kritik iki-uçlu	2,3060041	

t-Test: Eşit Varyanslar Varsayarak İki Örnek		
	Gözenek Çapı - 15 °C 0 rpm	Gözenek Çapı - 25 °C 0 rpm
Ortalama	91,64070000	48,06
Varyans	8,00308026	8,83
Gözlem	5,00000000	5,00
Birikimli Varyans	8,41414401	
Öngörülen Ortalama Farkı	0,00000000	
df	8,00000000	
t Stat	23,75433948	
P(T<=t) tek-uçlu	0,00000001	
t Kritik tek-uçlu	1,85954804	
P(T<=t) iki-uçlu	0,00000001	**
t Kritik iki-uçlu	2,30600414	

t-Test: Eşit Varyanslar Varsayarak İki Örnek		
	Gözenek Çapı - 5 °C 0 rpm	Gözenek Çapı - 25 °C 0 rpm
Ortalama	128,6050000000	48,06
Varyans	10,8211055022	8,83
Gözlem	5,0000000000	5,00
Birikimli Varyans	9,8231566300	
Öngörülen Ortalama Farkı	0,0000000000	
df	8,0000000000	
t Stat	40,6325659372	
P(T<=t) tek-uçlu	0,0000000001	
t Kritik tek-uçlu	1,8595480375	
P(T<=t) iki-uçlu	0,0000000001	**
t Kritik iki-uçlu	2,3060041352	

### CW 30 rpm Döndürme Hızında; 25, 15 ve 5 °C Banyoda Elde Edilen Gözenek Çaplarının Karşılaştırılması

Gözenek Çapı - 5 °C CW 30 rpm	Gözenek Çapı- 15 °C CW 30 rpm	Gözenek Çapı - 25 °C CW 30 rpm
125,99	81,50	42,26
123,81	85,63	42,03
126,76	81,54	43,09
125,13	84,12	45,02
126,33	84,06	42,54

Gözenek Çapı - 5 °C CW 30 rpm		Gözenek Çapı- 15 °C CW 30 rpm		Gözenek Çapı - 25 °C CW 30 rpm	
Ortalama	125,61	Ortalama	83,37	Ortalama	42,99
Standart Hata	0,52	Standart Hata	0,81	Standart Hata	0,54
Ortanca	125,99	Ortanca	84,06	Ortanca	42,54
Kip	#YOK	Kip	#YOK	Kip	#YOK
Standart Sapma	1,17	Standart Sapma	1,80	Standart Sapma	1,20
Örnek Varyans	1,37	Örnek Varyans	3,25	Örnek Varyans	1,44
Basıklık	0,41	Basıklık	-2,06	Basıklık	2,88
Çarpıklık	-1,02	Çarpıklık	-0,03	Çarpıklık	1,68
Aralık	2,96	Aralık	4,13	Aralık	2,99
En Büyük	123,81	En Büyük	81,50	En Büyük	42,03
En Küçük	126,76	En Küçük	85,63	En Küçük	45,02
Toplam	628,03	Toplam	416,85	Toplam	214,95
Say	5,00	Say	5,00	Say	5,00
Güvenirlilik Düzeyi (95,0%)	1,45	Güvenirlilik Düzeyi (95,0%)	2,24	Güvenirlilik Düzeyi (95,0%)	1,49



t-Test: Farklı Varyanslar Varsayarak İki Örnek		
	Gözenek Çapı - 5 °C CW 30 rpm	Gözenek Çapı- 15 °C CW 30 rpm
Ortalama	125,605240000	83,37
Varyans	1,369721910	3,25
Gözlem	5,000000000	5,00
Öngörülen Ortalama Farkı	0,000000000	
df	7,000000000	
t Stat	43,931598670	
P(T<=t) tek-uçlu	0,000000000	
t Kritik tek-uçlu	1,894578605	
P(T<=t) iki-uçlu	0,000000001	**
t Kritik iki-uçlu	2,364624252	

t-Test: Eşit Varyanslar Varsayarak İki Örnek		
	Gözenek Çapı - 5 °C CW 30 rpm	Gözenek Çapı - 25 °C CW 30 rpm
Ortalama	125,6052400000000	42,99
Varyans	1,3697219102222	1,44
Gözlem	5,0000000000000	5,00
Birikimli Varyans	1,4056939725000	
Öngörülen Ortalama Farkı	0,0000000000000	
df	8,0000000000000	
t Stat	110,1757748684240	
P(T<=t) tek-uçlu	0,0000000000000	
t Kritik tek-uçlu	1,8595480375309	
P(T<=t) iki-uçlu	0,0000000000001	**
t Kritik iki-uçlu	2,3060041352042	

t-Test: Farklı Varyanslar Varsayarak İki Örnek		
	Gözenek Çapı- 15 °C CW 30 rpm	Gözenek Çapı - 25 °C CW 30 rpm
Ortalama	83,369533333	42,99
Varyans	3,251698938	1,44
Gözlem	5,000000000	5,00
Öngörülen Ortalama Farkı	0,000000000	
df	7,000000000	
t Stat	41,677998856	
P(T<=t) tek-uçlu	0,000000001	
t Kritik tek-uçlu	1,894578605	
P(T<=t) iki-uçlu	0,000000001	**
t Kritik iki-uçlu	2,364624252	

## CW 60 rpm Döndürme Hızında; 25, 15 ve 5 °C Banyoda Elde Edilen Gözenek Çaplarının Karşılaştırılması

Gözenek Çapı - 5 °C CW 60 rpm	Gözenek Çapı - 15 °C CW 60 rpm	Gözenek Çapı - 25 °C CW 60 rpm
94,13	61,90	38,39
97,22	66,31	37,51
103,42	64,48	34,72
97,39	59,54	36,59
96,05	58,23	35,14

Gözenek Çapı - 5 °C CW 60 rpm		Gözenek Çapı - 15 °C CW 60 rpm		Gözenek Çapı - 25 °C CW 60 rpm	
Ortalama	97,64	Ortalama	62,09	Ortalama	36,47
Standart Hata	1,56	Standart Hata	1,50	Standart Hata	0,69
Ortanca	97,22	Ortanca	61,90	Ortanca	36,59
Kip	#YOK	Kip	#YOK	Kip	#YOK
Standart Sapma	3,48	Standart Sapma	3,35	Standart Sapma	1,55
Örnek Varyans	12,11	Örnek Varyans	11,23	Örnek Varyans	2,40
Basıklık	2,83	Basıklık	-1,93	Basıklık	-2,09
Çarpıklık	1,44	Çarpıklık	0,16	Çarpıklık	0,05
Aralık	9,28	Aralık	8,07	Aralık	3,67
En Büyük	94,13	En Büyük	58,23	En Büyük	34,72
En Küçük	103,42	En Küçük	66,31	En Küçük	38,39
Toplam	488,21	Toplam	310,46	Toplam	182,35
Say	5,00	Say	5,00	Say	5,00
Güvenirlilik Düzeyi (95,0%)	4,32	Güvenirlilik Düzeyi (95,0%)	4,16	Güvenirlilik Düzeyi (95,0%)	1,92

t-Test: Eşit Varyanslar Varsayarak İki Örnek		
	Gözenek Çapı - 5 °C CW 60 rpm	Gözenek Çapı - 15 °C CW 60 rpm
Ortalama	97,6412267	62,09
Varyans	12,1050642	11,23
Gözlem	5,0000000	5,00
Birikimli Varyans	11,6660138	
Öngörülen Ortalama Farkı	0,0000000	
df	8,0000000	
t Stat	16,4568788	
P(T<=t) tek-uçlu	0,0000001	
t Kritik tek-uçlu	1,8595480	
P(T<=t) iki-uçlu	0,0000002	**
t Kritik iki-uçlu	2,3060041	

t-Test: Farklı Varyanslar Varsayarak İki Örnek		
	Gözenek Çapı - 5 °C CW 60 rpm	Gözenek Çapı - 25 °C CW 60 rpm
Ortalama	97,64122667	36,47
Varyans	12,10506417	2,40
Gözlem	5,00000000	5,00
Öngörülen Ortalama Farkı	0,00000000	
df	6,00000000	
t Stat	35,91423101	
P(T<=t) tek-uçlu	0,00000002	
t Kritik tek-uçlu	1,94318028	
P(T<=t) iki-uçlu	0,00000003	**
t Kritik iki-uçlu	2,44691185	

t-Test: Farklı Varyanslar Varsayarak İki Örnek		
	Gözenek Çapı - 15 °C CW 60 rpm	Gözenek Çapı - 25 °C CW 60 rpm
Ortalama	62,091300	36,47
Varyans	11,226964	2,40
Gözlem	5,000000	5,00
Öngörülen Ortalama Farkı	0,000000	
df	6,000000	
t Stat	15,519456	
P(T<=t) tek-uçlu	0,000002	
t Kritik tek-uçlu	1,943180	
P(T<=t) iki-uçlu	0,000005	**
t Kritik iki-uçlu	2,446912	



HACETTEPE ÜNİVERSİTESİ  
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ  
YÜKSEK LİSANS/DOKTORA TEZ ÇALIŞMASI ORJİNALLİK RAPORU

HACETTEPE ÜNİVERSİTESİ  
FEN BİLİMLER ENSTİTÜSÜ  
BİYOMÜHENDİSLİK ANABİLİM DALI BAŞKANLIĞI'NA

Tarih: 11/02/2020

Tez Başlığı : Islak Elektroeğirme ile Üretilen 3B Polimerik Yumaklarda Gözenek Boyutlarının Kontrolü

Yukarıda başlığı/konusu gösterilen tez çalışmamın a) Kapak sayfası, b) Giriş, c) Ana bölümler, d) Sonuç kısımlarından oluşan toplam 155 sayfalık kısmına ilişkin, 10/02/2020 tarihinde şahsım/tez danışmanım tarafından Turnitin adlı intihal tespit programından aşağıda belirtilen filtrelemeler uygulanarak alınmış olan orijinallik raporuna göre, tezimin benzerlik oranı % 1'dir.

Uygulanan filtrelemeler:

- 1- Kaynakça hariç
- 2- Alıntılar hariç/dâhil
- 3- 5 kelimedenden daha az örtüşme içeren metin kısımları hariç

Hacettepe Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Tez Çalışması Orijinallik Raporu Alınması ve Kullanılması Uygulama Esasları'nı inceledim ve bu Uygulama Esasları'nda belirtilen azami benzerlik oranlarına göre tez çalışmamın herhangi bir intihal içermediğini; aksinin tespit edileceği muhtemel durumda doğabilecek her türlü hukuki sorumluluğu kabul ettiğimi ve yukarıda vermiş olduğum bilgilerin doğru olduğunu beyan ederim.

Gereğini saygılarımla arz ederim.

11/02/2020

Adı Soyadı: Nur Merve Kazaroğlu Sönmez

Öğrenci No: N12248621

Anabilim Dalı: Biyomühendislik

Programı:

Statüsü:  Y.Lisans  Doktora  Bütünleşik Dr.

**DANIŞMAN ONAYI**

UYGUNDUR.

Prof. Dr. Bora Maviş

# ÖZGEÇMİŞ

## KİMLİK BİLGİLERİ

Adı Soyadı : Nur Merve KAZAROĞLU SÖNMEZ  
Doğum yeri : Ankara  
Doğum tarihi : 10.04.1983  
Medeni hali : Evli  
Yazışma adresi : Bağlıca Mah. 1111. Sok. No:1 A Blok 4. Kat Daire:18  
Etimesgut/ANKARA  
Telefon : (+90) 532 688 2044  
Elektronik posta adresi : nur.merve.kazaroglu@gmail.com  
Yabancı dili : İngilizce  
Almanca (başlangıç)  
Hintçe (başlangıç)

## EĞİTİM DURUMU

Lisans : Başkent Üniversitesi, Biyomedikal Mühendisliği (2006)  
Yüksek Lisans : Başkent Üniversitesi, Biyomedikal Mühendisliği (2009)  
Doktora : Orta Doğu Teknik Üniversitesi, Mühendislik Bilimleri,  
Biyomekanik (2011-devam ediyor)  
: Hacettepe Üniversitesi, Biyomühendislik A.B.D. (2019)

## DENEYİM ALANLARI

Doku mühendisliği, biyomekanik, biyomalzemeler, elektroğirme.

## YAYINLAR

Tıgılı, R.S., Kazaroğlu, N.M., Maviş, B., Gümüşderelioğlu, M., “Cellular Behavior on Epidermal Growth Factor (EGF)-Immobilized PCL/Gelatin Nanofibrous Scaffolds”, Journal of Biomaterials Science, Polymer Ed., 2011; 22(1-3): 207-223.

Arslan, A., Şimşek, M., Dalkıranoğlu Aldemir, S.; Kazaroğlu, N.M., Gümüşderelioğlu, M., “Honey-based PET or PET/Chitosan Fibrous Wound Dressings: Effect of Honey on Electrospinning Process, 2014, Journal of Biomaterials Science, Polymer Ed., 2014; 25(10): 999-1012.

### **SUNUMLAR**

N. M. Kazaroğlu, R. S. Tigli, B. Mavis, M. Gümüşderelioğlu. EGF Immobilized PCL-gelatin Nanofibrous Membranes for Wound Dressings. 15<sup>th</sup> International Biomedical Science and Technology Symposium, KKTC, August 16-19 2009.

A. Arslan, M. Şimşek, S. Dalkıranoğlu Aldemir, N.M. Kazaroğlu, M. Gümüşderelioğlu. Honey Containing Electrospun PET Wound Dressings. Ege Meditex, 2<sup>nd</sup> International Congress on Healthcare and Medical Textiles, İzmir/Turkey, September 25-26 2014.

### **TEZLER**

Yara Örtüleri için Alternatif Doku İskeleleri: In Vitro Çalışmalar (2009).

### **BURSLAR**

2211-C Öncelikli Alanlara Yönelik Yurtiçi Doktora Bursu