

T.C.
PAMUKKALE ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ
MAKİNA MÜHENDİSLİĞİ ANABİLİM DALI
MAKİNA VE İMALAT MÜHENDİSLİĞİ

YEŞİL SENTEZ YÖNTEMİYLE ELDE EDİLMİŞ
NANOGÜMÜŞ TAKVİYELİ BİYOBOZUNUR POLİMER
KAPLAMA MALZEME ÜRETİMİ

YÜKSEK LİSANS TEZİ

HATİCE ELVAN ERKAN

DENİZLİ, OCAK - 2023

T.C.
PAMUKKALE ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ
MAKİNA MÜHENDİSLİĞİ ANABİLİM DALI
MAKİNA VE İMALAT MÜHENDİSLİĞİ



YEŞİL SENTEZ YÖNTEMİYLE ELDE EDİLMİŞ
NANOGÜMÜŞ TAKVİYELİ BİYOBOZUNUR POLİMER
KAPLAMA MALZEME ÜRETİMİ

YÜKSEK LİSANS TEZİ

HATİCE ELVAN ERKAN

DENİZLİ, OCAK - 2023

Bu tez çalışması Türkiye Ulusal Ajansı tarafından desteklenen ve Pamukkale Üniversitesi'nin koordinatör olduđu 2021-1-TR01-KA220-HED 000032160 nolu proje ile desteklenmiştir.

Bu tezin tasarımı, hazırlanması, yürütülmesi, arařtırmalarının yapılması ve bulgularının analizlerinde bilimsel etięe ve akademik kurallara özenle riayet edildiđini; bu alıřmanın doğrudan birincil ürünü olmayan bulguların, verilerin ve materyallerin bilimsel etięe uygun olarak kaynak gösterildiđini ve alıntı yapılan alıřmalara atfedildiđine beyan ederim.

Hatice Elvan ERKAN

ÖZET

YEŞİL SENTEZ YÖNTEMİYLE ELDE EDİLMİŞ NANOĞÜMÜŞ TAKVİYELİ BİYOBOZUNUR POLİMER KAPLAMA MALZEME ÜRETİMİ

YÜKSEK LİSANS TEZİ
HATİCE ELVAN ERKAN

PAMUKKALE ÜNİVERSİTESİ FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ
MAKİNA MÜHENDİSLİĞİ ANABİLİM DALI

(TEZ DANIŞMANI:DOÇ. DR. ARZUM İŞİTAN)
(EŞ DANIŞMAN:DR. ÖĞR. ÜYESİ MİNE SULAK)
DENİZLİ, OCAK - 2023

Günlük yaşamda birçok yerde insan sağlığına zararlı, uygun koşullarda çok hızlı çoğalabilen bakteriler bulunmakta ve üreyebilmektedir. Antibakteriyal özellikli kaplamalar ile bakterilerin varlığı, üremesi engellenebilmektedir. Antibakteriyal kaplama üretiminde kullanılan fiziksel ve kimyasal yöntemlerin çevreye ve insan sağlığına zararlı atıklar oluşturması, bu atıkların giderilmesinde kullanılan tekniklerin pahalı ve uygulanmasının zor olması problem teşkil etmektedir.

Bu tez çalışmasında aromatik roka bitkisi kullanılarak yeşil sentez yöntemi ile yüz merkezli kübik ve ortalama tane boyutu 16 nm olan antibakteriyal gümüş nanopartiküller (R-AgNP) elde edilmiştir. Elde edilen nanopartiküller analiz şartlarına uygun saklama ve koruma yöntemleri göz önünde tutularak UV-Vis, SEM, FT-IR, EDX ve XRD yöntemleriyle karakterize edilmiştir. Biyolojik olarak parçalanabilen ve yenilebilir kaynaklardan üretilen kitosan ve aljinat kullanılarak 4 farklı kombinasyonda biyobozunur polimer matrisler hazırlanmıştır. Elde edilen biyobozunur polimer matrislerin çekme deneyi, yoğunluk ölçümü, nem ve şişme deneyi uygulanmıştır. İyapı analizleri için optik mikroskop, SEM karakterizasyon yöntemleri kullanılmıştır. Testlerde en iyi sonuç alınan 45 °C’de hazırlanan kitosan çözeltiye önceden hazırlanan gümüş nanopartiküller %1, %2,5, %5 oranında ilave edilerek antibakteriyal biyobozunur kaplama malzemesi üretilerek antibakteriyal özellikleri incelenmiştir. Biyobozunur kaplama malzeme üretiminde solvent-casting yöntemi kullanılmıştır. Nanogümüş katkılı biyobozunur kaplama malzemelerine, kurutma işlemlerinden sonra, çekme deneyi, yoğunluk ölçümü, nem ve şişme deneyleri uygulanmış ve optik mikroskop, SEM, FT-IR yöntemleriyle karakterize edilmiştir. Antibakteriyal duyarlılığın saptanmasında disk difüzyon tekniği kullanılmıştır. Yapılan çalışma sonucunda 45 °C’de kitosan biyobozunur matrise nanogümüş ilavesi arttıkça antibakteriyal aktivitenin artmıştır.

ANAHTAR KELİMELE: Biyobozunur polimer, Nanoteknoloji, Nanomalzeme, Polimer kaplama, Antibakteriyal kaplama

ABSTRACT

PRODUCTION OF NANOSILVER REINFORCED BIODEGRADABLE POLYMER COATING MATERIAL OBTAINED BY GREEN SYNTHESIS METHOD

MSC THESIS

HATİCE ELVAN ERKAN

PAMUKKALE UNIVERSITY INSTITUTE OF SCIENCE

MECHANICAL ENGINEERING

(SUPERVISOR: ASSOC. PROF. DR. ARZUM İŞİTAN)

(CO-SUPERVISOR: ASSIST. PROF. DR. MİNE SULAK)

DENİZLİ, JANUARY 2023

In many places in daily life, there are bacteria that are harmful to human health and can multiply very quickly under suitable conditions and can reproduce. Antibacterial coatings prevent the presence of bacteria and reproduction. It is a problem that the physical and chemical methods used in the production of antibacterial coatings create wastes harmful to the environment and human health, and the techniques used to remove these wastes are expensive and difficult to implement.

In this thesis study, antibacterial silver nanoparticles (R-AgNP) with face-centered cubic and average particle size of 16 nm were obtained by green synthesis method using aromatic arugula plant. The obtained nanoparticles were characterized by UV-Vis, SEM, FT-IR, EDX and XRD methods, taking into account the appropriate storage and preservation methods for the analysis conditions. By using chitosan and alginate produced from biodegradable and edible sources, biodegradable polymer matrices were prepared in 4 different combinations. Tensile test, density measurement, humidity and swelling test of the obtained biodegradable polymer matrices were applied. Optical microscope and SEM characterization methods were used for internal structure analysis. Antibacterial properties were investigated by producing antibacterial biodegradable coating material by adding % 1, % 2.5 and % 5 previously prepared silver nanoparticles to the chitosan solution prepared at 45 °C, which had the best results in the tests. Solvent-casting method was used in the production of biodegradable coating material. After drying, tensile test, density measurement, moisture and swelling tests were applied to nanosilver doped biodegradable coating materials and they were characterized by optical microscope, SEM, FT-IR methods. Disc diffusion technique was used to detect antibacterial susceptibility. As a result of the study, the antibacterial activity increased as the addition of nanosilver to the chitosan biodegradable matrix at 45 °C increased.

KEYWORDS: Biodegradable polymer, Nanotechnology, Nanomaterial, Polymer coating, Antibacterial coating

İÇİNDEKİLER

Sayfa

ÖZET	i
ABSTRACT	ii
İÇİNDEKİLER	iii
ŞEKİL LİSTESİ	iv
TABLO LİSTESİ	vii
SEMBOL LİSTESİ	viii
ÖNSÖZ	x
1. GİRİŞ	1
2. LİTERATÜR ÖZETİ	3
3. GENEL BİLGİLER	9
3.1 Polimerler	9
3.1.1 Polimerlerin Genel Tanımı	9
3.1.2 Polimerlerin Sınıflandırılması.....	10
3.2 Biyokompozit Malzemeler	14
3.2.1 Biyobozunur Polimerler.....	14
3.2.2 Biyobozunur Polimerlerin Kullanım Alanları	23
3.3 Nanoteknoloji	24
3.3.1 Nanopartiküllerin Sentezi	29
3.3.2 Yeşil Sentez Yöntemi	30
3.3.3 Nanopartiküllerin Karakterizasyonu.....	34
3.4 Antibakteriyel Biyokompozit	35
3.5 Biyobozunur Polimer Nanokompozitler.....	37
3.6 Biyobozunur Kaplamalar	39
4. MALZEME VE YÖNTEM	45
4.1 Malzeme	45
4.1.1 Kullanılan Kimyasallar	46
4.2 Yöntem	47
4.2.1 Biyobozunur Kompozit Matris Üretimi.....	47
4.2.2 Biyobozunur Kompozit Matris Üretiminde Kullanılan Cihazlar	51
4.2.3 Biyobozunur Kompozit Matrislerin Karakterizasyonu.....	52
4.2.4 Nanogümüş Üretimi.....	59
4.2.5 Nanogümüş Karakterizasyonu	60
4.2.6 Biyobozunur Kompozit Üretimi	63
4.2.7 Biyobozunur Kompozit Karakterizasyonu	64
4.2.8 Antibakteriyel Testler	65
5. BULGULAR	66
5.1 Biyobozunur Kompozit İçin Hazırlanan Matris Malzemelerinin Deney Sonuçları.....	66
5.2 Nanogümüş İçin Elde Edilen Analiz Sonuçları.....	84
5.3 Biyobozunur Kompozit Malzemelerin Analiz Sonuçları	88
5.4 Antibakteriyel Test Sonuçları:.....	106
6. SONUÇ VE ÖNERİLER	110
7. KAYNAKLAR	115
8. ÖZGEÇMİŞ	143

ŞEKİL LİSTESİ

Sayfa

Şekil 3. 1: Endüstride çok kullanılan plastikler (Yalçın ve Gürü 2022)	13
Şekil 3. 2: Biyobozunur plastik döngüsü (Kaplançalı 2014)	15
Şekil 3. 3: Biyobozunur plastiklerin biyolojik bozunma süreci (Suzuki ve diğ. 2021)	16
Şekil 3. 4: Bakteriyel olarak üretilen biyolojik olarak parçalanabilen polimer (Savaşçı ve diğ. 1998)	16
Şekil 3. 5: Biyobozunur polimerlerin sentezine bağlı olarak sınıflandırılması (Dursun ve diğ. 2010)	17
Şekil 3. 6: Kitinin yapı formu (Yoruç ve diğ. 2017)	18
Şekil 3. 7: Kitosanın yapı formu (Yoruç ve diğ. 2017)	19
Şekil 3. 8: Kitosanın deasetilasyon ile elde edilmesi (Ilyas ve diğ. 2022)	19
Şekil 3. 9: Kitosanın sentezlenme şeması (Polat 2008)	20
Şekil 3. 10: Selülozun yapı formu (Yoruç ve diğ. 2017)	22
Şekil 3. 11: Aljinat yapı formu (Juarez ve diğ. 2014)	22
Şekil 3. 12: Farklı cisimlerin boyutlarının karşılaştırılması (Ramadoss 2016)	25
Şekil 3. 13: Nanoteknolojinin diğer alanlarla ilişkisi (Köksal 2007)	26
Şekil 3. 14 : Bazı nanopartiküller ve bunların kullanım alanları (Mittal ve diğ. 2013)	27
Şekil 3. 15: Nanopartiküllerin sentezlenme yöntemleri (Ravichandran 2010)	28
Şekil 3. 16: (A) Yukarıdan aşağıya yaklaşım ve (B) Aşağıdan yukarıya yaklaşım (Jamkhande ve diğ. 2019)	29
Şekil 3. 17: Nanopartikül elde edilme yolları (Kumar ve diğ. 2013)	29
Şekil 3. 18: Nanopartikül sentez yöntemleri (Noah 2019)	30
Şekil 3. 19: Yeşil sentez uygulamanın faydaları	32
Şekil 3. 20: Yeşil sentezde biyolojik kaynaklar (Shankar ve diğ. 2016)	32
Şekil 3. 21: Değişik ebat ve şekildeki gümüş (Ag) ve altın (Au) nanoparçacıkların renkleri (Yavuz ve Denizli 2010)	34
Şekil 3. 22: Nanoteknolojinin gıda ve ambalaj endüstrisindeki uygulama çeşitleri (Sürengil ve Kılınç 2011)	38
Şekil 3. 23: Biyonanokompozitlerin sentezi (Dursun ve diğ. 2010)	39
Şekil 3. 24: Kaplanacak malzemelerin bulunduğu fiziksel haline göre kaplamaların sınıflandırılması (Holmberg ve Matthews 1994)	40
Şekil 3. 25: Kaplanacak malzemelerin fiziksel haline göre kaplamaların sınıflandırılması (Bunshatta 1980)	41
Şekil 3. 26: Yenilebilir film ile gıdanın dış ortamla etkileşimi (Kader ve diğ. 1985)	41
Şekil 3. 27: İnce film üretme teknikleri (Sönmezoğlu ve diğ. 2012)	42
Şekil 3. 28: Sol-Jel yöntemi şematik gösterimi (Kesmez 2010)	43
Şekil 4. 1: Biyokompozit matrislerin üretimi için kullanılan malzemeler	46
Şekil 4. 2: Kitosan çözelti hazırlık evresi	48
Şekil 4. 3: KS1 ve KS2 çözelti hazırlık aşamaları	49
Şekil 4. 4: Kitosan - aljinat (KS-ALJ) 50 mL çözelti	50
Şekil 4. 5: Petri kabına dökülen KS1, KS2 ve KS-ALJ	50
Şekil 4. 6: Kurutulmuş KS1, KS2, KS-ALJ filmler	50
Şekil 4. 7: Aljinat çözelti hazırlık evresi	51

Şekil 4. 8: Aljinat film eldesi	51
Şekil 4. 9: Deneyde kullanılan Daihan Scientific SMHS- 3 marka manyetik karıştırıcı	52
Şekil 4. 10: Deneyde kullanılan saf su ve makinesi.....	52
Şekil 4. 11: Deneyde kullanılan hassas terazi	53
Şekil 4. 12: Deneyde kullanılan Automatic mikrometre.....	53
Şekil 4. 13: Deneyde kullanılan Nüve FN 500 marka etüv fırın.....	54
Şekil 4. 14: Numunelerin şişme deneyi.....	55
Şekil 4. 15: Çekme Deney Cihazı	56
Şekil 4. 16: Optik mikroskop cihazı.....	58
Şekil 4. 17: Paladyum kaplama cihazı	58
Şekil 4. 18: Deneyde kullanılan taramalı elektron mikroskobu (SEM).....	59
Şekil 4. 19: Deneyde kullanılan roka bitkisi	60
Şekil 4. 20: Deneyde kullanılan UV/ Vis cihazı	61
Şekil 4. 21: Deneyde kullanılan XRD cihazı	62
Şekil 4. 22: Deneyde kullanılan SEM cihazı	62
Şekil 4. 23: Nanogümüş katkılı biyokompozit numuneler	64
Şekil 4. 24: Deneyde kullanılan FT-IR cihazı.....	65
Şekil 5. 1: Numunelerin yoğunluk ilişki grafiği.....	69
Şekil 5. 2: KS1 numunesinin σ - ϵ grafiği.....	70
Şekil 5. 3: KS2 numunesinin σ - ϵ grafiği.....	70
Şekil 5. 4: KS-ALJ numunesinin σ - ϵ grafiği.....	71
Şekil 5. 5: ALJ numunesinin σ - ϵ grafiği.....	71
Şekil 5. 6: Numunelerin mekanik test değerlerinin karşılaştırılması.	72
Şekil 5. 7: KS1 numunesinin optik mikroskop görüntüsü.	73
Şekil 5. 8: KS2 numunesinin optik mikroskop görüntüsü.	74
Şekil 5. 9: KS-ALJ numunesinin optik mikroskop görüntüsü.	74
Şekil 5. 10: ALJ numunesinin optik mikroskop görüntüsü.	75
Şekil 5. 11: Nanogümüş içermeyen KS1 biyokompozit numunesinin (1000 \times) büyütmedeki SEM görüntüsü.....	77
Şekil 5. 12: Nanogümüş içermeyen KS2 biyokompozit numunesinin (1000 \times) büyütmedeki SEM görüntüsü.....	77
Şekil 5. 13: Nanogümüş içermeyen KS-ALJ biyokompozit numunesinin (1000 \times) büyütmedeki SEM görüntüsü.....	78
Şekil 5. 14: Nanogümüş içermeyen ALJ biyokompozit numunesinin (1000 \times) büyütmedeki SEM görüntüsü.....	78
Şekil 5. 15: KS1 numunesinin suda şişme grafiği.	80
Şekil 5. 16: KS2 numunesinin suda şişme grafiği.	81
Şekil 5. 17: KS-ALJ numunesinin suda şişme grafiği.	81
Şekil 5. 18: Numunelerin suda şişme değerlerinin karşılaştırılması.	82
Şekil 5. 19: Numunelerin suda şişme yüzde değerleri karşılaştırılması.....	82
Şekil 5. 20: Numunelerin suda şişme yüzde değerleri karşılaştırılması.....	83
Şekil 5. 21: Numunelerin kütle kaybı yüzde değerleri.....	84
Şekil 5. 22: UV görünür spektrofotometrede roka ekstraktının ve gümüş nanopartiküllerin maksimum absorbanları.	85
Şekil 5. 23: Rokanın su özü kullanılarak sentezlenen gümüş nanao partiküllerin X-ışını kırınım grafiği/kırınım desenleri.	86
Şekil 5. 24: Rokadan elde edilen gümüş nanopartiküllerin (R- AgNP) 100.00 KX büyütmedeki SEM görüntüsü.....	87

Şekil 5. 25: Rokadan elde edilen gümüş nanopartiklerin (R- AgNP) 100.00 KX büyütmedeki SEM görüntüsü.....	87
Şekil 5. 26: R-AgNP'nin EDX sonuçları.....	88
Şekil 5. 27: KSNP1, KSNP2 ve KSNP3 numunelerinin yoğunluk değerleri. ..	90
Şekil 5. 28: KSNP1 numunesinin σ - ϵ grafiği.....	91
Şekil 5. 29: KSNP2 numunesinin σ - ϵ grafiği.....	92
Şekil 5. 30: KSNP3 numunesinin σ - ϵ grafiği.....	92
Şekil 5. 31: KSNP1 optik mikroskop görüntüsü.....	93
Şekil 5. 32: KSNP2 optik mikroskop görüntüsü.....	94
Şekil 5. 33: KSNP3 optik mikroskop görüntüsü.....	94
Şekil 5. 34: KSNP1 biyokompozit numunesinin (1000 \times) büyütmedeki SEM görüntüsü.....	95
Şekil 5. 35: KSNP2 biyokompozit numunesinin (1000 \times) büyütmedeki SEM görüntüsü.....	96
Şekil 5. 36: KSNP3 biyokompozit numunesinin (1000 \times) büyütmedeki SEM görüntüsü.....	96
Şekil 5. 37: KS2 numunesine ait FT-IR sonuçları.	98
Şekil 5. 38: KSNP1 numunesine ait FT-IR sonuçları.	99
Şekil 5. 39: KSNP2 numunesine ait FT-IR sonuçları.	99
Şekil 5. 40: KSNP3 numunesinin FT-IR sonuçları.....	100
Şekil 5. 41: Numunelerin birinci deneyde suda % kütle artış sonuçları.	102
Şekil 5. 42: Numunelerin sudan çıkarıldıktan sonraki görüntüsü.	102
Şekil 5. 43: KSNP1 numunesi su içindeki kütle artış değerleri.	103
Şekil 5. 44: KSNP2 numunesi su içindeki kütle artış değerleri.	104
Şekil 5. 45: KSNP3 numunesi su içindeki kütle artış değerleri.	104
Şekil 5.46: Biyanokompozitlerin su içinde % kütle artış değerleri karşılaştırılması.	105
Şekil 5. 47: Numunelerin 2. tekrar deneyi sonrasında yüzde kütle şişme değerleri karşılaştırılması.	105
Şekil 5. 48: Nem deneyi sonuçları.	106

TABLO LİSTESİ

Sayfa

Tablo 3. 1: Yeşil kimya prensipleri.....	31
Tablo 3. 2: Bitkilerden elde edilen Ag nanopartiküllerin özellikleri.	33
Tablo 3. 3: Nanopartiküllerin karakterizasyon teknikleri ve özellikleri.	35
Tablo 4. 1: Kullanılan kimyasalların teknik özellikleri.	47
Tablo 4. 2: Biyobozunur çözelti kombinasyonlarının içerdiği malzemeler.	48
Tablo 4. 3: Biyokompozitin içerdiği malzemeler.	64
Tablo 5. 1: Numunelerin ortalama kütle ölçüm değerleri (mg).	67
Tablo 5. 2: Numunelerin kalınlık değerleri (mm).	68
Tablo 5. 3: Biyokompozit matris numunelerin kuru haldeki kütle ve yoğunluk değerleri.....	68
Tablo 5. 4: Biyokompozit matris numunelerin suda bekletildikten sonra ölçülen ortalama kütle (mg) ve standart sapma değerleri.	79
Tablo 5. 5: Elde edilen filmlerin suda şişme yüzde değerleri.	80
Tablo 5. 6: Numunelerin nem deneyi sonrasında kütle kaybı değerleri ve yüzde kütle kaybı.	83
Tablo 5. 7: Biyobozunur kompozit malzemelerin kuru haldeki kütle değerleri ve standart sapma değerleri.	89
Tablo 5. 8: Biyokompozit malzemelerin kalınlık değerleri.	89
Tablo 5. 9: Biyokompozit malzemelerin yoğunluk değerleri.	90
Tablo 5. 10: Birinci deney için suda şişme deneyi sonuçları (mg).	101
Tablo 5. 11: Birinci deneyde suda % kütle artış değerleri.	101
Tablo 5. 12: Su içinde şişme 2. tekrar deneyi kütle verileri (mg).	102
Tablo 5. 13: Su içinde şişme 2. tekrar deneyi suda % kütle artış değer verileri.....	103
Tablo 5. 14: Numunelerin Kurutma süresince elde edilen kaybedilen kütle (kütlenin (%) kaybı) değerleri.....	106
Tablo 5. 15: Antibakteriyal test sonuçları (zon ölçümleri (mm) 5 ve üstü etkin kabul edilir).	107
Tablo 5. 16: Biyonanokompozitlerin antibakteriyal test sonuçları (zon ölçümleri (mm) 5 ve üstü değerler etkin kabul edilir).	108

SEMBOL LİSTESİ

O ₂	: Oksijen gazı
CO ₂	: Karbondioksit gazı
PP	: Polipropilen
PE	: Polietilen
PS	: Polistiren
PVC	: Polivinil klorür
PLA	: Poliaktik asit
PBAT	: Polibütilen adibat teretalat
CO ₂	: Karbondioksit gazı
Ag	: Gümüş
Ag ⁺	: Gümüş iyonu
Au	: Altın
Ti	: Titanyum
Zn	: Çinko
ZnO	: Çinko oksit
CuO	: Bakır oksit
TiO ₂	: Titanyum oksit
NP	: Nanopartikül
AgNP	: Gümüş nanopartikül
R- AgNP	: Roka gümüş nanopartikül
cm	: Santimetre
mm	: Milimetre
nm	: Nanometre
µm	: Mikrometre
g	: Gram
mg	: Miligram
mL	: Mililitre
°C	: Santigrat
F	: Kuvvet
dak	: Dakika
%	: Yüzde
pH	: Potansiyel hidrojen
mol	: Mol
vb	: Ve benzeri
SQUID	: Superconducting Quantum Interference
TEM	: Geçirimli Elektron Mikroskobu
AFM	: Atomik Kuvvet Mikroskobu
STM	: Taramalı Tünelleme Mikroskobu
XPS	: X-Işını Fotoelektron Spektroskopisi
XAS	: X-Ray Absorbsiyon Spektroskopisi
XRF	: X-Işımları Floresans
BET	: Brunauer Emmett Teller
EDX	: Enerji Dağılımlı X-ray Spektroskopisi
SEM	: Taramalı Elektron Mikroskobu
TEM	: Transmisyon Elektron Mikroskobu
FT-IR	: Fourier Dönüştümlü Kızılötesi Spektroskopisi
UV-vis	: Ultraviyole Görünür Bölge Spektroskopisi
YYPE veya HDPE	: Yüksek yoğunluklu polietilen
AYPE veya LDPE	: Alçak yoğunluklu polietilen

Na ⁺ MMT	: Sodyum montmorillonit
FDA	: Amerikan Gıda ve İlaç Dairesi
PVA	: Polivinil alkol
WVRT	: Su buharı iletim hızı
dak ⁻¹	: Karıştırma hızı
h	: Saat

ÖNSÖZ

“Yeşil Sentez Yöntemiyle Elde Edilmiş Nanogümüş Takviyeli Biyobozunur Polimer Kaplama Malzeme Üretimi” konulu tez çalışması Pamukkale Üniversitesi Teknoloji Fakültesi Metalurji ve Malzeme Mühendisliği ve Biyomedikal Mühendisliği Laboratuvarlarında gerçekleştirilmiştir.

Tez çalışmam ve yüksek lisans öğrenim süresinde, bilgi birikimleri ve tecrübeleriyle bana yol gösterip ışık olan, yardımlarını esirgemeyen, beni motive eden saygıdeğer danışman hocalarım Doç. Dr. Arzum İŞİTAN ve Dr. Öğrt. Üyesi Mine SULAK olmak üzere, bu süre içerisinde aynı şekilde bilgi ve tecrübesiyle yol göstererek bilgilerini benimle paylaşan, yardımcı olan Prof. Dr. Cem GÖK’ e ve Prof. Dr. Ahmet KOLUMAN’a teşekkürlerimi ve saygılarımı sunuyorum. Bu tez çalışması fikri Türkiye Ulusal Ajansı tarafından desteklenen ve Pamukkale Üniversitesi’nin koordinatöre olduğu 2021-1-TR01-KA220-HED- 000032160 nolu “Let’s use biodegradable plastic for the future/ FUTUREBIO” isimli proje kapsamında gerçekleştirilmiştir. Türkiye Ulusal Ajansı ve Erasmus+ programına teşekkür ederim.

Labratuvar çalışmalarım Pamukkale Üniversitesi Teknoloji Fakültesi ve Pamukkale Üniversitesi İLTAM’da görev alan personellerine ayrı ayrı desteklerinden dolayı teşekkür ederim.

Tez çalışma süresinde maddi ve manevi bana desteğini hiç esirgemeyen her zaman yanımda olan annem Şenay ERKAN’a ve desteklerinden dolayı Nedret ARMAĞAN’a teşekkür ederim.

1. GİRİŞ

Büyük moleküllerden oluşan polimerlerin yapı birimi monomerlerdir ve yapı içerisinde yüzbinlercesi birbirine bağlıdır. Polimerik malzemeler başlıca gıda, ambalaj, sağlık ve tarım sektörlerinin temel öğelerindedir (Bahattin 1981). Birçok sektörde kullanılan polimerlerden özellikle petrokimya esaslı olanları (polipropilen, polistiren, polietilen vb.) kolay imal edilmeleri, düşük maliyetli olmaları, yüksek miktarda üretime olanak sağlamaları, özelliklerinin kimyasal olarak kontrol edilebilmesi gibi nedenlerden dolayı tercih edilmektedir. Ancak O₂, CO₂ ve su buharı geçirgenlikleri istenilen özellikte olmayıp gıda ambalajında sorunlara yol açmaktadır. Ayrıca doğada yıllarca bozunmadan kalması ve buna bağlı olarak atık, depolama, geri dönüşüm ve bertaraf sorunları oluşturmasının yanısıra bu işlemlerden dolayı doğaya çok fazla emisyon gazları (CO₂, NO_x, vb...) yayması hem yasa koyucular hem de insan sağlığı açısından büyük sorunlar oluşturmaktadır (Macauley 2011).

Günümüzde, çevre ve insan dostu, sürdürülebilir ve yüksek performansa sahip yeni malzemelere ihtiyaç artmıştır. Kompozit malzemeler ve özellikle polimer matrisli kompozitler bu anlamda önemlidir. İlerleyen teknoloji ve nanoteknoloji kavramı ile birlikte polimer nanokompozit kavramı ortaya çıkmıştır (Pethrick 1995). Geleneksel polimerler ile nanoparçacıkların bir arada kullanılması, malzeme özelliklerinin önemli ölçüde değişimine ve gelişmesine yol açmaktadır. Polimerler nanoparçacıklarla katkılандırıldığında optik berraklık ve yüksek kırılma indisine ulaşmaları (Beecroft 1997), dayanıklılık ve darbeye karşı sahip oldukları direncin artması (Wetzel ve diğ. 2002) bu malzemelerin önemli avantajlardandır. Elektronik ve katalitik özelliği geliştirilen fonksiyonel nanoparçacıklar için ise çalışmalar devam etmektedir (Shipway ve diğ. 2001).

Geleneksel polimer atıkların yaratmış olduğu sorunlara karşılık, kullanımı sınırlayacak önlemler yasalar aracılığı ile alınmakta ve halk bilinçlendirilerek daha kaliteli ve sağlığa zarar vermeyen, uzun raf ömrüne sahip ürünlere talep artmaktadır (Macauley 2011).

Oluşan çevresel baskılar, zararlar ve kaygılar petrol bazlı polimerler yerine yenilenebilir hammaddeden oluşan polimerik malzeme teknolojisinin gelişmesine yol açarak, sürdürülebilir ve yenilenebilir malzemelere yönelimi arttırmıştır (Zhanga 2017). Doğal malzemelerden elde edilen polimerik malzemeler, doğaya zarar vermeden bozunabilmektedir.

Bu bilgilerden yola çıkılarak, bu tez çalışmasında, geleneksel polimerler yerine biyobozunur/biyouyumlu polimerlerden kaplamalar elde edilmiştir. Kaplama malzemesinin antibakteriyel özelliklerini geliştirmek için, yeşil sentez yöntemiyle elde edilen gümüş nanopartiküller (AgNP), biyobozunur polimer matrise % 1, % 2.5, % 5 oranında ilave edilerek kaplamalar üretilmiştir. Antibakteriyel, çevre ve insan sağlığını koruyan, doğaya dost kompozit malzeme üretimi hedeflenmiştir.

2. LİTERATÜR ÖZETİ

Ribba ve diğ. (2022) tarafından yapılan çalışmada biyolojik olarak parçalanabilen plastiklerin farklı su ekosistemindeki (tatlı su ve deniz suyu) davranışları incelenmiştir. Bu çalışmada farklı su ekosistemlerinde plastik birikimi küresel plastik sorunu olduğu, plastik üretim ve tüketiminin ciddi sorunlara yol açtığı ifade edilmiştir. Biyobozunur polimerlerin bu soruna en azından bir çözüm oluşturacağı bildirilmiştir.

Mazzon ve diğ. (2022) tarafından yapılan çalışmada, tarımda çevre dostu biyolojik olarak parçalanabilen biyobozunur plastik filmlerin toprağa ilave edilmesinin toprak işlevsellik ve veriminin etkisi incelenmiştir. Çalışmanın sonucunda malç filmi olarak toprağa karışan biyobozunur plastik malç filmlerinin toprak verimini olumlu yönde etkilediği ifade edilmiştir. Eklenen biyobozunur film dozundan bağımsız olarak, toprak mikrobiyal biyo kütleleri, organik karbon ve azot ilavesi sayesinde enzim aktivitelerinin güçlü bir artış gösterdiği ifade edilmiştir.

Kamarudin ve diğ. (2022) biyobozunur polimer kompozitlerin antimikrobiyal ambalajlama üzerine yaptıkları çalışmada, biyobozunur, çevre dostu yeşil polimerlere yüksek verimli antibakteriyel nanopartiküllerin, antifungaller ve antioksidanların ilave edilmesi ambalaj sektöründe önemli bir ilerleme trendi haline geldiği ifade edilmiştir.

Avella ve diğ. (2005) tarafından yapılan çalışmada, nanokompozit filmlerin yapımında malzeme olarak patates nişastasından elde edilen granüller çift vidalı ekstrüder tarafından döküm yöntemi kullanılmıştır. Yapılan çalışma sonucunda kil ve nişasta birleşiminin çekme mukavemeti üzerinde güçlendirici bir etkisi olduğu ifade edilmiştir.

Jamróz ve diğ. (2022) tarafından yapılan çalışmada, somon filetolarının raf ömrünü ve depolama kalitesini arttırmak için, patates nişastası, karboksimetil selüloz, jelatin, selüloz, gliserol, önceden demlenmiş yeşil çay alanları ve damıtılmış su kullanılmıştır. Yapılan çalışma sonucunda yüksek antioksidan potansiyeli ile

karakterizasyon verilerinin bozulan gıda ürünlerinin raf ömrünü uzatmada çevre dostu aktif bir ambalaj malzemesi olma potansiyeline sahip olduğu ifade edilmiştir.

Çankaya ve diğ. (2016) tarafından yapılan çalışmada, kitosan ile organokil haline dönüştürülen sodyum montmorillonit (Na^+MMT) tipi killerden, biyonanokompozit hazırlama teknikleri araştırılmıştır. İçinde polimer-kil bulunan biyonanokompozitlerin, termal ve mekanik özelliklerinin iyileştiği tespit edilmiştir. Bu özelliklerinden dolayı otomobil parçaları, yiyecek, paketleme, havacılık ve akıllı aygıtlar gibi sahalarda uygulama bulduğu ifade edilmiştir.

Mendes ve diğ. (2016) tarafından yapılan çalışmada, kitosan ve termoplastik mısır nişastası karışımı, yüksek dispersiyon ve ekstrüzyon yoluyla üretilmiş olup, kitosan ilavesinin kopma uzamasını arttırdığı (kopma uzaması sırasıyla % 56 ve % 35 arttı) ve elastik modülünü azalttığı, termal özelliği daha kararlı filmler elde edildiği ifade edilmiştir.

Giyatmi ve diğ. (2021) tarafından yapılan çalışmada, aljinat, yeşil fesleğen yaprağı, Mocaf (modifiye manyok) nişastası, Sorbitol ve balmumu kullanılarak yeşil sentez yöntemiyle antibakteriyel ekstrat elde edilmiştir. *Staphylococcus aureus* ve *Escherichia coli*'ye karşı antibakteriyel etkinliğinin olmadığı, ancak fesleğen yaprağı konsantrasyonunun nem içeriği, kalınlık, çekme mukavemeti, su buharı iletim hızı (WVTR) ve uzama değerleri üzerinde önemli bir etkiye sahip olduğunu belirtilmiştir.

Agustin ve diğ. (2017) tarafından yapılan çalışmada, antibakteriyel omurga olarak kitosan ve dolgu maddesi olarak kepek muz kabuğu nişastasına, katkı maddesi plastikleştirici gliserol ve yükseltici çinko oksit ilavesinin biyolojik olarak parçalanabilir biyoplastiklerin antibakteriyel aktivite etkisi araştırılmıştır. Çalışma sonucunda biyoplastiğin uygun değer bileşimi kitosan olduğu, gram pozitif ve gram negatif bakterilere karşı iyi antimikrobiyal aktivite gösterdiği ve biyoplastiğin bozunduğu ifade edilmiştir. Bakteri üremesine engel olan ve biyolojik olarak parçalanabilen bu malzemelerin gıda ambalajında kullanım potansiyeli olduğu bildirilmiştir.

Ganesh Babu ve diğ. (2022) tarafından yapılan çalışmada, hibrit biyokompozit film için pirinç kabuğu tozu (RHP), matris olarak polivinil alkol (PVA) ve gümüş nanopartiküller (AgNP'ler) kullanılmış, elde edilen çözelti döküm

yöntemiyle biyofilm haline getirilmiştir. Karakterizasyon, mekanik ve antibakteriyel özellikleri test edilmiştir. Yapılan çalışma sonucunda gümüş metalinin varlığı biyofilmleri 371°C'ye kadar termal olarak kararlı hale getirdiği ve antibakteriyel aktiviteyi geliştirdiği belirtilmiştir.

Shankar ve diğ. (2018) çalışmalarında üç farklı tipte sülfür nanoparçacıkları (SNP) içeren kitosan filmleri hazırlanmıştır. Bu çalışmada herhangi bir kapatma malzemesi kullanılmadan (SNP1), sodyum dodesil benzen sülfonat içeren (SDBS) (SNP2) ve kitosan ile (SNP3) elde edilmiştir. Yapılan çalışma sonucunda yüksek antimikrobiyal aktiviteye sahip kitosan/SNP kompozit filmlerin özellikle SNP3'ün E. coli ve L. Monocytogenes'yi tamamen uzaklaştırdığı ifade edilmiştir.

Vimala ve diğ. (2010) tarafından yapılan çalışmada, gümüş nanoparçacıklarla katkılanmış gözenekli kitosan filmler üretilmiştir. Yapılan çalışma sonucunda gözenekli kitosan filmlerin saf kitosan ya da gümüş katkılı kitosan nanokompozitlere göre daha üstün antibakteriyel özellikte olduğu ayrıca mekanik özelliklerinin de daha gelişmiş olduğu belirlenmiştir.

Ediyilyam ve diğ. (2021) tarafından yapılan çalışmada, kitosan ve M. frondosa'nın yaprakları kullanılmıştır. AgNP üretimi, yeşil sentez yöntemi kullanılarak yapılmıştır. Solüsyona döküm yöntemi ile AgNP'ler eklenerek CH-GE-AgNPs kompozit filmler hazırlanmıştır. Çalışma sonucunda hazırlanan filmlerin toprak ortamında kendiliğinden biyolojik parçalandığı, AgNP'lerin çapraz bağlama etkisinden dolayı polimer matrisinin kompaktlığını arttırdığı, şişme derecesinde azalma olduğu ifade edilmiştir.

Gadkari ve diğ. (2022) tarafından yapılan çalışmada üç katmanlı antibakteriyel su filtreleme sistemlerinin geliştirilmesinde kitosan/poli (laktik asit) (CS/PLA) nanolifleri kullanılmıştır. Elde edilen nanoliflerin antibakteriyel aktivitesini arttırmak için Solvotermal yöntemle sentezlenen gümüş nanoteller (AgNW'ler) ilave edilmiştir. Yapılan çalışma sonucunda CS/PLA/AgNW nanolifli membranların iki bakteri türüne karşı antibakteriyel etkisi olduğu ifade edilmiştir.

Wongpreecha ve diğ. (2018) tarafından yapılan çalışmada, AgNPs-kitosan hazırlamak için yeşil sentez yöntemi kullanılmıştır. Sentezlenen AgNP'ler-CS

(kitosan) ile çözelti oluşturulmuş, hem E. coli hem de S. aureus'a karşı etkili antibakteriyel aktivite gösterdiği ifade edilmiştir.

Güven ve diğ. (2018) tarafından yapılan çalışmada Moringa oleifera, caesalpinia bonduc, momordica charantia, pavetta corymbosa, psidium guajava ve dialium guineense altı çeşit bitki kullanılmıştır. Antimikrobiyal etkili gümüş nanopartikülleri (AgNP) sentezlemek için yeşil sentez yöntemi uygulanmıştır. Yapılan çalışma sonucunda, sentezlenen AgNP'lerin antimikrobiyal aktiviteleri incelenmiştir. Sentezlenen AgNP'lerin bakterilere, candida türü mayalara ve enfeksiyonel hastalıklara karşı alternatif antibakteriyel olarak kullanılabileceği belirtilmiştir.

Yan ve diğ. (2021) tarafından, çok katmanlı kitosan/gümüş nanopartiküllü filmler, iki aşamalı bir elektrokimyasal yaklaşımla hazırlanmıştır. Elde edilen ürünün antibakteriyel testleri S. aureus ve E. coli bakteri ile yapılmıştır. Çalışma sonucunda elde edilen verilerden biyomedikal uygulamalar için çok yönlü nanokompozit filmlerin geliştirilebileceği ifade edilmiştir.

Khan ve diğ. (2022) tarafından yapılan çalışmada, çevre dostu, düşük maliyetli ve verimi yüksek nanopartiküllerin alg bazlı biosentezi yeşil sentez yöntemiyle incelenmiştir. Çalışmada alg bazlı nanopartiküllerin sentezinin üretiminde yer alan yolları bulmak için kapsamlı çalışmalar gerektiği, daha uygulanabilir hale getirmek için kolay ve maliyeti düşük teknikler geliştirmeye ihtiyaç olduğu ifade edilmiştir.

Akpolat ve diğ. (2018) tarafından yapılan çalışmada, malzeme olarak defne, lavanta, melisa, şerbetçi otu, zerdeçal ve zeytin ekstraktlarını kullanılarak Ag nanopartiküller yeşil sentez yöntemi ile sentezlenmiştir. Yapılan çalışmada oldukça az enerji kullanarak indirgeyici ek kimyasal kullanmadan doğa dostu sulu ekstraktların eldesi ve nanopartikül sentezlenerek antibakteriyel aktif liflerin elde edilebildiği belirtilmiştir.

Abdullah ve diğ. (2019) tarafından yapılan çalışmada, malzeme olarak fıstık (Pistacia vera L.) bitki ekstraktı kullanılarak gümüş nanopartikül (AgNP)'ler yeşil sentez yöntemi ile sentezlenmiştir. Çalışma sonucunda sentezlenen AgNP'lerin

antimikrobiyal etkileri olduđu ve ila sanayinde, biyomedikal ve endüstriyel ürünlerde faydalı olabileceđi belirtilmiřtir.

Diler (2020) tarafından yapılan alıřmada, muřmula (*Mespilus germanica* L.) özütü yeřil sentez yöntemiyle gümüş nanopartikül sentezlemek için kullanılmıřtır. Yapılan alıřma sonucunda sentezlenen nanopartiküllerin yaklaşık 100 nm boyutunda küresel ve kübik řekle sahip olduđu belirtilmiřtir.

Özkan (2019) tarafından yapılan alıřmada, Burdur bölgesinde yetiřen kuru dimriti üzümü kullanılarak yeřil sentez yöntemiyle gümüş nanopartiküllerinin sentezlenmesi arařtırılmıřtır. alıřma sonucunda elde edilen gümüş nanopartiküllerin antibakteriyel özellikte ve sentezlenen gümüş nanopartiküllerin genellikle küresel bununla birlikte üçgen ve tetragonal řekillerin de olduđu belirtilmiřtir.

Gur ve diđ. (2022) tarafından yapılan alıřmada, kekik bitkisinden ZnO nanoparacık sentezlemek için inko asetat dihidrat kullanılmıřtır. Yapılan alıřma sonucunda kekik bitkisinden sentezlenen ZnO nanoparacıkların, antimikrobiyal, antioksidan aktiviteye sahip ve hücreleri DNA hasarına karřı koruyucu bir ajan olduđu, eřitli çevresel ve biyomedikal sektörde avantajlı bir řekilde kullanılabilmesi bildirilmiřtir.

Dulta ve diđ. (2022) yaptıkları alıřmada, nano inko oksit ile desteklenmiř sodyum aljinat ve kitosan katkılı filmler, portakal meyvesinin raf ömrünün arttırılması için kullanılmıřtır. Kitosan + nano-inkooksit ile elde edilen filmle kaplanmış portakalların raf ömrünün 20 güne kadar ıkarılabileceđi bildirilmiřtir.

Elangovan ve diđ. (2022) yaptıkları alıřmada, bina duvarlarına yapıřtırılan duvar kâđıtlarına malzeme olarak *passiflora foetida* meyvesinden yeřil sentez yöntemi ile sentezlenen nanoparacıklarla kaplamalı duvar kâđınının, duvarlarda geliřen alerjiye veya enfeksiyonlara yol aabilen mantar cinslerinden *Fusarium sp.*'ye karřı mükemmel antifungal etki ve umut verici biyosidal aktivite gösterdiđi bildirilmiřtir.

Zivanovic ve diđ. (2005) alıřmalarında anason, fesleđen, kiřniř ve kekik saf uçucu yağlarla katkılanırılan kitosan filmlerin iřlenmiř et üzerinde antibakteriyel etkisi ve fizikokimyasal özellikleri arařtırılmıřtır. Yapılan alıřma sonucunda

antibakteriyel etkinlikleri büyükten küçüğe sırayla kekik, kişniş, fesleğen, anason şeklinde ifade edilmiştir. Kitosan filmlere kekik uçucu yağının ilave edilmesi delinme, çekme mukaveti ve su buharı geçirgenliğini azaltmış ancak esnekliğini arttırdığı bildirilmiştir.

Sun ve diğ. (2022) tarafından çilek meyvesinin raf ömrünü uzatmak için yapılan çalışmada poliglikolik asit (PGA)/polibütilen adipat (PBAT) biyolojik olarak parçalanabilen kompozit malzemeler kullanılmıştır. Yapılan çalışma sonucunda özellikle % 80 PGA/ % 20 PBAT plastik filmlerin çilek meyvesinin saklanması için oldukça elverişli olduğu ifade edilmiştir.

Kalaycıoğlu ve diğ. (2020) tarafından yapılan potansiyel yara örtüsü kompozit film çalışmasında antibakteriyel nano seryum oksit/kitosan/selüloz asetat kullanılmıştır. Polimer kompozitler solvent döküm yöntemiyle oluşturulmuştur. Yapılan çalışma sonrasında nanopartiküller ve seryum oksit içeren kitosan/selüloz asetat filmlerin suda çözünür olmadığı, detaylı bir sentez tekniği gerektirmeden tek adımlı üretimi olması sebebiyle potansiyel yara örtüsü olarak önerildiği belirtilmiştir.

Mohammadi ve diğ. (2015) tarafından yapılan çalışmada, ekmeğin raf ömrünü uzatmak için yapılan deneysel çalışmada, titanyum dioksit bazlı % 3 ve % 5 nano gümüşle hazırlanan kaplama malzemesi ve ayrıca konvansiyonel polietilen kaplamalar karşılaştırılmıştır. Yapılan çalışma sonucunda ekmekteki mantar varlığını etkileyen ana faktörün film tipi ve saklama süresinin etkili olduğu belirtilmiştir. Titanyum dioksit bazlı nano-gümüş partiküllü polietilen ambalajların fırıncılık sektöründe kullanılmasının önerildiği ifade edilmiştir.

Mohammadi ve diğ. (2018) tarafından yapılan çalışmada, malzeme olarak kullanılan yumurta kabuğu membran jelatin ve kitosan ile yenilebilir kompozit filmlerin elde edilmesi çalışılmıştır. Yöntemde ön işleme tabi tutulan yumurta kabuğu zarları, pepsin ve asetik asit içinde 24 saat sürekli karıştırma yöntemi kullanılmıştır. SEM karakterizasyon sonuçlarına göre elde edilen filmlerin birbirine bağlı, pürüzsüz ve homojen dağılım gösterdiği ifade edilmiştir.

3. GENEL BİLGİLER

3.1 Polimerler

3.1.1 Polimerlerin Genel Tanımı

Polimerler, tekrarlanan birimler olarak ifade edilen “mer” küçük moleküllerinin kovalent bağlarla kuvvetli şekilde birbirine bağlanması ve tekrar eden dizilimleriyle oluşan moleküler yapılardır. Bu moleküler yapılar yüksek molekül ağırlıklı, uzun zincirli yapı özellikleriyle polimer malzemeleri oluşturmaktadır. Oluşan polimer malzemelerin fiziksel özellikleri, yoğunluk ve viskozite gibi özellikleri “mer” sayısına bağlı olarak değişiklik göstermektedir (Savaşçı ve diğ. 1998).

Petrol ve türevlerinden elde edilen polimerler, insan hayatında birçok uygulama alanı bulmakta ve kaplama sektöründe de yaygın olarak kullanılmaktadır. Kolay şekil verilebilmesi, kalıplanabilmesi, çeşitli bileşimler oluşturulabilmesi ve bunun sonucunda fiziksel özelliklerinin değiştirilebilir olması, polimerlerin tercih edilmesini arttırmakta ve polimer sektörünü geliştirmektedir. Polimerler başta ambalaj, inşaat, beyaz eşya, otomotiv, elektronik, ev ürünleri, tekstil ve medikal sektörleri olmak üzere girdi sağlanmaktadır. Polimerlerin çoğu oldukça dayanıklı bir yapıya sahiptir, ancak doğada uzun süre bozunmadan kalabilmeleri, doğaya zararlı etkiler oluşturmaktadır. Dünyada yılda 1 trilyon polietilen (PE) plastik poşet kullanıldığı bilinmektedir. Genel bir hesaplama yapılacak olursa, 1 trilyon PE plastik poşet üretiminde yaklaşık olarak 4 milyar ton PE kullanılmaktadır. Bu miktar toplam plastik kullanımının sadece % 2'sine karşılık gelmektedir. Ayrıca kullanılan PE plastik poşetlerin tamamının geri dönüştürülmesi her zaman mümkün olmamakla beraber, dünya üzerinde bölgelere göre geri dönüştürülme oranları değişiklik göstermektedir. Geri dönüştürülemeyen bu polimerler doğada birkaç farklı şekilde kullanılmaktadır: Bunlar enerji elde etmek için yakılması, depolanması veya çöp olarak doğrudan doğal çevreye bırakılması şeklinde sayılabilir. Suya karışabilme

özelliđi olan bazı polimerlerin (PE, polipropilen (PP) ve polistiren (PS) gibi) deniz ve okyanuslara atıldığında yılda yaklaşık 5 milyar ton plastik atığa sebep olduđu ve bu rakamın saatte yaklaşık 600 kg polimer olduđu ifade edilmektedir (Miller 2013). 2018 yılında yaklaşık 359 milyon ton polimer üretilirken, aynı yıl 385 milyon ton polimer tüketimi olmuştur (Alliance 2018; Rai ve diđ. 2021).

3.1.2 Polimerlerin Sınıflandırılması

Polimerler ile ilgili farklı sınıflandırmalar yapılabilmektedir. En temel sınıflandırma (Bahattin 1981);

1. Molekül ağırlığına göre,
 2. Organik veya Anorganik olma durumuna göre,
 3. Isıl davranışına göre
 4. Zincirin yapısına göre,
 5. Zincirin fiziksel ve kimyasal özelliğine göre,
 6. Sentezlenme şekline göre,
 7. Bileşik kaynağına göre
- şeklindedir.

Polimerlerin moleküler kütlesi 20000 g/mol'den büyük ise yüksek, moleküler kütlesi 10000 ile 20000 g/mol arası ise *düşük moleküler ağırlıklı polimer* olarak ifade edilmektedir (Bahattin 1981). Polimerlerin organik yapısı, hidrojen ve karbon atomu içermektedir. *Organik polimerlerin* yapısındaki ana zincirlerinde karbon atomu mevcuttur. Ana zincirde karbon atomu yerine kükürt, fosfor vb. atomlar içeren polimerler ise *anorganik polimer* olarak ifade edilmektedir. Polimerler ısıl davranışa göre ikiye ayrılmaktadır: *termoset* ve *termoplastik* polimerler. Termoset polimerler, zincir yapılarında çapraz bağ sayesinde ağ yapıya sahip olan, ısı aracılığı ile eritemeyen, sert, çözücülerle çözünemeyen ve yüksek sıcaklık ile erimeden

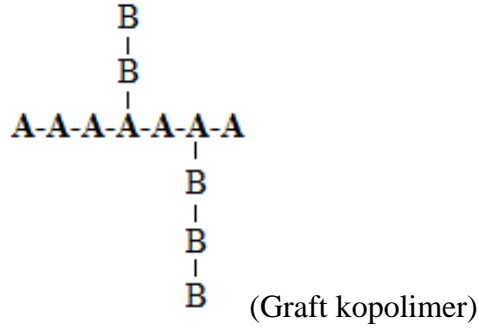
bozunan polimerlerdir. Termoplastik polimerler ise aldıkları ısı ile eritilip tekrar şekil alabilen çapraz bağ bulundurmayan polimerlerdir.

Polimerler zincir yapısına göre ikiye ayrılırlar: *Homopolimerler* ve *Kopolimerler*. Homopolimerler tek bir monomerden oluşan polimer zincirli polimerlerdir: A-A-A-A-A-A-A-A. Kopolimerler, iki farklı monomerden oluşan polimerlerdir:

A-A-A-B-A-B-B-B-A (rastgele kopolimerler)

A-B-A-B-A-B-A-B-A (alternatif kopolimerler)

A-B-B-B-A-A-A-B (Blok kopolimerler)



Polimerlerin zincirlerin fiziksel-kimyasal yapılarına göre sınıflandırılması *doğrusal*, *dallanmış* ve *çapraz bağlı* olmak üzere üç farklı şekildedir. Doğrusal (lineer) polimerlere örnek olarak yüksek yoğunluklu polietilen (YYPE veya HDPE) (-A-A-A-A-A-A-A-A-) verilebilir. Alçak yoğunluklu polietilen (AYPE veya LDPE), dallanmış polimerlere örnek gösterilebilir:

-A-A-A-A-A-A-A-A-A-A-AA

A A

Çapraz bağlı polimere ise vulkanize kauçuk örnek verilebilir:

-A-A-A-A-A-A-A-A-A-AB B

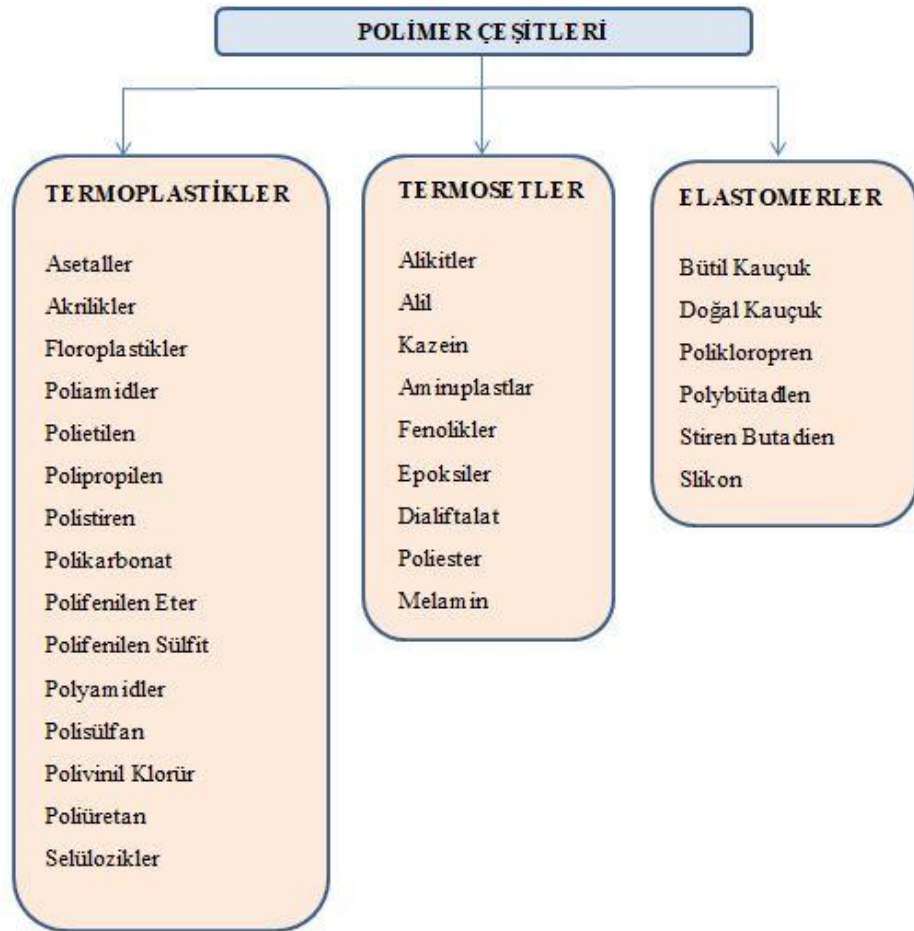
-A-A-A-A-A-A-A-A-A-

Polimerler sentezlenme şekillerine göre *kondenzasyon* ve *katılma* polimerleri olarak ikiye ayrılabilir (Yoruç ve Uğraşkan 2017). Kondenzasyon polimerleri, iki tane monomerin reaksiyona girerek su açığa çıkması ile oluşan polimerlerdir. Zincir (katılma) polimerleri ise sentez reaksiyonu bir çift bağın açılması ve monomerlerin birbirine zincirin halkaları gibi katılması ile oluşan polimerlerdir.

Polimerler bileşik kaynağına göre *doğal*, *sentetik* ve *yarı sentetik* polimerler olarak sınıflandırılabilir. Doğal polimerler, canlı veya cansızlarda kendiliğinden doğal yollarla oluşan polimerlerdir. Doğal polimerlere nişasta, protein, selüloz vb. örnek gösterilebilir. Doğal polimerlere *biyopolimer* de denilmektedir. Selüloz gibi doğal polimerler genellikle canlıların yapısında bulunmaktadır. Doğada en çok bulunan selüloz, bitki ve ağaçların temel yapısını oluşturan polimerdir ve pamuğun ana bileşenidir. Polimerik karbonhidratlar, deoksiribonükleik asitler ve ribonükleik asitler canlılarda bulunan doğal polimerlerdir. Sentetik polimerler, monomerlerin farklı polimerleşme tepkimeleri sonucu oluşan polimerlerdir. Sentetik polimerlere PE, poli vinil klorür (PVC) vb. örnek gösterilebilir. İlk sentetik polimerler olan fenol ve formaldehitten sentezlenen bakalit, ticari bir ürün haline getirilerek valf parçaları, bıçaklar, alet kulpları, düğmeler gibi parça üretiminde kullanılmaktadır. PE polimerler yüksek basınçlı boruların yapımında, araba yakıt depolarında, düşük yoğunluklu polietilen polimerler esnek ve yumuşak oluşu nedeniyle gıda ambalajı, selefon bant, plastik oyuncak yapımında kullanılmaktadır. Yarı sentetik (suni) polimerler, doğal polimerlerden kimyasal tepkime sonucunda elde edilen polimerlerdir. Hemen hemen tüm hidroksil gruplarının asetilasyonu ile çözölemeyen selülozdan, çözünebilen selüloz triasetat elde edilir (Aydın 2019).

Polimerler işleme şekillerine göre 3 ana sınıfa ayrılırlar. Bunlar *termoplastikler*, *termosetler* ve *elastomerlerdir* (Karagöz 2008). Termoplastikler, yapılarından dolayı belli sıcaklığa kadar şekillerini ve boyutlarını koruyan oda sıcaklığında katı olan malzeme ısıtıldığında rijit özelliği olmadığı için yumuşayan ve artan sıcaklıkla viskozitesi düşen dolayısıyla kolaylıkla şekillendirilebilen malzemeler olup soğutulduğunda tekrar sertleşme özelliğine sahiptirler. Kolay şekil almalarından dolayı kullanımları yaygındır (Şahin 2006; Saçak 2005; Demirel 2007). Termosetler, yapıları gereği küçük monomerlerin uzun ve aralarında bağlar bulunan polimer molekülleri haline getiren kimyasal reaksiyonla oluşan, sıvı halde

buldukları için ısı ve kimyasal yollarla sertleştirilerek, sağlamlaştırılırlar. Oda sıcaklığında sınırlı çalışma alanları ve katılma süreçleri uzun süreçler ve fabrikasyon gerektirmesi bir dezavantajdır. Fakat kimyasal direnç, termal kararlılık ve düşük öz kütleye sahip olmaları bir avantajdır (Şahin 2006; Saçak 2005; Demirel 2007). Elastomerler, çapraz bağlı uzun zincir yapılarından oluşan polimer yapı düşük gerilmelere maruz kaldığında büyük bir elastik deformasyon özelliği ile % 500 ve daha fazla uzama yaparak tekrar orijinal hale dönme özelliğine sahiptirler (Şahin 2006; Saçak 2005; Demirel 2007). Şekil 3.1’de endüstride çok kullanılan polimerler görülmektedir (Yalçın ve Gürü 2022).



Şekil 3. 1: Endüstride çok kullanılan plastikler (Yalçın ve Gürü 2022)

Kuşkusuz, onlarca yıldır hayatımızın bir parçası olan hafif, kullanışlı, yüksek performanslı ekonomik olan plastiklerin olmadığı bir hayat düşünemeyiz. Ancak, UNIDO (2019) raporunda çoğu tek kullanımlık ambalajlardan kaynaklanan plastiklerin, her yıl dünya okyanuslarına 12 milyon ton miktarında taşındığı ifade

edilmektedir. Denizlerde kayıp olan olta takımları, endüstriyel atıklar, yasa dışı denizlere boşaltılan çöpler denizlerdeki çöplerin yalnızca % 20'sini oluşturmakta diğer plastik çöpler karalardan (kişisel koruyucu plastik ekipmanlar gibi) gelmektedir. Plastik ürünler su ortamına (deniz, göl, nehir, vb) ulaştıktan sonra maruz kaldığı güneş ışığı, oksijen vs. koşullara bağlı olarak, her yıl ölen 1 milyondan fazla deniz kuşuna ve 100.000'den fazla deniz memelisine ve diğer canlılara zarar verebilmektedir (UNESCO 2021). Plastik kalıntı ve atıklardan 'çöp yığınlarının' oluşması, okyanuslarda en gözle görünür sonuçlar arasındadır (Kaiser 2010).

Geleneksel polimerler yerine su ekosisteminde parçalanabilen (biyobozunan) malzemeler tercih edilmesi sorunun çözümünü kolaylaştırıcı bir faktördür (Ribba ve diğ. 2022). Başta polilaktik asit (PLA), polibütilen adipat teretalat (PBAT) ve nişastadan elde edilen biyobozunur polimerler için dünyada üretim kapasitesi 2020 yılında, 1,23 milyon ton civarındadır (Ribba ve Goyanes 2016; Ribba ve diğ. 2021). European Bioplastics tarafından hazırlanan "World plastics production" raporunda, dünyadaki yıllık polimer üretiminin 370 milyon ton civarında olduğu ve bu miktarın sadece % 0,33'ünün biyolojik olarak parçalanabilir polimerlerden oluştuğu belirtilmektedir. Raporda ayrıca 2025 yılına kadar biyobozunur polimerlerin oranında % 50 artış sağlanması da öngörülmektedir (European Bioplastics 2020). Bu bilgilerden yola çıkılarak biyobozunur ve biyokompozit malzemelerle ilgili araştırma ve çalışmalar hız kazanmaktadır.

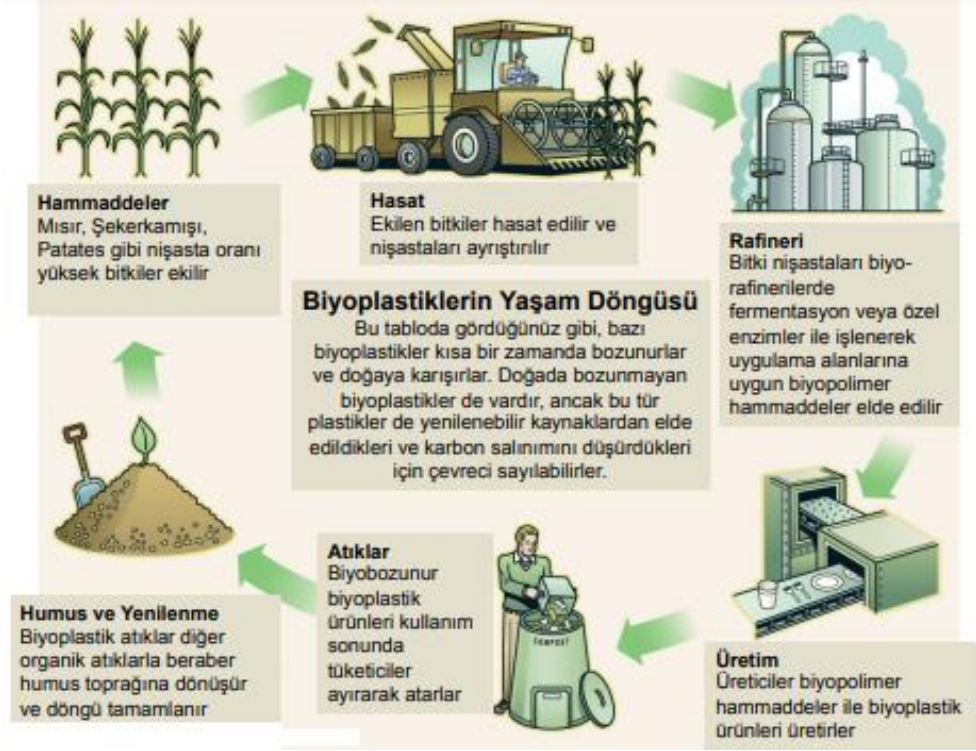
3.2 Biyokompozit Malzemeler

Bu bölümde biyobozunur ve biyokompozit malzemeler ile kullanım alanları hakkında bilgi verilecektir.

3.2.1 Biyobozunur Polimerler

1980'lerden itibaren biyolojik olarak parçalanabilen biyopolimerlere olan ilgi artmıştır. Şekil 3.2' de görüleceği üzere, biyobozunurluk polimerin kökenine, kimyasına, molekül yapısına ve ağırlığına, mekanik özelliklerine, üretim yöntemine, depolanma şartlarına ve diğer çevresel faktörlere bağlıdır. Polimerler hidrofilik ya da

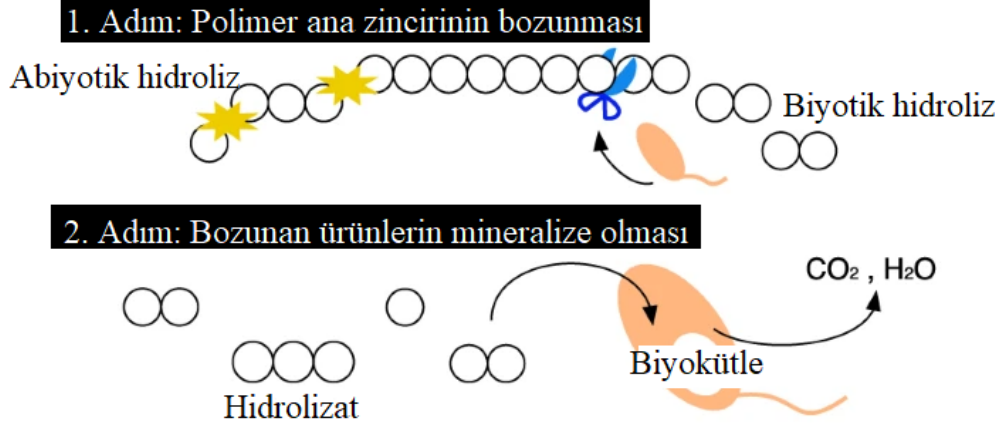
hidrofobikliğine, bağların enzimatik kırılmaya duyarlılığına, zincirlerin esnekliğine ve amorf yapısına bağlı olarak mikroorganizmalar tarafından bozulmaya uğrayabilmektedir (Zhang ve diğ. 2021; Hahladakis ve diğ. 2020).



Şekil 3. 2: Biyobozunur plastik döngüsü (Kaplancalı 2014)

Biyopolimerler, Singh (2011) tarafından, “yeşil bitkiler, hayvanlar, bakteriler ve mantarlar tarafından, doğal yollarla yaşam döngüsü esnasında elde edilen polimerler” olarak ifade edilmektedir. Armentano (2013) ise “doğal ortamlarda mikroorganizmalar tarafından gerçekleştirilen enzimatik reaksiyonlarla karbondioksit ve su gibi basit moleküllere ayrıştırılabilen polimerler” olarak biyopolimerleri ifade etmektedir.

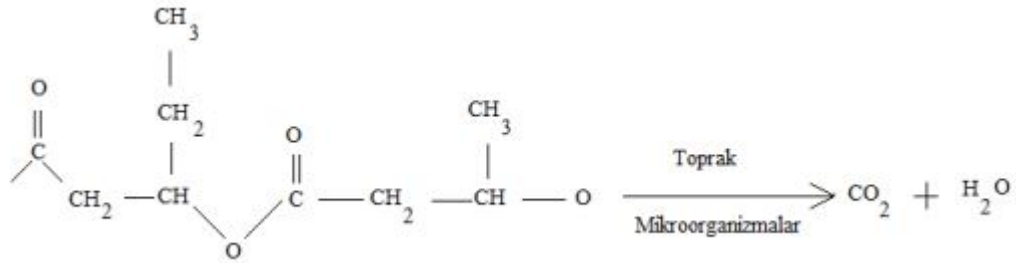
Biyobozunur polimer malzemelerin bozunması zincir bölünmesi ve mineralizasyon şeklinde iki basamakta gerçekleşir. Zincir bölünmesi, mikrobiyal hidrolitik enzimlerle (biyotik hidroliz) veya biyolojik olmayan hidroliz (abiyotik hidroliz) yoluyla gerçekleşir (Şekil 3.3) (Suzuki ve diğ. 2021).



Şekil 3. 3: Biyobozunur plastiklerin biyolojik bozunma süreci (Suzuki ve diğ. 2021)

ISO (International Organization for Standardization 2019) tarafından nehir, deniz, göl, okyanus gibi farklı su ortamlarında ‘biyobozunur polimer’ tanımındaki düzenleme ve belgeler standartlar haline getirilerek uluslararası standart ISO14851'e dayandırılmıştır ve bu çalışma atıkların azaltılmasına önemli bir fayda sağlamaktadır.

Biyobozunur polimerler Şekil 3.4' de görüldüğü gibi toprakta bulunan bakteriler tarafından hızlıca biyolojik olarak parçalanabilen ve çevreye dost kabul edilen ürünler meydana getirmektedirler (Savaşçı ve diğ. 1998).



Şekil 3. 4: Bakteriyel olarak üretilen biyolojik olarak parçalanabilen polimer (Savaşçı ve diğ. 1998)

Biyobozunur polimerler *yeşil malzemeler* olarak da isimlendirilebilir. Sağladıkları avantajlar ile gün geçtikçe petrol kaynaklı polimerlere oranla tekstil, gıda, kozmetik, inşaat, otomotiv, beyaz eşya ve medikal sektörlerinde daha çok tercih edilmektedirler. Gıda sektöründe, kaplama malzemelerinde, otomotiv ve beyaz eşya sektörlerinde kullanılan kompozitlerde, inşaat sektöründe yalıtım malzemelerinde ve medikal sektörde cerrahi malzemeler ve implantların hazırlanmasında tercih edilmektedir (Sin ve diğ. 2012). Ayrıca, tarım arazilerinde biyopolimerlerin

kullanılması, kimyasal gübre ihtiyacını azaltma potansiyeline sahiptir. Güncel hayatta biyopolimer kullanım oranı arttıkça, ekoloji açısından fayda sağlanabilecek, daha sağlıklı bir çevre oluşacak ve petrole olan ihtiyaç azalacaktır (Flaris ve Singh 2009; Yoruç ve Uğraşkan 2017). Çevre güvenliği ve sürdürülebilir çevre bilicinin artması ile doğada hızla bozunmaya uğrayan ve tamamen doğaya karışabilen malzemelerin gelişmesine yönelik çalışmalar ve araştırmalar hızlandırılmıştır. Yeşil polimer olarak bilinen biyopolimerlerin gelişmesi ile biyolojik olarak parçalanabilen, çevre dostu ambalaj ve kaplama malzemeleri elde edilmiştir (Othman 2014).

Biyobozunur polimerler sentezlenmesine göre 4 grupta incelenmektedir (Şekil 3.5) (Jamshidian ve diğ. 2010):



Şekil 3. 5: Biyobozunur polimerlerin sentezine bağlı olarak sınıflandırılması (Dursun ve diğ. 2010)

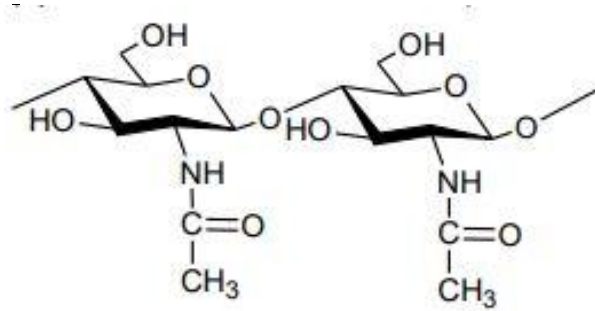
Biyobozunur polimerler kaynakları *Proteinler-Lipidler ve Polisakkaridler* olarak incelenmektedir.

Proteinler, doğal halde kullanılabilen, film hazırlanmasına olanak sağlayan, hayvansal veya bitkisel kaynaklardan elde edilebilen malzemelerdir. Hayvan bağ dokularının ilk protein bileşeni *kolajendir*. Enzimatik olarak parçalanma özelliğine sahip olan kolajen, biyolojik olarak birçok özelliğinden dolayı biyomedikal alanda birçok çalışmada kullanılmaktadır. Diğer hayvan bağ dokusu ile elde edilen 19 aminoasitten oluşan *jelatin* de bir protein türü olup suda çözünebilen bir formdadır. Jelatin iyi bir film oluşturma özelliğine sahiptir. Soya proteini, yağ ve yağ asitleri gibi diğer biyopolimerler ile jelatinin birleşmesi yapının fiziksel durumunu daha iyi

hale getirmesine sebeptir (Vroman ve diğ. 2009). Diğ er hayvansal kaynaklardan elde edilen proteinler elastin, albümin, fibrin gibi proteinler olup çeşitli biyomedikal çalışmalarda araştırmalarda kullanılmaktadır.

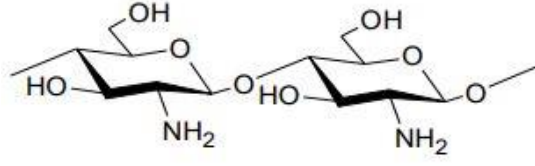
Bitkisel kaynaklardan elde edilen proteinlerden olan *gluten*, buğday ve nişastanın bir yan ürünüdür, üretimi kolay ve düşük maliyetlidir. Gluten en hızlı bozunabilen doğal malzemelerden olup, biyolojik parçalanma hızı yüksek ve toksik olmayan bir malzemedir. Buğday gluteninin esnek ve yenilenebilir bir film oluşturma özelliği bulunmakla birlikte, mekanik özellikleri, hidrofiliklik ve bariyer özellikleri diğ er protein filmlere göre daha zayıftır. (Attenburrow ve diğ. 1990; Shurleff ve diğ. 1989).

Deniz kaynaklarından elde edilen grupta en çok kullanılan doğal biyobozunur polisakkarit yengeç, karides, kerevit ve böcek kabuklarında bulunan *kitin*dir (Şekil 3.6) (Vroman ve diğ. 2009).



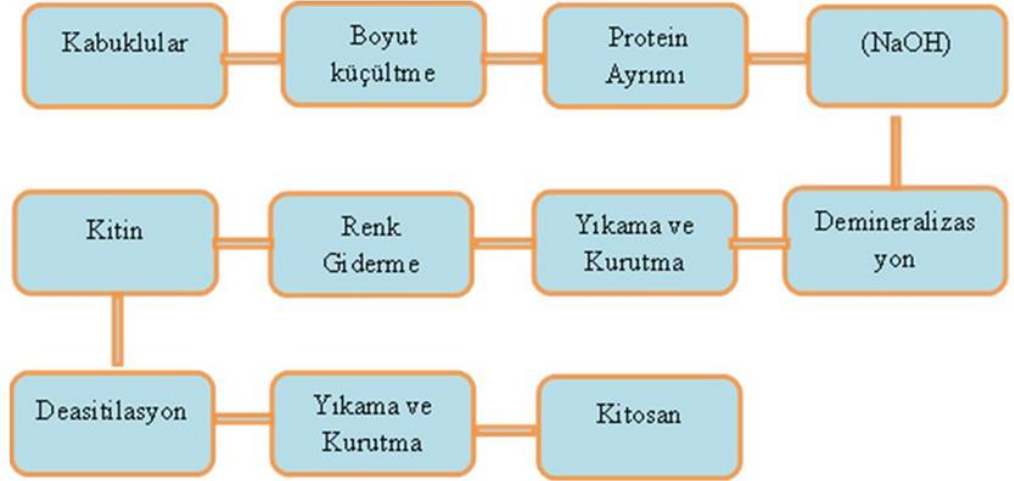
Şekil 3. 6: Kitinin yapı formu (Yoruç ve diğ. 2017)

Doğal yollarla elde edilen *kitosan* modifiye edilebilir karbonhidrat olup kitinin deasetilasyonu ile elde edilmektedir. Kitosan yapısında N-asetil glukozamin ve glukozamin kopolimerini içerdiği için, meyve ve sebze endüstrisinde antimikrobiyal özelliğe sahiptir (Taştan ve Baysal 2013; Kuzgun ve İnanlı 2013; Demir ve Seventekin 2009). Kitin, doğada en çok bulunan 2-asetamido-2-deoksi-β-D-g glukoz monomerlerinin β-(1,4) bağı ile bağı, doğal bir polimerdir. Şekil 3.7' de kitosanın yapı formu görülmektedir.

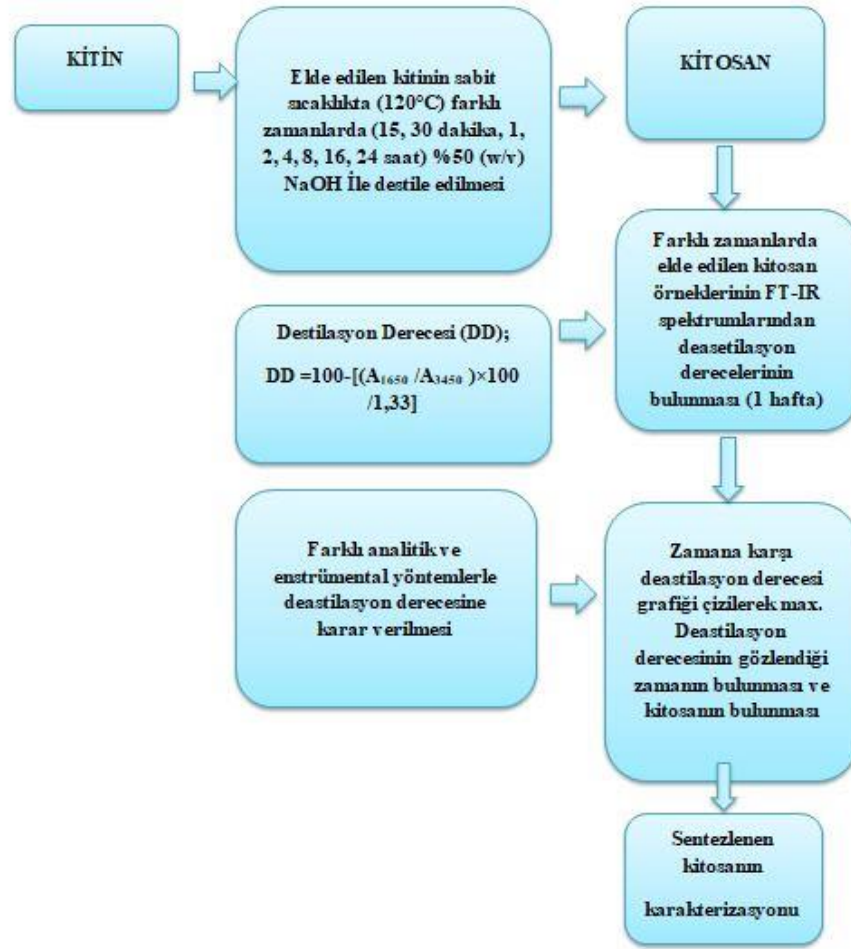


Şekil 3. 7: Kitosanın yapı formu (Yoruç ve diğ. 2017)

Karides, böcek, yengeç kütüküllerinin ve mantar hücre duvarlarının dış iskeletlerinde bulunduğu bilinmektedir. Şekil 3.8 ve Şekil 3.9’ de gösterildiği gibi elde edilmektedir. Synowiecki (2003) tarafından biyosferde 10 Gton kitin varlığı selülozdan sonra doğada en çok bulunan ikinci yenilenebilir biyopolimer olduğu ifade edilmektedir. Ağız yolu ile kullanım uygulamalarından sonra kitosanın toksik bir yapıda olmadığı katkı malzemesi olarak Amerikan Gıda ve İlaç Dairesi (FDA) tarafından onaylanmıştır (Nair 2007).



Şekil 3. 8: Kitosanın deasitilasyon ile elde edilmesi (Ilyas ve diğ. 2022)



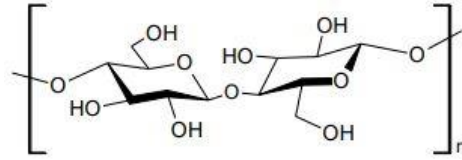
Şekil 3. 9: Kitosanın sentezlenme şeması (Polat 2008)

Katı amorf yapıya sahip kitosanın suda çözünemeyen biyopolimer olmasının sebebi, polimer zincirlerindeki güçlü moleküller arası hidrojen bağlarının olmasıdır (Lizardi ve diğ. 2016). Kitosan ile toksikliği düşük olan çözücüler kullanılarak bazı polimerlerin melez (hibrit) yapıları oluşturulmuştur (Dutta ve diğ. 2004). Kitosan; antiinflamatuvar, antitümör, antimantar, antibakteriyel, hemostatik ve analjezik özellikler (Bagheri Khoulenjani ve diğ. 2009) ve özellikle gram pozitif bakterilere karşı daha fazla antibakteriyel özellik göstermektedir (Yıldız ve Yangılar, 2016). Kitosanın bu özellikleri, yara örtü malzemesi, ilaç dağıtım sistemleri gibi biyomedikal uygulamalarda kullanılmasına imkân sağlamıştır (Kim ve diğ. 2008). Kitosan ve türevleri ayrıca kontak lens üretiminde, gıdalarda filtreleme ve temizlemede, zayıflama maddelerinde (yağ bağlayıcı olarak), hidrojel ve kan pıhtılaştırıcı madde yapımı gibi alanlarda kullanılmaktadır. Ayrıca gübre yapımında, atık sulardaki metal iyonlarının uzaklaştırılması ve geri kazanılmasında,

deodorantlarda koku giderici madde yapımında, nemlendirici ve saç şekillendirici madde yapımında, antimikrobiyal madde üretimi gibi birçok alanda kullanılabileceği ifade edilmektedir (Demir ve Seventekin 2009).

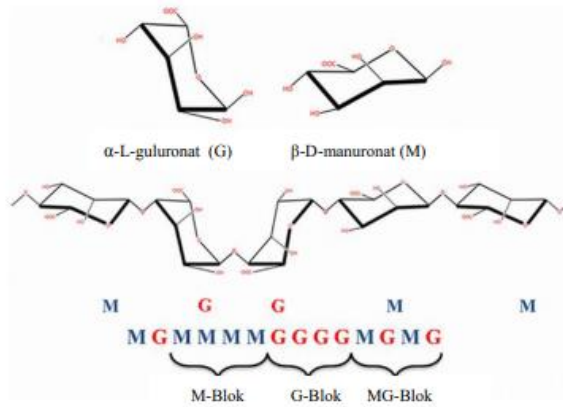
Tarımsal ürün olan patates, mısır, buğday ve pirinçten elde edilen *nişasta*, doğada bol miktarda bulunan ucuz bir biyopolimerdir. Doğrusal ve kristalli bir polimer olup, kaynağına göre molar kütlesi mekanik özellikleri ve biyobozunurlulukları farklılık göstermektedir (Fredrikson ve diğ. 1998; Ratnayeke ve diğ. 2001). Termoplastik ürün haline getirilebilen nişasta, DIN54900'a göre kompostlanabilen, oksijen bariyeri iyi düzeyde, yüksek su buharı geçirgenliğine sahip ve termal kararlılığı düşük bir malzeme türü olarak ifade edilmektedir (Domb ve diğ. 1998). Termoplastik özelliği ile birçok alanda film oluşturmak için, tek kullanımlık gıda ve kozmetik paketlemede reçine olarak kullanılabilmektedir (Chandra ve Rustgi 1998; Xiong ve diğ. 2008). Nişastanın plastik malzemelere dolgu ilave malzeme olarak eklendiğinde su geçirmediği ancak su buharını geçirdiği (Pedroso ve Rosa 2005) ve biyolojik olarak parçalanma özelliğine sahip bir dolgu malzemesi olduğu belirtilmektedir (Nakamura ve diğ. 2005).

Selüloz, Zhou ve Wu (2012) tarafından bitki ve bakterilerin biyokütlesinden elde edilen biyopolimer olarak tanımlanmıştır. Yapı formu Şekil 3.10'da gösterildiği gibi olan selüloz, tekrarlı şekilde β -D-glukopiranz birimleri ve bu birimlere anhidroglukoz molekülü üç tane hidroksil grubu içermesi yüksek fonksiyonda ve hidrofilik özellik kazandırmaktadır (Peng 2011). Selüloz başlıca doğal ve yenilenebilir kaynaklardan biridir. Endüstride selüloz nanokristaller, polimer bazlı nanokompozit malzeme olarak oldukça yaygın kullanılmaktadır (Österberg 2013). Selülozun avantajları Tan ve diğ. (2015) tarafından, yüksek termal kararlılık, yüksek mukavemet, düşük yoğunluk, yüksek gerilme mukavemeti, dayanıklılık, yüksek sertlik, iyi kalıplanabilir olarak tanımlanmış ve bu avantajlarından kaynaklı endüstride aktif olarak kullanılan bir malzeme olduğu ifade edilmiştir. Selüloz ve selüloz türevleri Bogati (2011) tarafından gıda, tekstil, medikal, plastik sanayide kullanıldığı ayrıca Wüstenberg (2014) tarafından gıda sektöründe aroma verici, inceltici, kıvam verici, ilaç sanayide takviye ve kaplamada, plastik sanayide kompozit destek malzemesi olarak kullanımının geniş olduğu ifade edilmiştir.



Şekil 3. 10: Selülozun yapı formu (Yoruç ve diğ. 2017)

Aljinat, hazmı zor olan bir polisakkarit olup doğal yollardan rafine olmayan kahverengi alg türlerinden elde edilmektedir (Skurtys ve diğ. 2010; Smidsrød ve Skjåk-Bræk 1990). Şekil 3.11’de gösterilen aljinatın yapı formu, moleküler yapısı doğrusal ikili şekilde oluşan 1-4 glikozidik bağlarla bağlanan β -D-mannuronik asit (M) ve α -L-gluronik asidin (G) dallanmamış kopolimeridir (Juárez ve diğ. 2014). Doğal yollarla elde edilen aljinat dondurma, salata sosları gibi gıdalarda katkı malzemesi olarak ayrıca kitin ve kitosanında gıda ve yem malzemelerinde kullanımı mevcut olduğu Agullo ve diğ. (2003) yılındaki çalışmalarında ifade edilmektedir.



Şekil 3. 11: Aljinat yapı formu (Juarez ve diğ. 2014)

Öğmen (2008) tarafından yapılan çalışmada, aljinatın kitosan, doğal ya da sentetik polikasyonlarla çapraz bağlanma sonucunda jeller oluşturabildiği ve bu jellerin mekanik ve şişme özelliklerinin kontrol edilebildiği ifade edilmektedir. Aljinat, jel oluşturup su tutma özelliğine sahip, stabilize edici ajanlar olarak çeşitli endüstriyel kullanım alanlarına sahiptir ve yapısı gereği su içerisinde çözündüğünde çözelti koyulaştırıcı ya da jel oluşturabilme özelliğine sahip bir malzemedir. Aljinat jeller 0-100°C kararlı bir yapıya sahip olup, sertlik ve vizkozite değerleri, sıcaklık

arttıkça azalmaktadır (Gacesa 1988). Kimyasal çapraz bağlama ile bu polimerlerin suya karşı dirençleri geliştirilebilmektedir. Hidrofilik polimerin çapraz bağlama derecesi arttığında sudaki şişmesi yani suyu içine alması azalmaktadır (Krumova ve diğ. 2000; Kim ve diğ. 2000). Sodyum aljinat en çok kullanılan aljinat tuz olarak (Yoo 2011) ifade edilmekte olup endüstride stabilazör ve süspansiyon yapan madde olarak; gıda, tekstil, ilaç sektöründe ise film, zar ve jel yapmak için kullanılan bir madde olarak bildirilmiştir (Hay ve diğ. 2013).

Polihidroksialkanoat (PHA), monomer birimleri $-[O-CH(R)-CH_2-CO]-$ formüllü bir biyopolimer türüdür. Tıp sektöründe implant malzemesi olarak kullanılabilir (Ghanbarzadeh ve Almasi 2015).

Birçok avantaj sağlamasına rağmen, istenilen düzeyde biyopolimer üretimi söz konusu değildir. Sınırlı miktarda üretiliyor olmasının temelinde ise biyopolimerlerin üretim maliyetinin yüksek olması yatmaktadır. Üretimin artması ile seri üretimde maliyetin aşağı çekilebileceği düşünülmektedir (Say ve diğ. 2017). Biyopolimer malzemelerin petrol türevli gıda ambalaj malzemelerine göre daha zayıf termal, mekanik ve nem bariyeri özellikte olması bir dezavantajdır. Bu sebeple biyopolimerlerin aktif olarak kullanıma geçmesi ve geliştirilmesine yönelik çalışmalar arttırılmıştır. Yapılan çalışmalarda nanokompozitlerin, biyopolimerlerin mekanik ve bariyer özelliklerini arttırdığı yönündeki gelişmeler umut vericidir. Bu nedenle nano boyutlu dolgu maddeleri, matrislerin mekanik ve bariyer özelliklerini arttıran önemli bir takviye malzemesi olmaktadır (Othman 2014).

3.2.2 Biyobozunur Polimerlerin Kullanım Alanları

Biyolojik olarak parçalanabilen polimer filmler, nemi korumak, toprak sıcaklığını yükseltmek ve bitkilerde büyüme hızını arttırmak amaçlı hazırlanarak 1930'lu yıllarda sera kaplamalarında kullanılmaya başlanmıştır (Mazollier ve Taullet 2003). Nişasta ile elde edilen filmlerin tarımda kullanılmasının nedeni, toprak ile karıştığında mikroorganizmaların temas etmesinde toksik olmayan parçalanma gerçekleşmesi ayrıca su ve yüksek sıcaklıkların mekanik özellikleri etkilememesidir (Briassoulis 2007). Denizcilik sektöründe biyolojik olarak parçalanabilen halatlarda ve balık ağlarında biyopolimer malzemelerin kullanımı deniz kültürüne çevre dostu

ürünlerle destek olmuştur (Asrar ve Gruys 2002). Kitinin, biyoteknolojide atık su arıtımında yararlı olan ağır metal gruplarında radyasyon için emici görevi vardır (Vroman ve Tighzert 2009).

Sektörel olarak otomotiv, inşaat, elektronik, spor ve günlük eğlence gibi birçok alanda biyobozunur malzemelerle ilgili çalışmalar sürdürülmektedir. Otomotiv sektöründe biyokompozit malzemelerin gelişmesi ile daha hafif araç parçaları, harekete karşı direnci azaltan nişasta bazlı polimer katkılı lastikler, yakıt tüketiminde avantaj, sera gazı emisyonunda avantaj sağlayan araçlar tasarlanması, cam liflerin yerine kullanılabilecek doğal lifler ile araç parça malzeme üretimi hedeflenmektedir (Lammers ve Kromer 2002).

Spor ve eğlence sektöründe biyolojik olarak parçalanabilen golf topları, olta iğneleri gibi birçok alanda kullanımları mümkündür. PLA, PBS, PCL gibi alifatik polyesterlerle elde edilen tek kullanımlık tabak, çatal, bardak, bıçak vb. ayrıca çocuk bezi, hijyenik ped ve temizlik ürünleri gibi tüketici malzemeleri biyolojik parçalanabilir plastiklerden üretilir. Buna birçok kategori eklenebilir: taraklar, kalemler vb.

Biyobozunur polimerler çevre ve fiziksel insan sağlığı koruyucu, sürdürülebilir uygulamalarıyla son yıllarda trendi yükselen bir çalışma alanıdır. Doğada kendiliğinden parçalanabilen biyobozunur kompozit ürünler geliştirmek için çalışmalar hızla devam etmekte biyo-nanokompozit veya nano-biyokompozitler araştırılmaktadır (Vroman ve Tighzert 2009).

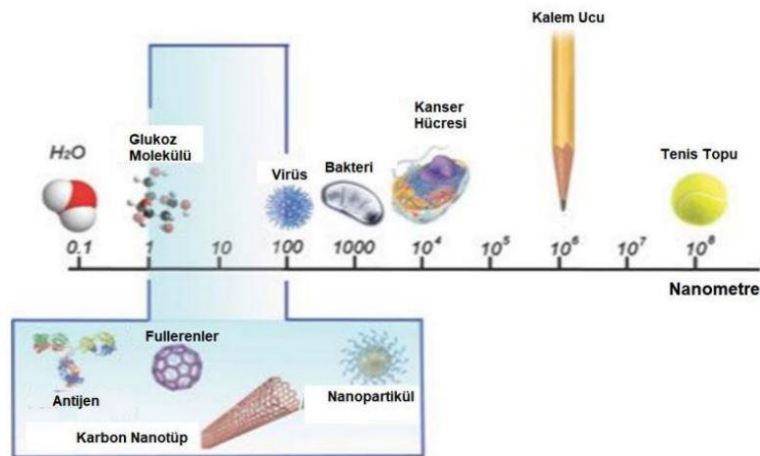
3.3 Nanoteknoloji

Bu bölümde, nanoteknoloji ve nanobilim, nanopartikül, nanopartikül sentez yöntemleri, yeşil sentez ve nanopartikül karakterizasyonu hakkında genel bilgiler verilecektir.

Disiplinler arası bir bilim olan nanobilim son yıllarda birçok alanda karşımıza çıkmaktadır. Yunanca cüce anlamına gelen “nano” kelimesi ölçü birimi olarak nanometre ile ifade edildiğinde metrenin milyarda birini ($1 \text{ nm}=10^{-9} \text{ m}$) temsil etmektedir (Thakkar ve diğ. 2010). Nanoteknoloji, Bayğu (2020) tarafından,

maddenin atom ve molekül seviyesinde fiziksel, kimyasal, biyolojik yeni özellikler kazandırmayı amaçlayan, 1-100 nm büyüklüğünde nano ölçekli parçacıkların üretimi, karakterizasyonu ve uygulamasıyla ilgilenen teknoloji dalı olarak tanımlanmıştır (Bayğu 2020). Atomik yönden hassas mühendislik olarak tanımından (Ramsden 2005) yola çıkılarak ölçekleri büyük olan materyallerin atom, moleküler ve makro boyut ölçeğinde farklı olarak geliştirilmesi ve araştırılması olarak ifade edilmiştir (European Commission 2005). *Nanopartikül (NP)* ASTM (American Society for Testing and Materials- Amerikan Test ve Malzeme Kurumu) standartlarına göre “bir veya daha fazla boyutta 1-100 nm arasında değişen uzunluklara sahip parçacık” olarak tanımlanmıştır (Mansoori ve Soelaiman 2005).

Amerikan Fizik Topluluğu’nun Kaliforniya Teknoloji Enstitüsü’nde (Caltech) 29 Aralık 1959’da düzenlenen toplantıda Nobel ödüllü fizikçi Richard Feynman tarafından “*Aşağıda yeterince boş yer var (There is plenty of room at the bottom)*” başlıklı konuşması ve bu konuşmada Feynman’ın 24 ciltlik Britannica Ansiklopedisi’ni bir kalem ucuna sığdırabileceğini söylemesi ile nanoteknoloji fikri farkındalığı artmıştır (Feynman 1999). Bu açıklamalar sonucunda 1974 yılında Norio Taniguchi tarafından ilk defa nanoteknoloji terimi kullanılmıştır (Ramsden 2005; Sharifzadeh 2006; Erkoç 2008; Taniguchi 1974). Altın (Au) parçacıklarının boyutlarını ilk defa mikroskopla ölçüp karakterize eden, 1925 yılında Nobel Kimya ödülü alan Richard Zsigmondy tarafından “nanometre” kavramı ilk olarak kullanılmıştır (Hulla ve diğ. 2015). Farklı cisimlerin boyutlarının karşılaştırılması Şekil 3.12’de gösterilmiştir.



Şekil 3. 12: Farklı cisimlerin boyutlarının karşılaştırılması (Ramadoss 2016)

Nanoteknoloji malzeme boyutunun küçültülerek performansının artması, minyatür cihazların daha performanslı çalışması ve maliyetin düşük olması gibi birçok avantaj sağlamaktadır (Erkoç 2008). 1990'ların başında Dünya'da, 2000'li yılların başında Türkiye'de başlayan çalışmalarla, ülkemizde "Vizyon 2023 Strateji Belgesi" çerçevesinde bahsedilen gerekli ve öncelikli faaliyet alanlarından bir tanesi nanoteknolojidir.

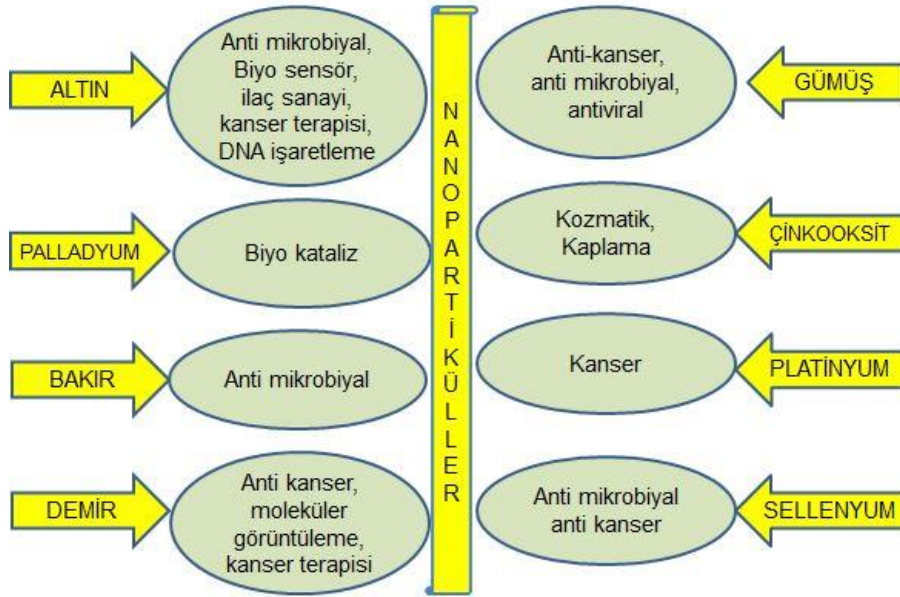
Nanoteknoloji haberleşmeden bilişime, savunma sanayiden uzay ve uçak sanayisine, biyolojiden gen mühendisliğine kadar birçok alanda karşımıza çıkmaktadır (Nanoteknoloji Strateji Grubu 2004). Nanoteknolojinin diğer dallarla ilişkisi Şekil 3.13'te verilmiştir. Dünyadaki çalışma ve gelişmeler fizik, kimya, malzeme bilimi, elektronik, sağlık, matematik ve biyoloji bilimleri nanoteknoloji sayesinde ortak bir noktada buluşmuştur. Ameliyat yapan nano robotlar, insan vücudunda hastalıklı dokunun bulunup tedavi edilmesi, beyne ek nano hafıza güçlendiriciler, kirliliği önleyen nano parçacıklar, çok küçük boyutta aygıtların yapımı, dayanıklı tekstil ürünleri gibi birçok tasarımın ortaya çıkmasına olanak sağlayacaktır (Nanoteknoloji Strateji Grubu 2004).



Şekil 3. 13: Nanoteknolojinin diğer alanlarla ilişkisi (Köksal 2007)

3 boyutundan herhangi biri, ikisi veya üçü 100 nm ebatından daha küçük yapılar sınıflara ayrılarak nanokristal, nanopartikül, nanotüp, nanotel, nanoçubuk, nanofilm isimlendirilmektedir (Goldstein 1997).

Nanopartiküller, karbon, metal, metal oksitler veya organik maddelerden oluşup, diğer partiküllerle karşılaştırıldığında nano boyutta benzersiz bir fiziksel, kimyasal ve biyolojik özellikler gösterirler. Sağladıkları avantajlar nedeniyle, çeşitli uygulamalarda kullanılmaya başlanmıştır (Dağlıoğlu 2018). Bu özelliklerinden dolayı medikal ve antimikrobiyal uygulamalar ile gıda, antikanser ajan, elektronik, optik, uzay sektörü gibi birçok alanda kullanılmaktadır (Patra ve diğ. 2016). Metal nanopartiküllerin bir kısmı Altın (Au), gümüş (Ag), titanyum (Ti), çinko (Zn) olup Şekil 3.14'deki gibi farklı yerlerde ve alanlarda kullanılmaktadır (Ullah ve diğ. 2019).

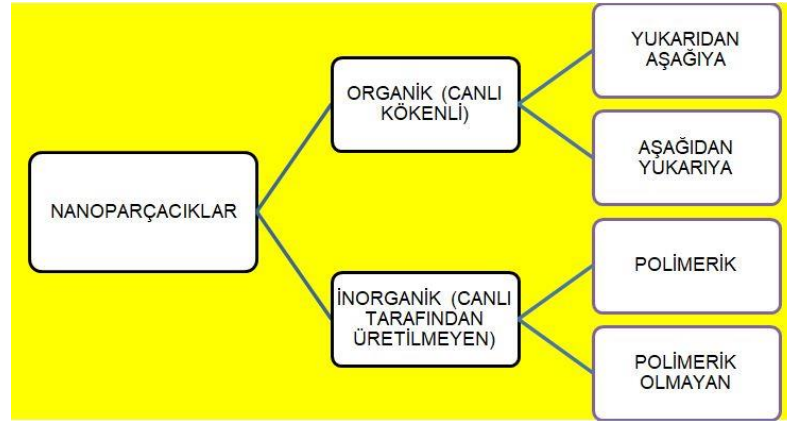


Şekil 3. 14 : Bazı nanopartiküller ve bunların kullanım alanları (Mittal ve diğ. 2013)

Nanopartiküller içerisinde gümüş (Ag), antibakteriyel özelliğinden dolayı dezenfektan çalışmalarında kullanılmakta ve başarılı sonuçlarından ötürü, üzerinde en çok çalışmanın yapıldığı metal nanopartikül çeşididir. AgNP'ler çeşitli yöntemlerle üretimleri gerçekleştirilebilirler. Gümüş hücre zarından geçebilme özelliğine sahip antibakteriyel, antiviral, antifungal antimikrobik özelliktedir. Bu

nedenle kozmetik, tekstil, sađlık gibi birok alanda hatta tedavi amalı da kullanımı mevcuttur (Altuner 2014).

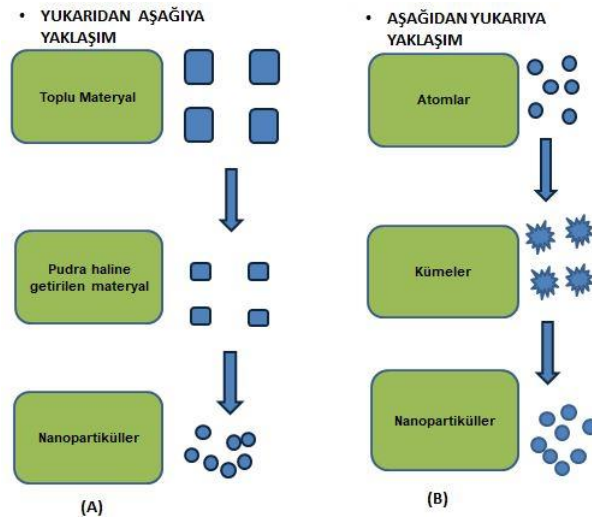
Nanopartikller genellikle; *organik nanopartikller*, *inorganik nanopartikller*, *seramik nanoparacıklar*, *biyolojik nanoparacıklar* veya *biyonanoparacıklar* olarak sınıflandırılmaktadır (Ijaz ve diđ. 2020). Organik nanopartikller, polimerik nanopartikl olarak da isimlendirilen ferritin, miseller, dendrimerler ve lipozomları ieren biyolojik olarak paralanabilen, ila dađıtımı iin ideal bir malzeme olup en bilinen Őekli nanokre veya nanokapsldr. İnorganik nanopartikller, yapısında karbon bulunmayan dolayısıyla toksik olmayan, biyoyumlu, hidrofilik ve organik nanopartikllere gre daha kararlı olan nanopartikllerdir. Kendi iinde metal ve metaloksit olarak sınıflandırılmaktadır. Metallerin tmnde nanoparacık sentezlenebilmektedir. Metal oksit nanoparacıkların sentezinin amacı ise metal nanoparacıkların oksitlenme gibi zelliklerini deđiřtirmek iin yapılır. Seramik nanopartikller, metalik olmayan katı olarak polikristal, amorf, gzenekli, yođun ve oyuk formda kullanılmaktadır. Biyolojik nanoparacıklar veya biyonanoparacıklar, boyutları 1-100 nm aralıđında, dođal kořullarda oluřan atom veya molekler bileřimlerdir. Nanopartikllerin organik ve inorganik sentezleme yntemleri Őekil 3.15' te verilmiřtir (Ravichandran 2010).



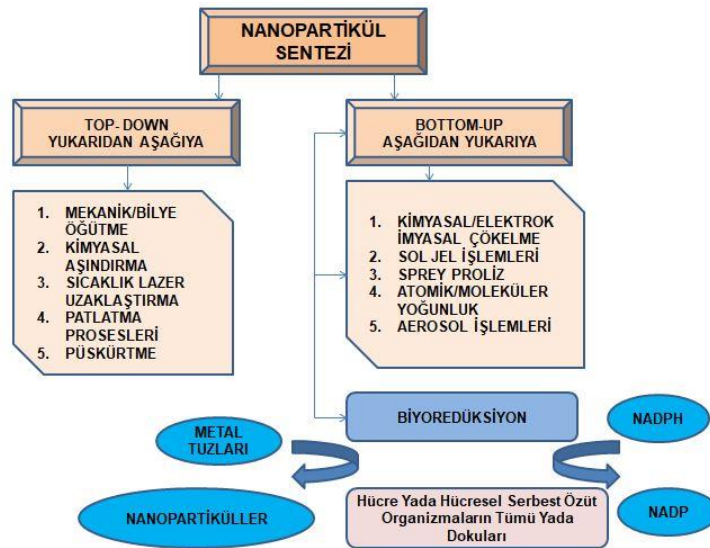
Őekil 3. 15: Nanopartikllerin sentezlenme yntemleri (Ravichandran 2010)

3.3.1 Nanopartiküllerin Sentezi

Günümüzde nanopartiküllerin sentezi için büyük malzemelerden daha küçük malzemelerin oluşumunu gösteren “Yukarıdan Aşağıya” (top-down) yaklaşımı ve atomik veya moleküler yapıli malzemelerden yani küçük malzemelerden daha büyük malzemelerin oluşumunu belirten “Aşağıdan Yukarıya” (bottom-up) yaklaşımı olmak üzere iki temel yaklaşım bulunmaktadır (Şekil 3.16) (Bhagyaraj ve Olwafemi 2018). Şekil 3.17’de nanopartikül elde etme yolları gösterilmektedir.



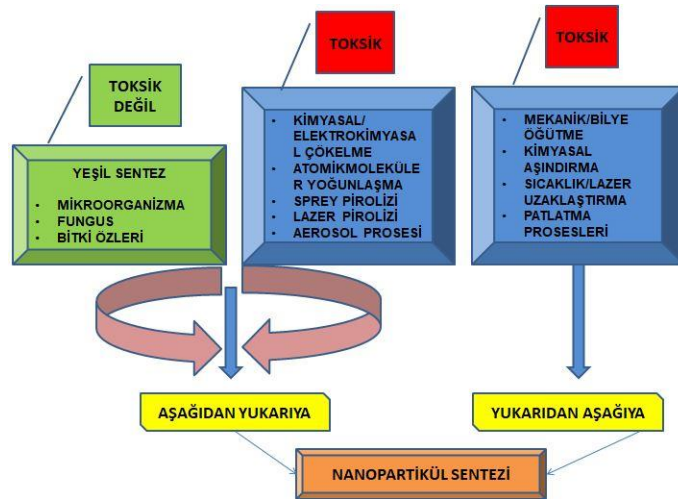
Şekil 3. 16: (A) Yukarıdan aşağıya yaklaşım ve (B) Aşağıdan yukarıya yaklaşım (Jamkhande ve diğ. 2019)



Şekil 3. 17: Nanopartikül elde edilme yolları (Kumar ve diğ. 2013)

Yukarıdan aşağıya yaklaşımında, bütün halde bulunan hacimsel bir malzemeye yüksek enerji vererek bilyeli öğütme, mekanik-kimyasal işlemler, dağlama, sonikasyon, püskürtme, lazer ablasyonu, litografi (baskı), kimyasal, ısı ve doğal yöntemlerle yani makine, asit ve benzeri mekanik ve kimyasal yöntemler kullanılarak nanoparçacık elde edilmesi yöntemidir. Bu yaklaşımda yüksek enerji kullanılmakta ve kimyasal veya mekanik işlemler uygulanmaktadır (Koch 2003).

Aşağıdan yukarıya yaklaşımında, genellikle organik malzemelerde kimyasal reaksiyon veya biyolojik süreçlerin birleştirilmesiyle bu malzemelerin atom veya moleküllerinin büyütülerek nanopartikül elde edilmesi yöntemidir. Bu yaklaşımda, elde edilmek istenen özellikler saptanır, sonrasında NP elde edilmesi ve kimyasal bileşimlerini oluşturmak için uygun ürünler seçimi yapılarak sonuca varılmaktadır (Baykara 2016). Nanopartikül sentezi Şekil 3.18’de gösterilmektedir.



Şekil 3. 18: Nanopartikül sentez yöntemleri (Noah 2019)

3.3.2 Yeşil Sentez Yöntemi

Amerika Birleşik Devletleri'nin “kirlilik oluşturmayı durdurmak” adı altındaki resmi politikası 1990 senesinde Federal Kirlilik Önleme yasası olarak onaylanmıştır. Toplum sağlığını tehlikeye atan kirlenici zararlı bileşikler, atıklar zarar veren kaynaklar olarak ifade edilmiş ve “*Yeşil Kimya*” zararlı maddeleri ortadan kaldırma veya azaltmaya yönelik proseslerin tasarımı olarak ifade edilmektedir.

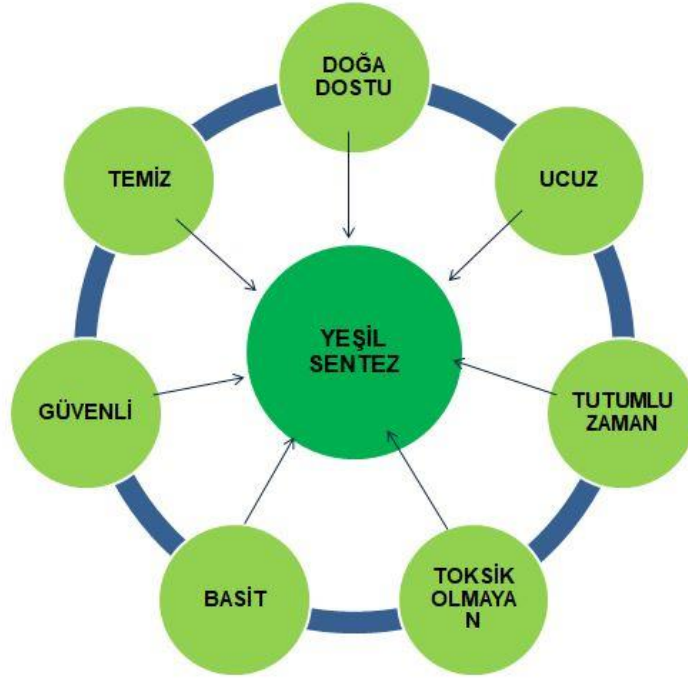
Yeşil kimya prensipleri Tablo 3.1' de sıralanmaktadır (Anastas ve diğ. 1998; Das ve Chatterjee 2019).

Tablo 3. 1: Yeşil kimya prensipleri

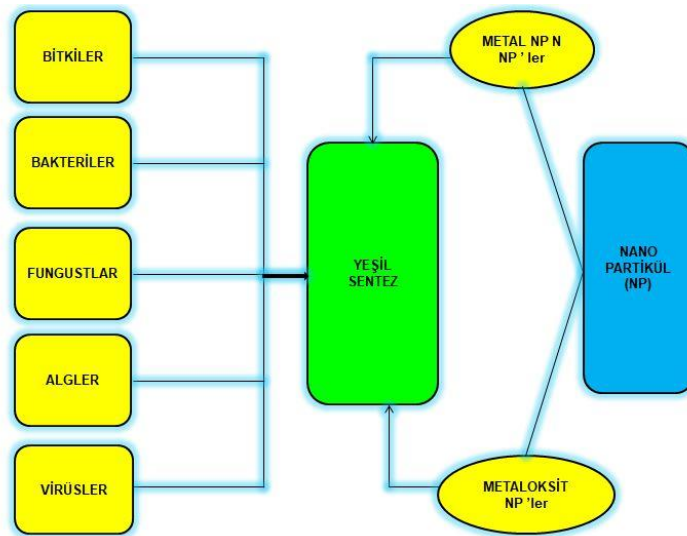
Önleme	Atıkları oluşturulduktan sonra işlemek veya temizlemektense önlemek daha iyidir.
Atom ekonomisi	Süreçte kullanılan bütün malzemelerin son ürüne dahil edilmesinde kullanılan sentez yöntemleri, nihai ürünü en üst seviyeye çıkarmak için tasarlanmalıdır.
Daha az zararlı kimyasal sentezler	İnsan sağlığı ve çevre için, mümkün olan her yerde çok az ya da hiç zehiri olmayan malzemeleri kullanmak veya üretmek için sentetik yöntemler tasarlanmalıdır.
Daha güvenli kimyasalların tasarımı	Kimyasal ürünler zehir oranını azaltırken işlev etkinliğini koruyacak şekilde tasarlanmalıdır.
Daha güvenli çözücüler ve yardımcı elemanlar	Çözücüler, ayırma ajanları vb. yardımcı ürünler kullanıldığında ve mümkün olan her yerde zararsız hale getirilmelidir.
Enerji etkinliği tasarımı	Çevre ve ekonomi bakımından enerji ihtiyacı en aza indirilmeli, kullanılan yöntemler ortam sıcaklığı ve basıncında yapılmalıdır.
Yenilenebilir hammadde kullanımı	Bir ham madde yenilenebilir kaynaklardan elde edilmeli ve her nerede gerekiyorsa teknik ve ekonomik olarak uygulanabilir olmalıdır.
Yan ürünlerin azaltılması	Gereksiz ek türevlerden kaçınılmalıdır.
Kataliz	Olabildiğince seçici olan katalitik reaktifler stokiometrik reaktiflere üstün olmalıdır.
Bozunma tasarımı	Kimyasal ürünler işlerini bitirdikten sonra doğada aynen kalmayıp zararsız ürün halinde parçalanacak şekilde tasarlanmalıdır.
Kirliliği önlemek için gerçek zamanlı analiz	Tehlikeli maddelerin oluşumundan önce gerçek zamanlı süreç içi izleme ve kontrol için analitik yöntemler daha fazla geliştirilmelidir.
Kazaların önlenmesinde güvenli kimya kullanımı	Kullanılan kimyasal süreçlerde patlama, yangın vs. kazalar en aza indirilmelidir.

Baran ve Keskin (2020), alg, mantar, bakteri, virüs gibi bitkisel kaynaklardan biyolojik olarak elde edilen nanopartiküllerin (NP) biyoyumlu olmalarının yanı sıra,

basit ve ucuz olarak elde edilebileceğini ifade etmektedirler (Şekil 3.19 ve Şekil 3.20). Bitkilerin kendisi ya da kök, gövde, yaprak gibi kısımları sentez aşamasında toksik olmayan kimyasallarla birlikte yüksek enerji ihtiyacı olmadan kullanılır (Baran ve Keskin 2020). Bu yöntemin en önemli üstünlüğü, yenilenebilir kaynakları kullanmasıdır.



Şekil 3. 19: Yeşil sentez uygulamanın faydaları (Mboniyirivuze ve diğ. 2015)



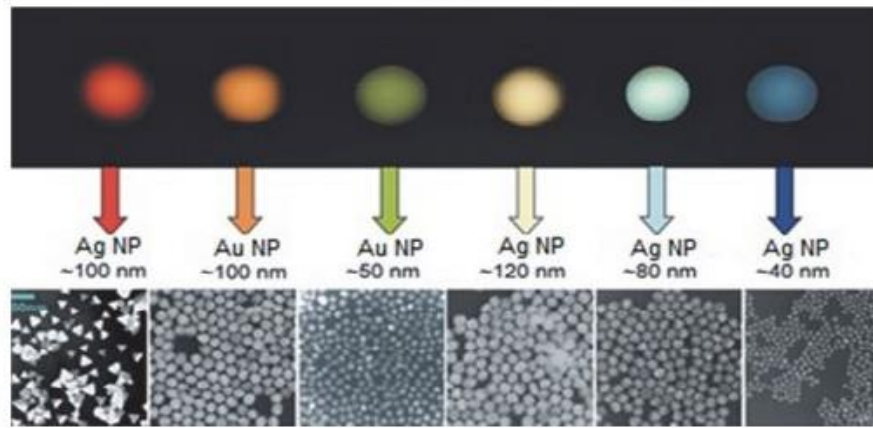
Şekil 3. 20: Yeşil sentezde biyolojik kaynaklar (Shankar ve diğ. 2016)

Bitki kaynaklarının ucuz ve kısa zamanda yüksek miktarda sentezlemeye imkân vermesinin yanısıra, kimyasal yöntemlere göre toksik madde salmadan sentez yapılmasını sağlamaktadır. Narayanan ve Sakhivel (2011), 80 farklı bitki ekstratı kullanarak yaptıkları çalışmada, 78 bitki ekstraktından çapları 2 ile 400 nm arasında Ag nanopartikül elde edildiğini bildirmişlerdir. Ag nanopartiküllerin sentezinde kullanılan çözücü, pH, sıcaklık, konsantrasyon gibi birçok parametrenin değişmesi hatta bitkinin farklı bölümlerinin kullanılması ile sentezlenen nanopartikülün çap, boyut dağılımı ve şeklinin değiştiği kaydedilmiştir. Bazı bitkilerin Ag nanopartikül özellikleri Tablo 3.2’ de verilmiştir (Narayanan ve Saktivel 2011).

Tablo 3. 2: Bitkilerden elde edilen Ag nanopartiküllerin özellikleri

BİTKİ ADI	BİTKİNİN KULLANILAN BÖLÜMÜ	PARTİKÜL ŞEKLİ	PARTİKÜLÜN ORTALAMA ÇAPI (nm)
<i>Azadirachta indica</i> (Nim)	Yaprakları	Küresel	5-35
<i>Aloe barbadensis</i> (Aloe vera)	Yaprakları	Küresel	15,2± 4,2
<i>Aloe ferox</i> (Sarısabır)	Yaprakları	Küresel	5
<i>Hibiscus rosa sinensis</i> (Japon gülü)	Yaprakları	Küresel	13
<i>Diospyros kaki</i> (Cennet hurması)	Yaprakları	Küresel	32
<i>Rosa rugosa</i> (Japon gülü)	Yaprakları	Küresel	12
<i>Capsicum annuum</i> (Yıllık biber)	Meyveleri	Küresel	10 ± 2
<i>Jatropha curcas</i> (Hint fıstığı)	Özsuyu/ çekirdekleri	Küresel/ Küresel	20-40 15-50
<i>Carica papaya</i> (Papaya)	Koruyucu dokusu	Küresel	60-80
<i>Gliricidia sepium</i> (Kakaonun annesi)	Yaprakları	Küresel	10-50
<i>Pelargonium graveolens</i> (İtır)	Yaprakları/ Yaprakları	Küresel/---- -	16-40 1-10
<i>Acalypha indica</i> (Hint ıssırganı)	Yaprakları	Küresel	20-30
<i>Ocimum basilicum</i> (Fesleğen)	Kökleri/ gövdesi	Küresel/----	10±2 5±1,5
<i>Desmodium triflorum</i> (Yonca)	Tüm Bitki	Küresel	5-20

Şekil 3.21’ de farklı nanoboyut ve şekildeki gümüş (Ag) ve altın (Au) nanopartiküllerin renkleri gösterilmektedir. Ag nanopartiküllerin bakteri üzerindeki etkileri ile ilgili pek çok çalışma ve görüş de bulunmaktadır. Hücre yüzeyindeki parçacık tutunması hücredeki geçirgenlik ve solunum fonksiyonunun bozulması sonucunda bakterilerin öldüğü Kvitek ve diğ. (2008) tarafından yapılan çalışmalarda ifade edilmiştir. Sülfür içeren proteine sahip bakterilerin nanopartiküllerle etkileşime girdiği, hücre içine kadar yol alabilen Ag nanopartiküllerin iyon haline dönüşmesi (Ag^+) salınım sonucunda antibakteriyel olduğu bildirilmiştir (Feng ve diğ. 2000, Morones ve diğ. 2005; Wei ve diğ. 2015).



Şekil 3. 21: Değişik ebat ve şekildeki gümüş (Ag) ve altın (Au) nanoparçacıkların renkleri (Yavuz ve Denizli 2010)

Biyolojik yolla gerçekleştirilen yeşil sentezin kolay uygulanması, toksik olmaması, büyük ölçekli üretimler içinde kullanılabilir bir yöntem olması da yeşil sentezin avantajları arasındadır (Omidi ve diğ. 2018).

3.3.3 Nanopartiküllerin Karakterizasyonu

Nanoboyutta parçacıkların boyut, yüzey analizleri, gözenekli dağılım ve buna ait topografyası, kristal ve içyapısı gibi özelliklerini fiziksel kimyasal elektrik ve optik cihazlarla karakterizasyon teknikleri ile gerçekleşir (Ersöz ve diğ. 2018). Nanomalzemelerin izlenmesi ve incelenmesinde, özelliklerinin araştırılmasında görüntüleme, bunların karakterize ettiği parametreler çok önemlidir (Titus ve diğ.

2019). Tablo 3.3 'de nanopartiküllerin karakterizasyon teknikleri ve özellikleri verilmiştir (Mutlu 2020).

Tablo 3. 3: Nanopartiküllerin karakterizasyon teknikleri ve özellikleri

<i>ANALİZ EDİLECEK ÖZELLİK</i>	<i>ANALİZ SONUCUNDA ELDE EDİLEN BİLGİLER</i>	<i>KULLANILACAK TEKNİKLER</i>
Np Oluşumu	NP sentezinin ve ürün stabilitesinin doğrulanması	UV-visible spektroskopisi
Boyut Ve Morfoloji Analizi	Topoloji, boyut morfolojisi, kristalografik yapı, yüzey modifikasyonu, kimyasal analiz	SEM, TEM, AFM, STM, DLS
Yapı Analizi	Kristallik, yapı tipi, kimyasal yüzey analizi, ciltleme, enerji ve homojenliği kompozisyonu	XRD, XPS
Element Analizi	Kimyasal bileşim ve saflık, elektronik yapı, herhangi bir malzemenin geometrisi	EDX, XAS, XRF
Optik Karakterizasyon	Absorbsiyon, iletim, boyut, şekil, bileşim ve konsantrasyon	UV, FT-IR
Yüzey Analizi	Kolladial kararlılık, yüzey yükü, yüzey alanı, gözenek boyutu dağılımı	BET
Termal Analiz	Amorf içerik, polimorfizm, kinetik, fiziksel ve kimyasal özellikleri	DSC
Magnetik Özellik Analizi	Manyetik özellikleri, analiz, manyetik davranış, NP' lerin mıknatıslanması, yüzey manyetik özellikleri	VSM, MFM, SQUID

3.4 Antibakteriyel Biyonanokompozit

Antibakteriyellik mikroorganizmaların oluşumunu engelleyip, öldüren; sentetik, yarısentetik veya doğal malzemelerdir (Alav ve diğ. 2014). İnsanlar günlük hayatta virüs, bakteri, küf gibi mikroorganizmalara karşı yenik duruma düşerek hastalanırlar (Sharverdi ve diğ. 2007). Geçmişten günümüze bakteriler, salgın

hastalıklara ve en ölümcül hastalıklara sebep olmuştur (Todar 2015). Sıcaklık ile ve nem ortamlarında çok çabuk büyüyen tek hücreli mikroorganizmalara bakteri denilmektedir. Karmaşık morfolojisi ve ayırt edilemeyecek şekillere sahip olmasına rağmen biyokimyasal ve gelişme şartlarına göre tanımlanmış ve isimlendirilmişlerdir (Kılıçturgay ve diğ. 1994). Ayrıca bakteriler gram pozitif, gram negatif, spor oluşturan ve oluşturmayan olmak üzere incelenirler (Bohringer ve diğ. 2000).

Gelişen dünyada mikrobiyal hastalıkların kontrol altına alınması önemlidir (Siedenbiedel ve Tiller 2012). Artan insan bilinç düzeyi mikroorganizmaların oluşturduğu pis kokular, leke oluşmaları tıbbi cihaz, sağlık, hijyen, su arıtma, hastane, tekstil, gıda kaplama, depolama gibi birçok alana antibakteriyel malzemelere ihtiyacı arttırmıştır (Shahidi ve Wiener 2012). Oluşan mikroorganizmaları önlemek için maliyeti düşük, verimi yüksek antibakteriyel kaplama ve yüzey işlemlerinin araştırılmasına ihtiyaç vardır (Rivero ve diğ. 2011).

Asit çözücüye ilave edilen *kitin* amin yapısı mikropların büyümesini ve yaşamasını engelleyici bir yapıya dönüştürmekte bu yapı ile hücre büyümesi ve üreme engellenerek bakterinin hücre zarı parçalanmakta bu nedenle bir çok çalışmada kitin antibakteriyel ajan olarak kullanılmaktadır (Afray ve diğ. 2019). *Kitosan* ve türevlerinin en önemli özelliği antiviral, antifungal ve antibakteriyel özelliğe sahip olmasıdır (Kong ve diğ. 2010). *Gümüş* ve gümüş bileşikleri önemli derecede antibakteriyel özelliğe sahip olup, kimyasal dayanımı iyi olduğu için antibakteriyel özelliklerini kaybetmezler (Kawashita ve diğ. 2000). Ayrıca, insanlara karşı toksik özelliği düşüktür (Zhao ve Stevens 1998).

Bitkilerin kök, gövde, yaprak gibi kısımlarının destilasyon ya da preslemeyle elde edilen esansiye yağlar (uçucu yağ) doğal bir malzeme olup genellikle renksiz ya da açık renkte, kokusu keskin, kolay kristalleşme özelliklerine sahip antibakteriyellerdir (Evren ve Tekgüler, 2011). Esansiyel yağ elde etmek için yöntemler (Evren ve Tekgüler 2011):

1) *Damıtma Yöntemi*: Sıvıların kaynama noktaları arasındaki farkından yararlanılarak gerçekleştirilen bir ayırma yöntemidir. Su ile damıtma, buhar ile damıtma, vakum ile damıtma olmak üzere 3'e ayrılırlar.

2) *Ekstraksiyon Yöntemi*: Bir çözeltili ya da süspansiyon içindeki organik maddeyi çözen fakat çözeltili ya da süspansiyondaki çözücü ile karışmayan bir başka organik çözücü yardımıyla gerçekleştirilen ayırma yöntemidir. Çözücü ekstraksiyonu, süper kritik sıvı ekstraksiyonu, mikrodalga ile ekstraksiyon, çok yönlü ekstraksiyon, sıkıştırılmış çözücü ekstraksiyonu, katı-faz mikro ekstraksiyonu olarak sınıflandırılırlar.

3) *Mekanik Yöntem*: Soğuk hidrolik presde sıkma işlemi ile esansiyel yağ elde etme yöntemidir.

3.5 Biyobozunur Polimer Nanokompozitler

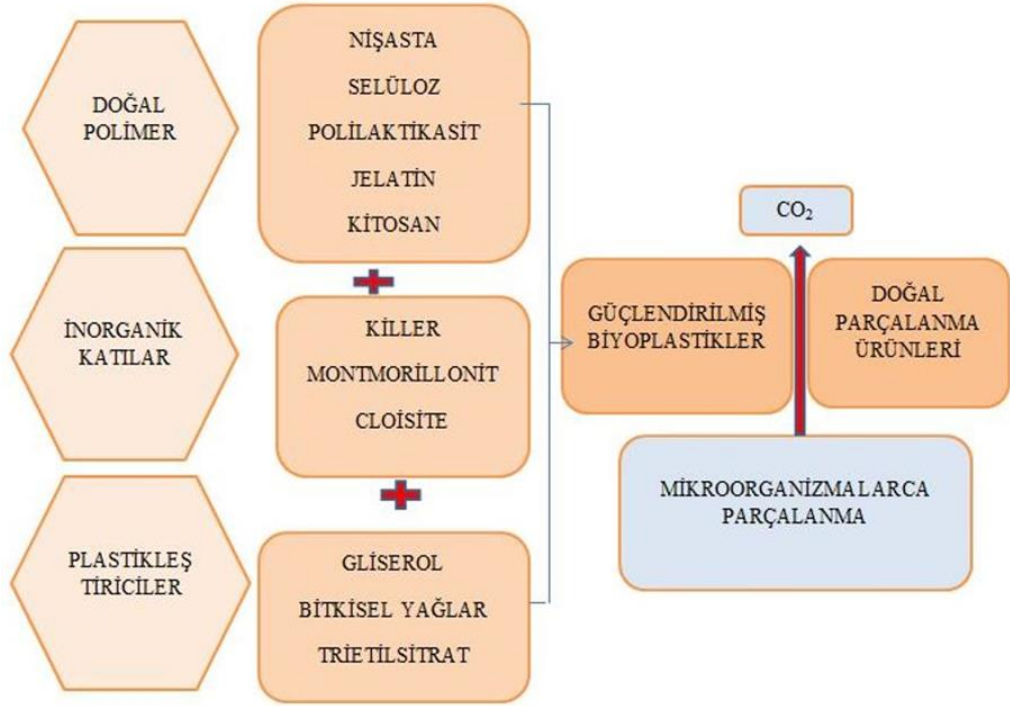
Polimer malzemelerin, AgNP'ler gibi nanopartiküllerle beraber antimikrobiyal ajan olarak kullanımı yaygınlaşmıştır (Yasim- Anuar ve diğ. 2019; Sharip ve diğ. 2020). Literatür çalışmalarında antibakteriyel ve antimikrobiyal nanopartikül olarak Ag, Cu, S metallerini (Sánchez-López ve diğ. 2020), oksit nanoparçacıkları ZnO, TiO₂ ve CuO (Nguyen ve diğ. 2019) bildirilmektedir.

AgNP'lerin sentezi biyolojik veya kimyasal olarak gerçekleştirilebilir. Biyolojik yöntem kullanarak üretimin gerçekleştirilmesi nanokompozitlerin çevre dostu olup, toksik kalıntı üretmemesi ve uygun maliyetle elde edilmesi gibi avantajlar sunmaktadır (Rahmat ve diğ. 2021; Peji'c ve diğ. 2020). Kimyasal sentez yönteminde toksik ve zararlı içerik olan sodyum sitrat, borhidrit, potasyum bitartrat ve sodyum dodesil gibi kimyasalların kullanılması gerektiğinden bu yöntem tercih edilmemektedir (Rahmat ve diğ. 2021; Gupta ve diğ. 2015). Antibakteriyel ajanlar, biyokompozit içine doğrudan ekleme, kapsülleme, kaplama matris içine ve yüzeyine gibi tekniklerle dahil edilebilir (Sfiligoj ve diğ. 2013). Gıda sektöründe Japonya ve Amerika Birleşik Devletleri gibi ülkelerde gümüş bazlı antibakteriyel kaplama ambalajlı ürünler kullanılmaya başlanmıştır (González ve diğ. 2020). Şekil 3.22'de nanoteknolojinin gıda ve ambalaj endüstrisindeki uygulama alanları gösterilmiştir.



Şekil 3. 22: Nanoteknolojinin gıda ve ambalaj endüstrisindeki uygulama çeşitleri (Sürengil ve Kılınç 2011)

Gıda ambalajlamada nanomalzeme kullanımına yönelik çalışmalar hızla devam etmektedir. Ambalaj malzemeleri içerisinde mekanik, termal ve nem bariyeri özelliği bakımından yeterlilik sağlayacak kil gibi inorganik nanomalzeme ilaveleri sayesinde istenilen özelliklere sahip olan nanoyapılı biyobozunur kompozitler üretilebilmektedir (Şekil 3.23) (Dursun ve diğ. 2009).



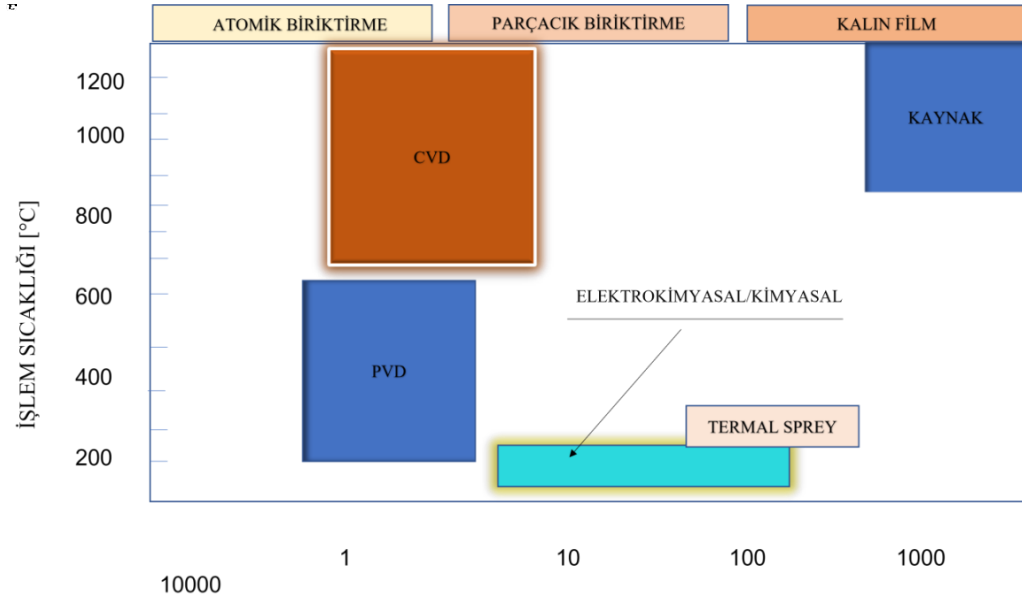
Şekil 3. 23: Biyananokompozitlerin sentezi (Dursun ve diğ. 2010)

Biyobozunur kompozit filmlerin özelliklerinin gelişmesi için kullanılan başka bir yöntem de tabakalı silikanları içeren organik ve inorganik hibrid sistemlerdir. Tabakalı silikatlar gibi polimerik matris içine gömülen hibrid yapılar, elde edilen kompozit filmlerin kararlılığını geliştirmektedir. Bu şekilde oluşturulan kompozitler, yapının biyobozunurluğunu ve elde edilen filmlerin kullanım alanlarını arttırmaktadır (Sözer ve diğ. 2009).

3.6 Biyobozunur Kaplamalar

Yüzey kaplama, yeni bir yüzey tabakası elde etmek amacıyla, ana malzemeden farklı özellikte ve kimyasal bileşimi bilinen bir metal veya alaşımın kaplama yöntemleri kullanılarak ana malzeme yüzeyine uygulanması işlemidir (Demir 2009). Malzemelerin fiziksel hallerine göre kaplama sınıflandırılmaları Şekil 3.24' de gösterilmiştir.

Koruyucu kaplama; malzemelerin çevresel etkilere karşı korunabilmesi, malzeme yüzeyinin fiziksel, elektriksel ve optik gibi özelliklerinin iyileşmesi için kullanılan yaygın bir işlemdir (Pamuk 1996).



Şekil 3. 24: Kaplanacak malzemelerin bulunduğu fiziksel haline göre kaplamaların sınıflandırılması (Holmberg ve Matthews 1994)

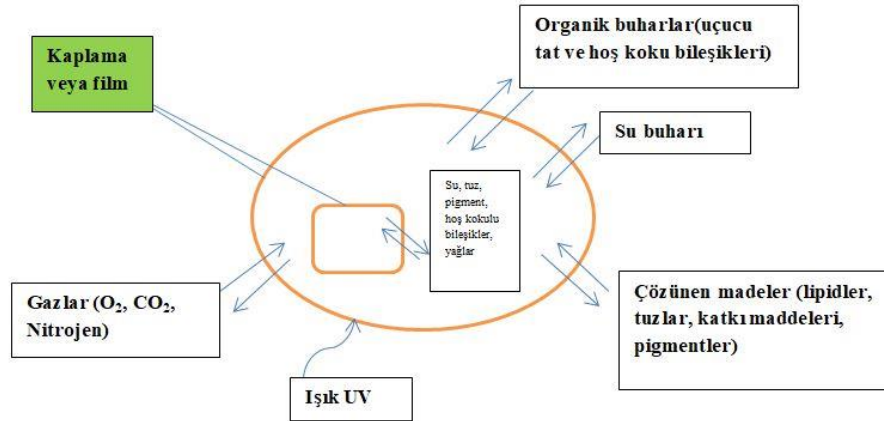
19. yüzyıldan itibaren endüstri ve bilimsel çalışmalarda modern ince film çalışmaları hız kazanmıştır. İlk olarak dekoratif amaçlı olarak cam ve seramiklerin üzerinde kullanılan ince filmlerin daha sonra kullanım alanı oldukça genişletilmiştir. İlk ince film üretimi, 1838’ de “elektroliz yöntemi” ile gerçekleştirilmiş daha sonra 1852’de Bunsen tarafından “kimyasal reaksiyon yöntemi” kullanılmış ardından Faraday tarafından “asal gaz içinde buharlaştırma yöntemi” ve Nahwold ve Kundt tarafından “Joule ısıtması yöntemi” kullanılarak elde edilmiştir (Zor ve diğ. 1982). Yüzey kaplama yöntemleri Şekil 3.25’da gösterilmiştir.

İnce film üretme yöntemleri incelendiğinde de birçok tekniğin mevcut olduğu görülmektedir. Ancak her tekniğin kendine göre avantaj ve dezavantajları vardır. Bu nedenle herhangi bir teknik diğerine göre avantajlı veya dezavantajlı demek doğru bir yaklaşım olmayabilir. İnce film kaplama prosesinde kullanılacak yöntemin tayin edilmesi için filmin kullanım amacı, maliyeti, kaplanacak alttaşın cinsi ve boyutu, sıcaklık gibi faktörler göz önünde bulundurulmalıdır. Hazırlanan nanoyapılı malzemelerden elde edilen ince filmlerin, çözelti pH değeri, sıcaklık, reaksiyon zamanı, çözücü konsantrasyonu, kullanılan katalizör yapısı, tavlama sıcaklığı, tavlama süresi, kurutma ve kurutma atmosferi, nem, su buharı düzeyi gibi parametreler filmin kalite, kalınlık ve maliyetini etkileyen faktörler olarak sıralanabilir (Sönmezoğlu ve diğ. 2012).



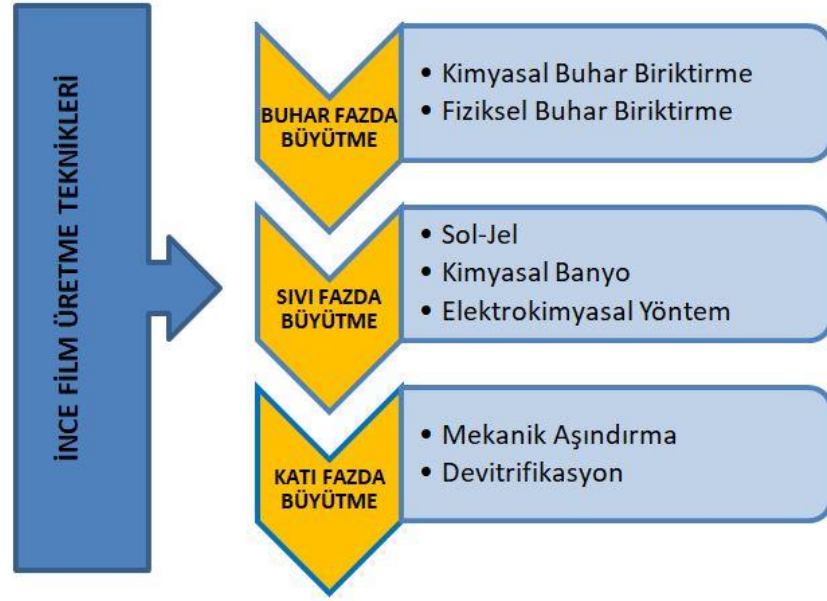
Şekil 3. 25: Kaplanacak malzemelerin fiziksel haline göre kaplamaların sınıflandırılması (Bunshatta 1980)

Dış ortamla etkileşim halinde olan ürünler Şekil 3.26'da gösterildiği gibi birçok faktörden etkilenmektedir. Biyolojik olarak parçalanan gıda ve yemeklerin tat, lezzet, koku gibi özelliklerini iyileştirerek nem kaybını azaltıp tazeliğini korumayı destekleyen doğaya dost oksijene karşı bariyer özelliği gelişmiş antimikrobiyal özellikli ambalaj filmlerine *yenilebilir film* denilmektedir (Işık ve diğ. 2013). Ancak uygulama maliyetleri yüksek ve tüketici kültürünün bu konuda yeni gelişiyor olması, gıda ile birlikte tüketilebilmesinden kaynaklı ekstra ambalaj ihtiyacı dezavantaj gibi düşünülebilir (Baldwin ve diğ. 1994).



Şekil 3. 26: Yenilebilir film ile gıdanın dış ortamla etkileşimi (Kader ve diğ. 1985)

İnce filmler, kaplanacak malzemenin atomlarının ya da moleküllerinin, filmi destekleyerek filmin oluşumuna yardımcı olan bir taban üzerine dizilmesi ile ince bir tabaka halinde oluşturulan ve kalınlıkları genel olarak 1 µm'nin altında olan malzemelerdir (Bilgin 2003). İnce filmleri üretmek için kullanılan teknikler Şekil 3.27'de verilmiştir.



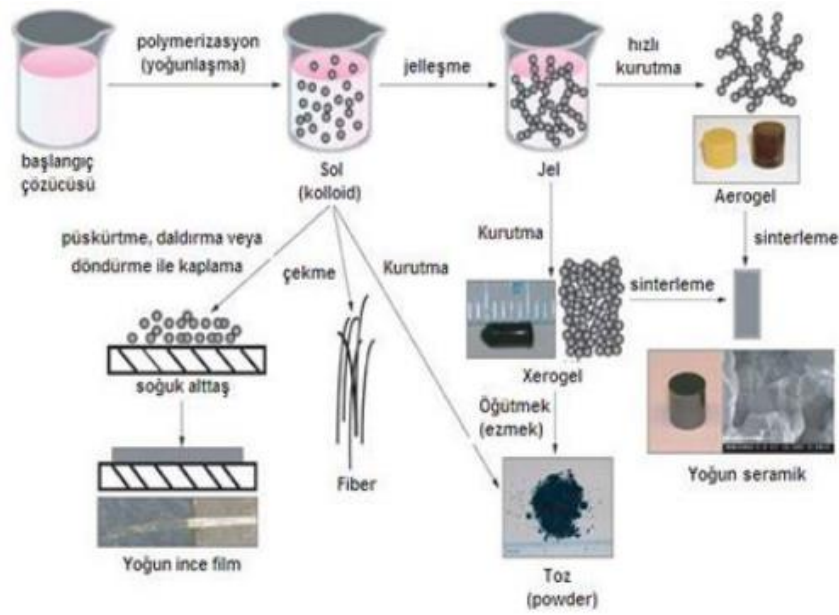
Şekil 3. 27: İnce film üretme teknikleri (Sönmezoğlu ve diğ. 2012)

İnce film oluşturmak için buhar fazda büyüme tekniği fiziksel ve kimyasal buhar biriktirme tekniği olarak ikiye ayrılır. Fiziksel Buhar Biriktirme Tekniği (PVD) vakumlu bir ortamda “buharlaştırma” ve “sıçratma” olmak üzere iki grupta incelenir (Holmberg ve diğ. 1994). Kimyasal Buhar Biriktirme Tekniği (CVD), çok geniş bir basınç yelpazesinde gerçekleşebilir. Biriktirme verimliliği yüksektir (ASM handbook 1992). Buhar biriktirme tekniğinde kullanılan fiziksel ve kimyasal yöntemler arasındaki en temel fark, kaplama malzemesinin PVD’de fiziksel olarak buhar fazından geçirilmesi, CVD’de ise kimyasal reaksiyonlar sonucunda buhar fazından geçmesidir (Sönmezoğlu ve diğ. 2012).

Bir diğer ince film oluşturma yöntemi, *sıvı fazda büyüme* tekniğidir ve 3 gruba ayrılır. *Sol-jel yöntemi*, sıvı fazdan (sol) katı faza (jel) geçiş yapan süreçteki yöntem olup, kolloidal süspansiyonların jelleştirilmesi ile katı bir fazın oluşumu anlamına gelmektedir (Şekil 3.28) (Sanchez ve Livage 1990). Sol-jel metodunda

başlangıç maddesi hidrolize olan tuzlar ve metal oksitlerdir. Bu maddeler kullanılarak yapılan işlemin basamakları;

- 1) İstenilen özellikleri sağlayabilen başlangıç maddesinin homojen bir dağılımla karıştırılması
- 2) Hidroliz ve kondenzasyon tepkimeleri ile sıvı fazdan katı faza dönüşmesi
- 3) Elde edilen katı fazdaki jelin istenilen numuneye göre uygun işlem veya işlemlere(film oluşturma,toz üretme vb.) tutulması şeklindedir (Kesmez 2010).



Şekil 3. 28: Sol-Jel yöntemi şematik gösterimi (Kesmez 2010)

Döndürme (Spin Coating) ile kaplama tekniğinde alttaşlar küçük boyutlarda kullanılarak 4 bölümde işlem tamamlanır. Bunlar kaplama, döndürme, döndürmeyi bitirme ve buharlaşma işlemleridir. Yüzey üzerine bir miktar sıvı dökülmesi ile döndürme işlemi başlar merkezci kuvvetin etkisiyle sıvı yüzeyin dışına akar böylece film kalınlığının azalmasıyla akışkanlığa karşı direnç artmış olur (Sönmezoğlu ve diğ. 2012).

Daldırma (Dip Coating) tekniği taşıyıcı altlığın hazırlanmış sole sabit bir süratle daldırılıp aynı süratle çıkarılması ile gerçekleşir (Cömert 2019). Bu yöntem genellikle saydam yüzeyler için kullanılır. Her şekilde ve boyuttaki alttaşları

daldırarak kaplamak mümkündür. Film boyunca homojen ve kontrol edilebilir bir kalınlık elde edilmesi ise bir avantajdır (Sönmezoğlu ve diğ. 2012).

Püskürtme (Spray Pyrolysis) ile kaplama yöntemi, hazırlanan çözeltinin karıştırılarak sıcak taban üzerine genellikle bir fırın içinde püskürtülmesi esasına dayanan ekonomik ve kolay bir yöntemdir. Hava ya da azot gazı yardımıyla atomize bir şekilde püskürtme işlemi gerçekleştirilir. İnce film üretiminde vakumsuz ortamda işlemlerin rahatlıkla takip edilebilmesi bir avantajdır (Sönmezoğlu ve diğ. 2012).

Katı fazda büyütme tekniği, sıvı ve buhar fazda büyütme tekniğine göre daha az tercih edilen bir yöntem olup mekanik ve devitrifikasyon olmak üzere ikiye ayrılır. *Mekanik aşındırma*, yüksek enerjili değirmenlerdeki toz partiküllerin tekrarlanan birleşme, kırılma ve tekrar birleşme işlemlerini kapsar. Bu yöntemle metallerde ve karışmaz alaşımlarda nanokristalli ince filmler elde edilebilir. Mekanik öğütme safsızlığa sebep olması, boyut dağılımının ve yüzey özelliklerinin kontrol edilememesi gibi dezavantajlar oluşturmaktadır. Bu yöntemin tercih edilme sebebi mikron altı tane boyutunda çalışmalar yapılarak hacimsel yüksek saflıkta malzeme üretme olasılığını artırmaktır. (Suryanarayana, 1999).

Solvent-casting yöntemi polimer film elde etmekte kullanılan en eski yöntemlerden biridir. Hazırlık aşaması hem zaman hem de maliyet açısından avantaj oluşturduğundan ucuz ve yapımı basit bir ince film kaplama yöntemi olarak kullanılmaktadır (Armentano ve diğ. 2009). Hazırlanan bir çözücü sıvısı içinde çözünenin karıştırılarak homojenliğe ulaşıktan sonra düz bir kaba ya da istenilen yüzeye dökülüp kurutulması işlemidir. Ardından ince filmler dökülen kalıptan soyularak çıkarılmaktadır. Yüksek kalitede film üretiminde optik olarak saf ve izotropik düzeyde olması ayrıca düz ve boyutsal stabilizenin istenildiği gibi elde edilmesi bu yöntemin tercih sebepleri arasındadır (Siemann 2005).

4. MALZEME VE YÖNTEM

Bu çalışmada, biyokompozit üretiminde polimer malzeme olarak kitosan, aljinat ve kitosan-aljinat kombinasyonları kullanılmıştır. Farklı kombinasyonlarda biyobozunur çözeltiler hazırlanarak, *çözücü döküm* (Solvent Casting) yöntemi kullanılarak 4 adet ince film elde edilmiştir. İnce filmler arasından karakterizasyon işlemleri ve mekanik deneylerin ardından mukavemeti ve şekil alma kapasitesi en yüksek olan 45°C’de üretilmiş olan kitosan ince filme, farklı oranlarda nanogümüş ilavesi yapılmasına karar verilmiştir. Yeşil sentez yöntemiyle ve roka yaprakları kullanılarak üretilen nanogümüş partikülleri karakterizasyon işlemlerinin ardından 3 farklı oranda kitosan çözeltisine ilave edilmiştir. Elde edilen biyokompozite karakterizasyon, antibakteriyel ve mekanik testler yapılmıştır. Bu bölümde, tez çalışmasında kullanılan malzemeler ve yöntemler anlatılmaktadır.

4.1 Malzeme

Bu çalışmada, biyobozunur polimer kompozit matris malzemesi üretiminde kitosan ve aljinat kullanılmıştır.

Bu çalışmada kullanılan aljinat, farmasötik tabanlı birçok uygulamada ve doku mühendisliğinde, özellikle biyoyumluluk özelliğinden dolayı tercih edilmektedir. Rafine olmayan kahverengi alglerin bir yapı taşı olan aljinat biyopolimerleri β (1-4)-D- mannuronik asit ve α -(1-4)-L- guluronik asit yapısında bir heteropolisakkarittir. Bu polimer, biyoyumlu olmasının yanısıra, düşük toksisiteli ve düşük maliyetlidir (Uğur ve diğ. 2022). Sodyum aljinat en çok kullanılan aljinat tuzu olmakla birlikte endüstride stabilazör, kapsülleme, süspansiyon yapan madde olarak; gıda, tekstil, ilaç sektöründe ise film, zar ve jel yapımında kullanılmaktadır (Hay ve diğ. 2013; Yoo 2011).

Lineer bir polisakkarit olan kitosan [poli[β -(1,4)-2-amino-2-deoksi-D-glukoz]], N-asetilglukoz âmin ve glukozamin birimlerinin β -(1,4) bağları ile bağlanması sonucu oluşan doğal bir polimerlerdir. Kitosan ve türevlerinin en önemli

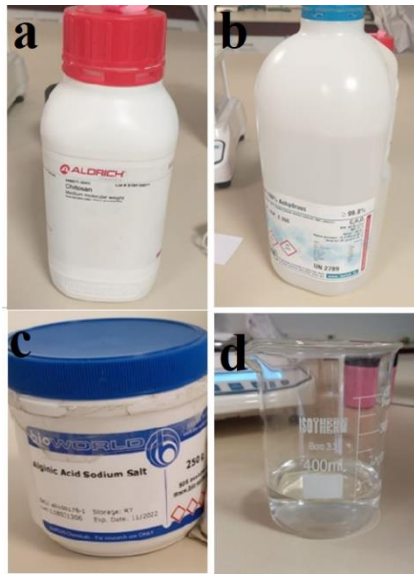
özelliđi antiviral, antifungal ve antibakteriyel özelliđe sahip olmasdır (Kong ve diđ. 2010). Film oluřturma gibi birçok fonksiyona sahip olması nedeniyle özellikle eczacılık ve biyoteknolojide kullanım alanı bulmaktadır (Ghosh ve diđ. 2011).

Üretilen matris malzemesi içine antibakteriyel özelliklerini arttırmak için nanogümüş katılmıştır. Antibakteriyel malzeme olarak metaller içinde en çok kullanılan malzeme gümüştür. Bunun nedeni bakterisidal özelliđinin iyi olması, insan sađlıđına karřı toksik özelliđinin düşük olması ve kolay elde edilebiliyor olmasdır (Zhao ve Stevens 1998).

Dođal, sürdürülebilir, ucuz ve antimikrobiyal malzeme özellikleri ile birlikte kaplama oluřturulabilmesi nedeniyle bu çalıřmada aljinat, kitosan ve nanogümüş tercih edilmiřtir. Bu bölümde kullanılan matris ve antibakteriyel nanomalzemenin elde edilmesi için gerekli kimyasallar ve malzemeler anlatılmaktadır.

4.1.1 Kullanılan Kimyasallar

řekil 4.1' de görüleceđi gibi farklı kombinasyonlarda hazırlanan biyobozunur kompozit matrisleri için çözeltiler hazırlanmasında kitosan (a), $\geq 99.8\%$ asetik asit (b), aljinat (c) ve saf su (d) kullanılmıřtır. Kullanılan kimyasalların teknik özellikleri Tablo 4.1'de gösterilmiřtir.



řekil 4. 1: Biyokompozit matrislerin üretimi için kullanılan malzemeler

Tablo 4. 1: Kullanılan kimyasalların teknik özellikleri

<i>Kimyasallar</i>	<i>Firma</i>	<i>Özellik</i>
KİTOSAN	Sigma Aldrich chemistry/ USE	Deniz canlılarının kabuğundan elde edilmiş.
ALJİNAT	Alginic Acid Sodium Salt (RPI Research Products International/ USE)	Kahverengi deniz yosunundan elde edilmiş.

Yeşil sentez yöntemi ile üretilen nanogümüş eldesinde Sigma Aldrich marka gümüş nitrat ($AgNO_3$) ve sodyum hidroksit (NaOH) kullanılmıştır. Antioksidan aktivite tayinlerinde kullanılan tüm reaktifler ve solventler analitik saflığa sahiptir: Folin - Ciocalteu reaktifi (Sigma-Aldrich), TPTZ (tripridiltriazin) (Merck), Trolox® (6-hidroksi2, 5, 7, 8-tetrametilkroman-2-karboksilik asit) (Sigma Aldrich), HCl, etanol (Merck) analitik saflıkta tüm kimyasallar doğrudan kullanılmıştır.

4.2 Yöntem

Yapılan çalışma, biyobozunur kompozit matris üretimi ve özelliklerinin tayini, yeşil sentez yöntemi ile nanogümüş üretimi ve karakterizasyonu, nanogümüş katkılı biyobozunur kompozit üretimi ve özelliklerinin tayini aşamalarını içermektedir. Bu bölümde tüm aşamaların yöntemleri açıklanmaktadır.

4.2.1 Biyobozunur Kompozit Matris Üretimi

Bu çalışmada KS1, KS2, KS-ALJ ve ALJ olmak üzere 4 farklı kombinasyonda biyobozunur çözeltiler hazırlanmıştır. Hazırlanan çözeltiler, solvent casting yöntemi ile petri kaplarına dökülmüştür.

Solvent-casting yöntemi polimer film elde etmekte kullanılan en eski yöntemlerden biridir. Hazırlık aşaması hem zaman hem de maliyet açısından avantaj oluşturduğundan ucuz ve yapımı basit bir ince film kaplama yöntemi olarak kullanılmaktadır (Armentano ve diğ. 2009). Hazırlanan bir çözücü sıvısı içinde

çözünenin karıştırılarak homojenliğe ulaştıktan sonra düz bir kaba ya da istenilen yüzeye dökülüp kurutulması işlemidir. Ardından ince filmler dökülen kalıptan soyularak çıkarılmaktadır. Yüksek kalitede film üretiminde optik olarak saf ve izotropik düzeyde olması ayrıca düz ve boyutsal stabilizenin istenildiği gibi elde edilmesi bu yöntemin tercih sebepleri arasındadır (Siemann ve diğ. 2005).

Deneyin 1. aşaması farklı kombinasyonlarda biyobozunur malzeme üretimini içermektedir (Tablo 4.1). Kitosan çözeltisi hazırlamak için, darası alınmış hassas terazide 1000 mg kitosan ölçümü yapılmıştır. 400 mL beher içine 100 mL saf su, 1 mL asetik asit ve 1000 mg kitosan ilavesi yapılarak çözelti hazırlanmıştır. Hazırlanan çözelti 25° C de 250 dak⁻¹ karıştırma hızında 1 saat 50 dakika manyetik karıştırıcıda karıştırılmaya bırakılmıştır. Sonrasında karıştırma hızı 300 dak⁻¹'e çıkarılarak 10 dakika boyunca karıştırmaya devam edilmiştir. İşlem basamakları Şekil 4.2' de görülmektedir.

Tablo 4. 2: Biyobozunur çözelti kombinasyonlarının içerdiği malzemeler

	<i>Kitosan</i>	<i>Aljinat</i>	<i>Asetik Asit</i>	<i>Saf Su</i>	<i>Sıcaklık</i>
KS1	✓		✓	✓	25 °C
KS2	✓		✓	✓	45 °C
KS-ALJ	✓	✓	✓	✓	55 °C
ALJ		✓		✓	40 °C



Şekil 4. 2: Kitosan çözelti hazırlık evresi

Deneyin 1.aşamasında elde edilen 100 mL’lik kitosan çözelti 50 mL’lik iki parçaya ayrılmıştır. İkiye ayrılmış beherlerden 50 mL’lik kitosan çözeltisinin birisi 475 dak⁻¹ karıştırma hızında karıştırılmaya devam edilmiştir. Çalışmanın 3.saatinde saf kitosan çözelti, 25 mL’lik eşit iki parça olacak şekilde tekrar ayrılmıştır. 25 mL 45°C 475 dak⁻¹ hızında kitosan çözelti (KS2) ve 25 mL 25°C ‘de 300 dak⁻¹ hızında kitosan çözeltisi (KS1) çalışma başlangıcından itibaren toplam 24 saat boyunca homojen karışım elde edilinceye kadar çözülmeye bırakılmıştır. 24 saat sonunda elde edilen çözeltiler petri kaplarına solvent casting yöntemi ile dökülmüş ve 6 günlük kuruma işleminin ardından petri kaplarından ince film şeklinde çıkarılmıştır (Şekil 4.3).



Şekil 4. 3: KS1 ve KS2 çözelti hazırlık aşamaları

Şekil 4.4’ de ayrılan 50 mL’lik kitosan çözeltinin bir tanesine 500 mg aljinat eklenerek karıştırma hızı 315 dak⁻¹’ya çıkartılmıştır. 30 dakika sonra kitosan-aljinat (KS-ALJ) çözeltinin sıcaklığı 40 °C’ye çıkartılarak çözünme arttıkça 20 dakika sonra sıcaklığı 45 °C ‘ye yükseltilmiştir. 50 mL, 45 °C, 315 dak⁻¹ karıştırma hızında kitosan-aljinat(KS-ALJ) çözeltisi çalışma başladığından itibaren toplam 24 saat boyunca homojen karışım elde edilinceye kadar çözülmeye bırakılmıştır. 24 saat sonunda 50 mL’lik kitosan-aljinat (KS-ALJ) karışımının sıcaklığı 55 °C 900 dak⁻¹ karıştırma hızında 4 saat daha karıştırılarak homojenlik elde edilmiştir. Homojen çözelti Şekil 4.5’ de gösterildiği gibi önceden hazırlanan petri kabına yavaşça solvent casting yöntemi ile dökülerek ince filmler oluşturulmak amacıyla kurutulmaya bırakılmıştır. 6 gün sonra kuruyan filmler petri kaplarından çıkartılmıştır (Şekil 4.6).



Şekil 4. 4: Kitosan - aljinat (KS-ALJ) 50 mL çözelti



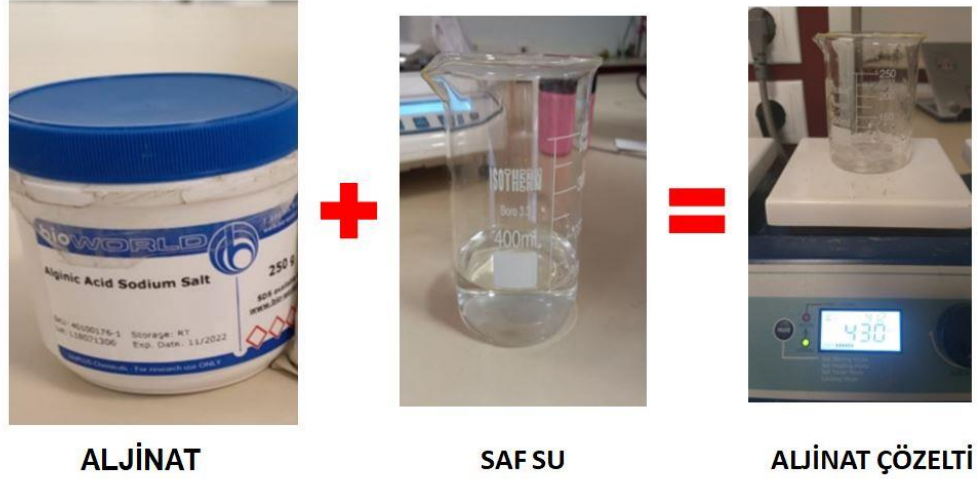
Şekil 4. 5: Petri kabına dökülen KS1, KS2 ve KS-ALJ



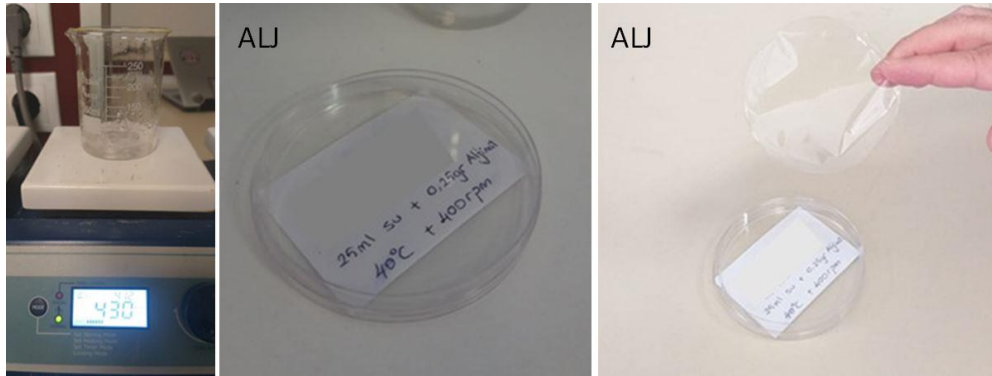
Şekil 4. 6: Kurutulan KS1, KS2, KS-ALJ filmler

ALJ'nin Üretim Basamakları; beher kabı içine darası alınarak ölçülmüş 0.25 g aljinat ile ölçümü hassas şekilde yapılan 25 mL saf su karıştırılarak 40 °C sıcaklık 400 dak⁻¹ hızında manyetik karıştırıcıda 24 saat karıştırılarak homojen dağılımlı çözelti elde edilmiştir (Şekil 4.7). Elde edilen aljinat çözeltisi (ALJ) karışımı daha

önceden hazırlanan petri kabına solvent casting yöntemi ile dökülerek kurutulmaya bırakılmıştır. Kuruyan ince film, petri kabından bir gün sonra çıkartılmıştır (Şekil 4.8).



Şekil 4. 7: Aljinat çözelti hazırlık evresi



Şekil 4. 8: Aljinat film eldesi

4.2.2 Biyobozunur Kompozit Matris Üretiminde Kullanılan Cihazlar

Çözelti oluşturma ve döküm işlemlerinde Pamukkale Üniversitesi Teknoloji Fakültesi Malzeme Mühendisliği Labratuarında bulunan beher, balık, Daihan Scientific SMHS-3 marka (Şekil 4.9) manyetik karıştırıcı kullanılmıştır. Pamukkale Üniversitesi İleri Araştırma Merkezi'nde (İLTAM) bulunan Thermo Scientific marka (Şekil 4.10) cihazdan elde edilen pH değeri 7 olan saf su kullanılmıştır.



Şekil 4. 9: Deneyde kullanılan Daihan Scientific SMHS- 3 marka manyetik karıştırıcı



Şekil 4. 10: Deneyde kullanılan saf su ve makinesi

Manyetik karıştırıcı, laboratuvarlarda çözelti hazırlamak için kullanılan, dairesel tabla üzerine konulan cam beher içindeki çözeltilerin içine atılan balıkların manyetik alan etkisi ile dönmesi esasına dayanan çalışma prensibi ve aynı zamanda ısıtıcı ayarı ile istenilen sıcaklık ayarları yapılarak çözeltinin homojen karışmasını sağlayan cihazdır.

4.2.3 Biyobozunur Kompozit Matrislerin Karakterizasyonu

a) Kütle Ölçümü: Deneyde kullanılan numune ve diğer malzemelerin kütleleri Pamukkale Üniversitesi Teknoloji Fakültesi Biyomedikal Mühendisliği kimya laboratuvarında bulunan Bel- Engineering ve Shimadzu ATX224R marka Şekil 4.11'deki hassas teraziler ile ölçülmüştür.



Şekil 4. 11: Deneyde kullanılan hassas terazi

b) Kalınlık Ölçümü: Elde edilen biyobozunur filmlerin kalınlığı Pamukkale Üniversitesi Mühendislik Fakültesi Tekstil Mühendisliği bölümünde bulunan Şekil 4.12’ de bulunan Louis Schopper marka Automatic Mikrometre ile ölçülmüştür. Filmlerin kalınlığı, polimerlerin cinsine ve polimeri oluşturan monomer oranlarına göre değişmektedir (Rhim 2004) Filmlerin hazırlama prosesine ve kullanılan ilave malzeme cinsine göre film kalınlığı farklılık göstermektedir (Russo ve diğ. 2007).



Şekil 4. 12: Deneyde kullanılan Automatic mikrometre

Kütle ve kalınlık ölçümlerinin ardından, hazırlanan film numuneler $1 \times 1 \text{ cm}^2$ ebatlarında kesilerek değerleri alınıp Eşitlik (4.1) ile yoğunlukları hesaplanmıştır. Hazırlanan numunelerin yoğunluğu Lozano-Navarro ve diğ. (2018) tarafından uygulanan yöntemi referans alarak hesaplanmıştır.

$$\rho = m/(A * \delta)$$

Eşitlik (4.1)

Denklemden;

A; film alanı (cm²)

δ; film kalınlığı (cm)

m; filmin kuru ağırlığı (g)

ρ; filmin yoğunluğunu (g/cm³) göstermektedir.

c) Isıtma ve Tavlama: Etüv, farklı boyutlarda çeşitleri bulunan sıcaklık ayarı aracılığıyla istenilen sıcaklıkta, numunelerde sterilizasyon, ısıtma, pişirme, kurutma gibi farklı amaçlarda kullanılan cihazdır. Şekil 4.13' de görülen Pamukkale Üniversitesi Teknoloji Fakültesi Malzeme Laboratuvarında bulunan Nüve FN 500 marka etüv fırını kullanılarak malzeme kurutma işlemi gerçekleştirilmiştir.



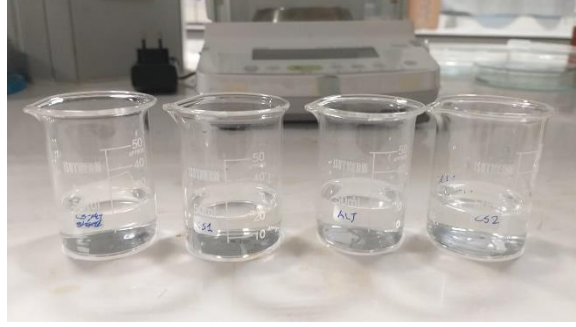
Şekil 4. 13: Deneyde kullanılan Nüve FN 500 marka etüv fırın

d) Şişme Testi: Biyobozunur kompozit malzeme olarak hazırlanan KS1, KS2, KS-ALJ ve ALJ numuneleri oda sıcaklığında distilenmiş suda 2, 4, 8, 12, 24 saat zaman aralıklarında şişme oranlarına bakılmıştır (Şekil 4.14). Şişme dereceleri hesaplamak için numunelerin teker teker kuru ağırlıkları (m_{kuru}) ve belirtilen süreler içindeki şişen ağırlıkları ($m_{şişme}$) hassas terazi ile ölçülmüştür. Değerler alınarak Eşitlik (4.2) ile hesaplanmıştır.

$$\text{Şişme Oranı (\%)} = (m_{şişme} - m_{kuru} / m_{kuru}) \times 100 \quad (\text{Eşitlik 4.2})$$

m_{kuru} = numune kuru ağırlığı

$m_{\text{şişme}}$ = numune şişen ağırlığı



Şekil 4. 14: Numunelerin şişme deneyi

e) **Nem Testi:** Yenilenebilir filmlerde nem içeriğinin hesaplanması gıdalardaki mikrobiyolojik gelişmeyi kontrol edebilmek, tazeliği korumak ve düzgün görüntüyü sağlamak için önemlidir. Kaplamada kullanılan yenilenebilir filmlerin gıdanın nemlenmesi veya nem kaybını önleyen su miktarını kontrol altına almaktadır (Dursun ve Erkan 2009).

Yenilenebilir filmlerdeki nem içeriği ambalajlama açısından önemlidir. Çünkü ambalajda kullanılan ürünün nemi dış etkilere karşı koruyabilme özelliği pakette kullanılan ürünün kaliteli bir şekilde korunması açısından önemlidir (Masamba ve diğ. 2016). Gıyatmi ve diğ. (2021) yaptıkları çalışmada nem testi için 2 saat boyunca 105 °C sıcaklık kullanılmıştır. Film numunelerinin yüzde çözünürlükleri Eşitlik (4.3) ile hesaplanmıştır. Film parçalarının etüve konulmadan önceki ölçülen kütle değeri M_1 (g), film parçalarının etüv fırınından kurutulduktan sonra ölçülen kütle değeri M_2 (g) değerleri kullanılmıştır.

$$\% \text{ Çözünürlük} = \frac{(M_1 - M_2)}{M_1} \times 100 \quad \text{Eşitlik (4.3)}$$

Biyobozunur kompozit malzeme olarak hazırlanan KS1, KS2, KS-ALJ ve ALJ numunelerinin $1 \times 1 \text{ cm}^2$ boyutunda kesilerek hazırlanmıştır. Hazırlanan etüvde 105 °C sıcaklıkta 2 saat kurutma sonrasında oluşan kütle kaybı hesaplanarak belirlenmiştir. Kurutma süresince elde edilen kaybedilen kütlenin yüzdesi olarak ifade edilmiştir.

f) Çekme Deneyi: Çekme deneyi, malzemelerin mekanik özelliklerini incelemek için kullanılan bir deney yöntemi olup, deneyde kullanılan cihaz sayesinde malzemedeki çekme uzaması, kopma uzaması, çekme mukavemeti, elastite modülü ve kopma mukavemeti değerlerini okumak ve hesaplamak için kullanılmaktadır (Kurtuluş 2010). Bu tez çalışmasında kompozit filmlerin çekme mukavemeti ve kopma uzaması olmak üzere mekanik özellikleri Pamukkale Üniversitesi Mühendislik Fakültesi Tekstil Mühendisliği laboratuvarında bulunan Şekil 4.15’de gösterilen Tinius Olsen h10kt marka cihazla gerçekleştirilmiştir.

Hazırlanan filmlerin kopuncaya kadar dayandığı en yüksek gerilme kuvveti yani numunenin kopma anındaki üzerindeki en büyük kuvvetin (F_{max}), filmin kesit alanına (A) bölünmesiyle filmin çekme mukavemeti (MPa) hesaplanmıştır (Eşitlik 4.4).

$$\text{Çekme mukavemeti } (\sigma) = F_{max}/A \quad (\text{Eşitlik 4.4})$$

Elde edilen filmlerin yüzde uzaması filmin boyundaki değişimin ($\Delta L=L- L_0$), ilk boyuna(L_0) oranına bölünerek hesaplanmıştır (Eşitlik 4.5).

$$\text{Yüzde uzama } (\epsilon) = \Delta L/ L_0 \text{ ile hesaplanmıştır} \quad (\text{Eşitlik 4.5})$$



Şekil 4. 15: Çekme Deney Cihazı

g) İyapı Grntleme: retilen malzemelerin yapılarının detaylı olarak anlaşılması ve malzemenin sahip olduėu eřitli zellikleri (kimyasal, fiziksel, elektriksel, optik vs.) anlayabilmek iin karakterizasyonların yapılması gerekmektedir (Holbrook ve diė. 2015). Numunelerin zelliklerinin belirlenmesi ve yapılarının detaylı olarak anlaşılması iin karakterizasyona hazırlanırken belli kriterler gz nnde bulundurulur. Numune seimi, kesme iřlemi, kalıplama, zımparalama, parlatma, daėlama gibi numunenin zelliėine gre iřlemlerden geirilir (Yakut ve diė. 2022). Bu bilgilerden yola ıkılarak biyokompozit matris numunelerin optik mikroskop ve Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) ile grntleme iřlemleri gerekleřtirilmiřtir.

Numunelerin optik mikroskop grntleri Pamukkale niversitesi Teknoloji Fakltesi Malzeme Mhendisliėi Labratuvarında bulunan Nikon Eclipse LV150NL marka cihazla elde edilmiřtir (řekil 4.16).

Tez alıřmasında hazırlanan numunelerin SEM analiz grntleri Pamukkale niversitesi İleri Arařtırma Merkezi'nde (İLTAM) Germany Zeis Supra V40 marka, 20 kV gerilimde alıřan FESEM cihazla gerekleřtirilmiřtir. retilen numunler iletken olmadıėından SEM grnts alabilmek iin nce QUORUM Q150R ES marka cihazda kaplanarak iletken hale getirilmiřtir. Kaplama iřlemi yapılan ve řekil 4.17'da grlmekte olan cihazda bir plaka sistemi bulunmakta ve plakanın ieriėi % 80 altın, % 20 paladyumdur. Cihazdaki iletken karbon bantların zerine, rneklerin grnt alınacaėı yzeyleri ste gelecek řekilde kaplama yapılmıřtır. SEM grnt analizi iin, kaplanan malzemeler SE dedektrnde  boyutlu grntleri alınarak ekimler gerekleřtirilmiřtir (řekil 4.18).



Şekil 4. 16: Optik mikroskop cihazı



Şekil 4. 17: Paladyum kaplama cihazı



Şekil 4. 18: Deneyde kullanılan taramalı elektron mikroskobu (SEM)

4.2.4 Nanogümüş Üretimi

Biyolojik kaynaklar kendileri için toksik olan metalleri indirgeyerek nanopartiküllere dönüştürürler. Böylece kendileri için toksik olmayan bir yapıya dönüştürmüş olurlar (Pantidos ve Horsfall 2014). Bu çalışmada kullanılan nanogümüş parçacıklar yeşil sentez yöntemi kullanılarak üretilmiştir.

Denizli yöresel pazarından alınan roka distile su ile defalarca yıkandıktan sonra kurutulup öğütülmüş ve toz haline getirilmiştir (Şekil 4.19). Daha sonra 10 g toz 250 mL su içinde 1 saat ultrasonik yöntemle süspansiyon edilerek bitki özü hazırlanmıştır, ardından süspansiyon 1 saat çalkalandıktan sonra (soğuk ekstrat) 10 dakika kaynatılmış (sıcak ekstrat) ve son olarak filtre kâğıdından süzülmüştür (Kajani ve diğ. 2014; Awwad ve diğ. 2014; Sulak 2021).

b) Roka Özü Kullanılarak Gümüş Nanoparçacık Sentezi

Bu işlemde 0,01 M AgNO_3 çözeltisine 10 mL roka ekstratı damlatılarak eklenmiştir. 10 dakika karıştırıldıktan sonra 1M NaOH ile pH =10 yapılmış ve çözelti, renk değişimi olana kadar karıştırılmıştır. Biyosentetik olarak elde edilen gümüş

nanopartiküller 10.000 dak⁻¹'da 20dakika santifrüjlenmiştir. Çöken roka nano AgNP'ler (R-AgNP) üzerlerinde bulunan safsızlıklardan arındırılmak için su ve etanol ile iki kez yıkanmıştır (Al-Fakeh ve diğ. 2021).



Şekil 4. 19: Deneyde kullanılan roka bitkisi

4.2.5 Nanogümüş Karakterizasyonu

Nanopartiküller tipik olarak boyutları, şekilleri, yüzey alanları ve dağılım yapıları ile karakterize edilir. Yeşil sentez yöntemi kullanılarak hazırlanan nanogümüş partiküller için yapılan karakterizasyon teknikleri aşağıda verilmiştir.

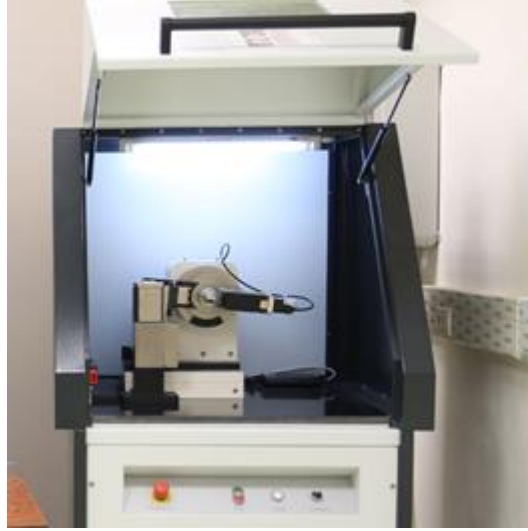
a) UV-vis Spektroskopisi: Beer yasasına göre kütle konsantrasyonunu ölçmede numunenin emilen ve dağılan ışığını ölçmek için kullanılan basit ve kullanışlı bir yöntemdir (Tejamaya ve diğ. 2012). UV-vis yöntemi, NP'ler optik özellik bakımından sahip oldukları boyut, şekil, aglomerasyon durumu, şekilleri ve nanopartiküllerin yüzeye yakın bölgelerde ışığın kırılmasına duyarlı olmalarından dolayı kullanılması uygundur (Dağlıoğlu 2018). Bu çalışmada Pamukkale Üniversitesi İleri Araştırma Merkezi'nde (İLTAM) bulunan Şekil 4.20'de UV/Vis-1601, Shimadzu, Kanagawa, Japan marka UV-Görünür spektroskopi kullanılarak R-AgNP manyetit optik özellikleri incelendi. Roka kullanılarak elde edilen AgNP'lerden 20 mg alınarak etil alkol/su ile ultrasonik banyoda yarım saat karıştırılmış ve membran filtreden süzülmüştür. UV tarama, referans olarak etil alkol olan bir kuvars hücre kullanılarak 200-800 nm arasında gerçekleştirilmiştir.



Şekil 4. 20: Deneyde kullanılan UV/ Vis cihazı

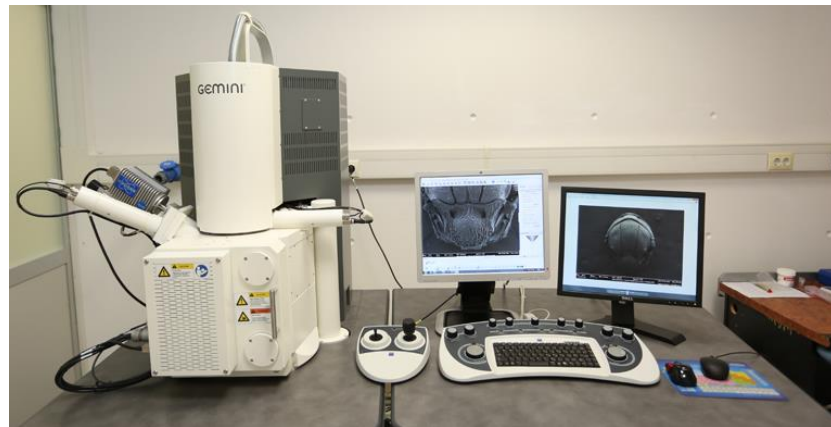
b) X- Işını Kırınım Yöntemi (XRD): XRD, kristal malzemelerin karakterizasyonunda malzeme yapı, tane boyutu, gerinim, kristallik ve kristal kusurları gibi unsurlarda bilgi veren bir tekniktir (Bunaciu ve diğ. 2015). Metalik nanopartikülün yapısal bilgilerini incelemek için X-ışını kırınımı (XRD) tekniği kullanılır. Enerjik X-ışınları, malzemelerin derinliklerine nüfuz edebilir ve yapı hakkında bilgi sağlayabilir. XRD'deki piklerin genişlemesi, nano boyutlu parçacıkların oluşumunu doğrular. Toz halindeki numune, Pamukkale Üniversitesi İleri Araştırma Merkezi'nde (İLTAM), AgNP fazlarının incelenmesinde XRD (GNR APD PRO 2000) cihazında (Şekil 4.21) Ag K α 1 radyasyonu ($\lambda = 1.54056 \text{ \AA}$) kullanılarak 5-900 arasında 2θ aralığında ölçüm yapılmıştır. Debye Scherrer denklemine göre tanecik boyutları hesaplanmıştır. Eşitlikte D tanecik boyutu, k= 0,94 sabit değer, λ kullanılan X-ışınının dalga boyu ve β maksimum pikin yarı yüksekliği olup Eşitlik 4.6 'ya göre hesaplanmıştır.

$$D = \frac{k\lambda}{\beta \cos\theta} \quad (\text{Eşitlik 4.6})$$



Şekil 4. 21: Deneyde kullanılan XRD cihazı

c) SEM (Taramalı Elektron Mikroskobu): SEM, doğrudan görüntüleme yoluyla nanoparçacıkların morfolojisini karakterize etmek için kullanılan bir tekniktir. SEM analizi için nanoparçacıklar, ortamda topaklanmayı önlemek için ultrasonik banyoda etanol içinde on dakika süreyle karıştırılmıştır. Nihai çözelti, bir sprey kaplayıcı (Zeiss Supra 40 VP, Oberkochen) kullanılarak iletken altın/paladyum alaşımı ile kaplandıktan sonra görüntü alma işlemi gerçekleştirilmiştir. SEM (Zeiss Supra 40 VP) marka cihazla (Şekil 4.22) AgNP'lerin morfolojisi incelenip kantitatif analizleride SEM'e bağlı olarak enerji dağıtıcı spektroskopi (EDX) kullanılarak yapılmıştır.



Şekil 4. 22: Deneyde kullanılan SEM cihazı

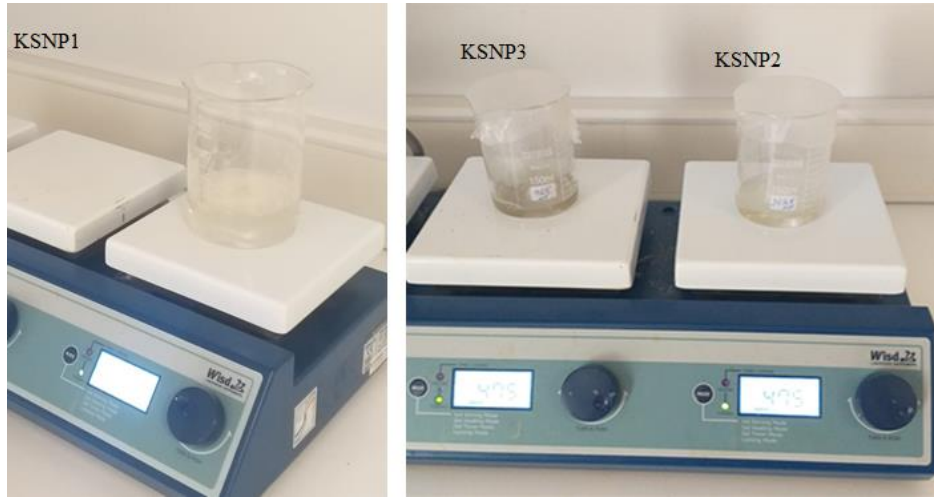
d) EDX Analizi: EDX analizi, yeşil sentez teknolojisi ile sentezlenen nanoparçacıkları karakterize etmek için kullanılır. Bu yöntemde, bir elektron ışını tarafından bombardıman edildikten sonra nanopartiküllerden X-ışınları yayılır. Buna göre, nanoparçacıkların temel bileşimi belirlenebilir (Quorum Q150R ES, Quorum Technologies Ltd, UK).

4.2.6 Biyobozunur Kompozit Üretimi

Bu çalışmada, mekanik özellikleri diğer malzemelere göre yüksek olan 45 °C sıcaklık değerinde hazırlanan KS2 malzemesine AgNP ilavesi yapılarak incelemeler devam etmiştir. Bunun için Pamukkale Üniversitesi Teknoloji Fakültesi Malzeme Mühendisliği Biyomedikal Laboratuvarında bulunan hassas terazi kullanılarak darası alındıktan sonra 1000 mg kitosan ölçümü yapılmıştır. 100 mL saf su içine, 1mL asetik asit ilavesi ile elde edilen çözeltiye ölçümü yapılan 1g kitosan yavaş yavaş ilave edilerek karışım hazırlanmıştır. Hazırlanan karışım 25 °C’de 250 dak⁻¹ hızla manyetik karıştırıcıda 2 saat karıştırıldıktan sonra sıcaklık 28,5 °C’ye ve hız 300 min⁻¹’e yükseltilmiştir. 1 saat daha karıştırma işleminden sonra sıcaklık 45 °C’ye ve hız 315 min⁻¹’e yükseltilmiştir. 12 saatin sonunda sıcaklık değeri aynı kalacak şekilde manyetik karıştırıcının hızı 475 min⁻¹’e yükseltilerek, çözelti toplamda 24 saat karıştırılmıştır. 24 saatin sonunda 100 mL 45 °C’de hazırlanan çözelti Şekil 4.23’de gösterildiği gibi üç ayrı 25 mL’lik ayrı beherler içine aktararak içine daha önceden hazırlanan % 1 (2,5 mg), % 2.5 (6,25 mg), % 5 (12,5 mg) AgNP’ler eklenerek sırasıyla KSNP1, KSNP2, KSNP3 (Şekil 4.23) numuneleri 45°C sıcaklıkta 1000dak⁻¹ hızla 24 saat daha karıştırılmaya devam edilmiştir. Elde edilen homojen karışım solvent casting metodu kullanılarak üç ayrı petri kabında kurutulmaya bırakılmıştır. Doğal ortamda bir hafta kurutulmaya bırakılan numuneler etüv fırınında sıcaklık ayarı 50 °C ile 80 °C arasında kurutulma işlemine tabi tutulmuştur. Kurutulan numuneler ince film şeklinde petri kaplarından çıkartılarak testler için hazırlanmıştır. KSNP1, KSNP2, KSNP3 biyokompozitlerin işlem basamakları Tablo 4.3’ de verilmiştir.

Tablo 4. 3: Biyokompozitin içerdiği malzemeler

	<i>Kitosan</i>	<i>Asetik Asit</i>	<i>Saf Su</i>	<i>Nanopartikül</i>
KSNP1	✓	✓	✓	% 1 katkılı
KSNP2	✓	✓	✓	% 2,5 katkılı
KSNP3	✓	✓	✓	% 5 katkılı



Şekil 4. 23: Nanogümüş katkılı biyokompozit numuneler

4.2.7 Biyobozunur Kompozit Karakterizasyonu

Biyobozunur antibakteriyel kompozit malzemelere kütle ve kalınlık ölçümünün ardından şişme, nem ve çekme deneyi uygulanmıştır. Karakterizasyon için optik mikroskop ve SEM ile görüntüleme yanı sıra Fourier dönüşümlü spektroskopisi (FT-IR) analizi yapılmıştır.

FT-IR yöntemi, organik, inorganik ve polimerik malzemeleri kızılötesi ışık kullanarak malzeme tanımlanmasında kullanılan malzemedeki molekül dağılımı ve elementler hakkında bilgi vermektedir (Nanoteknoloji, 2018). En yaygın kullanım şekli biyoaktif bitki özlerinin yapısının incelenmesidir (Rakhee ve diğ. 2018). FT-IR cihazı malzemedeki farklı dalga boyundaki ışığı ne ölçüde absorbe ettiğini ölçmek amacıyla kullanılır (Asmatulu ve diğ. 2019). Tez çalışmasında kullanılan FT-IR cihazı Pamukkale Üniversitesi İleri Araştırma Merkezi'nde (İLTAM) bulunan NICOLET marka İS50 FT-IR model cihazdır (Şekil 4.24).



Şekil 4. 24: Deneyde kullanılan FT-IR cihazı

4.2.8 Antibakteriyel Testler

Pamukkale Üniversitesi Teknoloji Fakültesi Biyomedikal Mühendisliği Bölümü Öğretim Üyesi Prof Dr. Ahmet Koluman'dan temin edilen bakteriler kullanılarak R-AgNP takviyeli biyobozunur polimerlerin antibakteriyel aktivitelerinin incelenmesi gerçekleştirilmiştir. Antibakteriyel aktiviteler için hazırlanan nanopartiküller, Clinical Laboratory Institute standartlarına uygun olarak (Anonymous 2020) disk difüzyon yöntemi kullanılmıştır. Üç tane gram-pozitif (*Bacillus subtilis*, *Staphylococcus aureus*, *Enterococcus faecalis*) ve üç tane gram-negatif (*Escherichia coli*, *Pseudomonas aeruginosa*, *Salmonella enteritidis*, *K. Pneumoniae*) olmak üzere toplamda altı tane bakteri suşlara karşı test edilmiştir. Kirby Bauer tarafından geliştirilen antibakteriyel duyarlılığın saptanmasında en çok kullanılan ekonomik ve basit bir yöntem olan disk difüzyon testi yapılırken oluşan zonların birbiri üzerine denk gelmemesi için diskler arası 22 mm, petri kenarlarında 14 mm uzaklık olması dikkate alınmıştır.

Sterilizasyonu yapılan pensler yardımıyla agar yüzeyine AgNP nanopartikülleri içeren diskler yerleştirilmiştir. 18-24 saat süreyle 350 °C'de inkübe edilen besiyerler ile oluşan inhibisyon zonları mm cinsinden ölçümleri alınmıştır. Deney 3 defa tekrarlanarak ortalama değerler antibakteriyel aktivite için hesaplanmıştır.

5. BULGULAR

Deneyisel çalışmalar, Pamukkale Üniversitesi Teknoloji Fakültesi Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Laboratuvarında yapılmıştır. Tez kapsamında yapılan deneyler ile ilgili ilerleme süreci aşağıda sıralanmıştır:

Çalışmanın başlangıcında farklı kombinasyonlarla hazırlanan KS1, KS2, KS-ALJ, ALJ biyobozunur kompozit matris solüsyonları solvent casting yöntemi ile petri kaplarına ince film tabaka halinde dökülmüş etüvde 50 - 80 °C arasında kurutulmuştur. Mekanik testler sonucunda, mukavemeti en yüksek olan KS2 matrisi, biyobozunur kaplama matrisi olarak belirlenmiştir.

Nanogümüş partikülleri, yeşil sentez yöntemi kullanılarak roka bitkisi kullanılarak üretilmiştir. Roka nanogümüş (R-AgNP) partiküllerinin XRD, SEM, UV-görünür spektroskopisi ve antibakteriyel özellik testleri yapılmıştır.

En yüksek mukavemete sahip olan KS2 çözeltiye, % 1, % 2.5, % 5 oranında nanogümüş (R-AgNP) partikülleri ilave edilmiştir. Hazırlanan homojen nanokatıllı KSNP1, KSNP2, KSNP3 biyobozunur kompozit solüsyonları solvent casting yöntemi ile petri kaplarına ince film tabaka şeklinde dökülmüş, ardından elde edilen ince filmler karakterize edilmiş ve mekanik testler uygulanmıştır.

5.1 Biyobozunur Kompozit İçin Hazırlanan Matris Malzemelerinin Deney Sonuçları

Aşağıda biyobozunur kompozit malzemeler için hazırlanan deney sonuçları sunulmuştur.

a) Kütle Ölçüm Sonuçları

Solüsyon filmlerin kurutulmasının ardından KS1, KS2, KS-ALJ ve ALJ numuneleri, kuru haldeki 1×1 cm² boyutunda kesilerek, kütleler hassas terazide 10 defa ölçümü gerçekleştirilmiştir. Pamukkale Üniversitesi Teknoloji Fakültesi

Biyomedikal Mühendisliği kimya laboratuvarında bulunan Bel- Engineering marka hassas terazi ile numunelerin ortalama kütle değerleri tespit edilmiştir. Elde edilen değerler ve bu değerlere ait standart sapmaları Tablo 5.1’ de verilmiştir.

İnce filmlerin aynı ebattaki kütle değerleri, polimeri oluşturan monomerlerin oranına göre (Rhim 2004) ve kullanılan ilave malzemeye göre değişebilmektedir (Russo ve diğ. 2007). Yapılan çalışmada KS1 ve KS2 numunelerinden 25 mL kullanıldığı için birbirine yakın kütle ölçüm sonuçları elde edilmiştir. KS1 ve KS2 numunelerinin kütleleri sırasıyla 3,0 mg ve 2,8 mg olarak ölçülmüştür. KS2 numunesinin üretim sıcaklığı 45 °C’ye yükseltildiğinden dolayı kütle miktarı azalmıştır. KS-ALJ numunesi 50 mL hazırlandığı için kütle değeri diğer numunelerden fazladır ve 8,5 mg değerinde ölçülmüştür. ALJ numunesinde su ile çözelti oluşturulduğu için ve kuruma esnasında suyun buharlaşmasından dolayı en küçük kütle değerine sahip olup, kütle değeri 1,9 mg olarak ölçülmüştür. Elde edilen veriler literatürle uyumlu olduğu görülmüştür (Rhim 2004; Russo ve diğ. 2007).

Tablo 5. 1: Numunelerin ortalama kütle ölçüm değerleri (mg)

<i>Malzemeler</i>	<i>1 cm² yüzey alanına sahip kuru haldeki numune kütleleri (mg)</i>	<i>Standart sapma değerleri</i>
KS1	3,0	0,242
KS2	2,8	0,116
KS - ALJ	8,5	0,105
ALJ	1,9	1,94

b) Kalınlık Ölçümü

Pamukkale Üniversitesi Mühendislik Fakültesi Tekstil Mühendisliği Bölümünde bulunan Louis Schopper marka Automatic Micrometer ile numunelerin herbirine 10 farklı yerden kalınlık ölçümü yapılmıştır. Numunelerin ortalama kalınlıkları milimetre (mm) cinsinden sırasıyla Tablo 5.2’ de verilmiştir. Ortalama kalınlık değerleri mekanik analiz hesaplamalarında ve su buharı geçirgenliği hesaplarında da kullanılmıştır. Filmlerin kalınlığı polimeri oluşturan monomerlerin oranına göre değiştiği (Rhim 2004) ve kullanılan ilave malzemesi film kalınlığını değiştirdiği (Russo ve diğ. 2007) literatürde bildirilmiştir. Tez çalışmasında

kullanılan 25 °C’de KS1 (25 mL) ve 45 °C’de KS2 (25 mL) numunelerinin kalınlık değerleri 0,02 mm olarak ölçülmüştür. KS-ALJ (50 mL) numunesinin kalınlık ölçüm sonucu 0,08 mm olarak ölçülmüştür. Bunun nedeni madde miktarının 50 mL olmasıyla açıklanabilir. ALJ numunesi 25 mL su ile hazırlanmıştır. Kurutma sırasında suyun buharlaşmasına bağlı olarak en ince kalınlık ölçümüne sahiptir ve değeri 0,01 mm olarak ölçülmüştür. Yapılan çalışma literatürle uyumlu olduğu görülmüştür (Rhim 2004; Russo ve diğ. 2007).

Tablo 5. 2: Numunelerin kalınlık değerleri (mm)

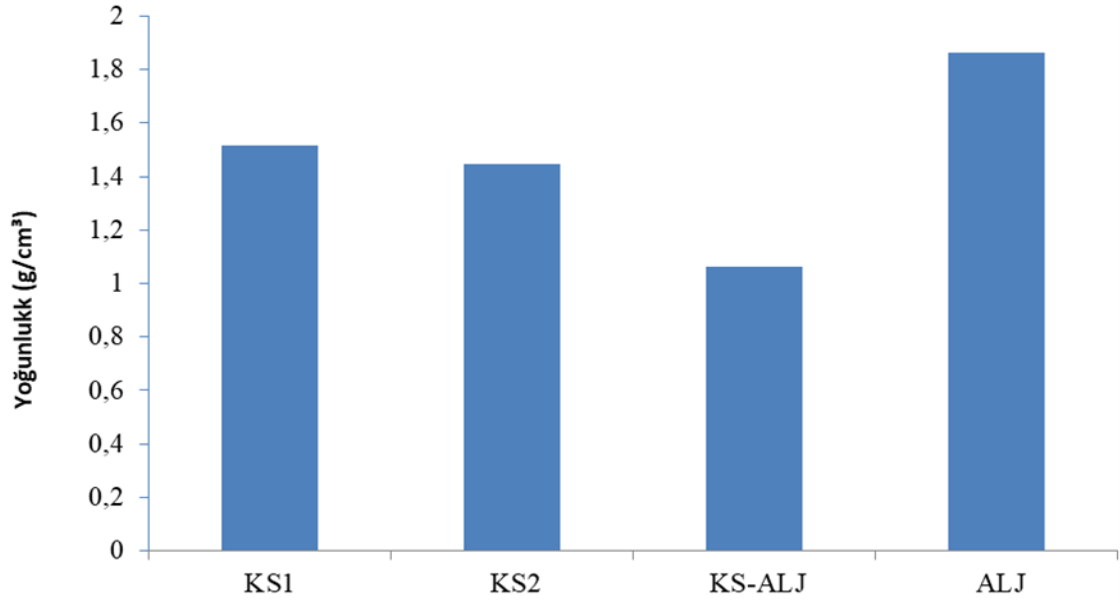
<i>Malzemeler</i>	<i>Numunelerin kalınlık değerleri (mm)</i>	<i>Standart sapma miktarı</i>
KS1	0,02 mm	0,005676
KS2	0,02 mm	0,005676
KS-ALJ	0,08 mm	0,013166
ALJ	0,01 mm	0,003213

c) Yoğunluk Hesabı

Hazırlanan KS1, KS2, KS-ALJ, ALJ numunelerinden 1×1cm²’lik parçalar kesilmiştir. Numunelerin kütle değerleri (Tablo 5.1) ve kalınlıkları (Tablo 5.2) yüzey alanları ile çarpılarak hacim değerleri bulunmuş ve ardından yoğunluk hesabı yapılmıştır. Elde edilen yoğunluk değerleri Şekil 5.1’ de ve standart sapma miktarları Tablo 5.3’ de verilmektedir.

Tablo 5. 3: Biyokompozit matris numunelerin kuru haldeki kütle ve yoğunluk değerleri

<i>Malzemeler</i>	<i>Kuru haldeki kütle değerleri (g)</i>	<i>Hacim (cm³)</i>	<i>Yoğunluk (g/ cm³)</i>	<i>Standart sapma miktarı</i>
KS1	0,0030	2*10 ⁻³	1,5	0,391578
KS2	0,0028	2*10 ⁻³	1,4	0,51875
KS - ALJ	0,0085	8*10 ⁻³	1,0625	0,179736
ALJ	0,0019	1*10 ⁻³	1,9	0,329908



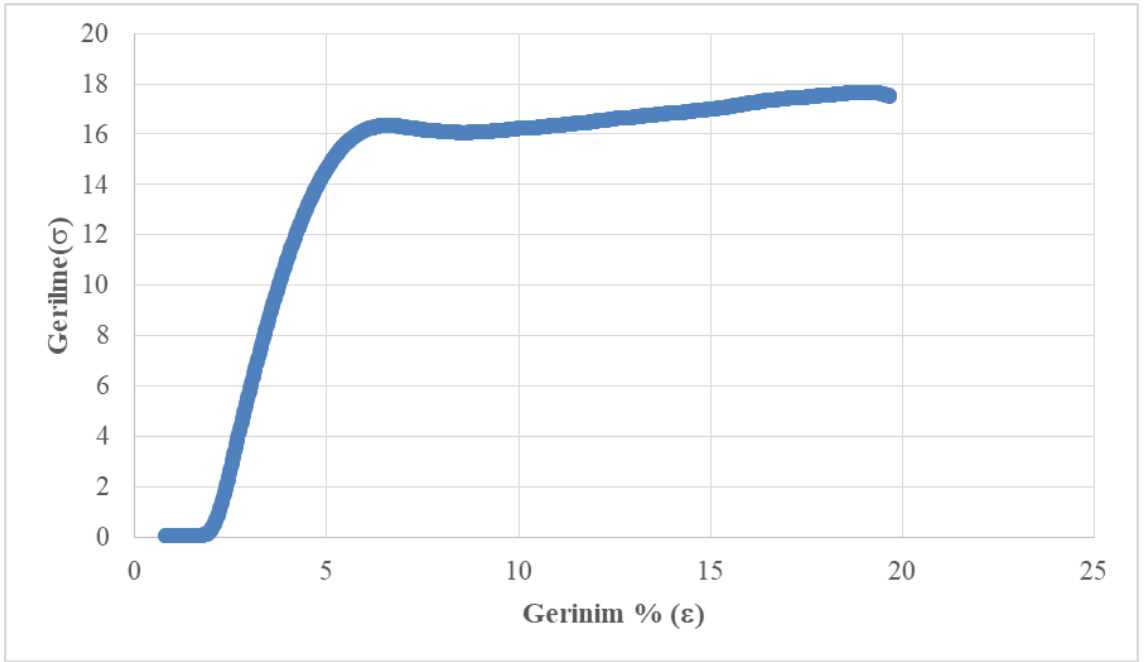
Şekil 5. 1: Numunelerin yoğunluk ilişki grafiği

Yapılan çalışmada KS1 ve KS2 numunelerini yoğunluk değerleri sırasıyla 1,5 g/cm³ ve 1,4 g/cm³ olarak hesaplanmıştır. 45 °C’de hazırlanan KS2 numunesinin, 25 °C’de hazırlanan KS1 numunesine göre, sıcaklık değerine bağlı olarak yoğunluğunun azaldığı görülmüştür. KS-ALJ numunesinin diğer malzemelerden hacmi daha fazla olmasına rağmen, yoğunluğu 1,0625 g/cm³ olarak hesaplanmıştır. ALJ numunesinin hacmi en küçük olmasına rağmen yoğunluğu en yüksek değerde 1,9 g/cm³ olarak hesaplanmıştır. Keser (2023) tarafından yapılan çalışmada kitosanın yoğunluk değeri 1.32 g/cm³ ve aljinatın yoğunluk değeri 1.78 g/cm³ olarak alınmıştır (Keser 2023). Numunelerin yoğunluk hesaplamaları filmlerin gözeneklilikleri hakkında da bilgi vermektedir (Lozano- Novarro ve diğ. 2018). Yapılan tez çalışmasının literatüre uygun olduğu görülmüştür.

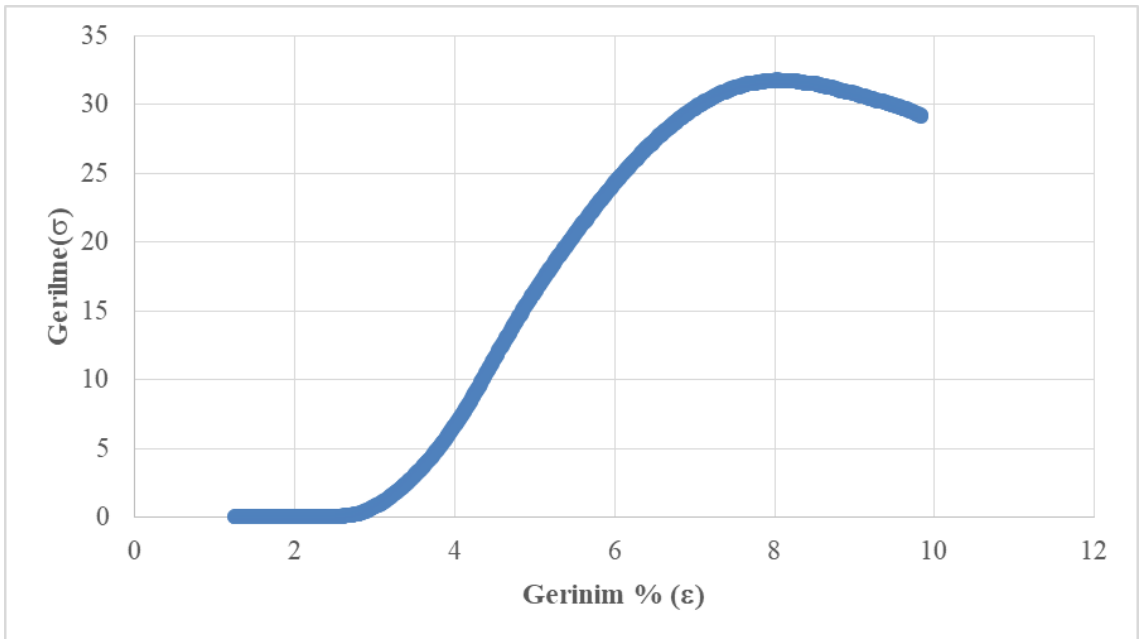
d) Çekme Deneyi/ Mekanik Testler

İnce film numuneler boyutları 10 mm×85 mm olacak şekilde kesilmiştir. Pamukkale Üniversitesi Mühendislik Fakültesi Tekstil Mühendisliği laboratuvarında bulunan Tinius Olsen h10kt marka cihazla, 5 mm/dk olarak ayarlanan çekme hızında çekme deneyleri uygulanmıştır. Hazırlanan filmlerin deneyleri sırasında, cihazdan alınan kuvvet değerleri, numunelerin kesit alanına bölünerek gerilme değerleri hesaplanmıştır. Elde edilen sonuçlara göre numunelerin σ - ϵ grafikleri çizilmiştir.

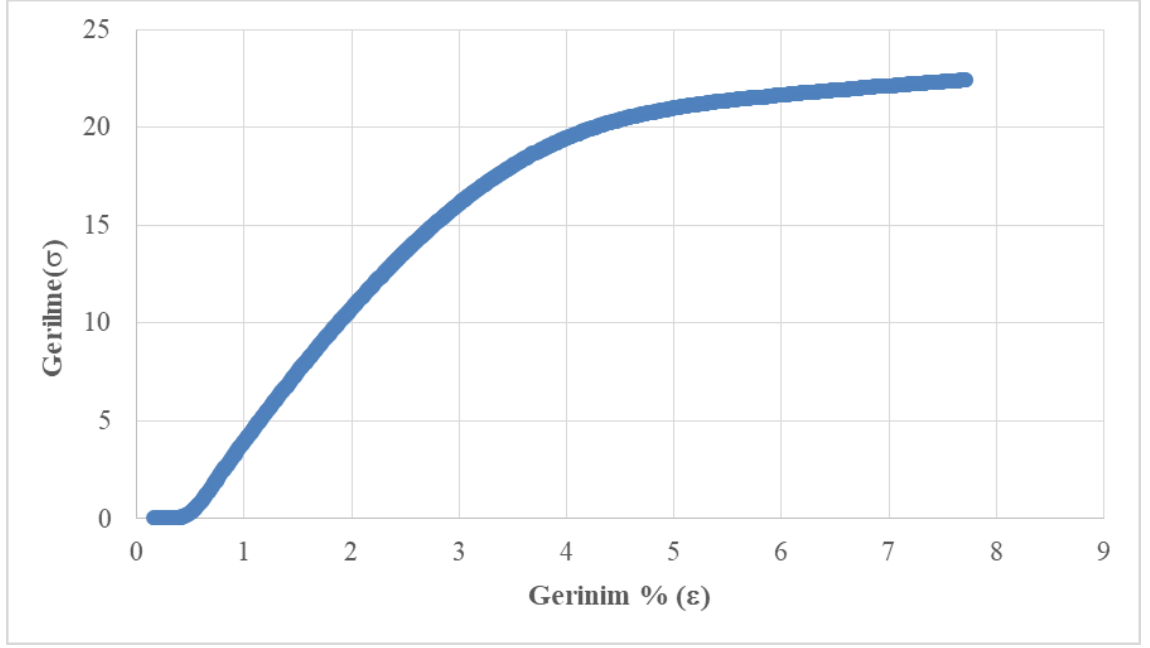
Aşağıda sırasıyla Şekil 5.2, Şekil 5.3, Şekil 5.4 ve Şekil 5.5’ de KS1, KS2, KS-ALJ, ALJ numunelerinin σ - ϵ grafikleri görülmektedir.



Şekil 5. 2: KS1 numunesinin σ - ϵ grafiği

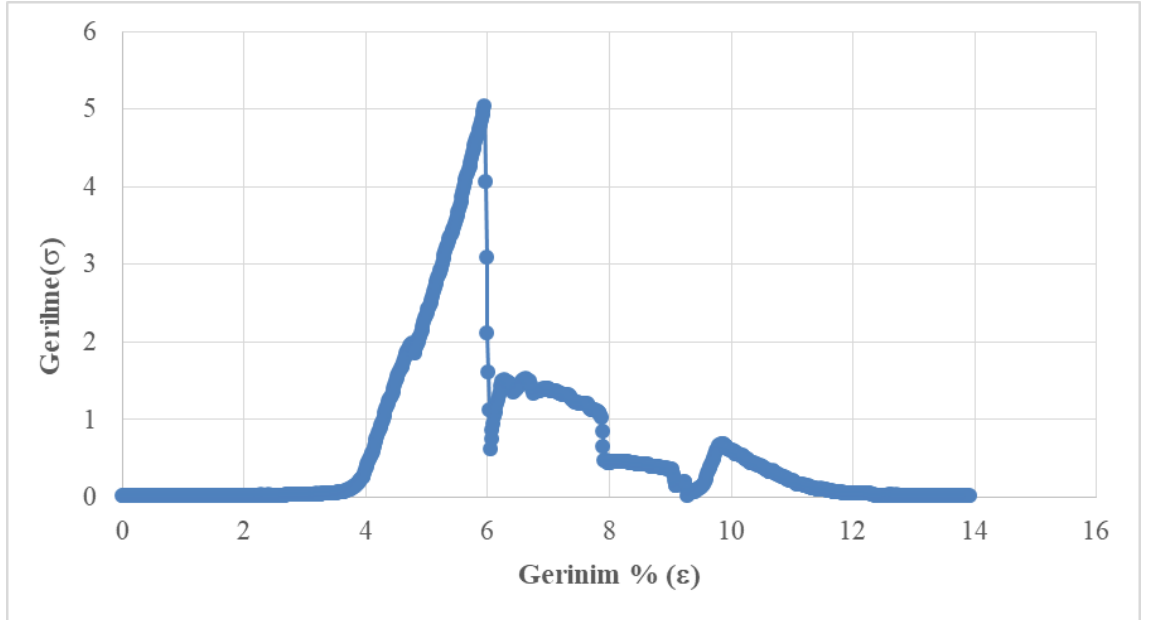


Şekil 5. 3: KS2 numunesinin σ - ϵ grafiği



Şekil 5. 4: KS-ALJ numunesinin σ - ϵ grafiđi

Hadi ve diđ. (2022) tarafından aljinatla yapılan alıřmada film kalınlıkları 0,069 ile 0,085 mm olarak llmřtr. Kalınlık lmleri filmlerin mekanik zelliklerini etkilemektedir. Bu kalınlık deđerine karřılık Aljinat filmin ekme mukavemeti $20,92 \text{ N/mm}^2$, kopma uzaması % 0,7 olarak bildirilmiřtir.



Şekil 5. 5: ALJ numunesinin σ - ϵ grafiđi



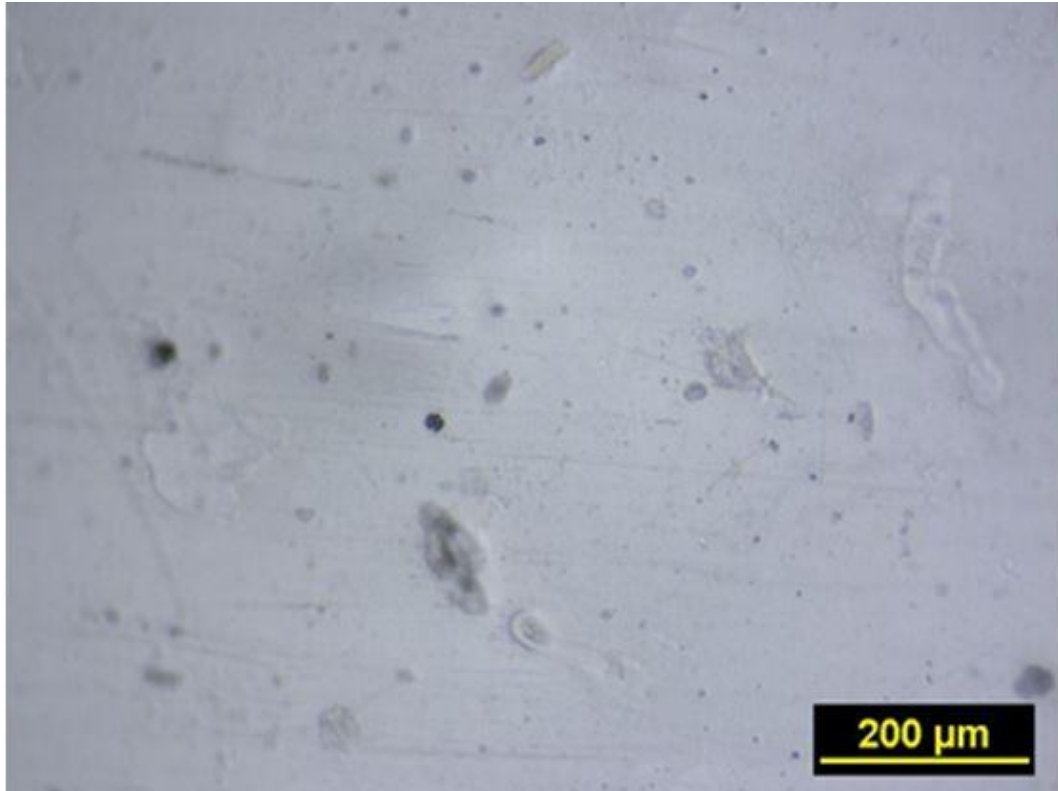
Şekil 5. 6: Numunelerin mekanik test değerlerinin karşılaştırılması

Aljinat filmler genellikle mukavemeti yeterli olmadığı için tek başına kullanılmazlar. Bunun yerine bir veya birden fazla katkı eklenerek bileşimin değiştirilmesi böylece filmin yapışma özellikleri ve genel performansının geliştirilmesi sağlanabilir (Al- Remavi 2011; Tavassoli-Kafrani ve diğ. 2015). Yapılan çalışmanın literatür ile uyumlu olduğu Şekil 5.4’ de görüldüğü gibi aljinat içerikli hazırlanan filmin mekanik dayanımı tek başına yeterli olmadığı, Şekil 5.3’ de kitosan ilaveli hazırlanan KS-ALJ’ nin mukavemet değerinin arttığı gözlenmektedir. Cazon ve diğ. (2016) tarafından yapılan çalışmada kitosanın çekme mukavemeti 22.2- 39.6 N/mm², uzama değerleri 13- 73.6 (%) olarak verilmektedir. Mekanik testler sonucunda gerilme (σ)- gerinim (% ε) grafiği karşılaştırma sonucuna göre, çalışılan numunelerde mukavemeti en yüksek olan KS2 malzemesine farklı oranlarda nanogümüş ilavesi yapılmasına karar verilmiştir.

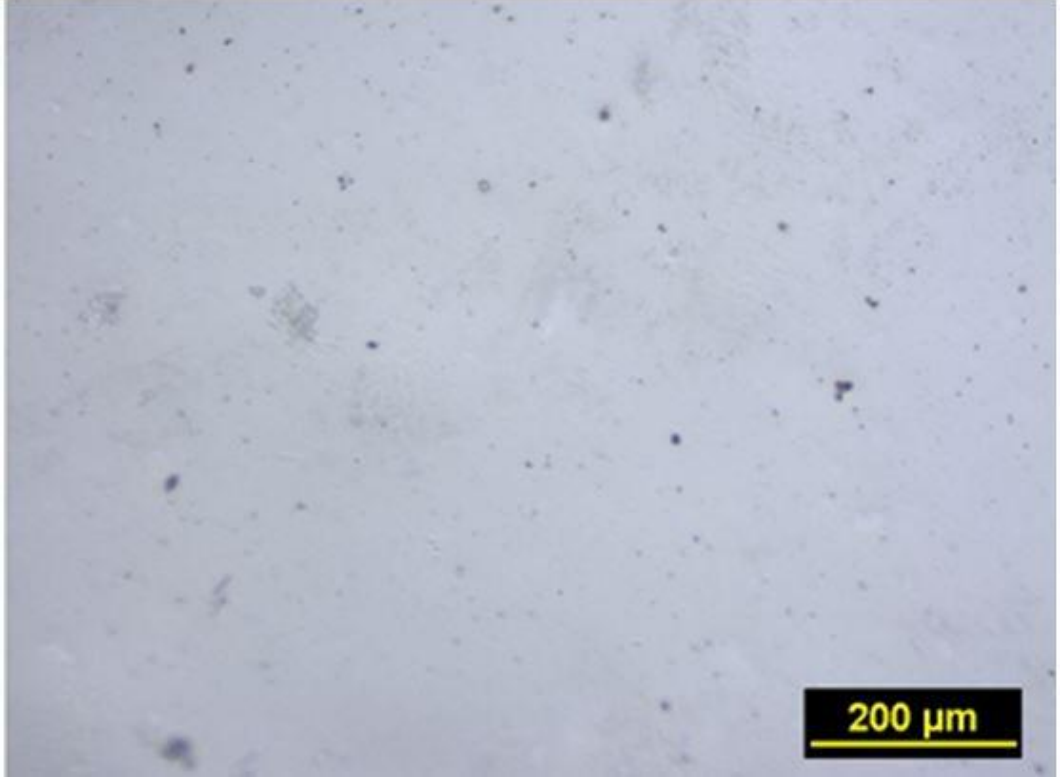
d) Optik Mikroskop Görüntüleri Ve Analizler

Pamukkale Üniversitesi Teknoloji Fakültesi Malzeme Mühendisliği Labratuarında bulunan Nikon Eclipse LV150NL marka optik mikroskop ile biyokompozit matris malzemesi olarak hazırlanan KS1, KS2, KS-ALJ ve ALJ film numuneleri incelenmiştir. Yüzey karakterizasyonu için 100X büyütmede çekilmiş

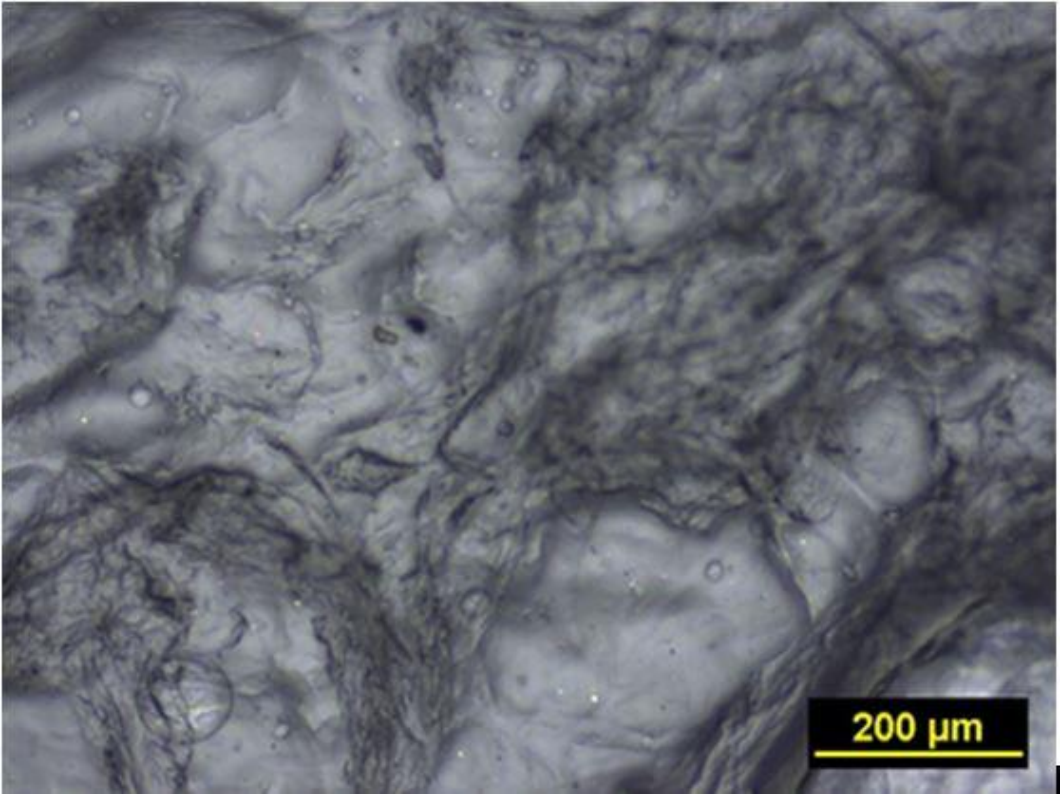
optik mikroskop görüntüleri Şekil 5.7, Şekil 5.8, Şekil 5.9 ve Şekil 5.10'da sırasıyla verilmiştir. Film örneklerinde pürüzsüz ve homojen bir yapı gözlenmiştir. Ancak kitosan ile aljinatın çapraz bağlanması ile elde edilen KS-ALJ numunesinde konsantrasyona bağlı olarak bir agregasyon gözlenmiştir. Tüm film örneklerinde farklı ebatlarda gözenekler farkedilmiştir. Bu gözeneklerin oluşumu, karıştırma hızı ve sıcaklığa bağlı olarak açıklanabilir. Sarıcaoğlu ve diğ. (2018) tarafından filmlerde gözenekli yapıların oluşması filmlerin su buharı geçirgenliği ile ilişkili olduğu ve gözenekli yapı miktarının geçirgenliği arttığı bildirilmiştir.



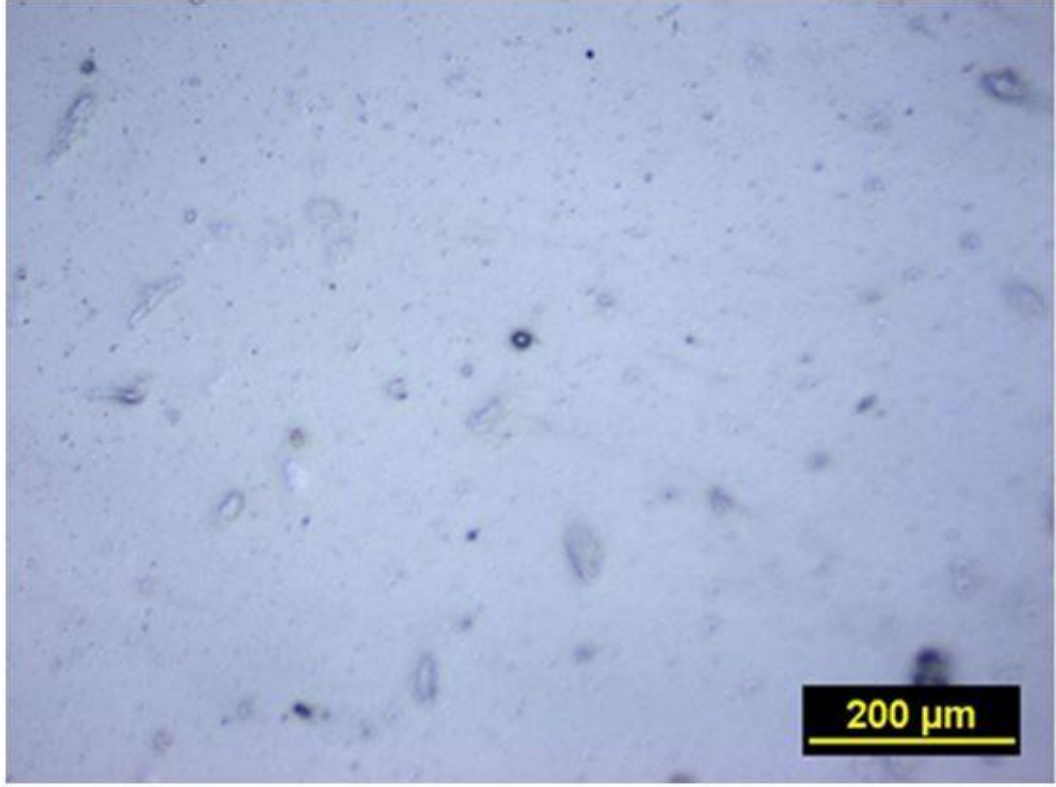
Şekil 5. 7: KS1 numunesinin optik mikroskop görüntüsü



Şekil 5. 8: KS2 numunesinin optik mikroskop görüntüsü



Şekil 5. 9: KS-ALJ numunesinin optik mikroskop görüntüsü



Şekil 5. 10: ALJ numunesinin optik mikroskop görüntüsü

e) SEM Görüntü ve Analizleri

Tez çalışmasında kullanılan KS1, KS2, KS-ALJ, ALJ biyobozunur kompozit matris malzemeler için, Pamukkale Üniversitesi İleri Araştırma Merkezi'nde (İLTAM) Germany Zeis Supra V40 marka cihazla 250, 500, 1000, 2000 ve 3000 büyütme değerlerinde SEM görüntüleri alınmıştır. KS1, KS2, KS-ALJ, ALJ biyobozunur matris numunelerin kesitlerinden alınan (1000×) büyütme oranındaki SEM görüntüleri sırasıyla Şekil 5.11, Şekil 5.12, Şekil 5.13, Şekil 5.14' de verilmektedir.

25 °C' de elde edilen KS1 filminin SEM görüntüleri Şekil 5.11' de görülmektedir. Film homojen bir yapıya sahip olup, filmin içinde herhangi bir çatlak gözlenmemiştir. Yüzeyde gözlenen hava kabarcıklarının karıştırma süresi arttırılarak ortadan kalkacağı değerlendirilmektedir.

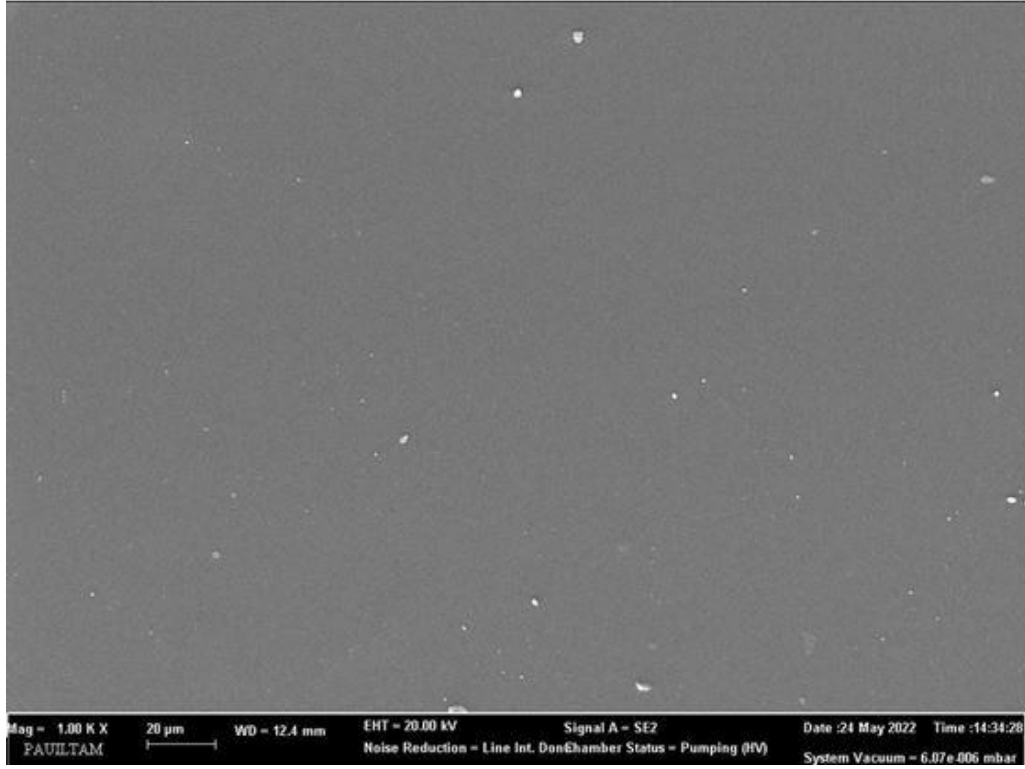
45 °C'de hazırlanan KS2 filminin SEM görüntüleri Şekil 5.12'de görülmektedir. Film homojen bir yapıya sahip olup, filmin içinde herhangi bir çatlak gözlenmemiştir.

Şekil 5.11 ve Şekil 5.12 karşılaştırıldığında, düşük sıcaklıkta daha az hava kabarcığı oluştuğu görülmektedir. Üretim sıcaklığı arttıkça hava kabarcığı miktarının arttığı tespit edilmiştir.

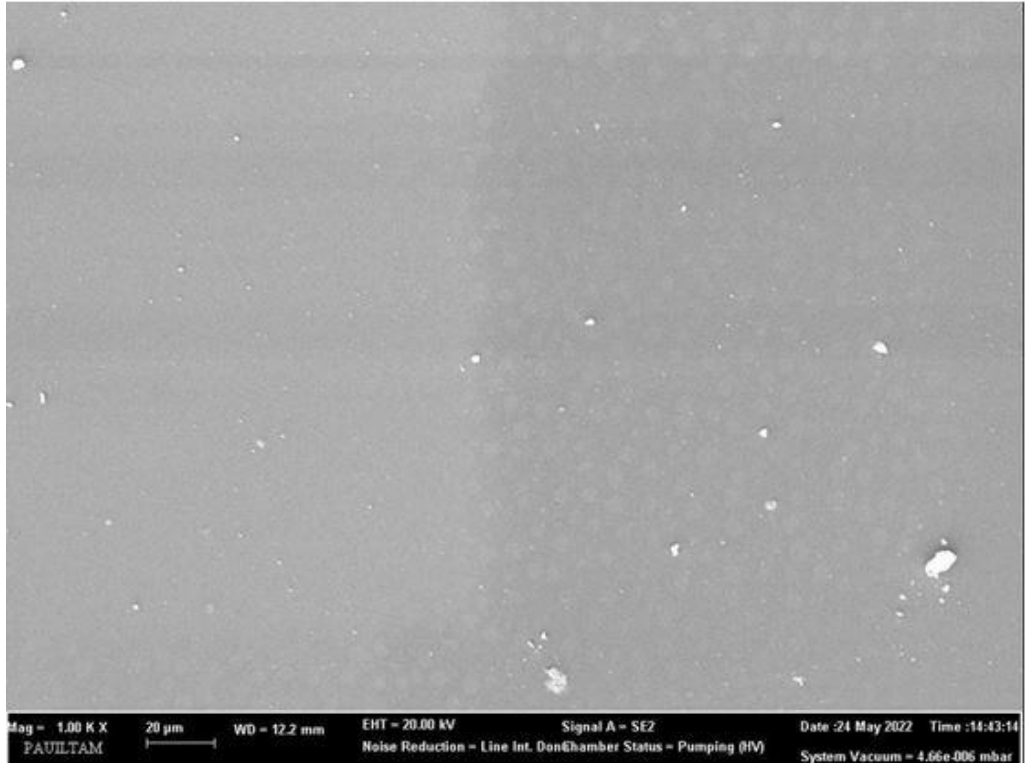
Şekil 5.13'de görülebileceği üzere, KS-ALJ filminin homojen bir yapıda olduğu ve herhangi bir çatlak bulunmadığı görülmektedir. Aljinat ile hazırlanan film formülasyonunda herhangi bir çatlak gözlenmemiştir. Karışım homojen dağılmıştır. Yüzeyde hava kabarcıkları tespit edilmiştir (Şekil 5.14).

Biyobozunur kompozit matrisli numunelerin SEM bulgularının karşılaştırılması;

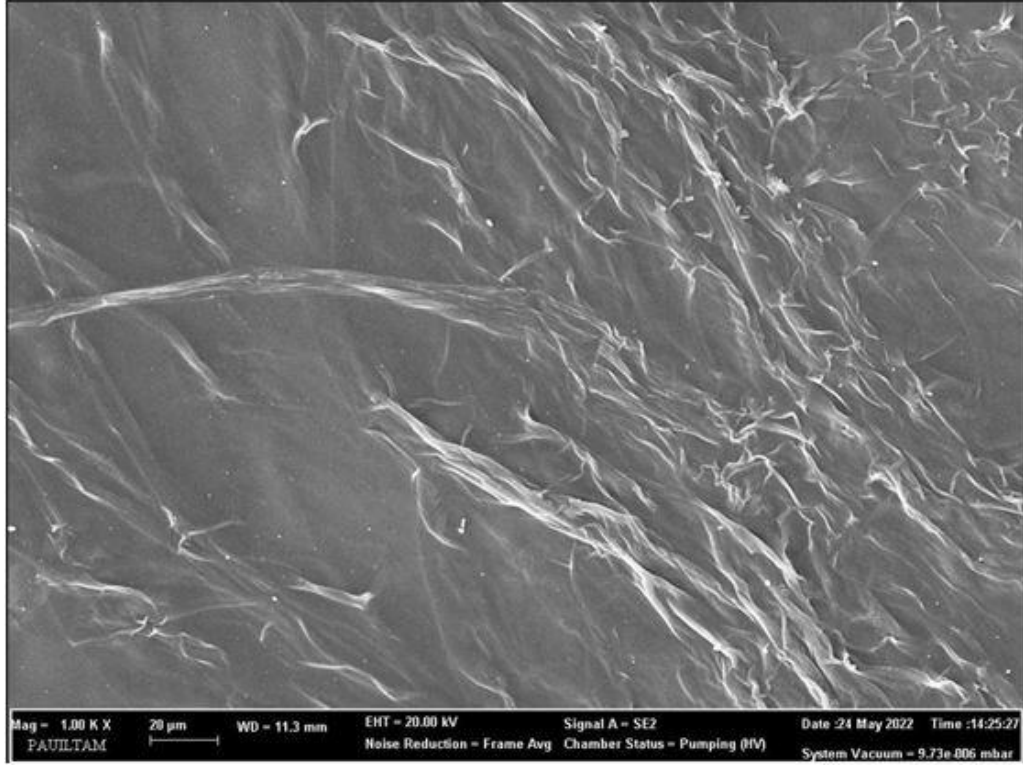
KS1, KS2, KS-ALJ, ALJ numunelerine ait SEM görüntüleri incelendiğinde, malzemelerde çatlak bulunmadığı, numunelerin homojen karıştığı ve yüzeylerinin pürüzsüz olduğu görülmektedir. KS-ALJ numunesinde kitosana aljinat eklenmesi ile hibrit bağlı kompozit oluşturduğu, dalgalanmalarla görülmektedir. ALJ numunesindeki hava kabarcıkları daha büyük olduğu gözlemlenmiştir.



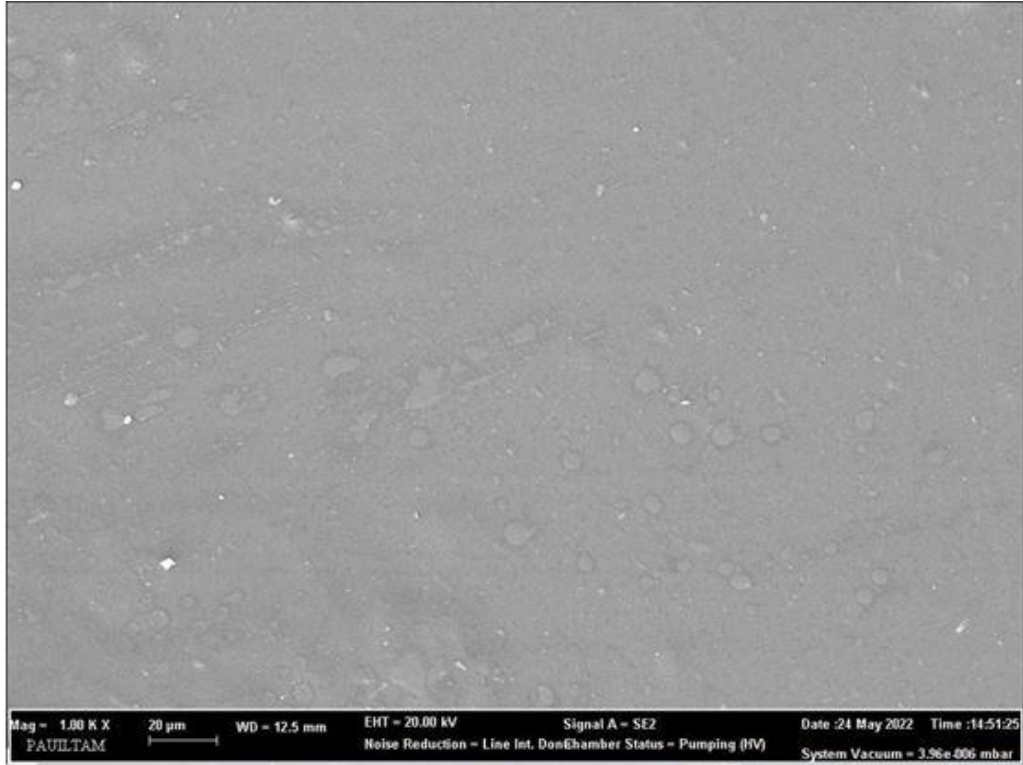
Şekil 5. 11: Nanogümüş içermeyen KS1 biyokompozit numunesinin (1000×) büyütmedeki SEM görüntüsü



Şekil 5. 12: Nanogümüş içermeyen KS2 biyokompozit numunesinin (1000×) büyütmedeki SEM görüntüsü



Şekil 5. 13: Nanogümüş içermeyen KS-ALJ biyokompozit numunesinin (1000×) büyütmedeki SEM görüntüsü



Şekil 5. 14: Nanogümüş içermeyen ALJ biyokompozit numunesinin (1000×) büyütmedeki SEM görüntüsü

f) Şişme Deneyi Sonuçları: Pamukkale Üniversitesi Teknoloji Fakültesi Biyomedikal Labratuvarında 2, 4, 6, 8 ve 24 saat süresince cam beher içine pH değeri 7 olan 100 mL' lik beherdeki saf su içine numuneler ayrı ayrı konularak oda sıcaklığında bekletilmiştir. Belirlenen süreler sonunda elde edilen kütle değerleri hassas terazide 5 defa ölçüm alınarak ortalama değerleri standart sapma değerleri ile Tablo 5.4' de verilmiştir.

Tablo 5. 4: Biyokompozit matris numunelerin suda bekletildikten sonra ölçülen ortalama kütle (mg) ve standart sapma değerleri

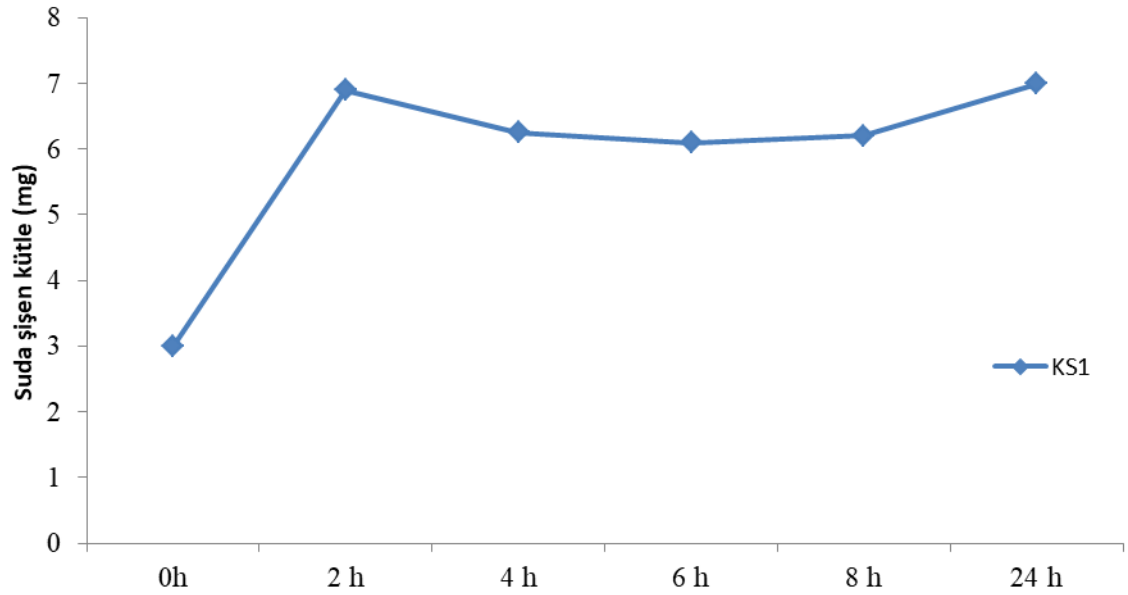
<i>Malzemeler</i>	<i>2 h (mg)</i>	<i>4 h (mg)</i>	<i>6 h (mg)</i>	<i>8 h (mg)</i>	<i>24 h (mg)</i>
KS1	6,9 ± 0,2828	6,3 ± 0,3535	6,1 ± 0,2828	6,2 ± 0,1414	7,0 ± 0,5656
KS2	6,4 ± 0,8485	6,1 ± 0,4949	6,3 ± 0,4242	6,0 ± 0,4949	6,4 ± 1,2020
KS - ALJ	88,9 ± 5,586	81,9 ± 4,1012	83,1 ± 3,8890	85,0 ± 3,4648	85,5 ± 4,1012
ALJ	çözündü	çözündü	çözündü	çözündü	çözündü

Biyobozunur filmlerin suda şişme oranları (%) Tablo 5.5'de, elde edilen şişme oranı/süre (saat) grafiği Şekil 5.15, Şekil 5.16, Şekil 5.17' de verilmiştir. Aynı numunelerin şişme oranının karşılaştırma grafiği ve kütle artışı (%) grafiği Şekil 5.18, Şekil 5.19 ve Şekil 5.20'de verilmiştir.

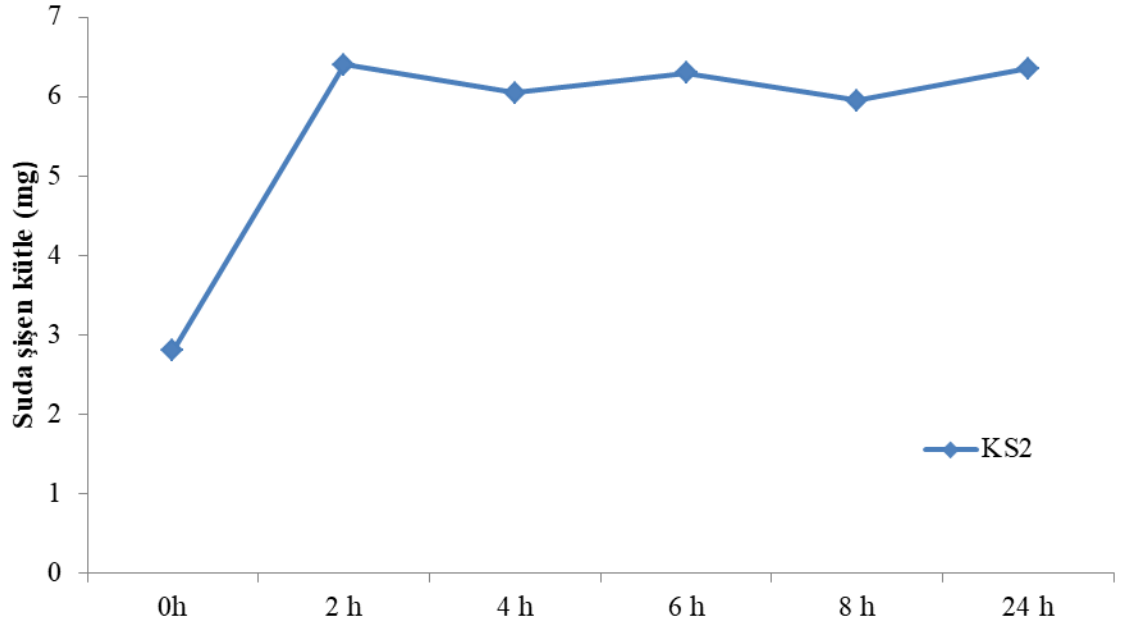
İyonik polimer grubunda yer alan aljinat su içinde yüksek derecede şişme ve çözünme özelliğine sahiptir. Bu nedenle sulu uygulamalarda sınırlılıkları vardır. Aljinatların suya karşı dirençleri kimyasal çapraz bağlama işlemi ile geliştirilebilir. (Krumova ve diğ. 2000; Kim ve diğ. 2000).

Tablo 5. 5: Elde edilen filmlerin suda şişme yüzde değerleri

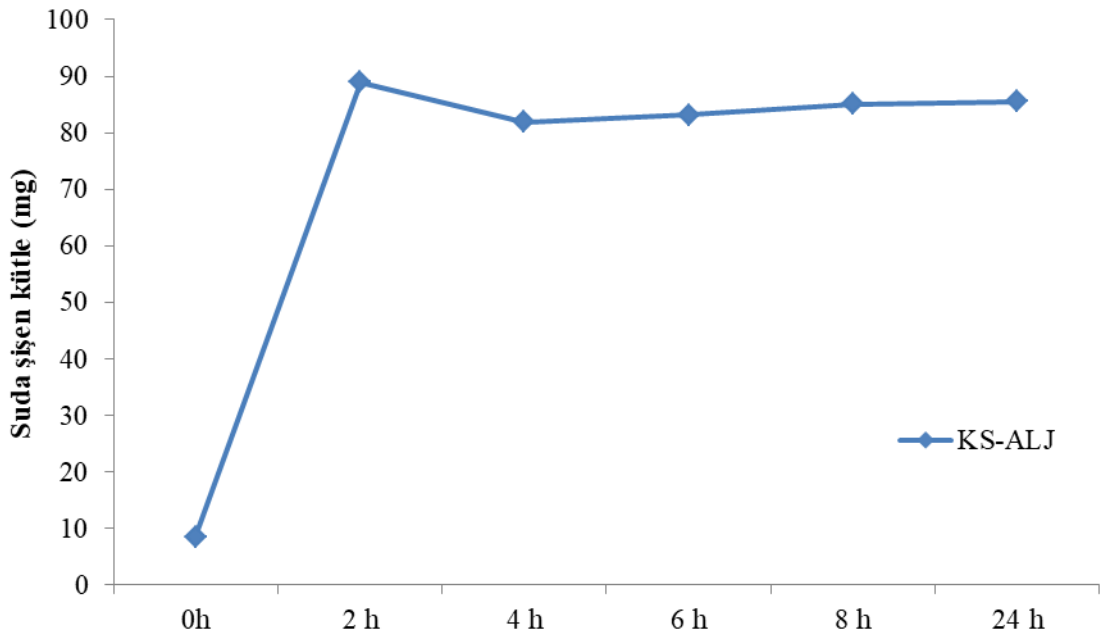
<i>Malzemeler</i>	<i>2 h (%)</i>	<i>4 h (%)</i>	<i>6 h (%)</i>	<i>8 h (%)</i>	<i>24h (%)</i>
KS1	130	110	103,3	106,66	133,3
KS2	128,5	117,8	125	114,2	128,5
KS-ALJ	945,8	935,2	877,6	900	905,8
ALJ	Çözündü	Çözündü	Çözündü	Çözündü	Çözündü



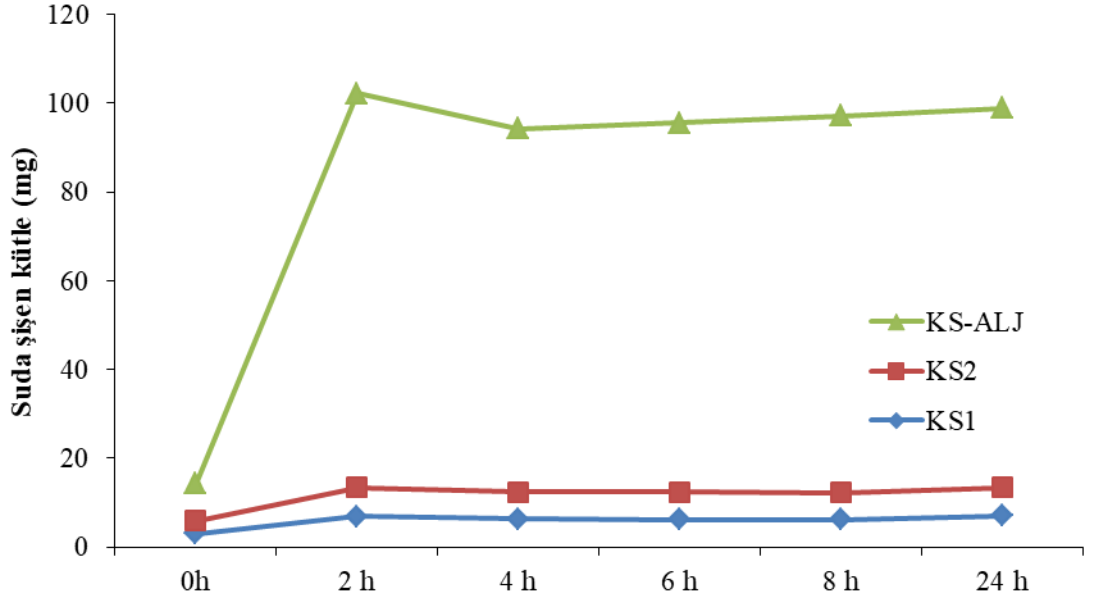
Şekil 5. 15: KS1 numunesinin suda şişme grafiği



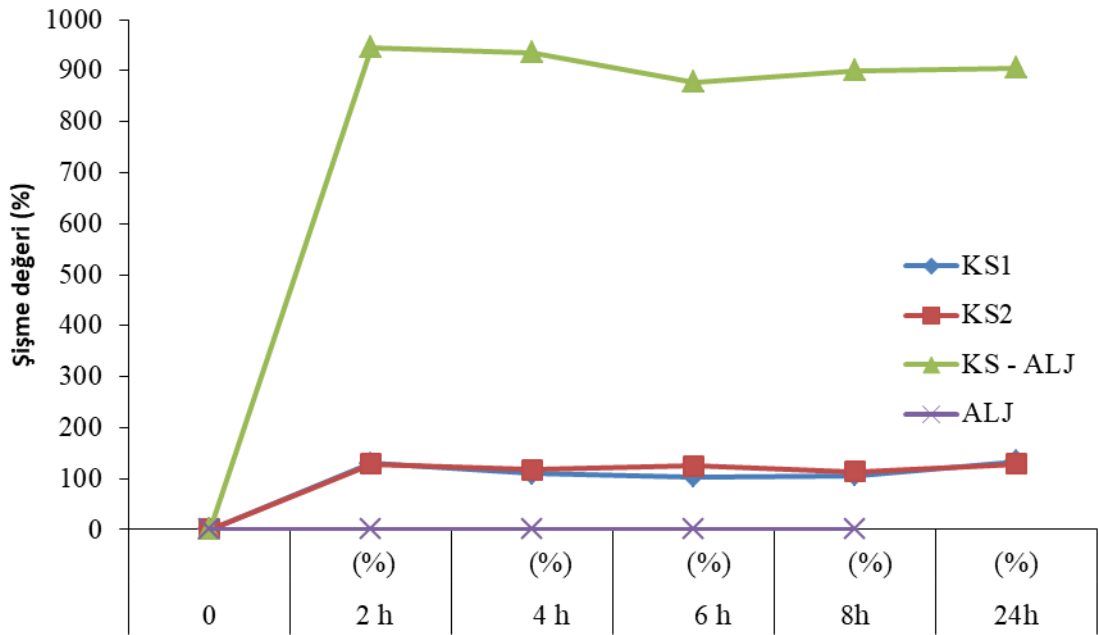
Şekil 5. 16: KS2 numunesinin suda şişme grafiği



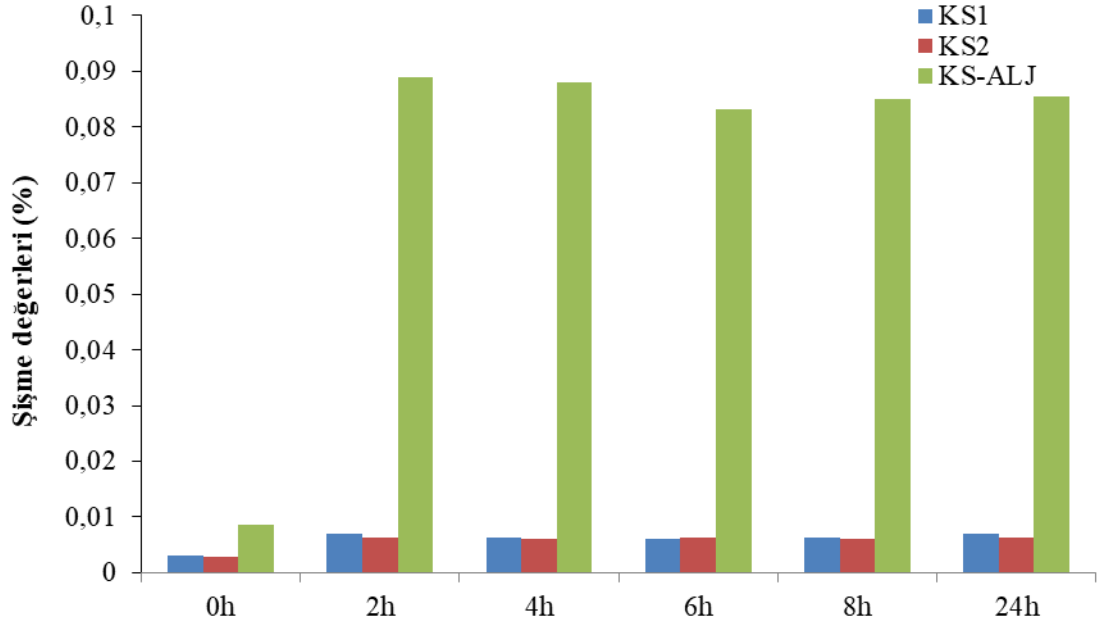
Şekil 5. 17: KS-ALJ numunesinin suda şişme grafiği



Şekil 5. 18: Numunelerin suda şişme değerlerinin karşılaştırılması



Şekil 5. 19: Numunelerin suda şişme yüzde değerleri karşılaştırılması



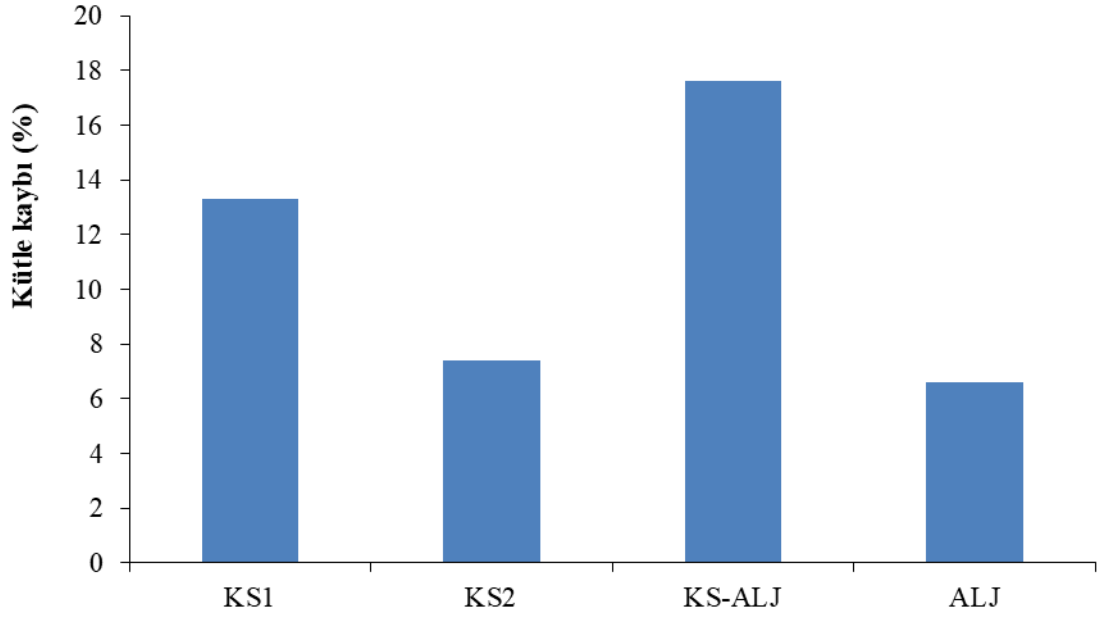
Şekil 5. 20: Numunelerin suda şişme yüzde değerleri karşılaştırılması

g) Nem Deneyi Sonuçları

Biyobozunur film olarak hazırlanılan KS1, KS2, KS-ALJ ve ALJ numunelerinin $1 \times 1 \text{ cm}^2$ boyutunda kesilerek hazırlanmıştır. Pamukkale Üniversitesi Teknoloji Fakültesi Biyomedikal Kimya Labratuarında $105 \text{ }^\circ\text{C}$ sıcaklıkta hazırlanan etüvde 2 saat kurutma sonrasında oluşan kütle kaybı, tartım işleminin ardından hesaplanarak belirlenmiştir. Numunelere ait ölçülen değerler Tablo 5.6' da ve Şekil 5.21'de verilmiştir.

Tablo 5. 6: Numunelerin nem deneyi sonrasında kütle kaybı değerleri ve yüzde kütle kaybı

	<i>Etüv öncesi kütle ölçümü (mg)</i>	<i>Etüv'de 105°C' de 2 saat sonrası kütle ölçümü (mg)</i>	<i>Kütle kaybı % değerleri</i>
KS1	3,0	2,6	13,33
KS2	2,7	2,5	7,40
KS-ALJ	8,5	7,0	17,6
ALJ	3,0	2,8	6,6



Şekil 5. 21: Numunelerin kütle kaybı (%) değerleri

Nem içeriği veya bağıl nem kitosan filmler için gıda kaplamada önemli bir parametredir. Nem içeriğinin yüksek değerde olması istenmeyen bir durum olup, nem içeriğindeki artış su moleküllerinin kaplama malzemesi üzerinde taşınarak kaplamanın içine girmesini kolaylaştırır (Aguirre- Loredo ve diğ. 2016). Yüksek nem koşullarında su molekülleri film yapısında plastikleştirici etki yapar ve malzemenin termal, mekanik ve bariyer özelliklerini değiştirir (Pittia ve Sacchetti 2008). Bu bilgilerden yararlanılarak % nem oranı düşük olan KS2 numunesine AgNP ilavesi yapılmasına karar verilmiştir.

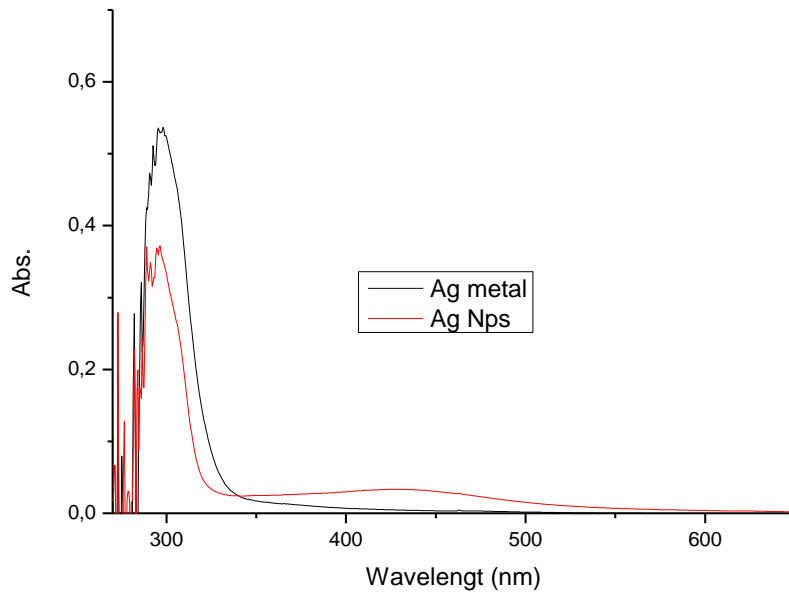
5.2 Nanogümüş İçin Elde Edilen Analiz Sonuçları

a) UV-Görünür Absorbsiyon Spektrumu Analiz Sonuçları

Gümüş nanopartiküllerin sentezin, roka ekstratı içerisinde hem indirgeyici hem de dengeleyici ajanlar olarak kullanılmasıyla doğaya zarar vermeyen çevre dostu bir biyosentez olarak gerçekleştirilmiştir. Taneciklerin oluşumu için gerekli olan reaksiyon süresinin daha kısa olması ve reaksiyon için özel bir sisteme ihtiyaç duyulmaması nedeniyle hızlı ve basit bir yöntemdir. Rokanın su ekstraktı ile

reaksiyon sonucu siyaha dönüşen koyu kahverengi rengi, gümüş nanaopartiküllerinin oluşumunun ilk kanıtıdır.

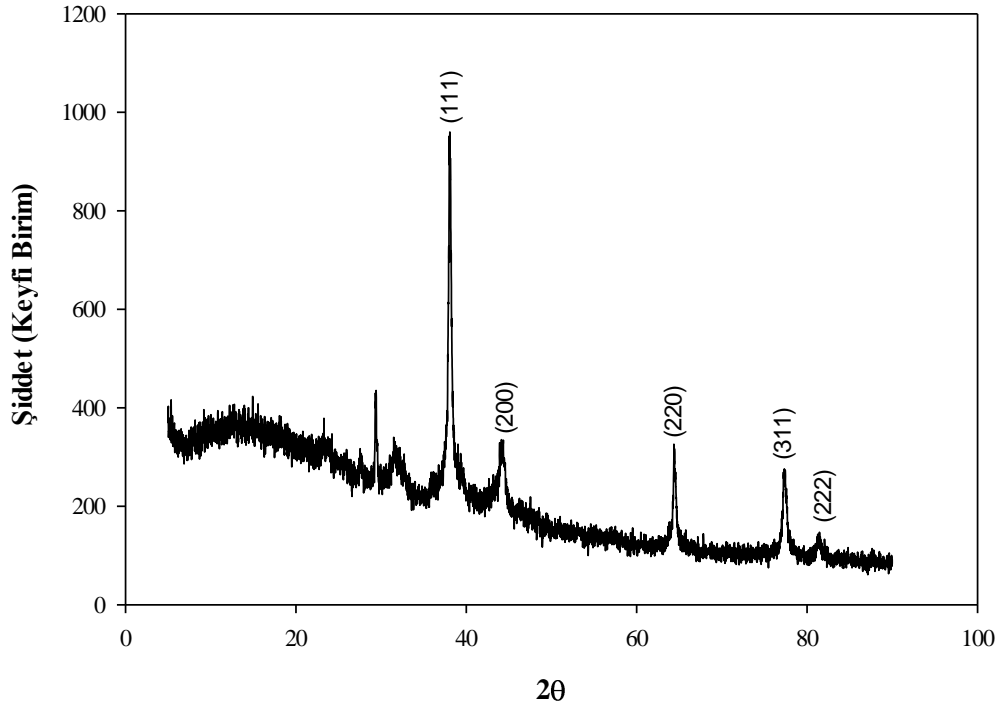
Roka ekstraktından elde edilen gümüş nanopartiküllerin optik özelliklerini belirlemek için 200 ile 800 nm arasında UV-görünür absorpsiyon spektrumu alınmıştır. Şekil 5.22' de verilen absorpsiyon spektrumu incelendiğinde, gümüş nanopartiküllerin 335 nm'de maksimum absorpsiyona sahip olduğu görülmektedir (Awwad ve diğ. 2013; Jain ve Mehata 2017).



Şekil 5. 22: UV görünür spektrofotometrede roka ekstraktının ve gümüş nanopartiküllerin maksimum absorbansları

b) X- Işını Kırınım Yöntemi (XRD) Analiz Sonuçları

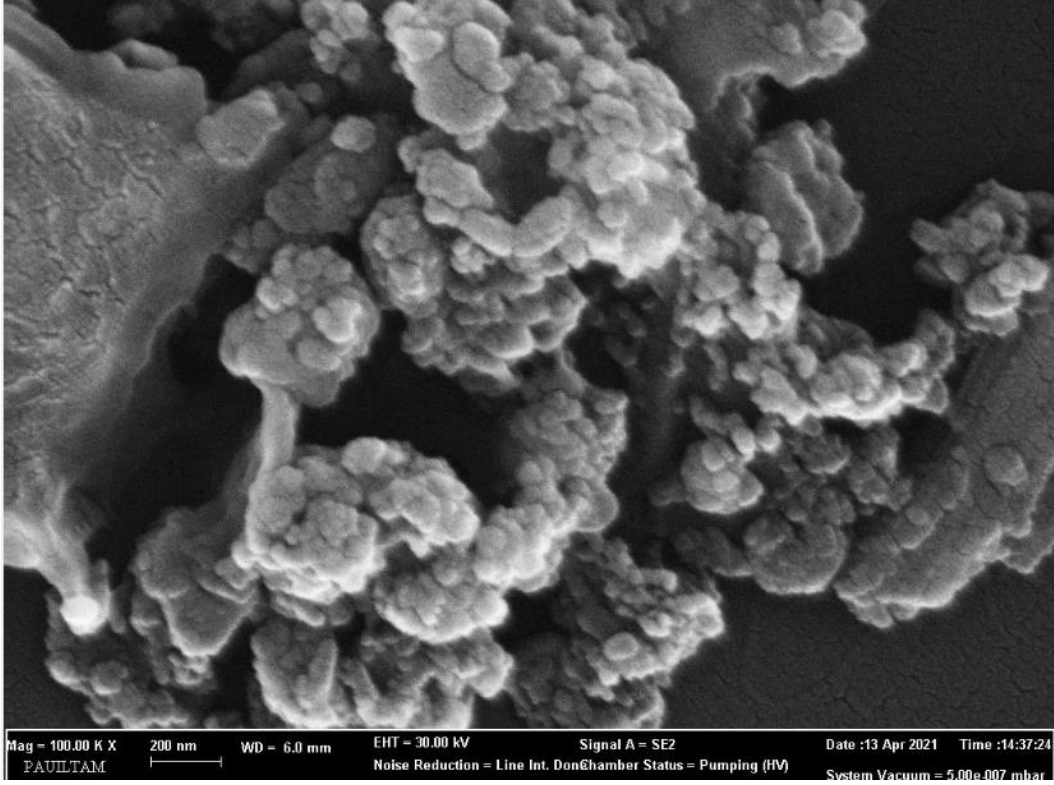
Gümüş nanopartikülü numunesinin toz XRD spektrumu Şekil 5.23'de Ag nanoparçıklarından kaynaklanan 27, 30, 34, 56, 37, 86, 46, 10, 64, 32 ve 77.02 (2 θ) açılarda verilmiştir. 2,67; 2,37; 1,97; 1,44 ve 1,24 Å mesafelerde (220), (111), (200), (222) ve (311) kırınımına karşılık gelen karakteristik pikler gözlenmiştir. (ICDD card no: 01-087-0717). Elde edilen piklerin konumları ve yoğunlukları, Ag nanoparçacıklarının yüz merkezli kübik ve ortalama tane boyutunun yaklaşık 16,37 nm olduğunu ölçülmüştür (Khan ve diğ. 2011).



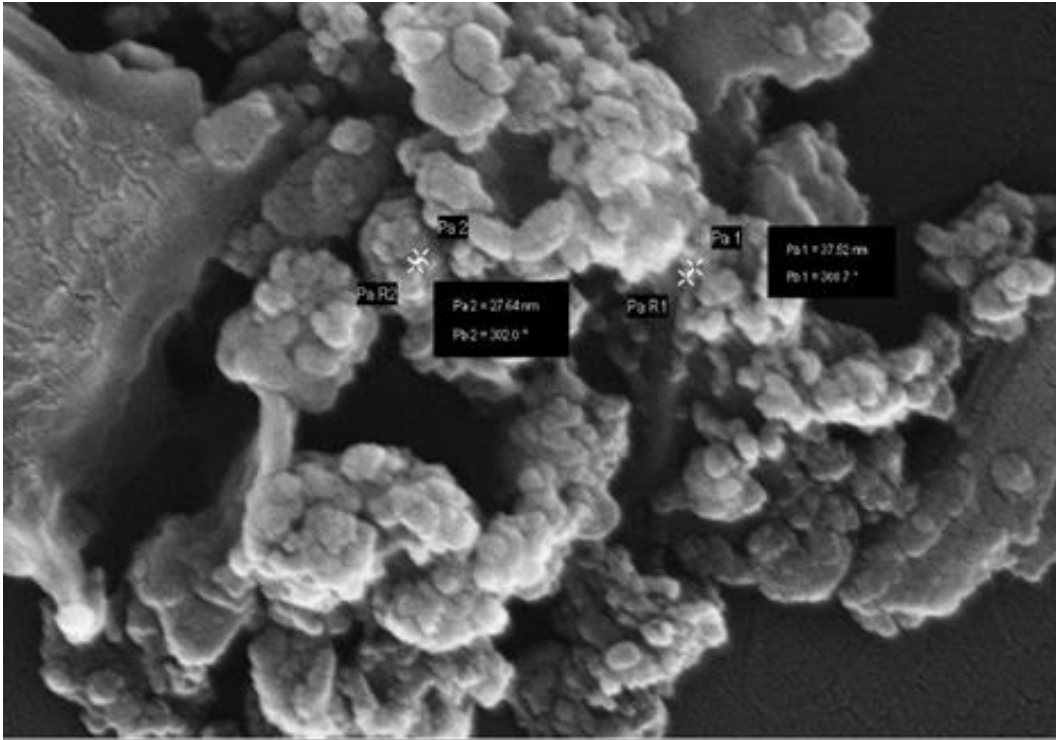
Şekil 5. 23: Rokanın su özü kullanılarak sentezlenen gümüş nanao partikülerin X-ışını kırınım grafiği/kırınım desenleri

c) SEM ve EDX Analizleri:

SEM, nanoyapıların yüzey morfolojisini araştırmak için kullanılan önemli bir tekniktir. Biyosentetik olarak elde edilen gümüş nanopartikülleri örneğinin SEM görüntüleri Şekil 5.24 ve Şekil 5.25' de verilmiştir. Ag nanoparçacıklarının rastgele dağıldığı ve boyutunun yaklaşık 16 nm olduğu görülmektedir. Bu çalışmada tam olarak küresel bir yapıya sahip olmayan Ag nanoparçacıklarının, iki veya daha fazla Ag nanoparçacıklarının sentez sırasında kümelenmesinden kaynaklandığı düşünülmektedir. Bu literatürdeki diğer çalışmalarla uyumludur (Singh 2018).

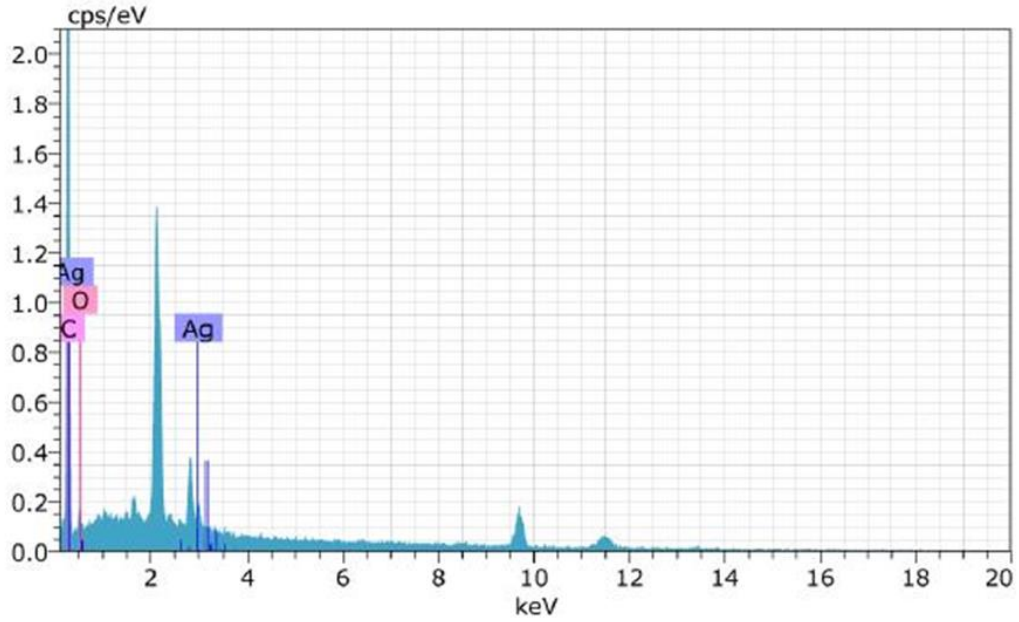


Şekil 5. 24: Rokadan elde edilen gümüş nanopartiklerin (R- AgNP) 100.00 KX büyütmedeki SEM görüntüsü



Şekil 5. 25: Rokadan elde edilen gümüş nanopartiklerin (R- AgNP) 100.00 KX büyütmedeki SEM görüntüsü

Şekil 5.26’da gösterilen numunenin belli bir bölgesinde ölçülen enerji dağılımlı X-ışını spektroskopisi (EDX) analizinde, % 20,4 Ag ve % 79,6 O elementleri (atomik olarak) tespit edildi. AgNP’lerin EDX analizleri belli bir bölgede, % 90’ın üzerinde gümüş elementinin yanı sıra düşük oranda karbon, oksijen olduğu görülmektedir. Gümüş dışında, gözlemlenen diğer sinyallerin, AgNP’lerin etrafındaki biyomoleküllerden kaynaklanmış olabileceği düşünülmektedir.



Şekil 5. 26: R-AgNP’nin EDX sonuçları

5.3 Biyobozunur Kompozit Malzemelerin Analiz Sonuçları

a) Kütle Ölçüm Değerleri

Pamukkale Üniversitesi Teknoloji Fakültesi Biyomedikal Mühendisliği kimya laboratuvarında bulunan Bel- Engineering marka cihaz ile KS2 numunesine R-AgNP katkısı ile elde edilen KSNP1, KSNP2, KSNP3 biyobozunur kompozit malzemeler kuru halde $1 \times 1 \text{cm}^2$ ’lik ebatlarda kesilerek 10 defa kütle değerleri ölçülmüştür. KSNP1, KSNP2, KSNP3 numunelerinin kütle ve bu kütle değerlerinin standart sapma değerleri Tablo 5.7’ de verilmiştir.

Tablo 5. 7: Biyobozunur kompozit malzemelerin kuru haldeki kütle değerleri ve standart sapma değerleri

	<i>1 cm² yüzey alanına sahip kuru haldeki numune kütle değerleri (mg)</i>	<i>Standart sapma değerleri</i>
KSNP1	5,7	0,156
KSNP2	5,8	0,597
KSNP3	4,9	0,275

b) Kalınlık Ölçüm Sonuçları

Pamukkale Üniversitesi Mühendislik Fakültesi Tekstil Mühendisliği bölümünde bulunan Louis Schopper marka Automatic Micrometer ile numune başına 10 farklı yerden kalınlık ölçümü alınmıştır. Mekanik analiz hesaplamalarında ve su buharı geçirgenliği hesaplarında kullanılmak üzere numunelerin ortalama kalınlık değerleri ve bu değerlerin standart sapma miktarları sırasıyla Tablo 5.8’de verilmiştir.

Tablo 5. 8: Biyokompozit malzemelerin kalınlık değerleri

	<i>Mikrometrede numunelerin ölçülen kalınlık değerleri (mm)</i>	<i>Standart sapma değerleri</i>
KSNP1	0,070	0,007379
KSNP2	0,11	0,034383
KSNP3	0,10	0,018135

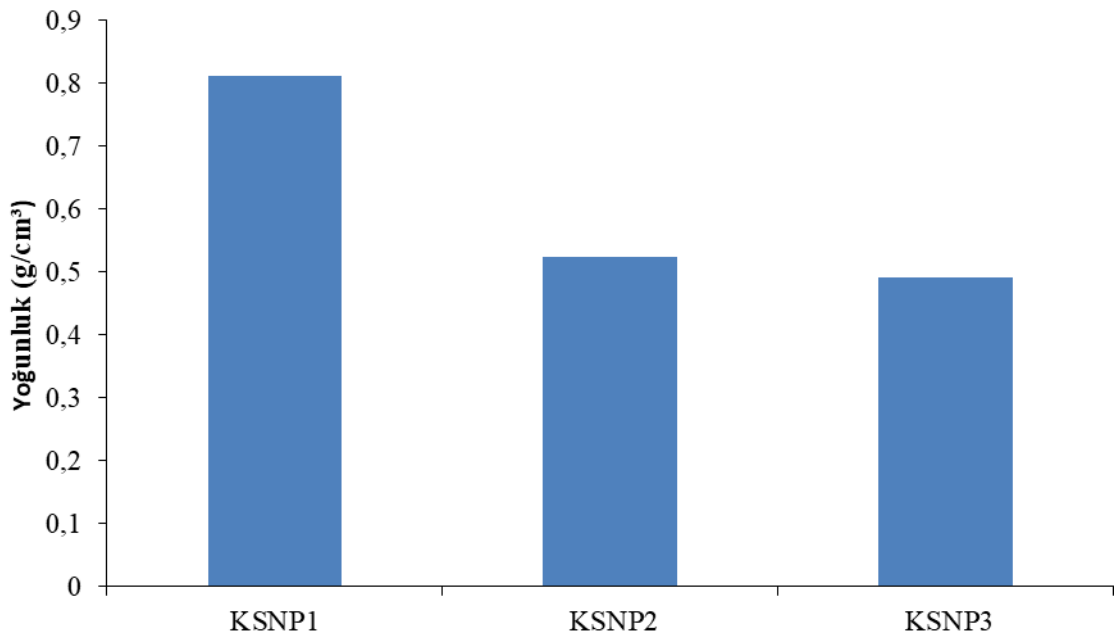
c) Yoğunluk Sonuçları

Hazırlanan KSNP1, KSNP2,KSNP3 biyokompozit film numuneler için 1×1 cm² alanda kesilerek yoğunluk hesaplandı. Numunelerin kütle değerleri 10 defa ölçülüp ortalama değerleri kullanıldı. Numunelerin yoğunluk değerleri ve

yoğunlukların standart sapma değerleri Tablo 5.9’da, tabloya ait veriler için grafik Şekil 5.27’de verilmiştir.

Tablo 5. 9: Biyokompozit malzemelerin yoğunluk değerleri

	<i>Kuru haldeki kütle değerleri (mg)</i>	<i>Hacim (cm³)</i>	<i>Yoğunluk (g/cm³)</i>	<i>Standart sapma değerleri</i>
KSNP1	5,7	0,0070	0,81	0,098083
KSNP2	5,8	0,011	0,52	0,081359
KSNP3	4,9	0,010	0,49	0,079242



Şekil 5. 27: KSNP1, KSNP2 ve KSNP3 numunelerinin yoğunluk değerleri

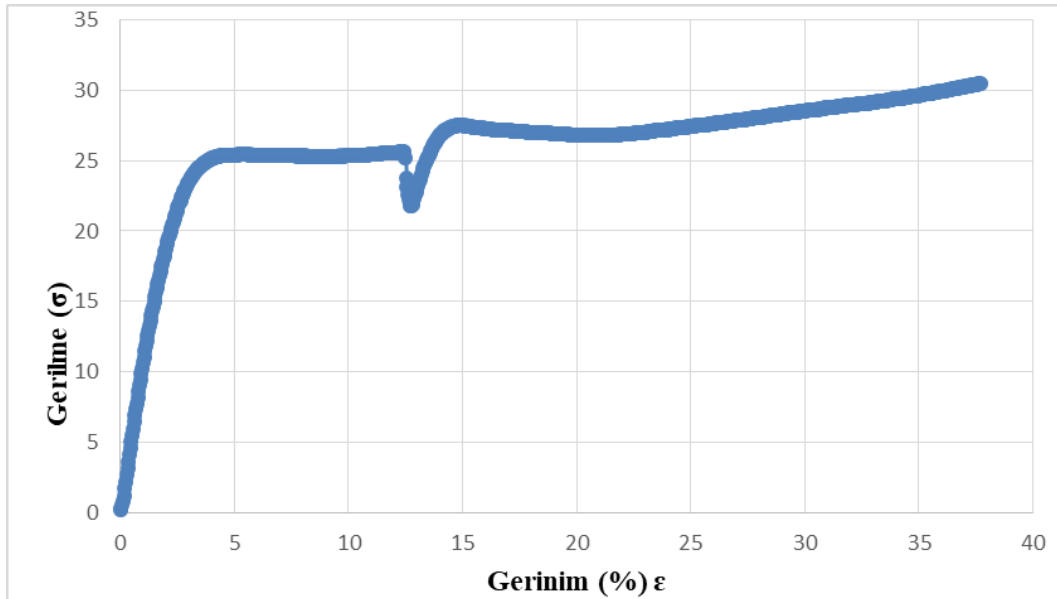
Yapılan çalışmada, test numunesi olan 45 °C’de üretilen KS2 biyobozunur matris malzemenin yoğunluğu 1.4 g/cm³ olarak bulunduğu Tablo 5.3’de belirtilmiştir. KS2 biyobozunur matris malzemeye % 1 gümüş nanopartikül ilave edildiğinde KSNP1 numunesinin yoğunluğu 0.81 g/cm³, % 2.5 nanogümüş ilave edildiğinde KSNP2 numunesinin yoğunluğu 0.52 g/cm³, % 5 nanogümüş ilave edildiğinde 0.49 g/cm³ olarak hesaplanmıştır. Bu değerlerden elde edilen sonuca göre

kitosan biyobozunur matris malzemeye ilave edilen nanogümüş miktarı arttıkça yoğunluk değerinin azaldığı tespit edilmiştir.

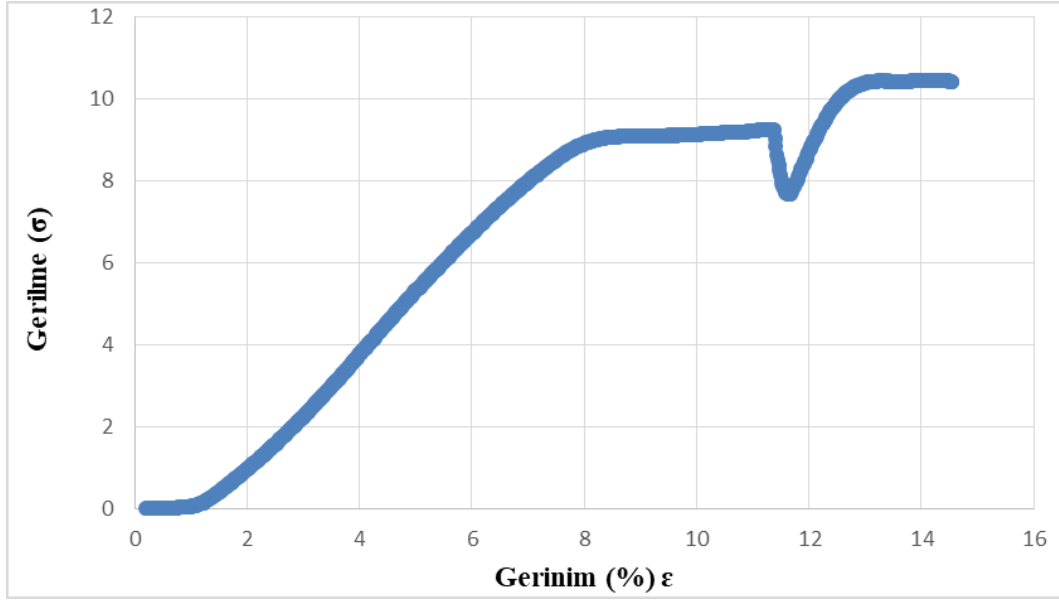
d) Çekme Deneyi Sonuçları

Pamukkale Üniversitesi Mühendislik Fakültesi Tekstil Mühendisliği laboratuvarında bulunan Tinius Olsen h10kt marka çekme deney cihazıyla KSNP1, KSNP2, KSNP3 numunelerinin çekme mukavemeti ve kopma uzaması tespit edilmiştir. Film numuneleri 10 mm×85 mm parçalar halinde kesilerek 5mm/dk çekme hızında deneyler gerçekleştirilmiştir. Şekil 5.28, Şekil 5.29, Şekil 5.30’da elde edilen sonuçlara göre numunelerin σ - ϵ grafikleri çizilmiştir.

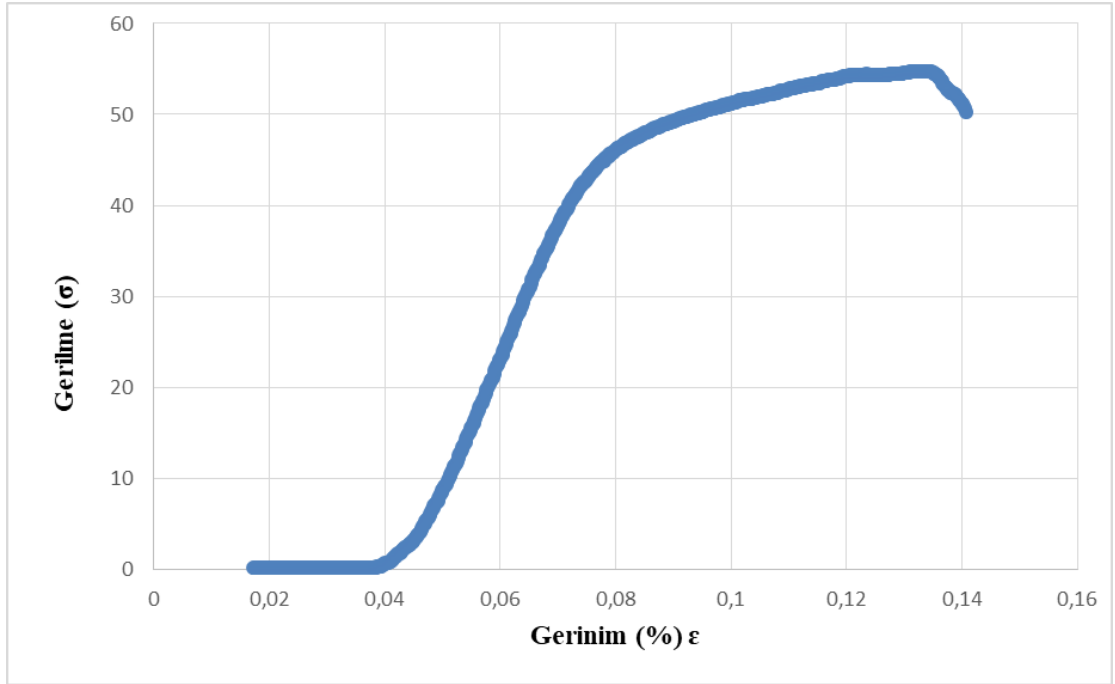
Biyokompozit film malzemelerin mekanik özellikleri, polimerler zincirlerde molekülleri arasındaki ve moleküller içi etkileşimlerinin dağılımı, yoğunluğu ile yakından ilgilidir (Kasai ve diğ. 2018). Hazırlanan kompozit filmlere ilave edilen R-AgNP’lerin, KSNP3 numunesinin mekanik özelliklerini iyileştirdiği tespit edilmiştir. Numunelere R-AgNP ilavesi sonucunda elde edilen KSNP3 numunesi incelendiğinde çekme mukavemeti ve yüzde uzamasının arttığı belirlenmiştir.



Şekil 5. 28: KSNP1 numunesinin σ - ϵ grafiği



Şekil 5. 29: KSNP2 numunesinin σ - ϵ grafiği

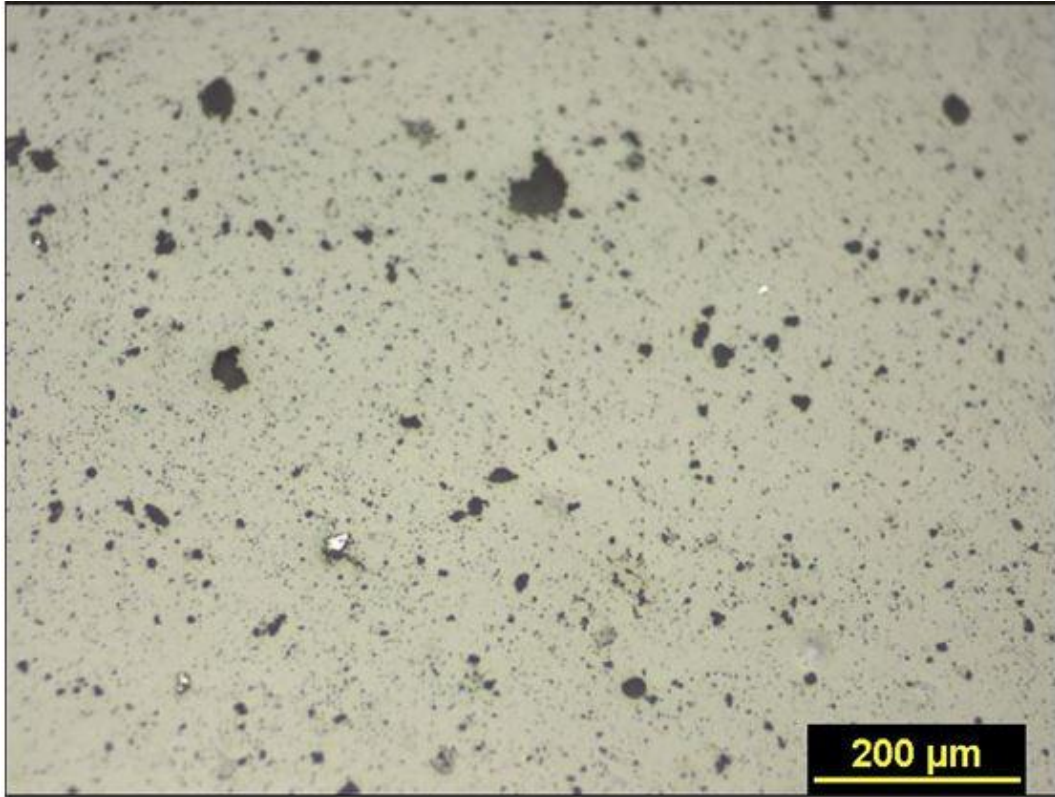


Şekil 5. 30: KSNP3 numunesinin σ - ϵ grafiği

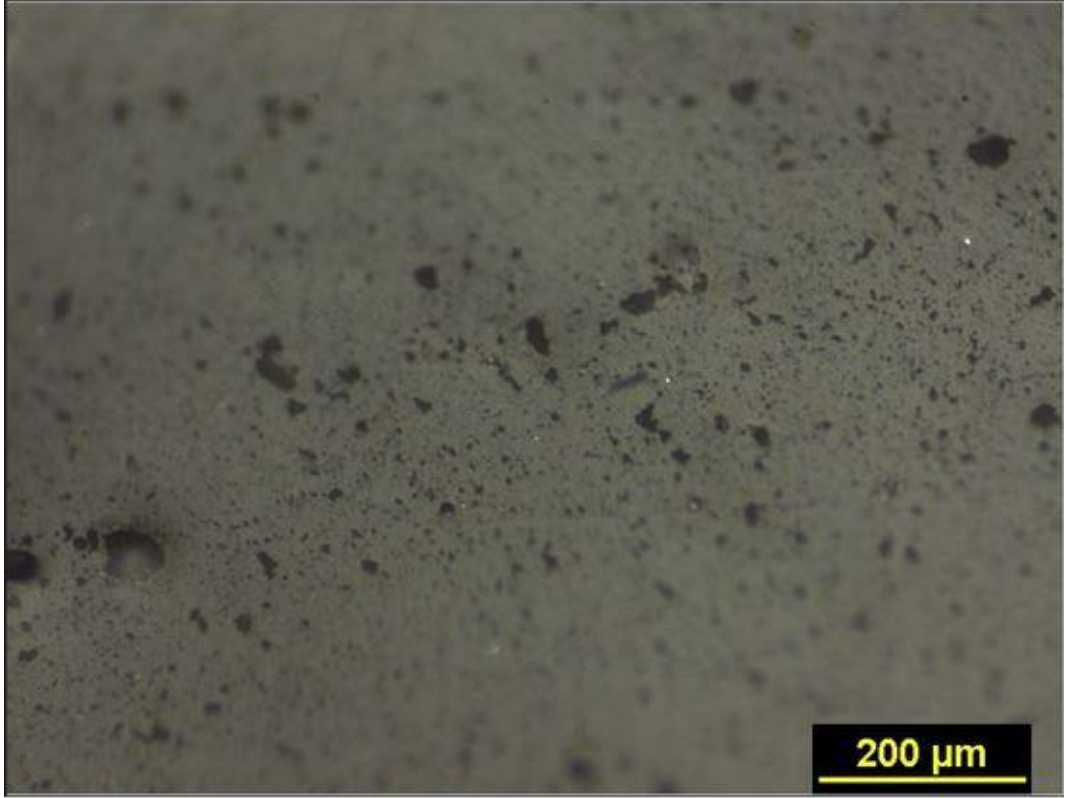
e) Optik Mikroskop Görüntüleri Ve Analizleri

Pamukkale Üniversitesi Teknoloji Fakültesi Malzeme Mühendisliği Laboratuvarında bulunan Nikon Eclipse LV150NL marka cihazla KSNP1, KSNP2, KSNP3 numunelerinin optik mikroskopta çekilmiş görüntüleri Şekil 5.31, Şekil 5.32, Şekil 5.33'de verilmiştir. Kompozit malzemelerin optik mikroskop görüntüleri incelendiğinde, yüzeylerin genel görüntüsünün heterojen ve birbirlerinden farklı olduğu görülmektedir.

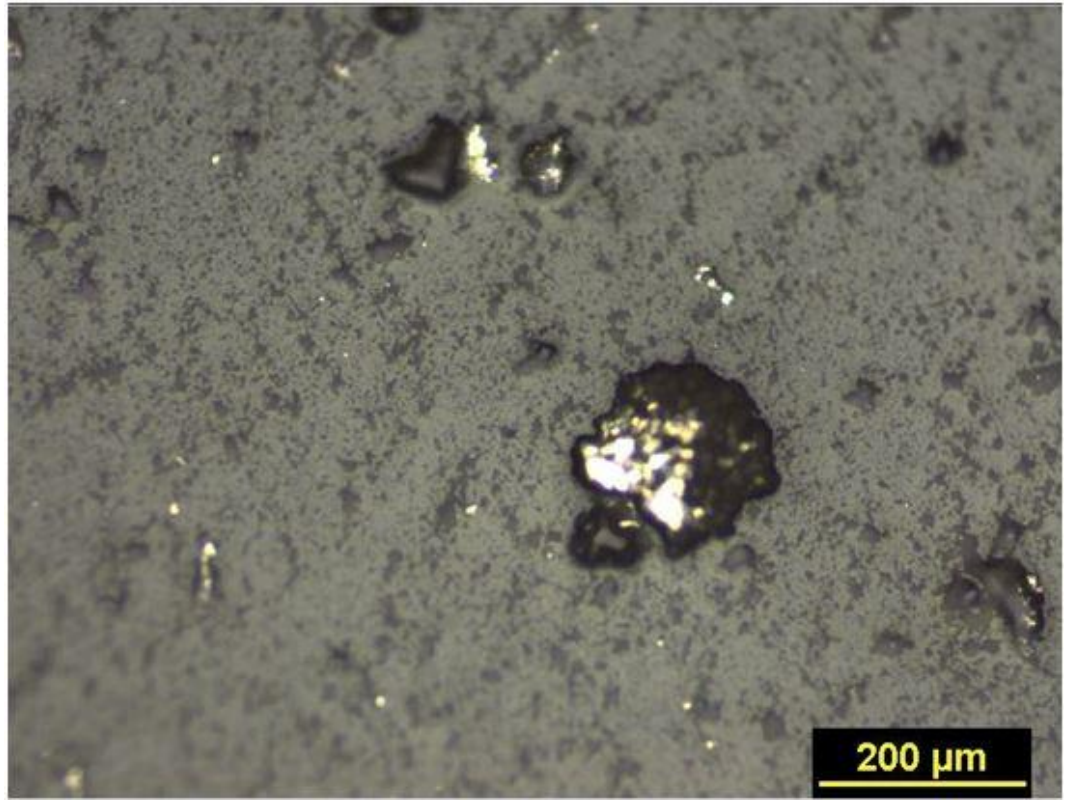
KSNP1 numunesinin diğer numunelere göre daha homojen bir görüntüye sahip olduğu ve içindeki gümüş partiküllerin az da olsa varlığı görülmektedir. KSNP2 ve KSNP3 kompozit filmlerin yüzeylerinde konsantrasyonun yüksek olduğu, dağılımın homojen olmadığı, gümüş partiküllerin topaklanma gösterdiği, özellikle KSNP3 numunesinde gümüş partiküllerin ve hava kabarcıklarının daha belirgin olduğu görülmektedir.



Şekil 5. 31: KSNP1 optik mikroskop görüntüsü



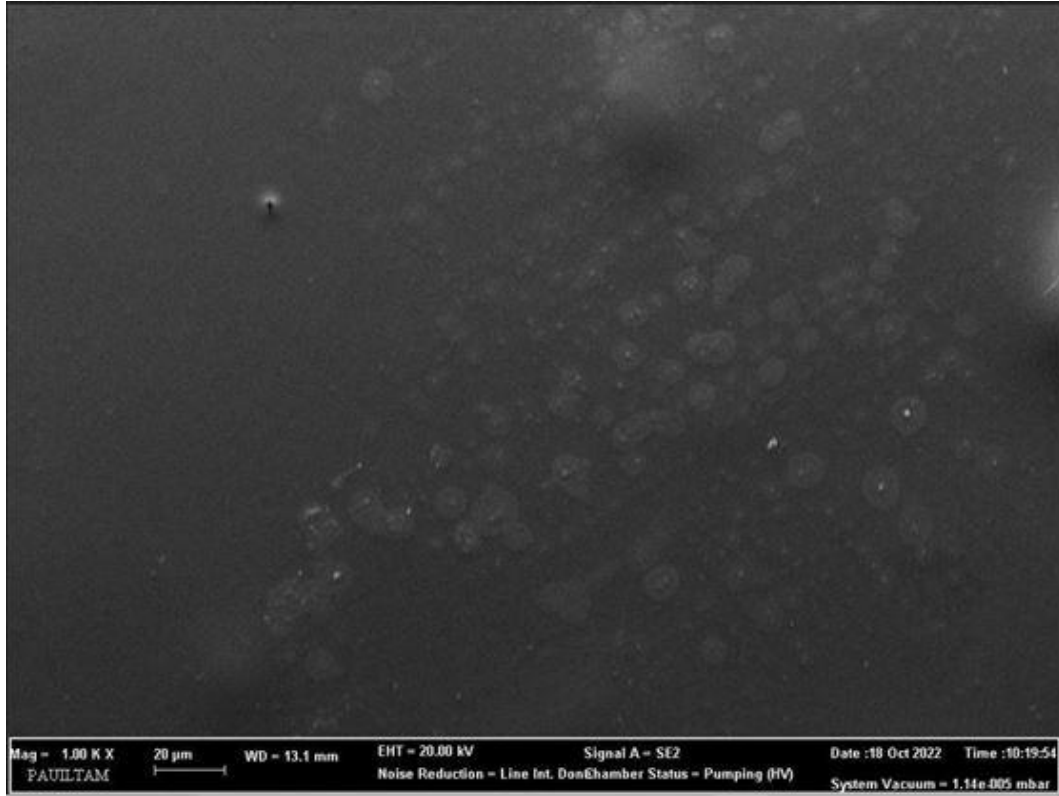
Şekil 5. 32: KSNP2 optik mikroskop görüntüsü



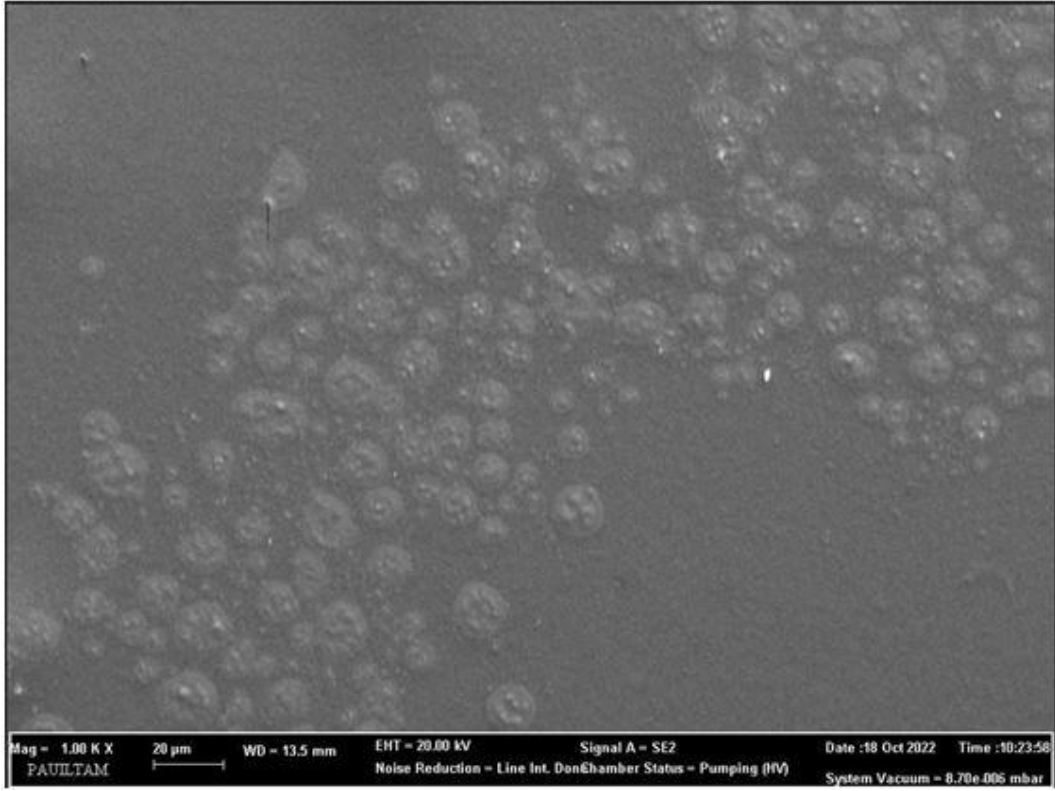
Şekil 5. 33: KSNP3 optik mikroskop görüntüsü

f) SEM Görüntüleri ve Analizleri

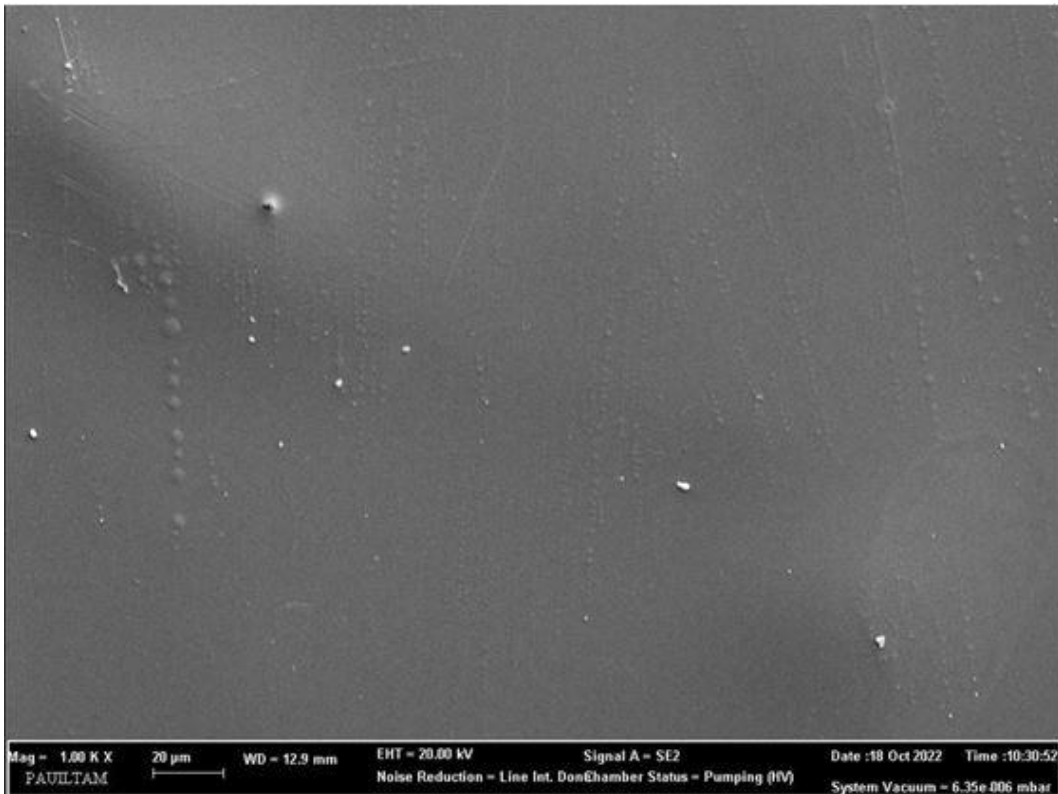
Pamukkale Üniversitesi İleri Araştırma Merkezi'nde (İLTAM) Germany Zeis Supra V40 marka cihazla KSNP1, KSNP2 ve KSNP3 numunelerinin SEM görüntüleri çekilmiştir. Numunelere ait SEM görüntüleri sırasıyla Şekil 5.34, Şekil 5.35 ve Şekil 5.36'da verilmiştir.



Şekil 5. 34: KSNP1 biyokompozit numunesinin (1000×) büyütmedeki SEM görüntüsü



Şekil 5. 35: KSNP2 biyokompozit numunesinin (1000×) büyütmedeki SEM görüntüsü



Şekil 5. 36: KSNP3 biyokompozit numunesinin (1000×) büyütmedeki SEM görüntüsü

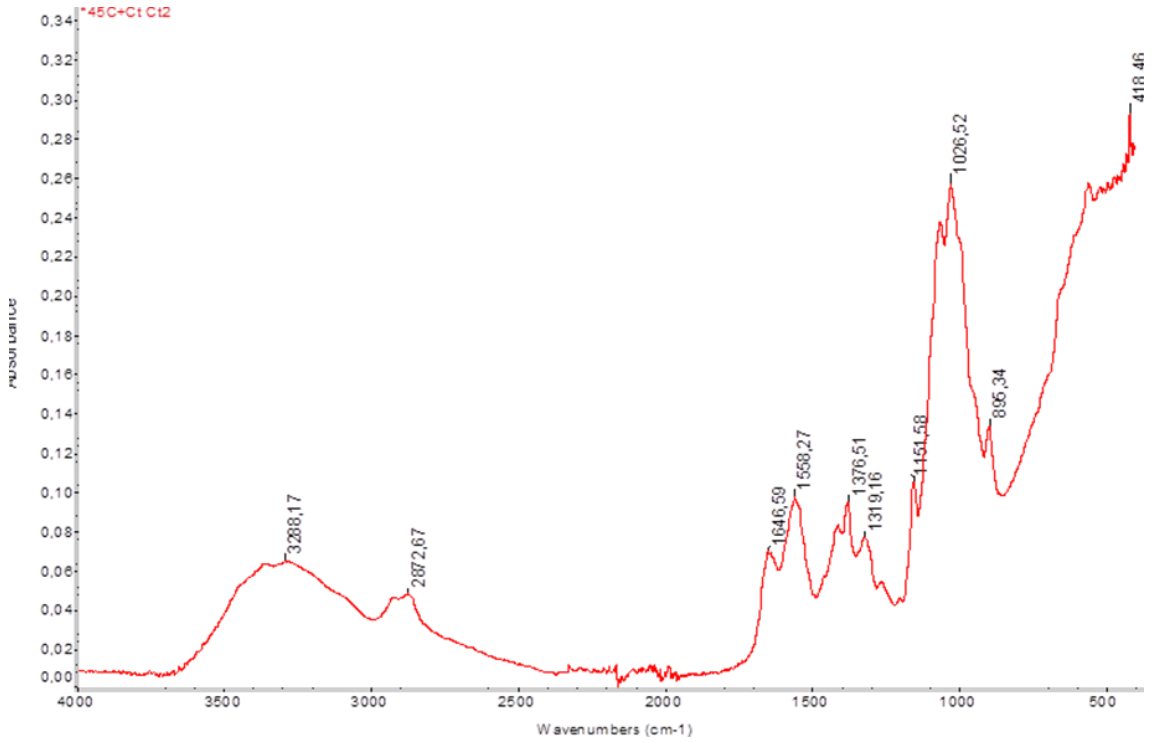
Yapılan çalışmada KS2 numunesine ait SEM görüntüleri Şekil 5.12’de gösterilmiştir. KS2 numunesinde yüzey pürüzsüz olup, hava kabarcıkları gözlemlenmemiştir. Nanogümüş ilaveli KSNP1 ve KSNP2 numunelerinin yüzeyinde hava kabarcıkları gözlenmiştir. KSNP3 numunesinde yüzey pürüzlülüğünün azaldığı gözlenmiştir. Nanogümüş ilave edilerek hazırlanan biyokompozit filmlerde bütünlüğün korunduğu pürüzsüz yüzeyler elde edilmiştir. Alan taraması yapılarak çekilen SEM görüntülerinde filmlerde herhangi bir yanma gözlenmemiştir.

g) FT-IR Test Sonuçları

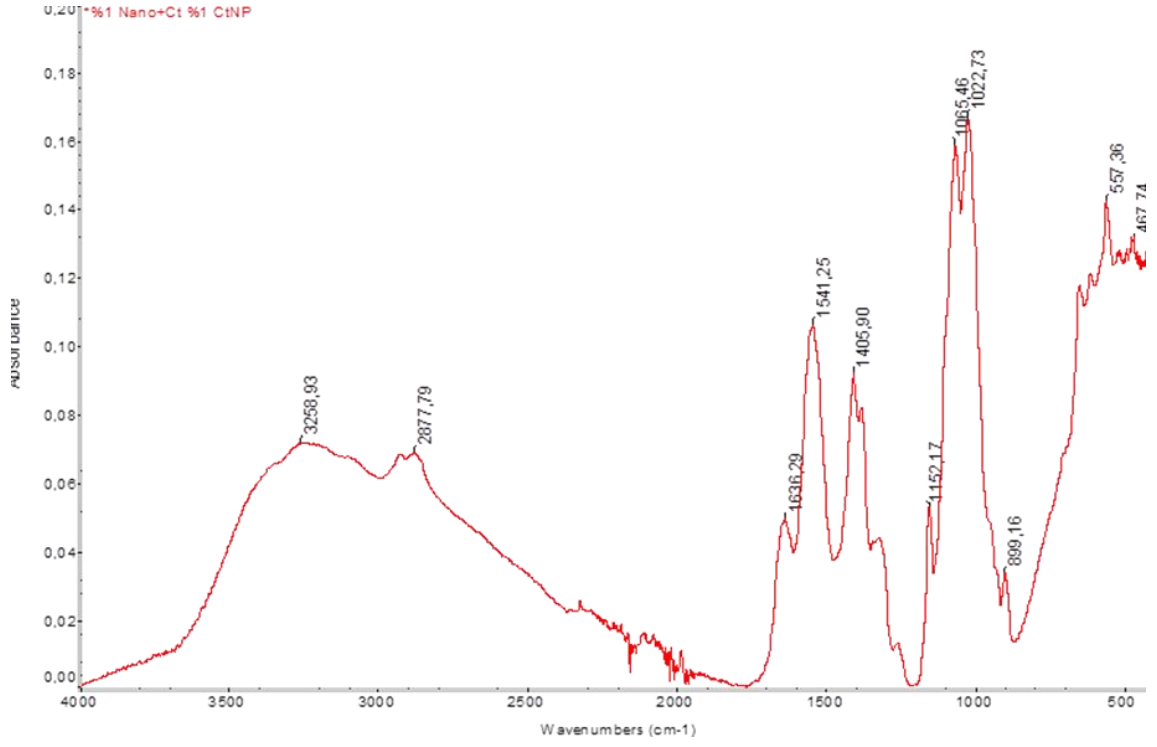
Pamukkale Üniversitesi İLTAM Spektroskopi Laboratuvarında FT-IR ATR yöntemi kullanılarak KS2, KSNP1, KSNP2, KSNP3 numunelerine ait 500-4000 cm^{-1} frekans aralığında alınan sonuçlar sırasıyla Şekil 5.37, Şekil 5.38, Şekil 5.39, Şekil 5.40’da verilmiştir. FT-IR spektroskopisinde elde edilen sonuçlarda KS2 numunesinde pik değerleri 3288 cm^{-1} , 2872 cm^{-1} , 1558 cm^{-1} bantlar oluşturmuştur. Krisnaveni ve Ragunathan (2015) tarafından yapılan çalışmada ticari kitosan ile elde edilen FT-IR sonuçlarında 3429 cm^{-1} , 2878 cm^{-1} , 1417 cm^{-1} bant değerleri okunmuştur (Krisnaveni ve Ragunathan 2015). Elde edilen sonuçlar literatüre uygun olduğu görülmektedir. Değerlerdeki farkların kullanılan ticari kitosan içeriklerinin farklı olmasından kaynaklandığı düşünülmektedir.

Ghosh ve Katiyar (2022) tarafından kitosan ile yapılan çalışmada katkısız kitosanın pik değerleri 1550 ve 1640 cm^{-1} ’deki FT-IR pikleri sırasıyla verilmiştir. Birincil amidlerde bulunan $-\text{NH}$ bükülme titreşimine ve $-\text{C}=\text{O}$ ’ nun gerilme titreşiminden kaynaklandığı ifade edilmiştir. Kitosandaki 3352 cm^{-1} zirvesi $-\text{NH}_2$ ve $-\text{OH}$ gerilmesine, 2921 ve 2877 cm^{-1} sırayla $-\text{CH}$ ve asimetric $-\text{CH}$ zirvesi, 1423 ve 1377 cm^{-1} $-\text{NH}$ amid bağlarındaki gerilme ve amid (III) bandının NH gerilmesinden kaynaklı olduğu ifade edilmiştir. 1028 ile 1067 cm^{-1} pik değerlerinin eksi sonsuzdaki IR bantlarından kaynaklandığı ifade edilmiştir. Aynı çalışmada nanokatlı kitosan için analiz sonucunda 1640 ve 1550 cm^{-1} ‘den 1648 ve 1553’e kayma kitosandaki katyonik grup ile katkı malzemesinin etkileşiminden kaynaklı olduğu ifade edilmiştir. 3352 cm^{-1} tepe noktaları artmış hidrojen bağları nedeniyle nanokitosan oluşumu için kaymış ve keskinleşmiştir (Ghosh ve Katiyar 2022).

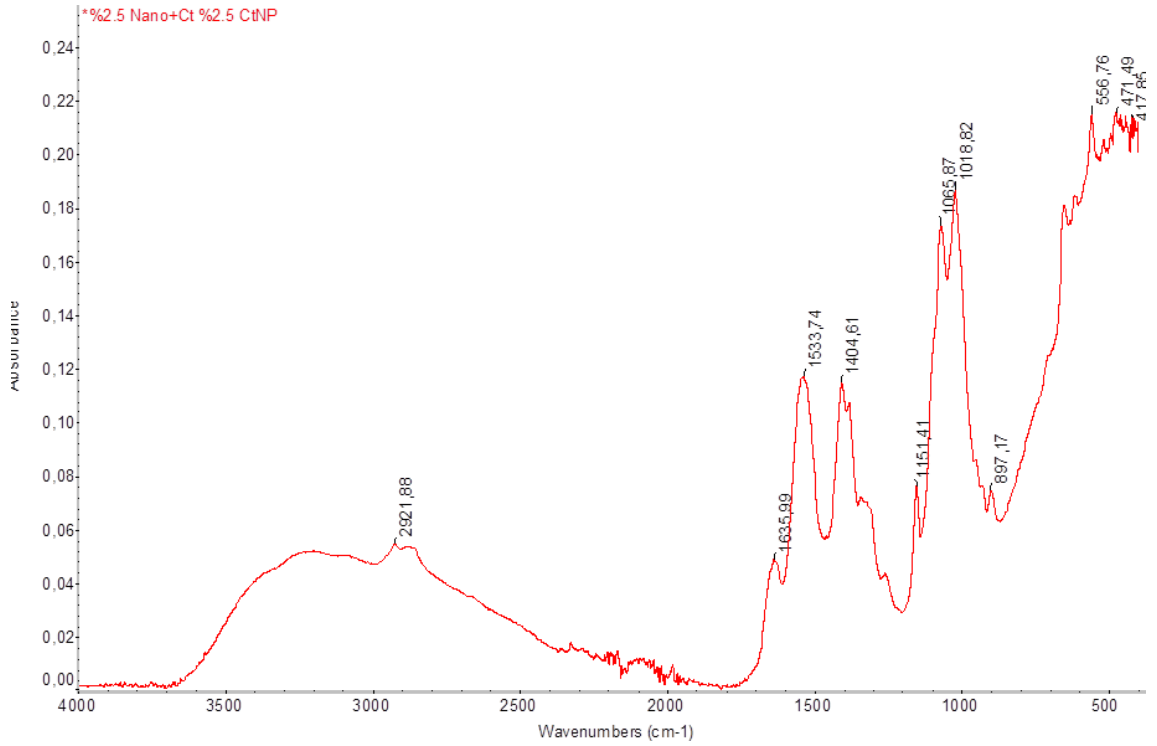
Mondéjar-López ve diğ. (2022) tarafından kitosan ve kitosana bitki özlerinden elde edilen AgNP ile yapılan çalışmada, FT-IR analizleri yapılmıştır. Kitosanda -OH ve -NH bağları gerilerek 3750 cm^{-1} ve 3200 cm^{-1} arasında bant aralığının genişlediği ve AgNP katkılı kitosanda -CH bağının gerilmesi kaynaklı 2916 cm^{-1} ve 3009 cm^{-1} karakteristik pikleri olduğu ifade edilmiştir. 1739 cm^{-1} piki amidin karbonil -CO esnemesinden kaynaklı bir pik olduğu bu kanıtlardan dolayı AgNP'lerin kitosan ile kaplandığı bildirilmiştir. AgNP analizlerinde 3503 cm^{-1} ve 2975 cm^{-1} arasında geniş bir pik gözlenmiş olup 1637 cm^{-1} de zirve piki -C-N ve -C-C varlığını ortaya çıkardığı ifade edilmiştir. Kitosan kaplamada AgNP-KS durumunda nanopartiküllerin tepe noktalarının görünmesini engellediği ifade edilmiştir (Mondéjar-López ve diğ. 2022). Bu bilgilerden yararlanılarak sonuçlar incelendiğinde literatüre uygun olduğu görülmektedir.



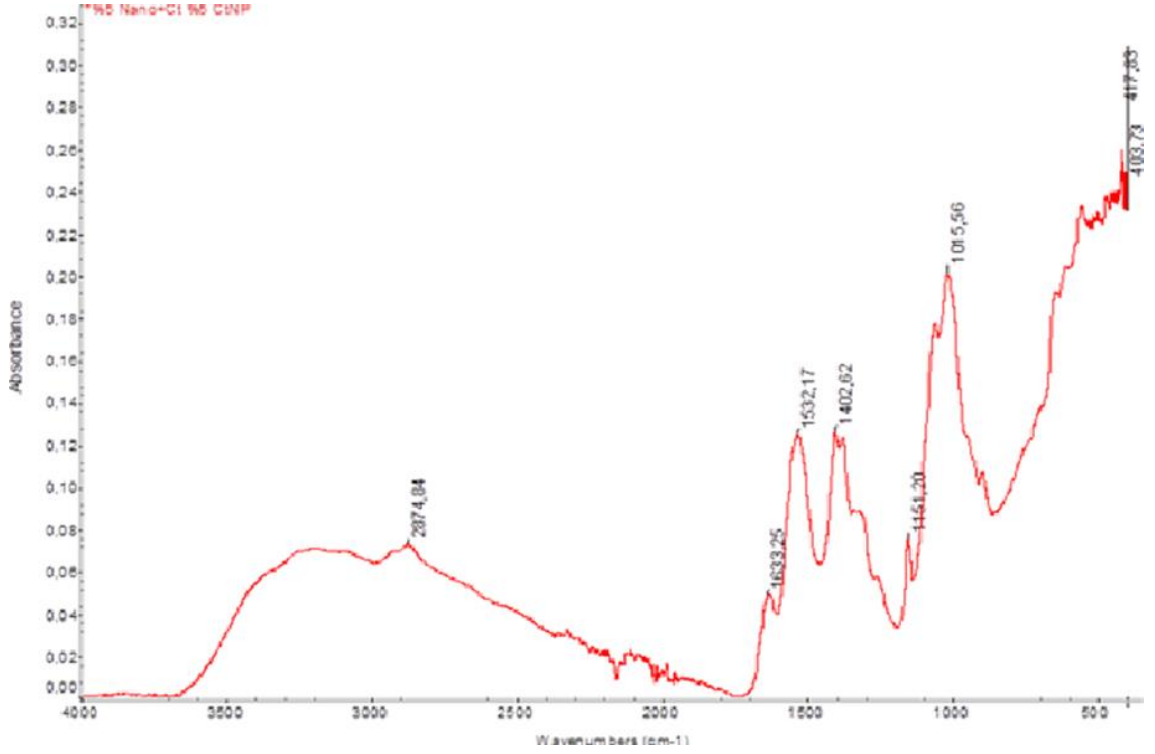
Şekil 5. 37: KS2 numunesine ait FT-IR sonuçları



Şekil 5. 38: KSNP1 numunesine ait FT-IR sonuçları



Şekil 5. 39: KSNP2 numunesine ait FT-IR sonuçları



Şekil 5. 40: KSNP3 numunesinin FT-IR sonuçları

h) Şişme Deneyi Sonuçları

Pamukkale Üniversitesi Teknoloji Fakültesi Biyomedikal Labratuvarında gerçekleştirilen deneyde KSNP1, KSNP2, KSNP3 numunelerinin $1 \times 1 \text{ cm}^2$ ölçülerindeki numunelerin saf su içinde 2, 4, 6, 8, 24 saat (h) sonunda filtre kâğıdında suyu alındıktan sonra ölçülen kütle değerleri (mg) ve yüzde (%) kütle artış değerleri Tablo 5.10, Tablo 5.11 verilmiştir.

KSNP2 malzemesinin suda iki parçaya ayrıldığı gözlemlenmiştir. Bu nedenle tek parça çıkartılamamıştır. KSNP2 malzemesi tüm deney boyunca parçaları birleştirilerek tartılmıştır. 24 saat sonunda KSNP1, KSNP2 malzemeleri parçalanmış şekilde sudan çıkartılarak ölçümleri yapılmıştır. KSNP3 numunesi 24 saat sonunda sudan tek parça halinde çıkmıştır ve rengi diğerlerine göre daha koyu renk almış ancak kurutma kâğıdının üzerinde iki parçaya ayrıldığı gözlemlenmiştir. Elde edilen değerler ile çizilen suda kütle artış grafiği (%) Şekil 5.41'de verilmiştir.

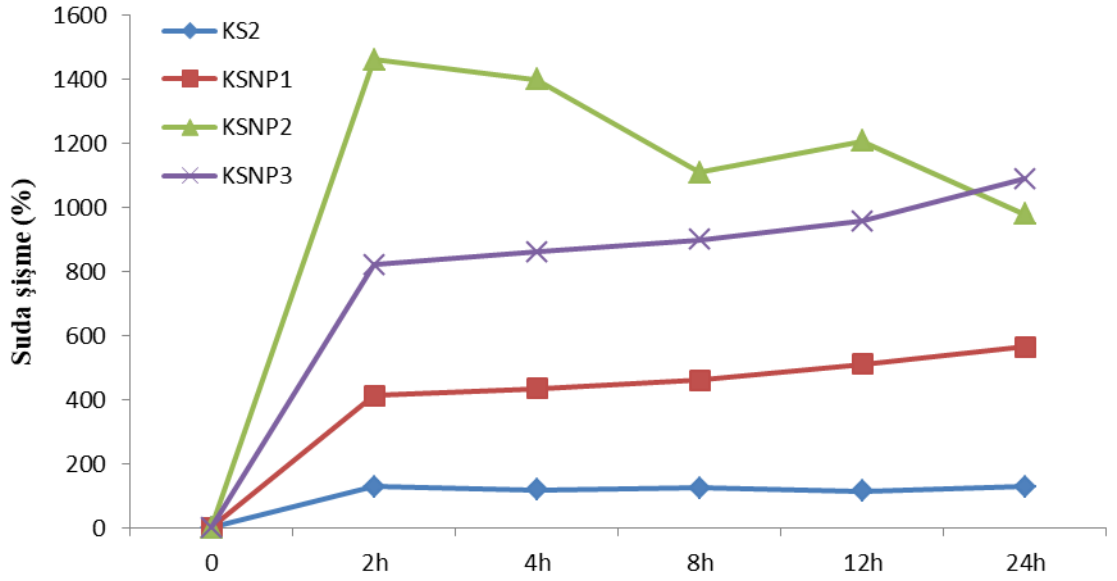
Ölçümlerin sağlıklı olmadığı düşünülerek deney tekrarlanmıştır. Deneyin tekrarlanma aşamasındaki numunelerin görüntüleri Şekil 5.42’de verilmiştir. Sudan çıktıktan sonra KSNP1 numunesi kontak lens görünümünü alıp ebat olarak diğerlerine göre daha küçük gözlemlenmiştir. KSNP2 sudan alındıktan sonra boyutunun iki kat kadar büyüdüğü gözlemlenmiştir ve en fazla şekli büyüyen malzemedir. KSNP3 numunesi sudan çıkarıldığında renk olarak grimsi bir renkte ve iki parçaya ayrılacak kıvamda olduğu gözlenmiştir. Numuneler kurutma kâğıdında kurutulduktan sonra hassas terazide kütleleri ölçülmüştür. Suda şiştikten sonra kütle değerlerinin ölçüm sonuçları Tablo 5.12 ve suda kütle artış değerleri (%) Tablo5.13’de verilmiştir. Ölçümler sonucunda elde edilen değerler Şekil 5.43, Şekil 5.44, Şekil 5.45, Şekil 5.46, Şekil 5.47’de görülmektedir.

Tablo 5. 10: Birinci deney için suda şişme deneyi sonuçları (mg)

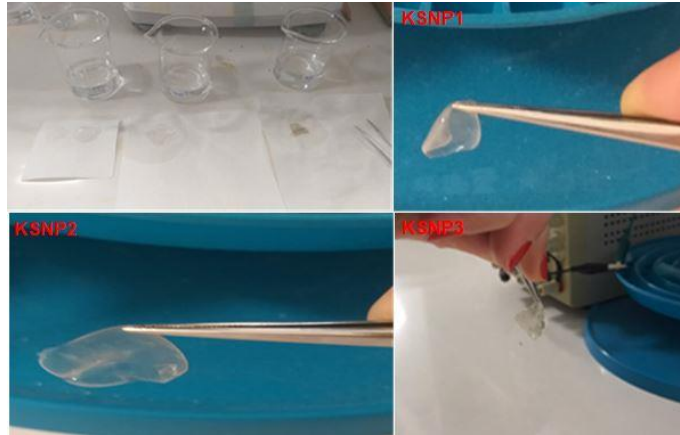
	<i>2 h (mg)</i>	<i>4 h (mg)</i>	<i>6 h (mg)</i>	<i>8 h (mg)</i>	<i>24 h (mg)</i>
KSNP1	24,5 ± 3,53	22,6 ± 1,97	23,0 ± 3,11	22,0 ± 3,67	19,8 ± 4,03
KSNP2	90,6 ± 5,09	87,0 ± 7,07	82,0 ± 8,48	75,8 ± 4,10	62,6 ± 5,37
KSNP3	45,1 ± 2,68	47,1 ± 3,25	49,0 ± 3,96	51,8 ± 2,82	58,3 ± 2,54

Tablo 5. 11: Birinci deneyde suda % kütle artış değerleri

	<i>2 h (%)</i>	<i>4 h (%)</i>	<i>8 h (%)</i>	<i>12 h (%)</i>	<i>24 h (%)</i>
KSNP1	412,2	435,08	461,40	510,52	564,91
KSNP2	1462,06	1400	1110,34	1206,89	979,31
KSNP3	820,40	861,22	900	957,14	1089,79



Şekil 5. 41: Numunelerin birinci deneyde suda kütle artış (%) sonuçları



Şekil 5. 42: Numunelerin sudan çıkarıldıktan sonraki görüntüsü

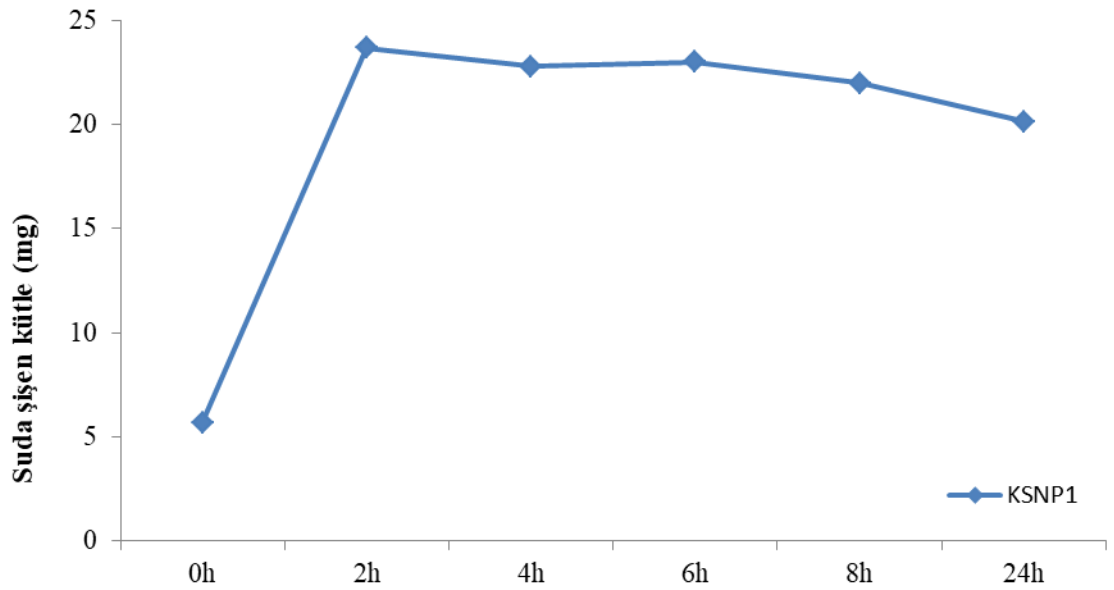
Tablo 5. 12: Su içinde şişme 2. tekrar deneyi kütle verileri (mg)

Malzemeler	2 h	4 h	6 h	8 h	24 h
KSNP1	23,7 ± 2,26	22,8 ± 3,11	23,0 ± 3,39	22,0 ± 3,11	20,2 ± 2,33
KSNP2	46,3 ± 2,68	51,2 ± 2,82	49,6 ± 2,82	51,2 ± 2,54	52,4 ± 3,67
KSNP3	35,5 ± 2,40	45,2 ± 2,75	41,0 ± 2,82	39,0 ± 3,67	38,0 ± 3,67

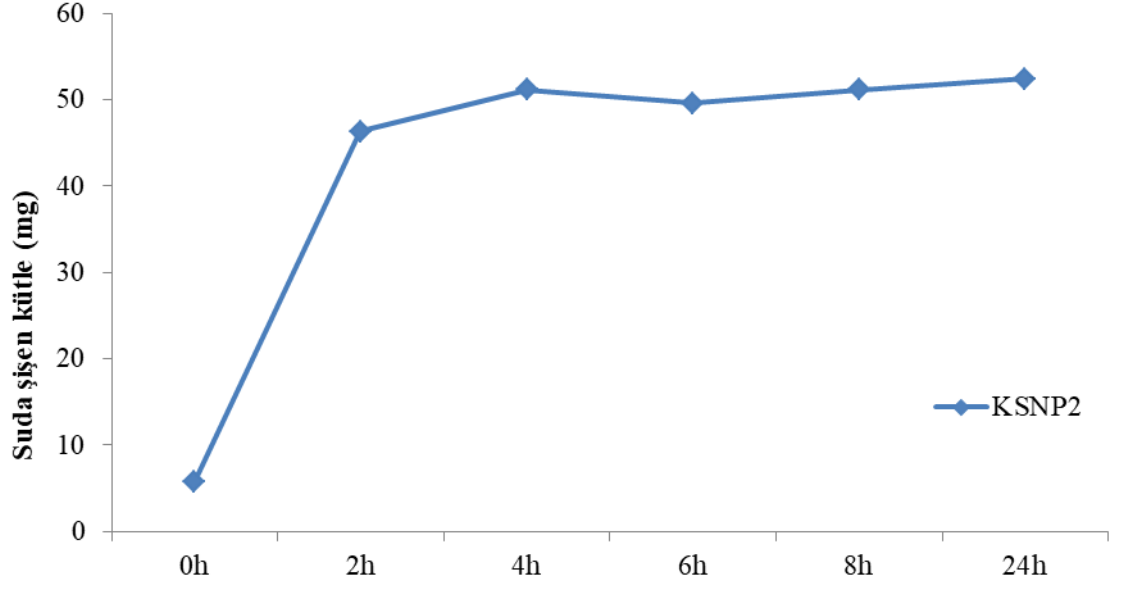
Sonuç olarak kitosanda çapraz bağlanma gerçekleşmediği için malzemenin suya dayanıklılığı yüksek değildir. Çapraz bağlanma, polimerlerin ağ formunda yapı oluşturması ile su gibi çözümlere karşı daha dayanıklı bir malzeme olmasını sağlar. Bunu sağlamak için deneyin bir sonraki aşamasında gerekli denemeler gerçekleştirilmiştir.

Tablo 5. 13: Su içinde şişme 2. tekrar deneyi suda % kütle artış değer verileri

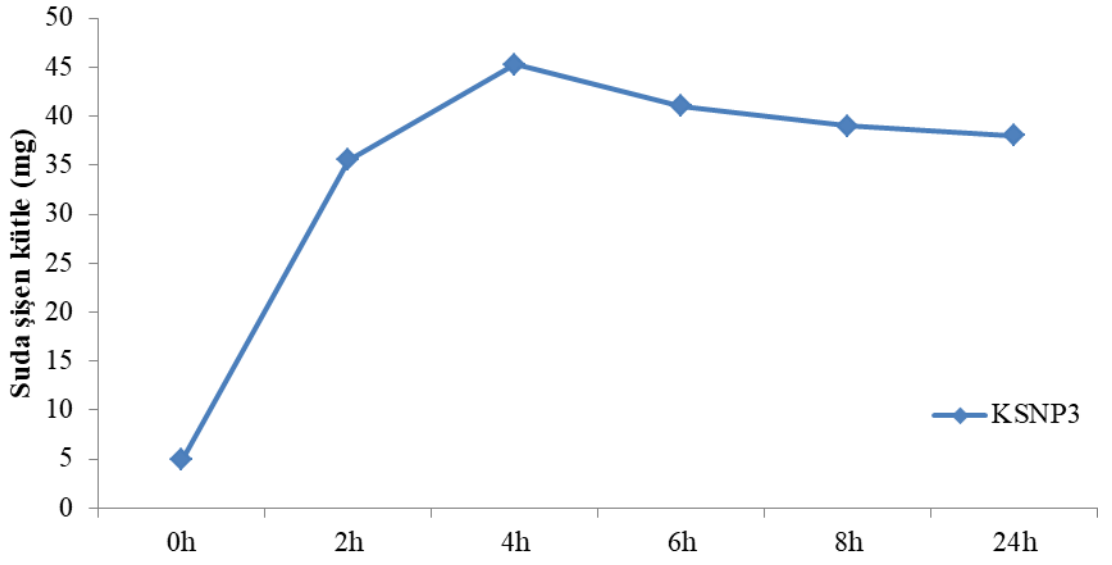
<i>Malzemeler</i>	<i>2 h (%)</i>	<i>4 h (%)</i>	<i>6 h (%)</i>	<i>8 h (%)</i>	<i>24 h (%)</i>
KSNP1	315,78	300	303,50	285,96	253,50
KSNP2	698,27	782,75	755,17	782,75	803,44
KSNP3	624,48	762,24	736,73	695,91	675,51



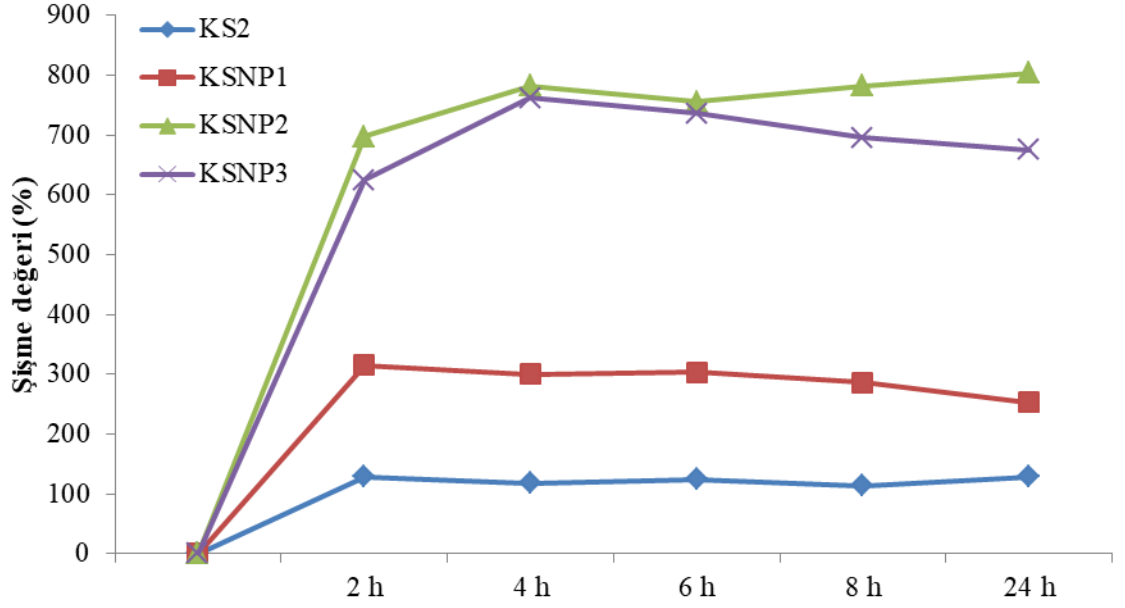
Şekil 5. 43: KSNP1 numunesi su içindeki kütle artış değerleri



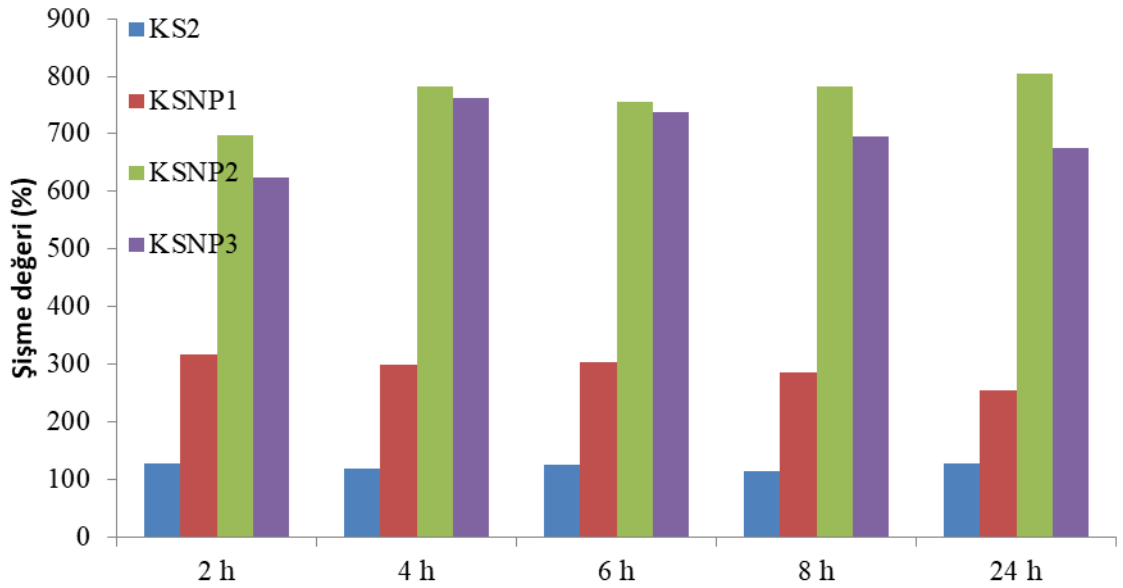
Şekil 5. 44: KSNP2 numunesi su içindeki kütle artış değerleri



Şekil 5. 45: KSNP3 numunesi su içindeki kütle artış değerleri



Şekil 5.46: Biyanokompozitlerin su içinde % kütle artış değerleri karşılaştırılması



Şekil 5. 47: Numunelerin 2. tekrar deneyi sonrasında kütle şişme (%) değerleri karşılaştırılması

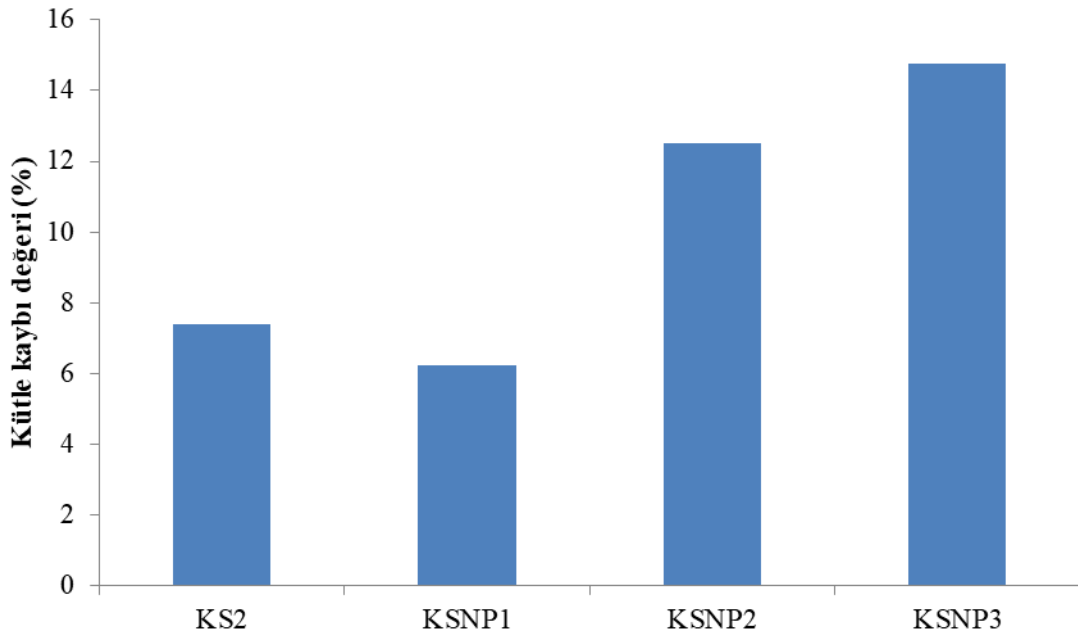
i) Nem Deneyi Sonuçları

Pamukkale Üniversitesi Teknoloji Fakültesi Biyomedikal Kimya Labratuarında hazırlanan KSNP1, KSNP2, KSNP3 numuneleri $1 \times 1 \text{ cm}^2$ boyutunda kesilerek hazırlanmıştır. Hazırlanan etüvde $105 \text{ }^\circ\text{C}$ sıcaklıkta 2 saat kurutma

sonrasında oluşan kütle kaybı hesaplanarak belirlenmiştir. Deney süresince elde edilen değerler Tablo 5.13’de ve Şekil 5.48’de verilmiştir.

Tablo 5. 14: Numunelerin Kurutma süresince elde edilen kaybedilen kütleinin (%) kaybı değerleri

<i>Malzemeler</i>	<i>Etüv öncesi kütle ölçümü (mg)</i>	<i>Etüv’de 105°c’de 2 saat sonrası kütle ölçümü (mg)</i>	<i>Kütle kaybı % değerleri</i>
KSNP1	4,8	4,5	6,25
KSNP2	4,8	4,2	12,5
KSNP3	6,1	5,2	14,75



Şekil 5. 48: Nem deneyi sonuçları (%)

5.4 Antibakteriyal Test Sonuçları:

Yapılan çalışmada KS1, KS2, KS-ALJ, ALJ numunelerinin *E.coli*, *P. aeruginos*, *B. subtilis*, *S. aureus* bakterilerine karşı disk difüzyon metoduna göre elde edilen antibakteriyal test sonuçları inhibisyon zon çapı (mm) değerleri tespit edilmiştir (Tablo 5.15). Bakteri kültürleri disk şeklinde kesilen 5 mm çapındaki film örneklerine, besiyerleri üzerine yerleştirilerek 37 °C sıcaklıkta 24 saat inkübe

edilerek hazırlanmış ve işlem sonunda zonları ölçülerek değerlendirilmiştir (Rhim ve diğ. 2006).

Tablo 5. 15: Antibakteriyal test sonuçları (zon ölçümleri (mm) 5 ve üstü etkin kabul edilir

	<i>E. coli</i>	<i>P.aerugino</i>	<i>B. subtilis</i>	<i>S. aureus</i>
KS1	2	3	2	2
KS2	3	4	3	3
KS-ALJ	4	4	5	3
ALJ	1	1	2	2

Çalışmada kontrol grubu olarak kullanılan Tablo 5.15’de gösterilen numunelerden KS-ALJ numunesinin *B. subtilis* bakterisine karşı antibakteriyal olduğu, ancak KS1, KS2 ve ALJ numunelerinin antibakteriyal etkinlik göstermediği anlaşılmaktadır.

Kitosanın aljinatla yaptığı çapraz bağlanmada elde edilen KS-ALJ numunesinin *B. subtilis* bakterisine karşı antibakteriyal olduğu görülmektedir. Fakat katkısız halde elde edilen KS1, KS2 ve ALJ numuneleri antibakteriyal etki göstermediği test sonuçlarında görülmektedir. Kitosan ya da kitosan katkılı bileşiklerden elde edilen kompozitlerin bazı bilimsel çalışmalarda antibakteriyal etki gösterdiği bildirilmiştir. Fakat bu etki Sekiguchi ve diğ. (1994) tarafından yapılan çalışmada, kitosanın antibakteriyal etkisinin henüz netleşmediği, kitosanın antibakteriyal etkisinin molekül ağırlığı ve deasetilasyon derecesine bağlı olarak antibakteriyal mekanizmasını etkilediği ifade edilmiştir (Sekiguchi ve diğ. 1994). Kitosanın antibakteriyal etkisinin molekül ağırlığı, asetilasyonu derecesi, sıcaklık, pH gibi faktörlerden etkilendiği belirtilmiştir (Bostan ve diğ. 2007). Kitosanın morfolojisi ve parçacık büyüklüğünün antibakteriyal sonuçlarda farklılıklara sebep olduğu ifade edilmektedir (Takahashi ve diğ. 2008).

Sharpa ve diğ. (2012) tarafından yapılan çalışmada içerisinde gümüş nanopartikül bulunmayan kitosan ve aljinat kompozit filmlerin gram negatif- gram pozitif bakterilere karşı antibakteriyal özellik göstermediği bildirilmiştir. Aynı çalışmanın devamında kitosan ve aljinat çözeltilerine boyutları 10- 20 nm arasında değişen gümüş nanoparçacıklar ilave edildiğinde sadece aljinat kullanılarak üretilen

filmlere göre daha kararlı olduğu ve gram negatif ve gram pozitif bakterilere karşı antibakteriyal özellik gösterdiği ifade edilmiştir (Sharpa ve diğ. 2012).

Onbaşı (2018), tarafından yapılan çalışmada, kitosan-gümüş nanopartikülü (K-Ag-NP) ve kitosan-gümüş-grafen oksit (K-Ag-GO) nanokompoziti (NK) *Escherichia coli* ATCC 35218, *Staphylococcus aureus* ATCC 25923, *Streptococcus mutans* ATCC 68175, *Bacillus subtilis* ATCC 6633, *Candida albicans* ATCC 90028 suşlarına karşı yöntem olarak antimikrobiyal aktiviteleri disk difüzyon tekniği kullanılarak araştırılmıştır. Yapılan çalışma sonucunda kitosan-gümüş nanopartikülü (K-Ag-NP) ve kitosan-gümüş-grafen oksit (K-Ag-GO) nanokompoziti (NK)'in antibakteriyel etkiye sahip olduğu ve bu malzemelerin ağır metal iyonlarını adsorbe ettiği belirtilmiştir (Onbaşı 2018).

Wei ve diğ. (2009) tarafından yapılan çalışmalarda, kitosan bazlı gümüş nanopartiküllerin eldesi için, malzeme olarak kitosan ile gümüş nitrat tuzlarının indirgenmesi ile sentezleyip hem gram pozitif hem de gram negatif bakterilere karşı araştırılmıştır. Yapılan çalışma sonucunda gümüş içeren kitosan filmlerin, saf kitosan filmlere göre *Escherichia coli*'ye karşı hızlı ve uzun süreli antibakteriyel özellik gösterdiği belirlenmiştir (Wei ve diğ. 2009).

Bu çalışmada KS2 numunesine ilave edilen R-AgNP'leri ile elde edilen KSNP1, KSNP2 ve KSNP3 kompozit filmlerin *E.coli*, *P. aeruginosa*, *B. subtilis*, *S. aureus* bakterilerine karşı antibakteriyel test sonuçları zon ölçüm sonuçları Tablo 5.16' da verilmiştir. Elde edilen sonuçlara göre KSNP1, KSNP2, KSNP3 kompozit kaplama malzemelerinin antibakteriyel olduğu görülmektedir.

Tablo 5. 16: Biyonanokompozitlerin antibakteriyel test sonuçları (zon ölçümleri (mm) 5 ve üstü değerler etkin kabul edilir)

	<i>E. coli</i>	<i>P. aeruginosa</i>	<i>B. subtilis</i>	<i>S. aureus</i>
KSNP1	6	8	8	9
KSNP2	7	8	8	10
KSNP3	11	14	13	15

Buna göre hazırlanan KSNP1, KSNP2, KSNP3 numunelerinin *E.coli*, *P. aeruginosa*, *B. subtilis*, *S. aureus* bakterilerine karşı antibakteriyel olduğu anlaşılmıştır.

KS2 numunesine ilave edilen nanogümüő partiküllerinin miktarı arttıkça antibakteriyal özelliklerinin de arttığı Tablo 5.16' da görölmektedir. KS2 malzemesine % 1 ve % 2.5 nanogümüő ilave edilmesi ile elde edilen KSNP1 ve KSNP2 malzemelerinin antibakteriyal aktivite deęerleri birbirine yakın olduęu ancak % 5 nanogümüő katkısı ile elde edilen KSNP3 malzemesinin antibakteriyal aktivite deęerinin hızlı bir şekilde arttığı Tablo 5.16' da görölmektedir.

6. SONUÇ VE ÖNERİLER

Yüzey kaplamaları otomotivden tekstile, havacılıktan sağlık sektörüne, tarımdan ev ve el aletlerine kadar birçok alanda uygulama sahası bulmaktadır. Son zamanlarda gelişen teknolojiyle beraber geleneksel yüzey kaplama teknolojisi dışında, yeni kaplama malzemelerinin yeni teknolojik yöntemlerle, yüksek verimde ve performansda geliştirilmesi gerekmektedir ve dolayısıyla yeni uygulamalara ihtiyaç duyulmaktadır. Kaplama yapılacak altlık malzemenin özellikleri, uygulama amacı ve performansına göre sürekli geliştirme ve iyileştirme çalışmaları sürdürülmektedir.

Kaplanacak malzemelerin yüzey performansının artırılmasına yönelik geleneksel kaplama çalışmalarında, fazla enerji harcandığı ve kimyasal atıkların olduğu literatürde ifade edilmektedir.

İnsan sağlığına zarar veren bakteriler uygun koşullarda hızla çoğalıp üreyebilmekte, elle temas eden yüzeylerden insanlara kolaylıkla ulaşıp çevre ve insan sağlığına zarar vermektedir. Antibakteriyal kaplamalar bakteri üremesini ve varlığını engellemektedir. İnsan sağlığını tehlikeye atan virüs ve bakteri gibi mikroorganizmalardan korunma amaçlı geçerli olan en iyi yöntemlerden biri, kalıcı insan ve çevre dostu antibakteriyel yüzeylerin oluşturulmasıdır. Tez çalışmasının en önemli amacı az enerji ile çevre ve insana faydalı sürdürülebilir antibakteriyal kaplama elde edilmesidir.

Bu çalışmada kaplama filminin altlık malzemesi olarak biyoyumlu ve biyobozunur biyopolimerler olan kitosan ve aljinat kullanılmıştır. Biyobozunur anayapı altlık malzeme olarak KS1, KS2, KS-ALJ, ALJ numunleri hazırlanmıştır.

1) KS1 numunesi 25 °C’de 25 mL, KS2 numunesi 45 °C’de 25 mL alınarak hazırlanmıştır. Kütle değerleri sırasıyla 3 mg ve 2,8 mg olarak ölçülmüştür. KS2 numunesinin üretim sıcaklığının yüksek olması nedeniyle kütlede azalma olduğu düşünülmektedir. KS-ALJ numunesi ise 50 mL çözelti içerisine 500 mg aljinat ilavesi yapılarak özdeş petri kaplarına dökülmüştür. Ölçülen değerler arasındaki KS-

ALJ numunesinin 8,5 mg ölçülmesinin sebebi, KS-ALJ numunesinin çözelti miktarının 50 mL olması ve ilave edilen 500 mg aljinat ile açıklanabilir.

2) KS-ALJ numunesinin kalınlık değerinin diğer numunelerden fazla ölçülmesinin nedeni, 50 mL çözelti içine ilave edilen 500 mg aljinat ile açıklanabilir. ALJ numunesi 25 mL sulu çözeltiyle hazırlanmıştır. ALJ numunesinin diğer hazırlanan numunelerden ince ölçülmesinin sebebi kurutma ortamında, suyun buharlaşması ile açıklanabilir.

3) KS1 ve KS2 numunelerinin yoğunluk değerleri 1.5 g/cm^3 ve 1.4 g/cm^3 olarak, KS-ALJ numunesinin yoğunluğu 1.0625 g/cm^3 , ALJ numunesinin yoğunluğu 1.9 g/cm^3 olduğu hesaplanmıştır. Yoğunluk değerlerinin farklı olması kalınlık ölçümlerinin dijital olmayıp, ekrandaki sapma değerinin gözle okumaya bağlı olarak yaklaşık değerler kullanılması olarak açıklanabilir. Kalınlık değeri hacim hesabında önemli bir parametre olup değerler yaklaşık olarak literatürde hesaplanan değerlere yakın çıktığı görülmektedir.

4) Çekme deneyi sonucundaki ölçümlerden çizilen grafikte, numuneler karşılaştırıldığında grafikte en yüksek gerilme ve gerinim değeri $45 \text{ }^\circ\text{C}$ 'de hazırlanan kitosan film ile elde edilmiştir. Kitosan filmin hazırlama sıcaklığı $25 \text{ }^\circ\text{C}$ 'den $45 \text{ }^\circ\text{C}$ 'ye yükseltildiğinde mukavemet değerinin arttığı, aljinat filmin ise su ile hazırlanan formülasyonunda mukavemetinin diğer numunelerden düşük olduğu görülmektedir.

5) KS1, KS2, KS-ALJ, ALJ numunelerinin optik mikroskop ve SEM görüntüleri incelendiğinde malzemelerde herhangi bir çatlak olmadığı, pürüzsüz ve homojen bir yüzey olduğu görülmektedir. KS1 ve KS2 numunesindeki hava kabarcıklarının karıştırma hızı ve sıcaklığı arttıkça azaldığı görülmektedir. KS-ALJ numunesindeki hibrit bağın olduğu SEM görüntüsündeki dalgalanmalarda görülmektedir. ALJ numunesindeki hava kabarcıklarının daha fazla olduğu gözlemlenmiştir.

6) Şişme deneyleri KS1, KS2, KS-ALJ ve ALJ numuneleri pH değeri 7 olan saf su içinde 2 saat, 4 saat, 6 saat, 8 saat ve 24 saat sürelerinde yapılmıştır. ALJ filminin su içinde çözündüğü suyun renginde gözle görülen bir değişiklik olmamıştır.

KS-ALJ numunesindeki yüzde şişme değeri % 945 ile % 905 olarak hesaplanmıştır ve sudan çıktığında ebatının çok fazla değişmediği fakat pürüzlü bir hal aldığı görülmüştür. Çapraz bağlanmayla hazırlanan hibrit KS-ALJ numunesi su ortamına girdiğinde yüzeyinde pürüzlülük olduğu görülmüştür. KS1 ve KS2 numunesinin suda şişme yüzde değerleri birbirine yakın çıkmıştır. KS1 numunesi % 103.3 ile % 133 arasında, KS2 numunesi % 114 ile % 128.5 şişme yüzde değeri hesaplanmıştır. KS1 ve KS2 numunelerinin % şişme değerleri birbirine yakın ancak birbirinden farklı olması, KS1' in 25 °C'de ve KS2'nin 45°C'de hazırlanmasından kaynaklı olabileceği düşünülmektedir.

7) Nem deneyleri KS1, KS2, KS-ALJ ve ALJ numuneleri için hesaplanan değerler karşılaştırıldığında en fazla kütle kaybı % 17.6 olan KS-ALJ numunesi, en az kütle kaybı % 6.6 olan ALJ numunesi olarak hesaplanmıştır. KS1 numunesinde % 13.3 ve KS2 numunesinde % 7.6 kütle kaybı hesaplanmıştır. Numunelerin etüvden çıktıktan sonra renklerinde bir değişme gözlenmemiştir. Biyobozunur matris kompozit olarak hazırlanan KS1, KS2, KS-ALJ ve ALJ numunelerinin sonuçlarının literatüre uygun olduğu görülmüştür.

Yapılan tez çalışmasında roka bitkisi ile yeşil sentez yöntemiyle litertürde belirtildiği gibi antibakteriyal gümüş nanopartiküller elde edilmiştir.

8) Roka bitkisi ile elde edilen ekstratın UV-vis analiz sonucunda siyaha dönüşen koyu kahverengi rengi, gümüş nanoopartiküllerinin oluşumunun ilk kanıtı olduğu, gümüş nanopartiküllerin 335 nm'de maksimum absorpsiyona sahip olduğu ayrıca elde edilen verilerin literatüre uygun olduğu tespit edilmiştir.

9) Yeşil sentez yöntemiyle roka bitkisinden elde edilen nanogümüş partüküllerin XRD analiz sonuçlarına göre oluşan piklerin, kübik yapıdaki Ag nanopartiküllerine ait olduğu ve örgü parametresinin $a = 4,085 \text{ \AA}$ olduğu ICDD kütüphanesine göre belirlenmiştir (ICDD card no: 01-087-0717). Debye Scherrer formülüne göre ortalama tanecik boyutu yaklaşık 16,37 nm olarak hesaplanmıştır. Analiz sonucuna göre elde edilen değerlerin literatüre uygun olduğu görülmüştür.

10) Roka bitkisinden elde edilen Ag nanoparçacıklarının SEM analizi sonucuna göre rastgele dağıldığı ve boyutu ortalama 16 nm olarak ölçülmüştür. XRD

sonuçlarında tam küresel ifade edilen Ag nanoparçacıkların SEM görüntülerinde tam küresellik gözlenmemiştir. Bunun nedeninin iki veya daha fazla Ag nanoparçacığının kümelenmesinden kaynaklı olabileceği düşünülmektedir. Elde edilen sonuçlar literatür ile uyumludur.

11) Belli bir bölgede R-AgNP'lerin EDX analiz sonucuna göre, % 20,4 Ag ve % 79,6 O elementleri (atomik olarak) tespit edilmiştir. R-AgNP'lerin EDX analizleri, % 90'ın üzerinde gümüş elementinin yanı sıra düşük oranda karbon, oksijen olduğu görülmektedir. Gümüş dışında, gözlenen diğer sinyaller, AgNP'lerin etrafındaki biyomoleküllerden kaynaklandığı düşünülmektedir.

12) Deneyin başlangıcında test numunesi olarak hazırlanan biyobozunur matrisler içinde mukavemet değeri en yüksek olan KS2 numunesine % 1, % 2.5 ve %5 nanogümüş ilavesiye hazırlanan KSNP1, KSNP2, KSNP3 filmlerin kütle ve kalınlık değerleri ölçülerek yoğunluk hesabı yapılmıştır. Çalışma sonucunda yoğunluk değerleri sırasıyla 0,81 g/cm³, 0,52 g/cm³, 0,49 g/cm³ olarak hesaplanmıştır. Yapılan çalışmada AgNP miktarı arttıkça yoğunluk değerinin azaldığı görülmüştür.

13) KSNP1, KSNP2 ve KSNP3 numunelerinin kurutulma işlemlerinin ardından yapılan çekme deneyinde özellikle % 5 AgNP katkısı olan 45 °C'de hazırlanan kitosan filmin mukavemetin yükseldiği tespit edilmiştir.

14) KSNP1, KSNP2 ve KSNP3 biyobozunur filmler incelendiğinde gümüş nanopartiküllerin film içinde homojen dağılmadığı, alan taraması yapılarak incelenen numunelerde hava kabarcıkları olduğu gözlenmiştir. Yapılan çalışmada ilave edilen nanogümüş miktarı arttıkça KSNP3 malzemesinde yüzeyde pürüzlülüğünün azaldığı, bütünlüğün korunduğu düzgün yüzeyli filmler elde edilmiştir.

15) FT-IR spektroskopisinde elde edilen sonuçlarda KS2 numunesinde pik değerleri 3288 cm⁻¹, 2872 cm⁻¹, 1558 cm⁻¹ bantlar oluşturmuştur. Yapılan çalışmada biyobozunur filmlerin FT-IR analizleri sonucunda numunelerin literatürle uyumlu olduğu sonucuna ulaşılmıştır.

16) KSNP1, KSNP2, KSNP3 biyobozunur filmlerin şişme deneyi sonucunda, KSNP2 numunesinin her iki deneyde de kütle şişme değeri diğer filmlerden fazla

çıkılmıştır. Yapılan çalışma sonucunda KS2 numunesine nanogümüş ilave edilmesi su içinde şişme miktarını önemli ölçüde arttırdığı sonucuna ulaşılmıştır.

17) KSNP1, KSNP2, KSNP3 biyobozunur filmlerin nem deneyi yapılmıştır. KSNP1, KSNP2, KSNP3 numunelerinin kütle kaybı değerleri % 6.25, % 12.5, % 14.75 olarak bulunmuştur. Yapılan çalışma sonucunda AgNP oranı arttıkça kütle kaybının önemli ölçüde arttığı sonucuna ulaşılmıştır.

18) Tez çalışmasının amacı nanogümüş takviyeli biyobozunur polimer kaplama malzeme üretimi olduğu için roka nanogümüş partiküllerin antibakteriyal aktiviteleri kompozit malzemelerle karıştırıldıktan sonra film haline getirilerek incelenmiştir. KS1, KS2, ALJ numunelerinin antibakteriyal olmadığı fakat KS-ALJ filminin *B. subtilis* suşuna karşı antibakteriyel olduğu tespit edilmiştir. Hazırlanan matris filmlere AgNP ilavesi yapılarak hazırlanan KSNP1, KSNP2, KSNP3 filmlerinin *E.coli*, *P. aeruginosa*, *B. subtilis*, *S. aureus* bakterilerine karşı antibakteriyal test sonuçlarının başarılı olduğu sonucuna varılmıştır. % 1 ve % 2.5 oranında nanogümüş ilavesi yapılarak hazırlanan KSNP1 ve KSNP2 filmlerin antibakteriyal aktivite değerleri birbirine yakın sonuçlar bulunmasına karşılık % 5 nanogümüş ilavesi ile hazırlanan KSNP3 malzemesinde antibakteriyal aktivitede ciddi bir artış olduğu tespit edilmiştir.

Sonuç olarak; elde edilen tüm bulgular değerlendirildiğinde 45 °C’de kitosan biyobozunur kompozit matrisine, yeşil sentez yöntemiyle rokadan elde edilen nanogümüş partikülleri % 1, % 2.5, % 5 oranında ilave edilerek hazırlanan kaplama malzemelerin antibakteriyal özellikte olduğu ve kaplama malzemesi kullanım potansiyeline sahip olduğu görülmüştür. % 1 ve % 2.5 oranında nanogümüş ilave edilen biyobozunur kompozitlerin antibakteriyal aktivite değerleri birbirine yakın çıkmasına rağmen, % 5 oranında nanogümüş ilave edilmesiyle elde edilen biyobozunur kompozitin antibakteriyal aktivitesinde ciddi bir artış gözlenmiştir. İlave edilen nanogümüş oranları artırılarak biyobozunur kompozitlerin antibakteriyal aktiviteleri ile ilgili yeni çalışmalar yapılabilir.

7. KAYNAKLAR

- Abdullah, E., and Baran, M. F., “Fıstık (*Pistacia Vera L.*) Yapağından Gümüş Nanopartikül (Agnp)’Lerin Sentezi, Karakterizasyonu ve Antimikrobiyal Aktivitesinin İncelenmesi”, *Türkiye Tarımsal Araştırmalar Dergisi*, 6(2), 165-173, (2019).
- Afraz, N., Uddin, F., Syed, U., and Mahmood, A., “Antimicrobial finishes for textiles”, *Current Trends in Fashion Technology & Textile Engineering*, 4(5), 87-94, (2019).
- Aguirre-Loredo, R. Y., Rodríguez-Hernández, A. I., Morales-Sánchez, E., Gómezaldapa, C. A., Velazquez, G., “Effect Of Equilibrium Moisture Content On Barrier, Mechanical And Thermal Properties Of Chitosan Films”, *Food Chemistry*, 196: 560–566, (2016).
- Agulló, E., Rodríguez, M. S., Ramos, V., and Albertengo, L., “Present and future role of chitin and chitosan in food”, *Macromolecular bioscience*, 3(10), 521-530, (2003).
- Agustin, Y. E., and Padmawijaya, K. S., “Effect of glycerol and zinc oxide addition on antibacterial activity of biodegradable bioplastics from chitosan-kepok banana peel starch”, *In IOP Conference Series: Materials Science and Engineering* (Vol. 223, No. 1, p. 012046). IOP Publishing, (2017, July).
- Akpolat, L. B., “Ag nanopartiküllerin bitki ekstraktlarından sentezi, karakterizasyonu ve polilaktik asit polimerine katkılanarak elektro lif çekim yöntemiyle elde edilen liflerin özelliklerinin belirlenmesi”, Doktora tezi, *Akdeniz Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Kimya Anabilim Dalı*, (2018).
- Alav E., Duran K., Körlü A., Yurdakul B., “Antibacterial Properties of Biodegradable Fibers”, *XIII. International Textile and Ready-to-Wear Symposium*, İzmir, (2014).

- Al-Fakeh MS., Osman SOM., Gassoumi M., Rabhi M., Omer M., “Characterization, Antimicrobial And Anticancer Properties Of Palladium Nanoparticles Biosynthesized Optimally Using Saudi Propolis”, *Nanomaterials* 11:2666, (2021).
- Alliance, G.P., “*Global Plastics Flow*” Partner. Conversio Mark. Strateg (2018).
- Al-Remawi, M., “Sucrose As A Crosslinking Modifier For The Preparation Of Calcium Alginate Films Via External Gelation”, *Journal Of Applied Sciences*, 12, 727-735, (2011).
- Altuner, E.E., “Production of Nano Creams Karaelmas”, *Journal of Science and Engineering*. 4(1), 52-57, (2014).
- Anastas, P.T., Warner, J.C., *Green Chemistry: Theory And Practice.*, Oxford University Press, P. 30. New York, (1998).
- Anonymous 4: United states environmental protection agency, Pollution prevention act <https://www.epa.gov/p2/pollution-prevention-act-1990> [Son erişim tarihi: 11.11.2022], (1990).
- Armentano, I., Bitinis, N., Fortunati, E., Mattioli, S., Rescignano, N., Verdejo, R., and Kenny, J. M., “Multifunctional nanostructured PLA materials for packaging and tissue engineering”. *Progress in Polymer Science*, 38(10-11), 1720-1747, (2013).
- Armentano, I., Del Gaudio, C., Bianco, A., Dottori, M., Nanni, F., Fortunati, E. Andkenny, J. M., "Processing and Properties Of Poly(E-Caprolactone)/Carbon Nanofibre Composite Mats And Films Obtained By Electrospinning And Solvent Casting", *Journal Of Materials Science*, 44(18), 4789–4795, (2009).
- ASM Handbook, Friction, Lubrication, Coatings And Surface Treatments, *PVD And CVD Coatings*, Pp.840-849, 18, ASM International-USA, (1992).

- Asmatulu, R., and Khan, W. S., “*Characterization Of Electrospun Nanofibers. In Synthesis And Applications Of Electrospun Nanofibers*”, (Pp. 257–281), Elsevier. <https://doi.org/10.1016/B978-0-12-813914-1.00013-4> , (2019).
- Asrar J., and Gruys K., “Biodegradable Polymers (Biopol)”, *In Biopolymers*, Vol 4. Polyesters III. Application And Commercial Products; Doi, Y., Steinbüchel, A., Eds.; Wiley-VCH: Weinheim, Germany, Pp. 53-81, (2002).
- Attenburrow, G., Barnes, D.J., Davies, A.P., Ingman, S.J., “*Rheological Properties Of Wheat Gluten*”. *J. Cereal. Sci.* 12, 1-14, (1990).
- Avella, M., De Vlieger, J. J., Errico, M. E., Fischer, S., Vacca, P., and Volpe, M. G., “Biodegradable Starch/Clay Nanocomposite Films For Food Packaging Applications”, *Food Chemistry*, 93(3), 467-474, (2005).
- Awwad, A. M., Salem, N. M., and Abdeen, A. O., “Green Synthesis Of Silver Nanoparticles Using Carob Leaf Extract And Its Antibacterial Activity”, *International Journal Of Industrial Chemistry*, 4(1), 1-6, (2013).
- Awwad, A.M., Albiss, B. and Ahmad, A. L., “Green Synthesis, Characterization And Optical Properties Of Zinc Oxide Nanosheets Using Olea Europea Leaf Extract”. *Advanced Materials Letters*, 5: 520-524, (2014).
- Aydin, A., “Poli (D, L-laktik asit) ve Laurus nobilis L. ile biyobozunur polimer kompozitlerin sentezi ve antibakteriyel etkisinin belirlenmesi”, Master's thesis, *Ondokuz Mayıs üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*, Samsun, (2019).
- Bagheri Khoulenjani, S., Taghizadeh, S. M. and Mirzadeh, H., “An Investigation On The Short-Term Biodegradability Of Chitosan With Various Molecular Weights And Degrees Of Deacetylation”, *Carbohydr. Polym.*, 78(4),773–778, (2009).
- Baldwin E.A., “*Edible Coatings for Fresh Fruits and Vegetables: Past, Present and Future, In: Edible Coatings and Films to Improve Food Quality*”, (eds: Krochta J.M., Baldwin E.A., Nisperos-Carriedo, M.O.), Techomic Publishing Company, Lancaster, 25-64, (1994).

- Banfield, J. F., and Zhang, H., "Nanoparticles In The Environment. Reviews In *Mineralogy And Geochemistry*", 44(1), 1-58, (2001).
- Baran, M. F., Acay, H., and Keskin, C. "Determination Of Antimicrobial And Toxic Metal Removal Activities Of Plant-Based Synthesized (Capsicum Annuum L. Leaves), Ecofriendly, Gold Nanomaterials", *Global Challenges*, 4(5), 1900104, (2020).
- Bayğu, G., "Cimin üzümü yaprağı kullanılarak yeşil sentez yöntemiyle elde edilen gümüş nanopartikülünün genotoksik etkisinin kanat benek testi ile belirlenmesi", Master's thesis, *Erzincan Binali Yıldırım Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*, (2020).
- Baykara, T., "*Towards the World of Nanotechnologies, 1st Edition*", Nobel Akademi Yayıncılık, Ankara, (2016).
- Baysal B., "*Polimer Kimyası*", Odtü, Ankara, (1981).
- Beecroft, L. B., and Ober, C. K., "*Chem. Mater.*", 9, 1302, (1997).
- Bhagyaraj, S.M., and Oluwafemi, O.S., "Nanotechnology: The Science of the Invisible. In Synthesis of *Inorganic Nanomaterials*" (1-18). <http://dx.doi.org/10.1016/B978-0-08-101975-7.00001-4>, (2018).
- Bilgin, V., "Zno Filmlerinin Elektrik, Optik, Yapısal Veyüzeysel Özellikleri Üzerine Kalay Katkısının Etkisi", Doktora Tezi, *Osmangazi Üniversitesi*, Eskişehir, (2003).
- Bogati, D.R., "*Cellulose Based Biochemicals And Their Applications*", (2011).
- Bohringer, A., Rupp, J., and Yonenaga, A., "SPECIAL-Antimicrobial textiles-Dream or reality?", *International Textile Bulletin-English Edition*, 46(5), 12-34, (2000).
- Bostan, K., Aldemir, T., Aydın, A., "Kitosan ve Antimikrobiyal Aktivitesi", *Türk Mikrobiyoloji Cemiyeti Dergisi*, 37,2, 118-127, (2007).

- Briassoulis, D., “Analysis Of The Mechanical And Degradation Performances Of Optimised Agricultural Biodegradable Films”, *Polym. Degr.* 92, 1115-1132, (2007).
- Bunaciu, A. A., Udriștioiu, E. Gabriela., and Aboul-Enein H. Y., “X-Raydiffraction: Instrumentation And Applications”, *In Critical Reviews İnanalytical Chemistry* (Vol. 45 (4) 289–299, (2015).
- Bunshatta R.F., “High Rate Physical Vapour Deposition Processes”, Agard Lecture Series No: 106, *Material Coating Techniques*, Hardford, (1980).
- Cazón, P., Velazquez, G., Ramírez, J. A., Vázquez, M., “Polysaccharide-Based Films And Coating For Food Packaging”, *A Review, Food Hydrocolloids*, Xxx: 1-13, (2016).
- Chandra, R, and Rustgi, H., “Biodegradable Polymers”, *Progress İn Polymer Science.* , 23, 1273-1335, (1998).
- Cho E. J., Holback H., Liu K. C., Abouelmagd S. A., Park J., and Yeo Y., “*Nanoparticle Characterization*”: *State Of The Art, Challenges, And Emerging Technologies* (2013).
- Cömert A. H., “Bor Katkılı İnce Film Kaplamaların Sol-jel Yöntemiyle Hazırlanması ve Karakterizasyonu”, Yüksek Lisans Tezi, *Giresun Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*, Giresun, (2019).
- Çankaya, N., and Sökmen, Ö., “Kitosan-Kil Biyonanokompozitleri”, *Politeknik Dergisi*, 19(3), 283-295, (2016).
- Dağlıoğlu, Y., “Nanopartikül Karakterizasyon Yöntemleri Ve Ekotoksisite Deneylerindeki Önemi”, *Marmara Fen Bilimleri Dergisi*, 30(1), 1-17, (2018).
- Das, M., and Chatterjee, S., “Green Synthesis, Characterization And Applications Of Nanoparticles”. *Green Synthesis Of Metal/Metal Oxide Nanoparticles Toward Biomedical Applications: Boon Or Bane* 267-282, (2019).

- Demir, A., "Experimental Investigation of the Effect of Coatings Applied on Brake Discs on Braking Performance", Doktora Tezi, *Kocaeli Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*, Kocaeli (2009).
- Demir, A., and Seventekin, N., "Chitin, chitosan and general application areas" *Electronic Journal of Textile Technologies*, 3(2), 92-103, (2009).
- Demirel, A., "Karbon Elyaf Takviyeli Epoksi Kompozit Malzemelerin Karakterizasyonu", Yüksek Lisans Tezi, *Gazi Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü*, Ankara, 18-21, (2007).
- Diler, D., and Leblebici, Y., "Muşmula (*Mespilus Germanica L.*) Özütü Biyokatalizörlüğünde Gümüş Nanopartikül (Agnp) Sentezlenmesi Ve Karakterizasyon Çalışmaları". *Bilim Armonisi*, 3(1), 17-23, (2020).
- Domb, A. J., Kost, J., and Wiseman, D. (Eds.). *Handbook of biodegradable polymers* (Vol. 7). CRC press, (1998).
- Dulta, K., Koşarsoy Ağçeli, G., Thakur, A., Singh, S., Chauhan, P., and Chauhan, P. K., "Development Of Alginate-Chitosan Based Coating Enriched With ZnO Nanoparticles For Increasing The Shelf Life Of Orange Fruits (*Citrus Sinensis L.*)", *Journal Of Polymers And The Environment*, 1-14, (2022).
- Dursun, S., and Erkan, N., "Yenilebilir Protein Filmler Ve Su Ürünlerinde Kullanımı", *Journal Of Fisheriessciences. Com*, 3(4), 352, (2009).
- Dursun, S., Erkan, E., Yeşiltaş, M., "Doğal Biyopolimer Bazlı (Biyobozunur) Nanokompozit Filmler Ve Su Ürünlerindeki Uygulamaları", *Journal Of Fisheriessciences*, 201006: 1307-234X, (2009).
- Dursun, S., Erkan, N., and Yesiltas, M., "Dogal biyopolimer bazli (biyobozunur) nanokompozit filmler ve su ürünlerindeki uygulamaları", *Journal of FisheriesSciences.*, 4(1), 50, (2010).
- Dutta P.K., Dutta J., Tripathi V.S., "Chitin And Chitosan: Chemistry", *Properties And Applications, Journal Of Scientific And Industrial Research*, 63 (1), 20-31, (2004).

- Ediyilyam, S., George, B., Shankar, S. S., Dennis, T. T., Waclawek, S., Černík, M., and Padil, V. V., “Chitosan/Gelatin/Silver Nanoparticles Composites Films For Biodegradable Food Packaging Applications”, *Polymers*, 13(11), 1680, (2021).
- Elangovan, D., Rahman, H. B. H., Dhandapani, R., Palanivel, V., Thangavelu, S., Paramasivam, R., and Muthupandian, S., “Coating Of Wallpaper With Green Synthesized Silver Nanoparticles From Passiflora Foetida Fruit And Its Illustrated Antifungal Mechanism”, *Process Biochemistry*, 112, 177-182, (2022).
- Ergun, C., Trabzon, L., Yılmaz, Ş., Gülmez, T., Eryürek, B., “Nano Faz Malzemelerin Özellikleri Ve Uygulamaları”, *10. Denizli Malzeme Sempozyumu Ve Sergisi*, Denizli, (14–15–16 Nisan 2004).
- Erkoç, Ş., “*Nanobilim Ve Nanoteknoloji*”, Ankara: Odtü Yayıncılık, (2008).
- Ersöz, M., Sulak, M., Bersani, M., Işıtan, A., Balaban, A., Yakar, Z., Ünlü, C. G., Onar, V., “Nanoteknoloji 2: Karakterizasyon Ve Uygulamalar”, Proje No: 2016-1- TR01-KA2030034520., (2018).
- European Commission, “Some figures about nanotechnology R and D in Europe and beyond. Compiled by Unit G4 nanosciences and nanotechnologies”, *European Commission*, Research DG , (2005).
- European-Bioplastics, Bioplastics Market Data (Available At: [Www.European-Bioplastics.Org/Market/](http://www.European-Bioplastics.Org/Market/)) (Accessed November 2021), (2020).
- Evren, M., ve Tekgüler, B., “Uçucu Yağların Antimikrobiyel Özellikleri”, *Elektronik Mikrobiyoloji Dergisi*, 09(3), 28-40, (2011).
- Fahimirad, S., Ajalloueiian, F., and Ghorbanpour, M., “Synthesis and therapeutic potential of silver nanomaterials derived from plant extracts”, *Ecotoxicology and environmental safety*, 168, 260-278, (2019).

- Fariq, A., Khan, T., and Yasmin, A., "Microbial synthesis of nanoparticles and their potential applications in biomedicine", *Journal of Applied Biomedicine*, 15(4), 241-248, (2017).
- Feng, Q. L., Wu, J., Chen, G. Q., Cui, F. Z., Kim, T. N., and Kim, J. O., "A Mechanistic Study Of The Antibacterial Effect Of Silver Ions On Escherichia Coli And Staphylococcus Aureus", *Journal Of Biomedical Materials Research*, 52(4), 662-668, (2000).
- Feynman, R. P., Robbins, J., and Dyson, F. J., "*The Pleasure Of Finding Things Out: The Best Short Works Of Richard P. Feynman*", Cambridge, MA, Helix/Perseus, 290 P. (1999).
- Flaris, V., and Singh, G., "Recent developments in biopolymers", *Journal of Vinyl and Additive Technology*, 15(1), 1-11, (2009).
- Fredriksson, H., Silverio, J., Andersson, R., Eliasson, A.C., Aman, P., "The Influence Of Amylase And Amylopectine Characteristics On Gelatinization And Retrogradation Properties Of Different Starches", *Carbohydr Polym.* 35, 119-134, (1998).
- Öğmen, G., "Kitosan Ve İkili Polimer Karışımlarının Hazırlanması Ve Özelliklerinin İncelenmesi", Yüksek Lisans Tezi, *İstanbul Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*, İstanbul (2008).
- Gacesa, P., "Alginates", *Carbohydrate polymers*, 8(3), 161-182, (1988).
- Gadkari, R. R., Ali, S. W., Das, A., and Alagirusamy, R., "Silver Nanowires Embedded Chitosan/Poly-Lactic Acid Electrospun Nanocomposite Web Based Nanofibrous Multifunctional Membrane For Safe Water Purification", *Advanced Sustainable Systems*, 2100360, (2022).
- Ganesh Babu, A., Saravanakumar, S. S., and Sai Balaji, M. A., "Influence of silver nanoparticles on mechanical, thermal and antibacterial properties of poly (vinyl alcohol)/rice hull powder hybrid biocomposite films", *Polymer Composites*, (2022).

- Ghanbarzadeh, B., Oleyaei, S. A., and Almasi, H., “Nanostructured Materials Utilized In Biopolymer-Based Plastics For Food Packaging Applications”, *Critical Reviews In Food Science And Nutrition*, 55(12), 1699-1723, (2015).
- Ghosh, A. and Ali, M. A., “Studies on physicochemical characteristics of chitosan derivatives with dicarboxylic acids”, *J. Mater. Sci.*, 47(3), 1196–1204, (2011).
- Ghosh, T., and Katiyar, V., “Nanochitosan Functionalized Hydrophobic Starch/Guar Gum Biocomposite For Edible Coating Application With Improved Optical, Thermal, Mechanical, And Surface Property”, *International Journal Of Biological Macromolecules*, (2022).
- Giyatmi, G., Irianto, H. E., Anggoro, B., and Fransiska, D., “Use Of Basil Leaf Ethanol Extract In Alginate Base Edible Film”, *In Journal Of Physics: Conference Series* (Vol. 1933, No. 1, P. 012001). IOP Publishing, (2021, June).
- Goldstein, A., (Ed.), “*Handbook Of Nanophase Materials*”, CRC Press., (1997).
- González, O.M., Velín, A., García, A., Arroyo, C.R., Barrigas, H.L., Vizueté, K., Debut, A., “Representative Hardwood And Softwood Green Tissue-Microstructure Transitions Per Age Group And Their Inherent Relationships With Physical-Mechanical Properties And Potential Applications”, *Forests* 11, 569, (2020).
- Gupta, M.K., Srivastava, R.K., Bisaria, H., “Potential Of Jute Fibre Reinforced Polymer Composites” *A Review. Int. J. Fiber Text. Res.* 5, 30–38, (2015).
- Gur, T., Meydan, I., Seckin, H., Bekmezci, M., and Sen, F., “Green Synthesis, Characterization And Bioactivity Of Biogenic Zinc Oxide Nanoparticles”, *Environmental Research*, 204, 111897, (2022).
- Güven, K., and Yacoubou, A. F., “Benin Tıbbı Bitkilerinin Antimikrobiyal Etkili Nanopartikül Sentezleme Yeteneklerinin Araştırılması”, Master's Thesis,

Anadolu Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü İleri Teknolojiler Anabilim Dalı, Eskişehir (2018).

Hadi, A., Nawab, A., Alam, F., and Zehra, K., “Alginate/Aloe Vera Films Reinforced With Tragacanth Gum. Food Chemistry”, *Molecular Sciences*, 100105, (2022).

Hahladakis, J.N., “Iacovidou E And Gerassimidou S . Plastic Waste In A Circular Economy Plastic Waste And Recycling: Environmental Impact, *Societal Issues, Prevention, And Solutions Ed T M Letcher* (New York: Academic) Pp 481–512, (2020).

Hay, I. D., Rehman, Z. U., Moradali, M. F., Wang, Y., and Rehm, B. H., “Microbial alginate production, modification and its applications”, *Microbial biotechnology*, 6(6), 637-650, (2013).

Holbrook, R. D., Galyean, A. A., Gorham, J. M., Herzing, A., and Pettibone, J., “Overview Of Nanomaterial Characterization And Metrology”, *In Frontiers Of Nanoscience* (Vol. 8, Pp. 47–87). Elsevier Ltd. <https://doi.org/10.1016/B978-0-08-099948-7.00002-6>, (2015).

Holmberg, K., Matthews, A., “Coatings Tribology”, Elsevier Tribology Series 28, *Elsevier Science*, Amsterdam, 11-21, 172-189, 351-371, (1994).

Hulla, J. E., Sahu, S. C., and Hayes, A. W., “Nanotechnology: History and future”, *Human & experimental toxicology*, 34(12), 1318-1321, (2015).

Ijaz, I., Gilani, E., Nazir, A., and Bukhari, A., “Detail Review On Chemical, Physical And Green Synthesis, Classification, Characterizations And Applications Of Nanoparticles”, *Green Chemistry Letters And Reviews*, 13(3), 223-245, (2020).

Ilyas, R. A., Aisyah, H. A., Nordin, A. H., Ngadi, N., Zuhri, M. Y. M., Asyraf, M. R. M., and Ibrahim, R., “Natural-Fiber-Reinforced Chitosan, Chitosan Blends And Their Nanocomposites For Various Advanced Applications”, *Polymers*, 14(5), 874, (2022).

- International Organization For Standardization ISO 14851:2019 Determination Of The Ultimate Aerobic Biodegradability Of Plastic Materials In An Aqueous Medium Method By Measuring The Oxygen Demand *In A Closed Respirometer* Pp 1–25 [32] , (2019).
- Işık, H., Dağhan, Ş., Gökmen, S., “Gıda Endüstrisinde Kullanılan Yenilebilir Kaplamalar Üzerine Bir Araştırma”, *Gıda Teknolojileri Elektronik Dergisi*, 8, 26-35, (2013).
- Jain, S., and Mehata, M. S., “Medicinal Plant Leaf Extract And Pure Flavonoid Mediated Green Synthesis Of Silver Nanoparticles And Their Enhanced Antibacterial Property”, *Scientific Reports*, 7(1), 1-13, (2017).
- Jamkhande, P.G., Ghule, N.W., Bamer, A.H., Kalaskar, M.G., “Metal Nanoparticles Synthesis: An Overview On Methods Of Preparation, Advantages And Disadvantages, And Applications”, *Journal Of Drug Delivery Science And Technology*, 53, 101174, (2019).
- Jamróz, E., Tkaczewska, J., Kopeć, M., and Cholewa-Wójcik, A., “Shelf-Life Extension Of Salmon Using Active Total Biodegradable Packaging With Tea Ground Waste And Furcellaran-CMC Double-Layered Films”, *Food Chemistry*, 383, 132425, (2022).
- Jamshidian, M., Tehrany, E. A., Imran, M., Jacquot, M., and Desobry, S., “Polylactic acid: production, applications, nanocomposites, and release studies”, *Comprehensive reviews in food science and food safety*, 9(5), 552-571, (2010).
- Juárez, G.A.P., Spasojevic, M., Faas, M.M., Devos, P., “Immunological And Technical Considerations In Application Of Alginate-Based Microencapsulation Systems”. *Frontiersin Bioengineering And Biotechnology, Biomaterials*, V(2), Page: 1-15, (2014).
- Kader, A.A., Kasmire, R.F., Mitchell, F.G., Reid, M.S., Sommer, N.F., Thompson J.F., “Postharvest Technology Of Horticultural Crops: Cooperative Extension

University Of California Division Of Agriculture And Natural Resources
Special Publication”, 3311, California,USA, 192-198, (1985).

- Kaiser, J., “The Dirt On Ocean Garbage Patches” *Science*” 328 1506, (2010).
- Kajani, A. A., Bordbar, A.K., Esfahani, S.H.Z., Khosropour, A.R., and Razmjou, A.,
“Green Synthesis Of Anisotropic Silver Nanoparticles With Potent
Anticancer Activity” *Using Taxus Baccata Extract*”, *RSC Advances*. 4:
61394-61403, (2014).
- Kalaycıoğlu, Z., Kahya, N., Adımcılar, V., Kaygusuz, H., Torlak, E., Akın-Evingür,
G., and Erim, F. B., “Antibacterial Nano Cerium Oxide/Chitosan/Cellulose
Acetate Composite Films As Potential Wound Dressing”, *European Polymer
Journal*, 133, 109777, (2020).
- Kamarudin, S. H., Rayung, M., Abu, F., Ahmad, S. B., Fadil, F., Karim, A. A., and
Abdullah, L. C., “A Review On Antimicrobial Packaging From
Biodegradable Polymer Composites”, *Polymers*, 14(1), 174, (2022).
- Kaplancalı, K., “Biyoplastik Malzemelerin Ambalaj Uygulamaları”, *Uluslararası
Plastik Ambalaj Teknolojileri Kongresi*, 17 Eylül 2014, İstanbul, (2014).
- Karagöz, S., “Malzeme Bilgisi. Ders Notu”. *Adnan Menderes Üniversitesi Aydın
Meslek Yüksekokulu*, (2008).
- Kasai, D., Chougale, R., Masti, S., Chalannavar, R., Malabadi, R. B., Gani, R.,
“Influence Of Syzygium Cumini Leaves Extract On Morphological, Thermal,
Mechanical, And Antimicrobial Properties Of PVA And PVA/Chitosan
Blend Films”, *J Appl Polym Sci*. 135(17):46188, (2018).
- Kawashita, M., Tsuneyama, S., Miyaji, F., Kokubo, T., Kozuka, H., Yamamoto, K.,
“Antibacterial Silver-Containing Silica Glass Prepared By Sol-Gel Method”,
Biomaterials, 21, 393-398, (2000).
- Keser, F., “Kitin ve Kitosan Lifleri [online]”, (12 Şubat 2023),
<https://www.derstekstil.name.tr/kitin-ve-kitosan-lifleri.html>, (2023).

- Kesmez, Ö., “Sol Jel Yöntemi İle Nano SiO₂ Sentezi Ve Uygulamaları”, Yüksek Lisans Tezi, *Akdeniz Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Kimya Anabilim Dalı*, Antalya (2010).
- Khan, M. A. M., Kumar, S., Ahamed, M., Alrokayan, S. A., and Alsalhi, M. S., “Structural and thermal studies of silver nanoparticles and electrical transport study of their thin films”, *Nanoscale Res. Lett.* 6 434, (2011).
- Khan, F., Shahid, A., Zhu, H., Wang, N., Javed, M. R., Ahmad, N., and Mehmood, M. A., “Prospects Of Algae-Based Green Synthesis Of Nanoparticles For Environmental Applications”, *Chemosphere*, 293, 133571, (2022).
- Kılıçturgay, K., Gökırmak, F., Töre, O., Görel, G., Helvacı, S., “*Temel Mikrobiyoloji Ve Parazitoloji, Günes Ve Nobel Tıp Kitapçuları*”, 2. Basım, Bursa, (1994).
- Kim, I. Y., Seo, S. J., Moon, H. S., Yoo, M. K., Park, I. Y., Kim, B. C., and Cho, C. S., “Chitosan and its derivatives for tissue engineering applications”, *Biotechnology advances*, 26(1), 1-21, (2008).
- Kim, Y., Yoon, K., Ko, S., “Preparation And Properties Of Alginate Superabsorbent Filament Fibers Crosslinked With Glutaraldehyde”, *Journal Of Applied Polymer Science*”, 78, 1797–1804, (2000).
- Koch, C. C., “Top-Down Synthesis Of Nanostructured Materials: Mechanical And Thermal Processing Methods”, *Reviews On Advanced Materials Science*, 5(2), 91-99, (2003).
- Kong, M., Chen, X. G., Xing, K., Park, H. J., “Antimicrobial Properties Of Chitosan And Mode Of Action”, *A State Of The Art Review, Int. J. Food Microbiol.*, 144, 51-63, (2010).
- Köksal, S., “Nanokompozit Malzemeler, Bitirme Tezi, *Yıldız Teknik Üniversitesi, Kimya Metalurji Fakültesi, Kimya Mühendisliği Bölümü, İstanbul*, (2007).
- Krishnaveni, B., and Ragunathan, R., “Extraction And Characterization Of Chitin And Chitosan From F. Solani Cbnr Bkrr, Synthesis Of Their

- Bionanocomposites And Study Of Their Productive Application”, *Journal Of Pharmaceutical Sciences And Research*, 7(4), 197, (2015).
- Krumova, M., Lopez, D., Benavente, R., Mijangos, C., Perena, J.M., “Effect Of Crosslinking On The Mechanical And Thermal Properties Of Poly(Vinyl Alcohol)”, *Polymer*, 41, 9265–9272, (2000).
- Kumar, A., Chisti, Y., and Chand, U., “Synthesis Of Metallic Nanoparticles Using Plant Extracts”, *Biotechnology Advances*, 31(2), 346–356. <https://doi.org/10.1016/j.biotechadv.2013.01.003>, (2013).
- Kurtuluş, E., “Bazı termoplastik kompozit malzemelerin mekanik ve tribolojik özelliklerinin incelenmesi” , Doktora Tezi, *Sakarya Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü*, Sakarya, Turkey, (2010).
- Kuzgun, N. K., and İnanlı, A. G., “Kitosan Üretimi Ve Özellikleri İle Kitosanın Kullanım Alanları”, *Türk Bilimsel Derlemeler Dergisi*, (2), 16-21, (2013).
- Kvitek, L., Panacek, A., Soukupova, J., Kolar, M., Vecerova, R., Pucek, R., “Et Al. Effect Of Surfactants And Polymers On Stability And Antibacterial Activity Of Silver Nanoparticles (Nps)”, *J Phys Chem C*, 112, 5825, (2008).
- Lammers, P.; Kromer, K., “Competitive Natural Fiber Used In Composite Materials For Automotive Parts”, *In Proceeding Of Annual International Meeting*, ASAE Paper, Chicago, USA, 2002; ASABE: St. Joseph, Michigan, USA, 2002; No. 026167, (2002).
- Lee, C.H., Park, H.J., Kee, D.S., “Influence Of Antimicrobial Packaging On Kinetics Of Spoilage Microbial Growth In Milk And Orange Juice”, *J. Food Eng.*, 65, 527-531, (2004).
- Lizardi Mendoza, J., Argüelles Monal, W. M., and Goycoolea Valencia, F. M., “Chemical Characteristics And Functional Properties Of Chitosan”, *Chitosan In The Preservation Of Agricultural Commodities*, 3–31, (2016).
- Lozano-Navarro, J. I., Díaz-Zavala, N. P., Velasco-Santos, C., Melo-Banda, J. A., Páramo-García, U., Paraguay-Delgado, F., and Zapién-Castillo, S.,

- “Chitosan-Starch Films With Natural Extracts: Physical, Chemical, Morphological And Thermal Properties”, *Materials*, 11(1), 120, (2018).
- Macauley, M. K., "Economic And Legal Challenges Of Regulation-Induced Changes In Waste Technology And Management In The Usa." *The Journal Of Solid Waste Technology And Management* 37(2): 113-127, (2011).
- Majeed Khan, M. A., Kumar, S., Ahamed, M., Alrokayan, S. A., and AlSalhi, M. S., “Structural and thermal studies of silver nanoparticles and electrical transport study of their thin films”, *Nanoscale research letters*, 6(1), 1-8, (2011).
- Mansoori, G. A., and Soelaiman, T. F., “Nanotechnology-An Introduction For The Standards Community”, *Journal Of ASTM International*, 2(6), 1-22, (2005).
- Masamba, K., Li, Y., Hategekimana, J., Zehadi, M., Ma, J., and Zhong, F., “Evaluation Of Mechanical And Water Barrier Properties Of Transglutaminase Cross-Linked Zein Films Incorporated With Oleic Acid”, *International Journal Of Food Science & Technology*, 51(5), 1159-1167, (2016).
- Mazollier, C., Taullet, A., “Paillages Et Ficelles Biodégradables : Une Alternative Pour Le Maraîchage Bio.”, *Alter. Agric.* 59, 10-13, (2003).
- Mazzon, M., Gioacchini, P., Montecchio, D., Rapisarda, S., Ciavatta, C., & Marzadori, C., “Biodegradable Plastics: Effects On Functionality And Fertility Of Two Different Soils”, *Applied Soil Ecology*, 169, 104216, (2022).
- Mbonyiryivuze, A., Zongo, S., Diallo, A., Bertrand, S., Minani, E., Yadav, L. L., Mwakikunga, B., Dhlamini, S.M., Maaza, M., “Titanium Dioxide Nanoparticles Biosynthesis For Dye Sensitized Solar Cells Application”, *Review. Physics And Materials Chemistry*, 3(1), 12–17, (2015).
- Mendes, J. F., Paschoalin, R. T., Carmona, V. B., Neto, A. R. S., Marques, A. C. P., Marconcini, J. M., and Oliveira, J. E., “Biodegradable Polymer Blends Based On Corn Starch And Thermoplastic Chitosan Processed By Extrusion”, *Carbohydrate Polymers*, 137, 452-458, (2016).

- Miller, Stephen A., “Sustainable Polymers: Opportunities For The Next Decade”, *ACS Macro Letters*, 2: 550-54,(2013.)
https://www.researchgate.net/publication/348356367_Biyopolimerler#Pf6
- Mittal, A. K., Chisti, Y., and Banerjee, U. C., “Synthesis Of Metallic Nanoparticles Using Plant Extracts”, *Biotechnology Advances*, (2013). <https://doi.org/10.1016/j.biotechadv.2013.01.003>
- Mohammadi, H., Anvar, S. A. A., Qajarbeygi, P., Ahari, H., and Toomari, I., “Assessment Of Packaging Covers With 3% And 5% Nano Silver Based On Titanium Dioxide On The Fungal Growth Of Bread”, *Journal Of Food Technology And Nutrition*, 13(1), 75-86, (2015).
- Mohammadi, R., Mohammadifar, MA, Rouhi, M., Kariminejad, M., Mortazavian, AM, Sadeghi, E., and Hasanvand, S., “Yumurta Kabuğu Membran Jelatin-Kitosan Karışımı Yenilebilir Filmlerin Fiziko-Mekanik Ve Yapısal Özellikleri”, *Uluslararası Biyolojik Makromoleküller Dergisi* , 107 , 406-412, (2018).
- Mondéjar-López, M., López-Jimenez, A. J., Ahrazem, O., Gómez-Gómez, L., and Niza, E., “Chitosan Coated-Biogenic Silver Nanoparticles From Wheat Residues As Green Antifungal And Nanoprimig In Wheat Seeds”, *International Journal Of Biological Macromolecules*, (2022).
- Morones, J.R., Elechiguerra, J.L., “Camacho, A., Ramirez, J.T. The Bactericidal Effect Of Silver Nanoparticles”, *Nanotechnology*, 16, 2346–53, (2005).
- Mutlu, Ö., “Dağ Muşmulası Bitkisinden Bakır Oksit Nanopartiküllerinin Yeşil Sentezi, Karakterizasyonu Ve Uygulamaları”, “Yüksek Lisans Tezi, *Yıldız Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*, İstanbul, Türkiye, (2020).
- Nair, L.S.; Laurencin, C.T., “Biodegradable Polymers As Biomaterials”, *Progr. Polym. Sci.* 32, 762-798, (2007).

- Nakamura, E. M., Cordi, L., Almeida, G. S. G., Duran, N., and Mei, L. H. I., “Study And Development Of LDPE/Starch Partially Biodegradable Compounds”, *Journal Of Materials Processing Technology*, 162, 236-241, (2005).
- Nanoteknoloji Strateji Grubu, “TÜBİTAK Nanobilim Ve Nanoteknoloji Stratejileri”, Ankara, Ağustos (2004).
- Nanoteknoloji, “*Nanoteknoloji 2: Karakterizasyon Ve Uygulamalar*”, Pamukkale Üniversitesi Yayınları, (2018).
[Http://Acikerisim.Pau.Edu.Tr:8080/Xmlui/Handle/11499/3118](http://Acikerisim.Pau.Edu.Tr:8080/Xmlui/Handle/11499/3118)
- Narayanan, K.B., Sakthivel, N., “Green Synthesis Of Biogenic Metal Nanoparticles By Terrestrial And Aquatic Phototrophic And Heterotrophic Eukaryotes And Biocompatible Agents”, *Advances In Colloid And Interface Science*, 169, 59–79, (2011).
- Nartop, P., “Green sterilization of *Rosmarinus officinalis* L. stem surfaces with silver nanoparticles synthesized using *Rubia tinctorum* L. cell culture extracts”, *Iranian Journal of Science and Technology, Transactions A: Science*, 42(2), 411-414, (2018).
- Nguyen, V.T., Vu, V.T., Nguyen, T.H., Nguyen, T.A., Tran, V.K., Nguyen-Tri, P., “Antibacterial Activity Of TiO_2 - And ZNO-Decorated With Silver Nanoparticles”, *J. Compos. Sci.* 3, 61, (2019).
- Noah, N., “Green synthesis: Characterization and application of silver and gold nanoparticles”, *In Green synthesis, characterization and applications of nanoparticles*, 113-114, (2019).
- Omidi, S., Sedaghat, S., Tahvildari, K., Derakhshi, P., and Motiee, F., “Biosynthesis Of Silver Nanoparticles With *Adiantum Capillus-Veneris* L Leaf Extract In The Batch Process And Assessment Of Antibacterial Activity”, *Green Chemistry Letters And Reviews*, 11(4), 544-551, (2018).
- Onbaşlı, D., “Kitosan-Gümüş Nanopartikülü Ve Kitosan-Gümüş-Grafen Oksit Nanokompozitinin Sentezi, Karakterizasyonu Ve Antimikrobiyal

- Aktiviterinin Belirlenmesi”, *Erciyes Üniversitesi Veteriner Fakültesi Dergisi*, 15(3), 208-215, (2018).
- Othman, S.H., “Bio-Nanocomposite Materials For Food Packaging Applications: Types Of Biopolymer And Nano-Sized Filler”, *Agriculture And Agricultural Science Procedia*, 2, 296-303, (2014).
- Österberg, M., Peresin, M.S., Johansson, L.-S., Tammelin, T., “Clean And Reactive Nanostructured Cellulose Surface”. *Cellulose* 20, 983–990, (2013).
- Özkan, S., “Burdur Dimriti Üzümü (*Vitis Vinifera* L.) Özütü Kullanılarak Gümüş Nanopartiküllerin Sentezlenmesi” ,Master's Thesis, *Burdur Mehmet Akif Ersoy Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*, Burdur, (2019).
- Pamuk, U., “Plazma Spreylenmiş Cr₃C₂-Nici Ve Al₂O₃-TiO₂ Kaplamalarının Abraziv Aşınma Davranışlarının İncelenmesi”, Yüksek Lisans Tezi, *İtü, Fen Bilimleri Enstitüsü*, İstanbul, (1996).
- Pantidos, N., and Horsfall, L. E., “Biological Synthesis Of Metallic Nanoparticles By Bacteria, Fungi And Plants.” *Nanomedicine & Nanotechnology*, 5, Pp. 1- 10, (2014).
- Patra, J. K., Das, G., and Baek, K. H., “Phyto-Mediated Biosynthesis Of Silver Nanoparticles Using The Rind Extract Of Watermelon (*Citrullus Lanatus*) Under Photo-Catalyzed Condition And Investigation Of Its Antibacterial, Anticandidal And Antioxidant Efficacy”, *Journal Of Photochemistry And Photobiology B: Biology*, 161, 200–210, (2016). <https://doi.org/10.1016/j.jphotobiol.2016.05.021>
- Pedroso, A. G., and Rosa, D. S., “Mechanical, Thermal And Morphological Characterization Of Recycled LDPE/Corn Starch Blends”, *Carbohydrate Polymers*, 59, 1-9, (2005).
- Pejić, B.M., Kramar, A.D., Obradović, B.M., Kuraica, M.M., Žekić, A.A., Kostić, M.M., “Effect Of Plasma Treatment On Chemical Composition,

Structure And Sorption Properties Of Lignocellulosic Hemp Fibers (Cannabis Sativa L.)”, *Carbohydr. Polym.* 236, 116000, (2020).

Peng, B.L., Dhar, N., Liu, H.L., and Tam, K.C., “Chemistry And Applications Of Nanocrystalline Cellulose And Its Derivatives: A Nanotechnology Perspective”, *The Canadian Journal Of Chemical Engineering*, 89: 1191-1206, (2011).

Pethrick, R. A., “*Thermal And Electrical Coundacting Of Polymer Materials.* Godovsky, Y. K., ve Privalko, V. P. , Editors, Springer-Verlag, Heidelberg, 81, (1995).

Pittia, P., Sacchetti, G., “Antiplasticization Effect Of Water In Amorphous Foods”, *A Review. Food Chemistry*, 106(4): 1417–1427, (2008).

Polat H., “Kitin Ve Kitosan Biyosorbentlerinin Pembe Karides (Parapenaeus Longirostris) Kabuk Atıklarından Sentezlenmesi Karakterizasyonu Ve Karşılaştırmalı Zehirli Metal Adsorpsiyon Çalışmaları”, *TÜBİTAK Destekli Projeler*, Proje No: 106T111, (2008).

Rahmat, M., “Dynamic Versus Static: Evolving Mechanical Characterisation”, Available Online: <https://Researchoutreach.Org/Articles/Dynamic-Versus-Static-Evolving-Mechanical-Characterisation/> (Accessed On 8 September 2021).

Rai, P., Mehrotra, S., Priya, S., Gnansounou, E., and Sharma, S. K., “Recent Advances In The Sustainable Design And Applications Of Biodegradable Polymers”, *Bioresource Technology*, 325, 12473, (2021).

Rakhee, Mishra, J., Sharma, R. K., and Misra, K., “Characterization Techniques For Herbal Products”, *In Management Of High Altitude Pathophysiology* (Pp.171–202). Elsevier. (2018). <https://doi.org/10.1016/B978-0-12-813999-8.00009-4>

Ramadoss, R., “MEMS Devices For Biomedical Applications | Solid State Technology [WWW Document]”. *Solid State Technol.* URL(2016).

[Http://Electroiq.Com/Blog/2013/10/Mems-Devices-For-Biomedical-Applications/](http://Electroiq.Com/Blog/2013/10/Mems-Devices-For-Biomedical-Applications/)

- Ramsden, J.J., “What Is Nanotechnology?”, *Nanotechnology Perceptions*. 13–17, (2005).
- Ratnayake, W.S., Hoover, R., Shahidi, F., Perera, C., Jane, J., “Composition, Molecular Structure And Physicochemical Properties Of Starches From Four Field Pea Cultivars”, *Food Chem.* 74, 189-202, (2001).
- Ravichandran, R., “Nanotechnology applications in food and food processing: innovative green approaches, opportunities and uncertainties for global market”, *International Journal of Green Nanotechnology: Physics and Chemistry*, 1(2), P72-P96, (2010).
- Reddy, V. R., “Gold nanoparticles: synthesis and applications”, *Synlett*, 2006(11), 1791-1792, (2006).
- Rhim, J. W., Hong, S. I., Park, H. M., and Ng, P. K., “Preparation and characterization of chitosan-based nanocomposite films with antimicrobial activity”, *Journal of agricultural and food chemistry*, 54(16), 5814-5822, (2006).
- Rhim, J. W., “Physical and mechanical properties of water resistant sodium alginate films”, *LWT-Food science and technology*, 37(3), 323-330, (2004).
- Rivero, P. J., Urrutia, A., Goicoechea, J., Zamarreño, C. R., Arregui, F. J., and Matías, I. R., “An antibacterial coating based on a polymer/sol-gel hybrid matrix loaded with silver nanoparticles”, *Nanoscale research letters*, 6(1), 1-7, (2011).
- Ribba, L., and Goyanes, S., “Improving PLA ductility using only 0.05% of CNTs and 0.25% of an azo-dye”, *Materials Letters*, 182, 94-97, (2016).
- Ribba, L., Cimadoro, J., and Goyanes, S., “Breaking W/O emulsion with electrospun hierarchically porous PLA fibers”, *Emergent Materials*, 1-10, (2021).

- Ribba, L., Lopretti, M., de Oca-Vásquez, G. M., Batista, D., Goyanes, S., and Vega-Baudrit, J. R., “Biodegradable plastics in aquatic ecosystems: latest findings, research gaps, and recommendations”, *Environmental Research Letters*, 17(3), 033003, (2022).
- Russo, R., Malinconico, M., and Santagata, G., “Effect of cross-linking with calcium ions on the physical properties of alginate films”, *Biomacromolecules*, 8(10), 3193-3197, (2007).
- Saçak, M., “*Polimer Teknolojisi*”, Gazi Kitabevi, Ankara, 276-292 (2005).
- Sanchez, C., and Livage, J., “Sol-gel chemistry from metal alkoxide precursors”, *New journal of chemistry* (1987), 14(6-7), 513-521, (1990).
- Sánchez-López, E., Gomes, D., Esteruelas, G., Bonilla, L., Lopez-Machado, A.L., Galindo, R., Cano, A., Espina, M., Ettcheto, M., Camins, A., “Et Al. Metal-Based Nanoparticles As Antimicrobial Agents: An Overview”, *Nanomaterials* 10, 292, (2020).
- Saricaoglu, F. T., Tural, S., Gul, O., Turhan, S., “High Pressure Homogenization Of Mechanically Deboned Chicken Meat Protein Suspensions To Improve Mechanical And Barrier Properties Of Edible Films”, *Food Hydrocoll*, 84: 135- 145, (2018).
- Savaşçı, Ö.T., Uyanık, N., Akovalı, G., “*Plastikler Ve Plastik Teknolojisi*”, Çantay Kitabevi, İstanbul, 7-13,17-20, 365, 366 (1998).
- Say,M., Can,G., Güler,G., Ergeldi,E., Bayraktar,G., “*Biyopolimerler*”, (2017).
<https://Prezi.Com/Kigpiqzdu8hq/Biyopolimerler/>
- Sekiguchi, S., Miura, Y., Kaneko, H., Nishimura, S. I., Nishi, N., Iwase, M., and Tokura, S., “Molecular weight dependency of antimicrobial activity by chitosan oligomers”, *Food Hydrocolloids: Structures, Properties and Functions*, 71-76, (1994).

- Sfiligoj, M., Hribernik, S., Stana, K., Kree, T., “Plant Fibres For Textile And Technical Applications”, In *Advances In Agrophysical Research*; Intechopen: London, UK, (2013).
- Shahidi, S., and Wiener, J., “*Antibacterial Agents In Textile Industry*”.19:388- 406, (2012).
- Shahverdi, A.R., Fakhimi, A., Shahverdi, H.R, Minanan S., “Synthesis And Effect Of Silver Nanoparticles On The Antibacterial Activity Of Different Antibiotics Against Staphylococcus Aureus And Escherichia Coli”. *Nanomedicine: Nanotechnology, Biology, And Medicine* 3: 168– 171, (2007).
- Shankar, P. D., Shobana, S., Karuppusamy, I., Pugazhendhi, A., Ramkumar, V. S., Arvindnarayan, S., and Kumar, G., “A Review On The Biosynthesis Of Metallic Nanoparticles (Gold And Silver) Using Bio-Components Of Microalgae: Formation Mechanism And Applications. *Enzyme And Microbial Technology*”, 95, 28–44, (2016).
- Shankar, S., and Rhim, J.W., “*Preparation Of Sulfur Nanoparticle-Incorporated Antimicrobial Chitosan Films*”. *Food Hydrocolloids*, 82, 116-123, (2018).
- Sharifzadeh, M., “*Nanotechnology Sector Report*”. Cronus Capital Markets, 1st Quarter, (2006).
- Sharip, N.S., Yasim-Anuar, T.A.T., Norrrahim, M.N.F., Shazleen, S.S., Nurazzi, N.M., Sapuan, S.M., Ilyas, R.A., “A Review On Nanocellulose Composites In Biomedical Application; *CRC Press*: Boca Raton, FL, USA”, ISBN 9780429327766, (2020).
- Sharma, S., Sanpui, P., Chattopadhyay, A., and Ghosh, S.S., “Fabrication of antibacterial silver nanoparticle—sodium alginate—chitosan composite films”, *Rsc Advances*, 2(13), 5837-5843, (2012).
- Shipway, A. N., and Willner, I., “Nanoparticles as structural and functional units in surface-confined architectures”, *Chemical Communications*, (20), 2035-2045, (2001).

- Shurtleff, W., and Aoyagi, A., “Bibliography of soy protein isolates, concentrates, and textured soy protein products: 2,528 references from 1883 to 1989, partially annotated. *Soyfoods Center*, (1989).
- Siedenbiedel, F., and Tiller, J. C., “Antimicrobial polymers in solution and on surfaces: overview and functional principles”, *Polymers*, 4(1), 46-71, (2012).
- Siemann, U., “*Solvent cast technology—a versatile tool for thin film production*”. In *Scattering methods and the properties of polymer materials (pp. 1-14)*. Springer, Berlin, Heidelberg, (2005).
- Siemann, U., "Solvent Cast Technology - A Versatile Tool For Thin Film Production", *Progress In Colloid And Polymer Science*, 130(June), 1–14,(2005).
- Sin, L. T., “*Polylactic acid: PLA biopolymer technology and applications*”, William Andrew, (2012).
- Singh, A., Sharma, P. K., and Malviya, R., “Eco friendly pharmaceutical packaging material”, *World Applied Sciences Journal*, 14(11), 1703-1716, (2011).
- Singh, H., Du, J., Singh, P., and Yi, T. H., “Ecofriendly synthesis of silver and gold nanoparticles by *Euphrasia officinalis* leaf extract and its biomedical applications”. *Artificial cells, nanomedicine, and biotechnology*, 46(6), 1163-1170, (2018).
- Skurtys, O., Acevedo, C., Pedreschi, F., Enrione, J., Osorio, F., Aguilera, J.M., “Food Hydrocolloid Edible Films And Coatings. In *Food Hydrocolloids Characteristics, Properties And Structures*; Hollingworth, C.S., Ed.; Nova Science Publishers, Inc.: New York, NY, USA, Pp. 41–80, (2010).
- Smidsrød, O., Skjåk-Bræk, G., “Alginate As Immobilization Matrix For Cells”, *Trends Biotechnol.*, 8, 71–78, (1990).
- Sönmezoğlu, S., Mehmed, K. O. Ç., and Seçkin, A. K. I. N., “İnce film üretim teknikleri”, *Erciyes Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Fen Bilimleri Dergisi*, 28(5), 389-404, (2012).

- Sözer, N., Kokini, J. L., “Nanotechnology And Its Applications İn The Food Sector”, *Trends İn Biotechnology*, 27(2): 82-89. Doi:10.1016/J.Tibtech.2008.10.010, (2009).
- Sulak, M., “Ege Bölgesinde Yetişen Antiviral M. Parviflora L (Ebegümece) Bitkisi Kullanılarak Demir Oksit (Γ -Fe₂O₃) Nanopartiküllerin Sentezi Ve Antibakteriyel Özelliklerinin İncelenmesi”, *Journal Of The Institute Of Science And Technology*, 11(4), 2937-2946, (2021).
- Sun, Y., Huang, Y., Wang, X. Y., Wu, Z. Y., and Weng, Y. X., “Kinetic analysis of PGA/PBAT plastic films for strawberry fruit preservation quality and enzyme activity”, *Journal of Food Composition and Analysis*, 108, 104439, (2022).
- Suryanarayana, C., Koch C.C., “*Non-Equilibrium Processing Of Materials; Nanostructured Materials, Pergamer Materials Series*”, New York, USA, 313-344, (1999).
- Suzuki M., Tachibana, Y., and Kasuya, K., “*Biodegradability Of Poly (3-Hydroxyalkanoate) And Poly(E-Caprolactone) Via Biological Carbon Cycles İn Marine Environments Polym*”, J. 53 47–66, (2021).
- Sürengil, G., and Kılınç, B., “Nanotechnology applications in foods-packagings and importance for seafoods”, *Journal of FisheriesSciences. com*, 5(4), 317-325., (2011).
- Synowiecki, J., and Al-Khateeb, N. A., “*Production, Properties, And Some New Applications Of Chitin And İts Derivatives*”, (2003).
- Şahin, Y., “*Kompozit Malzemelere Giriş 2. Baskı*”, Seçkin Yayıncılık, Ankara, 27-29, 99-106, 330-332 (2006).
- Takahashia, T., Imaia, M., Suzukia, I., Sawai, J., “Growth inhibitory effect on bacteria of chitosan membranes regulated by the deacetylation degree”, *Biochemical Engineering Journal*, 40, 485–491, (2008).

- Tan, B.K., Ching, Y.C., Poh, S.C., Luqman, C.A., Gan, S.N., “Review Of Natural Fiber Reinforced Poly(Vinyl Alcohol) Based Composites: Application And Opportunity. *Polymers*”, 7, 2205–2222, (2015).
- Taniguchi, N., “On The Basic Concept Of 'Nano-Technology',” Proc. Intl. Conf. Prod. Eng., Japan Society Of Precision Engineering, Part II.(1974).
- Taştan, Ö., and Baysal, T., “Meyve-Sebze İşlemede Kullanılan Kitosan Kullanımı”, *Gıda* , 38 (3), 175-182, (2013).
- Tavassoli-Kafrani, E., Shekarchizadeh, H., Masoudpour-Behabadi, M., “Development Of Edible Films And Coatings From Alginates And Carrageenans, *Carbohydrate Polymers*”, 137, 360-374. Doi:10.1016/2015.10.074, (2015).
- Tejamaya, M., Roemer, I., Merrifield, R.C., “Lead JR Stability Of Citrate, PVP, And PEG Coated Silver Nanoparticles In Ecotoxicology Media”, *Environ Sci Technol* ,46:7011-7017, (2012).
- Thakkar, K. N., Mhatre, S. S., and Parikh, R. Y., “*Biological Synthesis Of Metallic Nanoparticles*”, *Nanomedicine: Nanotechnology, Biology, And Medicine*, 6(2), 257–262, (2010). <https://doi.org/10.1016/j.nano.2009.07.002>.
- Titus, D., Samuel, E. J. J. and Roopan, S. M., “*Nanoparticle Characterization Techniques*”, In: Shukla, A. K., and Iravani, S., (Eds.). *Green Synthesis, Characterization And Applications Of Nanoparticles*, Elsevier, Pp. 303-319, (2019).
- Todar, K., “*Textbook of bacteriology*”, (2015).
- Ullah, N., Odda, A. H., Li, D., Wang, Q., and Wei, Q., “One-pot Green Synthesis Of Gold Nanoparticles And Its Supportive Role In Surface Activation Of Non-Woven Fibers As Heterogeneous Catalyst”, *Colloids And Surfaces A: Physicochemical And Engineering Aspects*, 571(January), 101–109,(2019). <https://doi.org/10.1016/j.colsurfa.2019.03.076>
- Unesco, “*Facts and figures on marine pollution*”, Retrieved from <http://www.unesco.org/new/en/natural-sciences/ioc-oceans/focus-areas/rio->

20- ocean/blueprint-for-the-future-we-want/marine-pollution/facts-and-figures-on-marinepollution/, (2017).

Unido, “Addressing The Challenge Of Marine Plastic Litter Using Circular Economy Methods” (Available At: www.unido.org/sites/default/files/files/201906/UNIDO_Addressing_The_Challenge_Of_Marine_Plastic_Litter_Using_Circular_Economy.Pdf), (2019).

Vimala, K., Mohan, Y. M., Sivudu, K. S., Varaprasad, K., Ravindra, S., Reddy, N. N., and Mohanaraju, K., “Fabrication Of Porous Chitosan Films Impregnated With Silver Nanoparticles: A Facile Approach For Superior Antibacterial Application”, *Colloids And Surfaces B: Biointerfaces*, 76(1), 248-258, (2010).

Vroman, I., and Tighzert, L., “Biodegradable Polymers”, *Materials*, 2(2), 307-344, (2009).

Wei, D., Sun, W., Qian, W., Ye, Y., and Ma, X., “The Synthesis Of Chitosan-Based Silver Nanoparticles And Their Antibacterial Activity”, *Carbohydrate Research*, 344(17), 2375-2382, (2009).

Wetzel, B., Hauptert, F., Friedrich, K., Zhang, M. Q., and Rong, M. Z., “Impact and wear resistance of polymer nanocomposites at low filler content”, *Polymer Engineering & Science*, 42(9), 1919-1927, (2002).

Wongpreecha, J., Polpanich, D., Suteewong, T., Kaewsaneha, C., and Tangboriboonrat, P., “One-Pot, Large-Scale Green Synthesis Of Silver Nanoparticles-Chitosan With Enhanced Antibacterial Activity And Low Cytotoxicity”, *Carbohydrate Polymers*, 199, 641-648, (2018).

Wüstenberg, T., “Cellulose and Cellulose Derivatives In The Food Industry: *Fundamentals And Applications* (John Wiley and Sons)”, (2014).

Xiong, H., Tang, S., Tang, H., and Zou, P., “The structure and properties of a starch-based biodegradable film”, *Carbohydrate Polymers*, 71(2), 263-268, (2008).

Yakut, M., Kum, M., Şendoğdular, Ö., and Şendoğdular, Ö., “*Nanoteknolojide Karakterizasyon Teknikleri*”, (2022).

Yalçın, H., Gürü, M., “*Malzeme Bilgisi*”, Palme Yayıncılık: 203, Ankara, (2002).

Yan, K., Xu, F., Wei, W., Yang, C., Wang, D., and Shi, X., “Electrochemical Synthesis Of Chitosan/Silver Nanoparticles Multilayer Hydrogel Coating

- With Ph-Dependent Controlled Release Capability And Antibacterial Property”, *Colloids And Surfaces B: Biointerfaces*, 202, 111711, (2021).
- Yasim-Anuar, T.A.T., Ariffin, H., Norraahim, M.N.F., Hassan, M.A., Tsukegi, T., Nishida, H., “Sustainable One-Pot Process For Theproduction Of Cellulose Nanofiber And Polyethylene/Cellulose Nanofiber Composites”. *J. Clean. Prod.* 207, 590–599, (2019).
- Yavuz, H. and Denizli, A., “Biyoteşhiste Nanoyapılar”, *Bilim ve Teknik*, 90-93, https://www.bioreglab.org/site/assets/files/1506/bilim_teknik_06-bioreg.pdf, (Mart 2010),
- Yıldız, P.O., and Yangılar, F., “Gıda Endüstrisinde Kitosanın Kullanımı/The Use Of Chitosan İn Food İndustry”, *Erciyes Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi*, 30(3): 198-206, (2016).
- Yoo, S., and Krochta, J.M., “Whey Protein–Polysaccharide Blended Edible Film Formation And Barrier, Tensile, Thermal And Transparency Properties”, *J. Sci. Food Agric.*, 91, 2628–2636, (2011).
- Yoruç, A. B. H., and Uğraşkan, V., “Yeşil Polimerler Ve Uygulamaları”. *Afyon Kocatepe Üniversitesi Fen Ve Mühendislik Bilimleri Dergisi*, 17(1), 318-337, (2017).
- Zhang, K., Hamidian, A. H., Tubi’C, A., Zhang, Y., Fang ,J. K. H., Wu, C., and Lam,P. K. S., “Understanding Plastic Degradation And Microplastic Formation İn The Environment” *A Review Environ, Pollut.* 274 116554,(2021).
- Zhanga, C., Garrisonb, T. F., Madboulyd, S. A. and Kessler, M. R., “Recent Advances İn Vegetable Oil-Based Polymers And Their Composites”, *Progress İn Polymer Science*, 71, 91–143, (2017).
- Zhao, G., and Stevens, S. E., “Multiple Parameters For The Comprehensive Evaluation Of The Susceptibility Of Escherichia Coli To The Silver İon”, *Biometals*, 11(1), 27-32, (1998).
- Zhou, C., and Wu, Q., “Recent development in applications of cellulose nanocrystals for advanced polymer-based nanocomposites by novel fabrication strategies”, *Nanocrystals-synthesis, characterization and applications*, 103-120, (2012).
- Zivanovic, S., Chi, S., and Draughon, A. F., “Antimicrobial Activity Of Chitosan Films Enriched With Essential Oils”, *Journal Of Food Science*, 70(1), M45-M51, (2005).

Zor, M., “Spray-Pyrolysis İle Elde Edilen Ağın2 Bileşğinin Bazı Fiziksel Özellikleri”, Doçentlik Tezi, *Hacettepe Üniversitesi*, Ankara, (1982).