

## Niştayla Konsolidasyon Yöntemiyle Dikalsiyum Silikat Esaslı Doku İskelesi Üretim ve Karakterizasyonu

Gülsüm AYDIN<sup>1</sup>, Fatma Nur PARIN<sup>2</sup>, Kenan YILDIRIM<sup>2</sup>, Ayşe KALEMTAŞ<sup>3\*</sup>

<sup>1</sup>Selçuk Üniversitesi, Fen Fakültesi, Biyoteknoloji Bölümü, Konya.

<sup>2</sup>Bursa Teknik Üniversitesi, Mühendislik ve Doğa Bilimleri Fakültesi, Lif ve Polimer Mühendisliği Bölümü, Bursa.

<sup>3</sup>Bursa Teknik Üniversitesi, Doğa Bilimleri, Mimarlık ve Mühendislik Fakültesi, Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Bölümü, Bursa.

e-posta: ayse.kalemtas@btu.edu.tr

Geliş Tarihi: 26.08.2019; Kabul Tarihi: 12.09.2019

### Öz

#### Anahtar kelimeler

Kalsiyum silikat; Müllit;  
Doku iskelesi;  
Niştayla  
konsolidasyon;  
Gözenekli seramik.

Bu çalışmada dikalsiyum silikat esaslı doku iskelesi üretimi yumurta kabukları, silika ve kaolenin niştayla döküm yöntemiyle şekillendirilmesi ve ardından da yüksek sıcaklıklarda sinterlenmesiyle gerçekleştirilmiştir. Sinterleme işlemi 1150°C ve 1200°C'de 1,5 saat süreyle gerçekleştirilmiştir. XRD ile gerçekleştirilen analizler sonucunda yapıda larnite (dikalsiyum silikat, Ca<sub>2</sub>SiO<sub>4</sub>) fazının oluştuğu saptanmıştır. SEM ile gerçekleştirilen içyapı incelemelerinde niştaya tanelerinin yapıdan uzaklaşması sonucu yapıda nispeten büyük gözeneklerin (5–20 µm) oluştuğu, birincil partiküller arasında ise sinterleme sürecinde oldukça ince (≤ 1 µm) gözeneklerin oluştuğu saptanmıştır. Yapıda yoğunlaşmanın sıvı faz sinterlemesiyle gerçekleştiği belirlenmiştir.

## Production and Characterization of Dicalcium Silicate Based Tissue Scaffolds via Starch Consolidation Method

### Abstract

**Keywords**  
Calcium silicate;  
Mullite; Tissue scaffold;  
Niştayla  
konsolidasyon; Porous  
ceramic.

In this study, dicalcium silicate based tissue scaffolds were produced via using egg shells, silica and kaolin. Starch consolidation technique was used for the shaping process. Sintering studies were carried out at 1150°C and 1200°C for 1.5 hours. Phases analysis by using XRD revealed that larnite (dicalcium silicate, Ca<sub>2</sub>SiO<sub>4</sub>) phase was formed in the samples. Microstructure analysis via using scanning electron microscopes showed that there are two types of porosity in the samples. Relatively big pores (5–20 µm) were formed in the structure while the starch particles were burned out during the sintering process. On the other hand, very fine pores (≤ 1 µm) were formed between the primary particles. It was determined that densification of the scaffolds were achieved via liquid phase sintering process.

© Afyon Kocatepe Üniversitesi

### 1. Giriş

Son yıllarda vücudun zarar gören ya da işlevini yitiren parçalarının onarımını ve bu parçaların işlevlerini yerine getirmelerini sağlamak amacıyla yeniden yapılandırılması için çeşitli kompozit biyoseramik doku iskeleleri üretimi konusunda yoğun çalışmalar yapılmaktadır. İnorganik ve inert yapıdaki seramikler yüksek sertlik ve basma dayanımı, yalıtkanlık ve estetik görünüme sahip

olma gibi önemli avantajlara sahiptir. Aynı zamanda biyoseramikler vücut dokuları ile çok iyi uyum göstermektedir. Ancak seramikler kırılabilir olup toklukları da oldukça düşüktür. Kalsiyum silikat yaygın kullanıma sahip olan bir biyoseramik malzemedir ancak mekanik özellikleri yeterince iyi değildir. Bu nedenle bu çalışmada dikalsiyum silikat–müllit kompozit doku iskeleleri üretilecektir.

Son yıllarda kalsiyum silikat seramikler sahip olduđu iyi biyoaktivite nedeniyle kemik ikame biyomalzemesi olarak kullanılmak için aday bir malzeme olarak düşünölmektedir. (Parirokh, Torabinejad, & Dummer, 2018; Yazođlu, 2010) Yapılan *in vivo* ve *in vitro* çalıřmalar, kalsiyum silikat seramik malzemesinin simüle vücut sıvısında (SBF) kemik benzeri apatit tabaka oluşumu ve canlı kemik dokusuna kimyasal olarak entegre olduğunu göstermektedir. Mekanik özellikleri geliřtirmek için kalsiyum silikat kaplı titanyum alařımı da plazma püskürtme yöntemiyle geliřtirilmiřtir. Yakın zamanda, nanoboyutlu kalsiyum silikat partikülü sentezlenmiř ve *in vitro* çalıřmada biyoaktivitesi kanıtlanmıřtır. *In vitro* ve *in vivo* çalıřmalar kalsiyum silikatın biyoaktivitesinin ana sebebinin kalsiyum silikatın vücut sıvısına maruz kaldığında yüzeyinde Si-OH oluştuđunu açığa çikarmıřtır. Kalsiyum silikat, Ca<sup>2+</sup> katyonlarının araya girmesiyle modifiye kovalent bađlı silika ađından oluşan bir zincir silikat mineralidir. Bu zayıf bađ, hidrojen iyonlarının deđiřiminden kaynaklanan Si-OH oluşumu ile sonuçlanır.

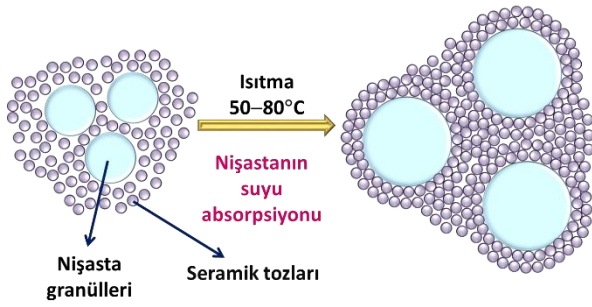
Kalsiyum silikat esaslı biyoseramikler, yeni kemik oluşumunu sergileyen önemli metabolik olaylarda rol oynaması ve hidroksiapatitle kıyaslanacak üstün biyoaktivitesi sebebiyle kemik doku yenilenmesinde potansiyel kullanım alanına sahip kapsamlı çalıřmalar mevcuttur. Cümlelerin anlam düşüklüđünün düzeltilmesi gerekiyor. (Goudouri, Balasubramanian, & Boccaccini, 2016) Kalsiyum silikat seramiklerinin SBF'ye batırılmasının daldırılmasının ardından yüzeyinde bir HA tabakasının oluştuđu kanıtlanmıřtır ve aynı zamanda *in vitro* ve *in vivo* ortamlarda biyobozunur ve biyouyumludur. (Chatzistavrou, Kontonasaki, Paraskevopoulos, Koidis, & Boccaccini, 2013) Gözenekli CaSiO<sub>3</sub> seramikler, gözenek yapıcılar olarak organik katkıların kullanımını içeren çeřitli yöntemlerle üretilmektedir.

Kalsiyum silikat çimentolar, dentin yerine biyomalzeme olarak pulpa kaplaması, pulpotomi, kök perforasyon onarımı, rezorptif kusurlar, ortograd veya retrograd kök kanal dolgusunda da kullanılabilen alternatif bir biyomalzemedir.

(Marković, Ćetenović, Vuković, Jokanović, & Marković, 2016; Rani et al., 2019)

Bu çalıřmada dikalsiyum silikat esaslı doku iskelelerinin üretimi için niřastayla konsolidasyon yöntemi kullanılacaktır. Bu yöntem hem ekonomik, hem de kolay uygulanabilen, karmařık geometrilerde üretime imkan tanıyan (silinecek) ve yüksek gözenek içeriđine sahip malzemelerin üretilmesine imkan sađlayan bir yöntemdir.

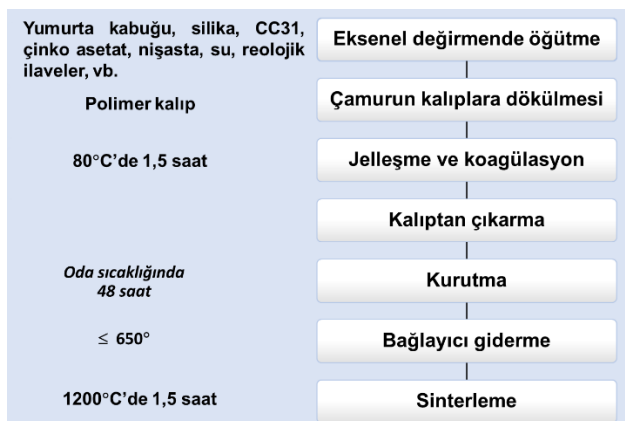
Niřastayla konsolidasyon yönteminde bileřimde kullanılan niřasta miktarını arttırarak numunenin gözenek miktarını arttırmak da mümkündür. Bu durumda da niřasta sistemde řekillendirmeyi sađlayan bileřen olarak görev yaparken aynı zamanda da gözenek oluřturucu olarak da bir iřlev üstlenmektedir. Niřastayla konsolidasyon yöntemi farklı geometrilere sahip numunelerin üretilebilmesi için oldukça elverişli ve son yıllarda özellikle üzerinde çok sayıda çalıřmanın yapıldığı bir řekillendirme yöntemidir. (Bowden & Rippey, 2002; Chen et al., 2019; Chen, Xu, Cui, Zhang, & Zhan, 2018; Gong, Wang, Cheng, Zhang, & Zhang, 2014; Kanlai, Wasanapiarnpong, Wiratphinthu, & Serivalsatit, 2018; Talou & Camerucci, 2015) Bu yöntemde niřastanın gözenek oluřturucu olarak kullanılmasının yanı sıra jelleřtirme özelliđinden de faydalanılmaktadır. Deđiřen miktarlarda niřasta içeren seramik çamurlar kullanılan niřastanın türü ve özelliklerine bađlı olarak farklı sıcaklıklarda (50–80°C) jelleřme özelliđi göstermektedir. Niřasta taneleri suyla temasla geçtiğinde ve gerekli sıcaklık sađlandığında niřasta taneleri řişerek yapıda çok daha fazla yer kaplar (řekil 1). Niřastanın suyu absorblaması ve řişmesi sonucunda çamur içerisindeki su miktarı hızla azalır ve seramik taneler birbirine çok daha fazla yaklařır ve katı bir seramik bünye oluşumu bu mekanizmayla sađlanır. Niřastanın türüne bađlı olarak su absorblama kabiliyeti de önemli oranda deđiřkenlik gösterir. (Gregorová & Pabst, 2007; Lyckfeldt & Ferreira, 1998)



**Şekil 1.** Niştayla konsolidasyon yöntemiyle şekillendirme sürecine ait şematik gösterim.

## 2. Materyal ve Yöntem

Dikalsiyum silikat bu çalışmada ticari olarak satın alınmamıştır. Yumurta kabukları ve silika kullanılarak kalsinasyon yöntemiyle sentezlenmiştir. Yerel ticari bir firmadan temin edilen yumurta kabukları titiz bir şekilde yıkanıp, zarları üzerlerinden ayrıldıktan sonra etüvde kurutularak kullanıma hazır hale getirilmiştir. Müllit seramiği de ticari olarak satın alınmamıştır. Müllit sentezinin dikalsiyum silikat sentezi ile eş zamanlı ve sistemde kendiliğinden oluşması tasarlanmıştır. Bu amaçla CC31 ticari kaoleni kullanılmıştır. Çinko katkılı dikalsiyum silikat-müllit kompozitlerini üretmek amacıyla yumurta kabuğu, silika, CC31 ve çinko asetat kullanılmıştır. Aynı şekilde çinko katkısız numuneler de üretilmiştir. Bu çalışmada gözenekli doku iskelesi üretim sürecinde izlenen basamaklar kısaca Şekil 2’de özetlenmektedir.



**Şekil 2.** Gözenekli doku iskelesi üretim sürecinde izlenen basamaklar

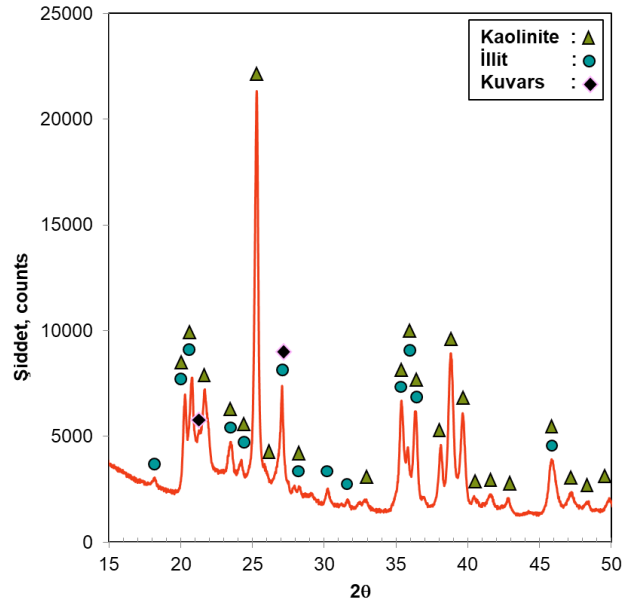
Bu çalışmada faz analizleri toz formda numuneler hazırlanarak Bruker marka D8 model XRD cihazı ile Cu-K $\alpha$  radyasyonu ( $\lambda=1.5406\text{Å}$ ) kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Mikroyapı incelemeleri Carl

Zeiss/Gemini 300 taramalı elektron mikroskobu (SEM) kullanılarak gerçekleştirilmiştir. UV incelemeleri Shimadzu-UV 3800 marka UV-VIS-NIR cihazında 200-2500 nm dalga boyu aralığında gerçekleştirilmiştir. Her bir ölçüm üç kez tekrar edilmiştir. Malzemelerin IR spektrumu Thermo Nicolet iS50 model ATR-FTIR spektrofotometresi kullanılarak elde edilmiştir. ATR kristali üzerine yerleştirilen numunelerin tam olarak temas etmesi sağlandıktan sonra 4000-400  $\text{cm}^{-1}$  dalga boyu aralığında ve 4  $\text{cm}^{-1}$  çözünürlükte analizler gerçekleştirilmiştir. Her bir ölçüm üç kez tekrar edilmiştir.

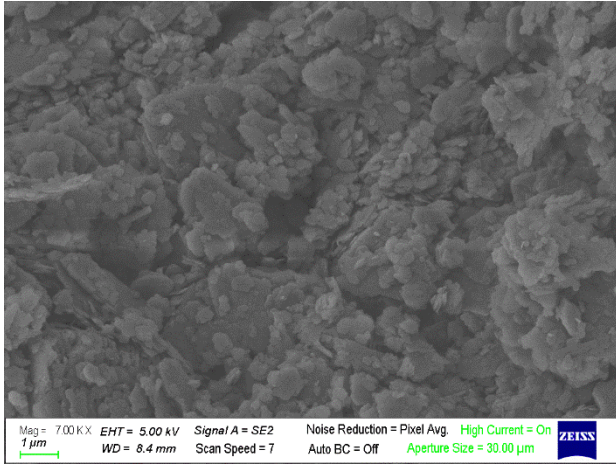
Dikalsiyum silikat tozlarının *Staphylococcus aureus* (ATCC 25923) ve *Escherichia coli* (ATCC 25922) bakterilerine karşı antibakteriyel aktiviteleri test edilmiştir. Tozlar (dikalsiyum silikat ve çinko asetat katkılı dikalsiyum silikat) iki 2 mg ağırlığında tartıldıktan sonra otoklavda sterilize edilmiş ve daha sonra üzerlerine birer ml bakteri kültürü ( $10^7$  kob/ml) ilave edilmiştir. Bakteri kültürleri tozlarla birlikte 6 saat, 37°C’de çalkalamalı olarak inkübe edilmiştir. İçerisine toz eklenmeyen 1 ml bakteri kültürü de aynı koşullarda inkübe edilmiş ve kontrol olarak kullanılmıştır. İnkübasyon tamamlandıktan sonra bakteri kültürlerinden yüzer mikrolitre alınarak Nutrient Agar plaklarına yayma yöntemiyle ekim yapılmıştır. Plaklar 37°C’de 16 saat inkübe edildikten sonra üreyen bakteri miktarı kontrol plaklarındaki ile karşılaştırılarak üretilen tozların bakteri gelişimini inhibe edici etkileri değerlendirilmiştir.

## 3. Bulgular

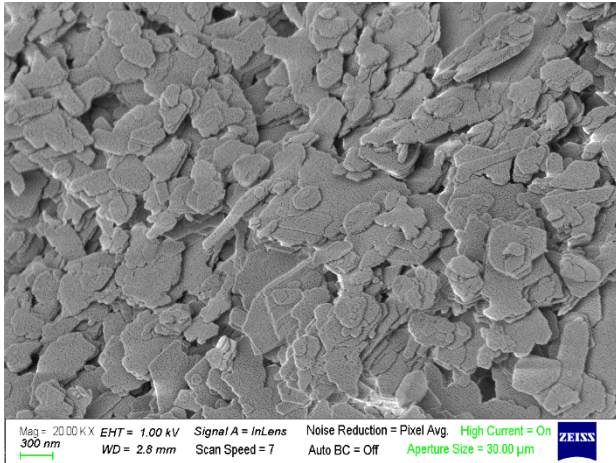
Kullanılan CC31 ticari kaolenine ait XRD  $\text{h-k-l}$  faz analizi sonucu ve SEM görüntüleri Şekil 3’de verilmektedir. CC31 kaoleninde safsızlık olarak bir miktar serbest kuvars ve illit fazlarının bulunduğu belirlenmiştir. SEM incelemeleri CC31’in ince bir tane boyutuna ve tabakalı bir yapıya sahip olduğunu göstermiştir (Şekil 2-b ve c).



(a)



(b)

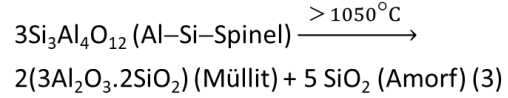
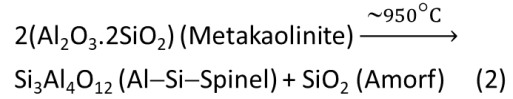
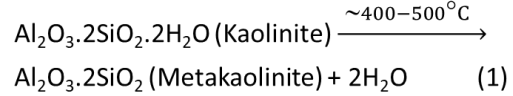


(c)

Şekil 3. CC31 kaolenine ait (a) XRD analiz sonucu, (b) 7 kX ve (c) 20 kX büyütmeledeki SEM görüntüleri

Kaolenin yüksek sıcaklıklarda ısıl işleme maruz kaldığında içerisinde barındırdığı safsızlıkların türü,

miktarı, tane boyutu gibi çeşitli değişkenlere bağlı olarak 1000°C'nin üzerindeki sıcaklıklarda müllite dönüştüğü bilinmektedir. Kaolenden başlayıp uygulanan ısıl işleme bağlı olarak müllit oluşumuyla sonuçlanan reaksiyon serisi aşağıda verilmektedir:

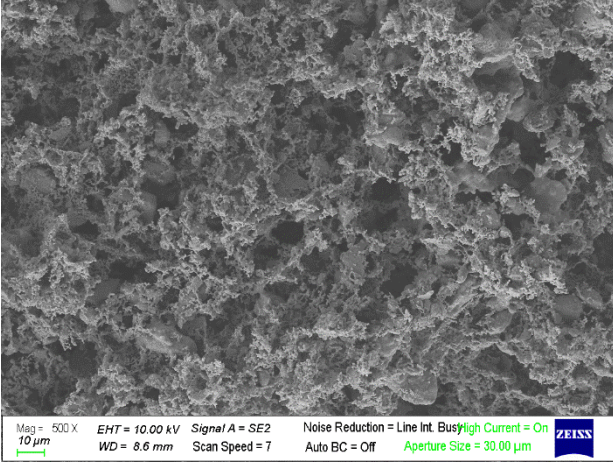


Nişastayla konsolidasyon yöntemiyle şekillendirilen ve kalıptan çıkarılmış olan yaş ilk doku iskelelerine ait makroskobik görünüm Şekil 4'de sunulmaktadır. Altıgen formda üretilen numunelerin kalınlığı da yaklaşık 2 cm'dir. Numuneler kalıptan ilk çıkarıldıklarında herhangi bir çatlak veya benzeri sorunlarının olmadığı gözlemlenirken, oda koşullarında ve kontrolsüz nem ortamında kurutulma süreçlerinde numunelerde daha sonra çatlaklar oluştuğu belirlenmiştir. Bu nedenle süreç optimizasyonuna ihtiyaç duyulduğu belirlenmiştir.

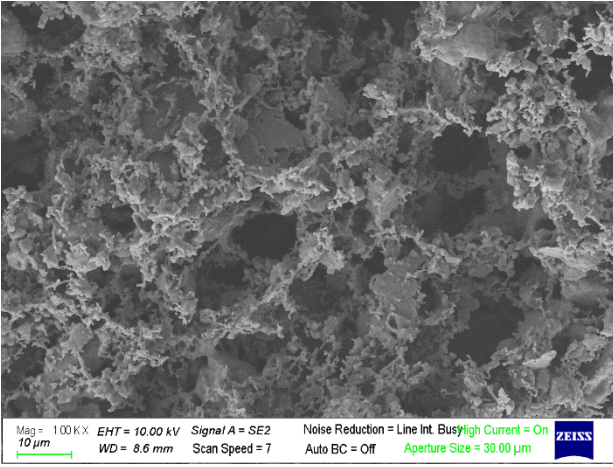


Şekil 4. Nişastayla konsolidasyon yöntemiyle hazırlanan yaş seramik bünyeler

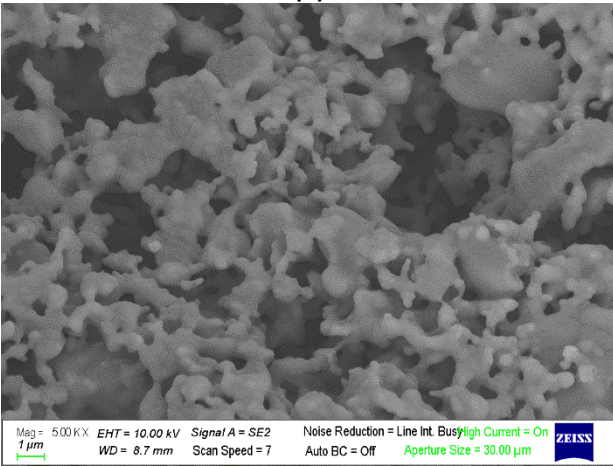
Nişastayla döküm yöntemiyle hazırlanan ve 1200°C'de 1,5 saat süreyle sinterlenen numunelerin kırık yüzeyleri elektron mikroskopuyla incelendiğinde oldukça gözenekli bir yapıya sahip olduğu belirlenmiştir (Şekil 5). Sinterleme sürecinde nişastaların yanarak uzaklaşması ile yapıda 5–20 µm arasında değişen büyük gözeneklerin oluştuğu belirlenmiştir. Ayrıca birincil partiküller arasında çok daha küçük ( $\leq 1 \mu\text{m}$ ) gözeneklerin oluştuğu belirlenmiştir. Kırık yüzey SEM incelemeleri sırasında yapıda belirgin oranda sıvı faz bulunduğu ve doku iskelesinde yoğunlaşmanın sıvı faz sinterlemesiyle gerçekleştiği gözlemlenmiştir.



(a)



(b)

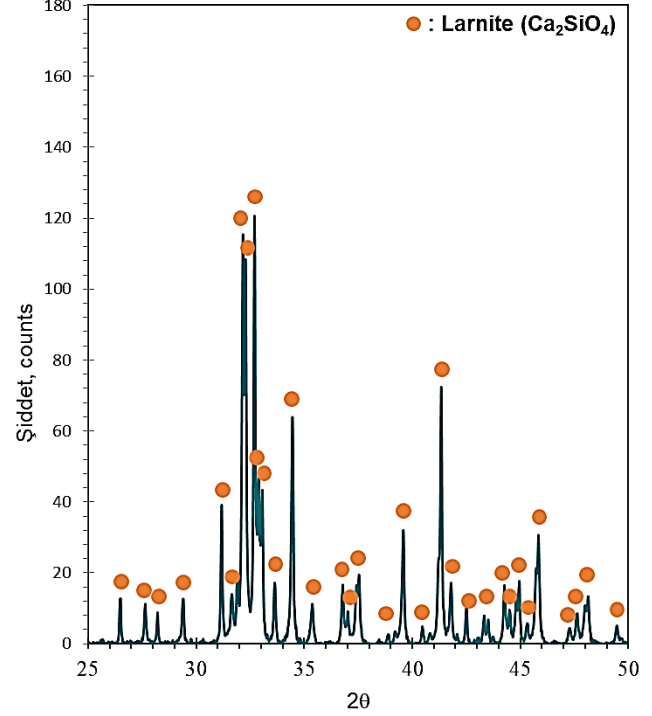


(c)

**Şekil 5.** 1200°C’de 1,5 saat süreyle atmosfer koşullarında sinterlenerek üretilen gözenekli doku iskelesine ait kırık yüzey görüntüleri. (a) 500X, (b) 1000X ve (c) 5000X büyütmelerdeki içyapı.

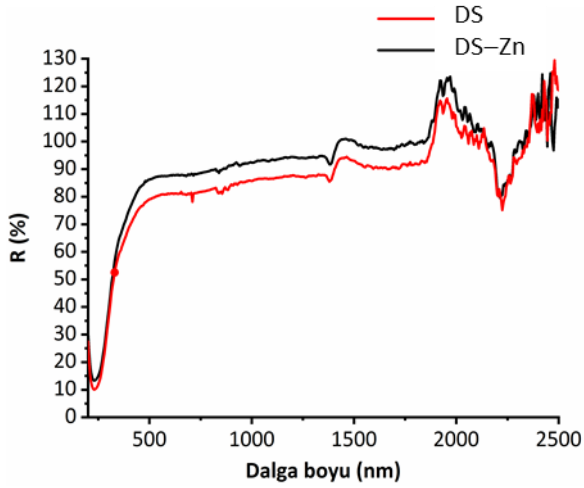
SEM ile içyapısı incelenen numunenin XRD ile faz bileşimi incelendiğinde yapıda müllit fazının varlığı belirlenememiştir. Müllit fazının düşük miktarlarda oluşması halinde XRD ile belirlenememiş olma ihtimali bulunmaktadır. Yapıda larnite (dikalsiyum silikat,  $\text{Ca}_2\text{SiO}_4$ ) fazının oluştuğu saptanmıştır.

Ancak sisteme ilave edilen kaolenin varlığı da XRD ile belirlenememiştir. Muhtemelen kaolenin uygulanan ısı işlem sürecinde yapıda müllit oluşumuyla sonuçlanan reaksiyonları tamamlayamamış olduğu ve sıvı faz oluşumuna katkı verdiği düşünülmektedir.



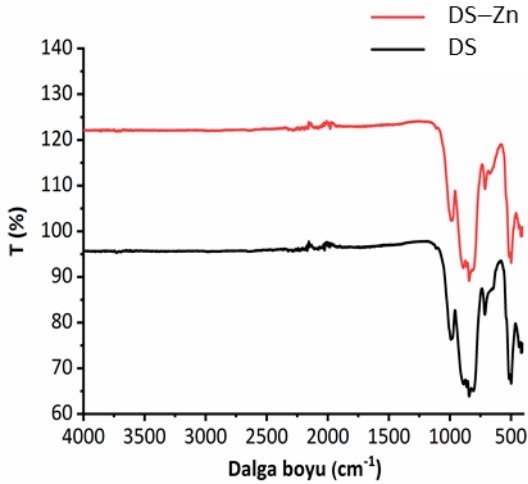
**Şekil 6.** 1200°C’de 1,5 saat süreyle atmosfer koşullarında sinterlenerek üretilen gözenekli doku iskelesine ait XRD analiz sonucu.

Şekil 7’de 1200°C’de sinterlenen dikalsiyum silikat (DS) ve çinko içeren dikalsiyum silikat (DS–Zn) numunelerinin karşılaştırmalı olarak % yansıtma değerleri sunulmaktadır. DS–Zn numunesi ve DS görünür bölgede sırasıyla yaklaşık %90 ve %80 ile her iki numune de IR bölge olan 2500 nm’de %100’ü geçen yansıtma değerlerine sahiptir. Bu durum malzemenin IR bölgede siyah cisim gibi davranarak 2250 nm dalga boyunda ışığı absorpladıktan sonra ısı üreterek 1800–2000 nm’de tekrar bir ışımaya yapması–ışığı yansıtması ile açıklanabilmektedir. (Yıldırım, Kanber, Karahan, & Karahan, 2018)



**Şekil 7.** 1200°C'de 1,5 saat süreyle sinterlenen DS ve DS-Zn numunelerinin karşılaştırmalı olarak % yansıtma değerleri

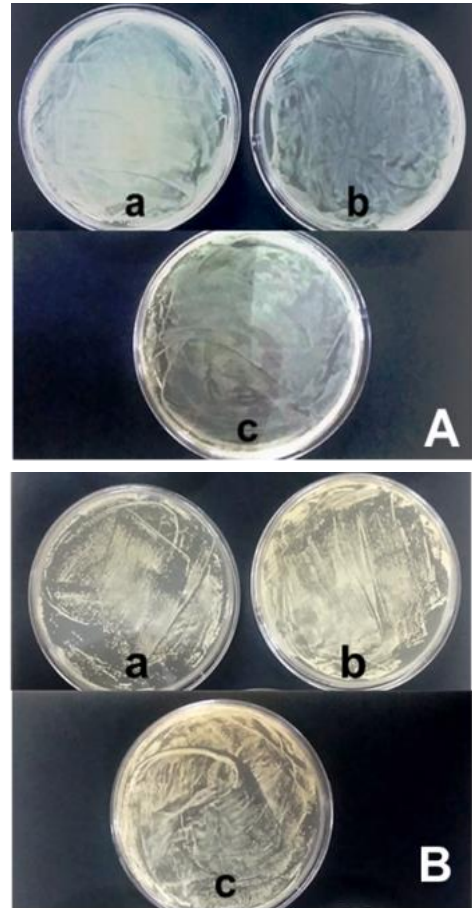
DS ve DS-Zn numunelerinin FTIR analizleri sonucunda numunelerde belirlenen 1000 cm<sup>-1</sup> ve 710 cm<sup>-1</sup> bandındaki piklerin kalsiyum silikata ait karakteristik Si-O-Si pikleri olduğu saptanmıştır (Şekil 8). Ayrıca 520 cm<sup>-1</sup> ve 498 cm<sup>-1</sup> dalga boyundaki piklerin ise Al-O pikleri olup dikalsiyum silikat konsantrasyonuna göre düşük oranda olması sebebiyle spektrumda belirgin bir fark gözlenememiştir.



**Şekil 8.** 1200°C'de 1,5 saat süreyle sinterlenen DS ve DS-Zn numunelerinin FTIR analiz sonuçları.

Dikalsiyum silikat ve çinko asetat katkılı dikalsiyum silikatın *S. aureus* ve *E. coli*'ye karşı antibakteriyel etkinlikleri Şekil 9'da gösterilmektedir. Dikalsiyum silikat eklenmeyen bakteri kültürü ile inoküle edilmiş olan kontrol plaklarındaki bakteri

miktarının, dikalsiyum silikat ve çinko katkılı dikalsiyum silikat eklenmiş olan bakteri kültürü ile inoküle edilen plaklardakine benzer olduğu görülmektedir. Bu durum 2 mg/ml oranında ilave edilmiş olan dikalsiyum silikatın *S. aureus* ve *E. coli*'ye karşı inhibe edici bir etkisinin olmadığını göstermektedir. Antibakteriyel dikalsiyum silikat tozları elde edebilmek amacıyla ilave edilen çinko asetatın da bakteri gelişimini inhibe edici bir etki oluşturmadığı gözlenmiştir. Bu durum ilave edilen çinko asetat oranının antibakteriyel etki oluşturacak kadar yüksek olmadığına işaret etmektedir. Yapılan çeşitli çalışmalarda çinkonun antibakteriyel etki gösterebilmesi açısından ilave miktarının önemli olduğu bildirilmiştir. (Liu, Lv, Li, & Zeng, 2016; Ofudje, Adeogun, Idowu, & Kareem, 2019; Rahman, Mujeeb, Muraleedharan, & Thomas, 2018)



**Şekil 9.** Dikalsiyum silikat ve çinko asetat katkılı dikalsiyum silikat tozlarının *E.coli* (A) ve *S. aureus*'a (B) karşı antibakteriyel aktiviteleri. (a) dikalsiyum silikat (b) çinko asetat katkılı dikalsiyum silikat (c) kontrol.

#### 4. Tartışma ve Sonuç

- Başlangıç malzemesi olarak ekonomik ve kolayca temin edilebilen yumurta kabuğu ve silika kullanılarak kalsiyum silikat esaslı biyoseramik malzeme sentezi gerçekleştirilmiştir.
- Yapıda larnite (dikalsiyum silikat,  $Ca_2SiO_4$ ) fazının oluştuğu karakterizasyon çalışmaları ile saptanmıştır.
- Bu çalışmada dikalsiyum silikat esaslı ve yüksek oranda gözenek içeren doku iskeleleri niştayla konsolidasyon yöntemiyle başarıyla şekillendirilmiş ve 1200°C'de 1,5 saat süreyle atmosfer koşullarında sinterlenerek üretilmiştir.
- SEM ile gerçekleştirilen içyapı incelemelerinde niştasta tanelerinin yapıdan uzaklaşması sonucu yapıda nispeten büyük gözeneklerin (5–20  $\mu m$ ) oluştuğu, birincil partiküller arasında ise sinterleme sürecinde oldukça ince ( $\leq 1 \mu m$ ) gözeneklerin oluştuğu saptanmıştır. Yapıda yoğunlaşmanın sıvı faz sinterlemesiyle gerçekleştiği belirlenmiştir.
  - Üretilen doku iskelelerinde çatlak sorunu ile karşılaşmıştır yaş bünyelerin kurutulması sürecinde. Üretilen doku iskelelerinde yaş bünyelerin kurutulması sürecinde çatlak sorunu ile karşılaşmıştır. Bu sorunu gidermek amacıyla doku iskelelerinin kontrollü koşullarda kurutulması ve süreç değişkenlerinin optimizasyonu ilerleyen çalışmalarda gerçekleştirilecektir.
- Bu çalışma disiplinlerarası bir grup tarafından dikalsiyum silikat esaslı doku iskelelerinin üretimiyle ilgili başlatılan deneysel çalışmaların ilk sonuçlarını içermektedir. Çalışmanın devamında üretilen doku iskelelerinin üretim koşullarının ve bileşiminin optimizasyonu gerçekleştirildikten sonra mekanik özellikleri ile sitotoksitesite ve antibakteriyel çalışmaları gerçekleştirilecektir.

#### Teşekkür

Bu çalışma kapsamında kullanılan seramik altlıklar Porland Porselen (Bilecik) firması tarafından sağlanmıştır. Kendilerine değerli katkıları için teşekkür ederiz. Bu çalışmada gerçekleştirilen SEM ve XRD analizleri Bursa Teknik Üniversitesi Merkez Laboratuvarında gerçekleştirilmiştir. Verdikleri destek için merkez yönetim ve uzmanlarına teşekkür ederiz.

#### Kaynaklar

- Bowden, M. E., & Rippey, M. S. 2002. Porous ceramics formed using starch consolidation. *Euro Ceramics VII, Pt 1-3*, 206-2: 1957-1960.
- Chatzistavrou, X., Kontonasaki, E., Paraskevopoulos, K., Koidis, P., & Boccaccini, A. 2013. Sol-gel derived bioactive glass ceramics for dental applications, *Non-Metallic Biomaterials for Tooth Repair and Replacement*: 194-231: Elsevier.
- Chen, Z., Xu, G., Du, H., Cui, H., Zhang, X., & Zhan, X. 2019. Realizable recycling of coal fly ash from solid waste for the fabrication of porous Al<sub>2</sub>TiO<sub>5</sub>-Mullite composite ceramic. *International Journal of Applied Ceramic Technology*.
- Chen, Z. W., Xu, G. G., Cui, H. Z., Zhang, X. Y., & Zhan, X. Y. 2018. Preparation of porous Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ceramics by starch consolidation casting method. *International Journal of Applied Ceramic Technology*, 15(6): 1550-1558.
- Gong, L. L., Wang, Y. H., Cheng, X. D., Zhang, R. F., & Zhang, H. P. 2014. Porous mullite ceramics with low thermal conductivity prepared by foaming and starch consolidation. *Journal of Porous Materials*, 21(1): 15-21.
- Goudouri, O., Balasubramanian, P., & Boccaccini, A. 2016. Characterizing the degradation behavior of bioceramic scaffolds, *Characterisation and Design of Tissue Scaffolds*: 127-147: Elsevier.
- Gregorová, E., & Pabst, W. 2007. Porosity and pore size control in starch consolidation casting of oxide ceramics—achievements and problems. *Journal of the European Ceramic Society*, 27(2-3): 669-672.
- Kanlai, K., Wasanapiarnpong, T., Wiratphintu, B., & Serivalsatit, K. 2018. Starch consolidation

- of porous fused silica ceramics. ***Journal of Metals Materials and Minerals***, 28(1): 71-76.
- Liu, Z., Lv, M., Li, F., & Zeng, M. 2016. Development, characterization, and antimicrobial activity of gelatin/chitosan/ZnO nanoparticle composite films. ***Journal of Aquatic Food Product Technology***, 25(7): 1056-1063.
- Lyckfeldt, O., & Ferreira, J. 1998. Processing of porous ceramics by 'starch consolidation'. ***Journal of the European Ceramic Society***, 18(2): 131-140.
- Marković, D., Ćetenović, B., Vuković, A., Jokanović, V., & Marković, T. 2016. Nanosynthesized calcium-silicate-based biomaterials in endodontic treatment of young permanent teeth, ***Nanobiomaterials in Dentistry***: 269-307: Elsevier.
- Ofudje, E. A., Adeogun, A. I., Idowu, M. A., & Kareem, S. O. 2019. Synthesis and characterization of Zn-Doped hydroxyapatite: scaffold application, antibacterial and bioactivity studies. ***Heliyon***, 5(5): e01716.
- Parirokh, M., Torabinejad, M., & Dummer, P. 2018. Mineral trioxide aggregate and other bioactive endodontic cements: an updated overview—part I: vital pulp therapy. ***International endodontic journal***, 51(2): 177-205.
- Rahman, P. M., Mujeeb, V. A., Muraleedharan, K., & Thomas, S. K. 2018. Chitosan/nano ZnO composite films: enhanced mechanical, antimicrobial and dielectric properties. ***Arabian Journal of Chemistry***, 11(1): 120-127.
- Rani, P., Pal, D., Hoda, M. N., Ara, T. J., Beg, S., Hasnain, M. S., & Nayak, A. K. 2019. Dental pulp capping nanocomposites, ***Applications of Nanocomposite Materials in Dentistry***: 65-91: Elsevier.
- Talou, M. H., & Camerucci, M. A. 2015. Processing of porous mullite ceramics using novel routes by starch consolidation casting. ***Journal of the European Ceramic Society***, 35(3): 1021-1030.
- Yazođlu, P. T. 2010. ***Pirinç Kabuđu Külünden Üretilen Kalsiyum Silikatın Ve Aktif Karbonun Ağır Metal Adsorpsiyon Özelliklerinin Kıyaslanması***. Fen Bilimleri Enstitüsü.
- Yildirim, K., Kanber, A., Karahan, M., & Karahan, N. 2018. The solar properties of fabrics produced using different weft yarns. ***Textile Research Journal***, 88(13): 1543-1558.