

**ANTOSİYANİN KATKILI POLİKAPROLAKTON ESASLI  
NANOLİFLERİN ELEKTRO ÇEKİM YÖNTEMİ İLE  
ÜRETİMİ VE pH SENSÖRÜ OLARAK  
KULLANIMLARININ ARAŞTIRILMASI**

**Nihal GÜÇLÜ**



T.C.  
BURSA ULUDAĞ ÜNİVERSİTESİ  
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

**ANTOSİYANİN KATKILI POLİKAPROLAKTON ESASLI NANOLİFLERİN  
ELEKTRO ÇEKİM YÖNTEMİ İLE ÜRETİMİ VE pH SENSÖRÜ OLARAK  
KULLANIMLARININ ARAŞTIRILMASI**

Nihal GÜÇLÜ  
Orcid No: 0000-0003-3337-0588

Dr. Öğr. Üyesi Şebnem DÜZYER GEBİZLİ  
(Danışman)

YÜKSEK LİSANS TEZİ  
POLİMER MALZEMELER ANABİLİM DALI

BURSA – 2023  
**Her Hakkı Saklıdır**

## TEZ ONAY SAYFASI

Nihal Güçlü tarafından hazırlanan“ANTOSİYANİN KATKILI POLİKAPROLAKTON ESASLI NANOLİFLERİN ELEKTRO ÇEKİM YÖNTEMİ İLE ÜRETİMİ VE pH SENSÖRÜ OLARAK KULLANIMLARININ ARAŞTIRILMASI”adlı tez çalışması aşağıdaki jüri tarafından oy birliği ile Bursa Uludağ Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Polimer Malzemeler Anabilim Dalı’nda **YÜKSEK LİSANS TEZİ** olarak kabul edilmiştir.

**Danışman:** Dr. Öğr. Üyesi Şebnem DÜZYER GEBİZLİ

**İkinci Danışman:** Prof. Dr. Mehmet ORHAN

**Başkan :** Doç. Dr. Serpil KORAL KOÇ  
0000-0002-0739-8256  
Bursa Uludağ Üniversitesi,  
Fen Bilimleri Enstitüsü,  
Tekstil Mühendisliği Anabilim Dalı  
Polimer Malzemeler Anabilim Dalı

İmza

**Üye :** Dr. Öğr. Üyesi Yasin ALTIN  
0000-0002-8554-3025  
Bursa Teknik Üniversitesi,  
Mühendislik ve Doğa Bilimleri Fakültesi,  
Polimer Malzeme Mühendisliği Anabilim Dalı

İmza

**Üye :** Dr. Öğr. Üyesi Şebnem DÜZYER GEBİZLİ  
0000-0003-3737-5896  
Bursa Uludağ Üniversitesi,  
Fen Bilimleri Enstitüsü,  
Tekstil Mühendisliği Anabilim Dalı  
Polimer Malzemeler Anabilim Dalı

İmza

**Yukarıdaki sonucu onaylarım**  
**Prof. Dr. Hüseyin Aksel EREN**  
**Enstitü Müdürü**

.././.....

## BİLİMSEL ETİK BİLDİRİM SAYFASI

**B.U.Ü. Fen Bilimleri Enstitüsü, tez yazım kurallarına uygun olarak hazırladığım bu tez çalışmasında;**

- 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 tahrifat yapmadığımı,
- ve bu tezin herhangi bir bölümünü bu üniversite veya başka bir üniversitede başka bir tez çalışması olarak sunmadığımı

**beyan ederim.**

**04/01/2023**

**İmza**

**Nihal GÜÇLÜ**

**TEZ YAYINLANMA  
FİKRİ MÜLKİYET HAKLARI BEYANI**

Enstitü tarafından onaylanan lisansüstü tezin/raporun tamamını veya herhangi bir kısmını, basılı (kâğıt) ve elektronik formatta arşivleme ve aşağıda verilen koşullarla kullanıma açma izni Bursa Uludağ Üniversitesi'ne aittir. Bu izinle Üniversiteye verilen kullanım hakları dışındaki tüm fikri mülkiyet hakları ile tezin tamamının ya da bir bölümünün gelecekteki çalışmalarda (makale, kitap, lisans ve patent vb.) kullanım hakları tarafımıza ait olacaktır. Tezde yer alan telif hakkı bulunan ve sahiplerinden yazılı izin alınarak kullanılması zorunlu metinlerin yazılı izin alınarak kullandığını ve istenildiğinde suretlerini Üniversiteye teslim etmeyi taahhüt ederiz.

Yükseköğretim Kurulu tarafından yayınlanan “**Lisansüstü Tezlerin Elektronik Ortamda Toplanması, Düzenlenmesi ve Erişime Açılmasına İlişkin Yönerge**” kapsamında, yönerge tarafından belirtilen kısıtlamalar olmadığı takdirde tezin YÖK Ulusal Tez Merkezi / B.U.Ü. Kütüphanesi Açık Erişim Sistemi ve üye olunan diğer veri tabanlarının (Proquest veri tabanı gibi) erişimine açılması uygundur.

Dr. Öğr. Üyesi Şebnem DÜZYER GEBİZLİ

04.01.2023

Nihal GÜÇLÜ

04.01.2023

İmza

Bu bölüme kişinin kendi el yazısı ile okudum,  
anladım yazmalı ve imzalanmalıdır.

İmza

Bu bölüme kişinin kendi el yazısı ile okudum,  
anladım yazmalı ve imzalanmalıdır.

## ÖZET

Yüksek Lisans Tezi

### ANTOSİYANİN KATKILI POLİKAPROLAKTON ESASLI NANOLİFLERİN ELEKTRO ÇEKİM YÖNTEMİ İLE ÜRETİMİ VE pH SENSÖRÜ OLARAK KULLANIMLARININ ARAŞTIRILMASI

**Nihal GÜÇLÜ**

Bursa Uludağ Üniversitesi  
Fen Bilimleri Enstitüsü  
Polimer Malzemeler Anabilim Dalı

**Danışman:** Dr. Öğr. Üyesi Şebnem DÜZYER GEBİZLİ

Bu tez çalışmasının amacı, elektro çekim yöntemi ile halokromik boyar madde katkıli nanolifli yüzeylerin üretimi, karakterizasyonu ve pH sensörü olarak kullanılabilirliklerinin araştırılmasıdır. Halokromik boyar madde olarak, farklı pH koşullarında renk değişimi göstermesi ve doğal kaynaklı bir pigment olmasından dolayı antosiyanin (ACN) kullanılmıştır. Çalışmada, biyoyumlu ve biyobozunur yapısından dolayı çevreci bir polimer olan polikaprolakton (PCL) ve yüzeylerin ıslanabilirlik özelliklerine katkı sağlaması amacıyla polietilen glikol (PEG) polimeri seçilmiştir. Ön denemeler için ise kolay bulunabilir ve ucuz olmasından dolayı poliakrilonitril (PAN) polimeri kullanılmıştır.

Çalışmanın ilk adımında, ACN'nin lif yapısı içerisine katılabilirliği araştırılmıştır. Bu amaçla yapılan ön denemelerde, PAN çözeltisi içerisine ACN eklenerek, çözeltilerin viskozite ve pH değerleri belirlenmiştir. Daha sonra, PAN ve PAN/ACN çözeltilerinden nanolif üretimleri gerçekleştirilerek optik mikroskop ile lif yapıları incelenmiştir.

ACN'nin lif yapısına katılabilirliği tespit edildikten sonra, PCL/PEG çözeltileri içerisine farklı oranlarda ACN eklenmiş ve çözeltilerin viskozite ve pH değerleri ölçülmüştür. Sonrasında, katkısız ve ACN katkıli PCL/PEG çözeltilerinden elektro çekim yöntemi ile nanolif üretimleri gerçekleştirilmiştir. Üretilen nanolifli yüzeylerin karakterizasyonu SEM-EDS, FTIR ve DSC yöntemleri kullanılarak yapılmış ve temas açısı ölçümleri gerçekleştirilmiştir. Yüzeylerin farklı pH çözeltilerine karşı renk değişimleri, görsel ve spektrofotometrik analizler ile belirlenmiştir. ACN katkıli yüzeylerin farklı bakteri çözeltilerine karşı sergilediği renk değişimleri de araştırılmıştır.

**Anahtar Kelimeler:** Halokromik boyar madde, antosiyanin, nanolif, elektro çekim, polikaprolakton

**2022, viii + 59 sayfa**

## ABSTRACT

MSc Thesis

### FABRICATION OF ANTHOCYANIN LOADED POLYCAPROLACTONE BASED NANOFIBERS BY ELECTROSPINNING AND INVESTIGATION OF THEIR USAGE AS pH SENSORS

**Nihal GÜÇLÜ**

Bursa Uludağ University  
Graduate School of Natural and Applied Sciences  
Department of Polymer Materials

**Supervisor:** Assist. Prof. Dr. Şebnem DÜZYER GEBİZLİ

The aim of this thesis is to produce and characterize halochromic dye-added nanofiber mats by electrospinning and investigate their usage as pH sensors. Anthocyanin (ACN) was used as the halochromic dyestuff due to its color change under different pH conditions and is a naturally derived pigment. In the study, polycaprolactone (PCL) polymer was chosen as it is an environmentally friendly polymer due to its biocompatible and biodegradable structure, and polyethylene glycol (PEG) polymer was chosen to contribute to the wettability of the samples. For the preliminary studies, easily available and inexpensive polyacrylonitrile (PAN) was used as the polymer.

In the first step of the study, the incorporation of ACN into the fiber structure was investigated. Therefore, ACN was added into the PAN solution. The viscosity and pH values of the ACN added PAN solution were determined. Afterwards, PAN and PAN/ACN nanofibers were produced by electrospinning. The fiber structures were investigated by an optical microscope.

After determining the incorporation of ACN into the fiber structure, different ratios of ACN were added into the PCL/PEG solutions. The viscosity and pH values of the solutions were also measured. Afterwards, PCL/PEG and ACN added PCL/PEG nanofibers were produced by electrospinning. The samples were characterized by SEM-EDS, FTIR, DSC analysis and contact angle measurements. Color changes of the surfaces against different pH solutions were determined by visual and spectrophotometric analyses. The color changes of ACN added samples against different bacterial solutions were also investigated.

**Keywords:** Halochromic dyestuff, anthocyanin, nanofiber electrospinning, polycaprolactone

**2022, viii + 59 pages**

## TEŐEKKÜR

Yüksek lisans eğitimim boyunca her türlü desteęi saęlayan, tezin hazırlanmasında deęerli zamanını ayıran, bilgi birikiminden ve tecrübesinden yararlandığım danışman hocam Sayın Dr. Öğr. Üyesi Şebnem DÜZYER GEBİZLİ'ye ayrıca tezin hazırlanmasına ve laboratuvar çalışmalarına bilgi ve deneyimleri ile katkı saęlayan deęerli hocam Prof.Dr. Mehmet ORHAN'a teşekkürü bir borç bilirim.

Tez çalışmalarım esnasında bana yardımcı olan Bursa Uludaę Üniversitesi Tekstil Mühendislięi Bölümü'nde görev yapmakta olan Dr.Araş. Gör. Serkan TEZEL ve Dr. Mehmet TİRİTOĞLU'na teşekkür ederim.

Yüksek lisans süreci boyunca yanımda olan aileme teşekkür ederim.

Nihal GÜÇLÜ  
04/01/2023



## İÇİNDEKİLER

	<b>Sayfa</b>
ÖZET.....	i
ABSTRACT.....	ii
TEŞEKKÜR.....	iii
İÇİNDEKİLER.....	iv
SİMGELER ve KISALTMALAR DİZİNİ.....	vi
ŞEKİLLER DİZİNİ.....	vii
ÇİZELGELER DİZİNİ.....	viii
1. GİRİŞ.....	1
2. KURAMSAL TEMELLER VE KAYNAK ARAŞTIRMASI.....	3
2.1. Renk Tanımı.....	3
2.2. Renk Ölçüm Yöntemleri.....	3
2.2.1. Munsell renk sistemi.....	4
2.2.2. CMYK renk sistemi.....	5
2.2.3. RGB renk sistemi.....	5
2.2.4. CIE XYZ renk sistemi.....	6
2.2.5. Hunter lab renk sistemi.....	6
2.2.6. CIE L*C*h renk sistemi.....	7
2.2.7. CIE L*a*b* renk sistemi.....	8
2.3. Kromik Boyar Maddeler.....	9
2.3.1. Halokromik boyar maddeler.....	9
2.3.2. ACN.....	12
2.4. Nanolif Tanımı ve Özellikleri.....	13
2.5. Elektro Çekim Yöntemi ile Nanolif Üretimi.....	15
2.6. Halokromik Boyar Madde Katkılı Sensörlerde Kullanılan Polimerler.....	20
2.6.1. PAN.....	21
2.6.2. PCL.....	21
2.6.3. PEG.....	22
2.7. Halokromik Boyarmadde Katkılı Sensörler.....	23
2.8. Literatürde Yapılan ACN Katkılı Nanolifli Sensör Çalışmalarına Örnekler.....	24
3. MATERYAL VE YÖNTEM.....	29
3.1. Materyal.....	29
3.2. Yöntem.....	29
3.2.1. Elektro çekim çözeltilerinin hazırlanması.....	29
3.2.2. Elektro çekim yöntemi ile nanolifli yüzeylerin üretilmesi.....	30
3.2.3. Nanolifli yüzeylerin karakterizasyonu.....	31
3.2.4. Farklı pH değerlerine sahip çözeltilere karşı renk değişimlerinin ölçümü.....	32
3.2.5. Bakteri üremelerine karşı pH ve renk değişimlerinin ölçümü.....	32
4. BULGULAR VE TARTIŞMA.....	33

4.1. PAN ve PAN/ACN Nanoliflerin Karakterizasyonu.....	33
4.2. PCL/PEG ve PCL/PEG/ACN Katkılı Nanoliflerin Karakterizasyonu.....	34
4.2.1. Çözeltilerin viskozite ve pH değerlerinin analizi.....	34
4.2.2. Nanoliflerin yüzey analizi.....	34
4.2.3. Nanoliflerin elementel analizi.....	36
4.2.4. Nanoliflerin FTIR analizi.....	38
4.2.5. Nanoliflerin termal analizi.....	41
4.2.6. Nanoliflerin ıslanabilirlik analizi.....	42
4.2.7. Nanoliflerin farklı pH değerlerine sahip çözeltilere karşı renk değişimlerinin analizi.....	43
4.2.8. Nanoliflerin bakteri çözeltilerine karşı renk değişimlerinin analizi.....	47
5. SONUÇ.....	49
ÖZGEÇMİŞ.....	59

## SİMGELER ve KISALTMALAR DİZİNİ

<b>Simgeler</b>	<b>Açıklama</b>
a	Kırmızı ya da yeşil renk eksenini
b	Sarı ya da mavi renk eksenini
cm	Santimetre
cP	SentiPoise
dk	Dakika
h	Renk Doygunluğu
kDa	Kilo Dalton
kob	Koloni oluşturan birim
L	Parlaklık
ml	Mililitre
nm	Nanometre
rpm	Dönüş/devir sayısı
sa	Saat
X	Kırmızı renk
Y	Yeşil renk
Z	Mavi renk
$\Delta a^*$	$a^*$ değerleri arasındaki fark
$\Delta b^*$	$b^*$ değerleri arasındaki fark
$\Delta L^*$	$L^*$ değerleri arasındaki fark
$\Delta E$	Toplam renk farkı
$\mu m$	Mikrometre
$^{\circ}C$	Celcius derece
%	Yüzde
<b>Kısaltmalar</b>	<b>Açıklama</b>
ASTM	Amerikan Test ve Malzeme Kurumu
ACN	Antosiyanin
ATCC	Amerikan Tıp Kültür Koleksiyonu
BUÜ	Bursa Uludağ Üniversitesi
BTÜ	Bursa Teknik Üniversitesi
CIE	Uluslararası Aydınlatma Komisyonu
CHL	Kloroform
DCM	Diklormetan
DSC	Diferansiyel taramalı kalorimetri cihazı
DMF	Dimetilformamid
EDS	Elektron dispers fotometri
FTIR	Fourier dönüşümlü kızılötesi spektroskopisi
FTM	Sıvı tiyoglikolat besiyeri
MeOH	Metil alkol
PAN	Poliakrilonitril
PEG	Polietilen glikol
PEO	Polietilen oksit
PCL	Polikaprolakton
SEM	Taramalı elektron mikroskopu
TMBL	Tekstil Mühendisliği Bölümü Laboratuvarı

## ŞEKİLLER DİZİNİ

		Sayfa
Şekil 2.1.	Bir cisme gelen ışının davranışı (Keskin ve diğerleri, 2017)...	3
Şekil 2.2.	Munsel renk sistemi (Keskin ve diğerleri, 2017) .....	4
Şekil 2.3.	RGB ve CMYK modelleri birincil ve ikincil renkleri (Polat, 2012) .....	5
Şekil 2.4.	XYZ renk uzayı rgb renk küpü (Polat, 2012) .....	6
Şekil 2.5.	Hunter Lab. renk sistemi (Keskin ve diğerleri, 2017) .....	7
Şekil 2.6.	CIE renk sistemi (Keskin ve diğerleri, 2017) .....	7
Şekil 2.7.	CIELab renk uzayı (Polat, 2012) .....	8
Şekil 2.8.	Fenolftaleyn renk değişimi (a) renksiz, (b) pembe (Bamfield ve Hutchings, 2010) .....	10
Şekil 2.9.	Aminoazo boyaların protonlanmasında tautomerik ve spektral değişimler (Bamfield ve Hutchings, 2010) .....	11
Şekil 2.10.	Antosiyanin molekülünün genel yapısı (Keleş, 2015) .....	12
Şekil 2.11.	Lif çaplarının sınıflandırılması (Ahn et ve diğerleri, 2006) ....	13
Şekil 2.12.	Nanoliflerin kullanım alanları.....	14
Şekil 2.13.	Elektro çekim düzeneğinin bileşenleri (Schoeller ve diğerleri, 2022) .....	16
Şekil 2.14.	Viskozite artışı ile lif yapısındaki değişim (Haider ve Kang, 2018) .....	17
Şekil 2.15.	SEM görüntüleri farklı molekül ağırlıklı polimer a) 9.000-10.999 g/mol, b) 13.000-23.000 g/mol, c) 31.000-50.000 g/mol (çözelti konsantrasyonu kütlece %25) (Koski ve diğerleri, 2004).....	18
Şekil 2.16.	Elektriksel voltaj değişimi ile Taylor konisinde oluşan şekil değişimi (Haider ve Kang, 2018) .....	19
Şekil 2.17.	SEM görüntüleri farklı akış hızlarında (a) 0,1 ml/sa, (b) 0,5 ml/sa, (c) 1 ml/sa, (d) 1,5 ml/sa (Zargham ve diğerleri, 2012)	19
Şekil 3.1.	Çalışmada kullanılan elektro çekim düzeneği.....	30
Şekil 4.1.	(a) PAN, (b) PAN/ACN (%3) nanoliflerin optik mikroskop görüntüleri.....	33
Şekil 4.2.	(a) PCL/PEG, (b) PCL/PEG/ACN (%1), (c) PCL/PEG/ACN (%2), (d) PCL/PEG/ACN (%3) ve (e) PCL/PEG/ACN (%5) SEM görüntüleri.....	35
Şekil 4.3.	(a) PCL/PEG ve (b) PCL/PEG/ACN (%5) EDS spektrumları	37
Şekil 4.4.	(a) PCL, (b) PEG ve (c) PCL/PEG FTIR spektrumları.....	38
Şekil 4.5.	(a)ACN, (b) PCL/PEG, (c) PCL/PEG/ACN(%1), (d) PCL/PEG/ACN(%2), (e) PCL/PEG/ACN(%3) ve (f) PCL/PEG/ACN (%5) FTIR spektrumları.....	40
Şekil 4.6.	(a) PCL/PEG ve (b) PCL/PEG/ACN DSC grafikleri.....	42
Şekil 4.7.	PCL/PEG ve PCL/PEG/ACN nanolifli yüzeylerin temas açıları.....	43
Şekil 4.8.	Farklı pH değerlerine sahip çözeltilere karşı nanolifli yüzeylerin renk değerleri.....	46
Şekil 4.9.	Bakteri üremelerine bağlı olarak çözelti pH değişimleri.....	47

## ÇİZELGELER DİZİNİ

	<b>Sayfa</b>
Çizelge 2.1. Şekilde görülen A, B, C ve D yapılarının R ve R <sup>1</sup> grupları.....	11
Çizelge 2.2. Antosiyanin yan gruplarına karşılık gelen antosiyanin türleri.....	13
Çizelge 2.3. Elektro çekim yöntemine etki eden parametreler.....	17
Çizelge 3.1. Hazırlanan polimer/çözücü sistemleri.....	30
Çizelge 3.2. Hazırlanan çözeltilerin elektro çekim parametreleri.....	31
Çizelge 4.1. Çözeltilerin viskozite ve pH değerleri.....	33
Çizelge 4.2. Çözeltilerin viskozite ve pH değerleri.....	34
Çizelge 4.3. Nanolifli yüzeylerin ortalama lif çapı değerleri.....	36
Çizelge 4.4. Nanolifli yüzeylerin elementel analiz sonuçları.....	37
Çizelge 4.5. PCL ve PEG FTIR spektrumları.....	39
Çizelge 4.6. ACN FTIR spektrumu.....	40
Çizelge 4.7. Farklı pH değerlerine sahip çözeltilere karşı nanolifli yüzeylerin renk değişimleri.....	45
Çizelge 4.8. Bakteri üremelerine bağlı olarak nanolifli yüzeylerin renk değişimleri.....	48

## 1. GİRİŞ

Özellikle sensör alanında birçok araştırmacının ilgisini çeken kromik malzemeler ışık, ısı ve pH gibi dışarıdan uyarıcı bir etki karşısında renk değişimi sergileyebilmektedirler. Kromik boyar madde katkılı lif ve kumaş malzemeleri lif/tekstil endüstrisinde büyük ilgi görmüştür. Halokromik yani pH'a duyarlı kumaşlar yara örtüsü, koruyucu giysi, filtrasyon gibi birçok uygulama alanı bulan pH değişikliğine bağlı olarak renk değiştirebilen malzemelerdir.

Antosiyaninler (ACN), halokromik boyar maddeler gibi ortam pH'ındaki değişimler sonucu bir renkten diğer bir renge dönüşüm sağlayabilen doğal kaynaklı pigmentlerdir. Bu pigment meyvelere, sebzelere ve çiçeklere kırmızı, mavi ve mor rengi vermektedir. Ayrıca ACN'ler doğal kaynaklı oldukları için halokromik boyar maddeler gibi toksik veya sağlığa zararlı değildirler.

Nanolifler; düşük lif çapları, küçük gözenek boyutları ve yüksek gözeneklilikleri, yüksek yüzey/hacim oranı gibi benzersiz özelliklerinden dolayı sensör uygulamalarında dikkat çekmektedirler. Nanoliflerin üretiminde en çok karşımıza çıkan yöntem elektro çekim yöntemidir. Bu yöntem ile farklı birçok polimer nano mertebelerde lif halinde üretilebilmektedir. Ayrıca kromik boyar maddeler, elektro çekim öncesinde polimer çözeltisine etkili bir şekilde eklenebilmektedir.

Polikaprolakton (PCL) polimeri, alifatik bir polyester olup tekrar eden hem biyolojik olarak uyumlu hem de biyolojik olarak parçalanabilen hekzanoat ( $O-(CH_2)_5-CO-$ ) birimlerinden oluşan termoplastik bir polimerdir (Labet ve Thielemans, 2009; Wang ve diğerleri, 2013). Günümüzde giderek kullanım alanlarının genişlemesi ve popülerliğini arttırması nedeniyle en umut verici 'yeşil' çevre dostu malzeme olarak kabul edilmiştir (Mohamed ve Yusoh, 2015).

PEG olarak da adlandırılan polietilen glikol polimeri; deterjanlar, kozmetikler, kâğıt kaplama, poliüretanlar, tekstil, inşaat kimyası ve çok çeşitli farmasötik uygulamalar da dâhil olmak üzere pek çok farklı alanda kullanılmaktadır. PEG diğer sentetik polimerler ile kıyaslandığında hem suda hem de çeşitli organik çözücülerde çözünmektedir. PEG büyük ölçüde biyouyumludur, toksik değildir ve neredeyse hiç immünojenisite

göstermez ve çürüme önleyici davranış sergiler (Thomas ve diğerleri, 2014). Literatürde PEG gibi hidrofililik yapıda olan birçok polimer kromik boyar madde katkıli sensörlerin özelliklerine katkı sağlamak amacıyla yardımcı polimer olarak kullanılmıştır.

Bu tez çalışmasının amacı, ACN katkıli nanolifli yüzeylerin üretimi ve karakterizasyonudur. Bu amaçla yapılan ön denemelerde, ucuz ve kolay bulunabilir olan poliakrilonitril (PAN) polimeri kullanılarak hazırlanan çözeltisi içerisine ACN eklenmiş ve bu çözeltilerinden nanolif üretimleri yapılmıştır. ACN katkıli nanoliflerin üretilebilirliği tespit edildikten sonra, PCL/PEG/ACN nanolifler üretilmiştir. Elde edilen PCL/PEG/ACN katkıli nanolifli yüzeyler farklı pH çözeltileri ile test edilerek renk değişimleri incelenmiştir. Ayrıca ACN katkıli nanoliflerin farklı bakteriyel ortamlardaki pH değişikliklerine karşı gösterdikleri renk değişimleri de gözlenmiştir. Tüm nanolifli yapıların karakterizasyon işlemleri gerçekleştirilmiştir.

Tezin Kuramsal Temeller ve Kaynak Araştırması bölümünde; ACN katkıları ile renk ölçüm sistemleri, nanoliflerin tanımı ve elektro çekim yöntemi ile nanolif üretiminden bahsedilmiştir. Çalışmanın Materyal ve Yöntem bölümünde; kullanılan malzemeler, cihazlar ve metotlar belirtilmiştir. Tezin son bölümünde ise gerçekleştirilen deneylerin sonuçları verilmiş ve yorumlanmıştır.

## 2. KURAMSAL TEMELLER VE KAYNAK ARAŞTIRMASI

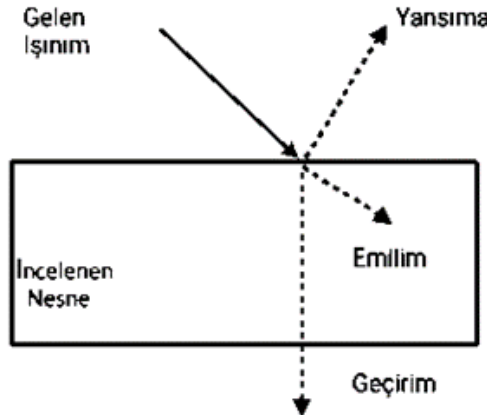
### 2.1. Renk Tanımı

Doğa, yüzyıllardır nispeten kısa ömürlü ve pek anlaşılmayan bir dizi renkli görüntü sergiler. Günümüzde herhangi bir rengin oluşumunu, güneş ışınlarının kırınım ve yansıma etkileri, çeşitli atmosferik iyonlaşma fenomenleri ve biyokimyasal reaksiyonlardan kaynaklanan etkiler ile açıklayabiliriz (Dawson, 2010).

Genel olarak renk, ışığın gözün retinasına değişik biçimde ulaşması ile ortaya çıkan bir algılama olarak tanımlanmaktadır (<https://tr.wikipedia.org/wiki/Renk>).

### 2.2. Renk Ölçüm Yöntemleri

Renk ölçümünde renk değeri, cisimden yansıyan veya geçen ışınım miktarına göre belirlenir (Şekil 2.1). Renk ölçümü, kromametreler veya spektrofotometreler ile ölçülebilir. Kromametreler, yansıyan ışığa göre renk ölçümü yaparlar. Spektrofotometreler ise genel olarak belli bir dalga boyunda emilen veya geçen ışının miktarına göre numune renginin veya numune çözeltisi içindeki madde miktarının belirlenmesinde kullanılan cihazlardır (Keskin ve diğerleri, 2017).



**Şekil 2.1.** Bir cisme gelen ışının davranışı (Keskin ve diğerleri, 2017)

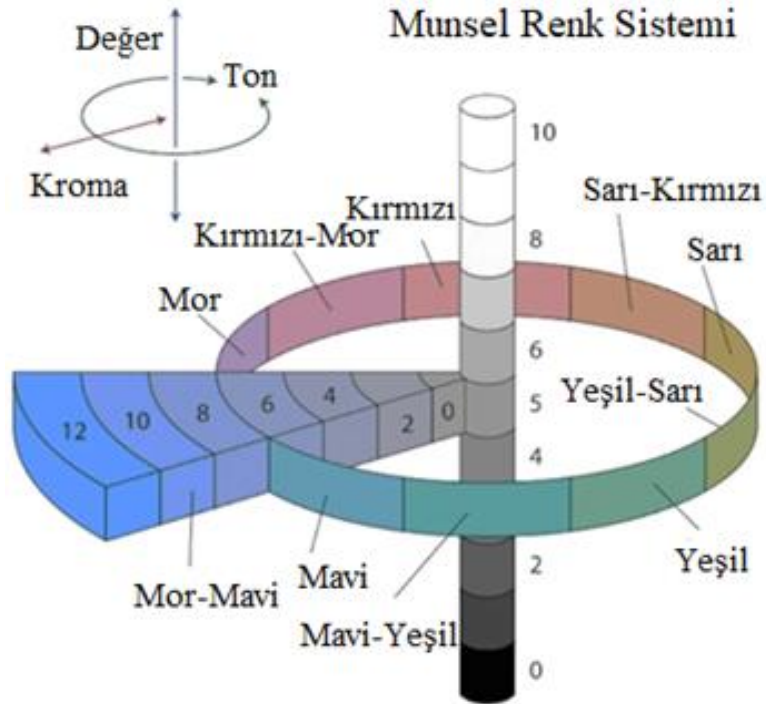
Renk değerinin sayılarla belirtilmesi değerin hassas, doğru, tekrarlanabilir ve nesnel olabilmesi için önem arz etmektedir. Renk değerlerini tanımlamak için farklı renk uzay veya renk tanımlama modelleri mevcuttur (Keskin ve diğerleri, 2017). Bu sistemlerin arasında en yaygın olarak kullanılanları Munsell, CMYK, RGB, CIE XYZ, Hunter Lab, CIE L\*C\*h ve CIE Lab (L\*a\*b\*) sistemleridir.



### 2.2.1. Munsell renk sistemi

1905 yılında Albert Henry Munsel tarafından geliştirilen Munsel Sistemi, en iyi bilinen ve en yaygın olarak kullanılan görsel renk sistemidir (Kocatepe ve Çorapçı, 2019). Munsel sisteminde renk ve aydınlık değerlerini gösteren çeşitli diskler kullanılmaktadır. Ölçüm esnasında iki renk diski ve bir veya iki aydınlık disk birlikte kullanılır (Şekil 2.2). Bu disk sistemi birbirleriyle belirli oranlarda çakıştırılır ve disklerin dönmesiyle oluşan renk incelenir (Üren, 1999). Bu renk sisteminde kırmızı, sarı, yeşil, mavi ve mor renkleri ana renkleri gösterirken yeşil-sarı, sarı-kırmızı, kırmızı-mor, mor-mavi ve mavi-yeşil ara renk tonlarını (hue) belirtir (Kocatepe ve Çorapçı, 2019).

Bu sistemde 0 (mutlak siyah) ile 10 (mutlak beyaz) arasındaki değerleri gösterir. Rengin doygunluğu, saflığı (chroma) aynı renk aydınlığını ve griden farkını gösterir. 0 (nötr gri) noktasından başlayan ve 16'ya doğru uzanarak artan sayılarla gösterilir. Pembeden kırmızıya doğru değişim ise kromadaki artışı gösterir (Kocatepe ve Çorapçı, 2019).



Şekil 2.2. Munsell renk sistemi (Keskin ve diğerleri, 2017)

Bu sistemde 8G 3/7'nin anlamı; 8 rengin mavimsi yeşil olduğunu, 3 aydınlık değerinin düşük olduğunu 7 ise rengin kuvvetinin yani kromanın şiddetli olduğunu gösterir (Üren, 1999).

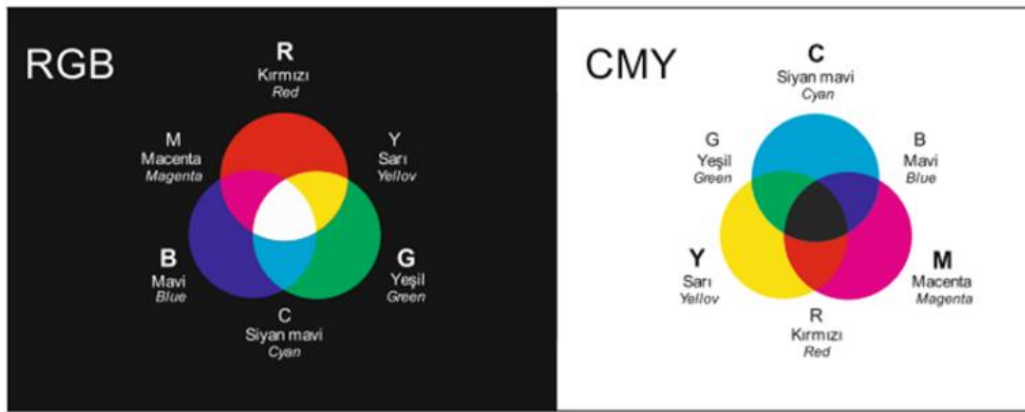
### 2.2.2. CMYK renk sistemi

Özellikle renkli yazıcılar ve matbaalar için kullanılan dört renk esaslı bir renk sistemi olan CMYK renk sistemi 1906 yılında Eagle Printing Ink firması tarafından geliştirilmiştir (Keskin ve diğerleri, 2017).

CMYK adı Cyan (C, Siyan), Magenta (M, Macenta), Yellow (Y, Sarı) ve Key (K, Siyah) renklerinin baş harfleri ile oluşturulmuştur (Şekil 2.3). Renkli yazıcılarda bu renk sistemi kullanılır ve 4 adet toner vardır. Diğer renkler bu renklerin belirli oranlarda karıştırılması ile oluşturulur. Burada üç ana renk olan (CMY) birleşimi ile tam doygun siyah üretilmediği için siyah renk kullanılır ve “Key” kelimesinin ilk harfi (K) ile ifade edilir (Şekil 2.3) (Keskin ve diğerleri, 2017).

### 2.2.3. RGB renk sistemi

RGB renk modeli, Red (R, Kırmızı), Green (G, Yeşil) ve Blue (B, Mavi) renklerinin baş harfleri ile oluşturulmuştur (Şekil 2.3). Bu renk sisteminde tüm renkler bu üç ana renk olan kırmızı, yeşil ve mavi rengin farklı kombinasyonları sonucu oluşmaktadır. Bu üç rengin birleşiminden de beyaz renk oluşur. Bu renk sistemi bilgisayarlar, TV ekranı, tarayıcı, dijital fotoğraf makineleri, internet sayfaları gibi ekipmanlarda kullanılmaktadır. Fakat yine de RGB renk sistemi gerçek dünya renklerini simüle etme konusunda etkili bir model değildir (Polat, 2012; Keskin ve diğerleri, 2017).

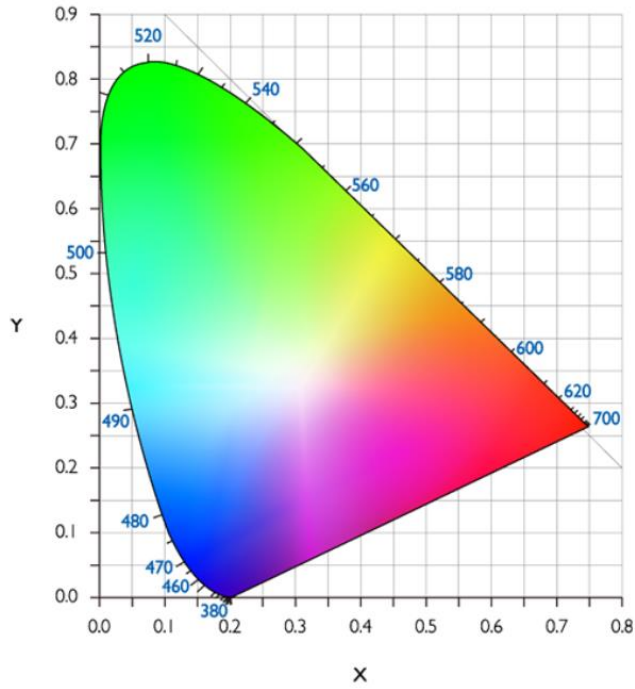


Şekil 2.3. RGB ve CMYK modelleri birincil ve ikincil renkleri (Polat, 2012)

#### 2.2.4. CIE XYZ renk sistemi

1931 yılında Uluslararası Aydınlatma Komisyonu (Commission International de l'Eclairage, CIE) tarafından tüm üç uyarıcı (tri-stimulus) değerlerinin x, y koordinat sisteminde pozitif değerlerle gösterilebileceği standart bir sistem oluşturmak için çalışmalar gerçekleştirilmiştir (Şekil 2.4). Günümüzde görsel renk eşleme CIE kromatik diyagram olarak bilinen at nalı eğrisinin oluşmasını sağlamıştır. Böylece, sayısal renk ölçümlerinin de temelini oluşturmuştur (Polat, 2012).

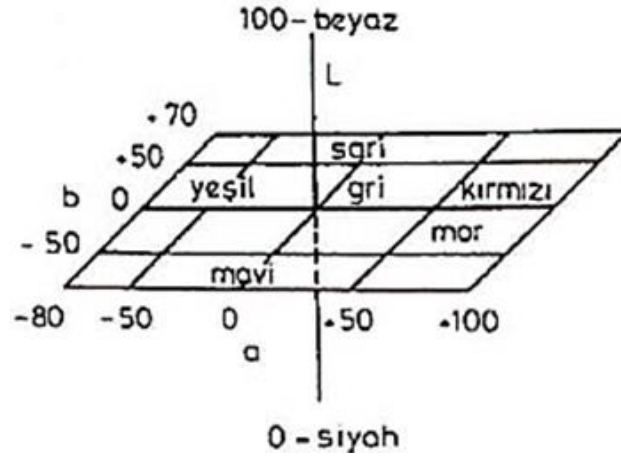
Bu sistemde kırmızı (X), yeşil (Y) ve mavi (Z) rengi temsil eder ve diğer renkler bu üç rengin farklı oranlarda karışımından elde edilir (Kurt ve diğerleri, 2016).



Şekil 2.4. XYZ renk uzayı rgb renk küpü (Polat, 2012)

#### 2.2.5. Hunter lab renk sistemi

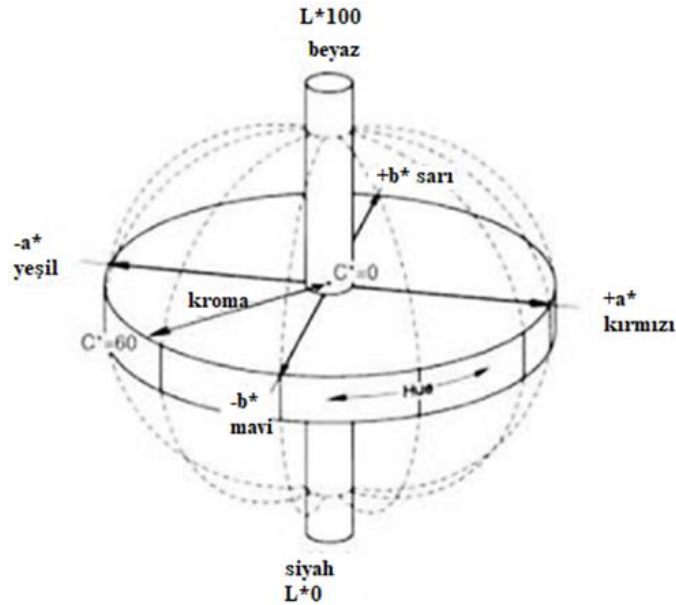
Hunter renk sistemi, 1966 yılında Hunter Associates Lab. Inc. firması tarafından geliştirilmiştir ve CIE L\*a\*b\* renk sistemine benzemektedir. Burada renkler L, a ve b değerleri ile gösterilir. L parlaklığı, a (+) kırmızı ya da a (-) yeşil koordinatı; b (+) sarı ya da b (-) mavi koordinatı temsil etmektedir. Her üç değer de 0 ile 100 arasında değişkenlik göstermektedir (Şekil 2.5) (Keskin ve diğerleri, 2017; Kocatepe ve Çorapçı, 2019).



Şekil 2.5. Hunter Lab. renk sistemi (Keskin ve diğerleri, 2017)

### 2.2.6. CIE L\*C\*h renk sistemi

CIE L\*C\*h renk sistemi, CIE L\*a\*b\* renk modeline benzemektedir ve silindirik bir koordinat sistemine sahiptir. Burada L\* değeri, parlaklığı ifade eder (L\*:0 siyah ve L\*:100 beyaz). C\* değeri ise; renk (Chroma) değeri olup, silindirin merkezinden dışa doğru artan değere (0...60) sahiptir. h değeri (açı) ise renk canlılığını ifade eder ve birimi derece (°) olup +a\* ile başlar. Açık ve renk ilişkisi şöyledir: 0°: +a\* (kırmızı), 90°: +b\* (sarı), 180°: -a\* (yeşil), 270°: -b\* (mavi) (Şekil 2.6) (Keskin ve diğerleri, 2017; Kocatepe ve Çorapçı, 2019).



Şekil 2.6. CIE renk sistemi (Keskin ve diğerleri, 2017)

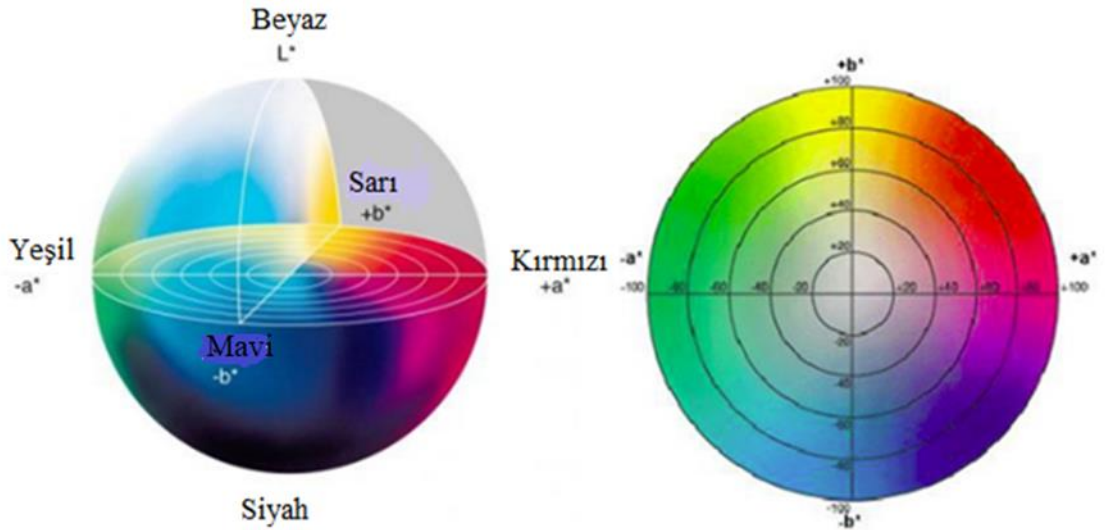
### 2.2.7. CIE L\*a\*b\* renk sistemi

CIE L\*a\*b\* Renk Sistemi, 1931 yılında CIE tarafından geliştirilmiştir. CIE L \* a \* b \* (CIELab) renk modeli ile renk dağılımı daha düzgün ve hassas bir sıralama ile yapılabilmekte ve yaygın insan gözünün algılayabileceği tüm renkleri tanımlamak için kullanılmaktadır (Polat, 2012; Keskin ve diğerleri, 2017).

Bu renk sisteminde rengin parlaklığını (L\*, L\*:0 siyah ve L\*:100 beyaz değerleri gösterir), macenta ve yeşil arasındaki konumunu (a \*,(-a) yeşili işaret derken (+a) kırmızı rengi işaret eder), sarı ve mavi arasındaki konumunu (b \*, (-b) maviyi ve (+b) sarı rengi işaret eder) gösterir. Bu renk sisteminde iki nesnenin renk farkını tek bir değerle ifade etmek için aşağıdaki eşitlik kullanılır (Şekil 2.7).

$$\Delta E = [(\Delta L^*)^2 + (\Delta a^*)^2 + (\Delta b^*)^2]^{1/2} \quad (1)$$

Bu eşitlikte;  $\Delta L^*$ : İki nesnenin L\* değerleri arasındaki farkı,  $\Delta a^*$ : İki nesnenin a\* değerleri arasındaki farkı ve  $\Delta b^*$ : İki nesnenin b\* değerleri arasındaki farkı gösterir (Keskin ve diğerleri, 2017).



Şekil 2.7. CIELab renk uzayı (Polat, 2012)

### 2.3. Kromik Boyar Maddeler

Kromik veya bukalemun olarak adlandırılan ve bir dış uyaran tarafından renk değişikliği gösterebilen malzemeler son on yılda artan bir ilgi görmüştür (Van der Schueren ve de Clerck, 2012). Bu etkiyi sağlayan kromik boyar maddeler, dış uyaranlar tarafından uyarılarak renk değişimi yapan, yayan veya silen renklendiriciler olarak karşımıza çıkmaktadırlar (Chowdhury ve diğerleri, 2014). Farklı tip dış uyaranlar farklı kromizm çeşitleri oluşturmaktadır. Farklı kromizm çeşitleri, şu şekilde sıralanabilir:

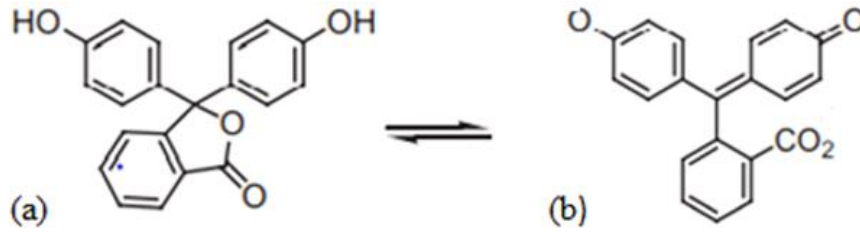
- Fotokromizm: Güneş ışınlar veya UV ışınlarından kaynaklanır.
- Termokromizm: Sıcaklık değişikliklerinden kaynaklanır.
- Solvatokromizm: Çözücüleri polaritesinden kaynaklanır.
- Higzokromizm: Nemden kaynaklanır.
- İonakromizm: İyonlardan kaynaklanır.
- Halokromizm: pH değişiminden kaynaklanır.
- Asidikkromizm: Asitlerden kaynaklanır.
- Kimyasalkromizm: Tehlikeli gazlar ve zararlı kimyasalları gibi belirli kimyasal ajanların varlığından kaynaklanır.
- Elektrokromizm: Elektriksel alandan kaynaklanır.
- Piezokromizm: Basınçtan kaynaklanır.
- Mekanikkromizm: Maddelerin deformasyonundan kaynaklanır.

#### 2.3.1. Halokromik boyar maddeler

Halokromik boyar maddeler (de)protonasyon üzerine absorpsiyon zirve noktasında batokromik veya hipsokromik bir kayma göstererek sırasıyla pozitif ve negatif halokromik boyar maddeler olarak sınıflandırılırlar ve bir renkten diğer bir renge değişim gösterirler. Halokromik boyar maddelerin ana sınıfları ftalitler, triarilmetanlar, floranlar ve azo grubu boyar maddelerden oluşur. Renk değişikliklerinin temelinde, farklı bir elektron konfigürasyonuna ve dolayısıyla farklı bir renge neden olan boyar madde molekülünün protonasyonu veya protosuzlaşması neden olmaktadır. Halokromik boyar maddelerin açıkça görülebilen renk değişimi, çoğunlukla (de)protonasyon üzerine boyar madde molekülünün bir halka açılmasına veya

tautomerlerin farklı renklerine ve tentür kuvvetlerine sahip olduğu için bir tautomerizme dayanır (Van der Schueren ve de Clerck, 2012).

**Ftaleinler:** Ftalid yapısına sahip pH indikatör boyar maddeler, genel yapıları lakton formunda gösterilen ftalinler ve sülfotaleinler olmak üzere iki türe ayrılır. Bu boyar maddeler içinde en dikkat çeken ftalin içerikli bileşiklerdir. Örneğin renksiz bir bileşik olan fenolftalein, pH'daki bir değişiklik ile renkli bir bileşiğe dönüşen özel bir sınıf içinde yer alır (Şekil 2.8) (Van der Schueren ve de Clerck, 2012).



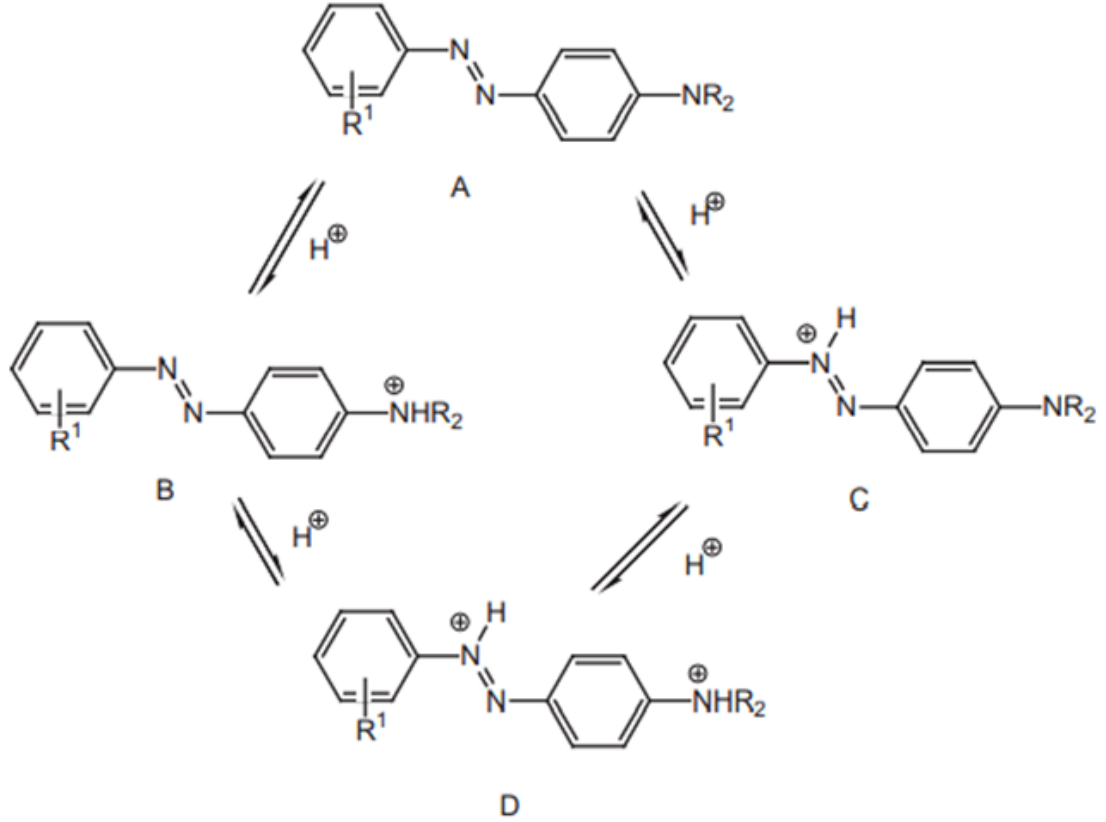
**Şekil 2.8.** Fenolftaleyn renk değişimi (a) renksiz, (b) pembe (Bamfield ve Hutchings, 2010)

**Triarilmetanlar:** Bilinen en eski organik boyar madde gruplarından arilkarbenyum boyaları olarak da bilinen löko di- ve triarilmetanlardır. Bunlar hidroksit verme, kimyasal veya fotooksidasyon veya bazı durumlarda asitlerle renkli yapılara dönüşürler (Bamfield ve Hutchings, 2010).

**Fluoranlar:** Fluoran, spiro(izobenzofuran-1,90-ksanten)-3-bir sınıf bileşikler için yaygın olarak kullanılan bir isimdir. Renk oluşturma reaksiyonu, lakton halkasının asitle halka açılması ile gerçekleşir. Sisteme bir baz eklenerek rengin tekrar eski haline dönmesi sağlanır. Floranların en büyük avantajı, tek bileşenli siyah dahil olmak üzere çok çeşitli renkler sağlayabilmeleridir. Ftalidler ve triarilmetanlar ise siyah rengi oluşturmaları için mavi ve turuncu karışımları içermeleri gerekir (Bamfield ve Hutchings, 2010).

**Azo Boyaları:** 4-pozisyonunda amino grupları olan azo boyaları, amonyum (B) ve/veya azonyum (C) tautomerlerini vermek üzere mono-protonasyona tabi tutulur. Ardından (D)'yi vermek üzere daha fazla protonasyon yapılır. Amonyum izomerinin renk değişimi, hipsokromiktir ve daha zayıftır (hatta renksizdir). Azonyum izomeri ise güçlü

bir şekilde batokromiktir ve daha yoğundur. De-protonlu ürün (D), ana boyar madde ile hemen hemen aynı renktedir (Şekil 2.9 ve Çizelge 2.1.) (Bamfield ve Hutchings, 2010).



**Şekil 2.9.** Aminoazo boyaların protonlanmasında tautomerik ve spektral değişimler (Bamfield ve Hutchings, 2010)

**Çizelge 2.1.** Şekilde görülen A, B, C ve D yapılarının R ve R<sup>1</sup> grupları

Yapı	R	R <sup>1</sup>	$\lambda_{\max}$ (nm)	$\epsilon_{\max}$
A	Me	H	402	44.000
B	Me	H	320	34.000
C	Me	H	520	79.000
D	Me	H	410	45.000
A	Et	4-NO <sub>2</sub>	480	30.400
B	Et	4-NO <sub>2</sub>	326	16.000

Me: Metilen, Et: Etilen, H: Hidrojen, NO<sub>2</sub> Azot dioksit



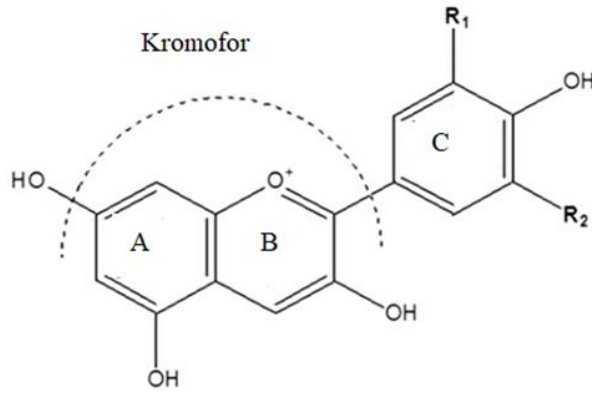
### 2.3.2. ACN

Halokromik boyar maddeler, genel olarak sentetik olarak elde edilmektedir ve sentetik boyar maddelerin çoğu toksik ve hatta bazı boyalar kanserojen olduğu için yaşam ve çevre açısından önemli bir sorun oluşturmaktadır. Bu nedenle toksik boyar maddelerin yerine toksik olmayan ve yenilenebilir doğal pigmentlerin kullanılması önem arz etmektedir. Bu amaç doğrultusunda ACN gibi doğal pigmentler pH indikatör boyar maddeleri olarak kullanılmakta ve yaklaşık olarak 1664 yılından itibaren ACN'lerin pH indikatörü olduğu bilinmektedir (Roy ve Rhim, 2021; Keleş, 2015).

ACN pigmentleri birçok meyve, sebze ve tahıl tanelerinde kırmızıdan mora ve maviye uzanan renk çeşitliliğini sağlayan renk pigmentleridir. Bu canlı renkler, bitkilerde tozlaşma ve cezbedici olarak hizmet ederler ve aynı zamanda bitkileri UV ışınlarından korurlar ve antiviral/antimikrobiyal etkiler sergilerler (Wrolstad, 2004).

ACN'ler doğal kökenlerinin yanı sıra elde edilmelerinin kolay olması, doğada yaygın olarak bulunmaları ve ucuz olmaları nedeniyle birçok avantaja sahiptirler ve bu da onları sentetik boyar maddelere karşı iyi bir alternatif yapar (Becerril ve diğerleri, 2021).

ACN'lerin kimyasal yapısı, flavinyum (2-fenil benzo pirilyum) tuzlarının glikozitlerine dayanır. Hidroksil gruplarının sayısından, hidroksil gruplarının metilasyon derecesinden ve moleküle bağlı şeker parçalarının yapısından ve sayısından dolayı çok fazla ACN çeşidi vardır (Şekil 2.10 ve Çizelge 2.2.) (Roy ve Rhim, 2021).



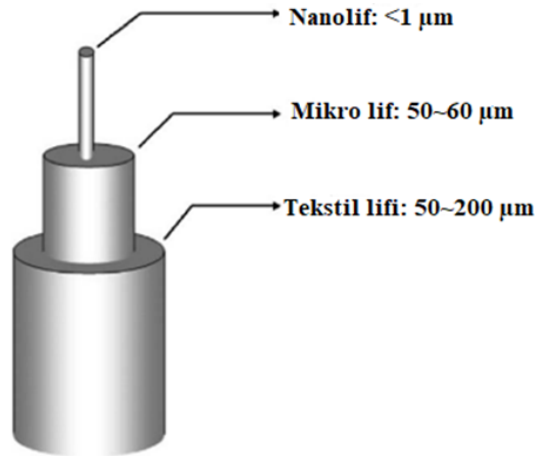
**Şekil 2.10.** Antosiyanin molekülünün genel yapısı (Keleş, 2015)

**Çizelge 2.2.** Antosiyanin yan gruplarına karşılık gelen antosiyanin türleri

Antosiyanidin	R <sub>1</sub>	R <sub>2</sub>
Pelargonidin	H	H
Siyanidin	OH	H
Peonidin	OMe	H
Delfinidin	OH	OH
Petunidin	OMe	OH
Malvidin	OMe	OMe

#### 2.4. Nanolif Tanımı ve Özellikleri

Tekstil endüstrisinde lifler belirli uzunluk, incelik ve mukavemeti olan, sarılmaya, eğilmeye ve bükülmeye uygun yapılar olarak tanımlanmaktadır. Tekstil liflerine genel olarak bakıldığında lif veya filament çapının 10 mikron ( $\mu\text{m}$ )’dan ince olanları çok çabuk kopabildiği için iplik yapımına uygun değildir ve 50 mikron ( $\mu\text{m}$ )’dan kalın olanları ise çok kaba iplikler meydana getirmektedirler (Şekil 2.11). (<https://tekstilbilgi.net/tekstil-lifinin-tanimi-ve-yapisi.html>).

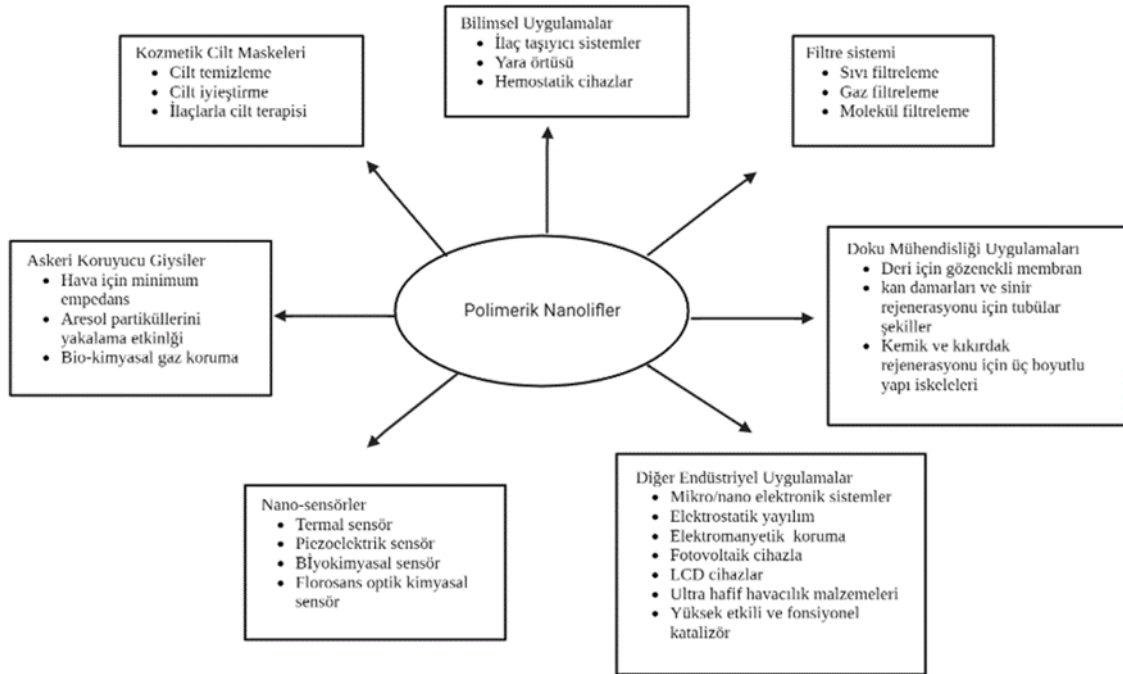


**Şekil 2.11.** Lif çaplarının sınıflandırılması (Ahn et ve diğerleri, 2006)

Genel olarak polimerik nanolifler ise 5 nm ile 500 nm arasında çap dağılımına sahip 1 boyutlu yapılardır (Kim ve Kim, 2011). Nanolifler, ticari tekstillere kıyasla geniş bir spesifik yüzey alanına ve küçük gözenek boyutlarına sahiptir (Ahn ve diğerleri, 2006) Yüksek gerilme mukavemeti, birim kütle başına geniş yüzey alanları ve küçük gözenek

boyutları ile dikkat çeken ultra ince bir yapıya sahiptirler (Frenot ve Chronakis, 2003; Thenmozhi ve diğerleri, 2017). Nanoliflerde bulunan bu gözenekli yapılar arasında dikkate değer bir bağlantı vardır ve bu özellik son derece gelişmiş gözenekli ağlar oluşmasına olanak vermektedir (Lim, 2017).

Nanolifler, sahip oldukları bu benzersiz özelliklerinden dolayı birçok farklı alanda ve uygulamada yer almaktadır (Şekil 2.12). Örneğin yüksek yüzey alanları, gözenekli yapıları ve mekanik kararlılıkları nedeniyle doku mühendisliği uygulamalarında kullanım bulurlar. Ayrıca enzim katalizörlerinin kullanıldığı kimyasal reaksiyonlarda da nanolifler kullanılarak yüzey alanları artırılabilir ve böylece katalizörün aktivitesi desteklenerek reaktivitesi artırılabilir. Hava filtreleme uygulamaları alanında da nanolifler benzersiz bir nanolif ağı oluşturma özelliklerinden dolayı uzun yıllardır kullanılmaktadırlar. Nanolifler, sahip oldukları karakteristik özellikler ile koruyucu giysilerin temel özelliklerine (yüksek nem buharı taşıma, artan kumaş nefes alabilirliği ve artırılmış toksik kimyasal direnç) katkı sağlayabilmektedirler (Subbiah ve diğerleri, 2005).



**Şekil 2.12.** Nanoliflerin kullanım alanları

Nanolifler çeşitli yöntemlerle üretilmektedirler. Genel olarak üretim yöntemleri laboratuvar ve endüstri ölçekli olmak üzere iki grupta incelenebilir (Ramakrishna ve diğerleri, 2005; Üstündağ, 2009).

- Laboratuvar ölçekli nanolif üretim yöntemleri arasında;
  - Çekim prosesi (drawing)
  - Şablon sentezi (template synthesis)
  - Faz ayırma (phase separation)
  - Kendiliğinden düzenlenme (self assembly);
- Endüstriyel ölçekli nanolif üretim teknikleri arasında ise;
  - Fibrilasyon
  - Bikomponent
  - Meltblowing
  - Spunbond yöntemleri olarak sıralanabilir.

Elektro çekim yöntemi ise her iki grup içerisinde de incelenebilmektedir.

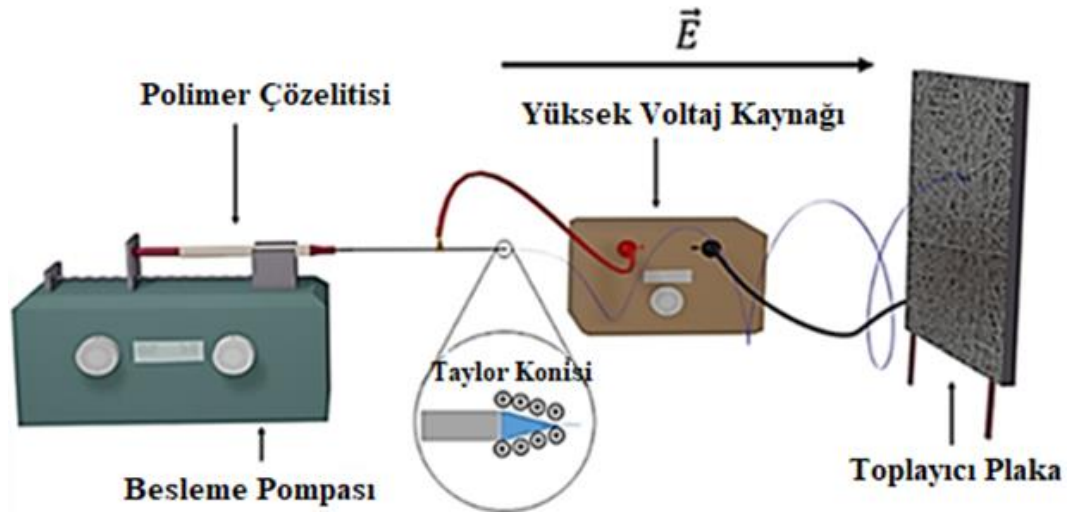
## **2.5. Elektro Çekim Yöntemi ile Nanolif Üretimi**

Elektro çekim yöntemi, genel olarak elektrostatik kuvvetlerin yardımıyla polimer çözeltilerinden veya eriyiklerinden, çapları birkaç mikrometre ile birkaç nanometre arasında değişen sürekli lifler üretmek için kullanılan bir yöntemdir (Greiner ve Wendorff, 2007; Ahn ve diğerleri, 2006).

Elektro çekim yöntemi sentetik ve doğal polimerler başta olmak üzere, polimer alaşımlarına, kromoforlar, nanopartikül veya aktif maddelerle yüklü polimerlere ve ayrıca metal ve seramiklere de uygulanabilir. Ayrıca, elektro çekim sisteminde yapılan değişiklikler ile çekirdek-kabuk (Core-Shell) veya içi boş (Hollow) lifler gibi karmaşık yapıları lifler de üretilmektedir (Greiner ve Wendorff, 2007).

Genel olarak bir elektro çekim düzeneği polimer çözeltisini elektriksel olarak yüklemek için kullanılan yüksek voltajlı bir güç kaynağı, polimer çözeltisinin içinde bulunduğu pompalı bir enjektör sistemi ve nanoliflerin üzerinde biriktiği toplayıcı plaka olmak üzere 3 ana bileşenden meydana gelmektedir (Şekil 2.13).

Elektro çekim yönteminde polimer çözeltisi, besleme hortumları ile kapiler uca bağlanan enjektörün içerisine yerleştirilir. Yüksek voltaj kaynağının elektrotlarından biri çözeltiyi elektriksel olarak yüklemek için kapiler uca, diğeri ise kollektöre bağlanır. Pompa yardımıyla polimer çözeltisi damlacık oluşturacak şekilde kapiler uca beslenir. Voltajın artmasıyla birlikte damlacığın kapiler uçtaki şekli uzayıp esneyerek Taylor konisi denilen konik şekli alır. Elektrik yükü, damlanın yüzey gerilimini yendiği anda yüklü bir jet yayılmaya başlar. Jet, kapiler uç ile toplayıcı plaka arasındaki mesafeyi geçer ve toplayıcı plaka üzerinde nanolifler toplanmaya başlar (Khenoussi ve diğeri, 2012).



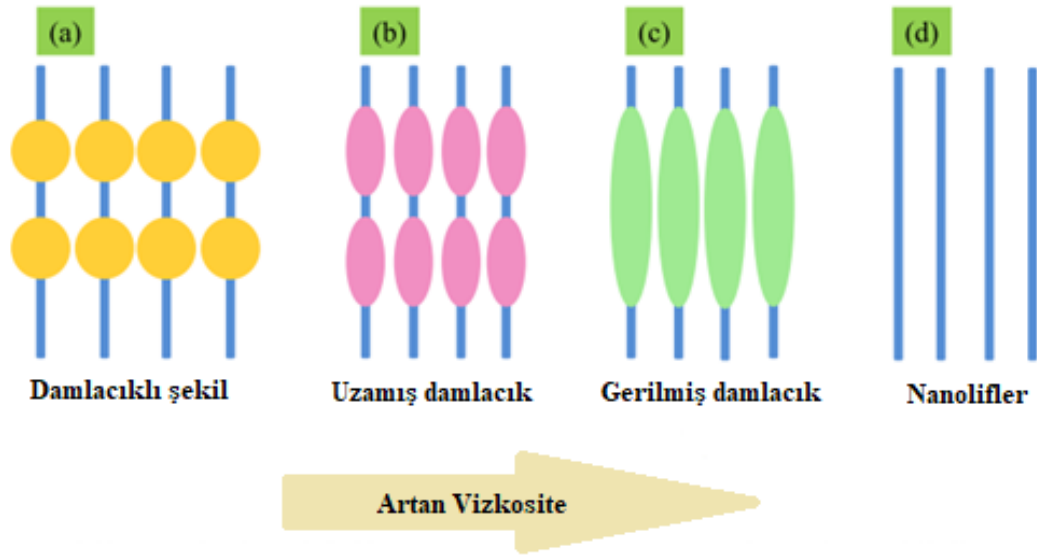
**Şekil 2.13.** Elektro çekim düzeneğinin bileşenleri (Schoeller ve diğeri, 2022)

Elektro çekim prosesine birçok farklı parametre etki etmektedir ve bu parametreler genel olarak çözelti parametleri, proses parametreleri ve çevresel parametreler olmak üzere üç ana başlık altında incelenmektedir (Çizelge 2.3).

**Çizelge 2.3.** Elektro çekim yöntemine etki eden parametreler

Çözelti parametreleri	Proses parametreleri	Çevresel parametreler
Çözelti viskozitesi	Besleme hızı	Sıcaklık
Polimer konsantrasyonu	Voltaj	Nem
Polimerin molekül ağırlığı	Mesafe	
Yüzey gerilim	Toplayıcı tipi ve hızı	
Çözelti iletkenliği	İğne/Düze çapı	
Dielektrik katsayısı		
Kaynama noktası		

**Viskozite:** Elektro çekim prosesinde viskozite, nanolif çapı üzerinde kritik bir etkiye sahiptir (Şekil 2.14). Yüksek viskozitelere genellikle büyük lif çapları elde edilir. Viskozite yüksek olduğunda, liflerin yapısında gözenekler ve boncuklu yapıların oluşma olasılığı düşer. Viskozitenin düşük olduğu durumlarda ise polimer jeti damlacıklara ayrılır ve jet üzerinde sıçralamalar ve püskürtmeler (elektro-püskürtme) meydana gelir (Asmatulu ve Khan, 2019).

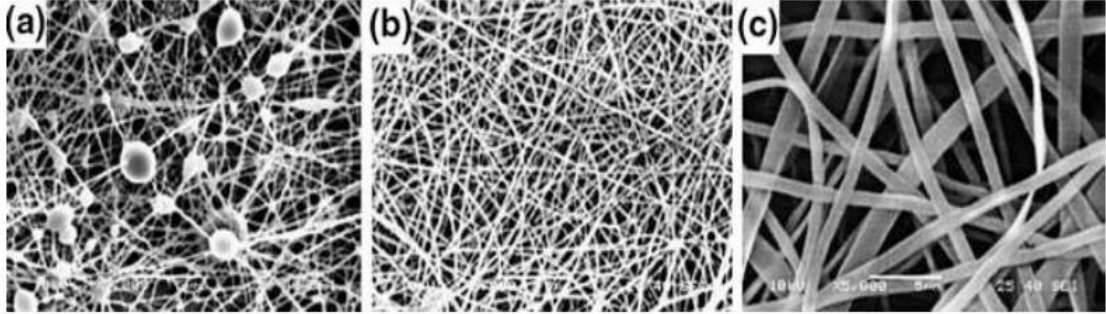


**Şekil 2.14.** Viskozite artışı ile lif yapısındaki değişim (Haider ve Kang, 2018)

**Polimer Konsantrasyonu:** Polimer konsantrasyonu, elektro çekim işleminde çözelti viskozitesini ve yüzey gerilimini etkiler. Çözelti, zincir karışıklığının meydana gelmesi için yeterince yüksek bir polimer konsantrasyonuna sahip olmalıdır. Bununla birlikte,

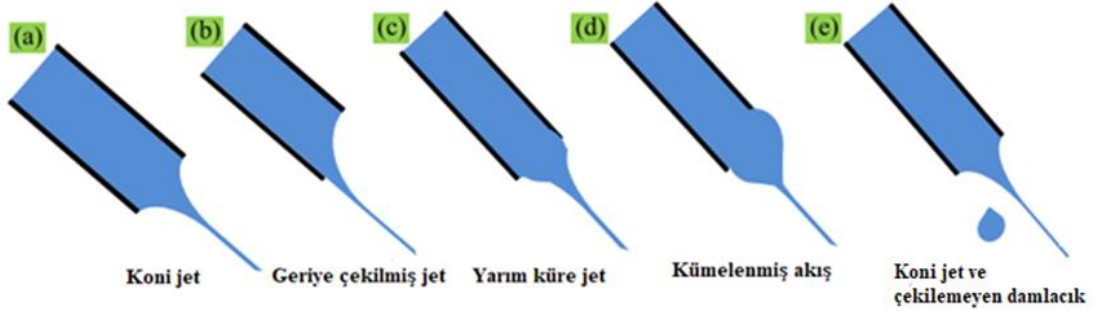
çözelti ne çok seyreltik ne de çok konsantre olmamalıdır. Çözelti çok seyreltik ise, polimer jeti, yüzey geriliminin etkileri nedeniyle toplayıcıya ulaşmadan önce damlacıklara ayrılacaktır. Tam tersi durumda, çözelti çok yoğun ise, yüksek viskozite nedeniyle nano ölçekte lifler oluşturulamayabilir (Sill ve von Recum, 2008).

**Molekül Ağırlığı:** Çözelti konsantrasyonu sabit tutulup polimerin molekül ağırlığı azaltıldığı zaman, düz lifler yerine boncuklu yapılar meydana gelir. Bu aşamada molekül ağırlığının artırılması lif oluşumunu desteklemektedir. Ancak molekül ağırlığının çok fazla artırılması liflerde mikro şeritler oluşmasına neden olmaktadır. Çok yüksek molekül ağırlıklarında düşük konsantrasyonlarda bile mikro şerit görülme olasılığı mevcuttur (Şekil 2.15) (Li ve Wang, 2013).



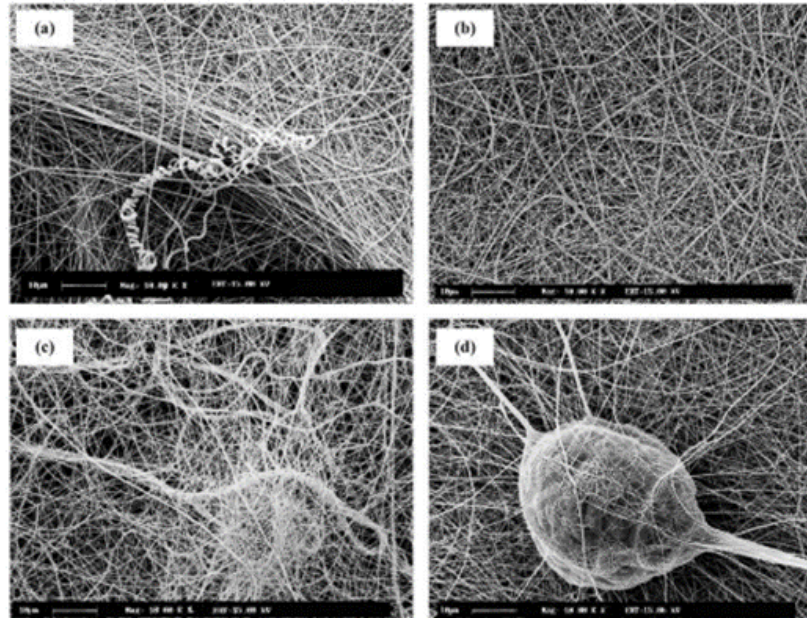
**Şekil 2.15.** SEM görüntüleri farklı molekül ağırlıklı polimer a) 9.000-10.999 g/mol, b) 13.000-23.000 g/mol, c) 31.000-50.000 g/mol (çözelti konsantrasyonu kütlece %25) (Koski ve diğerleri, 2004)

**Voltaj:** Diğer tüm değişkenler sabit tutulup elektriksel voltaj arttırılırsa, genellikle kapiler uçtan topraklanmış hedefe kütle akış hızında bir artış gözlemlenir. Uygulanan voltajın arttırılması (elektrik alan kuvvetinin arttırılması), sıvı jeti üzerindeki elektrostatik itme kuvvetini arttırarak daha ince lif oluşumuna katkı sağlayacaktır. Ancak jet, Taylor konisinden püskürtüldüğü için solüsyon kapiler uçtan daha hızlı uzaklaşacak ve bu nedenle lif çaplarında artış olacaktır (Şekil 2.16) (Haghi ve Akbari, 2007). Ayrıca uygulanan voltajın kritik değerine ulaşması boncukların ve boncuklu nanoliflerin oluşmasına neden olacaktır (Haider ve Kang, 2018).



**Şekil 2.16.** Elektriksel voltaj değişimi ile Taylor konisinde oluşan şekil değişimi (Haider ve Kang, 2018)

**Besleme Hızı:** Polimer akış hızı nanolif boyutu ve lif şeklinin yanı sıra lif gözenekliliğini de etkileyebilir (Sill ve von Recum, 2008). Optimum besleme hızında, nanolif çapının dağılımı en dardır ve herhangi bir sapma daha büyük nanolif çapı dağılımına neden olacaktır (Zargham ve diğerleri, 2012). Boncuksuz tek tip lifler üretmek için, polimer çözeltisine çözücünün buharlaşabilmesi için yeterli zaman verilmelidir. Bu nedenle araştırmacılar tarafından yavaş akış hızı önerilmektedir. Elektro çekim için minimum bir akış hızı zorunludur (Yuan ve diğerleri, 2004). Artan akış hızı, çap ve gözenek boyutundaki artış ile ilişkilendirilir ve çok yüksek akış hızı boncuklu lifler oluşturma eğilimini artırır (Şekil 2.17) (Islam ve diğerleri, 2019).



**Şekil 2.17.** SEM görüntüleri farklı akış hızlarında (a) 0,1 ml/sa, (b) 0,5 ml/sa, (c) 1 ml/sa, (d) 1,5 ml/sa (Zargham ve diğerleri, 2012)



**Mesafe:** Nanoliflerin oluşabilmesi için elektro çekim jetine çözücülerin buharlaşması için gereken zaman tanınmalıdır. Kapiler uç ve toplayıcı plaka arasındaki mesafe azaltılırsa, jet toplayıcıya ulaşmadan önce daha az mesafe kat edecektir. Ayrıca, elektrik alan şiddeti de artacak ve jetin kollektöre doğru olan ivmesini arttıracaktır. Bundan dolayı çözücülerin toplayıcıya ulaştıkları anda buharlaşmaları için yeterli zaman olmayabilir. Mesafe çok kısa olduğunda buharlaşmadan kalan fazla çözücü liflerin temas ettikleri yerde birleşmelerine sebep olabilir (Bera Binoy, 2016). Mesafenin azaltılması lif çapını önemli ölçüde etkilemeyebilir. Ancak mesafesinin çok azaltılması, liflerde boncuklar oluşmasına neden olabilir (Megelski ve diğerleri, 2002).

Diğer bir durumda, mesafenin arttırılması lif çaplarında azalmaya neden olur (Ayutsede ve diğerler, 2005). Daha uzun mesafe, liflerin varış süresini uzatarak çözücünün toplayıcı plakaya ulaşmadan önce buharlaşmasına olanak tanıyacaktır. Ancak, elektrostatik alan kuvvetinin azaltılması, liflerin daha az gerilmesine neden olur. Özellikle daha uzun mesafelerde çalışıldığında bu durum, lif çapında artışa neden olur (Ramakrishna ve diğerleri, 2005).

**Sıcaklık ve Nem:** Sıcaklığın artmasıyla birlikte polimer çözeltilisinde viskozitenin düşüşü ve lif çapının azaldığı gözlemlenmiştir (Mit-uppatham ve diğerleri, 2004). Viskozite ile sıcaklık arasında ters orantılı bir ilişki vardır.

Nem için yapılan çalışmalarda ise, artan nem ile birlikte liflerin yüzeyinde küçük porların oluştuğu gözlemlenmiştir. Nem daha da arttığında porlarda birleşme meydana gelmiştir. Çok düşük nemde, çözücünün buharlaşması daha hızlı olduğu için uçucu bir çözücünün hızla kuruyabileceği bulunmuştur (Bhardwaj ve Kundu, 2010).

## **2.6. Halokromik Boyar Madde Katkılı Sensörlerde Kullanılan Polimerler**

Halokromik boyar madde katkılı nanolifli sensör çalışmalarında birçok farklı polimer kullanım alanlarına ve özelliklerine göre yer almaktadır. Aşağıda en çok kullanılan bazı polimerler ve özellikleri hakkında bilgi verilmektedir.

### 2.6.1. PAN

PAN polimeri genel olarak sentetik lif üretiminde kullanılmaktadır. Kimyasal formülü  $[-CH_2CH(CN)-]_n$ 'dir. PAN, yüksek performanslı karbon lifi üretmek için de öncü olarak kullanılmaktadır. Ticari karbon liflerinin çoğu temel olarak PAN polimerinden türetilir. (Laffont ve diğerleri, 2004).

PAN lifleri, hem öncü kaynağından hem de stabilizasyon adımından kaynaklanan nitrojen ve oksijen gibi heteroatomlar içerir (Laffont ve diğerleri, 2004). Bundan dolayı PAN yapısında bulunan nitrik gruplarından kaynaklı güçlü zincirleme etkileşimleri ile oldukça yüksek bir polariteye sahiptir (Dincer ve Köse, 2019). Eriyik üretimi için ise yeterince yumuşamadan ayrıştığı için eritilerek işlenemez. Bu nedenle, PAN lifleri, dimetilformamit, dimetilasetamid veya dimetilsülfoksit gibi oldukça polar çözücüler ile çözülür (Chae ve Kim, 2006).

PAN kolayca bulunabilen bir polimerdir ve PAN'dan üretilen filmler ve membranlar iyi mekanik özellik sergilerler. PAN çözeltilerinin elektro çekim yöntemi ile üretilmeleri de oldukça kolay ve verimlidir. Belirgin bir yumuşaklık sergileyen lifli malzemelerin kolayca üretilmesini sağlar (Kancheva ve diğerleri, 2017).

PAN polimeri belirli bir erime noktası değeri göstermemekle birlikte yaklaşık 200-300°C arasında erimekte dirler. Bu sıcaklığın çok üzerindeki sıcaklıklarda ise bozunmaya başlamaktadırlar (Rahaman ve diğerleri, 2007).

### 2.6.2. PCL

1930'larda Carothers grub tarafından sentezlenen en eski polimerlerden biri de PCL polimeridir (Woodruff ve Hutmacher, 2010). PCL polimeri alifatik bir polyester olup tekrar eden hem biyolojik olarak uyumlu hem de biyolojik olarak parçalanabilen hekzanoat ( O-(CH<sub>2</sub>)<sub>5</sub>-CO-) birimlerinden oluşan termoplastik bir polimerdir (Labet ve Thielemans, 2009; Wang ve diğerleri, 2013). Günümüzde yüksek gelişme beklentisine sahip ve popülerliğini sürdüren en umut verici 'yeşil' çevre dostu malzeme olarak kabul edilmiştir (Mohamed ve Yusoh, 2016).

PCL polimerinin camsı geçiş sıcaklığı  $-60^{\circ}\text{C}$  ve erime sıcaklığı  $60^{\circ}\text{C}$  civarında olup kristallenmenin en hızlı ilerlediği sıcaklık  $30^{\circ}\text{C}$ 'dir. (Wang ve diğerleri, 2013) Yarı kristalin bir polimer olan PCL polimerinin kristal yapısı ortorombiktir ve %69 oranına ulaşabilen kristalliğe sahiptir (Wang ve diğerleri, 2013; Labet ve Thielemans, 2009).

PCL polimeri oda sıcaklığında kloroform, diklorometan, karbon tetraklorür, benzen, toluen, sikloheksanon ve 2-nitropropan çözücüleri içinde yüksek oranda çözünürken aseton, 2-bütanon, etil asetat, dimetilformamid ve asetonitril içinde az çözünür ve alkollerde, petrol eterinde, dietil eterde ve suda çözünmez (Labet ve Thielemans, 2009).

### **2.6.3. PEG**

PEG; deterjanlar, kozmetikler, kâğıt kaplama, poliüretanlar, tekstil modifikasyonu, inşaat kimyası ve çok çeşitli farmasötik uygulamalar gibi pekçok farklı uygulama alanında kullanılmaktadır (Thomas ve diğerleri, 2014).

PEG polimeri etilen oksit ve herhangi bir hidroksil başlatıcının anyonik polimerizasyonu yoluyla elde edilebilir. Yapıda bulunan hidroksil grubu sudan, etilen glikolden veya herhangi bir diolden gelebilir. Buna ek olarak halka açma polimerizasyonu ile epoksietenden da sentezlenebilir. Lineer PEG polimeri söz konusu diğer kalıntılar veya hedefleyici ligandlar düşünüldüğünde daha fazla türevlendirme aşamasını sınırlayan yalnızca iki fonksiyonel gruba sahiptir. Bundan dolayı farklı derecelerde polimerizasyon ve aktifleştirilmiş fonksiyonel gruba sahip ticari PEG'ler mevcuttur (D'souza ve Shegokar, 2016).

PEG diğer sentetik polimer ile kıyaslandığında hem suda hem de çeşitli organik çözücülerde çözülmektedir. PEG büyük ölçüde biyouyumludur, toksik değildir ve neredeyse hiç immünojenisite göstermez ve çürüme önleyici davranış sergiler (Thomas ve diğerleri, 2014).

PEG polimerinin camsı geçiş sıcaklığı  $-53^{\circ}\text{C}/-45^{\circ}\text{C}$  ve erime sıcaklığı  $55^{\circ}\text{C}-62^{\circ}\text{C}$  aralığındadır (Nasirian ve diğerleri, 2020).

## 2.7. Halokromik Boyarmadde Katkılı Sensörler

Son yirmi yılda, kimyasal sensörlerin ve biyosensörlerin gelişimi ve uygulamaları hız kazanmıştır. Tüm sensörler arasında, pH ölçümünün çeşitli bilimsel araştırmalar ve pratik uygulamalardaki önemi nedeniyle pH sensörleri ile ilgili yapılan çalışmalar çok ilgi çekmiştir (Lin, 2000).

En yaygın kolorimetrik dedektörler sinir, kabarcık ve kan ajanlarını algılayabilen algılama tüpleri, kağıtlar veya bilister şeklinde olmuştur (Golmohammadi Rostami ve diğerleri, 2015). Ayrıca halokromik boyar maddeler, çoğunlukla cam gibi sert malzemelere dayalı optik pH sensörlere de uygulanmıştır (Van der Schueren ve de Clerck, 2012).

Kolorimetrik sensör malzemeleri arasında renk değiştiren tekstiller de önemli bir rol oynamaktadır. Bu hafif malzemeler yüksek esneklik, yeniden kullanılabilirlik, mekanik stabilite, nefes alabilirlik ve yıkanabilirlik özelliklerine sahiptir. Ayrıca, tahribatsız bir şekilde yerel bir sinyal sağlamaya devam ederken, geniş bir yüzeyi de kaplayabilirler (Steyaert ve diğerleri, 2015).

Sensör malzemeleri algılama yeteneği, seçicilik, duyarlılık, yanıt süresi ve taşınabilirlik gibi bazı spesifik özelliklere de sahip olmalıdır. pH sensörlerinin algılama kapasitesini geliştirmeye yönelik yaklaşımlardan biri, sensörün yüzey alanını arttırmak olabilir. Nanolifler, gözenekli yapıları, lifler arasındaki gözeneklerin birbirine bağlanması ve geniş yüzey alanı gibi etkileyici özellikleri nedeniyle pH sensörü olarak ilgi çekici malzemelerden biri haline gelmiştir. (Golmohammadi Rostami ve diğerleri, 2015).

Nanolifli tekstil yüzeyleri sensör olarak koruyucu giysilerde asit buharlarının tespiti, yara örtülerinde iyileşme sırasında cildin pH'ı değiştikçe renk değişikliği ile iyileşmenin ilerlediğini gösteren yapılar, terin asiditesi gibi diğer insan vücudu süreçlerinin izlenmesi, idrar, burun akıntısı vb. salgıların analizi için kullanılabilirler. Çevresel uygulamalar arasında ise tekstil bazlı filtreler ile suyun ve toprağın pH'ının ölçülmesi ve bunun mahsül büyümesi üzerindeki etkisinin incelenmesi. Ayrıca pH'a duyarlı maddelerin agrotekstillere dâhil edilmesi ile tarım uygulamalarına katkı sağlayabilmektedir (Bamfield ve Hutchings, 2010).

## 2.8. Literatürde Yapılan ACN Katkılı Nanolifli Sensör Çalışmalarına Örnekler

Bu bölümde literatürde ACN katkısı ile üretilen nanolifli yüzeylere dair çalışmalardan bahsedilmiştir.

Prietto ve diğerleri (2007) yaptıkları çalışmada, doğal kaynaklı bir pH göstergesi olarak ACN katkılı ultra ince zein nanolifleri üretmeyi hedeflemişlerdir. pH'a duyarlı yüzeyler sırasıyla asidik ve alkali tampon çözeltilere maruz bırakılmış ve pembeden yeşile renk değişimi göstermişlerdir. Bunun sonucunda üretilen nanolifli yüzeylerin çeşitli paketleme uygulamaları için potansiyel olabileceği öne sürülmüştür (Prietto ve diğerleri, 2018).

Deverayan ve diğerleri (2014) yaptıkları çalışmada, doğal bir pigment ile işlevselleştirilmiş elektrospun selüloz nanoliflere dayalı çevre dostu, tersine çevrilebilir ve evrensel bir pH sensörü geliştirmeyi hedeflemişlerdir. Kırmızı lahanadan ekstrakte edilen doğal bir pigment adsorpsiyon ve kimyasal çapraz bağlama teknikleriyle elektrospun selüloz liflere dâhil edilmiştir. Sonuçlar, üretilen biyokompozit yapının pH 1-14 aralığındaki her bir pH değerine karşı bir renk kodu oluşturduğunu ve evrensel bir pH sensörü olarak kullanılabileceğini göstermiştir. Sonuç olarak, biyokompozit temelli pH sensörünün kişilerde alkol teşhisi için alternatif bir araç olarak veya canlı sağlığını izlemek ve hatta belirli hastalıkların gelişimini incelemek için umut verici bir yapı olduğunu göstermiştir (Devarayan ve Kim, 2015).

Pourjavaher ve diğerleri (2017) yaptıkları çalışmada, pH dedeksiyonu için kırmızı lahanadan (*Brassica oleracea*) ekstrakte edilen ACN katkılı bakteriyel selüloz (BC) nanoliflerinden oluşan akıllı bir etiket geliştirmiş ve karakterize etmişlerdir. Farklı pH aralığında (pH 2-10) renk değişimi CIELab renk sistemi ile ölçülmüştür. Seyreltilmiş ACN içeren etiketin, pH değişimine daha net bir tepki verdiği belirtilmiştir. Sonuç olarak bu etiketin, paketlenmiş gıdaların depolanması sırasında pH değişimlerinin görsel olarak takip edilmesine yardımcı olabilecek bir gösterge olarak kullanılma potansiyeli olduğu belirtilmiştir (Pourjavaher ve diğerleri, 2017).

Min ve diğerleri (2018) yaptıkları çalışmada hava kirliliğini azaltmak, çevreyi korumak ve günlük hayatta karşılaşılan tehlikeli kimyasal buharlarını tespit etmek için son derece

etkili ve verimli, çevre dostu, yarı saydam ve işlevsel bir hava temizleme filtresi üretmeyi amaçlamışlardır. Bu amaçla hazırladıkları sulu ipek çözeltisi içerisine polietilen oksit polimeri ve ACN katkısı ekleyerek elektro çekim yöntemi ile metal pencere ekranı üzerine nanolifli bir yüzey üretmişlerdir. Üretilen nanolifli yüzeyler ticari yarı yüksek verimli partikül hava (yarı HEPA) filtrelerinin performanslarını aşan bir değer sergilemiştir. Kullanımdan sonra ise doğal olarak bozunabilir bir yapıda olduğu belirtilmiştir. Günlük hayatta karşılaşılan tehlikeli buharları tespit etmek için hassas bir dedektör olduğu ve ayrıca çevre ve biyomalzeme bilimlerinde uygulanabilecek olağanüstü bir malzeme olduğu vurgulanmıştır (Min ve diğerleri, 2018).

Maftoonazad ve Ramaswamy (2019) yaptıkları çalışmada, bir pH biyosensörü olarak işlev görmesi amacıyla polivilalkol polimer çözeltisi içerisine kırmızı lahana özünden elde edilen doğal bir pigment ekleyerek nanolifli yüzeyler üretmişlerdir. Farklı konsantrasyonlarda pigment eklenmiş nanolifli yüzeylerin farklı pH çözeltilerine karşı renk değişimleri incelenmiştir. Sonuçlar üretilen nanolifli yüzeylerin pH sensörü olarak kullanılabilmesini ve pH 2-12 aralığında etkin bir şekilde çalıştığını göstermiştir. Paketli taze hurma (Rutab) meyvesi üzerinde yapılan denemeler ile paketlenmiş hurmaların pH değişimine karşı gerçek zamanlı bir izleme sağlandığı belirtilmiştir (Maftoonazad ve Ramaswamy, 2019).

Pan ve diğerleri (2019) yaptıkları çalışmada yara pH'nın gerçek zamanlı incelenmesi, yara durumu ve potansiyel bakteri oluşumu hakkında bilgi sağlayabilen bir nanolifli sensör tasarlamayı hedeflemişlerdir. Burada doğal bir madde olan zerdeçal, PCL polimerine yüklenmiştir. Sonuçlar zerdeçal yüklü nanolifli yüzeylerin gözle görülür bir şekilde pH 6.0'dan pH 9.0'a değişmesiyle sarıdan kırmızı kahverengiye dönen bir renk değişimi sergilemişlerdir. Esnek özellikleri sayesinde lifli malzemeler düzensiz yaraları iyileştirmek için de 1D ve 3D gibi çeşitli şekillerde işlenebilme özelliğine sahip olduğu belirtilmiştir. Yara pH'mı gerçek zamanlı olarak izleyebilen ve aynı zamanda yara iyileşmesine katkı sağlayabilen akıllı nanolifli malzemelerin, yara yönetimini uygun ve rahat bir şekilde değiştirebileceğine inanılmaktadır (Pan ve diğerleri, 2019).

Silva ve diğeri (2019) yaptıkları çalışmada gıda endüstrisi alanında potansiyel uygulamaları bulan pH sensörü çalışmaları gerçekleştirmişlerdir. Bu kapsamda pH indikatörü olarak doğal kaynaklı bir ACN olan açai, polimer malzeme olarak ise polikaprolakton (PCL) ve polietilen oksit (PEO) kullanmışlardır. PCL, PEO ve açaiden oluşan nanolifli yüzeyler farklı pH (pH 1-10) çözeltilerine maruz kaldıklarında insan gözüyle algılanabilecek bir renk değişimi sergilemişlerdir. Yapılan bu çalışma, açai kullanılarak ultra ince liflerden oluşan kalorimetrik pH sensörleri üretilebileceğini göstermiştir (Silva ve diğeri, 2019).

Luo ve diğeri (2020) yaptıkları çalışmada, doğal bir gıda renklendiricisi olan ve gıda bozulma sürecinde üretilen alkali bileşiklerin tespitinde umut vadeden bir bileşik olan zerdeçal ile kalorimetrik bir gösterge geliştirmişlerdir. Balık ve su ürünlerinin başlıca bozulma bileşeni olan uçucu aminlerin tespiti için kullanımını araştırmışlardır. Zerdeçal bileşiği polivinil prolidon (PVP) ve PEO polimer karışımı içersine yüklenmiştir ve elektro çekim yöntemi ile nanolifli yüzeyler üretilmiştir. Üretilen indikatörlerin aminlere maruz kalması sonucu renkte değişiklikler meydana gelmiş ve zerdeçal floresan emisyonunu bastırmıştır. Sonuçlar, dokusuz yüzey esaslı kolorimetrik/floresan indikatörlerin akıllı paketleme uygulamaları için umut verici olabileceğini göstermiştir (Luo ve Lim, 2020).

Pakolpakçıl ve diğeri (2021) yaptıkları çalışmada yara pansuman uygulamaları için mor lahanadan elde edilen ACN katkılı polivinil alkol (PVA) ve sodyum aljinattan oluşan bir nanolifli yüzey geliştirmişlerdir. Yüzeylerin in vivo denemeleri hayvanlar üzerinde gerçekleştirilmiştir. Sonuçlar değerlendirildiğinde, yüzeylerin açık bir yaranın pH değişikliklerini izlemek için başarıyla kullanılabileceğini göstermiştir (Pakolpakçıl ve diğeri, 2021).

Duan ve diğeri (2021) yaptıkları çalışmada, zerdeçal ve ACN içeren pullulan/kitin nanoliflerine dayalı elektrospun aktif akıllı bir gıda ambalajı geliştirmişlerdir. Nanoliflerin pH duyarlılığı pH 2-11 arasındaki farklı tampon çözeltileri ile test edilmiştir. Nanoliflerin antimikrobiyal kapasitesi ise disk difüzyon metodu ile gram-pozitif *Staphylococcus aureus* (*S. aureus*) ve gram-negatif *Escherichia coli* (*E. coli*) bakterilerine karşı gerçekleştirilmiştir. Test sonuçları, üretilen nanolifli yüzeylerin farklı

pH çözeltilerine karşı etkili bir şekilde yanıt gösterdiği ve oda sıcaklığında bir balık türü olan *Plectorhynchus cinctus*'un aşamalı bozulması ile açıkça renk değişimi sergilediği gözlenmiştir. Bu sonuçlar doğrultusunda üretilen nanolifli yüzeyin aktif akıllı gıda ambalajı kullanımında potansiyele sahip olduğu belirtilmiştir (Duan ve diğerleri, 2021).

Li ve diğerleri (2022) yaptıkları çalışmada elektro çekim yöntemi ile polilaktik asit (PLA) ve ACN'den oluşan nanolifli renk indikatör filmi geliştirmişlerdir. Üretilen renk indikatör filmleri, gram-pozitif ve negatif bakteriyi tahribatsız bir şekilde tespit edebilmişlerdir. Üretilen bu filmlerin et ve deniz ürünlerinde düşük konsantrasyonlu bakteriyel kontaminasyonu tespit etme potansiyeli olduğunu belirtmişlerdir (Li ve diğerleri, 2022).

Jovanska ve diğerleri (2022) yaptıkları çalışmada, PCL ve PEO nanoliflerini japon gülü bitkisinden elde edilen ACN'ler ile birlikte elektro çekim yöntemini kullanarak nanolifli yüzeyler üretmişlerdir. Üretilen nanolifli yüzeylerin pH 1-13 aralığında pH değişikliklerine duyarlı olduğunu ve benzersiz bir renk kodu sergilediğini göstermişlerdir. Ayrıca karides kalitesini de belirlemek için hem görsel hemde kinetik analiz sonuçları değerlendirilmiştir ve uygun bir sensör olduğu çalışma sonucunda belirtilmiştir (Jovanska ve diğerleri, 2022).

Terra ve diğerleri (2021) yaptıkları çalışmada, gıda kalitesi kontrolünde gelişen bir teknoloji olarak kullanılmak üzere doğal pigment katkılı zaman-pH indikatörü olarak kullanılabilen bir nanolifli yüzey geliştirmeyi hedeflemişlerdir. Bu amaçla PCL ve PEO polimerleri ile doğal boyar maddeler olarak zerdeçal, kuersetin ve fikosiyanin kullanılmıştır. Doğal boyar maddeler polimer çözeltisi içerisine farklı oranlarda ve farklı kombinasyonlarda eklenmiştir ve pH değişikliklerine karşı gösterdikleri renk değişimleri incelenmiştir. En iyi sonuçları, %2 fikosiyanin katkılı nanolifli yüzeylerin sergilediğini bulmuşlar ve fikosiyanin katkısının akıllı paketleme sistemleri için umut vadeci olduğunu belirtmişlerdir (Terra ve diğerleri, 2021).

Nath ve diğerleri (2022) yaptıkları çalışmada, elektrosprey ve elektro çekim yöntemlerini kullanarak kırmızı lahanadan elde edilen ACN katkılı etil selüloz nanolifler üretmeyi amaçlamışlardır. Üretilen nanolifli yüzeyler, pH 2-12 aralığında renk değişimi göstermiştir. Ayrıca üretilen nanokompozit yapıların sütün bozulması sırasında



pH algılayıcı olarak kullanılabilirliđi de incelenmiřtir. Sonular, stn bozulması sırasında pH'daki her 0,5'lik deđiřim iin nanolifli yzeylerde gzle grlr bir deđiřim olduđunu gstermiř ve bu alanda gvenli bir lm iin umut verici sonular sergilenmiřtir (Nath ve diđerleri, 2022).

### 3. MATERYAL VE YÖNTEM

Bu tez çalışmasında, ACN katkılı nanolifli yüzlerin üretimi ve karakterizasyonu gerçekleştirilmiştir. Çalışmanın ilk aşamasında nanolif yapısının üretilebilirliğini araştırmak amacıyla PAN polimeri ile denemeler yapılmıştır. Katkısız PAN ve PAN/ACN (%3) katkılı nanolifli yüzeyler üretilmiş ve lif yapısı tespit edilmiştir. Ardından PCL/PEG ve sırasıyla %1, 2, 3 ve 5 ACN katkılı PCL/PEG nanolifli yüzeylerin üretimleri gerçekleştirilmiştir.

#### 3.1. Materyal

ACN katkılı nanolifli yüzeylerin üretiminde polimer olarak PAN (Mn: 200-240 kDa), PCL (Mn: 80.000 kDa, Sigma Aldrich) ve PEG (Mn: 10.000 kDa, Sigma Aldrich); çözücü olarak ise N,N, Dimetil Formamid (DMF) ve Kloroform:Metanol (CHL:MeOH) kullanılmıştır. Çalışmada kullanılan ACN (viskozite: 100-200 cP, partikül boyutu 70-80 µm) Daehyun Co. Ltd. (Korea) firmasından tedarik edilmiştir.

#### 3.2. Yöntem

##### 3.2.1. Elektro çekim çözeltilerinin hazırlanması

DeneySEL çalışmalarda hazırlanan tüm polimer/çözücü sistemleri ve ACN katkı oranları, Çizelge 3.1'de ayrıntılı olarak verilmiştir.

**PAN ve PAN/ACN Çözeltilerinin Hazırlanması:** Katkısız PAN polimer çözeltisini hazırlamak için 10 g DMF çözücüsü içerisinde 0,8 g PAN polimeri tamamen çözülmüştür. ACN katkılı PAN çözeltisini hazırlamak için ise ağırlıkça %3 ACN katkısı PAN çözeltisi içerisine eklenerek mekanik karıştırıcı yardımıyla tamamiyle çözünmesi sağlanmıştır.

**PCL/PEG ve PCL/PEG/ACN Çözeltilerinin Hazırlanması:** Katkısız PCL/PEG çözeltisi için 0,7 g PCL polimeri 10 ml çözücü sistemi içerisinde tamamen çözülmüş ve 0,2 g PEG polimeri bu çözeltiliye eklenmiştir. ACN katkılı çözeltileri hazırlamak için ise polimer çözeltisinin hacmi temel alınarak ağırlıkça %1, %2, %3 ve %5 oranlarında ACN katkısı polimer çözeltisine eklenmiş ve karıştırılmaya devam edilmiştir.

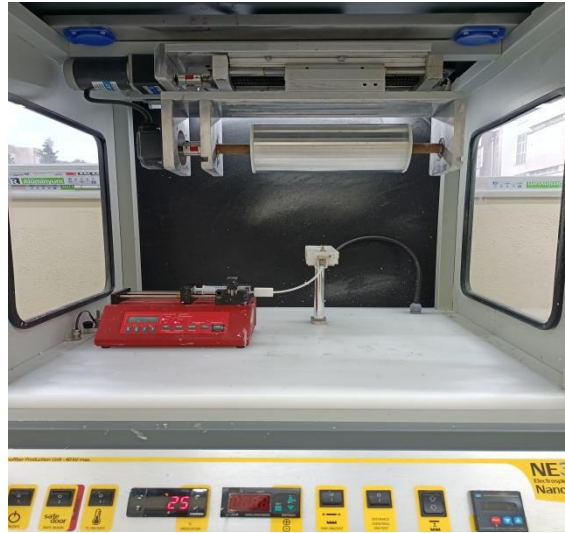
Homojenliđi sađlamak iin ACN katkılı özeltiler, 30 dakika ultrasonik banyoda tutulmuştur.

**izelge 3.1.** Hazırlanan polimer/özücü sistemleri

Polimer	Polimer Konsantrasyonu (%)	özücü	Katkı Maddesi	Katkı Maddesi Oranı (%)	Nanolif Üretilirliđi
PAN	8	DMF	-	-	+
PAN	8	DMF	ACN	3	+
PCL:PEG	7:2	CHL:MeOH	-	-	+
PCL:PEG	7:2	CHL:MeOH	ACN	1	+
PCL:PEG	7:2	CHL:MeOH	ACN	2	+
PCL:PEG	7:2	CHL:MeOH	ACN	3	+
PCL:PEG	7:2	CHL:MeOH	ACN	5	+

### 3.2.2. Elektro ekim yöntemi ile nanolifli yüzeylerin üretilmesi

Nanolifli yüzeylerin üretimi, Inovenso marka elektro ekim cihazı ile gerçekleştirilmiştir. Elektro ekim cihazı besleme pompası, yüksek gerilim kaynađı ve nanoliflerin üzerinde biriktirildiđi bir toplayıcı plaka olmak üzere üç ana bileşenden oluşmaktadır. Toplama yüzeyi olarak döner silindir kullanılmıştır.



**Şekil 3.1.** Çalışmada kullanılan elektro ekim düzeneđi

Elektro ekim işlemi sırasında polimer özeltisi elektriksel olarak yüklenmiş ve çekilmiştir. Elektro ekim parametreleri, izelge 3.2’de verilmiştir. Üretim esnasında kesintisiz ve optimum şartları sađlayan voltaj deđerleri ile çalışmaya devam edilmiştir.

**Çizelge 3.2.** Hazırlanan çözeltilerin elektro çekim parametreleri

Numune	Besleme Oranı (ml/sa)	Voltaj (kV)	Mesafe (cm)	Silindir Hızı (devir/dk)	Nanolif Üretilebilirliği
PAN	1	15	15	300	+
PAN/ACN (%3)	1	15	15	300	+
PCL/PEG	0,7	15	15	300	+
PCL/PEG/ACN (%1)	0,7	18	15	300	+
PCL/PEG/ACN (%2)	0,7	18	15	300	+
PCL/PEG/ACN (%3)	0,7	19	15	300	+
PCL/PEG/ACN (%5)	0,7	20	15	300	+

### 3.2.3. Nanolifli yüzeylerin karakterizasyonu

Elektro çekim işlemi öncesinde polimer çözeltilerinin viskozite ve pH değerleri ölçülmüştür. Viskozite ölçümü, Bursa Uludağ Üniversitesi (BUÜ) Tekstil Mühendisliği Bölümü Laboratuvarında (TMBL) bulunan Brookfield DV-II+ Pro Extra marka viskozimetre ile 100 rpm'de gerçekleştirilmiştir. pH değerleri, yine aynı laboratuvarda bulunan Hanna HI2020-02-edge marka pH metre ile ölçülmüştür.

Nanolifli yüzeylerin mikroskopik incelemeleri, BUÜ TMBL'ında bulunan Olympus CH40 marka optik mikroskop ile gerçekleştirilmiştir.

Nanolifli yüzeylerin yüzey özellikleri ve elementel analizleri, Bursa Teknik Üniversitesi (BTÜ) MERLAB bünyesinde bulunan Carl Zeiss/Gemini 300 marka taramalı elektron mikroskobu ile incelenmiştir.

Numunelerin temas açısı değerleri, BUÜ TMBL'ında bulunan KSV Modular CAM 200 marka cihaz ile ölçülmüştür.

Nanolifli yapıların içerisinde bulunan fonksiyonel grupları ve bağları tespit etmek ve ACN katkısının naanoliflerle etkileşimini incelemek amacıyla Fourier dönüşümlü kızılötesi spektroskopisi (FTIR) analizleri yapılmıştır. Analizler, BTÜ MERLAB bünyesinde bulunan Thermoscientific/Nicolet i50 marka FTIR cihazı ile  $4 \text{ cm}^{-1}$

çözünürlük ve 600-4000 cm<sup>-1</sup> dalga sayısı aralığında gerçekleştirilmiştir. Toplam 32 tarama yapılmıştır.

Nanolifli yüzeylerin termal özellikleri, BTÜ MERLAB bünyesinde bulunan TA/Discovery DSC250 marka diferansiyel taramalı kalorimetri (DSC) cihazı ile incelenmiştir. Katkısız nanolifli numunenin analizi, -100/+100°C sıcaklık aralığında 10°C/dk sıcaklık artışı ile ve %3 ACN katkılı numunenin analizi ise -100/+300 °C sıcaklık aralığında 10 °C/dk sıcaklık artışı ile gerçekleştirilmiştir.

#### **3.2.4. Farklı pH değerlerine sahip çözeltilere karşı renk değişimlerinin ölçümü**

Nanolifli yüzeylerin farklı pH çözeltilerine karşı göstermiş oldukları renk değişimleri, BUÜ TMBL'ında bulunan Konica Minolta CM-3600d marka spektrofotometre cihazı ile gerçekleştirilmiştir. ACN katkılı nanolifli yüzeylere, farklı pH değerlerine sahip çözeltiler (pH:2, 4, 6, 8 ve 10) damlatılmış ve numunelerin (CIE) L\*a\*b\* renk değerleri incelenmiştir. Üzerlerine farklı pH'lara sahip çözeltiler damlatılan nanolifli yüzeylerin renk değerleri (L\*a\*b\*), spektrofotometre cihazında okutularak kaydedilmiş ve aşağıdaki denklem yardımıyla toplam renk farkı ( $\Delta E$ ) değeri hesaplanmıştır.

$$\Delta E = [(\Delta L^*)^2 + (\Delta a^*)^2 + (\Delta b^*)^2]^{1/2} \quad (1)$$

Burada  $\Delta L^*$  değeri parlaklık farkını,  $\Delta a^*$  değeri kırmızı-yeşil renk farkını,  $\Delta b^*$  değeri sarı-mavi renk farkını temsil etmektedir.

#### **3.2.5. Bakteri üremelerine karşı pH ve renk değişimlerinin ölçümü**

Nanolifli yüzeylerin farklı bakteriyel ortamlarda gösterdikleri renk değişimleri, BUÜ Tıp Fakültesi, Tıbbi Mikrobiyoloji AD, Mikrobiyoloji Laboratuvarında incelenmiştir. Numunelerin renk değişimleri ve pH tepkileri için *E. coli* (ATCC 25922) ve *S. aureus* (ATCC 6538) bakterileri seçilmiştir. Her iki bakteri için ASTM E2149 standardına göre sıvı tiyoglikolat besiyeri (FTM) yardımıyla 0,5 McFarland (10<sup>8</sup> kob/ml) bakteri çözeltileri hazırlanmış, tüplere 2 ml olacak şekilde dağıtılmış ve farklı zamanlarda tüplerin pH'ları kontrol edilmiştir. Numune kontaminasyonu nedeniyle bakteri üremesine bağlı olarak nanolifli yüzeylerin renk değişimleri yalnızca görsel olarak incelenmiştir.

## 4. BULGULAR VE TARTIŞMA

### 4.1. PAN ve PAN/ACN Nanoliflerin Karakterizasyonu

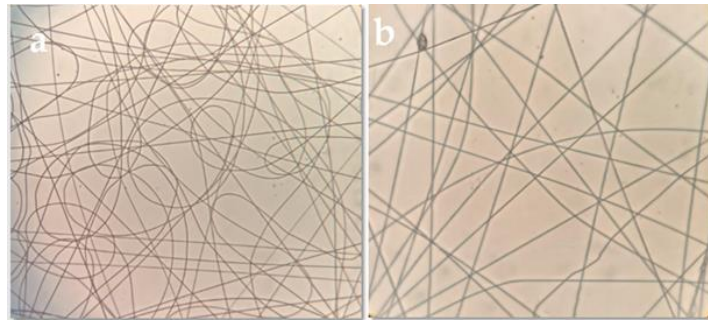
PAN ve ACN katkıli PAN çözeltilerinin viskozite ve pH değerleri, Çizelge 4.1’de verilmiştir. Viskozite, lif morfolojisini etkileyen en önemli parametrelerden biridir. Viskozitenin düşük olduğu durumlarda daha ince fakat daha boncuklu lifler elde edilir. Artan viskozite ile daha kalın ve boncuksuz yapılar elde edilir (Aghaei ve diğerleri, 2018). Tez çalışması kapsamında yapılan viskozite ölçüleri sonucunda ACN katkısı sonrası, PAN çözelti viskozitesinde artış olduğu görülmektedir.

Çözeltilerin pH değerleri incelendiğinde ise, ACN katkısı ile çözelti pH’ının düştüğü görülmektedir (Çizelge 4.1). Genel olarak ACN ekstraksiyon prosesinde, ekstraksiyon çözeltisi içerisinde hidroklorik asit gibi kuvvetli bir asit kullanılır. Ekstraksiyon işleminin ardından çözücüler uzaklaştırılır, ancak bir miktar asit kalıntısı ACN içerisinde kalabilir. Bu durum, PAN/ACN çözelti pH’larında azalmaya neden olabilir (Li et ve diğerleri, 2022).

**Çizelge 4.1.** Çözeltilerin viskozite ve pH değerleri

Numune	Viskozite (cP)	pH
PAN	1363	7,01
PAN/ACN (%3)	1754	6,23

PAN ve ACN katkıli PAN nanoliflerin optik mikroskop görüntüleri, Şekil 4.1’de verilmiştir. Görüntüler incelendiğinde, PAN ve PAN/ACN nanoliflerin elektro çekim yöntemi ile başarılı bir şekilde üretildiği görülmektedir. Ayrıca, daha yüksek viskoziteli çözeltilerden üretilen PAN/ACN nanoliflerin daha kalın lifler olduğu gözlenmektedir.



**Şekil 4.1.** (a) PAN, (b) PAN/ACN (%3) nanoliflerin optik mikroskop görüntüleri

## 4.2. PCL/PEG ve PCL/PEG/ACN Katkılı Nanoliflerin Karakterizasyonu

### 4.2.1. Çözeltilerin viskozite ve pH değerlerinin analizi

Hazırlanan PCL/PEG ve PCL/PEG/ACN çözeltilerinin viskozite ve pH değerleri, Çizelge 4.2’de verilmiştir. PCL/PEG çözeltisine ACN ilavesiyle birlikte çözelti viskozitesinde azalma görülmüştür. Bu durum, birim hacimdeki polimer konsantrasyonunun azalması ile ilişkilendirilebilir (Pakolpakçıl ve diğerleri, 2018). Çizelge incelendiğinde, artan ACN konsantrasyonu ile çözelti viskozitelerinde artış görülmektedir.

Ayrıca, PCL/PEG çözeltisine yapılan ACN katkısı ile çözelti pH’ı azalmış ve daha asidik hale gelmiştir (Çizelge 4.2). Artan ACN konsantrasyonuna bağlı olarak pH değerleri düşmeye devam etmiştir. pH değerlerindeki bu azalma, ACN ekstraksiyon işlemleri ile ilişkilendirilebilir (Li et ve diğerleri, 2022).

**Çizelge 4.2.** Çözeltilerin viskozite ve pH değerleri

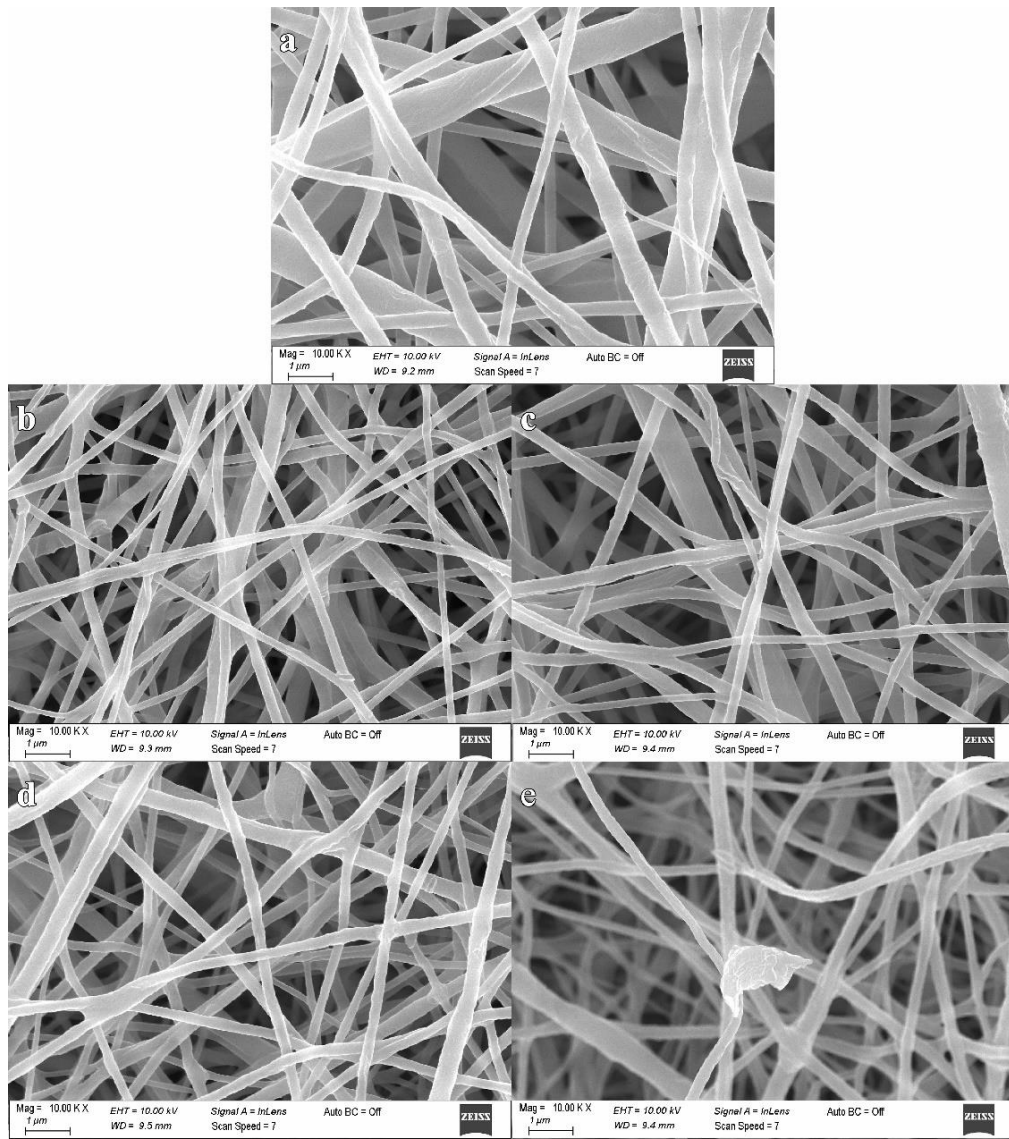
Numune	Viskozite (cP)	pH
PCL/PEG	86,4	7,6
PCL/PEG/ACN (%1)	60,8	5,0
PCL/PEG/ACN (%2)	66,5	4,7
PCL/PEG/ACN (%3)	75,7	4,4
PCL/PEG/ACN (%5)	81,1	4,3

### 4.2.2. Nanoliflerin yüzey analizi

PCL/PEG ve PCL/PEG/ACN nanolifli yüzeylerin SEM görüntüleri, Şekil 4.2’de ve ortalama çap değerleri ise Çizelge 4.3’de verilmiştir. Şekil 4.2 incelendiğinde, ACN katkısı ile nanolifli yüzeylerde partiküller gözlenmiştir. ACN katkısının artışına bağlı olarak partikül yoğunluğu en fazla PCL/PEG/ACN (%5) katkılı nanolifli yüzeyde olmuştur. Bu partiküller, elektro çekim sırasında yüksek ACN konsantrasyonunun neden olduğu jet kararsızlığından veya ACN’nin polimer çözeltisi içerisinde yeterince çözünememesinden kaynaklanabilmektedir (Devarayan ve diğerleri, 2015). Bununla birlikte kapiler uçta çözücünün katılaşması ve şırıngada ACN’nin topaklanması

(aglomerasyon) nedeniyle elektro çekim işleminde bu çözelti ile çalışırken zorlanmalar yaşanmıştır. Bu durum, nanolifli yüzeyler içinde partikül sayısında artışa neden olmuştur.

SEM analizleri, nanolif yapısına herhangi bir çökeltme olmaksızın eklenebilecek en yüksek ACN konsantrasyonunun %3 olduğunu ortaya koymuştur. Bu numuneler, ortalama 350 nm kalınlığında boncuksuz nanoliflerden oluşmaktadır. Ayrıca bu numunede nanolifli yüzey üzerinde lif yapısı içerisine katılmayan daha az ACN partikülü bulunmaktadır.



**Şekil 4.2.** (a) PCL/PEG, (b) PCL/PEG/ACN (%1), (c) PCL/PEG/ACN (%2), (d) PCL/PEG/ACN (%3) ve (e) PCL/PEG/ACN (%5) SEM görüntüleri



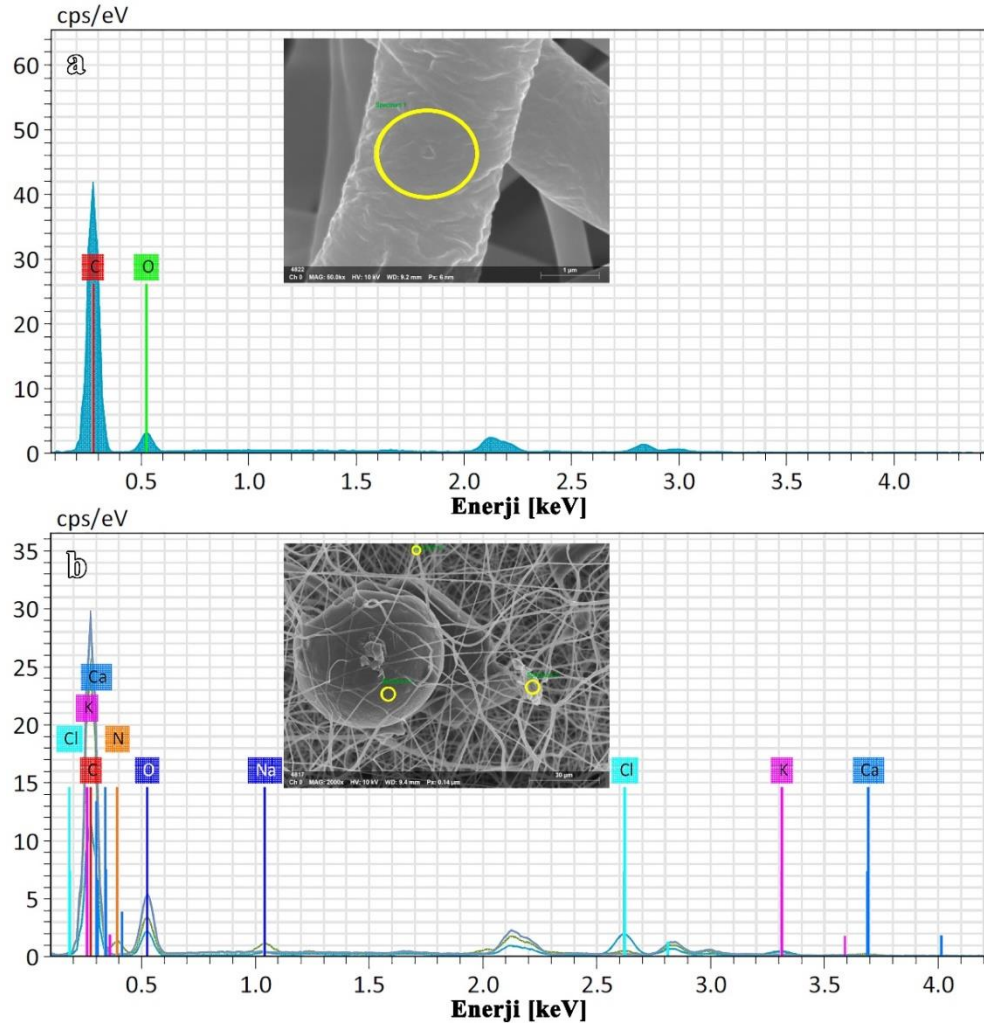
Şekil 4.2 ve Çizelge 4.3 incelendiğinde, PCL/PEG nanolifli yüzeylerin ortalama 449 nm çapında üniform liflerden oluştuğu görülmektedir. PCL/PEG çözeltisi içerisine %1 ACN ilavesi ile lif çapları 288 nm'ye düşmüştür. Artan ACN konsantrasyonuna bağlı olarak nanolif çaplarında tekrar artış gözlenmiştir. Nanolif özelliklerine etki eden en önemli parametrelerden birinin viskozite olduğu bilinmektedir (Aghaei ve diğerleri, 2018). %1 ACN eklenmesi ile viskozitede görülen düşüş, lif çaplarında azalmaya neden olurken, ACN konsantrasyonundaki artışa bağlı olarak viskozitede ve dolayısıyla nanolif çaplarında da artış tespit edilmiştir.

**Çizelge 4.3.** Nanolifli yüzeylerin ortalama lif çapı değerleri

Numune	Ortalama Lif Çapı (nm)
PCL/PEG	449±204
PCL/PEG/ACN (%1)	288±91
PCL/PEG/ACN (%2)	328±244
PCL/PEG/ACN (%3)	354±122
PCL/PEG/ACN (%5)	395±144

#### 4.2.3. Nanoliflerin elementel analizi

PCL/PEG ve PCL/PEG/ACN nanolifli yüzeyleri ile PCL/PEG/ACN partikülleri üzerinde elementel analizler yapılmıştır ve sonuçlar Şekil 4.3 ve Çizelge 4.4'te verilmiştir. PCL/PEG nanoliflerinde karbon ve oksijen elementleri tespit edilmiştir. EDS analiz sonuçları, nanolif yapısında ACN varlığını doğrulamıştır. PCL/PEG/ACN nanolifli yüzeyleri üzerinde karbon, oksijen ve nitrojen ve ayrıca PCL/PEG/ACN partikülü üzerinde ACN'lerin yapısal elementleri olan karbon, oksijen, nitrojen, sodyum, klor, potasyum ve kalsiyum tespit edilmiştir (Devarayan ve Kim, 2015).



Şekil 4.3. (a) PCL/PEG ve (b) PCL/PEG/ACN (%5) EDS spektrumları

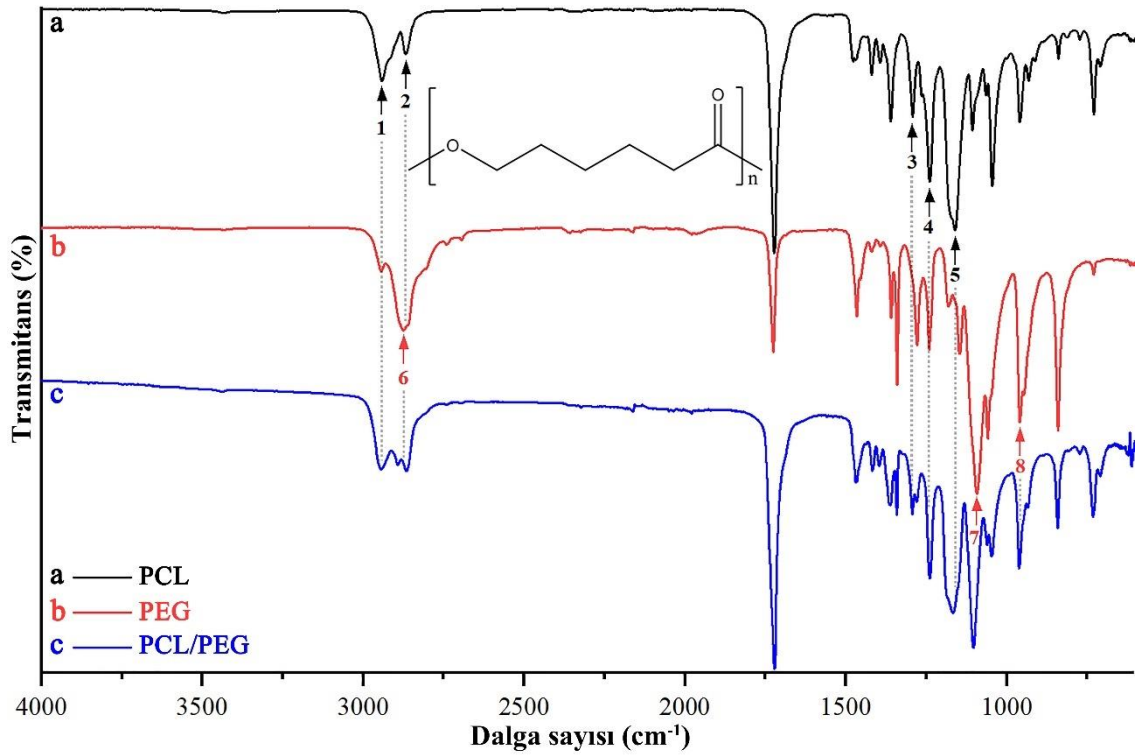
Çizelge 4.4. Nanolifli yüzeylerin elementel analiz sonuçları

Element	PCL/PEG nanolif	PCL/PEG/ACN(%5) nanolif	PCL/PEG/ACN(%5) partikül
Karbon	83,87	71,87	67,7
Oksijen	16,13	25,02	18,7
Azot	-	3,11	8,7
Klor	-	-	5,37
Potasyum	-	-	2,69
Sodyum	-	-	1,16
Kalsiyum	-	-	1,16

#### 4.2.4. Nanoliflerin FTIR analizi

PCL, PEG ve PCL/PEG nanoliflerinin FTIR spektrumları, sırasıyla Şekil 4.4 ve Çizelge 4.5'te verilmiştir. PCL için pikler  $2941\text{ cm}^{-1}$  (asimetrik  $\text{CH}_2$  germe),  $2868\text{ cm}^{-1}$  (simetrik  $\text{CH}_2$  germe),  $1292\text{ cm}^{-1}$  (C-O ve C-C germe),  $1239\text{ cm}^{-1}$  (asimetrik COC germe) ve  $1161\text{ cm}^{-1}$  ( $1250\text{-}1100\text{ cm}^{-1}$ ) (OC-O gerilmesi) polimerin karakteristik pikleridir (Ghasemi-Mobarakeh ve diğerleri, 2010;Wang ve diğerleri, 2013).

PEG için,  $3500\text{ cm}^{-1}$  (O-H germe),  $2874\text{ cm}^{-1}$  (C-H germe),  $1093\text{ cm}^{-1}$  (C-O germe),  $960\text{ cm}^{-1}$  ( $\text{CH}_2$  germe) pikleri polimerin karakteristik pikleridir. PCL/PEG spektrumunda, hem PCL'in hem de PEG'in karakteristik pikleri görülebilir. Bu durum, PEG'in PCL yapısı içerisine başarılı bir şekilde entegre olduğunu göstermektedir (Babapoor ve diğerleri, 2017).



Şekil 4.4. (a) PCL, (b) PEG ve (c) PCL/PEG FTIR spektrumları

**Çizelge 4.5.** PCL ve PEG FTIR spektrumları

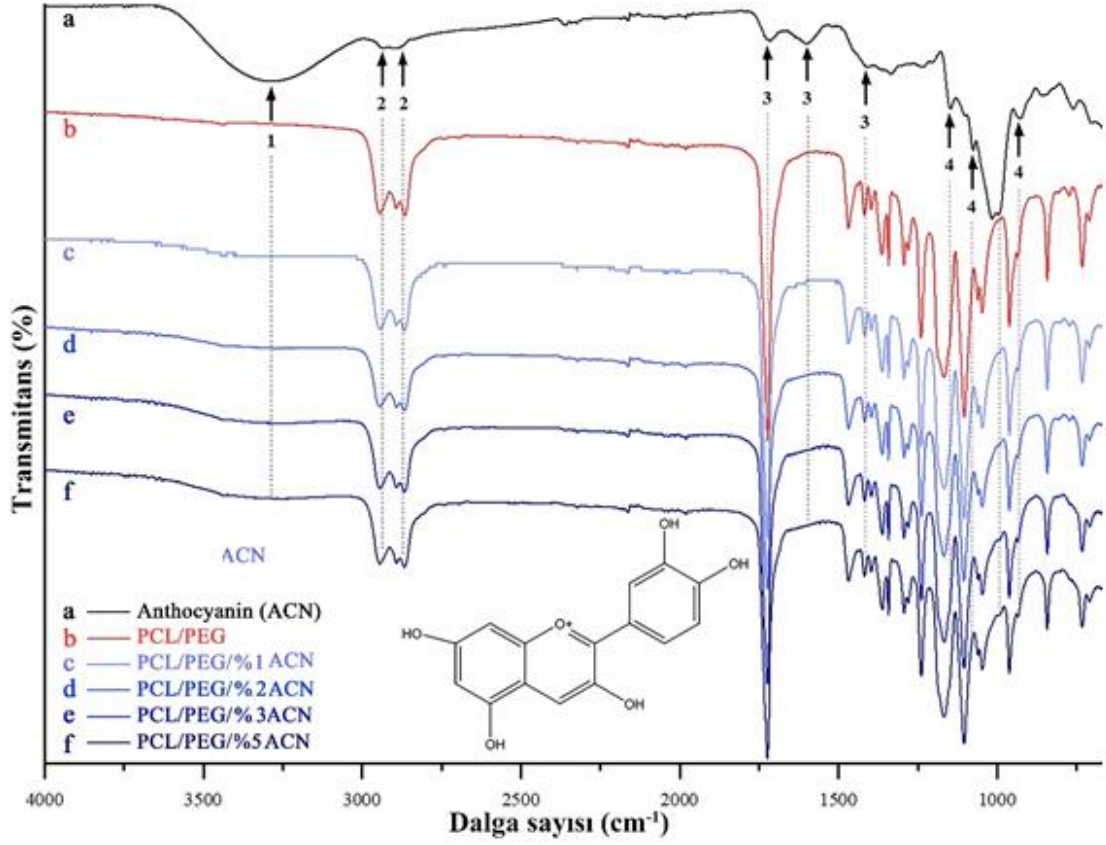
Peak No	(PCL)	
	Dalga Boyu (cm <sup>-1</sup> )	Kimyasal bağ
1	2941	Asimetrik CH <sub>2</sub> germe
2	2868	Simetrik CH <sub>2</sub> germe
3	1292	C-O ve C-C germe
4	1239	Asimetrik COC germe
5	1161	OC-O germe

(PEG)		
6	2874	CH germe
7	1093	C-O germe
8	960	CH <sub>2</sub> germe

ACN ve PCL/PEG/ACN nanoliflerinin FTIR spektrumları, Şekil 4.5 ve Çizelge 4.6’da verilmiştir. Özellikle ACN, 3100-3400 cm<sup>-1</sup> (OH germe), 3000-2800 cm<sup>-1</sup> (C-H germe içinde aromatik halka), 1800-1600 cm<sup>-1</sup> (aromatik halkada C=C gerilme), 1200-900 cm<sup>-1</sup> (C-O-C) ve 675-870 cm<sup>-1</sup> (C-H aromatik) (Coates, 2006; Wahyuningsih ve diğerleri, 2017). Bu bant aralıkları, karbon-karbon bağları yoluyla diğer aromatik halkalar tarafından bağlanmanın yanı sıra oksijen içeren heterosiklik halkaları bağlayan aromatik halkalara sahip ACN yapılarıyla yakından ilişkilidir (Jing ve diğerleri, 2008). FTIR spektrumu, boyarmaddenin ACN’ye işaret eden hidroksi, alkan ve aromatik gruplara sahip olduğunu göstermiştir. 3284, 2892 ve 1016 cm<sup>-1</sup>’deki pikler, ACN’nin karakteristik pikleridir.

PCL, PEG ve ACN için karakteristik pikler, nanolifli yüzeylerde ayrı ayrı tespit edilmiştir. Bu pikler, yapıdaki ACN'nin varlığını göstermektedir.



Şekil 4.5. (a)ACN, (b) PCL/PEG, (c) PCL/PEG/ACN(%1), (d) PCL/PEG/ACN(%2), (e) PCL/PEG/ACN(%3) ve (f) PCL/PEG/ACN (%5) FTIR spektrumları

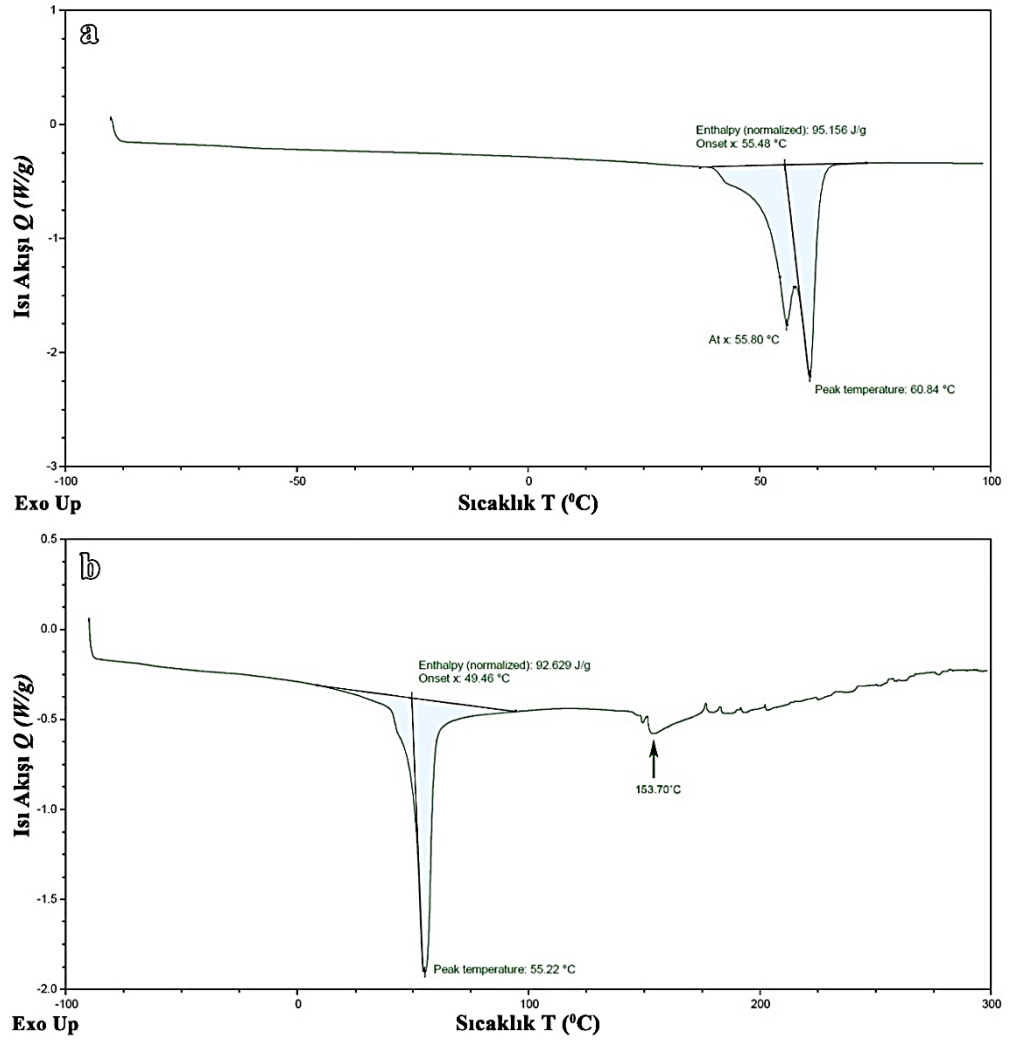
Çizelge 4.6. ACN FTIR spektrumu

Pik No	Dalga Boyu (cm <sup>-1</sup> )	ACN Kimyasal Bağ
1	3284	O-H germe
2	2934-28921	CH alifatik yapı germe
3	1716, 1602, 1405	C=C- aromatik halka yapı germe
4	1147, 1076, 1016, 927	C-O-C germe

#### 4.2.5. Nanoliflerin termal analizi

PCL/PEG ve PCL/PEG/ACN nanoliflerinin termal özellikleri, DSC analizleri ile araştırılmış ve sonuçlar Şekil 4.6'da verilmiştir. Şekil 4.6a'ya göre, PCL/PEG nanolifleri için PCL ve PEG'nin erime noktası litaretürle uyumlu olarak sırasıyla 55,80°C ve 60,84°C olarak belirlenmiştir (Luo ve diğerleri, 2016).

Şekil 4.6.b'ye bakıldığında, ACN'nin erime noktası 153,7°C'de gözlemlenmiştir. ACN ilavesi ile polimerlerin termal özelliklerinin etkilendiği görülmektedir. Bu etki iki şekilde açıklanabilir. Birincisi, bağlanmamış suyun polimer matrisinden buharlaşması ve hidrojen bağlarını kırması ile ilişkilendirilebilir. ACN'nin yapısında FTIR analizi yardımıyla tespit edilen hidroksil grupları (OH bağları) bulunmaktadır ve bu gruplar nem tutarak yapı içerisinde bağlanmamış su molekülleri içerebilmektedir. DSC analizi esnasında sıcaklığın artışıyla birlikte buharlaşan su molekülleri polimerlerin hidrojen bağlarını kırarak ısıl kararlılıklarında bir azalmaya ve buna bağlı olarak erime sıcaklıklarında değişime neden olabilir (Dehcheshmeh ve Fathi, 2019). İkincisi, ACN'nin yapısı içerisinde bulunan hidroksil grupları ile polimerler arasında transesterleşme tepkimeleri gerçekleşebilir ve bu tepkime polimerlerin ısıl kararlılığında azalmaya neden olabilir (Hacaloğlu, 2018).



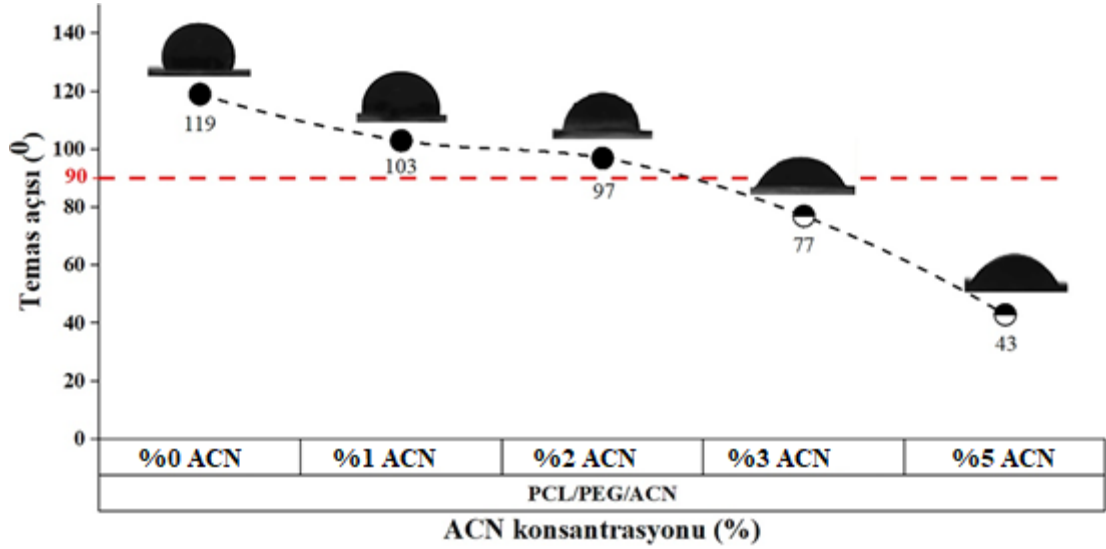
**Şekil 4.6.** (a) PCL/PEG ve (b) PCL/PEG/ACN DSC grafikleri

#### 4.2.6. Nanoliflerin ıslanabilirlik analizi

Nanolif içeren pH indikatörü, sıvılarla etkileşime girdiği için ıslanabilir olmalıdır. Bir malzemenin ıslanabilirliği, temas açısı ölçümleri ile belirlenebilir. 90°'nin üzerindeki temas açısı değerleri, hidrofobik bir karaktere işaret etmektedir (Yuan ve diğerleri, 2013). Temas açısı değerleri, suda çözünür bileşenlerin yanı sıra numunelerin yüzey özelliklerinden etkilenmektedir. Numunelerin yüzey pürüzlülüğü, nanoliflerin düzeni, gözenekliliği ve gözenek boyutu da temas açısı değerleri üzerinde etkilidir (Samyn, 2013; Feng ve diğerleri, 2002; Huang ve diğerleri, 2010).

PCL/PEG ve PCL/PEG/ACN nanoliflerinin ıslanabilirlik özellikleri, temas açısı ölçümleri ile araştırılmış ve sonuçlar Şekil 4.7'de verilmiştir. Bu çalışmada, PCL'nin

hidrofobik yapısı, suda çözünür PEG polimerinin eklenmesiyle değiştirilmiştir. PCL/PEG numunesine ACN eklenmesi ile birlikte temas açıları azalma görülmüştür. Ayrıca artan ACN ilavesi ile birlikte nanoliflerin temas açısı değerleri azalmaya devam etmiştir. Yapı içerisine ACN eklenmesi lif çaplarını ve morfolojilerini de etkilemektedir. Bu nedenle temas açılarındaki azalma hem eklenen maddelere hem de yüzey özelliklerine bağlı olarak değişmektedir.



Şekil 4.7. PCL/PEG ve PCL/PEG/ACN nanolifli yüzeylerin temas açıları

#### 4.2.7. Nanoliflerin farklı pH değerlerine sahip çözeltilere karşı renk değişimlerinin analizi

ACN'ler, farklı pH değerlerine sahip çözeltilere karşı hassas şekilde renk değiştiren kimyasal yapılara sahiptir. Genel olarak düşük pH değerlerinde (pH:2) pembe-kırmızı renk görülürken, yüksek pH değerlerinde (pH:3-10) mavi-mor ve sarıya dönüşmektedir (Pourjavaheer ve diğerleri, 2017).

Hazırlanan farklı pH değerlerine (pH:2, 4, 6, 8 ve 10) sahip çözeltiler, PCL/PEG ve PCL/PEG/ACN nanolifli yüzeylerin üzerine damlatılarak renk değişimleri hem görsel hem de spektroskopik olarak değerlendirilmiştir. Görsel değerlendirmede, nanolifli yüzeylerin fotoğrafları çekilmiş ve sonuçlar Çizelge 4.7'de verilmiştir. Düşük pH değerlerinde (pH:2) kırmızı renk, yüksek pH değerlerinde (pH:10) mavi-mor renk görülmüş ve ara pH değerlerinde bu iki renk arasındaki geçiş tonları fark edilmiştir. Sonuç olarak, görsel analizler ile %2 ve %3 ACN'li PCL/PEG nanolifli yüzeylerin pH



2'den pH 8'e olan pH deęişikliklerini tespit etmek için en uygun halokromik sensör olduęu görülmüştür.



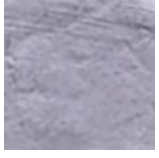
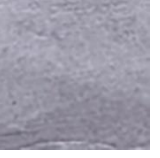
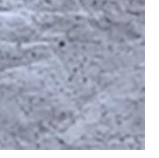
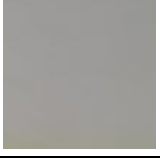
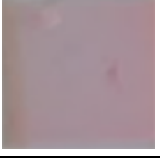



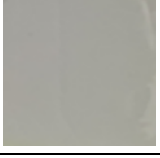
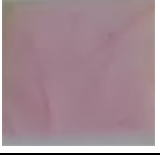
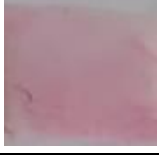


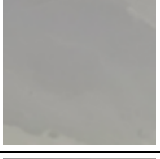
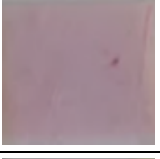
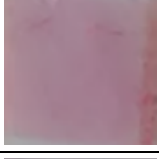

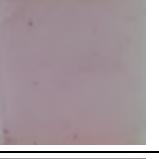
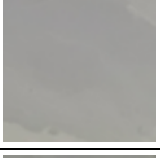
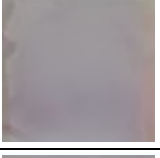

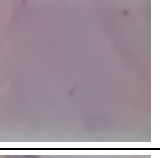
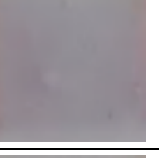


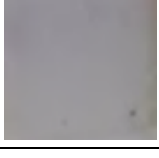

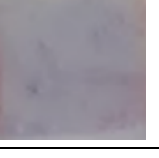
Spektroskopik deęerlendirmede, hazırlanan farklı pH deęerlerine (pH:2, 4, 6, 8 ve 10) sahip çözeltiler PCL/PEG ve PCL/PEG/ACN nanolifli yüzeylerin üzerine damlatılmış ve daha sonra spektrofotometre cihazı yardımıyla bu yüzeylerin renk deęerleri ( $L^*$ ,  $a^*$ ,  $b^*$  ve  $\Delta E$ ) kaydedilmiştir. Renk deęerleri sonuçları, Şekil 4.8'de verilmiştir. Renk parametreleri arasında toplam renk farkı ( $\Delta E$ ), en önemlilerinden biri olarak kabul edilmektedir. Literatüre göre, 1'in altındaki  $\Delta E$  deęerleri için gözlemci renk farkını algılayamaz; 1 ile 2 arasındaki deęerler için sadece eğitimli gözlemciler farkı tespit edebilir; 2 ile 3,5 arasındaki deęerler için deneyimsiz gözlemciler de renk farkını algıyabilir; 3,5 ile 5 arasındaki deęerler için renk farkı belirgindir. 5'ten büyük  $\Delta E$  deęerleri için ise gözlemci iki farklı renk algılamaktadır (Silva ve dięerleri, 2019). PCL/PEG ve PCL/PEG/ACN katkılı nanolifli yüzeyler, farklı pH deęerlerine sahip çözeltiler ile temas ettirildikten sonra tüm renk deęerlerinde ( $L^*$ ,  $a^*$ ,  $b^*$  ve  $\Delta E$ ) dikkat çekici farklılıklar gözlemlenmemiştir. Tüm yüzeylerin  $\Delta E$  deęerinin 5'ten büyük olması, renk farklılıklarının çıplak gözle kolayca görülebileceğini göstermektedir.

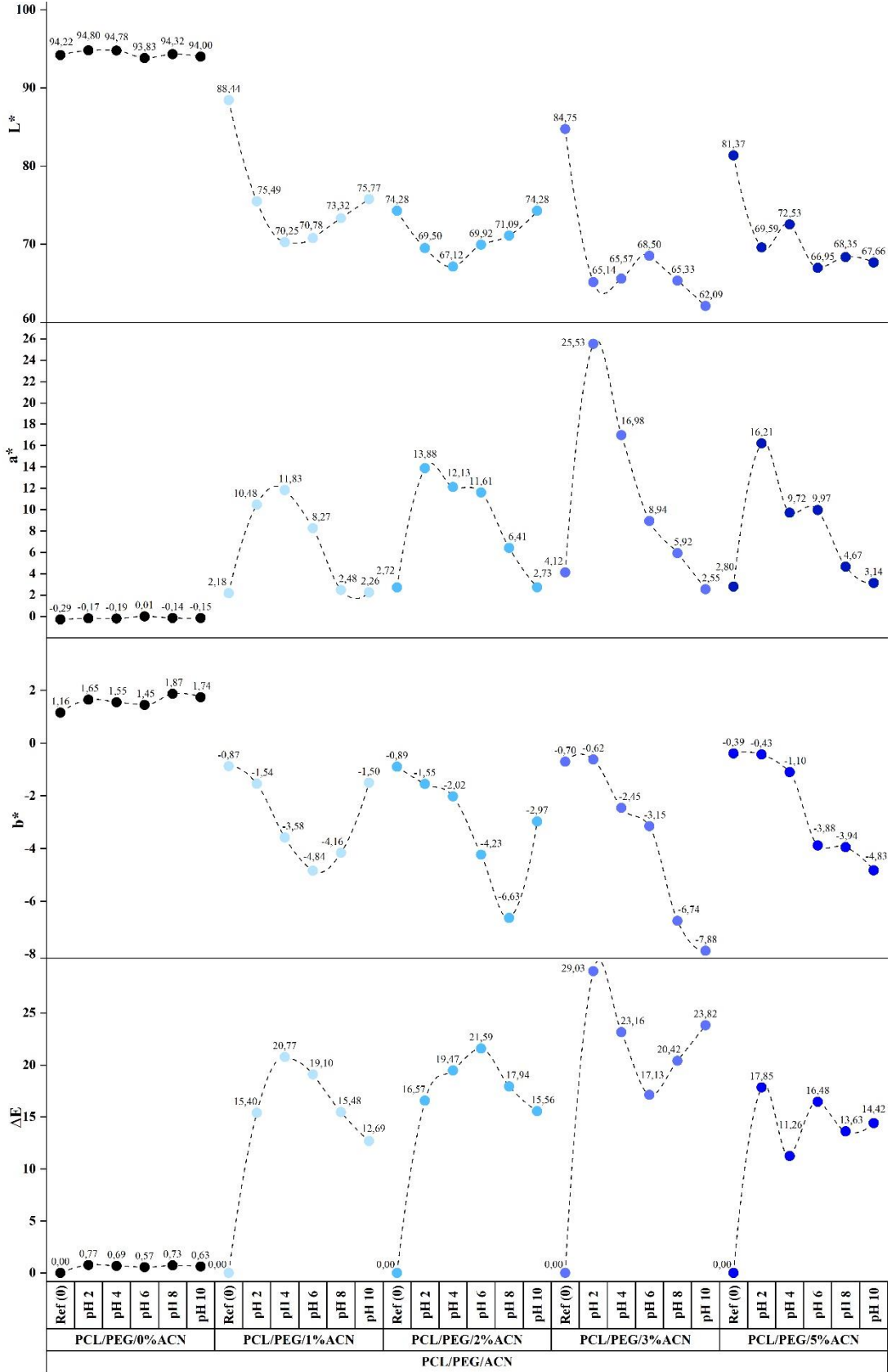
$L^*$  deęerleri incelendiğinde, PCL/PEG referans alınarak artan ACN konsantrasyonuna baęlı olarak daha koyu renkler elde edilmiş ve  $L^*$  deęerleri doğal ve orantılı olarak 94,22'den 81,37'ye düşmüştür. Aynı zamanda, çözeltilerle temastan sonra artan pH deęerleri,  $L^*$  deęerlerinde daha fazla düşüşe neden olmuştur.

Referans ile karşılaştırıldığında, PCL/PEG nanolifli yüzeylere ACN eklendikten sonra  $a^*$  deęerleri -0,29'dan 2,80'e yükselmiştir. Artan ACN konsantrasyonuna baęlı olarak  $a^*$  deęerlerinde de bir artma eğilimi görülmüştür. Pozitif (+a) deęerleri, renk uzayında rengin kırmızı tarafa doğru kaydığı anlamına gelmektedir. Daha sonra artan pH deęerleri,  $a^*$  deęerlerinde gözle görülür ve karakteristik bir farklılığa neden olmuştur.

ACN eklendikten sonra  $b^*$  deęerleri 1,16'dan -0,39'a düşmüştür. Bu deęerler, boyarmaddenin doğası gereęi artan ACN konsantrasyonu ile azalan bir eğilim göstermiştir. Negatif (-b) deęerleri, renk uzayında rengin mavi tarafa doğru kaydığı anlamına gelmektedir. Aynı zamanda artan pH deęerleri,  $b^*$  deęerlerinde belirgin bir deęişime neden olmuştur.

**Çizelge 4.7.** Farklı pH değerlerine sahip çözeltilere karşı nanolifli yüzeylerin renk değişimleri

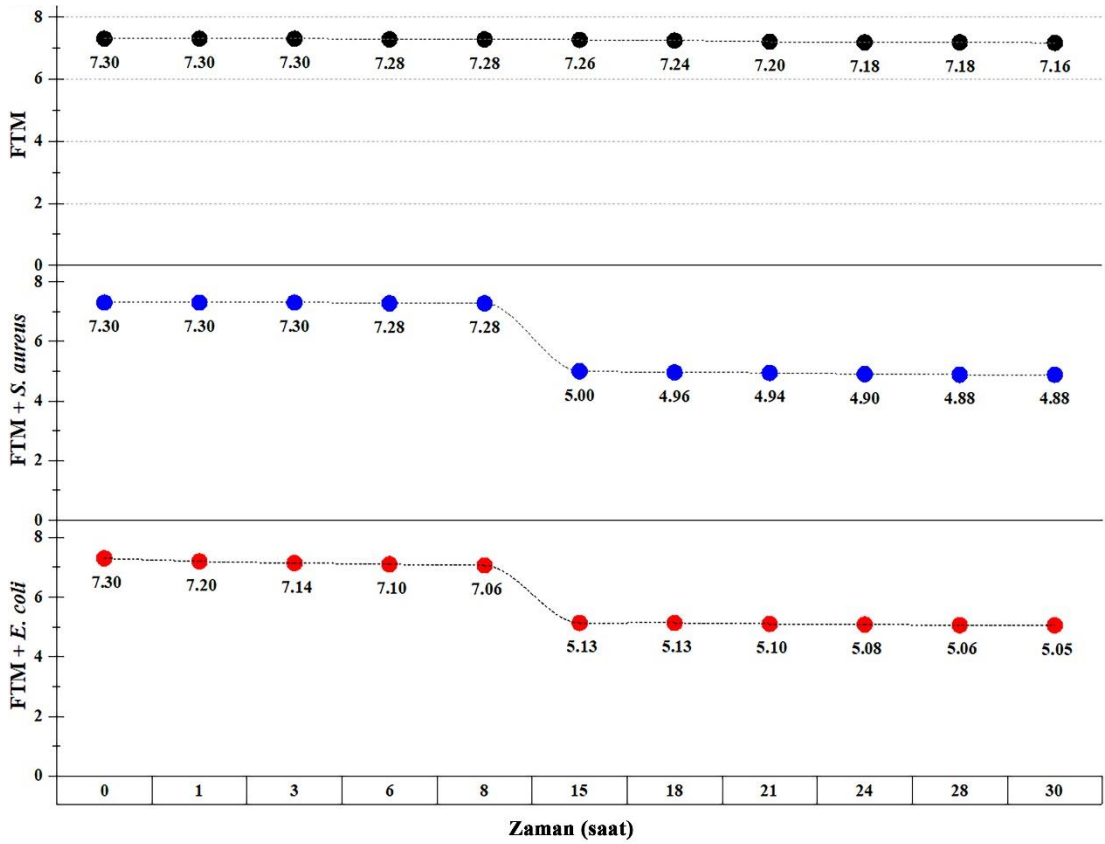
Numune pH	PCL/PEG	PCL/PEG/ACN			
		%1 ACN	%2 ACN	%3 ACN	%5 ACN
<b>Referans (0)</b>					
<b>2</b>					
<b>4</b>					
<b>6</b>					
<b>8</b>					
<b>10</b>					



Şekil 4.8. Farklı pH değerlerine sahip çözeltilere karşı nanolifli yüzeylerin renk değerleri

#### 4.2.8. Nanoliflerin bakteri çözeltilerine karşı renk değişimlerinin analizi

Nanolifli yüzeylerin hem gram negatif (*E. coli*) hem de gram pozitif (*S. aureus*) bakterilerine karşı göstermiş olduğu renk değişiklikleri ve pH tepkileri test edilmiştir. İlk olarak, her iki bakteri için hazırlanan çözeltilerin pH değişimleri, Şekil 4.9’da verilmiştir. Burada negatif kontrol olarak FTM’nin pH değişimleri kullanılmıştır. Her iki bakteri türü için 15 saat sonra yapılan ölçümlerde, pH değerlerinin sırasıyla 7,30 değerinden 5,00 ve 5,13 değerlerine keskin düşüşler sergilediği tespit edilmiştir. Bu azalmalar, besiyeri içerisinde yoğun bakteri üremeleri olduğunu göstermektedir.

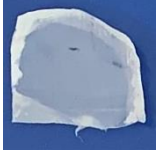


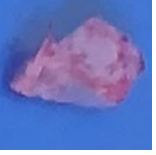








Şekil 4.9. Bakteri üremelerine bağlı olarak çözelti pH değişimleri

Nanolifli yüzeylerin bakteri çözeltileri ile temasından sonra, numune kontaminasyonu nedeniyle nanolifli yüzeylerin renk değişimleri yalnızca görsel olarak incelenmiş ve örnek görüntüler Çizelge 4.8’de verilmiştir. İlk olarak, PCL/PEG nanolifli yüzeyleri sırasıyla pH 4,90 değerine sahip *S. aureus* bakteri çözeltisi ve pH 5,08 değerine sahip *E. coli* bakteri çözeltisi ile temas ettirildikten sonra çıplak gözle renk farkı görülmemiştir. Bununla birlikte, PCL/PEG referans olarak alınarak görsel renk değişiklikleri

karşılaştırıldığında ACN katkısı PCL/PEG nanolifli yüzeylerde görsel açıdan renk farklılığı yaratmıştır. Referans beyaz renk, artan ACN konsantrasyonuna bağlı olarak açık kırmızı-pembemsi bir renge dönüşmüştür. Bu sonuçlar, Çizelge 4.8’de 4.10’daki görsel analizlerle uyumluluk göstermektedir. Sonuçlar, %2 ve 3 ACN katkılı nanolifli yüzeylerin 24 saat sonra bakteri üremesini tespit etmek için en uygun sensör olduğu kanıtlanmıştır.

**Çizelge 4.8.** Bakteri üremelerine bağlı olarak nanolifli yüzeylerin renk değişimleri

Numune pH	PCL/PEG	PCL/PEG/ACN			
		%1 ACN	%2 ACN	%3 ACN	%5 ACN
4,90 ( <i>S. aureus</i> )					
5,08 ( <i>E.coli</i> )					

## 5. SONUÇ

Bu çalışmanın amacı, biyosensör amaçlı kullanılmak üzere elektro çekim yöntemi ile ACN katkılı nanolifli yüzeyler üretmek ve farklı pH değerlerine sahip çözeltilere (pH:2, 4, 6, 8 ve 10) karşı yüzeylerin renk değişimlerini incelemektir. Ayrıca elde edilen ACN katkılı nanolifli yüzeylerin bakteriyel ortamlarda ortamın değişen pH değerlerine karşı sergilediği renk değişimleri ve verdiği tepkileri de gözlemlemektir. Çalışma kapsamında elde edilen sonuçlar aşağıda verilmiştir.

**PAN ve PAN/ACN katkılı nanolifli yüzeyler:** ACN katkılı PAN nanolifli yüzeyler ACN katkısının polimer çözeltisi içerisine katılabildiğini ve elektro çekim yöntemi ile nanolifler üretilbildiğini göstermiştir. ACN katkısı ile çözelti viskozitesinde artış gözlenmiştir. Viskozitedeki bu artış lif çaplarının artmasına neden olmuştur. Ayrıca polimer çözeltisi içerisine ACN eklemesi ile çözeltinin pH değerinde bir düşüş görülmüştür. Bu düşüş ACN ekstraksiyonu ile ilişkilidir.

**PCL/PEG ve PCL/PEG/ACN katkılı nanolifli yüzeyler:** Bu çalışmada, polimer olarak biyoyumlu ve biyobozunur yapısından dolayı PCL polimeri kullanılmıştır ve PCL polimerinin özelliklerine katkı sağlaması amacıyla PEG polimeri seçilmiştir. Farklı ACN konsantrasyonları denenerek nanolifli yüzeylerin üretilbileceği optimum ACN konsantrasyonu tespit edilmiştir. ACN katkılı nanolifli yüzeylerin farklı pH değerlerine (pH:2, 4, 6, 8 ve 10) sahip çözeltilere karşı gösterdikleri renk değişimleri spektrofotometre ile ölçülmüştür. Ayrıca nanolifli yüzeyler farklı bakteriyel ortamlara maruz bırakılarak pH değişimine karşı verdikleri yanıtlar görsel renk değişimi olarak gözlemlenmiştir. Yapılan diğer analizlerle birlikte tüm sonuçlar şu şekilde özetlenebilir:

- ACN ilavesi ile birim hacim başına düşen PCL/PEG polimer konsantrasyonundaki düşüş nedeniyle çözelti viskoziteleri azalmıştır.
- ACN'nin asidik yapısından dolayı ACN ilavesi ile çözeltilerin pH değerleri düşmüştür.
- SEM görüntüleri incelendiğinde, ACN eklenmiş nanolifli yüzeylerin elektro çekim yöntemi ile üretilbileceği görülmektedir.
- Yapı içerisine ACN eklenmesi ile birlikte lif çaplarında düşüş görülmüştür. Ancak, artan ACN konsantrasyonu ile birlikte lif çapları artmıştır. Ayrıca artan ACN

konsantrasyonlarının nanolifli yüzeyler üzerinde partiküller oluşturduğu gözlenmiştir ve en çok partükül %5 ACN katkıli nanolifli yüzeylerde görülmüştür.

- EDS ve FTIR sonuçları, ACN'nin nanolif yapısı içerisine katıldığını doğrulamıştır. ACN ilavesi, PCL/PEG nanoliflerin termal özelliklerini etkilemiş ve polimerlerin erime noktalarında kaymaya sebep olmuştur.

- Nanolifli yüzeyler, ACN ilavesi ile hidrofilik hale gelmiş ve temas açılarında düşüş gözlenmiştir. pH değişimlerine bağlı olarak nanolifli yüzeylerdeki renk değişimleri, hem gözle hem de spektroskopik yöntemlerle izlenmiştir. pH 2'den pH 10'a doğru gidildikçe, kırmızıdan maviye renk değişimi görülmüştür. Sonuçlar, bu çalışma için maksimum çalışma konsantrasyonunun %3 ACN katkıli nanolifli yüzey olduğunu göstermiştir. Şaşırtıcı bir şekilde sensör, daha düşük konsantrasyonlarda (%1 ve %2) pH değişikliklerine daha iyi yanıt vermiştir. ACN eklenmiş nanolifli yüzeylerin bakteri çözeltilerine karşı göstermiş oldukları renk değişimleri ve pH tepkileri %2 ve %3 ACN katkıli PCL/PEG nanolifli yüzeylerin 24 saat sonra bakteri üremesini tespit etmede en yetenekli sensör olduğunu göstermiştir.

Tüm sonuçlar değerlendirildiğinde, PCL/PEG nanolif yapısına eklenecek maksimum ACN miktarının %3 olduğu tespit edilmiş ve ACN katkıli PCL/PEG nanolifli yüzeylerin gelecekteki uygulamalar için umut verici olduğu görülmüştür.

## KAYNAKLAR

- Aghaei, Z., Emadzadeh, B., Ghorani, B., & Kadkhodae, R. (2018). Cellulose acetate nanofibres containing alizarin as a halochromic sensor for the qualitative assessment of rainbow trout fish spoilage. *Food and bioprocess technology*, 11(5), 1087-1095. <https://doi.org/10.1007/s11947-017-2046-5>
- Ahn, Y. C., Park, S. K., Kim, G. T., Hwang, Y. J., Lee, C. G., Shin, H. S., & Lee, J. K. (2006). Development of high efficiency nanofilters made of nanofibers. *Current Applied Physics*, 6(6), 1030-1035. <https://doi.org/10.1016/j.cap.2005.07.013>.
- Asmatulu, R., & Waseem, S. (2018). *Synthesis and applications of electrospun nanofibers*.(s. 28) United Kingdom: Elsevier.
- Ayutsede, J., Gandhi, M., Sukigara, S., Micklus, M., Chen, H. E., & Ko, F. (2005). Regeneration of Bombyx mori silk by electrospinning. Part 3: characterization of electrospun nonwoven mat. *Polymer*, 46(5), 1625-1634. <https://doi.org/10.1016/j.polymer.2004.11.029>
- Babapoor, A., Karimi, G., Golestaneh, S. I., & Mezjin, M. A. (2017). Coaxial electrospun PEG/PA6 composite fibers: fabrication and characterization. *Applied Thermal Engineering*, 118, 398-407. <https://doi.org/10.1016/j.applthermaleng.2017.02.119>
- Bamfield, P. (2010). *Chromic phenomena: technological applications of colour chemistry*. (s. 96-114) United Kingdom: Royal Society of Chemistry. <https://doi.org/10.1039/9781849731034>
- Becerril, R., Nerín, C., & Silva, F. (2021). Bring some colour to your package: Freshness indicators based on anthocyanin extracts. *Trends in Food Science & Technology*, 111, 495-505. <https://doi.org/10.1016/j.tifs.2021.02.042>
- Bera, B. (2016). Literature review on electrospinning process (a fascinating fiber fabrication technique). *Imperial Journal of Interdisciplinary Research (IJIR)*, 2(8), 972-984.
- Bhardwaj, N., & Kundu, S. C. (2010). Electrospinning: a fascinating fiber fabrication technique. *Biotechnology advances*, 28(3), 325-347. <https://doi.org/10.1016/j.biotechadv.2010.01.004>
- Chae, D. W., & Kim, B. C. (2006). Effects of zinc oxide nanoparticles on the physical properties of polyacrylonitrile. *Journal of applied polymer science*, 99(4), 1854-1858. <https://doi.org/10.1002/app.22533>
- Chowdhury, M. A., Joshi, M., & Butola, B. S. (2014). Photochromic and thermochromic colorants in textile applications. *Journal of Engineered Fibers and Fabrics*, 9(1), 155892501400900113. <https://doi.org/10.1177/155892501400900113>



Coates, J. (2000). Interpretation of infrared spectra, A practical approach. *Encyclopedia of Analytical Chemistry*, 1–23. <https://doi.org/10.1002/9780470027318.a5606>

D'souza, A. A., & Shegokar, R. (2016). Polyethylene glycol (PEG): a versatile polymer for pharmaceutical applications. *Expert opinion on drug delivery*, 13(9), 1257-1275. <https://doi.org/10.1080/17425247.2016.1182485>

da Silva, C. K., da Silveira Mastrantonio, D. J., Costa, J. A. V., & de Morais, M. G. (2019). Innovative pH sensors developed from ultrafine fibers containing açai (Euterpe oleracea) extract. *Food chemistry*, 294, 397-404. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2019.05.059>

Dawson, T. L. (2010). Changing colours: now you see them, now you don't. *Coloration Technology*, 126(4), 177-188. <https://doi.org/10.1111/j.1478-4408.2010.00247.x>

Dehcheshmeh, M. A., & Fathi, M. (2019). Production of core-shell nanofibers from zein and tragacanth for encapsulation of saffron extract. *International journal of biological macromolecules*, 122, 272-279. <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2018.10.176>

Devarayan, K., & Kim, B. S. (2015). Reversible and universal pH sensing cellulose nanofibers for health monitor. *Sensors and Actuators B: Chemical*, 209, 281-286. <https://doi.org/10.1016/j.snb.2014.11.120>

Dincer, K., & Ahmet, K. (2019). Elektrospun Metodu İle Üretilen ZnO Nano Partikül Katkılı PAN Nanofiberlerin Isıl İletkenliğinin ve Eelektriksel İletkenliklerinin İncelenmesi. *Selcuk University Journal of Engineering Sciences*, 18(2), 84-98. <https://sutod.selcuk.edu.tr/sutod/article/view/471>

Duan, M., Yu, S., Sun, J., Jiang, H., Zhao, J., Tong, C., ... & Wu, C. (2021). Development and characterization of electrospun nanofibers based on pullulan/chitin nanofibers containing curcumin and anthocyanins for active-intelligent food packaging. *International Journal of Biological Macromolecules*, 187, 332-340. <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2021.07.140>

Feng, L., Li, S., Li, H., Zhai, J., Song, Y., Jiang, L., & Zhu, D. (2002). Super-hydrophobic surface of aligned polyacrylonitrile nanofibers. *Angewandte Chemie International Edition*, 41(7), 1221-1223. [https://doi.org/10.1002/1521-3773\(20020402\)41:7<1221::AID-ANIE1221>3.0.CO;2-G](https://doi.org/10.1002/1521-3773(20020402)41:7<1221::AID-ANIE1221>3.0.CO;2-G)

Frenot, A., & Chronakis, I. S. (2003). Polymer nanofibers assembled by electrospinning. *Current opinion in colloid & interface science*, 8(1), 64-75. [https://doi.org/10.1016/S1359-0294\(03\)00004-9](https://doi.org/10.1016/S1359-0294(03)00004-9)

Ghasemi-Mobarakeh, L., Prabhakaran, M. P., Morshed, M., Nasr-Esfahani, M. H., & Ramakrishna, S. (2010). Bio-functionalized PCL nanofibrous scaffolds for nerve tissue engineering. *Materials Science and Engineering: C*, 30(8), 1129-1136. <https://doi.org/10.1016/j.msec.2010.06.004>

Golmohammadi Rostami, S., Sorayani Bafqi, M. S., Bagherzadeh, R., Latifi, M., & Gorji, M. (2015). Multi-layer electrospun nanofiber mats with chemical agent sensor function. *Journal of Industrial Textiles*, 45(3), 467-480. <https://doi.org/10.1177/1528083715601507>

Greiner, A., & Wendorff, J. H. (2007). Electrospinning: a fascinating method for the preparation of ultrathin fibers. *Angewandte Chemie International Edition*, 46(30), 5670-5703. <https://doi.org/10.1002/anie.200604646>

Hacaloğlu, J. (2018). *Polikaprolakton Kompozitlerinin Hazırlanması ve Karakterizasyonu*, (Rapor No. KBAG Proje 116Z100). Ankara:TÜBİTAK, <https://search.trdizin.gov.tr/yayin/detay/618510/polikaprolakton-kompozitlerinin-hazirlanmasi-ve-karakterizasyonu>

Haghi, A. K., & Akbari, M. (2007). Trends in electrospinning of natural nanofibers. *physica status solidi (a)*, 204(6), 1830-1834. <https://doi.org/10.1002/pssa.200675301>

Haider, A., Haider, S., & Kang, I. K. (2018). A comprehensive review summarizing the effect of electrospinning parameters and potential applications of nanofibers in biomedical and biotechnology. *Arabian Journal of Chemistry*, 11(8), 1165-1188. <https://doi.org/10.1016/j.arabjc.2015.11.015>

<https://tekstilbilgi.net/tekstil-lifinin-tanimi-ve-yapisi.html>, Erişim Tarihi:25.11.2022  
KONU: Tekstil Lifinin Tanımı

<https://tr.wikipedia.org/wiki/Renk>, Erişim Tarihi:25.11.2022 KONU: Renk

Huang, F. L., Wang, Q. Q., Wei, Q. F., Gao, W. D., Shou, H. Y., & Jiang, S. D. (2010). Dynamic wettability and contact angles of poly (vinylidene fluoride) nanofiber membranes grafted with acrylic acid. *Express Polymer Letters*, 4(9). <https://doi.org/10.3144/expresspolymlett.2010.69>

Islam, M. S., Ang, B. C., Andriyana, A., & Afifi, A. M. (2019). A review on fabrication of nanofibers via electrospinning and their applications. *SN Applied Sciences*, 1(10), 1-16. <https://doi.org/10.1007/s42452-019-1288-4>

Jing, P., Bomser, J. A., Schwartz, S. J., He, J., Magnuson, B. A., & Giusti, M. M. (2008). Structure– function relationships of anthocyanins from various anthocyanin-rich extracts on the inhibition of colon cancer cell growth. *Journal of agricultural and food chemistry*, 56(20), 9391-9398. <https://doi.org/10.1021/jf8005917>

Jovanska, L., Chiu, C. H., Yeh, Y. C., Chiang, W. D., Hsieh, C. C., & Wang, R. (2022). Development of a PCL-PEO double network colorimetric pH sensor using electrospun fibers containing Hibiscus rosa sinensis extract and silver nanoparticles for food monitoring. *Food Chemistry*, 368, 130813. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2021.130813>

- Kancheva, M., Toncheva, A., Paneva, D., Manolova, N., Rashkov, I., & Markova, N. (2017). Materials from nanosized ZnO and polyacrylonitrile: Properties depending on the design of fibers (electrospinning or electrospinning/electrospraying). *Journal of Inorganic and Organometallic Polymers and Materials*, 27(4), 912-922. <https://doi.org/10.1007/s10904-017-0536-6>
- KELEŞ, Y. (2015). Antosiyanin pigmentlerin biyokimyası ve analizi. *Türk Bilimsel Derlemeler Dergisi*, (1), 19-25. <http://dergipark.gov.tr/derleme/issue/35094/389320>
- Keskin, M., Setlek, P., & Demir, S. (2017, Kasım). Renk ölçüm sistemlerinin gıda bilimleri ve tarımda kullanım alanları. *In International Advanced Researches & Engineering Congress* (pp. 16-18), Osmaniye, Türkiye.
- Khenoussi, N., Schacher, L., & Adolphe, D. C. (2012). Nanofiber production: study and development of electrospinning device. *Experimental Techniques*, 36(2), 32-39. <https://doi.org/10.1111/j.1747-1567.2011.00704.x>
- Kim, B. S., & Kim, I. S. (2011). Recent nanofiber technologies. *Polymer Reviews*, 51(3), 235-238. <https://doi.org/10.1080/15583724.2011.599507>
- Kocatepe, D., & Turan, H. (2018). Su Ürünleri İşleme Teknolojisinde Kullanımı Yasal Olan Gıda Katkı Maddelerinin Değerlendirilmesi. *International Journal of Eastern Mediterranean Agricultural Research*, 1(1), 78-95. <https://dergipark.org.tr/pub/ijemar/issue/36219/344935>
- Koski, A., Yim, K., & Shivkumar, S. J. M. L. (2004). Effect of molecular weight on fibrous PVA produced by electrospinning. *Materials Letters*, 58(3-4), 493-497. [https://doi.org/10.1016/S0167-577X\(03\)00532-9](https://doi.org/10.1016/S0167-577X(03)00532-9)
- Kurt, M., Bal, B. T., & Bal, C. (2016). Actual methods of color measurement: a systematic review. *Turkiye Klinikleri J Dental Sci*, 22(2), 130-146. <https://doi.org/10.5336/dentalsci.2015-46150>
- Labet, M., & Thielemans, W. (2009). Synthesis of polycaprolactone: a review. *Chemical society reviews*, 38(12), 3484-3504. <https://doi.org/10.1039/b820162p>
- Laffont, L., Monthieux, M., Serin, V., Mathur, R. B., Guimon, C., & Guimon, M. F. (2004). An EELS study of the structural and chemical transformation of PAN polymer to solid carbon. *Carbon*, 42(12-13), 2485-2494. <https://doi.org/10.1016/j.carbon.2004.04.043>
- Li, W., Sun, W., Jia, L., Dong, Y., Wu, L., Saldaña, M. D., & Sun, W. (2022). Poly-l-lactic acid (PLLA)/anthocyanin nanofiber color indicator film for headspace detection of low-level bacterial concentration. *International Journal of Biological Macromolecules*. <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2022.06.034>

Li, Z., & Wang, C. (2013). *One-dimensional nanostructures: electrospinning technique and unique nanofibers* (pp. 15-29). New York Dordrecht London: Springer Berlin Heidelberg.

Lim, C. T. (2017). Nanofiber technology: current status and emerging developments. *Progress in polymer science*, 70, 1-17.  
<https://doi.org/10.1016/j.progpolymsci.2017.03.002>

Lin, J. (2000). Recent development and applications of optical and fiber-optic pH sensors. *TrAC Trends in Analytical Chemistry*, 19(9), 541-552.  
[https://doi.org/10.1016/S0165-9936\(00\)00034-0](https://doi.org/10.1016/S0165-9936(00)00034-0)

Luo, C., Chen, W., & Gao, Y. (2016). Fractional crystallization behavior of PCL and PEG in blends. *Polymer Science Series A*, 58(2), 196-205.  
<https://doi.org/10.1134/S0965545X16020139>

Luo, X., & Lim, L. T. (2020). Curcumin-loaded electrospun nonwoven as a colorimetric indicator for volatile amines. *Lwt*, 128, 109493.  
<https://doi.org/10.1016/j.lwt.2020.109493>

Maftoonazad, N., & Ramaswamy, H. (2019). Design and testing of an electrospun nanofiber mat as a pH biosensor and monitor the pH associated quality in fresh date fruit (Rutab). *Polymer Testing*, 75, 76-84.  
<https://doi.org/10.1016/j.polymertesting.2019.01.011>

Megelski, S., Stephens, J. S., Chase, D. B., & Rabolt, J. F. (2002). Micro-and nanostructured surface morphology on electrospun polymer fibers. *Macromolecules*, 35(22), 8456-8466. <https://doi.org/10.1021/ma020444a>

Min, K., Kim, S., & Kim, S. (2018). Silk protein nanofibers for highly efficient, eco-friendly, optically translucent, and multifunctional air filters. *Scientific reports*, 8(1), 1-10. <https://doi.org/10.1038/s41598-018-27917-w>

Mit-uppatham, C., Nithitanakul, M., & Supaphol, P. (2004). Ultrafine electrospun polyamide-6 fibers: effect of solution conditions on morphology and average fiber diameter. *Macromolecular Chemistry and Physics*, 205(17), 2327-2338.  
<https://doi.org/10.1002/macp.200400225>

Mohamed, R. M., & Yusoh, K. (2016). A review on the recent research of polycaprolactone (PCL). *Advanced materials research*, 1134, 249-255.  
<https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/amr.1134.249>

Nasirian, D., Salahshoori, I., Sadeghi, M., Rashidi, N., & Hassanzadeganroudsari, M. (2020). Investigation of the gas permeability properties from polysulfone/polyethylene glycol composite membrane. *Polymer Bulletin*, 77(10), 5529-5552.  
<https://doi.org/10.1007/s00289-019-03031-3>

- Nath, V. A., Vijayakumar, R., Leena, M. M., Moses, J. A., & Anandharamakrishnan, C. (2022). Co-electrospun-electrosprayed ethyl cellulose-gelatin nanocomposite pH-sensitive membrane for food quality applications. *Food Chemistry*, 394, 133420. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2022.133420>
- Pakolpakçıl, A., Karaca, E., & Becerir, B. (2018, December). Investigation of a natural pH-indicator dye for nanofibrous wound dressings. In *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering* (Vol. 460, No. 1, p. 012020). IOP Publishing. <https://doi.org/10.1088/1757-899X/460/1/012020>
- Pan, N., Qin, J., Feng, P., Li, Z., & Song, B. (2019). Color-changing smart fibrous materials for naked eye real-time monitoring of wound pH. *Journal of Materials Chemistry B*, 7(16), 2626-2633. <https://doi.org/10.1039/c9tb00195f>
- Polat, H. H. (2012). Grafik Tasarım Sürecinde Kullanılan Aygıtların Renk Modelleri. *İdil Sanat ve Dil Dergisi*, 1(03), 116-127. <https://doi.org/10.7816/idil-01-03-08>
- Pourjavaher, S., Almasi, H., Meshkini, S., Pirsá, S., & Parandi, E. (2017). Development of a colorimetric pH indicator based on bacterial cellulose nanofibers and red cabbage (*Brassica oleracea*) extract. *Carbohydrate Polymers*, 156, 193-201. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2016.09.027>
- Prietto, L., Pinto, V. Z., El Halal, S. L. M., de Morais, M. G., Costa, J. A. V., Lim, L. T., ... & Zavareze, E. D. R. (2018). Ultrafine fibers of zein and anthocyanins as natural pH indicator. *Journal of the Science of Food and Agriculture*, 98(7), 2735-2741. <https://doi.org/10.1002/j>
- Rahaman, M. S. A., Ismail, A. F., & Mustafa, A. (2007). A review of heat treatment on polyacrylonitrile fiber. *Polymer degradation and Stability*, 92(8), 1421-1432. <https://doi.org/10.1016/j.polymdegradstab.2007.03.023>
- Ramakrishna, S. (2005). *An introduction to electrospinning and nanofibers*. Singapore: World scientific.
- Ray, S. S., & Bousmina, M. (2005). Biodegradable polymers and their layered silicate nanocomposites: in greening the 21st century materials world. *Progress in materials science*, 50(8), 962-1079. doi:10.1016/j.pmatsci.2005.05.002
- Roy, S., & Rhim, J. W. (2021). Anthocyanin food colorant and its application in pH-responsive color change indicator films. *Critical Reviews in Food Science and Nutrition*, 61(14), 2297-2325. <https://doi.org/10.1080/10408398.2020.1776211>
- Samyn, P. (2013). Wetting and hydrophobic modification of cellulose surfaces for paper applications. *Journal of Materials Science*, 48(19), 6455-6498. <https://doi.org/10.1007/s10853-013-7519-y>

- Schoeller, J., Itef, F., Wuertz-Kozak, K., Fortunato, G., & Rossi, R. M. (2022). pH-responsive electrospun nanofibers and their applications. *Polymer Reviews*, 62(2), 351-399. <https://doi.org/10.1080/15583724.2021.1939372>
- Sill, T. J., & Von Recum, H. A. (2008). Electrospinning: applications in drug delivery and tissue engineering. *Biomaterials*, 29(13), 1989-2006. <https://doi.org/10.1016/j.biomaterials.2008.01.011>
- Steyaert, I., Vancoillie, G., Hoogenboom, R., & De Clerck, K. (2015). Dye immobilization in halochromic nanofibers through blend electrospinning of a dye-containing copolymer and polyamide-6. *Polymer Chemistry*, 6(14), 2685-2694. <https://doi.org/10.1039/c5py00060b>
- Stridsberg, K. M., Ryner, M., & Albertsson, A. C. (2002). Controlled ring-opening polymerization: polymers with designed macromolecular architecture. *Degradable aliphatic polyesters*, 41-65. doi: 10.1007/3-540-45734-8\_2
- Subbiah, T., Bhat, G. S., Tock, R. W., Parameswaran, S., & Ramkumar, S. S. (2005). Electrospinning of nanofibers. *Journal of applied polymer science*, 96(2), 557-569. <https://doi.org/10.1002/app.21481>
- Terra, A. L. M., Moreira, J. B., Costa, J. A. V., & de Moraes, M. G. (2021). Development of time-pH indicator nanofibers from natural pigments: An emerging processing technology to monitor the quality of foods. *LWT*, 142, 111020. <https://doi.org/10.1016/j.lwt.2021.111020>
- Thenmozhi, S., Dharmaraj, N., Kadirvelu, K., & Kim, H. Y. (2017). Electrospun nanofibers: New generation materials for advanced applications. *Materials Science and Engineering: B*, 217, 36-48. <https://doi.org/10.1016/j.mseb.2017.01.001>
- Thomas, A., Müller, S. S., & Frey, H. (2014). Beyond poly (ethylene glycol): linear polyglycerol as a multifunctional polyether for biomedical and pharmaceutical applications. *Biomacromolecules*, 15(6), 1935-1954. <https://doi.org/10.1021/bm5002608>
- Üren, A. (1999). Üç Boyutlu Renk Ölçme Sistemleri. *Gıda*, 24(3) pp. 193–200. <https://dergipark.org.tr/en/pub/gida/issue/6877/92070>
- Üstündağ, G. C. (2009). *Elektrospinning yöntemi ile biyomedikal kullanıma yönelik nanolif yüzey üretimi ve uygulaması* (Yüksek Lisans Tezi, Bursa Uludağ Üniversitesi)
- Van der Schueren, L., & De Clerck, K. (2012). Coloration and application of pH-sensitive dyes on textile materials. *Coloration Technology*, 128(2), 82-90. <https://doi.org/10.1111/j.1478-4408.2011.00361.x>
- Wahyuningsih, S., Wulandari, L., Wartono, M. W., Munawaroh, H., & Ramelan, A. H. (2017, April). The effect of pH and color stability of anthocyanin on food colorant. In

*IOP conference series: Materials science and engineering* (Vol. 193, No. 1, p. 012047). IOP Publishing. <https://doi.org/10.1088/1757-899X/193/1/012047>

Wang, X., Zhao, H., Turng, L. S., & Li, Q. (2013). Crystalline morphology of electrospun poly ( $\epsilon$ -caprolactone)(PCL) nanofibers. *Industrial & Engineering Chemistry Research*, 52(13), 4939-4949. <https://doi.org/10.1021/ie302185e>

Woodruff, M. A., & Hutmacher, D. W. (2010). The return of a forgotten polymer—Polycaprolactone in the 21st century. *Progress in polymer science*, 35(10), 1217-1256. <https://doi.org/10.1016/j.progpolymsci.2010.04.002>

Wrolstad, R. E. (2004). Anthocyanin pigments—Bioactivity and coloring properties. *Journal of Food Science*, 69(5), C419-C425. <https://doi.org/10.1111/j.1365-2621.2004.tb10709.x>

Yuan, X., Zhang, Y., Dong, C., & Sheng, J. (2004). Morphology of ultrafine polysulfone fibers prepared by electrospinning. *Polymer international*, 53(11), 1704-1710. <https://doi.org/10.1002/pi.1538>

Yuan, Y., & Lee, T. R. (2013). Contact angle and wetting properties. In *Surface science techniques* (pp. 3-34). Springer, Berlin, Heidelberg. <https://doi.org/10.1007/978-3-642-34243-1>

Zargham, S., Bazgir, S., Tavakoli, A., Rashidi, A. S., & Damerchely, R. (2012). The effect of flow rate on morphology and deposition area of electrospun nylon 6 nanofiber. *Journal of Engineered Fibers and Fabrics*, 7(4), 155892501200700414. <https://doi.org/10.1177/155892501200700414>

## ÖZGEÇMİŞ

Adı Soyadı : Nihal GÜÇLÜ  
Doğum Yeri ve Tarihi : Kocaeli, Türkiye, 28/03/1991  
Yabancı Dil : İngilizce

Eğitim Durumu (Kurum ve Yıl)  
Lise : Kocaeli, Atatürk Anadolu Lisesi (2005-2009)  
Lisans : Atatürk Üniversitesi Mühendislik Fakültesi,  
Kimya Mühendisliği (2009-2015)  
Yüksek Lisans : Uludağ Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü,  
Polimer Malzemeler (2020-2022)

Çalıştığı Kurum/Kurumlar ve Yıl : Vem İlaç Sanayi ve Ticaret A.Ş. (2017-2019)  
: Turkuaz Tekstil Dış Ticaret Ltd. Şti. (2020)

İletişim (e-posta) : nihalkale1991@gmail.com

Yayın : Güçlü N, Düzyer Gebizli Ş., Orhan M. *“Influence of Polymer Solution Properties on the Electrospinning of Halochromic Dye Added PAN Nanofibers”*, 3rd International Conference on Applied Engineering and Natural Sciences (ICENS 2022), July 20-23, 2022, Konya, Turkey.