T.C.
SÜLEYMAN DEMİREL ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

PERLİT / KİTOSAN KOMPOZİTLERİNİN SENTEZİ, KARAKTERİZASYONU, ELEKTROKİNETİK VE ANTİMİKROBİYAL ÖZELLİKLERİNİN İNCELENMESİ

Gökhan KAYA

Danışman
Prof. Dr. Mustafa YAVUZ

II. Danışman
Yrd. Doç. Dr. Mehmet ÇABUK

YÜKSEK LİSANS TEZİ
KİMYA ANABİLİM DALI
ISPARTA - 2016

© 2016 [Gökhan KAYA]

TEZ ONAYI

Gökhan KAYA tarafından hazırlanan **"Perlit/Kitosan Kompozitlerinin Sentezi, Karakterizasyonu, Elektrokinetik ve Antimikrobiyal Özelliklerinin İncelenmesi"** adlı tez çalışması aşağıdaki jüri üyeleri önünde Süleyman Demirel Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü **Kimya Anabilim Dalı**'nda **YÜKSEK LİSANS TEZİ** olarak başarı ile savunulmuştur.

Danışman	**Prof. Dr. Mustafa YAVUZ** Süleyman Demirel Üniversitesi	
II. Danışman	**Yrd. Doç. Dr. Mehmet ÇABUK** Süleyman Demirel Üniversitesi	
Jüri Üyesi	**Doç. Dr. Tahir TİLKİ** Süleyman Demirel Üniversitesi	
Jüri Üyesi	**Yrd. Doç. Dr. Emel DEMİRBAĞ** Süleyman Demirel Üniversitesi	
Jüri Üyesi	**Yrd. Doç. Dr. Ömer Yunus GÜMÜŞ** Bursa Teknik Üniversitesi	

Enstitü Müdürü **Doç.Dr.Yasin TUNCER**

TAAHHÜTNAME

Bu tezin akademik ve etik kurallara uygun olarak yazıldığını ve kullanılan tüm literatür bilgilerinin referans gösterilerek tezde yer aldığını beyan ederim.

Gökhan KAYA



İÇİNDEKİLER

İÇİNDEKİLER i
ÖZET iv
ABSTRACT v
TEŞEKKÜR vi
ŞEKİLLER DİZİNİ vii
ÇİZELGELER DİZİNİ ix
SİMGELER VE KISALTMALAR DİZİNİ x
1. GİRİŞ 1
2. KAYNAK ÖZETLERİ 4
2.1. Polimerler 4
2.1.1. Polimerizasyon Çeşitleri 6
2.1.1.1. Katılma (Zincir) Polimerizasyonu 6
2.1.1.2. Basamaklı (Kondenzasyon) Polimerizasyon 7
2.1.1.3. Serbest Radikal Polimerleşmesi 7
2.1.1.4. İyonik Polimerizasyon 7
2.1.2. Polimerlerin Özellikleri 8
2.1.2.1. Polimerlerde Molekül Ağırlığı ve Polidispersite 8
2.1.2.2. Polimerlerin Çözünürlüğü 8
2.1.2.3. Polimerlerin Termal Özellikleri 9
2.2. Doğal Polimerler 9
2.2.1. Kitin ve Kitosan 10
2.2.2. Kitosanın Özelliklerine Etki Eden Parametreler 13
2.2.2.1 Deasetilasyon Derecesi 13
2.2.2.2. Molekül Ağırlığı 13
2.2.2.3. Viskozite 14
2.2.2.4. Çözünürlük 14
2.2.2.5. Renk 15
2.2.3. Kitosanın Kullanım Alanları 15
2.3. Killer 17
2.3.1. Perlit 17

2.3.1.1. Teknik Özellikleri 19
2.3.1.1.1. Gözeneklilik ve Hafiflik 19
2.3.1.1.2. Ses, Isı Yalıtıcılık ve Kimyasal İnertlik 19
2.3.1.1.3. Yanmazlık 19
2.3.1.2. Kimyasal Özellikleri 19
2.3.1.3. Perlite adsorpsiyon özelliği veren gruplar 20
2.3.1.4. Perlitin yüzey yüklerine pH'nin etkisi 21
2.3.1.5. Kullanım Alanları 22
2.4. Kompozit Malzemeler 23
2.4.1. Kompozit Malzemelerin Üstünlükleri 23
2.4.2. Kil-Polimer Kompozitleri 24
2.4.3. Kil-Polimer Kompozit Çeşitleri 25
2.4.4. Nanokompozit Malzemeler 25
2.4.4.1. Polimerik Nanokompozitler 26
2.4.4.2. Polimerik Nanokompozitlerin Kullanım Alanları 26
2.5. Elektrokinetik Özellikler 28
2.5.1. Elektriksel Çift Tabaka ve Zeta Potansiyeli 28
2.5.2. Zeta (ζ) Potansiyel Ölçüm Yöntemleri 31
2.5.3. Zeta potansiyelini etkileyen faktörler 32
2.5.3.1. pH etkisi 32
2.5.3.2. Potansiyel tayin edici iyonlar, PTİ 33
2.5.3.3. Etkisiz İyonlar 33
2.5.3.4. Özel olarak adsorplanmış iyonlar 33
2.6. Antimikrobiyal Aktivite 34
2.6.1. Antimikrobiyal analiz yöntemleri 35
2.6.1.1. Disk difüzyon testleri 35
2.6.1.2. Dilüsyon Testleri 37
3.MATERYAL ve YÖNTEM 38
3.1. Deneylerde Kullanılan Kimyasal Maddeler, Aletler ve Cihazlar 38
3.1.1. Kimyasal Maddeler 38
3.1.2. Aletler ve Cihazlar 39
3.2. Deneysel Kısım 41
3.2.1. Perlit/Kitosan kompozitlerinin sentezi 41

3.2.2. Elektrokinetik Ölçümler 42
3.2.3. Antimikrobiyal Aktivite Testleri 43
4.ARAŞTIRMA BULGULARI VE TARTIŞMA 45
4.1. FTIR Analizi Sonuçları 45
4.2. Termal Analiz (TGA) Sonuçları 47
4.3. SEM ve EDS Analizi Sonuçları 48
4.4. XRD Analizi Sonuçları 53
4.5. Sentezlenen Kompozitlerin Bazı Fiziksel Özelliklerinin Hesaplanması 55
4.6. Elektrokinetik Ölçüm Sonuçları 57
4.6.1. Farklı değerlikli tuzların zeta potansiyeline etkisi 57
4.6.2. Zeta potansiyeli üzerine yüzey aktif maddelerin etkisi 62
4.6.3. Zeta potansiyeli üzerine Sıcaklığın etkisi 66
4.7. Antimikrobiyal Aktivitelerin İncelenmesi 67
5. SONUÇ VE ÖNERİLER 70
KAYNAKLAR 72
ÖZGEÇMİŞ 79

ÖZET

Yüksek Lisans Tezi

PERLİT / KİTOSAN KOMPOZİTLERİNİN SENTEZİ, KARAKTERİZASYONU, ELEKTROKİNETİK VE ANTİMİKROBİYAL ÖZELLİKLERİNİN İNCELENMESİ

Gökhan KAYA

Süleyman Demirel Üniversitesi
Fen Bilimleri Enstitüsü
Kimya Anabilim Dalı

Danışman: Prof. Dr. Mustafa YAVUZ

II. Danışman: Yrd. Doç. Dr. Mehmet ÇABUK

Bu tez çalışması; 4 aşamada tamamlanmıştır. Birinci aşamada, bir silikat minerali olan genleşmiş perlit (EP) ile bir doğal biyopolimer olan kitosan (CS) kullanılarak, %1 CH_3COOH ortamında EP/CS kompozitlerinin sentezleri gerçekleştirilmiştir. EP/CS kompozitlerinde kitosan oranı (%10, %20, %50) değiştirilerek kompozitler hazırlanmıştır.

İkinci aşama, sentezlenen kompozitlerin karakterizasyonunu oluşturmaktadır. Yapısal özellikleri Fourier Dönüşümlü Kızılötesi Spektroskopisi (FTIR) ile aydınlatılarak kompozit oluşumunu destekleyen pikler gözlenmiştir. Bozunma sıcaklıkları termal gravimetrik analiz (TGA) ile incelenmiştir ve termal kararlılık sıralaması EP>EP/CSC1>EP/CSC2>EP/CSC3>CS olarak değişmektedir. Taramalı elektron mikroskobu-enerji dağılımı spektrometresi (SEM-EDS) ile numunelerin yüzey morfolojileri incelenmiştir. Kompozit yapısının oluştuğu yüzey morfolojisi değişimden ve artan C, N oranlarından belirlenmiştir. X-Işını Kırınımı (XRD) analizleri sentezlenen kompozitlerin amorf yapıda olduğunu göstermiştir. Ayrıca, kompozitlerde kitosan oranı arttırıldıkça iletkenlik ve tanecik boyutu değerlerinde artış, yoğunluk değerlerinde azalma gözlenmiştir.

Bir sonraki aşamada; kompozitlerin zeta(ζ)-potansiyeli üzerine pH, farklı değerlikli tuzlar, yüzey aktif maddeler ve sıcaklık etkileri incelenmiştir. ζ-potansiyeli değerlerinden kompozitlerin kolloidal kararlılık için olması beklenen aralıkta ($+30m \leq \zeta \leq -30mV$) olduğu görülmüştür.

Son aşamada ise: kompozitlerin antimikrobiyal aktivitelerine bakılmıştır. Kompozitlerin hiçbir bakteriye karşı antibakteriyal aktivite göstermediği, bazı mantarlara ise antifungal etki gösterdiği belirlenmiştir.

Anahtar Kelimeler: Perlit, Kitosan, Kompozit, Zeta Potansiyel, Antibakteriyal Aktivite, Antifungal Aktivite.

2016, 79 sayfa

ABSTRACT

M.Sc. Thesis

SYNTHESIS, CHARACTERIZATION AND INVESTIGATION OF ELECTROKINETIC AND ANTIMICROBIAL PROPERTIES OF PERLITE / CHITOSAN COMPOSITES

Gökhan KAYA

Süleyman Demirel University
Graduate School of Natural and Applied Sciences
Department of Chemistry

Supervisor: Prof. Dr. Mustafa YAVUZ

Co-Supervisor: Asst. Prof. Dr. Mehmet ÇABUK

This thesis was completed in 4 stages. In the first stage, the EP/CS composites were synthesized by using expanded perlite (EP), which is a silicate minerals, and chitosan (CS), which is the naturel biopolymer, in %1 CH_3COOH solution. The properties of EP/CS composites were prepared by changing in the ratio of chitosan (%10, %20, %50, w/w).

The second step is the characterization of the synthesized samples. The structural properties of samples were found using Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FTIR) spectrometer peaks were observed that it supported the formation of composites. Decomposition temperatures were investigated by using thermal analysis (TGA) and thermal stabilities of composites showed EP>EP/CSC1>EP/CSC2 >EP/CSC3>CS respectively. Surface morphologies of the samples were investigated by means of scanning electron microscopy- energy dispersion spectrometry (SEM-EDS). Structure of composites were characterized by means of SEM-EDS images and increasing in the rate of C, N. X-ray diffraction (XRD) analysis has shown that the synthesized composites are amorphous. In addition, when the chitosan ratio increased in the composite structure, conductivity and particle size of the composites increased and densities decreased.

In the next stage, electrokinetic properties of composites were examined as a function of pH, various electrolytes, surfactants, and temperature. The zeta potential values of composites were observed in colloidally stable range ($+30m \leq \zeta \leq -30mV$).

Finally, the antimicrobial activities of the composites were examined. While composites had no antibacterial activity against the bacteria, antifungal effect was observed against some fungi.

Keywords: Perlite, Chitosan, Composite, Zeta Potantial, Antibacterial Activity, Antifungal Activity.

2016, 79 pages

TEŞEKKÜR

Çalışmalarım boyunca iyi bir çalışma planı ve ortamı oluşturarak her türlü probleme getirmiş olduğu bakış açısı ile her zaman desteğini hissettiren danışmanım değerli hocam Sayın Prof. Dr. Mustafa YAVUZ'a sonsuz teşekkür ve saygılarımı sunarım.

Tezimin şekillenmesinde bana destek veren, bilgi ve katkılarıyla beni yönlendiren Sayın Yrd. Doç. Dr. Mehmet ÇABUK hocama teşekkür ederim.

Antibakteriyal aktivite analizlerinde yardımlarını esirgemeyen Yrd. Doç. Dr. Yusuf ALAN hocama teşekkür ederim.

Her durumda yardımlarını esirgemeyen, değerli bilgi ve tecrübelerini paylaşan saygıdeğer hocalarım Doç. Dr. Tahir TİLKİ, Yrd. Doç. Dr. Çiğdem KARABACAK ATAY, Dr. Veli ÇAPALI ve her zaman desteğini, yardımlarını esirgemeyen Süleyman Demirel Üniversitesi doktora öğrencisi Tolga Acar YEŞİL'e teşekkürlerimi bir borç bilirim.

Maddi ve manevi olarak desteklerini esirgemeden, tezimin her aşamasında beni yalnız bırakmayıp her zaman yanımda olan aileme ve kız arkadaşıma sevgi ve teşekkürlerimi sunarım.

4479-YL2-15 No'lu proje ile bu tez çalışmasına verdikleri maddi destekten dolayı Süleyman Demirel Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri Yönetim Birimi Başkanlığı'na teşekkür ederim.

Gökhan KAYA
ISPARTA, 2016

ŞEKİLLER DİZİNİ

sayfa

Şekil 2. 1. Polimerizasyon tepkimesi 5
Şekil 2. 2. Zincir yapılarına göre polimerler 6
Şekil 2. 3. a) Kitin b) Kitosan molekül yapısı 11
Şekil 2. 4. Perlite adsorpsiyon özelliği veren gruplar 21
Şekil 2. 5. Adsorplanan madde ile adsorban arasındaki elektrostatik etkileşim 22
Şekil 2. 6. Montmorillonit kilinin yapısı 24
Şekil 2. 7. Kil taneciklerle takviye edilmiş polimerik kompozit yapı 25
Şekil 2. 8. Polimerik nanokompozitlerin çeşitli kullanım alanları 27
Şekil 2. 9. Elektriksel çift tabakanın şematik gösterimi 29
Şekil 2. 10. Zeta potansiyelinin pH ile değişiminin şematik gösterimi 32
Şekil 2. 11. Disk difüzyon testinde farklı aktivitelere sahip olan örneklerin oluşturduğu zon çapları 36
Şekil 3. 1. Dört nokta tekniği ile iletkenlik ölçümünün şematik görünüşü 41
Şekil 3. 2. Perlit/kitosan kompozitlerinin sentez aşamalarına ait görüntüler; (a) Sentez, (b) Yıkama, (c), (d), (e) Çökme, (f) Süzme, (g) Sentezlenen Kompozit 42
Şekil 4. 1. EP, EP/CSC1, EP/CSC2 ve EP/CSC3'e ait FTIR spektrumu 45
Şekil 4. 2. CS'ye ait FTIR spektrumu 46
Şekil 4. 3. EP, EP/CSC1, EP/CSC2, EP/CSC3 ve CS'ye ait TGA grafiği 47
Şekil 4. 4. (a) EP, (b) CS, (c) EP/CSC1, (d) EP/CSC2 ve (e) EP/CSC3'e ait SEM görüntüleri 49
Şekil 4. 5. EP/CSC1 kompozitine ait EDS analizi görüntüleri 50
Şekil 4. 6. EP/CSC2 kompozitine ait EDS analizi görüntüleri 51
Şekil 4. 7. EP/CSC3 kompozitine ait EDS analizi görüntüleri 52
Şekil 4. 8. EP'ye ait XRD analizi 53
Şekil 4. 9. CS'ye ait XRD analizi 53
Şekil 4. 10. EP/CSC1 kompozitine ait XRD analizi 54
Şekil 4. 11. EP/CSC2 kompozitine ait XRD analizi 54
Şekil 4. 12. EP/CSC3 kompozitine ait XRD analizi 55
Şekil 4. 13. Tek değerlikli ($1x10^{-3}$ M NaCl) katyonik tuzun zeta potansiyeli üzerine etkisi (c=0,1 g/L) 58
Şekil 4. 14. İki değerlikli ($1x10^{-3}$ M $BaCl_2$) katyonik tuzun zeta potansiyeli üzerine etkisi (c=0,1 g/L) 59
Şekil 4. 15. Üç değerlikli ($1x10^{-3}$ M $AlCl_3$) katyonik tuzun zeta potansiyeli üzerine etkisi (c=0,1 g/L) 60
Şekil 4. 16. Çift değerlikli ($1x10^{-3}$ M Na_2SO_4) anyonik tuzun zeta potansiyeli üzerine etkisi (c=0,1 g/L) 61
Şekil 4. 17. Çift değerlikli (1x10-3 M MgSO4) anyonik ve katyonik tuzun zeta potansiyeli üzerine etkisi (c=0,1 g/L) 62
Şekil 4. 18. Katyonik yüzey aktif maddenin (CTAB) zeta potansiyeli üzerine etkisi (c=0,1 g/L) 63

Şekil 4. 19. Anyonik yüzey aktif maddenin (SDS) zeta potansiyeli üzerine etkisi ... 64
Şekil 4. 20. İyonik olmayan Triton-X yüzey aktif maddesinin zeta potansiyeli üzerine etkisi (c=0,1 g/L) ... 65
Şekil 4. 21. Kompozitlerin zeta potansiyelinin sıcaklık ile değişimi (c=0,1 g/L) ... 66
Şekil 4. 22. (a) EP/CSC2 (b) EP/CSC3'e ait antimikrobiyal aktivite analiz görüntüleri ... 69

ÇİZELGELER DİZİNİ

sayfa

Çizelge 2.1. Bazı polimerlerin ticari üretimlerinin başladığı yıllar 4
Çizelge 2.2. Kitosanın çeşitli organik asitlerde çözünebilirlik durumu 15
Çizelge 2.3. Perlitin fiziksel özellikleri 18
Çizelge 2.4. Perlitin yüzde kimyasal bileşimi 20
Çizelge 4.1. Numunelere ait termal analiaz sonuçları……48
Çizelge 4.2. Sentezlenen kompozitlerin hesaplanan bazı fiziksel değerleri…….....56
Çizelge 4.3. Kompozitlere ait antifungal aktivite sonuçları……...68

SİMGELER VE KISALTMALAR DİZİNİ

$^{\circ}C$	Derece Celcius
ζ	Zeta potansiyeli
ε	Dielektrik sabiti
S	Siemens
T	Sıcaklık
t	Zaman
ρ	Yoğunluk
σ	İletkenlik
n	Mol
+	Çözünebilir
-	Çözünemez
η	Viskozite
κ	Debye-Huckel parametresi
φ	Hacim kesri
d	Pellet kalınlığı
f	Frekans
I	Akım
nm	Nanometre
V	Volt
μm	Mikrometre
μ	Mobilite
mV	Mili volt
CS	Kitosan
EP	Genleşmiş perlit
EP/CSC	Genleşmiş perlit/kitosan kompoziti
E	Elektrik alan
EÇT	Elektriksel Çift Tabaka

DMSO	Dimetil sülfoksit
DD	Deasetilasyon derecesi
CTAB	Setiltrimetilamonyumbromür
YAM	Yüzey aktif madde
IEP	İzoelektrik nokta
SDS	Sodyumdodesilsülfat
T-X	Triton-X
FTIR	Fourier transform infrared spektrometresi
SEM-EDS	Taramalı elektron mikroskobu-enerji dağılımı spektrofotometresi
TGA	Termogravimetrik analiz
XRD	X-ışınları difraktometresi
MİK	Minimum İnhibitör Konsantrasyonu
MBC	Minimum Bakterisidal
CH_3COOH	Asetik asit

1. GİRİŞ

Polimerler, küçük moleküllerin devamlı olarak birbirini takip etmesi sonucu oluşan makro yapılı bileşiklerdir. Yaşantımızın büyük bir parçasını oluşturan eşya ve aletlerin büyük bir kısmı polimerik maddelerden oluşmuştur. Polimerik maddeler fiziksel bakımdan dayanıklı olmaları, mikroorganizmalara ve bakterilere karşı mukavemetleri, hafif, kolay işlenebilme ve ucuz olmaları gibi özelliklerinden dolayı büyük önem taşımaktadır. Ayrıca polimer yerine kullanılan doğal maddelerin, doğal kaynaklarının tükenme tehlikesi de polimerlere yönelimi daha da arttırmıştır (Önses, 2006; Demirtaş, 2007). Günümüzde polimer konusunda çalışan bilim adamlarının ilgi alanı, yeni polimer madde sentezinden ziyade polimerin mekanik, termal dayanıklılığı, çözücülere karşı direncinin artırılması ve endüstride işlenebilme kolaylığının sağlanabilmesi gibi fiziksel ve kimyasal özelliklerinin iyileştirilmesi yönündedir (Demirtaş, 2007). Bu sebeple yapılan çalışmalarda polimerlerin özelliklerini iyileştirmek için yapıya farklı parçacıklar katarak daha üstün özellikli polimerler elde etmeye çalışılmaktadır. En çok kullanılan ilave katkı maddesi tabakalı yapıya sahip kil mineralidir (Tezcan, 2008). Killerin tabakaları arasındaki mesafenin arttırılması başka malzemeler ile etkileşimlerini kolaylaştırmaktadır. Tabakalar arasını açmanın en kolay yolu kilin değişebilir katyonlarını alkil amonyum tuzları ile değiştirmektir. Böylece kile ilave edilen herhangi bir malzeme kilin yüzeyleriyle olduğu kadar tabakalar arasına girerek kilin iç yüzeyi ile de etkileşebilir duruma gelebilecektir (İşçi, 2007). Polimer-kil kompozit malzemelerde, kil mineralinin, %5'ten bile daha az oranla polimer matriksi ile etkileşimi sağlanarak geliştirilmiş yapılı, daha dayanıklı polimer esaslı malzemeler üretilmektedir (Tezcan, 2008; Meneghetti ve Qutubuddin, 2006). Polimer/kil nanokompozitler saf polimerle kıyaslandığında mekanik özellikler, termal stabilite, yanma dayanımı, gaz-bariyer özellikleri, iyonik iletkenlik gibi üstün olan özelliklerinden dolayı büyük ölçüde ilgi toplamıştır (Yalçınkaya, 2008; Jin, 2002).

Doğal biyobozunur polimerler, doğal polimerlere dayanıklılıklarını artırmak için sonradan eklenen birkaç monomerden oluşmaktadır. Geniş ve kompleks bir yapıya sahip olmalarına karşın, göreceli olarak kısa bir süre içinde, yaşayan organizmaların (mikroorganizmalar) aktiviteleri sonucu daha basit ve küçük moleküllere kompleks bir yapıya sahip olmalarına karşın, göreceli olarak kısa bir süre içinde, yaşayan organizmaların (mikroorganizmalar) aktiviteleri sonucu daha basit ve küçük

moleküllere parçalanarak toprağa karışabilen çevre dostu polimerlerdir (Kasırga, 2011).

Günümüzde doğal polimerlerin bir kısmı (kitosan, selüloz, nişasta vb.) hem malzeme bilimi hem de biyoteknoloji alanında modifiye edilerek istenilen kapasite ve hızlarda üretilebilmektedir (Kurita, 2001).

Bu polimerlerin işlenmelerindeki zorluklar, kaynağa göre özelliklerinin önemli ölçüde değişmesi ve çoğu uygulama için fiziksel, mekanik ve kimyasal dayanımlarının yetersiz olması dezavantaj yaratmaktadır. Bu nedenle doğal polimerler kompozit hazırlama, aşı polimerizasyonu, kimyasal oksidasyon ve çeşitli ajanlarla modifiye edilerek son ürün haline getirilebilir (Çabuk, 2012).

Son yıllarda kitosan/kil ile ilgili yapılan çalışmalara bakıldığında; 2013 yılında Çabuk ve arkadaşlarının yapmış oldukları çalışmada, 3 farklı kompoziyon ile biyobozunur kitosan/bentonit kompozitleri katyonik yüzeyaktif madde olan CTAB kullanılarak sentezlenmiştir. Kompozitlerin karakterizasyonu iletkenlik, yoğunluk, tanecik boyutu FTIR, TGA, XRD ve SEM gibi yöntemleri kullanılarak yapılmıştır. Silikon yağı içerisinde hazırlanan süspansiyonların kolloidal kararlılıklarının yoğunluk artışı ile arttığı gözlenmiştir. Elektroreolojik analizine göre elektrik alan varlığında tersinir viskoelastik deformasyon gözlenmiştir (Çabuk vd., 2013).

2009 yılında Swayampakula ve arkadaşlarının yapmış olduğu çalışmada, yeni kitosan kaplı biyosorbent kompozitini hazırlamış ve sulu ortamda ağır metallerin uzaklaştırılmasında kullanmıştır. Günümüz araştırmalarında perlit tanecikleri ile kaplı yeni geliştirilmiş biyosorbent kitosan üzerindeki Cu(II), Ni(II) ve Co(II)'ın denge adsorpsiyon özellikleri incelenmiştir. Bu tanecikler FTIR, XRD ve SEM ile karakterize edilmiştir. Adsorbent miktarı, adsorbentin konsantrasyonu, zaman ve pH etkisi gibi çeşitli bisorpsiyon parametreler incelenmiştir. Denge adsorpsiyon verileri sonucu Freundlich ve Langmuir adsorpsiyon izoterm modelleri ve bu modellerin parametreleri değerlendirilmiş ve yorumlanmıştır. Her iki modelde deney verileri ile uygunluğu görülmüştür. (Swayampakula vd., 2009).

Wang ve Wang (2007) yapmış oldukları çalışmada, kitosan ve montmorillonitin molar oranları kontrol altında tutularak kitosan/montmorillonit nanokompozitleri

hazırlanmıştır. Sonuçlara göre, Kongo kırmızısı boyasının adsorpsiyonunun boya çözeltisinin başlangıç pH'ına, sıcaklığa ve kitosan-montmorillonit molar oranlarına bağlı olduğunu göstermiştir. Adsorpsiyon kinetiği Pseudo-ikinci derece – kinetik modeli doğrulamış ve Langmuir tek tabaka modeline uygunluk göstermiştir. Kitosan/montmorillonit nanokompozit kitosanla kıyaslandığında sulu çözeltide oldukça iyi dağılma özelliğine, daha düşük fiyata ve oldukça yüksek adsorpsiyon kapasitesine sahiptir. Bu nedenle atık sudan Kongo Kırmızısı boyasının taşınmasında etkin bir şekilde kullanılabilir (Wang ve Wang, 2007).

Çalışmamızda, doğal biyobozunur bir polimer olan kitosanın bir kil çeşidi olan perlit ile farklı oranlarda kompozitleri elde edilerek, bu kompozitlerin elektrokinetik, antibakteriyal ve antifungal özelliklerinin incelenmesi amaçlanmıştır. Bu bağlamda çalışma dört aşamada tamamlanmıştır. (i) Perlit ve kitosan için uygun reaksiyon şartları belirlenerek farklı oranlarda perlit/kitosan kompozitlerinin sentezi gerçekleştirilmiştir. (ii) Sentezlenen kompozitlerin karakterizasyonu yapılmıştır. Yapı analizleri FTIR, kristal-amorf özellikleri XRD, yüzey morfolojileri SEM-EDS ve termal özellikleri TGA ile incelenmiştir. İletkenlik ölçümleri için ise, dört nokta tekniği kullanılmıştır. (iii) Elektrokinetik ölçümler yapılmıştır. Elektrokinetik özelliklerde zeta potansiyeli üzerine pH, iyonik şiddet, YAM ve sıcaklığın etkisi incelenmiştir. (iv) Sentezlenen bu kompozitlerin çeşitli bakteri ve mantarlara karşı antibakteriyal ve antifungal etkileri incelenmiştir.

2. KAYNAK ÖZETLERİ

2.1. Polimerler

Çok sayıda molekülün kimyasal bağlarla düzenli bir şekilde bağlanarak oluşturdukları yüksek molekül kütleli bileşiklerdir. Polimerler; hafif, ucuz, mekanik özelikleri çoğu kez yeterli, kolay şekillendirilebilen, değişik amaçlarla kullanıma uygun, dekoratif, kimyasal açıdan inert ve korozyona uğramayan maddelerdir. Bu üstün özeliklerinden dolayı yalnız kimyacıların değil; makine, kimya, tekstil, endüstri ve fizik mühendisliği gibi alanlarda çalışanların da ilgisini çeken materyallerdir. Tıp, biyokimya, biyofizik ve moleküler biyoloji açısından da polimerlerin önemi büyüktür (Saçak, 2004).

1920 yılında Staudinger, bazı madde moleküllerinin diğerlerinden çok daha büyük olduğunu savunmuştur. Bu görüş on yıl sonra, 1930 yılında kabul edilerek polimer sözcüğü bilim dünyasında kullanılmaya başlanmıştır. Bu tarihten itibaren polimer kimyası çok büyük bir hızla gelişmiş ve kimyanın çok önemli bir kolu haline gelmiştir. Bu gelişme sonucunda birçok farklı özelliğe sahip polimerler sentezlenmiş, zamanla seramik ve çelik malzemelerin yerlerini almışlardır. 1980'lerin başında dünyadaki toplam plastik üretimi, toplam çelik üretimini geçmiştir (Saçak, 2005). Çizelge 2.1'de en yaygın kullanılan polimerlerin hangi yıllarda ticari üretime başlandığı görülmektedir.

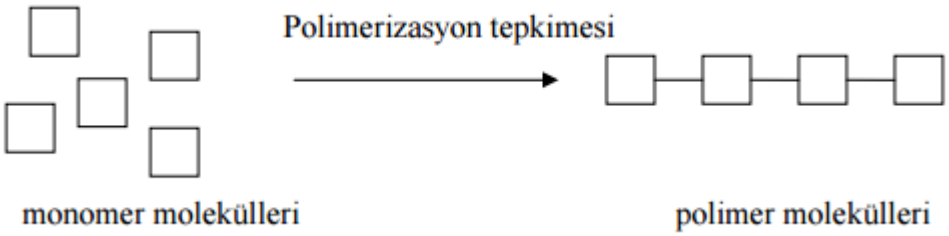
Çizelge 2.1. Bazı polimerlerin ticari üretimlerinin başladığı yıllar (Yalçınkaya, 2008)

Polimer	Yıl
Poli (metil metakrilat)	1935
Poli (vinil asetat) ve poli (vinil bütiral)	1936
Polistiren	1937
Naylon 6-6	1938
Alçak yoğunluklu polietilen	1939
Epoksi reçineleri	1947
Poliester	1950
Yüksek yoğunluklu polietilen, polipropilen	1957
Poliimitler	1965
Aramitler	1971

Gelişen teknolojiyle çok önemli polimerler sentezlenmiştir. Ticari adı Kevlar olan aramitten kurşun geçirmez yelekler, polimetilmetakrilattan ise camdan daha iyi optik özeliklere sahip plakalar üretilmiştir. Bu konuda en yeni gelişme ise son yıllarda hız

kazanan polimer kompozitlerdir. Normal polimerlerin özelikleri, eklenen takviye maddeleriyle çok daha yüksek değerlere çıkabilmektedirler.

Polimerizasyonun iyi anlaşılabilmesi için bazı temel kavramların bilinmesi gerekmektedir. Monomer, birbirlerine kovalent bağlarla bağlanarak büyük moleküller oluşturabilen küçük mol kütleli kimyasal maddeler için kullanılan bir tanımlamadır. Polimer ise, çok sayıda monomerin kovalent bağlarla birbirlerine bağlanarak oluşturduğu büyük molekülün adıdır (Saçak, 2004). Monomer molekülleri Şekil 2.1'de görüldüğü gibi polimerizasyon tepkimeleri üzerinden polimer molekülüne dönüşürler. Bir polimer molekülünde yüzlerce hatta binlerce monomer bulunabilir.



Şekil 2. 1. Polimerizasyon tepkimesi (Saçak, 2004)

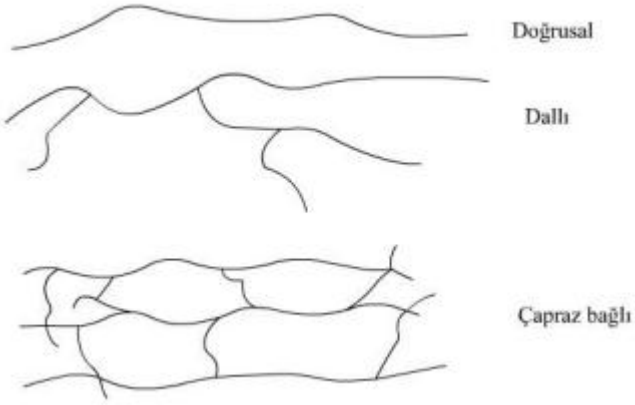
Örneğin;

etilen: $CH_2=CH_2 \rightarrow$ polietilen: $(-CH_2-CH_2-)_n$

vinilklorür: $CH_2=CHCl \rightarrow$ polivinilklorür: $(-CH_2-CHCl-)_n$

stiren: $CH_2=CHPh \rightarrow$ polistiren: $(-CH_2-CHPh-)_n$

Polimerler doğrusal (linear), dallı (branched) ya da çapraz bağlı (crosslinked) polimerler olmak üzere üçe ayrılırlar (Şekil 2.2.). Doğrusal polimerler aynı monomer yapısının sürekli tekrarı sonucu oluşan yapılardır. Dallı polimerler ise ana polimer zincirinin üzerindeki çeşitli merkez noktalarından bazı monomer gruplarının uzaması sonucu oluşurlar. Polimer molekülleri birbirlerine uçlarından bağlanmak yerine ortalarındaki noktalardan bağlanırlarsa o zaman da iç içe bağlı polimerler ortaya çıkar.



Şekil 2. 2. Zincir yapılarına göre polimerler

Uzun zincirler şeklinde bulunan lineer ya da dallanmış zincirlerden oluşan polimer sistemlerine aynı zamanda termoplastik adı da verilmektedir. Yüksek oranda çapraz bağ içeren sistemler ise termoset olarak tanımlanır. Termoplastik bir malzeme sıcaklık artışı ile eriyerek şeklini değiştirebilir ve böylece kalıplara dökülebilmesi olanaklıdır. Oysa yüksek oranda çapraz bağ içeren bir yapının sıcaklık artışı ile böyle bir değişim geçirmesi, zincirlerin hareketli olmayışı nedeniyle, zordur ve sıcaklığın artışı bu tür malzemelerin erimesine değil, malzemenin parçalanmasına neden olur.

Polimerlerin sentezinde değişik kimyasal tepkimelerden yararlanılır ve bu tepkimeler genel işleyiş mekanizmaları açısından; basamaklı (kondensasyon) polimerizasyon ve katılma polimerizasyonu adları verilen iki temel polimerizasyon yöntemi altında toplanırlar (Saçak, 2004).

2.1.1. Polimerizasyon Çeşitleri

2.1.1.1. Katılma (Zincir) Polimerizasyonu

Bu tip polimerizasyonda, monomerler aktif merkezlere tek tek katılarak polimer zincirini oluştururlar. Tepkime boyunca zincir büyümekte olduğu için ortamda yüksek mol kütleli polimer ve tepkimeye girmemiş monomer bulunur.

Katılma tepkimesini başlatmanın iki yolu vardır. Birinde serbest radikallerin ısı, ışık ya da ultrasonikasyon gibi etkilerden yararlanılarak tepkime ortamında oluşturulmalarıyla polimerizasyon gerçekleştirilir. Diğer bir yol ise iyonik karakterli aktif merkezler üzerinden polimerizasyon tepkimesinin başlatılmasıdır.

Zincir polimerizasyonu ile üretilen polimerlerin bazıları şunlardır: polietilen, polistiren, poliakrilonitril ve polipropilen (Alparslan, 2013).

2.1.1.2. Basamaklı (Kondenzasyon) Polimerizasyon

Kondenzasyon tepkimelerinde, fonksiyonel grupları bulunan iki molekül, aralarından küçük bir molekülü ayırarak birleşirler. Genelde tepkimelere giren fonksiyonel gruplar –OH, -NH2, -COOH türü olduğu için tepkime sonunda ortaya çıkan küçük moleküller H2O, HCl ve NH3'tür. Kondenzasyon polimerizasyonu ile üretilen polimerlerin bazıları şunlardır: poliester, poliamit, poliüretan ve polikarbonat (Alparslan, 2013).

2.1.1.3. Serbest Radikal Polimerleşmesi

Bu polimerizasyon türünde çok sayıda doymamış moleküller birleşerek büyük bir molekülü oluştururlar. Bir ya da daha çok sayıda çiftleşmemiş elektron içeren atom ya da atom gruplarına Serbest Radikal denir. Radikaller, pozitif ya da negatif yük taşımamalarına karşın, ortaklanmamış elektron ve tamamlanmayan oktetden dolayı çok etkin taneciklerdir. Radikaller yüksek enerjili, çok etkin kısa ömürlü, izole edilemeyen ara ürünlerdir. Bu proseste her bir makromolekülün meydana gelmesi birkaç basamakta olur. Önce polimerleşme reaksiyonu için kullanılan katalizör uygun bir şartta (ısı veya ışık yardımıyla) serbest radikallere ayrılır. Sonra bunlar monomer molekülleri ile birleşerek onları aktifleştirir. Aktifleşmiş monomer moleküleri, yeni monomer molekülleriyle birleşip, polimer zincirinin büyümesine sebep olur. Makromoleküllerin büyümesinin herhangi bir kademesinde zincirin sonunda serbest radikal uç meydana gelir. Böylece, yüksek moleküllü birleşmelerin meydana gelmesinde son basamak, büyümekte olan polimer zincirinin tamamlanmasıdır (Delibaş, 2008).

2.1.1.4. İyonik Polimerizasyon

İyonik polimerizasyon, zincir büyümesinden artı ya da eksi yüklü aktif merkezlerin sorumlu olduğu katılma polimerizasyon türüdür. Monomer molekülleri zincir uçlarındaki iyonik aktif merkezlere, radikalik polimerizasyona benzer şekilde katılarak polimer molekülünü büyütürler. Aktif merkezler eksi ise anyonik katılma polimerizasyonu, artı ise katyonik katılma polimerizasyonu tanımlamaları kullanılır. Bir monomerin iyonik yöntemle polimerleşip polimerleşmeyeceği, monomer

molekülü üzerinde bulunan yan grubun (R) kimyasal yapısına yakın bir noktadan bağlıdır. Yan grup, siyano ve karbonil gibi elektron çekici özellikte ise C=C bağındaki elektron yoğunluğunu azaltarak anyonik başlatıcıların yapacağı etkiyi kolaylaştırır. Monomer; alkoksi, alkil, 1,1-dialkil, alkenil ve fenil gibi elektron itici yan grup taşıdığında C=C bağındaki elektron yoğunluğunu arttırarak katyonik başlatıcaların etkisini kolaylaştırdığı görülür (Aksüt, 2012).

2.1.2. Polimerlerin Özellikleri

2.1.2.1. Polimerlerde Molekül Ağırlığı ve Polidispersite

Bir polimerin molekül ağırlığı, polimerin elde edilmesinde ve endüstride uygulanmasında büyük önem taşır. Polimerin ağırlığı yapısını oluşturan zincirlerin sayısına ve ağırlığına bağlıdır. Bu nedenle polimerlerde ortalama molekül ağırlığından bahsedilir. Polimerin molekül ağırlığı, ortalama ağırlık (Mw) veya sayısal ortalama (Mn) olarak ifade edilir. Sayısal ortalama ölçümleri, osmotik basınç ve vizkozite ölçümü ile belirlenir. Polimerlerde molekül ağırlığı dağılımı ağırlıkça ortalama molekül ağırlığı/sayıca ortalama molekül ağırlığı (Mw/Mn) oranı kullanılır ve buna polidispersite (heterojenlik indeksi) denilir. Polidispersite indeksi bire eşit olan monodispers polimerler sentetik olarak üretilemez. Polimerlerde molekül ağırlığı tayini, vizkozimetreler, membran, ozmometreler, jel kromatografisi, ışık saçan cihazlar yardımıyla yapılır (Kazancı, 2010).

2.1.2.2. Polimerlerin Çözünürlüğü

Eski bir ifade olan “benzer benzeri çözer” polimerler için de geçerlidir. Örneğin polistiren kendi yapısına yakın olan toluen, etil benzen gibi maddelerde, poli(metil metakrilat) asetonda kolayca çözünür. Bir polimerin bir çözücüde çözünebilmesi için polimer-çözücü etkileşiminin, polimer-polimer etkileşiminden daha güçlü olması gerekir. Böylece polimerin çözünürlüğü artar. Bir polimerik maddenin çözünmesi iki aşamada gerçekleştirilebilen yavaş bir olaydır. Çözücü molekülleri, önce polimer içine yavaş yavaş girerek şişkin bir jel oluşturur. Polimer molekülleri ile çözücü molekülleri arasındaki karşılıklı etkileşmeler kuvvetli ise ikinci aşamada polimer çözücü içerisinde çözünebilir. Yüksek molekül ağırlıklı bir polimerin çözünmesi bazen günler hatta haftalar alabilir. Polimer, bir çözücüde tam çözünüyorsa zincirler açılır ve gevşer oysa

iyi olmayan yani polimerin tam çözünmediği bir çözücüde zincirler açılmamıştır (Kazancı, 2010).

Bir polimerin çözünürlüğüne etki eden başlıca faktörler şunlardır:

a) Zincir uzunluğu arttıkça polimer çözünürlüğü azalır.

b) Kristal bölgeleri fazla olan polimerlerde çözünme zordur.

2.1.2.3. Polimerlerin Termal Özellikleri

Genelde polimerlerde kristal ve amorf bölgeler bir arada bulunmaktadır. Kristal bölgeler malzemeye sertlik ve kırılganlıklık, buna karşılık amorf bölgeler malzemeye tokluk verir. Dolayısıyla malzemenin kristalinite derecesi mekanik özelliklerinde çok önemlidir. Düzenli yapılar ya da linear zincirler kristal oluşumunu kolaylaştırır. Moleküller arası çekim kuvvetleri de kristaliniteyi arttırmaktadır. Polimerlerin termal özellikleri onların erime ve camsı geçiş sıcaklıkları ile tanımlanır. Polimer zincirleri camsı geçiş sıcaklığı Tg nin altında donmuş bir yapıda Tg nin üzerinde ise kauçuksu durumdadır. Bu sıcaklıkları yan gruplar ya da zincirin sertliği belirlemektedir.

Doğrusal bir polimer, yeterince yüksek sıcaklıklarda amorf, kauçuksu bir eriyiktir. Zincirler birbiri içine giren yumak görünümünde olup, bir konformasyondan öbürüne rastgele dönme ve bükünme evinimleri yaparlar.

Yeterince düşük sıcaklıklarda ise aynı polimer sert bir katıdır. Bir polimer soğutulduğu zaman birbirinden büsbütün ayrı iki mekanizma ile katılaşabilir. Bunlardan biri kristallenme, öbürü ise camsılaşmadır. Bazı polimerlerde kristallenme önemli bir olay olduğu halde, bazılarında camsılaşma öne geçer. Bir polimerik maddenin ne tür pratik uygulamaya elverişli olduğu, başlıca Tm (kristal erime noktası) ve Tg (camsı geçiş sıcaklığı) ile belirlenir (Kazancı, 2010).

2.2. Doğal Polimerler

Selüloz, nişasta, kitin ve kitosan başlıca doğal biyobozunur polimerlerdendir. Bu grupta yer alan doğal polimerlerin ilk uygulaması; hayvan bağırsağı, ipek ve patates nişastasının yara iyileşmesinde kullanılmasıyla gerçekleşmiştir. Bu tür polimerler elastomerik davranışları, mükemmel biyouyumlulukları ve oksijen geçirgenlikleri gibi olumlu özellikleri nedeniyle doku yenilenmesi, biyosensör ve ilaç salım sistemleri

başta olmak üzere birçok malzemenin sentezlenmesinde kullanılmaktadır (Çabuk, 2012).

Biyobozunur polimer, doğal yollarla kısa sürede bozunabilen polimerlere verilen isimdir. Biyobozunur malzemeler doğaya bırakıldıklarında mikroorganizmalar tarafından kolaylıkla parçalanırlar böylece çevre kirliliğinin azalmasına önemli ölçüde katkı sağlarlar (Vasant ve Hollinger, 2004). Plastik ve tekstil gibi alanlarda kullanılabilmesi için iletken polimerlerin petrol ürünleri ile birlikte değerlendirilmektedir. Bu yolla sentezlenen malzemeler biyobozunur olmadığı için çevre için ciddi bir tehtit oluşturmaktadır (Petersson ve Oksman, 2006). İnsanların giderek artan şekilde harcamalar yaparak çevreyi korumaya çalıştığı günümüzde doğal içerikli polimerik malzemelerin sentezlenmesi oldukça önemlidir. Yapılan bir çalışmada, selüloz ve anilin kullanılarak hazırlanan biyobozunur kopolimerin elektriksel özellikleri araştırılmıştır (Mo vd., 2009). Doğal polimerler, sahip oldukları işlevsel özellikleri nedeniyle jel yapıcı, bağlayıcı, dağıtma ajanı, kayganlaştırıcı, yapıştırıcı ve biyomalzeme gibi değişik kullanım alanlarına sahiplerdir.

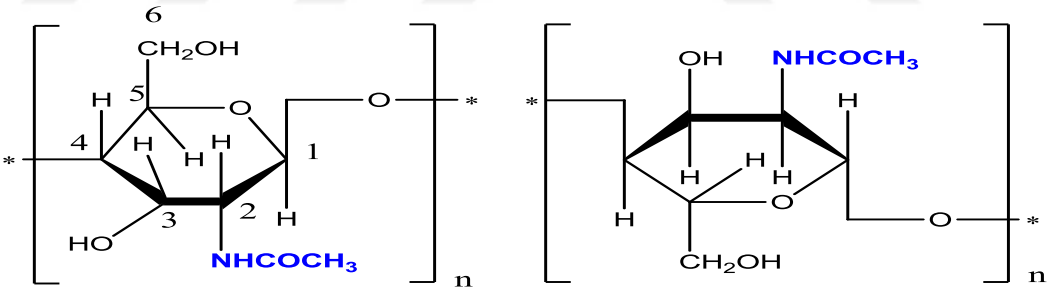
2.2.1. Kitin ve Kitosan

Kitosan, kabuklu hayvanların kabukları, böceklerin iskeletlerinde ve mantarların hücre duvarlarında bulunan kitinin alkali deasetilasyonundan sonra elde edilen asetil glikoz aminin kısmen deasetillenmiş ürünüdür (Berkeley, 1979), p-(l,4)-bağlı 2-deoksi-2-amino-B~ glukopiranoz ünitelerinden oluşan başlıca bir polisakkarittir, Kitosan ve kitin selüloza yakın doğada ikinci çok bulunan doğal biyopolimerlerdir. Kitosan sulu ortamda iyi çözünen çoklu fonksiyonel gruplarından, biyobozunur olmasından, biyouyumlu olmasından, iyi mekanik özelliklerinden dolayı moleküler ayrılma, yiyecek ambalaj filmi, suni deri, su mühendisliği, eczacılık, medikal, biyoteknoloji, kozmetik, tekstil, ziraat ve benzeri birçok alanda incelenmiştir (Kumar, 2000).

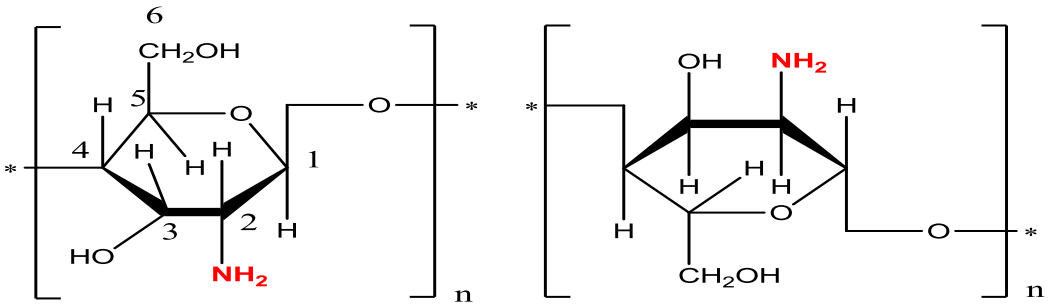
Kitosan, ilk kez 1811 yılında Henri Bracannot tarafından Fransa'da keşfedilmiştir. Bracannot, mantarlarda bulunan kitini sülfürik asitte çözmeye çalışmış ancak başarılı olamamıştır. 1894'de Hoppe-Seyler, kitini potasyum hidroksit içerisinde 180 ºC'de işleme sokmuş (deasetilasyon) ve asetil içeriği azaltılmış bir ürün olan "kitosan"ı elde etmiştir. 1934 yılında kitosandan film üretimi ve lif eldesi konusunda olmak üzere iki patent alınmıştır.

Kitin ve kitosan hakkındaki ilk kapsamlı yayın, 1977 yılında Muzarelli tarafından yapılmıştır. Daha sonra bu konuda çeşitli uluslararası sempozyumlar ve araştırmalar ile devam eden incelemeler günümüze kadar gelmiştir. Bu çok yönlü polimerlerin yeni uygulama alanlarını bulmaya ve uygulamaya yönelik akademik ve endüstriyel araştırmalar halen kapsamlı ve yoğun bir şekilde devam etmektir (Guang, 2002; El-Tahlawy vd., 2005).

Kitin ve kitosan üretimi günümüzde özellikle Oregon, Washington, Virginia, Japonya ve Antartika'daki kabuklu deniz hayvanlarından üretilen konserve endüstrisine bağlı olarak gerçekleştirilmektedir. Bu konuda özellikle Norveç, Meksika ve Şili gibi ülkeler çalışmalar yürütülmektedir. Örneğin "Flonac" ticari adıyla yengeç kabuklarından üretilen kitosan polimerinin 2000 yılı üretimi 1250 ton/yıl civarında olmuştur. Bir kilogramının üretim maliyeti ürün kalitesine ve üretim prosesine bağlı olarak 6 ile 32 USD arasında değişmektedir (El-Tahlawy vd., 2005; Ayhan, 2002; Çalkı ve Kılınç, 2004). Kabuklu su ürünleri artıklarının başta kitin olmak üzere çeşitli ürünlerin eldesi şeklinde değerlendirilmesiyle hem ekonomik açıdan kazanç hem de çevre açısından oldukça büyük yarar sağlanmış olmaktadır.



(a)



(b)

Şekil 2. 3. a) Kitin b) Kitosan molekül yapısı

Şekil 2.3.'te görüldüğü gibi kitinde asetamid (-$NHCOCH_3$), kitosanda ise amin (-NH_2) grubu bulunmaktadır.

Kitosan, her tekrarlayan birimdeki primer (C-6) ve sekonder (C-3) hidroksil grupları ile amin (C-2) grubu olmak üzere toplam üç tane reaktif gruba sahiptir. Bu reaktif gruplar kolayca kimyasal modifikasyona uğrayabilmekte; kitosanın mekaniksel ve fiziksel özellikleri ile çözünürlüğünü değiştirmektedir.

Kitin ve kitosanın moleküler yapıları benzerdir, fakat kimyasal özellikleri önemli derecede birbirinden farklılık göstermektedir. Kitin yapısındaki hidrojen bağları veya hidrofobik etkileşimler nedeniyle kimyasal olarak daha yüksek stabiliteye sahiptir. Kitin, kitosandan daha fazla kristalizasyona sahip olduğundan, çeşitli uygulamalarında daha az reaktiflik göstermesine neden olmaktadır (Guang, 2002). Kitosanın zincir boyunca çok sayıda katyonik kısmının olması; polaritesi ve itme derecesini arttırarak çözünürlüğünü arttırmaktadır. Kitinin çözünürlüğü sınırlıdır. Çözünürlük derecesi kitosanı kitinden ayıran en önemli farklardan biridir. Kitosan; formik asit, asetik asit ve laktik asit gibi birçok sulu asit çözeltisinde çözünebilmektedir. Bununla birlikte kitosanın polikatyonik özelliğe sahip olması; protein, anyonik polisakkaritler (aljinat, karagenan ve pektin), yağ asitleri ve fosfolipidler gibi negatif yüklü olabilen bileşenlerle kolay bir şekilde etkileşime girmesini sağlar.

Kitin, çok miktarda molekül içi ve moleküller arası hidrojen bağlarına sahiptir. Yarı kristalin yapıda bir polimerdir. Kitosan, suda, alkali ve organik çözücülerin çoğunda çözünmez (Shi vd., 2004). Kitosan, katyonik yapısı sayesinde pH<6 ortamında bazı çözeltilerde kolayca çözünebilmektedir. Diğer yandan inorganik asitler içerisinde kitosanın çözünürlüğü oldukça düşüktür.

Kitosanın çözünmesi amacıyla genellikle asetik asit, formik asit ve laktik asit gibi organik asitler kullanılmaktadır. Bunlar arasında en çok kullanılan çözücü asetik asittir. Asidik ortamda -NH_2 gurubu "-NH_3^+" şeklinde bulunmakta ve ortamdaki anyonik gruplarla elektrostatik olarak etkileşime girmektedir. Protonlaşmış durumda katyonik polielektrolit davranışı göstermekte, viskoz çözeltiler oluşturmakta ve zıt yüklü molekül ve yüzeylerle etkileşime girebilmektedir (Demir ve Seventekin, 2009).

2.2.2. Kitosanın Özelliklerine Etki Eden Parametreler

Kitosanın özelliklerine etki eden parametreler; deasetilasyon derecesi, molekül ağırlığı, viskozite, çözünürlük ve renk şeklinde sıralanabilmektedir.

2.2.2.1 Deasetilasyon Derecesi

Kitin ve kitosan arasındaki temel farklılık, yapılarındaki asetil içeriğinden kaynaklanmaktadır. "Deasetilasyon Derecesi (DD)" kitinin yapısında bulunan aminoasetil gruplarından asetil grubunun uzaklaştırılma derecesidir. Böylece geride sadece amin grubu kalmaktadır. Kitosanın deasetilasyon derecesinin, başta çözünme özelliği olmak üzere birçok parametre üzerinde büyük etkisi bulunmaktadır. Kitinin belli derecede deasetillenmesi (%60 ve üzeri) sonucunda "kitosan" elde edilmektedir (Knaul vd., 1989; Gholabzouri vd., 2005).

Deasetilasyon derecesi, deniz kabuklularının cinsine ve üretim yöntemine göre %56-99 arasında değişebilmektedir. Kitosanın kitine göre iki büyük avantajı bulunmaktadır. Bunlardan birincisi kitini çözmek için lityum klorür ve dimetilasetamid gibi toksik özellikte olabilen çözgenler kullanılmasına karşın kitosanın seyreltik asetik asit içinde kolayca çözünebilmesidir. İkinci avantajı ise birçok kimyasal reaksiyon için aktif kısım olan serbest amin gruplarına sahip olmasıdır. Deasetilasyon derecesinin belirlenmesi için ninhidrin testi, lineer potansiyometrik titrasyon, yakın-infrared spektroskopi gibi yöntemler bulunmaktadır. (Knaul, 1989; Gholabzouri vd., 2005).

2.2.2.2. Molekül Ağırlığı

Kitosanın doğal ve sentetik polimerlere uygulamasında önemli olan diğer bir parametre de molekül ağırlığıdır. Kitosanın molekül ağırlığı, elde edildiği kaynağa ve özellikle deasetilasyon koşullarına (sıcaklık, zaman ve NaOH konsantrasyonu) bağlı olarak değişmektedir.

Ortamda bulunan çözünmüş oksijen, kitosanın parçalanmasına neden olmakta ve molekül ağırlığını düşürmektedir. Diğer yandan, çok yüksek sıcaklıklar da kitosanın molekül ağırlığına olumsuz etki etmektedir. Örneğin; 280 ºC ve üzerindeki

sıcaklıklarda kitosan parçalanmaya başlamakta, polimer zinciri kopmakta ve böylece molekül ağırlığı düşmektedir (Agboh ve Qin, 1997).

2.2.2.3. Viskozite

Sıcaklık, viskozite, deasetilasyon ve pH derecesi gibi parametreler kitosanın özelliklerine etki etmektedir. Viskozite, demineralizasyon süresinin artması ile düşmektedir. Yaklaşık 4 ºC'de depolanan kitosan çözeltisinin viskozite açısından en iyi stabiliteyi gösterdiği görülmüştür (Demir ve Seventekin, 2009).

2.2.2.4. Çözünürlük

Kitin, çok miktardaki molekül içi ve moleküller arası hidrojen bağları ile yarı kristalin yapıda bir polimerdir. Bu nedenle seyreltik asitlerde ve birçok organik çözgende çözünememektedir. Kitosan, katyonik yapısı sayesinde pH<6 ortamında bazı çözeltilerde kolayca çözünebilmektedir.

Kitosanın çözünmesi amacıyla genellikle asetik asit, formik asit ve laktik asit gibi organik asitler kullanılmaktadır. Bunlar arasında en çok kullanılan çözgen asetik asittir. Kitosanın çözünürlüğünü etkileyen sıcaklık, çözgen konsantrasyonu ve partikül büyüklüğü gibi birçok parametre bulunmaktadır. Yapılan araştırmalar iyi bir çözünürlük için kitosanın en az %75-80 deasetilasyon derecesine sahip olması gerektiğini göstermiştir (Demir ve Seventekin, 2009).

Asidik ortamda $-NH_2$ grubu $-NH_3^+$ şeklinde bulunmakta ve ortamdaki anyonik gruplarla elektrostatik olarak etkileşime girmektedir. Protonlaşmış durumda katyonik polielektrolit davranışı göstermekte, viskoz çözeltiler oluşturmakta ve zıt yüklü molekül ve yüzeylerle etkileşime girebilmektedir. Kitosanın çözünürlüğü, kimyasal modifikasyonları, film veya lif oluşumu gibi kullanımları açısından da oldukça önemli bir parametredir. Çizelge 2.2'de kitosanın çeşitli organik asitler içinde çözünebilirlik durumu gösterilmiştir.

Çizelge 2.2. Kitosanın çeşitli organik asitlerde çözünebilirlik durumu (Knittel ve Schollmeyer, 1998).

Asitler	**Kitosan Konsantrasyonu**				
	%1	%5	%10	%50	>%50
Asetik	+	+	+		
Sitrik	-	+	+		
Formik	+	+	+	+	+
Laktik	+	+	+		
Malik	+	+	+		
Malonik	+	+	+		
Tartarik	-	-	+		

(+): Çözünebilir, (-): Çözünemez

2.2.2.5. Renk

Kabuklu deniz hayvanlarının yapısındaki pigment, kitin ile kompleks oluşturmaktadır (4-keto ve 3,4,4-diketo-β-keroten türevleri). Toz halindeki kitosan oldukça yumuşak olup rengi açık sarıdan beyaza kadar çeşitli tonlarda değişebilmektedir. Kitinden kitosan eldesi esnasında renk giderilmesi aseton ile ekstraksiyon ve ardından %0,3 NaOCl ile oda sıcaklığında yapılan 5 dakika işlem sonunda gerçekleşmektedir. Çeşitli literatürlerde, renk giderme işlemi için alternatif olarak; $KMnO_4$, $NaHSO_3$, $Na_2S_2O_4$ veya H_2O_2 gibi kimyasalların da kullanılabileceği ifade edilmektedir (Demir ve Seventekin, 2009).

2.2.3. Kitosanın Kullanım Alanları

Kitosan günümüzde tıptan gıdaya, ziraatten kozmetiğe, eczacılıktan atık su arıtımına ve tekstil sektörüne kadar sayısız alanda kullanılabilmektedir. Kitosan çeşitli ülkelerde büyük ölçüde kullanılmasına karşın ülkemizde bu oran daha düşüktür. Tekstil sanayinde de birçok amaç için kullanılmaktadır. Bunlar arasında; antimikrobiyal özellik kazandırması, yünlü kumaşlarda çekmezlik sağlaması, reaktif boyamada tuz miktarını azaltması, pamuğun asit boyarmaddelerle boyanabilirlik kazanması, antistatik özellik kazandırılması, deodorant maddesi olarak kullanılması sayılabilmektedir.

Kitosan, medikal tekstiller alanında oldukça önem kazanmıştır. 1960'ların ortalarından beri Japonya başta olmak üzere pek çok Asya ülkesinde bu konuda çalışmalar yapılmaktadır. Özellikle yara tedavisinde doku sağlanması için kitosan oldukça yaygın bir şekilde kullanılmaktadır. Ayrıca, medikal yapay deri, cerrahi dikiş iplikleri, yapay kan damarları, kontrollü ilaç salımı, kontakt lens yapımı, yara bandı, sargı bezi, kolestrol kontrolü (yağ bağlayıcı), tümör inhibitörü, antifungal, antibakteriyal ve hemostatik etki göstermesi vb. şeklinde sıralanabilmektedir (Montazer ve Afjeh, 2007).

Kitosan, yara iyileşmesini hızlandırmada da oldukça etkin rol oynamaktadır. Başta diyabet hastaları olmak üzere vücuttaki yaraların iyileşme hızı hastalar için büyük önem taşımaktadır. Kitin ve kitosan uzun süredir yara iyileştirme özellikleri bakımından araştırılmış ve olumlu sonuçlar alınmıştır. Kitosan heparin (- yüklü) ile polielektrolit kompleks oluşturma özelliği sayesinde yara tedavisine etkin rol oynamaktadır. Heparin, kanın pıhtılaşmasını önleyen (antikoagülan) bir polisakkariddir. Oluşan bu kompleks ve beraberinde hücre büyüme faktörünün de artmasıyla doku gelişimini desteklemektedir. Suda çözünebilir kitosanı, tavşanların yaralı sırtına yapıştırmış ve yaranın hızla iyileşme gösterdiğini bulmuşlardır (Cho vd., 1999).

Film oluşturabilme özelliği nedeniyle kitosan, yapay böbrek zarı yapımında da kullanım alanı bulmuştur. Bu amaçla, aşı polimerizasyonu ile ve suda çözünebilen polimerler ile modifiye edilmektedir. Kitosan/poli(vinil alkol) (PVA) karışımı membranlar, Miya vd. tarafından araştırılmış ve kitosanın PVA ile oldukça homojen bir karışım oluşturduğu ve karışımın kopma mukavemetinin her bir komponentten daha yüksek olduğu ifade edilmiştir. Modifiye membranlar, geçirgenlik ve uyumluluk açısından oldukça iyi sonuçlar vermiştir.

Özetle kitosan, yukarıda bahsedilen özelliklerinin yanı sıra biyouyumluluğu, antimikrobiyal aktivitesi, diğer materyallerle kompozit oluşturabilmesi, hücresel tutunmaya ve çoğalmaya olanak sağlaması gibi özellikleri sayesinde de kullanım alanı bulmuştur. Kitosan, kullanılacağı yere/dokuya göre mekanik özellikleri güçlendirilebilmektedir (Queen, 2006; Ilgaz vd., 2007).

2.3. Killer

Kil mineralleri, alüminyum hidrosilikat bileşikleri şeklinde tanımlanabilmektedir. Bazı minerallerde, alüminyumun yerini Fe veya Mg alabilmektedir (Güngör, 1981).

Killerin temel bileşenlerini alkali mineraller veya alkali metaller oluşturmaktadır. Bazı killer tek bir kil mineralinden oluşurken, büyük bir kısmı birkaç mineralin karışımı şeklindedir. Bu tanım aşağıdaki gibi formülize edilebilir:

KİL = Ana kil minerali + Diğer kil mineralleri + Eser organik maddeler

Yapılan kimyasal analizler killerin silika, alümina, su, demir, alkali ve toprak alkali metallerin yanı sıra kil minerali olmayan quartz, kalsit, illit ve pirit gibi mineralleri de içerdiğini göstermektedir. Mineral içerikleri ve kimyasal bileşimlerine göre killerin rengi beyaz, gri, pembe, yeşil, mavi ve kahverenginin çeşitli tonlarında olabilmektedir (Worral, 1986).

Kil minerallerini oluşturan taneciklerin ince yapılı olması killere oldukça büyük bir yüzey alanı kazandırmaktadır. Ayrıca kil minerali doğada kolayca ve bol miktarda bulunabilmektedir. Killer bu yönleriyle adsorpsiyon uygulamalarında önemli bir yere sahiptir (Holzheu ve Hoffmann, 2002).

Killer, suyu ve elektriği geçirmezler. Yüksek sıcaklıklara karşı dayanıklılık göstermektedirler. Isıya maruz kaldıklarında yumuşadıklarından elle veya bir alet yardımıyla parçalanmadan şekil değiştirebilmektedir.

Fiziksel ve kimyasal özelliklerinin birbirinden farklı oluşu, kil minerallerine endüstride farklı kullanım alanları yaratmaktadır. Su ve atıksu arıtımı, tuğla üretimi, kauçuk sanayii, ilaç ve yağ sanayii, gübre yapımı, seramik ve malzeme bilimleri, sabun yapımı, boya endüstrisi, petrol rafinerizasyonu ve katalizör olarak kullanımı en yaygın alanlardır (Worral, 1986; Alemdar vd., 2000).

2.3.1. Perlit

Perlit asidik bir volkanik camsı kayaçtır. Perlit ismi bazı perlit tiplerinin kırıldığı zaman inci parlaklığında küçük küreler elde edilmesi nedeni ile inci anlamına gelen perle kelimesinden türetilmiştir.

Perlit, ısıyla genleşme özelliği olan, genleştirildiğinde çok hafif ve gözenekli bir hale geçen bir kayaçtır.

Çeşitli perlit kayaçlarının renkleri ve yapıları birbirinden çok farklı olabilir. Bu bakımdan perliti gözle tanımak oldukça zordur. Ham perlitin rengi saydam açık griden parlak siyaha kadar değişmekte olup, genleştiğinde renk tamamen beyazlaşır. Perlitte en önemli özellik %2 ile %6 oranında değişen içeriğindeki sudur ve bu su perlitin kararlılığını sağlamaktadır (DPT, 2004).

Genleşmiş perlit mükemmel bir termal ve akustik yalıtıcı, ateşe karsı dirençli ve çok düşük ağırlıkta bir materyaldir. Çoğu perlit genellikle %70'den daha fazla silika içeriğine ve adsorban özelliğine sahiptir.

Ham perlitin 0.0 – 2.5 mm'lik aralıklarda kırılıp, değişik aralıklı eleklerden geçirilerek boyutlandırılmasına kırılmış-elenmiş perlit denir. Kırılmış elenmiş perlitin 850 ^{o}C – 1150 ^{o}C deki alev şokunda bünye suyunu kaybederek patlaması sonucunda tane hacminin 10-35 misli kadar büyümesi haline genleştirilmiş perlit denir (Alkan ve Doğan, 2001).

Genleştirilmiş perlit inert ve yanmayan bir madde olup düşük nem absorpsiyon karakteristiklerine sahiptir.

Çizelge 2.3. Perlitin fiziksel özellikleri (USBM Mineral Yearbooks, 1995)

Perlitin Fiziksel Özellikleri	
Tanım	Konkodial, sferidal kırıklı camsı volkanik kayaç
Renk	Beyaz, gri ve tonları, genleşince tümüyle beyaz
Sertlik	5-6
Özgül Ağırlık	2200-2400 kg/m^3
Gevşek Yoğunluk	32-400 kg/m^3
Yumuşama Noktası	871-1093 °C
Ergime Noktası	1260-1343 °C
Özgül Isı	0.2 cal/ g °C
Isı İletkenliği	0,04 W/Mk
Refraktif indeks	1.5
pH	6.5-8
Serbest nem (%)	Maksimum 0.5

2.3.1.1. Teknik Özellikleri

2.3.1.1.1. Gözeneklilik ve Hafiflik

Perlitte emicilik ve yüzeyde adsorpsiyon özelliğinin bulunması gözeneklilik olarak tanımlanmaktadır. Bu özellik perlit taneciklerindeki boşluk hacminin toplam tanecik hacmine oranlanmasının ortalamasıdır. Prefabrik yapı malzemesi ve dolgu malzemelerinde önemlidir. Hafiflik, gözenekliliğin neticesinde ortaya çıkmaktadır (Doğan, 2001).

2.3.1.1.2. Ses, Isı Yalıtıcılık ve Kimyasal İnertlik

Ses ve ısı yalıtıcılık özelliği, gözenekli yapının neticesinde ortaya çıkmaktadır. Perlit, kimyasal reaksiyonlara girmeyen, suda çözünmeyen yapıya sahip ve kararlı kimyasal yapısı olan bir maddedir. Bu yapısından 20 dolayı farklı kimyasal maddelerle birlikte, onların özelliklerini etkilemeden kullanılabilmekte ve fiziksel özellikleriyle de katkıda bulunabilmektedir (Doğan, 2001).

2.3.1.1.3. Yanmazlık

Anorganik bir yapıya sahip perlit, özellikle hafiflik ve yalıtıcılıkta kendisine rekabet edebilecek organik kökenli yapay malzemelere oranla yanmazlık üstünlüğüne sahiptir. Yanmazlık özelliği yanında, yüksek sıcaklıklara uzun süre bozulmadan dayanabilme ve ısı yalıtıcılık özellikleri bulunduğundan, yangında zarar görmesi istenmeyen önemli yapı elemanlarının korunmasında kullanılır (Zincir, 2013).

2.3.1.2. Kimyasal Özellikleri

Farklı türdeki perlitler (genleşmiş-genleşmemiş) ve farklı orjinli perlitler bileşimlerindeki farklılıklar nedeniyle farklı özelliklere sahiptirler. Nitrat, sülfat, fosfor, ağır metal, radyoaktif element ve organik madde içermez. Dolayısıyla kimyasal olarak oldukça saftır.

Çizelge 2.4. Perlitin yüzde kimyasal bileşimi (Elmas, 2014)

Perlit İçerisinde Bulunan Kimyasal Gruplar	% Miktarları
SiO_2	71.0-75.0
Cr	0.0-0.1
Al_2O_3	12.5-18.0
Ba	0.0-0.05
Na_2O_3	2.9-4.0
PbO	0.0-0.03
K_2O	0.5-5.0
CaO	0.5-0.2
Fe_2O_3	0.1-1.5
MgO	0.02-0.5
TiO_2	0.03-0.2
Serbest Silis	0.0-0.2
SO_3	0.0-0.2

Ham perlit agregasının asit ve bazlara karşı dayanıklılığı:

Asitlerde çözünürlük

Hidroflorik asit (sıcak derisik) : %94.94 çözünür.

Hidroklorik asit (1/10'luk sıcak) : %3.32 çözünür.

Hidroklorik asit (1/10 N sıcak) : %2.55 çözünür.

Bazlarda çözünürlük

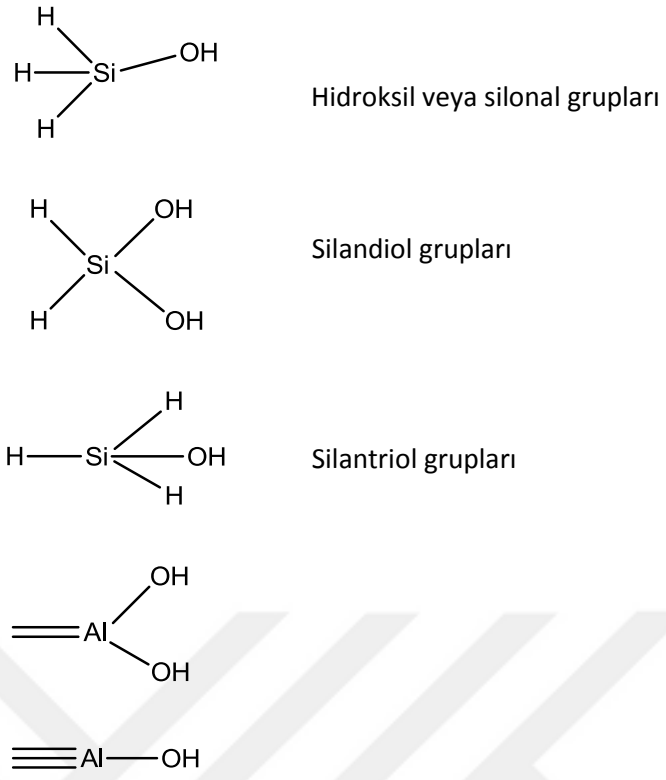
Sodyum hidroksit (doygun sıcak çözelti) : %9.13 çözünür.

Sodyum hidroksit (1 N sıcak) : %8.77 çözünür.

Sodyum hidroksit (0,1 N sıcak) : %2.64 çözünür

2.3.1.3. Perlite adsorpsiyon özelliği veren gruplar

Perlitin adsorpsiyon kapasitesini oluşturan özelliklerinden biri üzerindeki yüzey hidroksil gruplarıdır. Yüzey hidroksil gruplarında, silisyum atomları oksijenle tetrahedral koordinasyonlarını muhafaza etme eğilimi gösterirler.

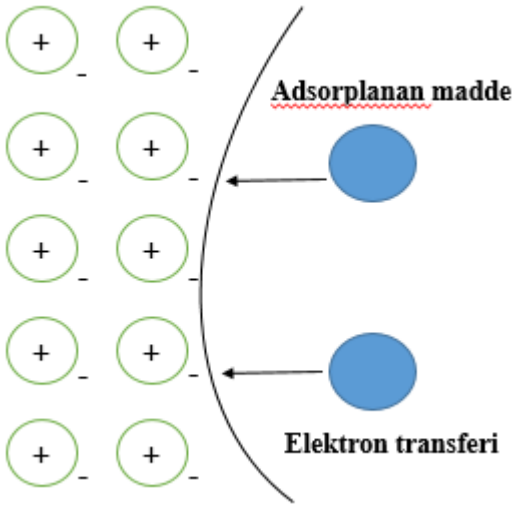


Şekil 2. 4. Perlite adsorpsiyon özelliği veren gruplar (USBM Mineral Yearbooks, 1995)

Tek değerli hidroksil gruplarının eklenmesiyle oda sıcaklığında koordinasyonlarını tamamlarlar ve silanol gruplarını oluştururlar. Farklı türdeki silanol grupları yukarıda gösterilmektedir. Teorik olarak bir silisyum atomunun iki ya da üç hidroksil grubuna bağlanıp silandiol ve silantriol gruplarını vermesi mümkündür. Fakat yüzeyde silantriol gruplarının var olması olanaksızdır (Kawamura vd., 2002). Oksitler üzerindeki yüzey hidroksil gruplarının asidik iyonlaşmasından kaynaklanan negatif yüzey yükü, oksitler üzerine katyonların adsorpsiyonuna sebep olur. Aluminadaki hidroksit yüzey grupları da Şekil 2.4.'te verilmiştir.

2.3.1.4. Perlitin yüzey yüklerine pH'nin etkisi

Perlit yüzeyindeki silanol gruplarının iyonizasyonu perlit üzerine katyonların adsorpsiyonunda önemli bir rol oynar. Perlit örneklerinin negatif yüzey yükünün pH arttıkça arttığı bulunmuştur. pH artışıyla perlit örneklerinin yüzey yük yoğunluğunun değişimi, yüzeydeki silanol gruplarının iyonizasyonunun bir sonucu olabilir (Rodrigues vd., 1998).



Şekil 2. 5. Adsorplanan madde ile adsorban arasındaki elektrostatik etkileşim (Rodrigues vd., 1998)

Perlitin elektrokinetik özelliklerinin incelendiği bir çalışmada perlit örneklerinin sıfır yükü noktasına sahip olmadığı ve zeta potansiyel ve yüzey yükü değerlerinden perlit yüzeyinin geniş bir pH aralığında (2-11) negatif olarak yüklü olduğu belirlenmiştir.

pH değerlerinin artışıyla katyonların perlit üzerine adsorpsiyonunun artış eğilimi göstermesi artı yüklü iyonlarla negatif yüklü yüzey arasındaki elektrostatik etkileşimle açıklanabilir (Elmas, 2014).

2.3.1.5. Kullanım Alanları

Genleştirilmiş perlitin kullanım alanları (inşaatlarda, tarımda, gıda sanayiinde ve dökümcülükte) çok ve çeşitli olup bundaki en önemli etken fiziksel ve kimyasal özelliklerdir. Perlitin en yaygın olarak kullanıldığı alan inşaat sektörüdür. Bu nedenle perlit talebi inşaat alanındaki gelişme ve durgunluklara paralel bir durum arz etmektedir.

Genleşmiş perlit bitki öldürücü ilaç, böcek öldürücü ve kimyasal gübreler için bir taşıyıcı olarak da kullanılmaktadır. Perlit genellikle %70'den daha fazla silika içerdiğinden, adsorpsiyon özelliği de gösterir; kimyasal açıdan inert olduğu için birçok proseste mükemmel bir süzme yardımcı maddesi olarak kullanılmaktadır. Genleşmiş perlit boyada, cilalamada, plastiklerde, reçinelerde ve kauçuklarda dolgu maddesi olarak ve kimyasal reaksiyonlarda katalizör olarak kullanılmaktadır.

Kullanılan perlitin özellikleri, kullanım alanlarındaki potansiyelini teknik olarak tanımlama olanağını vermektedir. Bu noktadan hareketle, perlitin yalıtım malzemesi, dolgu maddesi, kimyasal madde, taşıyıcı olarak tüketilebilmesi için hafiflik, yanmazlık, gözeneklilik, kimyasal pasiflik gibi özelliklerinin hangi tatbik alanında gerekli olduğunun bilinmesini gerekli kılmaktadır (Elmas, 2014).

2.4. Kompozit Malzemeler

Kompozit malzemeler, birbirinden ayrı iki ya da daha fazla malzemenin makro seviyede bir araya gelmesiyle oluşturulan ve meydana geldiği malzemelerden farklı özellikler gösteren yeni tür malzemelere denir. Kompozitlerin, bileşiklerden ve alaşımlardan farkı, yapıyı oluşturan bileşenlerin birbirleri içerisinde çözünmemeleri, kimyasal reaksiyona girmemeleridir. Kompozit malzemeler genellikle taşıyıcı görev yapan "bağlı faz (takviye malzemesi-reinforcement)" ve bunların etrafını sarıp bir arada tutmaya ve desteklemeye yarayan "matris faz" olmak üzere iki grup maddeden oluşur ve matris ve takviye kısımlarının arasında bir ara faz (interphase) bulunur. Takviye kısmı süreksiz, sert ve daha kuvvetli iken matris kısmı daha az sert, daha zayıf ve süreklidir. Bu iki malzeme grubundan, takviye malzemesi kompozit malzemenin mukavemet ve yük taşıma özelliğini, matris malzeme ise plastik deformasyona geçişte oluşabilecek çatlak ilerlemelerini önleyici rol oynamakta ve kompozit malzemenin kopmasını geciktirmektedir (Morgan, 2005).

Kompozit malzemelerin oluşturulmasındaki amaç kullanılan malzemelerin özelliklerinden faydalanarak kullanım amacına uygun farklı özelliklere sahip güçlü malzemeler elde etmektir. Bu malzemeler makro boyutta birleşerek oluştuklarından mikroskobik boyutta heterojen ancak makroskobik boyutta homojen bir malzeme gibi davranmaktadır. Bu maddeler birbirlerinden farklı fiziksel özelliklere sahiptir ve bir araya getirilmeleri ile oluşan kompozit malzeme her ikisinden farklı özelliklere sahiptir.

2.4.1. Kompozit Malzemelerin Üstünlükleri

- Yüksek dayanıklılık/yoğunluk oranı
- Yüksek modülüs/ağırlık oranı

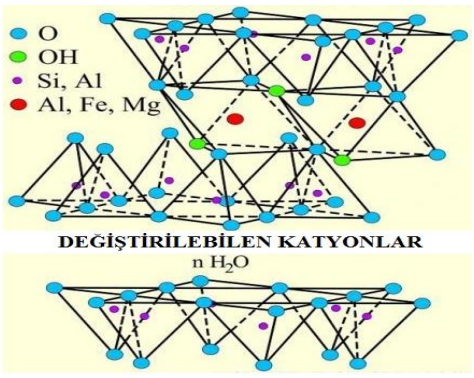
- Kimyasallara, korozyona ve hava şartlarına dayanıklılık
- Farklı mekanik özellikler elde etmek için farklı katmanlarda ve farklı kombinasyonlarla yeni malzeme inşa edebilme
- Karmaşık parçaların tek olarak üretilebilmesi sayesinde parça sayısının böylelikle üretim süresinin kısalması
- Uzun yorulma ömrü
- Düşük ısıl genleşme katsayısı

2.4.2. Kil-Polimer Kompozitleri

Kil kullanımının bazı avantajları vardır. Bunlar;

- Yüksek iyon değişim kapasitesi,
- Yüksek yüzey alanı/hacim oranı,
- Kolay işlenebilirlik,
- Düşük maliyet şeklindedir.

En önemli kil yapılarından biri olan Montmorillonit, smektit kil grubuna ait özel bir kildir. Tabakalı bir yapıya sahiptir. Her bir tabaka tetrahedral ve oktahedral örgülerden oluşur. Örgüler arasında bulunan iyonlar farklı dizilimde bulunduklarında tabakada negatif yük fazlalığı oluşur. Bu yükü dengelemek için tabakalar arasında $Ca^{2+,}$ Na^{+} gibi katyonlar bulunur. Killer; bir ucu organofilik, bir ucu hidrofilik moleküller ile mevcut katyonlar yer değiştirilerek bazal boşluk arttırılabilmektedir.



Şekil 2. 6. Montmorillonit kilinin yapısı

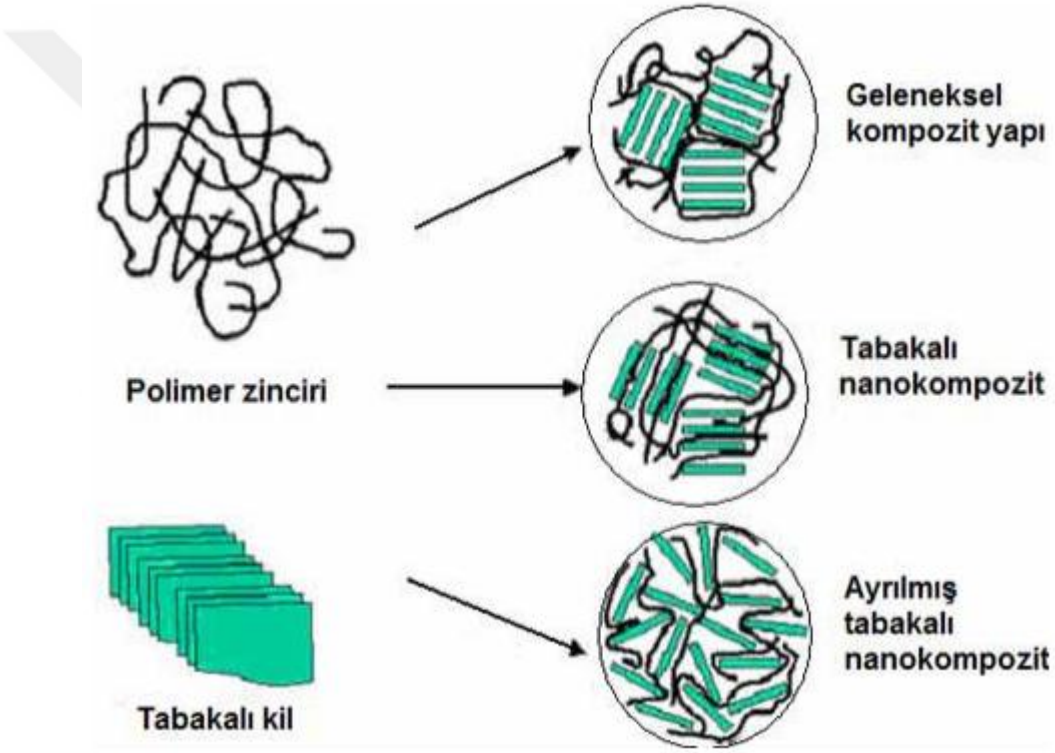
2.4.3. Kil-Polimer Kompozit Çeşitleri

Üç tip yapı oluşturmaktadır;

a-) Geleneksel kompozit yapı: Polimer kil tabakası arasına giremez. Killer yığın halinde bulunur.

b-) Tabakalı nanokompozit: Polimer zincirleri kil tabakaları arasına yerleşmiştir.

c-) Ayrılmış tabakalı nanokompozit: Kil tabakaları birbirinden tamamen ayrılmış ve polimer matriksine dağılmıştır. Polimer/nanokil etkileşimi maksimumdur.



Şekil 2. 7. Kil taneciklerle takviye edilmiş polimerik kompozit yapı (Alparslan, 2013)

2.4.4. Nanokompozit Malzemeler

Fazlarından birinin en az bir boyutu 100 nm' nin altında olan çok fazlı malzemelere nanokompozit denir. Nanoparçacıkların ilavesi ile ürünlerde ışığa ve aleve direnç, güçlü mekaniksel ve ısıl performans ile gazlara karşı yüksek bariyer özellikleri sağlanmaktadır. Nanomateryaller bir, iki veya üç boyutlu olabilmektedirler. Tek boyutlu nanomateryaller, çok ince yüzey filmleri veya kaplamaları (2-3nm<100

arasında değişebilmektedir) alanında kullanılabilmektedir. İki boyutlu nanomateryaller, nanolif veya karbon nanotüpleri kapsamaktadır. Havacılık, uzay gemileri, otomobil endüstrisi ve balistik tekstillerde kullanımı için son derece yüksek mukavemete sahip nanokompozit üretiminde kullanılmaktadır. Üç boyutlu yapıdaki nanomateryaller (nanoslika ve nanoalümina gibi) yumuşatma, antimikrobiyal, yağ ve kir iticilik bitim işlemleri, güç tutuşurluk gibi çok geniş bir yelpazede kullanılmaktadır (Yılmazbayhan, 2006).

2.4.4.1. Polimerik Nanokompozitler

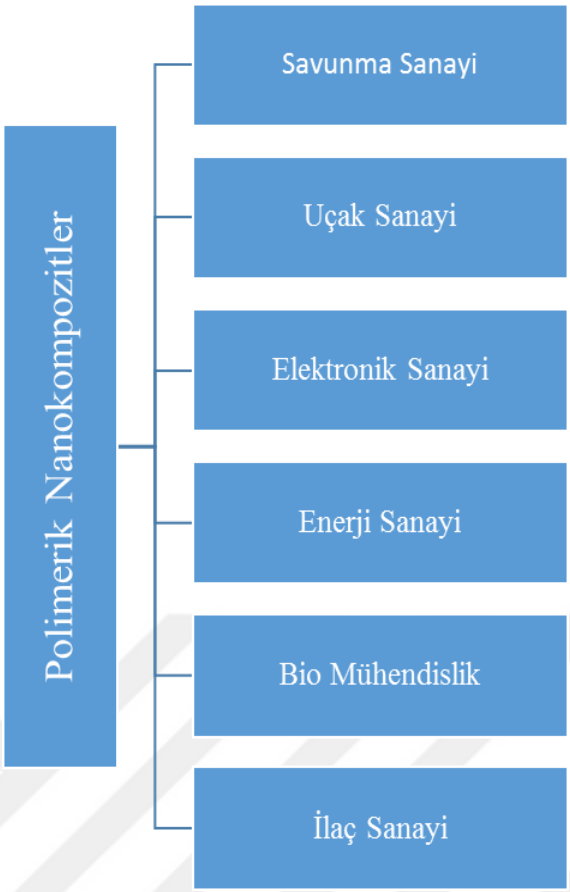
Kompozit malzemelerde polimer esaslı matrislerin yanı sıra metal, seramik türevi malzemeler de matris olarak kullanılmaktadır. Diğer matrislerin kullanılmasına rağmen kompozit malzemelerin %90'ı polimer esaslı matrislerle üretilmektedir (Yılmazbayhan, 2006). Polimerlerin kullanım alanlarının çeşitlenerek artması dolayısıyla kullanımlarının gerektirdiği mekanik, ısıl ve elektriksel özellikleri sağlayan polimerlerin geliştirilmesi ya da mevcut polimerlerin katkı maddeleri ile istenilen özelliklere getirilmesi önem kazanmış ve bu yönde yapılan çalışmalar artmıştır (Tavman ve Turgut, 2006; Swoboda vd., 2008).

Dolgu parçacıklarının nanometrik boyutlarından dolayı nanokompozitler yüksek alan/hacim oranlarına sahiptir ve çok düşük kil yoğunluklarında bile fazlar arası etkileşim alanı çok geniş olduğundan fiziksel ve mekanik özelliklerinde çok önemli artışlar görülebilmektedir.

2.4.4.2. Polimerik Nanokompozitlerin Kullanım Alanları

Günümüzde kaynakları her geçen gün azalan doğal malzemelere alternatif olan polimerler yaygın bir uygulama alanına sahiptirler. Polimerlerin işlenme kolaylığı, mekanik davranışları, esnek yapıları ve düşük yoğunluğa sahip olmaları önemli avantajlarından bazılarıdır. Polimerik nanokompozitlerin kullanıldığı çeşitli alanlar Şekil 2.8'de gösterilmiştir.

Polimerik kompozitler daha çok elektronik elemanlar, otomotiv sanayi, uçak sanayi alanlarında kullanılmaktadır. Örneğin, elektronik elemanlarda kullanılan polimerlerin yüksek ısıl iletkenliğe sahip olmaları istenmektedir, bu yüzden ısıl iletken olan polimerler üzerine çalışmalar yapılmaktadır (Tavman ve Turgut, 2006).



Şekil 2. 8. Polimerik nanokompozitlerin çeşitli kullanım alanları

İlk defa Toyota araştırma laboratuarlarında polimerizasyon ile birleştirilen kil-polimer nanokompozitleri organik ve mineral malzemeler saf polimerlere göre çok daha üstün mekanik ve termal özellikler göstermişlerdir (İşçi, 2007). Yapılan birçok çalışma sonucunda, polimerik nanokompozitler günümüzde otomobillerde kullanılmaya başlanmıştır (dış şasi paneli, vs.). Çok düşük dolgu maddesi içerikli malzemeler de geleneksel talk dolgulu kompozitlere göre 10 kat daha hafif ve 10 kat daha mukavemetli durumdadır. Bu önemli özellik bu malzemeleri otomotiv için çok uygun kılmaktadır (Yılmazbayhan, 2006). İletken polimerlerin yaygın olarak kullanıldığı alanlar; şarj olabilen pil yapımı, elektronik alet (transistör, kapasitör, sensör) yapımı, iyon seçici elektrot yapımı, korozyon önleme, biyokimyasal analizler, foto elektrokimyasal hücreler ve elektroreolojik çalışmalardır (Yurdagül, 2007).

Sağlık sektöründe de yoğun bir şekilde polimerik nanokompozit geliştirme ve kullanımı üzerine araştırmalar yapılmaktadır. N-İzopropil akril amid proteinler, DNA, RNA gibi biyomoleküllerin ayrılması ve saflaştırılması, çeşitli enzimlerin

immobilizasyonu amacıyla da kullanılmaktadır. Ülkemizde nanoteknoloji en çok bu tür akıllı polimer olarak adlandırılabilen polimerleri geliştirme, akıllı moleküllerle tepkime türünü kontrol altında tutma şeklinde gelişmektedir. Bazı araştırıcılar da nano tanecik şeklinde polimerleri hazırlayarak gen tedavisinde kullanılabilmesini hedeflemektedirler (Doğan, 2005).

2.5. Elektrokinetik Özellikler

2.5.1. Elektriksel Çift Tabaka ve Zeta Potansiyeli

Elektriksel Çift Tabaka (EÇT)'nın yapısını açıklamak için farklı modeller geliştirilmiştir. Bu modeller;

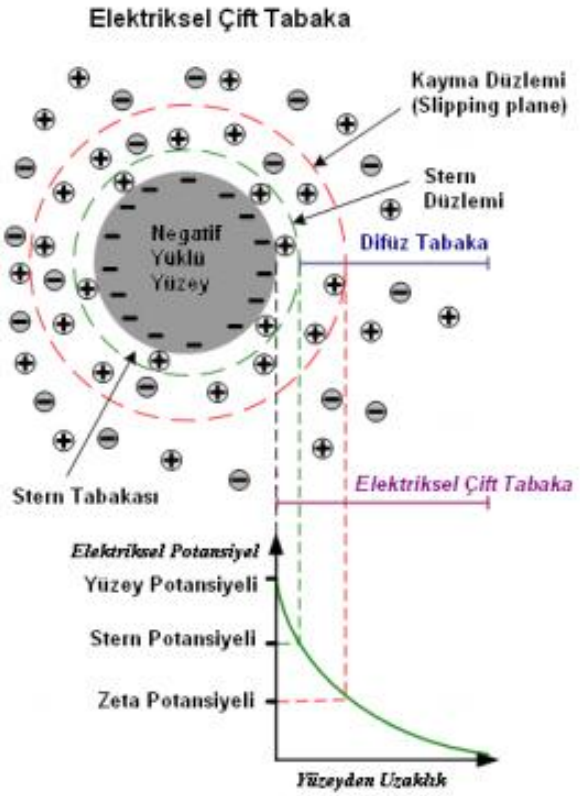
• Helmholtz (1879) Sabit Tabaka Modeli, [Helmholtz Compact Layer Model]

• Gouy (1910)-Chapman (1913) Dağınık Çift Tabaka Modeli [Gouy Chapman Diffuse Double Layer Model]

• Stern (1924) Modeli

• Grahame (1947) Modeli [Stern-Grahame veya Gouy-Chapman- Stern-Grahame Model]

İlk ve en basit kuram 1879 yılında Helmholtz tarafından ortaya konulmuştur. Bu modele göre katı yüzeyi artı ya da eksi yüklü olabilmektedir. Eğer artı yüklü ise çözeltiden eksi yüklü tanecikler, tersine eksi yüklü ise artı yüklü tanecikler katı yüzeyinde tutunarak monomoleküler bir tabaka oluşturmaktadırlar. Katı yüzeyindeki yük tabakası ile çözeltiden gelen ters yüklü taneciklerin oluşturduğu monomoleküler tabaka sistemine elektriksel çift tabaka adı verilmektedir (Sarıkaya, 2000). Elektriksel çift tabaka bir yüzeyin yakınındaki elektriksel potansiyel değişimini açıklar ve çözelti ile temasta olan kolloidal tanecikler ve diğer taneciklerin davranışı hakkında birçok bilgi verir (Çabuk, 2012).



Şekil 2. 9. Elektriksel çift tabakanın şematik gösterimi (Dalgakıran, 2006)

Eğer bir çözelti içinde bulunan katının yüzeyi negatif yüklü ise ortamda bulunan iyonlarla etkileşime girer ve pozitif iyonları çekerken negatif iyonları iter (Şekil 2.9). Katı yüzeyinin hemen dışında, pozitif iyonların yüzeye sıkı bağlı olduğu bir tabaka bulunur. Bu tabakaya Stern tabakası denir. Stern tabakasından sonra bir yayınma (difüz) tabakası vardır ki iyonlar bu tabakada hareket etmektedirler. Yayınma tabakasında öyle hayali bir düzlem mevcuttur ki, bu düzlemin içinde kalan pozitif iyonlar, katı ile birlikte hareket etmeye zorlanırlar, dışında kalanlar ise bağımsız olarak hareket edebilirler. Bir başka ifadeyle, düzlemin ister içinde olsun ister dışında olsun bir iyona hem katı yüzeyinin hem de diğer iyonların etkisi olur. Ancak düzlemin içindeki pozitif iyonların üzerinde negatif yüklü katı yüzeyin çekim kuvveti baskındır ve iyonu kendiyle birlikte harekete zorlar. Düzlemin dışında ise iyon üzerinde diğer iyonların etkisi baskındır ve katı yüzeyi o bölgeden gitse bile iyonu beraber sürükleyemez. Bu hayali düzleme kayma düzlemi (slipping plane) denir. Stern tabakası, kayma düzlemi üzerindeki elektrik potansiyeline de elektrokinetik (zeta, ζ) potansiyeli denir. Kayma düzleminin yeri kesin değil, ancak yaklaşıktır (Dalgakıran, 2006).

Zeta potansiyel matematiksel olarak aşağıdaki gibi hesaplanabilir;

U (mobilite) = Hız / Elektriksel Alan = V / E = (m/s) / (volt/m)

Bu Elektroforetik Mobilite aşağıda verilen eşitlikler ile Zeta Potansiyele çevrilir;

$$\cup = \left(\frac{\zeta . \in r . \in o}{1{,}5 . \eta}\right) \times f(\kappa a) \qquad (2.1)$$

κ a << 1 (Elektrolit derişimi düşük ve a küçük), f (κa) = 1

$$\cup = \left(\frac{\zeta . \in r . \in o}{1{,}5 . \eta}\right) \qquad (2.2)$$

κ a >> 1 (Elektrolit derişimi yüksek ve a büyük), f (κa) = 1.5

$$\cup = \left(\frac{\zeta . \in r . \in o}{\eta}\right) \qquad (2.3)$$

Burada;

f (κα) : Düzeltme faktörü (Elektroforetik Rötar ile ilgili)

ε_r: Ortamın statik dielektrik sabiti veya relatif geçirgenliği (birimsiz)

ε_o: Boşluğun (veya vakumlanmış havanın) geçirgenliği (8.854 x10^{-12} C^2/Jm)

η: Ortamın viskozitesi (Poise) (1 Poise = 0,1 Kg m^{-1} s^{-1})

ζ: Zeta potansiyel (V),

κ : Debye-Huckel Parametresi (1/m),

a: Taneciğin çapı (m)

Bu parametreleri kullanarak zeta potansiyel hesaplanabilir (Gholabzouri vd., 2006). Çok küçük tanecikler için seyreltilmiş solüsyonlar içinde DL(1/k)'nın kalınlığı geniştir, κ a << 1 ve f (κa) = 1'dir. (Huckel Denklemi)

Daha çok derişik solüsyonlar içinde çok büyük taneler için κ a >> 1 ve 1/k küçüktür ve f (κa) = 1.5'tir. (Smoluchowski Denklemi)

2.5.2. Zeta (ζ) Potansiyel Ölçüm Yöntemleri

Zeta potansiyel ölçümleri, ince taneli sistemlerde birçok özelliklerin açıklanması için kullanılmaktadır. Zeta potansiyel değeri, sistemdeki katı parçacığa, bu parçacıkların dağıldığı ortama, bu ortamın pH'ına, ortamdaki diğer iyonlara ve iyonların derişimine bağlıdır (Çabuk, 2012).

Zeta potansiyel değeri pozitif, negatif, ya da sıfır olabilir. Belli bir pH değerinde katının yüzey yükü nötr olmaktadır. Zeta potansiyel değerinin sıfır olduğu bu pH'a, sıfır yük noktası ya da izoelektrik nokta (pI_{iep}) denilmektedir (Russel vd., 1995).

Yüzeye iyonların adsorplanması zeta potansiyeli ile doğrudan ilgilidir. Bu nedenle zeta potansiyel verileri adsorpsiyon mekanizmalarını anlamamıza ve açıklamamıza yardımcı olmaktadır. Yüklü bir tanecik ister nano boyutta (<100 nm) ister koloidal boyutta (<1 μm) ve isterse ince boyutta (<100 μm) olsun, bir hücre içerisinde bulunan iletken bir çözelti içerisine konulup bu hücreye de elektrotlar yardımıyla bir elektriksel alan uygulandığında tanecikler kendi yükünün ters işaretindeki elektrota doğru hareket edecektir. Bu hareketin hızı ise taneciğin zeta potansiyeli ile doğru orantılıdır. Yani taneciğin zeta potansiyeli ne kadar yüksek ise taneciğin hareket hızı da o oranda yüksek olacaktır.

Polipirol ve polianilin içeren kompozitlerin su-metanol karışımında kolloidal kararlılığı araştırılmıştır. Elde edilen zeta potansiyeli değerleri incelendiğinde, izoelektrik nokta gözlenmemiş ve geniş pH aralığında negatif bölgede kalmıştır (Han ve Armes, 2003).

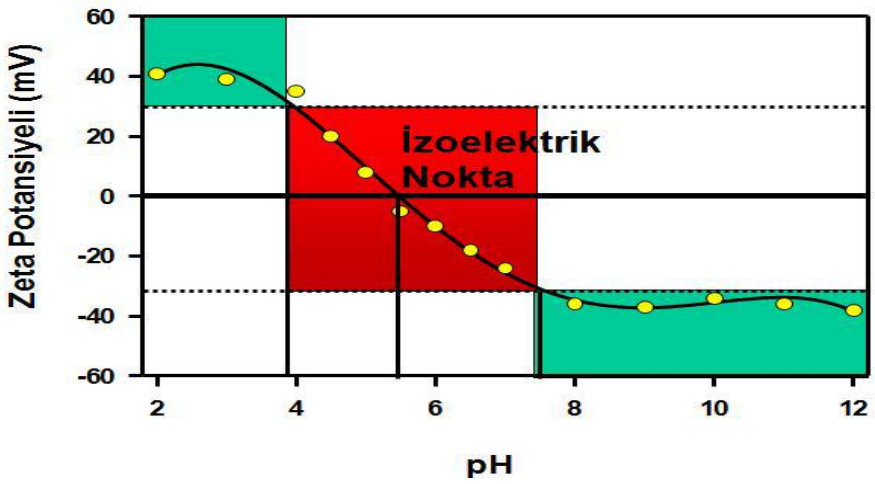
Santander-Ortega vd. (2011), tarafından yapılan çalışmada, yüksek ve düşük molekül ağırlığına ve farklı deasetilasyon derecesine sahip kitosanın, pH=6 ortamında NaCl, $CaCl_2$ ve $MgCl_2$ içeren sulu çözeltilerinde zeta potansiyelinin 28,7–56,8 mV aralığında değiştiği rapor edilmiştir.

2.5.3. Zeta potansiyelini etkileyen faktörler

pH değişiklikleri, iletkenlik (derişim ve/veya tuzun tipi) ve katkı maddesinin derişimindeki değişiklikler (örneğin iyonik sürfaktant, polimer) zeta potansiyelini etkileyen en önemli faktörlerdir. Bir ortamda dağılmış haldeki taneciklerin zeta potansiyelinin yukarıdakilerden herhangi birinin bir fonksiyonu olarak ölçümü, azami kararlılık sağlamak için ürünün formülasyonu veya sistemin flokülasyonu için en uygun koşulları belirlemek için kullanılabilir.

2.5.3.1. pH etkisi

Zeta potansiyelini etkileyen faktörler arasında en önemlisi pH'tır. pH olmadan belirlenen bir zeta potansiyeli değeri anlamsız bir sayıdır. Negatif zeta potansiyeline sahip bir süspansiyon içinde bir tanecik hayal edersek eğer, ortama fazla alkali (baz) ilave edilirse, tanecikler daha fazla negatif yüklenmeye meyillenirler. Asit ilave edilirse, yükün sıfır olacağı bir noktaya ulaşılacaktır. Daha fazla asit ilavesi, pozitif yükün oluşmasına sebep olur. Zeta potansiyelinin pH ile değişim eğrisi, düşük pH'larda pozitif ve yüksek pH'larda negatif zeta potansiyeli değerini gösterecektir (Şekil 2.10.). Eğrinin sıfır zeta potansiyelinden geçtiği bir nokta olabilir ki bu noktaya izoelektrik nokta denir (Han ve Armes, 2003) ve pratik bir bakış açısından çok önemlidir. Bu nokta, normalde koloidal sistemin en az kararlı olduğu noktadır.



Şekil 2. 10. Zeta potansiyelinin pH ile değişiminin şematik gösterimi

2.5.3.2. Potansiyel tayin edici iyonlar, PTİ

Potansiyel Tayin Edici İyonlar, taneciklerin yüzey yükünü meydana getiren ve onların yüzey potansiyelinin veya zeta potansiyelinin işaretini negatiften pozitife veya pozitiften negatife çevirebilen iyonlardır. $BaSO_4$, $CaCO_3$, CaF_2, AgI vb. çözünebilir iyonik katılarda PTİ'lar bu katıları oluşturan kafes iyonlarıdır ki bunlar Ba^{+2}, SO_4^{-2}, Ca^{+2}, CO_3^{-2}, F^-, Ag^+, I^-. Metal oksitler (Al_2O_3, SiO_2, Fe_2O_3, TiO_2 vb.), metal hidroksitler ($Al(OH)_3$, $Fe(OH)_3$, SiOH, $Ni(OH)_2$ vb.), kil mineralleri, bazı hidrofobik mineraller (kömür vb.) ve yapısında karboksil (COOH), hidroksil (OH) ve amin (NH_2) gibi aktif gruplar içeren polimerler (kitosan, kitin, selüloz vb.) için H^+ ve OH^- iyonları potansiyel tayin edici iyondur (Çabuk, 2012).

2.5.3.3. Etkisiz İyonlar

Bu tür iyonlar EÇT'nın Stern tabakası içerisine giremez yani spesifik bir adsorplanma yapamaz ve dolayısıyla taneciğin yüzey yükü işaretini değiştiremezler. Ancak, sadece EÇT'yı bastırmak suretiyle zeta potansiyelini düşürürler. Mesela Alümina taneleri için Na^+, Cl^- ve NO_3^+ iyonları etkisiz iyonlardır. Etkisiz iyonlar genelde tanelerin sıfır yük noktasının tayininde kullanılmaktadır. Zeta Potansiyeli ölçümleri genelde iletken bir sıvı oluşturmak için sabit bir etkisiz tür içeren tuz derişiminde yapılır, örneğin 10^{-3} M NaCl veya KNO_3 olabilir.

2.5.3.4. Özel olarak adsorplanmış iyonlar

Bazı iyonlar tanecik yüzeyine karşı özel bir ilgiye sahip olurlar ve kulombik ve kulombik olmayan kuvvetler yardımıyla stern tabakası içerisine çekilerek yüzeye sıkıca adsorplanırlar. Bu tür iyonlara özel olarak adsorplanmış iyonlar adı verilir. Spesifik adsorpsiyon için gerekli şart iyonların yalın (dehidrate) halde olmaları ve yeterli şart ise tane-iyon arasında (bir tür kimyasal bağı sağlayan) kovalent çekim güçlerinin bulunmasıdır. Genelde anyonlar katyonlara göre daha güçlü özel adsorpsiyon oluştururlar. Anyonların dehidrate iyonik çapı arttıkça özel adsorpsiyonu da artar. (anyon çapı: $F^- < Cl^- < Br^- < I^-$, katyon çapı: $Li^+ < Na^+ < K^+ < Cs^+$) fakat bu durum her zaman ve her yerde geçerli olmayabilir.

Gümüş vd., (2011) tarafından yapılan bir çalışma, Politiyofen(PT)/Boraks iletken kompozitinin sentezi, karakterizasyonu ve koloidal özelliklerinin incelenmesi

üzerinedir. Kompozitin koloidal özelliğinin belirlenmesinde önemli olan zeta potansiyeli üzerine sıcaklık, zaman, pH, çeşitli yüzey aktifler ve elektrolit etkileri 0,1 g/L polimer derişiminde incelenmiş ve elde edilen sonuçlardan, kompozitin zeta potansiyeli üzerine sıcaklığın çok düşük bir etkiye sahip olduğu gözlenmiştir. Kompozitin koloidal kararlılığı (ζ = -66,5 mV) PT homopolimere göre daha yüksek bulunmuştur. Katyonik ve anyonik yüzey aktifler zeta potansiyelde önemli değişmeler gösterirken iyonik olmayan yüzey aktifler etki göstermemiştir. PT/Boraks iletken kompoziti koloidal olarak kararlı bir akıllı malzemedir ve bu kararlılık elektroreolojik özelliklerinin incelenebilmesi için yeterlidir.

2.6. Antimikrobiyal Aktivite

Antimikrobiyal maddeler etkili olabildikleri mikroorganizma cins sayısının az ya da çok oluşuna bağlı olarak, dar ya da geniş spektrumlu şeklinde tanımlanır. En dar spektrumlu maddeler enfeksiyona neden olan mikroorganizma üzerine etkili ve tedavide ideal antimikrobiyal maddeler olarak kabul edilir. Geniş spektrumlu antimikrobiyal maddeler doğal bağışıklıkta önemli rol oynayan ve ekolojik dengeyi sağlayan normal mikroorganizma florasını bozar. Fakat birçok patojenin birlikte etken olduğu enfeksiyonlarda ya da mikrobiyoloji laboratuvarı sonuçlarının beklenemeyeceği acil durumlarda geniş spektrumlu antimikrobiyal maddeler (karbapenemler, kinolonlar, vb.) kullanılır (Akyüz, 2007; Burnaz, 2007).

Bazı bakteri ve mantar türleri tarafından oluşturulan, mikrobisit veya mikrobiyostatik etki gösteren maddelere antibiyotik denir. Mikrobisit maddeler mikroorganizmaları öldürücü, mikrobiyostatik maddeler ise mikroorganizmaların üremesini durdurucu etki gösterirler (Akyüz, 2007; Burnaz, 2007).

1854-1915 yılları arasında Paul Ehrlich, bir arsenik bileşiği olan arsfenamin ile sifilizi, tripan kırmızısı boyası ile Afrika uyku hastalığını tedavi etmeyi başarmıştır. 1927'li yıllarda Almanya'da kimya endüstrisi alanında çalışan Gerhard Domagk ve ekibi, çeşitli boyaların patojen bakterilere etkinliğini ve hayvanlardaki toksik etkisini araştırmaları sırasında, deri boyamada kullanılan prontosil kırmızısı adlı boyanın hayvanlara toksik olmadığını, stafilokok ve streptokoklara etkili olduğunu saptamışlardır ve bu bulgunun 1935 yılında yayınlanmasından bir yıl sonra prontosil

kırmızısının vücutta sülfanilamide dönüştüğü ve antibakteriyel aktiviteyi bu maddenin sağladığı anlaşılmıştır (Akyüz, 2007; Burnaz, 2007).

1929 yılında S. Alexander Fleming tarafından bulunan ve bu yıllarda toksik etkileri nedeniyle kullanım alanına giremeyen penisilin 1940 yılında kullanılır hale Ernest Chain ve Howard Florey tarafından getirilmiştir. Penisilin 2. Dünya Savaşı'nda yara enfeksiyonlu birçok askerin hayatını kurtarmıştır. Son yıllarda antibakteriyel etki alanı daha genişlemiş ve toksik etkisi az olan, mikroorganizmaları öldürücü ya da mikroorganizmaların üremesini durdurucu etki gösteren birçok antibiyotik ve antibiyotiklerle benzer özelliklere sahip olup tümüyle sentetik olan (kimyasal yolla sentez edilen) kemoterapötik maddeler üretilmiştir (Akyüz, 2007; Burnaz, 2007).

2.6.1. Antimikrobiyal analiz yöntemleri

Günümüzde enfeksiyon hastalıkları, enfeksiyon etkeninin duyarlı bulunduğu en uygun antimikrobiyal madde ile tedavi edilir. Bunun için de, o hastalıkta etken mikroorganizmanın antimikrobiyal maddeye karşı gösterdiği duyarlılık deneyi sonuçlarından faydalanılır. Antimikrobiyal aktivite, mikroorganizmalara karşı antimikrobiyal aktivitenin varlığının ve derecesinin belirlenmesiyle tayin edilir (Hacıoğlu 2005). Mikroorganizmaların antimikrobiyal madde duyarlılığı, temelde iki farklı tayin yöntemi ile belirlenebilir (Akyüz, 2007; Burnaz, 2007).

2.6.1.1. Disk difüzyon testleri

Kirby-Bauer testi olarak da bilinen disk difüzyon tekniği (Bauer vd., 1966) rutin olarak yapılan antimikrobiyal duyarlılık testlerinde, katı besiyeri ortamında antimikrobiyal ajanın MİK (Minimum İnhibitör Konsantrasyonu) değerinin saptanması için yaygınca kullanılan bir yöntemdir.

Disk difüzyon testi, duyarlılığı araştırılan organizmanın inoküle edildiği katı besiyeri ortamına, kağıt disklere emdirilmiş antibakteriyel ajanın difüze olması prensibine dayanmaktadır. Antibakteriyel ajanın emdirilmiş olduğu diskler (disk yerine katı besiyerinde kuyucuklarda açılabilir) mikroorganizmaların inoküle (üremenin başlaması) edildiği katı besiyeri ortamına yerleştirilir.



Şekil 2. 11. Disk difüzyon testinde farklı aktivitelere sahip olan örneklerin oluşturduğu zon çapları

Diske emdirilen antibakteriyel ajan belirli bir zaman sonra agar tarafından difüze edilir, bunun sonucunda ajana duyarlı organizmaların üremesi durur ve ajanın etkinliğine bağlı olarak belirli bir zon çapı oluşur. Şekil 2.11'de üremenin olmadığı bölgelerde oluşan zon çapları görülmektedir. Genel olarak zon çapı antimikrobiyal ajanın derişiminin artması ile artar ve bu nitelik toksisite değerinin belirlenmesi için kullanılabilir. MİK değeri antibakteriyel ajan derişiminin doğal logaritmasının inhibisyon bölgesinin karesine karşı çizilen grafiğin kesim noktasından tayin edilir. Denklem (2.4)'deki denklem bu amaç için kullanılır. Burada "x" inhibisyon bölgesinin yarıçapını, "c" derişimi, "D" derişimden bağımsız olduğu varsayılan difüzyon katsayısını ve "t" antibakteriyal ajanın difüze olduğu zaman süresini (inkübasyon süresi) temsil etmektedir (Bonev vd., 2008).

$$\ln(MIC) = \ln(c) - \frac{x^2}{4DT} \tag{2.4}$$

Ancak difüzyon metodu hızlı ve kolay olmasının yanı sıra çok kesin bir değer vermez ve çıkan sonucun yorumlanmasına ihtiyaç duyar. Örneğin bazı antimikrobiyal ajanlar katı besiyeriyle etkileşime girebilir ve bunun sonucu olarak MİK değerinde sapmalar gözlenir. Benzer şekilde iyonik sıvılar da özellikle hidrofobik ya da amfipatik karakter barındıranlar katı besiyeri ile etkileşime girerek sonuçlarda sapmalara neden olabilir. Suda çözünmeyen iyonik sıvıların katı besiyerinde (yaklaşık > %98 su) difüzyonu zor olduğundan, bu yöntemle yapılan antibakteriyel test sonuçları kesin olmayabilir.

2.6.1.2. Dilüsyon Testleri

Dilüsyon yöntemi; antimikrobiyal maddenin sıvı veya katı besiyerlerinde (agarlarda) bir seri halinde seyreltilmesi ve her bir seyreltme ortamına, duyarlılığı belirlenecek bakterinin belirli sayıda hücre içeren süspansiyonundan eşit miktarda ilave edilmesidir. Deney serileri uygun sıcaklıkta (35-37 °C'de) ve bakterinin üremesi için uygun süre (16-20 saat) inkübe edilir (Burnaz, 2007). Antimikrobiyal madde konsantrasyonunun, inhibitör konsantrasyonunun altında olduğu tüplerde süspansiyon bulanıktır. Antimikrobiyal madde konsantrasyonun inhibitör düzeye eşit veya daha yüksek olduğu tüplerde ise buyyon berraktır. Üremeyi baskılayan en düşük madde konsantrasyonu MİK (Minimal İnhibisyon Konsantrasyonu) olarak kabul edilir. Sıvı besiyerinde sulandırma yöntemleri tüpte uygulanıyorsa, makro (tüp dilüsyon), mikrotitrasyon plaklarında küçük hacim kullanılarak uygulanıyorsa, mikrodilüsyon olarak adlandırılır (Hacıoğlu, 2005).

3.MATERYAL ve YÖNTEM

3.1. Deneylerde Kullanılan Kimyasal Maddeler, Aletler ve Cihazlar

3.1.1. Kimyasal Maddeler

Kimyasal Madde	**Molekül Yapısı**	**Temin Edilen Firma**
Asetik Asit	CH_3COOH	Merck
Kitosan	poli-[β-(1,4)-2-amino-2-deoksi-β-D-glukopiranoz]	Sigma
Sodyum Hidroksit	NaOH	Merck
CTAB	$C_{19}H_{42}BrN$	Merck
SDS	$NaC_{12}H_{25}SO_4$	Merck
Dimetilsülfoksit	C_2H_6OS	Merck
Alüminyum klorür	$AlCl_3$	Merck
Sodyum sülfat	Na_2SO_4	Merck
Sodyum klorür	NaCl	Merck
Baryum klorür	$BaCl_2$	Merck
Magnezyum Sülfat	$MgSO_4$	Merck
Triton-X	$C_{14}H_{22}O(C_2H_4O)_n$ (n=9-10)	Merck
Perlit	Silikat (SiO_2, Al_2O_3, Na_2O_3 vb.)	Akper

3.1.2. Aletler ve Cihazlar

Ultrasonik Banyo

Ölçüme başlamadan önce kullanılacak olan çözeltiler ultrasonik banyo kullanılarak dispers edildi.

Vakum etüvü

Sentezlenen kompozitler düşük basınçlara inebilen (150 mbar) Heraeus D–6450 Hanau Model vakum etüvünde kurutuldu.

Manyetik Karıştırıcı

Kompozitler 100-1250 rpm arası karıştırma hızına sahip Heidolph MR3001K model manyetik karıştırıcı üzerinde 300 rpm karıştırma hızıyla sentezlendi.

Terazi

Kompozitleştirme uygulamalarında kullanılan malzemeler 0,0001 g hassaslıkta A&D marka AND G700 model terazide tartıldı.

Öğütme işlemi

Elde edilen kompozitlerin hem tanecik boyutunu küçültmek hem de homojen boyutlu tanecik dağılımı elde etmek amacı ile 0-30 Hz arasında salınım yapabilen Retsch marka MM400 model bilyeli değirmen kullanılarak 20 Hz'de 15 dakika polimerler öğütüldü.

Görünür yoğunluk ölçümleri

Sentezlenen kompozitlerin, belirli basınç altında (0-5 ton/cm^2) sıkıştırılarak 1,3 cm çapında pelletleri hazırlandı. Numunelerin yoğunlukları, kütleleri ve hacimleri belirlenerek hesaplandı. Pelletlerin kalınlıkları dijital kumpas kullanılarak ölçüldü.

Silindirin hacmini veren "$V = \pi r^2 d$" formülünden pelletin hacmi (g/cm^3) hesaplandı. Pelletler tartılarak ağırlıkları (m) belirlendi ve $\rho = m/V$ formülü kullanılarak kompozitlerin yoğunlukları hesaplandı.

Tanecik boyutu ölçümleri

Öğütülerek belirli tanecik boyutuna getirilen kompozitlerin, 25 ˚C ve 0,1 g/L derişimde saf su içerisinde dağıtılarak süspansiyonları hazırlandı. Bu süspansiyondan cihazın hücresine bir miktar örnek alınarak, taneciklerin Lazer Doppler Elektroforez tekniği ile çalışan Malvern Nano-ZS marka zeta-sizer cihazı ile boyutları ölçüldü.

FTIR analizi

Kompozitlerin FTIR spektrumları saf KBr ile pellet hazırlanarak Perkin Elmer model spektrometre kullanılarak 400-4000 cm^{-1} aralığında alındı.

SEM-EDS analizi

Kompozitlerin morfolojik ve yapısal özellikleri Philips XL-30S FEG model taramalı elektron-enerji dağılımı mikroskobu kullanılarak incelendi.

TGA analizi

Kompozitlerin termal kararlılıkları Perkin Elmer Diamond TG/DTA model cihaz kullanılarak incelendi. Termal analizler 25-600 ^{o}C aralığında, 10 ^{o}C/dk tarama hızında N_2 gazı ortamında gerçekleştirildi.

X-ray analizleri

Örneklerin kristal ozellikleri Phillips X'Pert Pro model X-ısınları kırınım cihazı kullanılarak incelendi.

İletkenlik Ölçümleri

Elektriksel iletkenlik, akım yoğunluğunun (J) elektrik alanına (E) oranı şeklinde tanımlanmaktadır (3.1).

$$\sigma = J/E \tag{3.1}$$

Kompozitlerde iletkenlik ölçümü iki veya dört nokta teknikleri kullanılarak yapılmaktadır. İki nokta tekniğinde direnç, örnek üzerindeki iki nokta arasında bir ohm metre kullanılarak ölçülmektedir. Dört nokta tekniğinde ise iki uca belirli potansiyel uygulanırken diğer iki uçtan da akım ölçülür. Bu teknikte Van Der Pauw denklemi kullanılarak iletken polimerlerin iletkenlikleri hesaplanmaktadır (3.2).

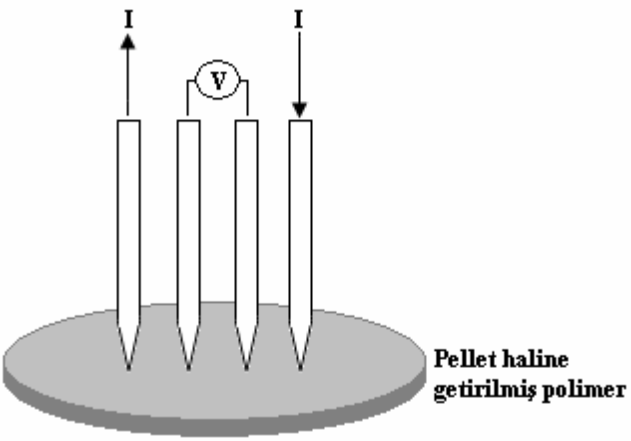
$$\sigma = \frac{ln2}{nxd} x \frac{1}{V} \qquad (3.2)$$

σ: İletkenlik (Scm^{-1})

V: Polimere uygulanan potansiyel (Volt)

I: Pellet içinden geçen akım (Amper)

d: Pellet kalınlığı (cm)



Şekil 3. 1. Dört nokta tekniği ile iletkenlik ölçümünün şematik görünüşü (Erol, 2008)

Sentezlenen kompozitlerin iletkenlik ölçümü için numuneler basınç altında sıkıştırılıp pelletleri hazırlanmış olup PCI-DAS6014 akım kaynağı, voltametre ve sıcaklık kontrolü sağlayan bilgisayar ile 25 ^{O}C sabit sıcaklıkta üç ölçüm alınmıştır. Van Der Pauw denklemine göre iletkenlik hesabı yapılmıştır.

3.2. Deneysel Kısım

3.2.1. Perlit/Kitosan kompozitlerinin sentezi

Öncelikle perlitin ön yıkaması yapılmıştır. Bu işlem için 10 g perlitin üzerine 500 ml saf su ilave edilerek 2 saat boyunca karıştırılmıştır. Çökme tamamlandıktan sonra süzme işlemi gerçekleştirilerek elde edilen yıkanmış perlit saf su ile durulanmıştır ve etüvde 60 ^{o}C sıcaklıkta 2 gün bekletilmiştir. Bu işlemden sonra %2'lik asetik asit çözeltisi, 0,7 M NaOH çözeltisi ve %1'lik kitosan çözeltisi hazırlanmıştır. Perlit/Kitosan kompozitlerini elde etmek için kitosan %1'lik CH_3COOH içinde çözüldü. Daha sonra 5 g perlit 300 ml saf suda orta hızda 2 saat boyunca karıştırılmıştır. %1'lik kitosan çözeltisinden (%10, %20 ve %50 olacak şekilde) perlit üzerine damla damla ilave edilmiştir. 40^{o}C'de 6 saat boyunca karıştırılmıştır. Daha

sonra süspansiyon 0,7 M NaOH ile nötr hale getirilmiştir (pH=7-8). NaOH'in damla damla ilavesi esnasında süspansiyon manyetik karıştırıcı ile karıştırılmıştır. Bu işlem sonrasında çökelme olduğu gözlenmiştir. Oluşan kompozitler süzülüp, saf su ile pH nötr olana kadar yıkanmıştır. Kompozitler daha sonra etüvde 60 ºC'de 2 gün boyunca kurutulmuştur. Sentezlenen %10 (EP/CSC1), %20 (EP/CSC2) ve %50 (EP/CSC3)'lik kitosan içeren Perlit/kitosan kompozitlerinin reasiyon verimleri kütlece sırası ile %88, %88 ve %90 şeklinde hesaplanmıştır.



(a) (b) (c) (d) (e) (f) (g)

Şekil 3. 2. Perlit/kitosan kompozitlerinin sentez aşamalarına ait görüntüler; (a) Sentez, (b) Yıkama, (c), (d), (e) Çökme, (f) Süzme, (g) Sentezlenen Kompozit

3.2.2. Elektrokinetik Ölçümler

Bir süspansiyondaki tanecikler, yüzey yüklerinin büyüklüğüne göre değil, sahip oldukları zeta potansiyel değerlerinin büyüklüğüne göre birbirleri ile etkileşirler. Süspansiyondaki bir katı taneciğin zeta potansiyelini artırmak veya azaltmak, süspansiyon pH'sının, ortamın iyonik şiddetinin, kullanılan yüzey aktif madde tipinin ve miktarının değişmesiyle mümkün olabilmektedir.

Zeta potansiyeli ölçümleri için sentezlenen numunelerden 0,1 g/L olacak şekilde 10^{-3} M NaCl çözeltisi içinde balon jojelere süspansiyonlar hazırlandı. Bu süspansiyonların iyice koloidal duruma gelmesi için yarım saat ultrasonik banyoda (f = 50 Hz) tutuldu.

Ardından, taneciklerin yüzeyinde iyonik dengenin sağlanması için ölçümlere başlamadan önce süspansiyonlar yaklaşık 1,5 saat bekletildi. Dengeli sonuçların alınabilmesi için her seferde balon jojeler iyice çalkalandı. Varsa büyük taneciklerin

çökelmesi için birkaç saniye beklendi ve ölçüm için numuneler balon jojenin tam ortasından pipet kullanılarak alındı.

Elektrokinetik ölçümler, Gazi Üniversitesi Kimya bölümü laboratuvarında yapılmıştır.

3.2.3. Antimikrobiyal Aktivite Testleri

Çalışma esnasında test mikroorganizması olarak *Bacillus subtilis* ATCC 6633, *Staphylococcus aureus* ATCC 25923, *Bacillus megaterium* DSM, *Enterobacter aerogenes* ATCC 13048, *Escherichia coli* ATCC 11229, *Pseudomonas aeroginosa* ATCC 9027, *Klebsiella pneumonia* ATCC 13883 bakterileri ile *Candida albicans* ATCC 10231, *Yarrovia lipolytica* ve *Saccharomyces cerevisiae* mantarları kullanılmıştır. Ayrıca kontrol amaçlı antifungal madde olan Fluconazole (FCA 25) kullanılmıştır.

Kompozitlerin dimetil sülfoksit (DMSO) içerisinde 50 mg/mL olarak hazırlanmış süspansiyonlarının antimikrobiyal aktivitesi, oyuk agar metodu ile belirlenmiştir (Özçelik, 1992). Test mikroorganizmalarını ekiminin yapıldığı kültür ortamlarına steril şartlarda 10 mm çapında oyuklar açılmış, açılan oyuklara 50 mg/mL olan çözeltiden 10, 20, 40 ve 80 µl ilave edilmiştir.

Bakteri ve maya suşları Nutrient Broth (Merck)' a aşılanarak 37±0.1 °C de 18 saat, suşları Sabouraud Dextrose Broth (Merck)'da 24 saat süre ile aktivasyonu sağlanmıştır. Erlenmayer kaplarında sterilize edilen ve 45-50 °C ye kadar soğutulan Mueller Hinton Agar (Merck) ve Sabouraud Dextrose Agar yukarıda belirtildiği şekilde hazırlanan bakteri (10^7-10^8 adet/ ml) ve maya (0.5-2.5x10^6 adet/ml) suşlarının 24 saatlik buyyondaki kültürü ile aşılanarak iyice çalkalandıktan sonra 9.0 cm çapındaki steril petri kutularına steril pipetlerle 15'er mL dağıtılmış ve besiyerinin homojen bir şekilde petri kutusu içinde dağılması sağlanmıştır. Ekimi yapılan bakteri ve maya kültürleri üzerine açılmış oyuklara çözeltiler ilave edilmiştir.

Bu şekilde hazırlanan petri kutuları 4 °C' de 1 saat bekletildikten sonra bakteri ve maya aşılanan plaklar 37±0.1 °C de 18-24±2 saat, maya aşılanan plaklar ise 25±0.1 °C de 24-37 saat süre ile inkübe edilmiştir (David ve McCuen, 1988; Bradshaw, 1992). Süre sonunda besiyeri üzerinde oluşan inhibisyon zonları mm olarak değerlendirilmiştir.

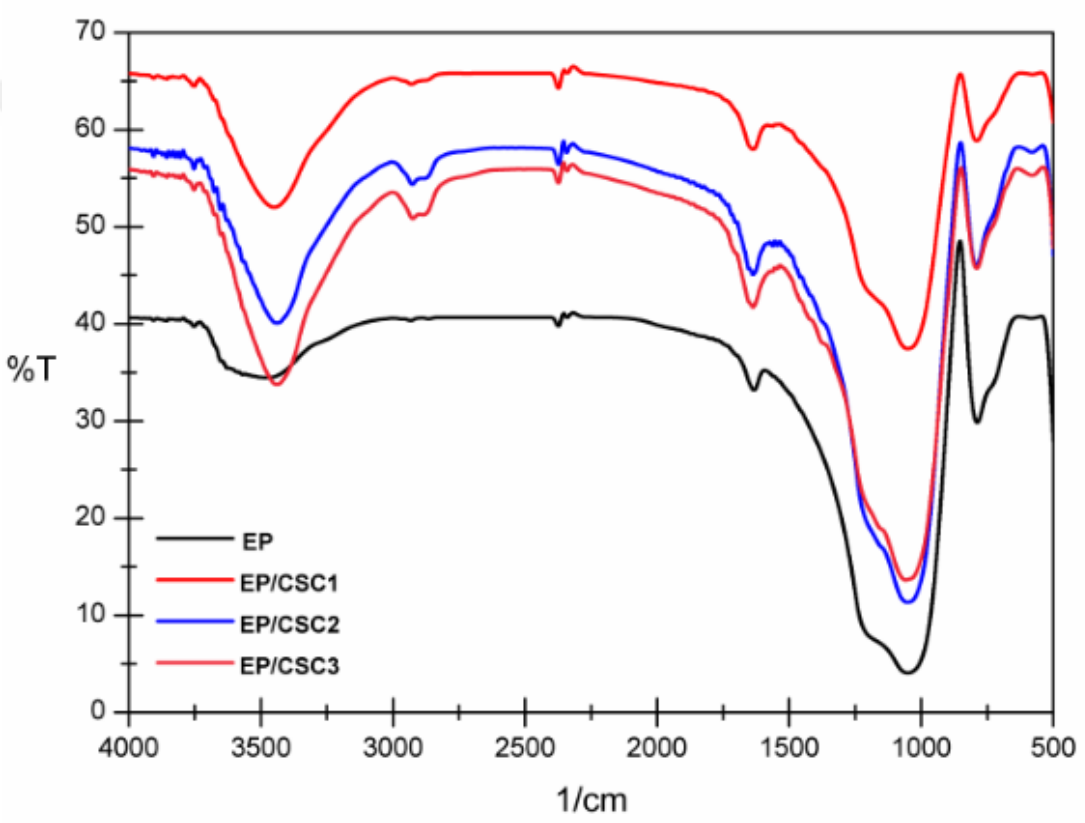
Antimikrobiyal aktivite teslerinin tamamı, Muş Alparslan Üniversitesi Fen Edebiyat Fakültesi Biyoloji bölümü Mikrobiyoloji Laboratuvarı'nda yapılmıştır.

4.ARAŞTIRMA BULGULARI VE TARTIŞMA

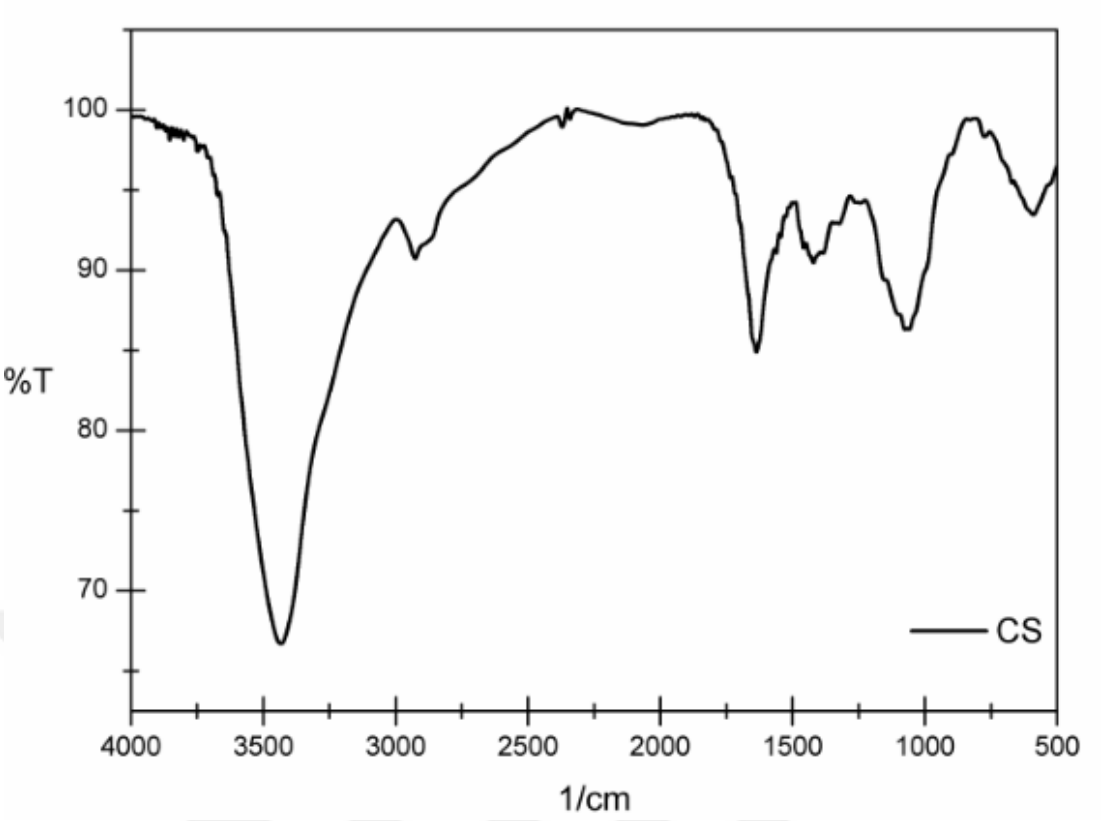
Bu bölümde deneysel kısımda yapılan çalışmalarda elde edilen bulgular yorumlanarak sunulmuştur.

4.1. FTIR Analizi Sonuçları

Sentezlemen kompozitlerin FTIR spektrumları Kompozit/KBr olarak hazırlanan pelletler kullanılarak 4000-500 cm^{-1} dalga sayıları arasında alınmıştır. Elde edilen spektrumlar Şekil 4.1-2'de verilmiştir.



Şekil 4. 1. EP, EP/CSC1, EP/CSC2 ve EP/CSC3'e ait FTIR spektrumu



Şekil 4. 2. CS'ye ait FTIR spektrumu

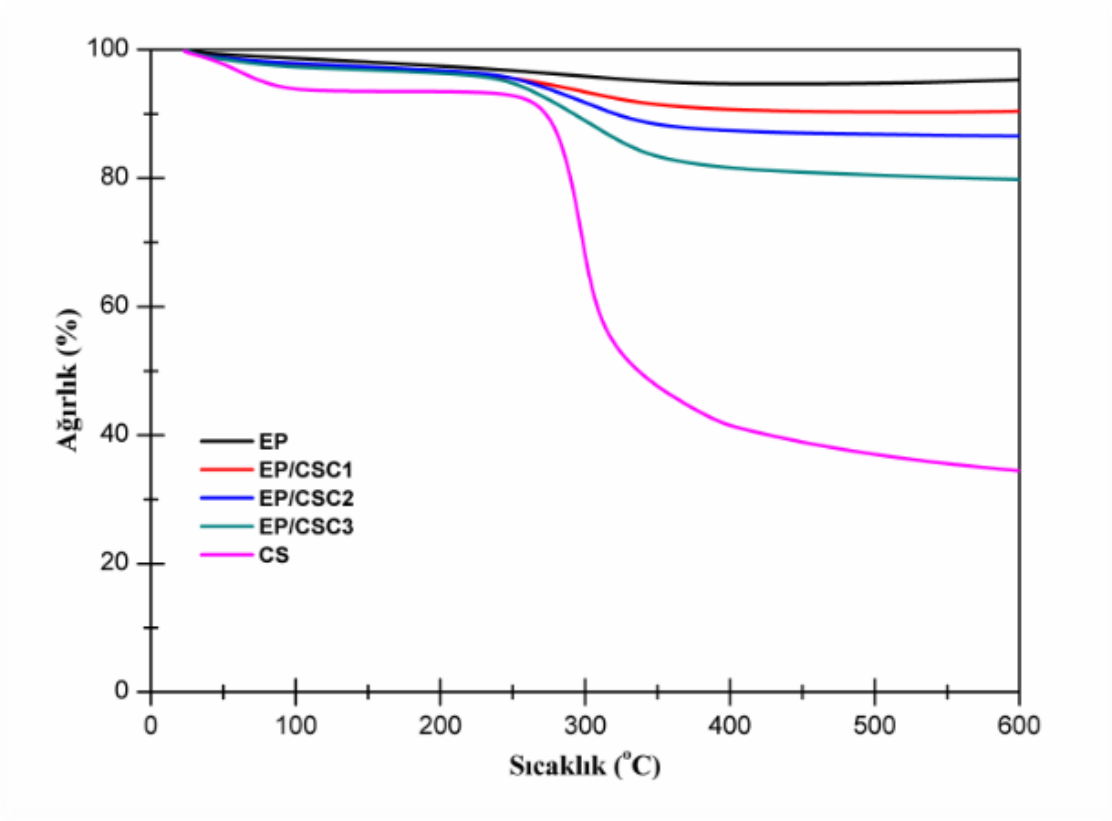
EP, CS, EP/CSC1, EP/CSC2 ve EP/CSC3'e ait FTIR analizi sonucuna göre H-O-H, Si-OH ve Al-OH gruplarının gerilme titreşim bantları 3600-3800 cm^{-1} arasında gözlenmiştir. 1635 cm^{-1} deki spektral bantlar genleşmiş perlit'in silika ya da alümina matrikslerindeki su moleküllerinin eğilme titreşimlerinden kaynaklanmaktadır. 1050, 787 ve 454 cm^{-1} deki bantlar Si-O ve Si-O-Si gruplarının gerilme bantlarına ve genleşmiş perlit'in Si-O grubu ve Al-O-Si grubunun deformasyon bantlarına karşılık gelmektedir. Genleşmiş perlit için FTIR spektrumunda gözlenen pik aralıkları literatürde 2015 yılında yapılan bir çalışma ile elde edilen pik aralıklarıyla uyum içindedir (Nasrollahzadeh vd., 2015).

CS'ye ait spektrumlar incelendiğinde, 3250 - 3500 cm^{-1} arasında gözlenen geniş pik O-H gerilmesi, N-H gerilmesi ve polisakkarit yapısındaki moleküller arası hidrojen bağları, 2950 cm^{-1} alifatik C-H gerilmesi, 1640 cm^{-1} kitosandaki kısmı deasetilasyon sonucu ortamda bulunan kitinden gelen C=O titreşimini göstermektedir (Ko vd., 2007). 1570 cm^{-1} N-H, 1300 cm^{-1} C-H, 1350 cm^{-1} O-H bükülmesine ve 1080 cm^{-1} deki yayvan pik sakkarit yapısına ait C-C gerilmesine ait piklerdir.

Sentezlenen kompozitlerin yapısında da çok az pik kaymaları gözlenmekle birlikte hem kitosanın hem de perlitin varlığı spektrumda görülen karakteristik piklerden anlaşılmaktadır.

4.2. Termal Analiz (TGA) Sonuçları

Sentezlenen yapıların termal kararlılıklarının karşılaştırılması için TGA analizi yapılmıştır. EP, EP/CSC1, EP/CSC2, EP/CSC3 ve CS'a elde edilen termogramlar Şekil 4.3'te verilmiştir.



Şekil 4. 3. EP, EP/CSC1, EP/CSC2, EP/CSC3 ve CS'ye ait TGA grafiği

Termal analizler 25-600 ºC aralığında, 10 ºC/dk tarama hızında N_2 gazı ortamında gerçekleştirilmiştir. EP, EP/CSC1, EP/CSC2, EP/CSC3 ve CS ait numunelerinde görülen 40-100 ºC aralığındaki kütle kaybı perlit yapısındaki adsorblanmış nem, su ve küçük moleküllerin ayrılmasından kaynaklanmaktadır. CS genel olarak bilindiği gibi iki basamaklı bir bozunma sergilemiştir. Meydana gelen bu bozunmalardan ilki suyun uzaklaşması ve diğeri termal olarak bozunmadır (Tiwari ve Singh, 2007). Bu adımlar sırasıyla 40–100°C ve 250–350°C sıcaklık aralığında meydana gelmiştir. Perlit incelendiğinde, 200-500ºC arasındaki kütle kaybı ise perlitin tabaka yapısının

bozukluğundan kaynaklanmaktadır. Kitosanın termal kararlılığının kompozit yapısındaki artan perlit oranı ile birlikte arttığı gözlenmiştir. Sonuç olarak, 600 ^{o}C sonunda kalan madde miktarları değerlendirildiğinde, Perlit'in yaklaşık %6'lık kısmı (Kolvari vd., 2015), EP/CSC1'in %8'i, EP/CSC2'nin %13'ü, EP/CSC3'ün %22'sinin ve kitosanın %67'sinin bozunduğu görülmüştür (EP>EP/CSC1>EP/CSC2>EP/CSC3>CS).

Çizelge 4.1. Numunlere ait termal analiz sonuçları

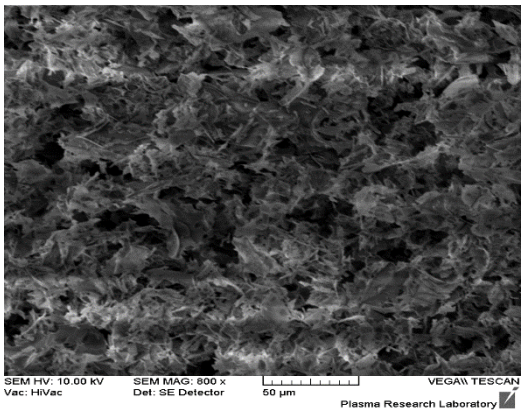
Numune	**T_b**	**T_m**	**T_s**	**600 ^{0}C'de kalan madde miktarı(%)**
CS	98	250	350	33
EP	99	200	250	94
EP/CSC1	99	200	250	92
EP/CSC2	99	200	320	87
EP/CSC3	99	200	330	78

T_b: İlk bozunma sıcaklığı, **T_m**: Maksimum bozunma sıcaklığı, **T_s**: Son bozunma sıcaklığı

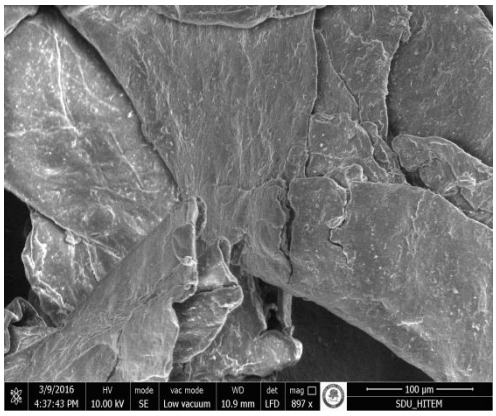
4.3. SEM ve EDS Analizi Sonuçları

Sentezde kullanılan kimyasalların; oluşan kompozitin fiziksel, kimyasal ve elektrokimyasal özelliklerinin yanı sıra polimerin morfolojik özelliklerini de etkilediği bilinmektedir (Cheung vd., 1988).

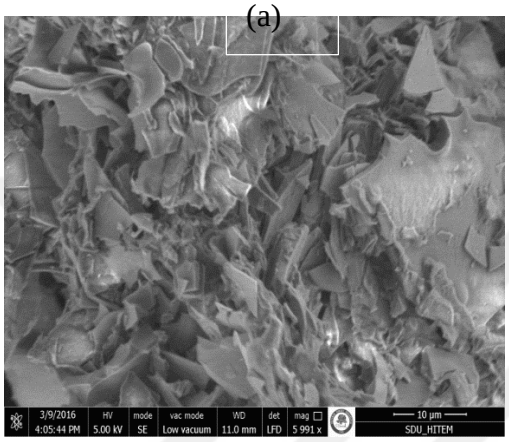
Sentezlenen kompozitlerin morfolojik özellikleri SEM ve enerji dağılımları EDS analizleri ile belirlenmiştir. Şekil 4.4.'de verilen mikrograflar EP, CS, EP/CSC1, EP/CSC2 ve EP/CSC3 yapılarının yüzey morfolojisini göstermektedir.



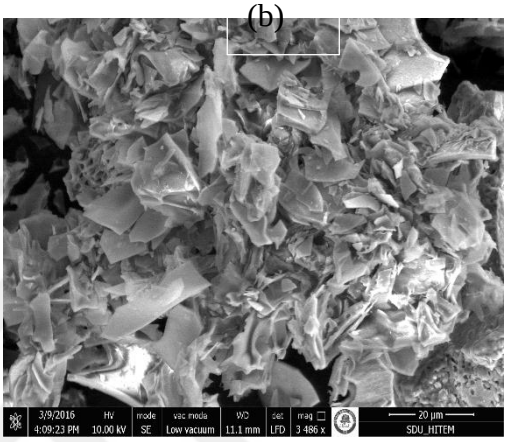
(a)



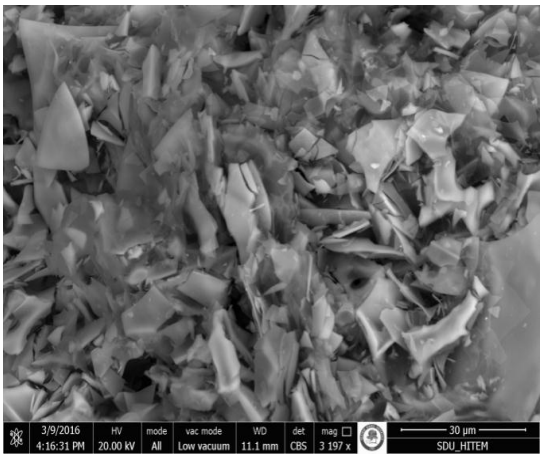
(b)



(c)



(d)

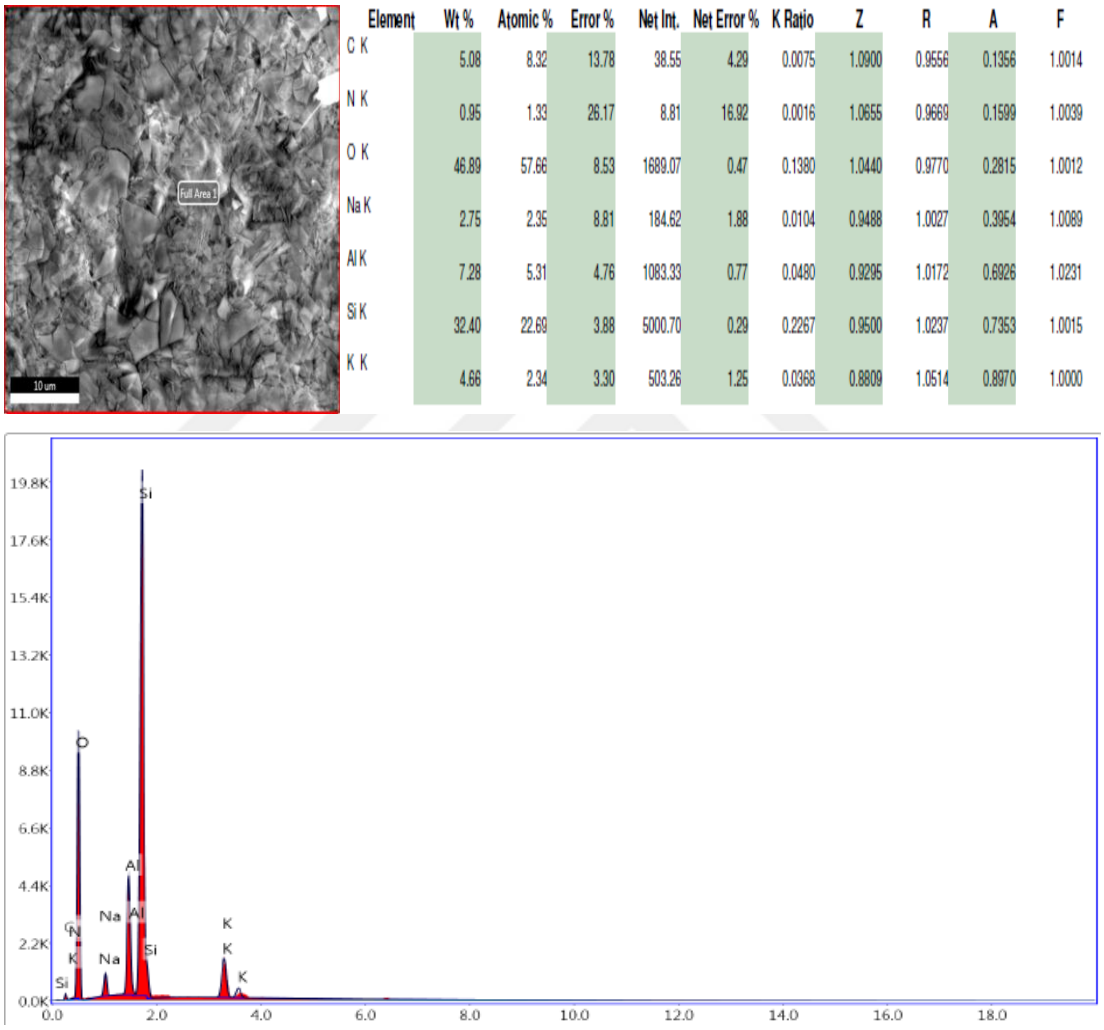


(e)

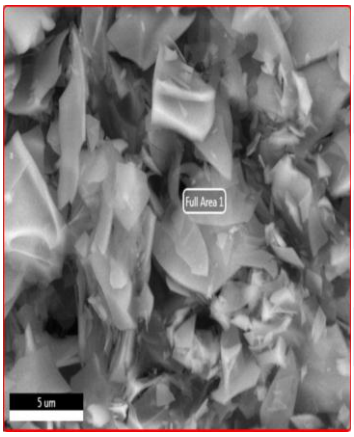
Şekil 4. 4. (a) EP, (b) CS, (c) EP/CSC1, (d) EP/CSC2 ve (e) EP/CSC3'e ait SEM görüntüleri

Genleştirilimiş perlite ait SEM görüntüsünde (*Şekil a*); EP, mikro yapıda gözeneklerden oluşan oldukça gözenekli bir yapıya sahiptir. İrili ufaklı farklı boyutlarda yapılar gözlenmiştir. Kitosan'a ait SEM görüntüsünde (*Şekil b*); yoğun ve

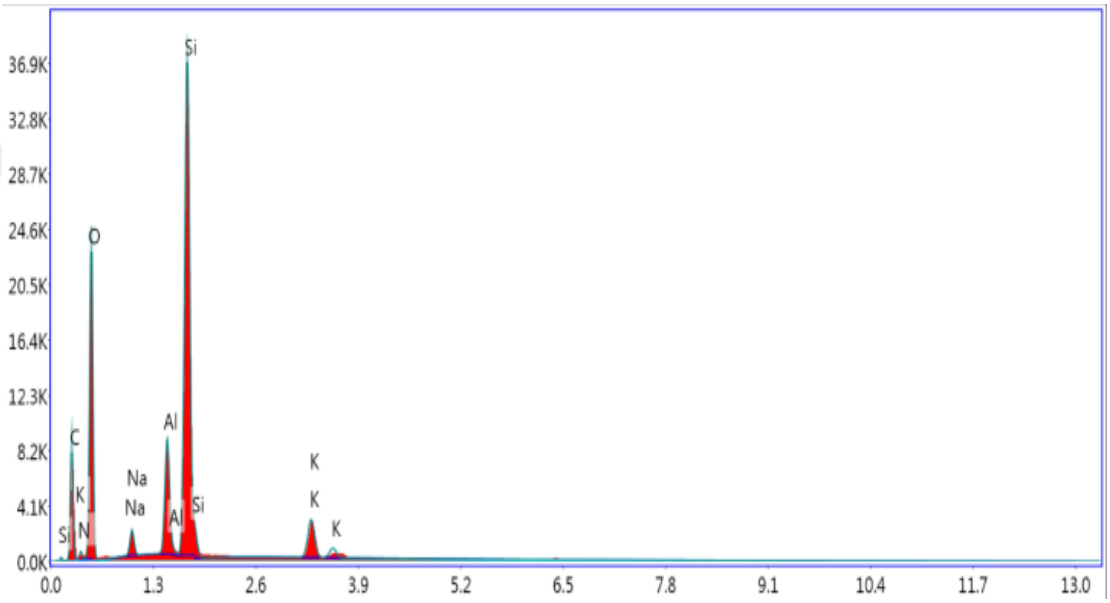
boşluksuz bir yapıdadır. EP/CSC1, EP/CSC2 ve EP/CSC3'e ait SEM görüntülerinde (*Şekil c-e*) ise; iri, gözeneksiz, sıkı istiflenmiş farklı boyutlarda yapılar gözlenmiştir. Kıyaslama yapıldığında ise; kitosan ve perlitin etkileşmesi sonucu kitosanın perlit yüzeyini kapladığı ve daha homojen bir yapıya dönüştürdüğü görülmektedir. Bu sayede yüzey boşluksuz ve daha pürüzsüz hale gelmiştir. EP/CSC1, EP/CSC2 ve EP/CSC3 görüntülerinde de görüldüğü gibi hem perlit hem de kitosanın iç içe geçtiği ve kompozit yapısının oluştuğu söylenebilir.



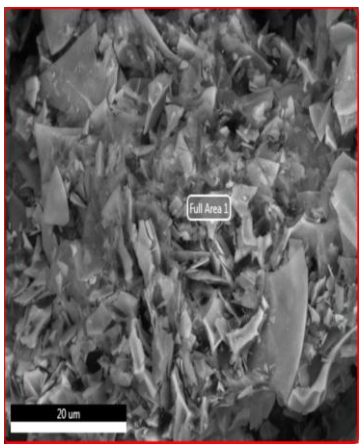
Şekil 4. 5. EP/CSC1 kompozitine ait EDS analizi görüntüleri



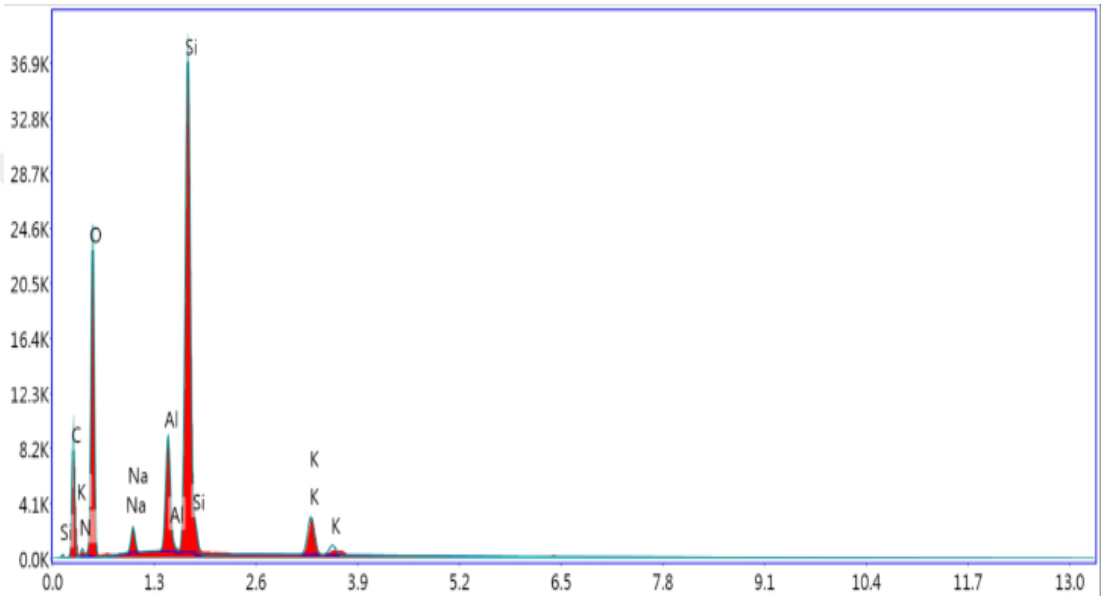
Element	Weight %	Atomic %	Net Int.	Error %	Kratio	Z	R	A	F
C K	28,45	39.51	397.29	9.24	0.07	1.05	0.97	0.22	1
N K	3.44	3.93	26.73	12.60	0.00	1.03	0.98	0.12	1
O K	42.73	42.79	1,219.69	9.11	0.09	1.01	0.99	0.21	1
NaK	1.79	1.25	126.15	8.40	0.01	0.91	1.02	0.39	1
AlK	3.84	2.28	614.62	4.48	0.02	0.9	1.03	0.7	1.01
SiK	16.33	9.32	2,867.13	3.39	0.12	0.92	1.04	0.78	1
K K	2.26	0.93	281.35	2.40	0.02	0.85	1.06	0.96	1



Şekil 4. 6. EP/CSC2 kompozitine ait EDS analizi görüntüleri



Element	Weight %	Atomic %	Net Int.	Error %	Kratio	Z	R	A	F
C K	29,61	38.15	261.22	9.41	0.07	1.05	0.97	0.22	1
N K	3.80	4.37	20.57	13.59	0.00	1.03	0.98	0.13	1
O K	43.36	43.65	851.49	9.18	0.09	1.01	0.99	0.21	1
NaK	1.45	1.01	69.35	9.23	0.01	0.92	1.02	0.38	1.01
AlK	3.70	2.21	407.80	4.72	0.02	0.9	1.03	0.7	1.01
SiK	16.62	9.53	2,010.21	3.42	0.12	0.92	1.04	0.78	1
K K	2.63	1.08	224.65	2.57	0.02	0.85	1.06	0.96	1

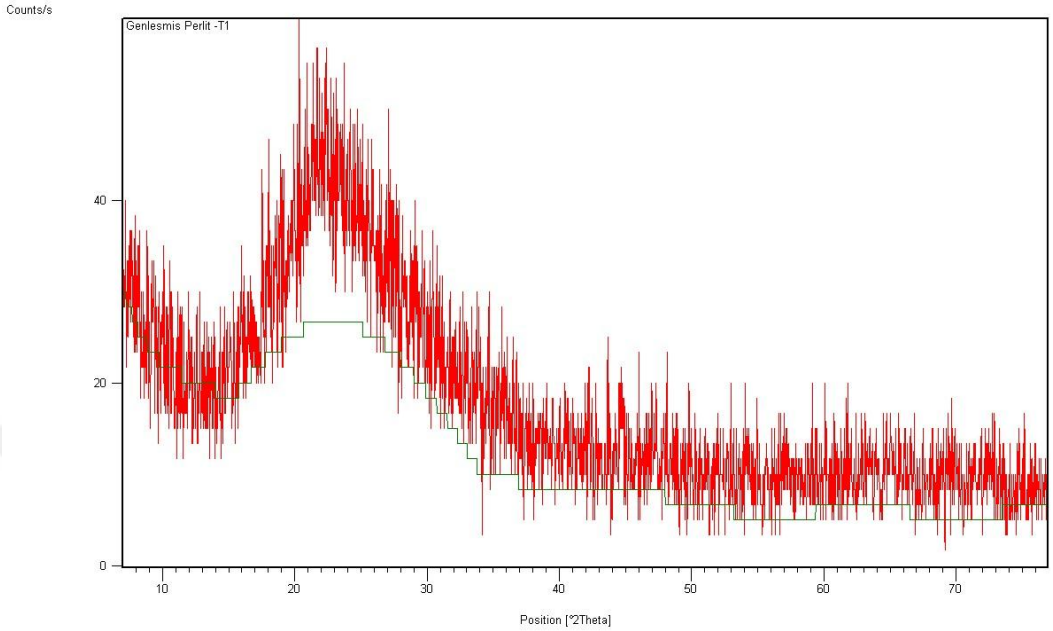


Şekil 4. 7. EP/CSC3 kompozitine ait EDS analizi görüntüleri

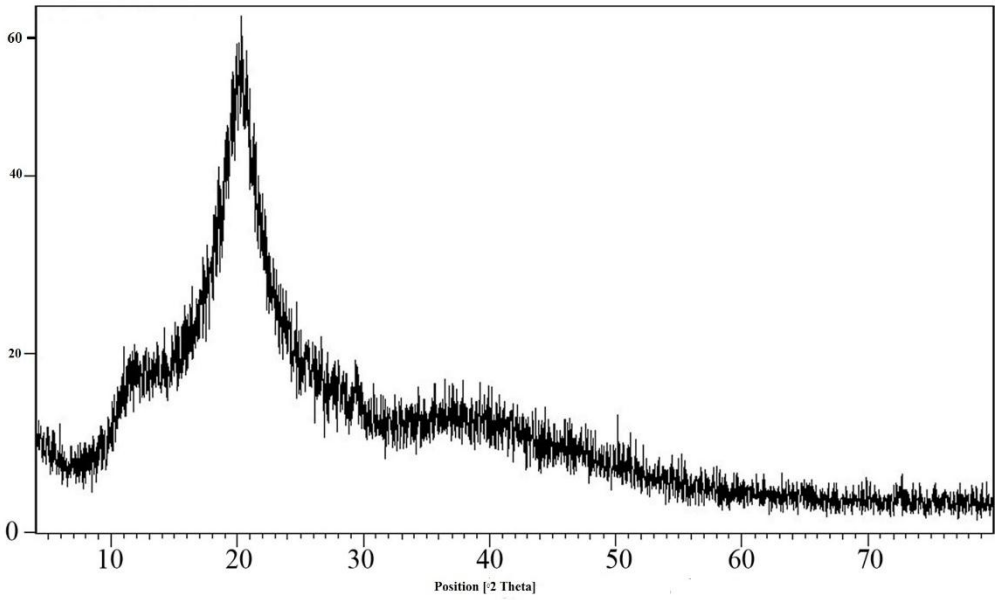
Şekil 4.5-7'de görüldüğü gibi C ve N değerleri kitosanın varlığını göstermektedir ve kompozit yapısına giren kitosan miktarı arttıkça N elementinin % değeri artmaktadır. N miktarı EP/CSC1'de %0,95, EP/CSC2'de %3,44 ve EP/CSC3'de %3,80'dir. Artan N miktarı kitosan'ın varlığını desteklemektedir (Şekil 2.3.). Şekilde görülen Si, O, Al Na, K gibi elementler ise perlit yapısına ait elementlerdir (Çizelge 2.4.).

4.4. XRD Analizi Sonuçları

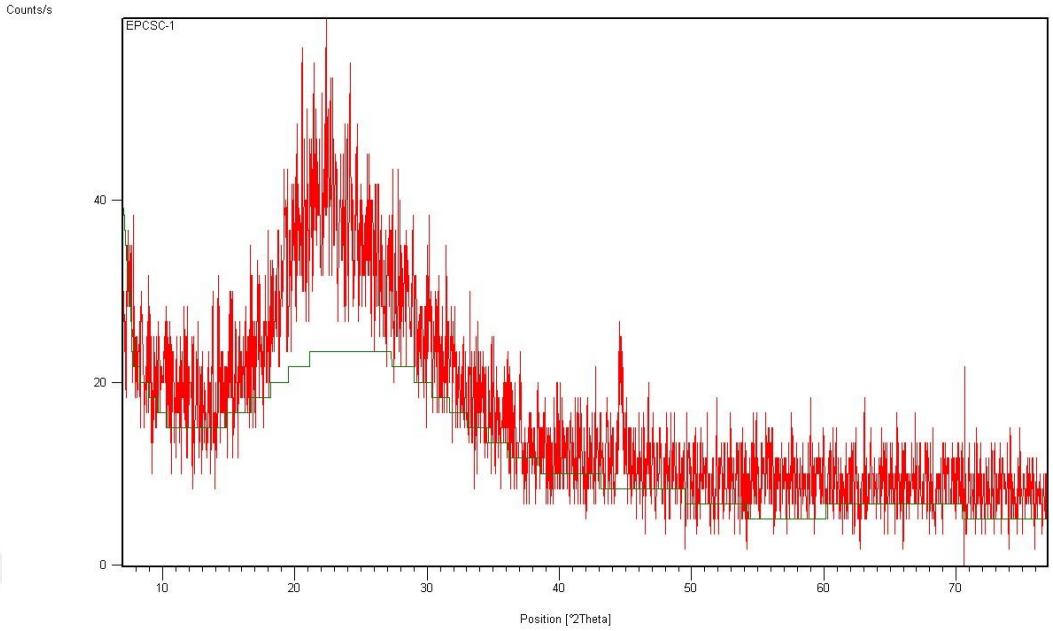
Kompozitlere ait XRD analiz sonuçları Şekil 4.8-12'da verilmiştir.



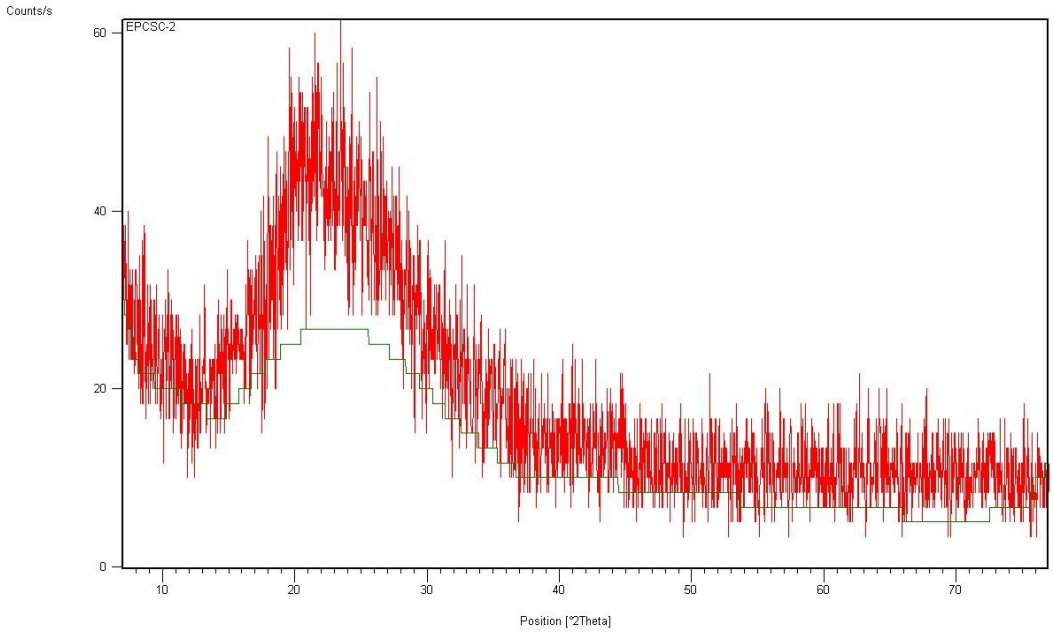
Şekil 4. 8. EP'ye ait XRD analizi



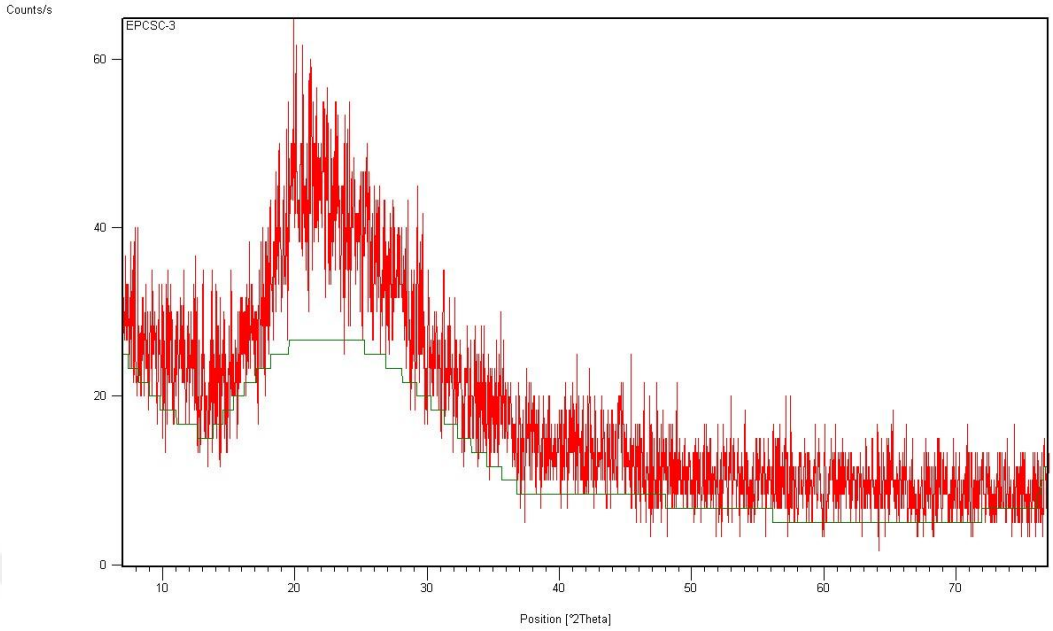
Şekil 4. 9. CS'ye ait XRD analizi



Şekil 4. 10. EP/CSC1 kompozitine ait XRD analizi



Şekil 4. 11. EP/CSC2 kompozitine ait XRD analizi



Şekil 4. 12. EP/CSC3 kompozitine ait XRD analizi

Şekil 4.8-12'de görüldüğü gibi numuneler için karakteristik olan $2\theta = 24^0$ piki görülmüştür. Bu yayvan pik perlit'in amorf özelliğinden kaynaklanmaktadır. Kitosan ise karakteristik özelliği olan keskin pik göstermiştir. Bu keskin pik 2θ = $20{,}4^0$ aralığında görülmüştür. Bu da polimer zincirlerinin periyodik olarak tekrarlanmasından kaynaklanmaktadır (Çabuk vd., 2013). Sonuç olarak sentezlenen kompozitlere ait pik, perlit ve kitosana ait olan pikler aralığında 2θ = 24^o aralığında görülmüştür. XRD analizi sonuçları diğer karakterizasyon sonuçları ile uyum göstermiştir.

4.5. Sentezlenen Kompozitlerin Bazı Fiziksel Özelliklerinin Hesaplanması

Kompozitlere ait bazı fiziksel özelliklerin bilinmesi sentezin oluştuğunu destekleyen parametrelerden biridir. Ayrıca, zeta potansiyeli analizlerinde yardımcı bilgiler vermektedir. Bu amaçla hesaplanan kompozitlerin yoğunluk, tanecik boyutu ve iletkenlik değerleri Çizelge 4.2.'de verilmiştir. 7 atm basınç altında sıkıştırılarak, 13 mm çapında disk haline getirilen kompozitlerin hassas terazide tartımları alınarak kalınlıkları dijital kumpas ile ölçülmüştür. Kütle/silindirin hacminden yararlanılarak kompozitlerin yoğunlukları hesaplandığında kitosan en düşük yoğunluğa sahip iken perlit ve kompozitlerin yoğunlukları CS'ye oranla daha yüksek değerde bulunmuştur. Kompozit yapısında CS ile etkileşim meydana geldiğinden dolayı yoğunluk

değerlerinde bir miktar azalma gözlenmiştir. Bu durum zeta potansiyeli ölçümlerinde koloidal kararlılığın sağlanması açısından oldukça önemlidir.

Hem perlit hem de kompozit yapılarının elde edilen iletkenlik sonuçlarına göre iletkenlik aralığı; $7{,}61\text{x}10^{-5} \leq \sigma \leq 2{,}63\text{x}10^{-4}$ S/cm arasında değişmektedir. CS'nin iletkenlik değeri $3{,}75\text{x}10^{-5}$ S/cm mertebesinde bulunmuştur. Kompozitlerdeki kitosan miktarı arttıkça iletkenlik değerinde az da olsa artış meydana gelmiştir. En yüksek iletkenliği EP/CSC3 kompoziti göstermiştir ki kitosan miktarının en yüksek olduğu kompozit dikkate alınırsa kitosan miktarının artması iletkenliğin az da olsa artmasında rol oynadığı söylenebilir. Saf halde yalıtkan olduğu bilinen kitosan film olma özelliğine sahip olan bir polimerdir. Asidik ortamda kolaylıkla jelleşebilme özelliğinden dolayı kompozit yapısında da film halinde bulunduğu iletkenlik sonuçlarından anlaşılmaktadır. Bunula birlikte, kompozit yapısında kitosan moleküllerinin bir film yapısı oluşturmasından dolayı dopant iyonlarının hareketinin ve zincir düzenlenmelerinin daha hızlı olması nedeniyle iletkenlik değerinde artış gözlenmektedir (Marcasuzaa vd., 2010).

Çizelge 4.2. Sentezlenen kompozitlerin hesaplanan bazı fiziksel değerleri (25^{O}C)

Malzeme	**İletkenlik (σ, S/cm)**	**Yoğunluk (ρ, g/cm^3)**	**Tanecik Boyutu (μm)**
EP	$7{,}61\text{x}10^{-5}$ S / cm	0,57 g/cm^3	0,29 μm
CS	$3{,}75\text{x}10^{-5}$ S / cm	0,30 g/cm^3	0,30 μm
EP/CSC1	$2{,}01\text{x}10^{-4}$ S / cm	0,54 g/cm^3	0,32 μm
EP/CSC2	$2{,}28\text{x}10^{-4}$ S / cm	0,49 g/cm^3	0,34 μm
EP/CSC3	$2{,}63\text{x}10^{-4}$ S / cm	0,47 g/cm^3	0,37 μm

Sentezlenen kompozitlerin tanecik boyutu da kolloidal kararlılık açısından önemlidir. Tanecik boyutunun küçültülmesi amacıyla kurutulmuş kompozitler bilyeli değirmende öğütüldü. Çizelge 4.2.'de verilmiş olan tanecik boyutu değerleri incelendiğinde taneciklerin mikron-nano boyutta olduğu ve kompozitlere ait tanecik boyutu değerlerinde artış meydana geldiği görülmüştür. Bu sonuçlar, CS polimeri ile EP kili arasında etkileşmenin olduğunu açıklar niteliktedir. Kompozitlerde CS oranı arttırıldıkça tanecik boyutlarının arttığı gözlenmiştir. Benzer sonuçlar literatürde

hidroksil carbonateapatite/kitosan kompozit sisteminde yapılan tanecik boyutu analizlerinde de gözlenmiştir (Murugan vd., 2005).

4.6. Elektrokinetik Ölçüm Sonuçları

Sentezlenen kompozitlerin elektrokinetik özellikleri Lazer Doppler Elektrophoresis tekniği ile çalışan Malvern Nano-ZS marka zeta-sizer cihazı ile belirlenmiştir. Kompozitlerin zeta potansiyeli; i) Çeşitli değerliklere sahip NaCl, $BaCl_2$, $AlCl_3$, $MgSO_4$, Na_2SO_4 gibi katyonik ve anyonik tuzların (pH: 3-11) ii) Katyonik yüzey aktif madde (CTAB), anyonik yüzey aktif madde (SDS), non-iyonik yüzey aktif maddelerin (Triton-X) ve iii) Sıcaklığın bir fonksiyonu olarak araştırılmıştır.

4.6.1. Farklı değerlikli tuzların zeta potansiyeline etkisi

Bir katı yüzeyi, polar bir sıvı ortamıyla temas ettiği zaman elektrokinetik olay gözlenir. Çünkü katı–sıvı ara yüzeyinde bir elektriksel çift tabaka meydana gelir. Bir katı yüzeyinin polar bir atom ile temasında yüzey üzerindeki potansiyel yüzey gruplarının iyonlaşması, katyon ve anyonların tercihli adsorpsiyonu, katyon ve anyonların izomorfik yer degiştirmeleri, elektronların kazanılması veya kaybedilmesi olayları meydana gelir.

Bu bölümde sentezelenen kompozitlerin elektrokinetik özellikleri aynı derişimdeki tek, çift ve üç değerlikli NaCl, $BaCl_2$, $AlCl_3$ katyonik elektrolit ve -2 yüklü (SO_4^{-2}) $MgSO_4$, Na_2SO_4 gibi anyonik elektrolit çözeltileri içerisinde araştırılmıştır. Şekil 4.13'de görüldüğü gibi numunelerin zeta potansiyeli artan pH ile negatif bölgeye kaydırmıştır. Bunun nedeni; pH değişimi ile difüz tabakayı etkileyen iyonların miktarı ve türü de değiştiğinden IEP noktaya ulaşılmıştır. Ardından zeta potansiyeli bütün numuneler için negatif değerde kalmıştır.

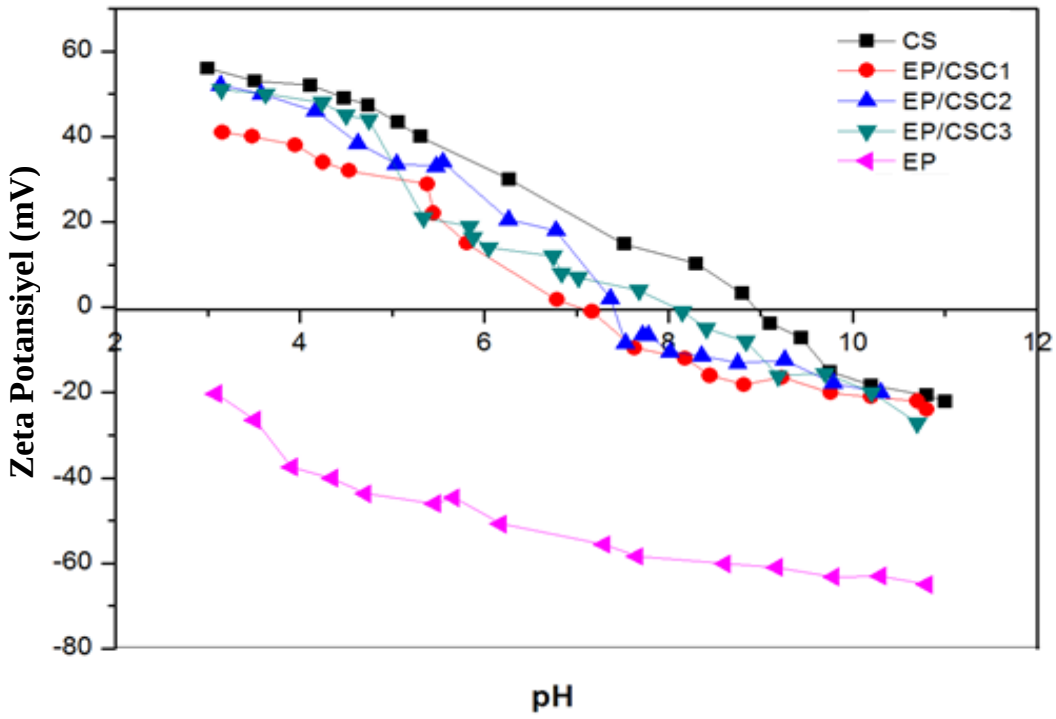
Grafikten de görüldügü gibi perlit ve kitosan içeren kompozitlere ait IEP'nin pH EP/CSC1 için; 7,4 ve EP/CSC3 için; 8,1 civarında olduğu ve kitosana yakın bölgede IEP'ye sahip olduğu bulunmuştur. Bu durum CS ile kompozitler arasında etkileşmenin olduğunu göstermektedir. Perlit ise pH=3-11 aralığında negatif zeta potansiyeli değerine sahiptir.

Süspansiyonun pH değerinin artması ile polimerin pozitif yük merkezleri üzerine hidroksillerin adsorplanması artış gösterir. Asidik bölgede en yüksek zeta

potansiyeline sahip olan CS yapısındaki hidroksil iyonları sayesinde fazla miktarda pozitif yükü yüzeyine çeker ve iyonlaşmayı engeller. Bu durum zeta potansiyelinin yüksek olmasına neden olur (+54,5 mV). Bazik bölgede ise hidroksil iyonlarının yüzeyden iyonlaşması kolaylaşır ve tanecik etrafında negatif yük yoğunluğu artar. Bu nedenle zeta potansiyelinde negatif yönde bir değişmeye neden olur (-20 mV).

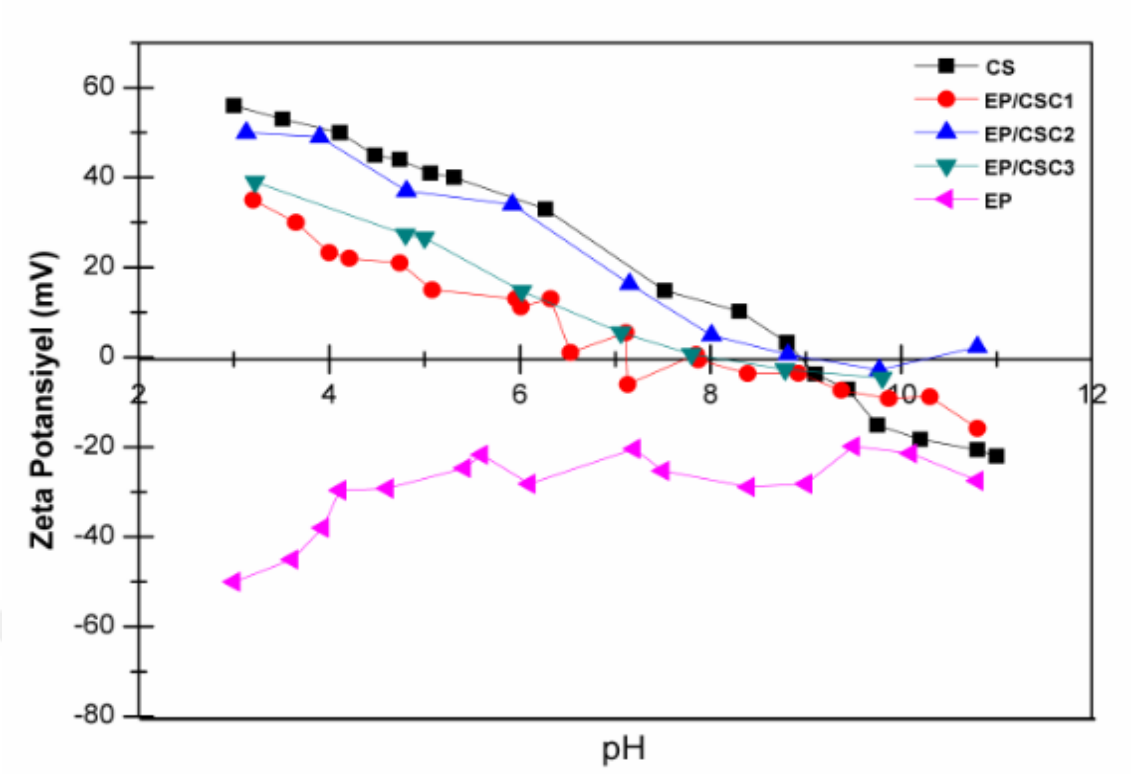
Yapılmış olan bir çalışmada, kitosan süspansiyonunda zeta potansiyelin artan MMT ile değişimi araştırılmıştır. 1%'lik kitosan çözeltisinin zeta potansiyeli +86,6 mV olarak ölçülmüş ve artan MMT oranıyla negatif yönde değişme göstermiştir (Reghan vd., 2003).

Bu sonuçlardan yararlanılarak, numunelerin koloidal kararlılık için olması beklenen aralıkta (+30m≤ζ≤-30mV) zeta potansiyeli değerlerine sahip olabileceği görülmüştür.



Şekil 4. 13. Tek değerlikli ($1x10^{-3}$ M NaCl) katyonik tuzun zeta potansiyeli üzerine etkisi (c=0,1 g/L)

Değerliği yüksek tuzlar kullanıldığında iyonik şiddet değiştiğinden dolayı iyonlar difuz tabakayı daha fazla sıkıştırır. Bu durum, Zeta potansiyeli değerlerinin de daha farklı değer almasına neden olur.

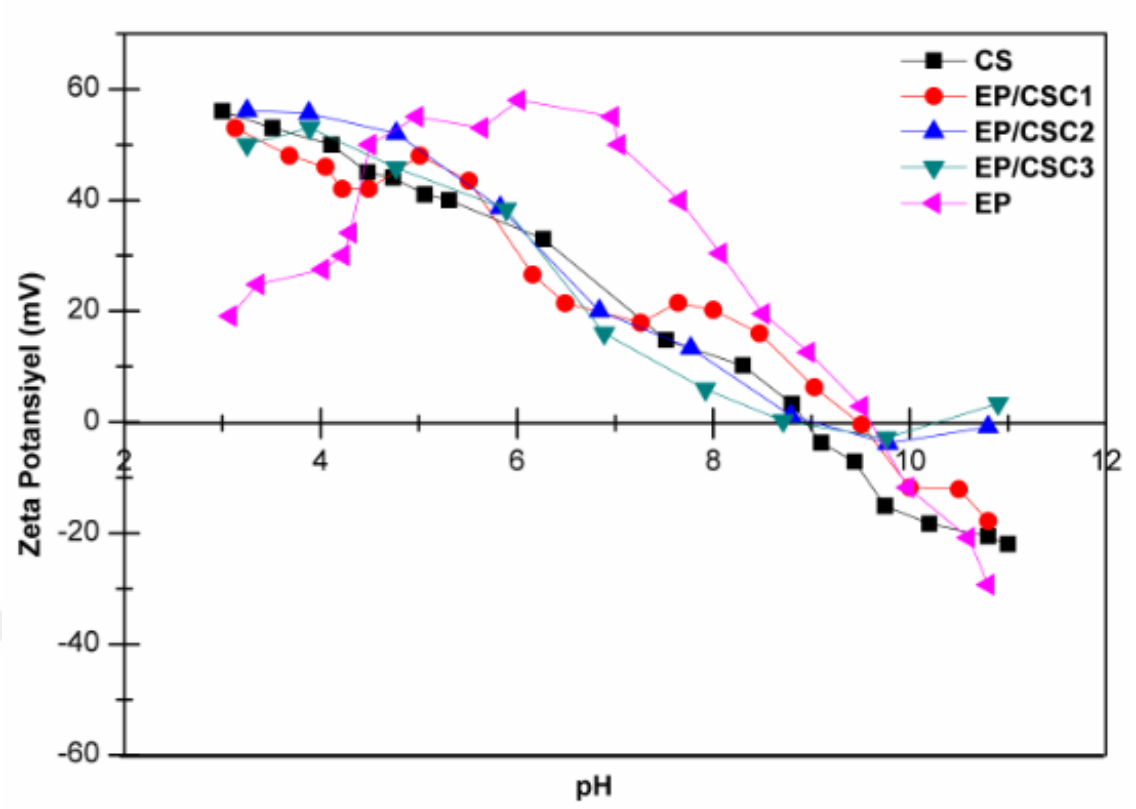


Şekil 4. 14. İki değerlikli ($1x10^{-3}$ M $BaCl_2$) katyonik tuzun zeta potansiyeli üzerine etkisi (c=0,1 g/L)

Şekil 4.14'de iki değerlikli (Ba^{+2}) iyonlarının artan yükünden dolayı zeta potansiyeli değerlerinin pozitif bölgeye kaydığı görülmüştür. Fazla pozitif değerliğe sahip iyonların taneciğin Zeta potansiyeli değerini pozitif bölgede tuttuğu ve pH değişimine karşı kararlı olduğu daha bazik bölgede IEP oluşturmasından anlaşılmaktadır. Ayrıca iki değerlikli Ba^{2+} iyonunun çapı ortamda bulunan diğer bütün iyonların çapından daha büyük olduğu için ortamda bulunan iyonların Ba^{2+} ile yer değiştirmesi daha güçtür. Bu durumda bazik ortamda dahi difüz tabakada Ba^{2+} iyonları bulunduğundan bazı numunelerde ikinci bir IEP gözlenir ve Zeta potansiyeli pozitif bölgeye kayar.

Perlit yüzeyi ise negatif kalmakla birlikte pozitif bölgeye daha yakın değerler verdiği görülmüştür.

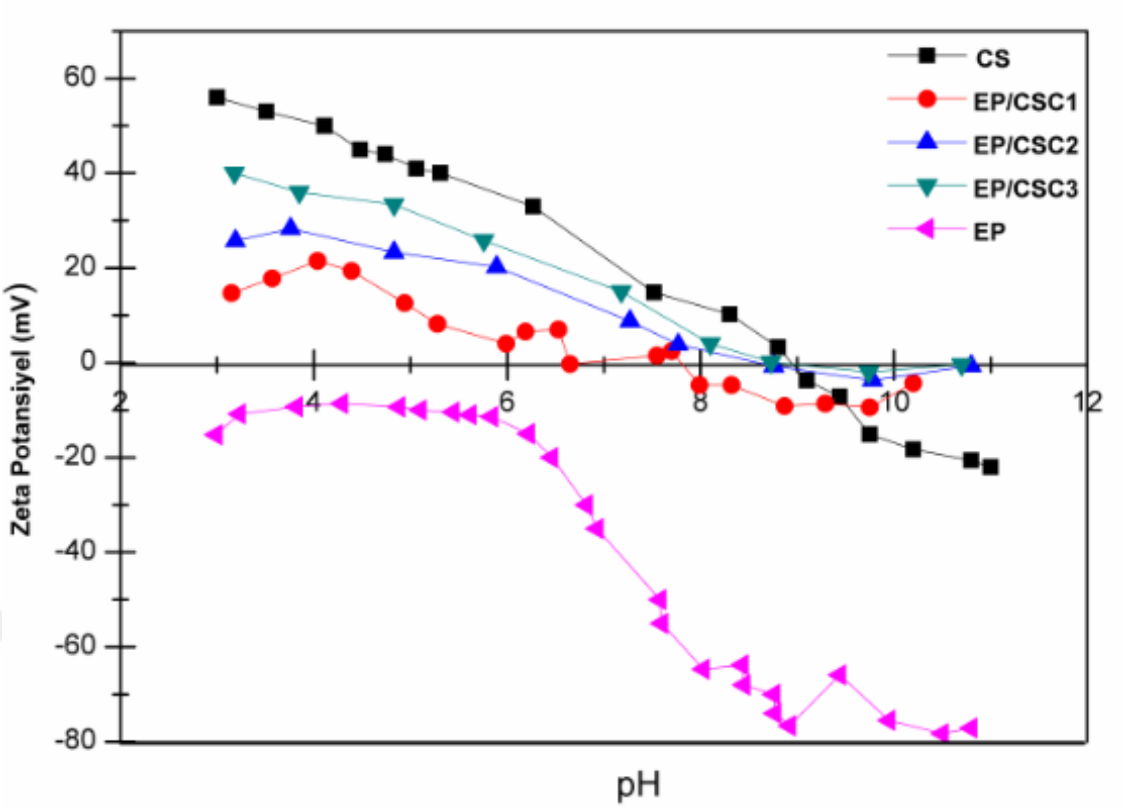
Çift değerlikli katyonlar ise tek değerlikli iyona göre elektriksel çift tabakayı daha çok sıkıştıracağından Gouy Chapman modeline göre zeta potansiyeli değerinde daha fazla düşüş meydana gelir ve daha düşük zeta potansiyeli gösterir (Yükselen ve Kaya, 2003).



Şekil 4. 15. Üç değerlikli ($1x10^{-3}$ M $AlCl_3$) katyonik tuzun zeta potansiyeli üzerine etkisi (c=0,1 g/L)

Üç değerlikli (Al^{+3}) katyonik tuzları, tek değerlikli (Na^{+}) ve iki değerlikli (Ba^{+2}) katyona göre iyonik şiddeti daha fazla arttırdıkları için zeta potansiyeli değerini pozitif bölgeye kaydırdığı görülmektedir (Şekil 4.15.). Fazla pozitif değerliğe sahip iyonların, taneciğin Zeta potansiyeli değerini pozitif bölgede tuttuğu ve pH değişimine karşı kararlı olduğu daha bazik bölgede IEP oluşturmasından anlaşılmaktadır (EP/CSC1 için pH; 9,5, EP/CSC2 için; 10,8 ve EP/CSC3 için; 8,7'dir).

EP'de ise katyonik tuzun etkisi ilk olarak zeta potansiyelinin pozitif bölgeye kaydığı, sonrasında ise negatif bölgeye kaydığı ve IEP oluşturmadığı görülmüştür.

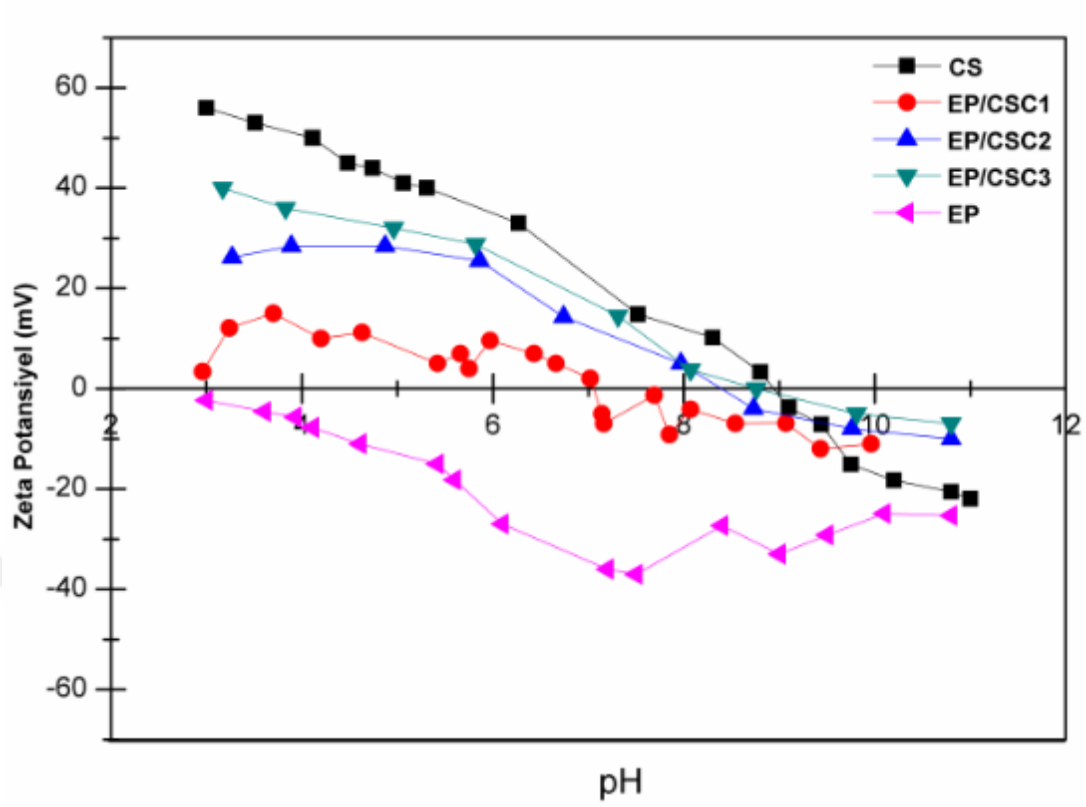


Şekil 4. 16. Çift değerlikli ($1x10^{-3}$ M Na_2SO_4) anyonik tuzun zeta potansiyeli üzerine etkisi (c=0,1 g/L)

Şekil 4.16'da SO_4^{-2} eğer potansiyel belirleyici bir iyon olsaydı özellikle bazik bölgede kompozit değerleri çok daha negatif olurdu. Bu nedenle pozitif bir iyondur. Pozitif iyon olduğu için E.Ç.T'yi baskılar ve zeta potansiyeli değerlerini sıfır noktasına doğru çeker.

Sonuç olarak EP/CSC1 numunesinin pH_{IEP} değerinde asidik yöne doğru bir kayma meydana gelmiştir (pH_{IEP}=6,6) (Bkz. Şekil 4.16.). EP/CSC2 ve EP/CSC3 numunelerinde ise bazik yöne doğru bir kayma gerçekleşmiş olup ikinci bir IEP oluşturduğu gözlenmiştir(EP/CSC2 pH:8,8; 10,7 EP/CSC3 pH:8,7; 10,8).

Bu durum katyonik tuzlarda olduğu gibi negatif yük miktarı difüz tabakayı daha güçlü sıkıştırır ve yüzeydeki pozitif yüklerle daha fazla etkileşime girmesine bağlanabilir. Böylece taneciğin yüzeyi düşük pH değerlerinde bile negatif yüklü olabilir.

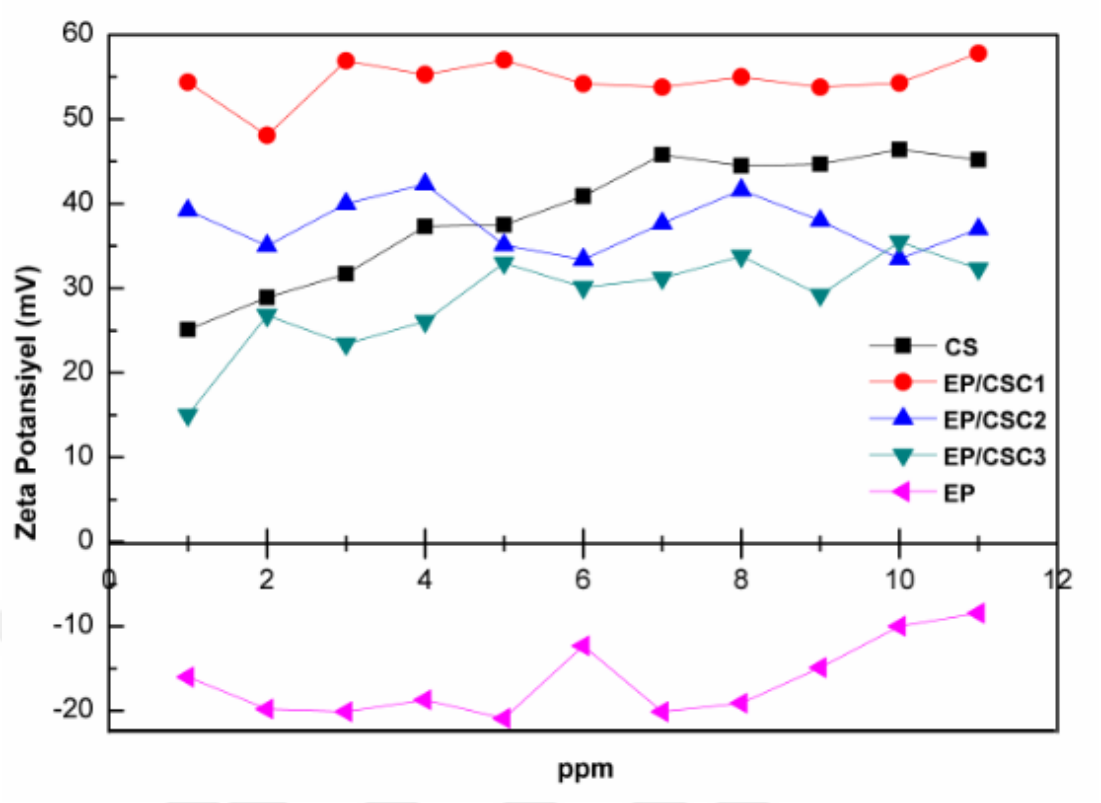


Şekil 4. 17. Çift değerlikli ($1x10^{-3}$ M $MgSO_4$) anyonik ve katyonik tuzun zeta potansiyeli üzerine etkisi (c=0,1 g/L)

Şekil 4.17'de çift değerlikli $MgSO_4$ tuzunun zeta potansiyeli üzerine etkisi belirtilmiştir. Düşük pH'da asidik bölgede Mg^{+2} iyonun etkisiyle yüzeyin pozitif yükle kaplandığı görülmüştür. Artan pH ile SO_4^{-2} iyonlarının etkisiyle negatif yüklerin elektriksel çift tabakayı bastırarak yüzeyin anyonlarla kaplanması sonucu zeta potansiyeli bazik bölgede negatif değerlerde tutmuştur.

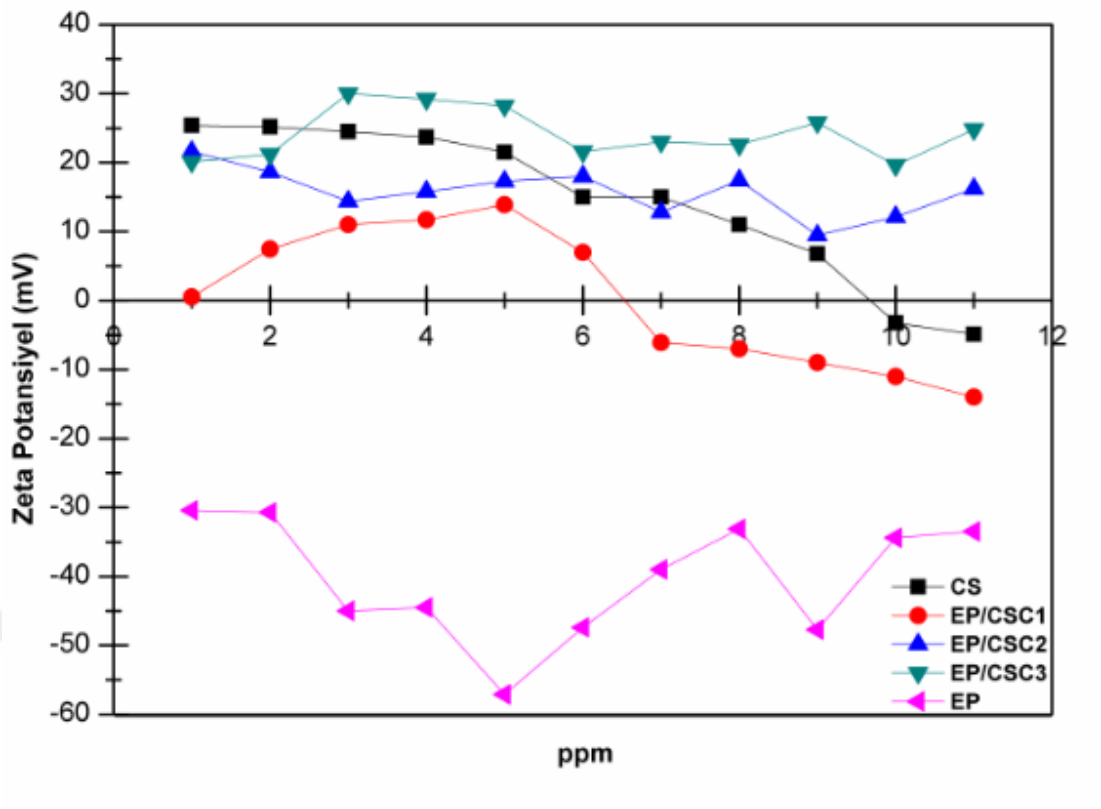
4.6.2. Zeta potansiyeli üzerine yüzey aktif maddelerin etkisi

Bazı iyonlar tanecik yüzeyine karşı özel bir ilgiye sahip olurlar ve kulombik ve kulombik olmayan kuvvetler yardımıyla stern tabakası içerisine çekilerek yüzeye sıkıca adsorplanırlar. Yüzey aktif maddeler bu tür iyon sınıfından sayılırlar ve zeta potansiyelini önemli ölçüde etkilerler. Katyonik, anyonik ve yüksüz yüzey aktif maddelerin kullanıldığı ölçümlerde elde edilen sonuçlar aşağıda açıklanmıştır.



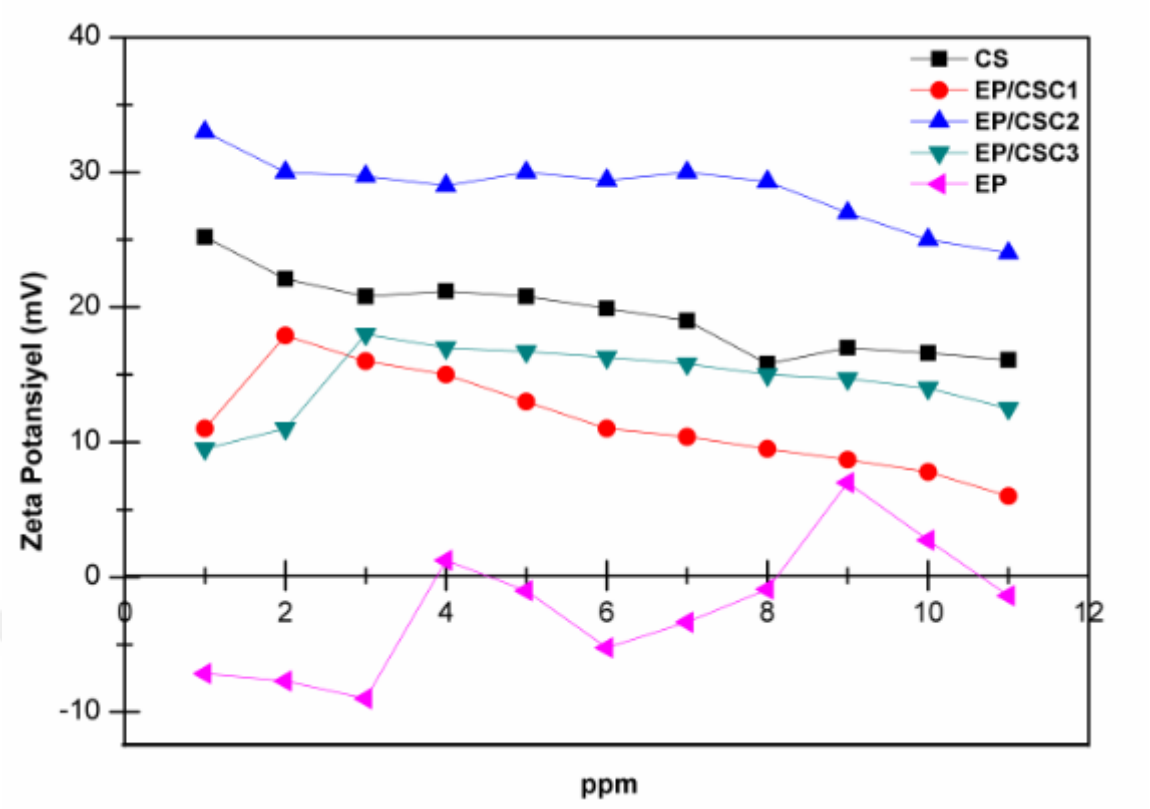
Şekil 4. 18. Katyonik yüzey aktif maddenin (CTAB) zeta potansiyeli üzerine etkisi (c=0,1 g/L)

Şekil 4.18'de görüldüğü gibi katyonik yüzey aktif maddenin (CTAB) koloidal dispersiyon ortamına ilave edilmesi sonucu kompozit taneciklerin yüzeyi pozitif iyonlarla kaplanmaya başlanmıştır. Kompozit çözeltisine eklenen CTAB molekülü alkil grubu pozitif yüklü ve Br^- şeklinde iyonlaşır. Kompozitlerin yüzeyine pozitif yüklü alkil grubunun adsorblanması sonucu yüzey pozitif değerlik kazanır. Difüz tabaka içerisinde katyon derişiminin artması sonucu zeta potansiyeli değerlerinde artan CTAB derişimi ile orantılı olarak artış gözlenmiştir. Başlangıç derişimlerinde zeta potansiyelindeki artış hızlı olmasına karşılık belirli derişimden sonra yüzeyin pozitif yük kazanmasından dolayı daha yavaş ilerlemiştir (Sharma vd., 1996).



Şekil 4. 19. Anyonik yüzey aktif maddenin (SDS) zeta potansiyeli üzerine etkisi

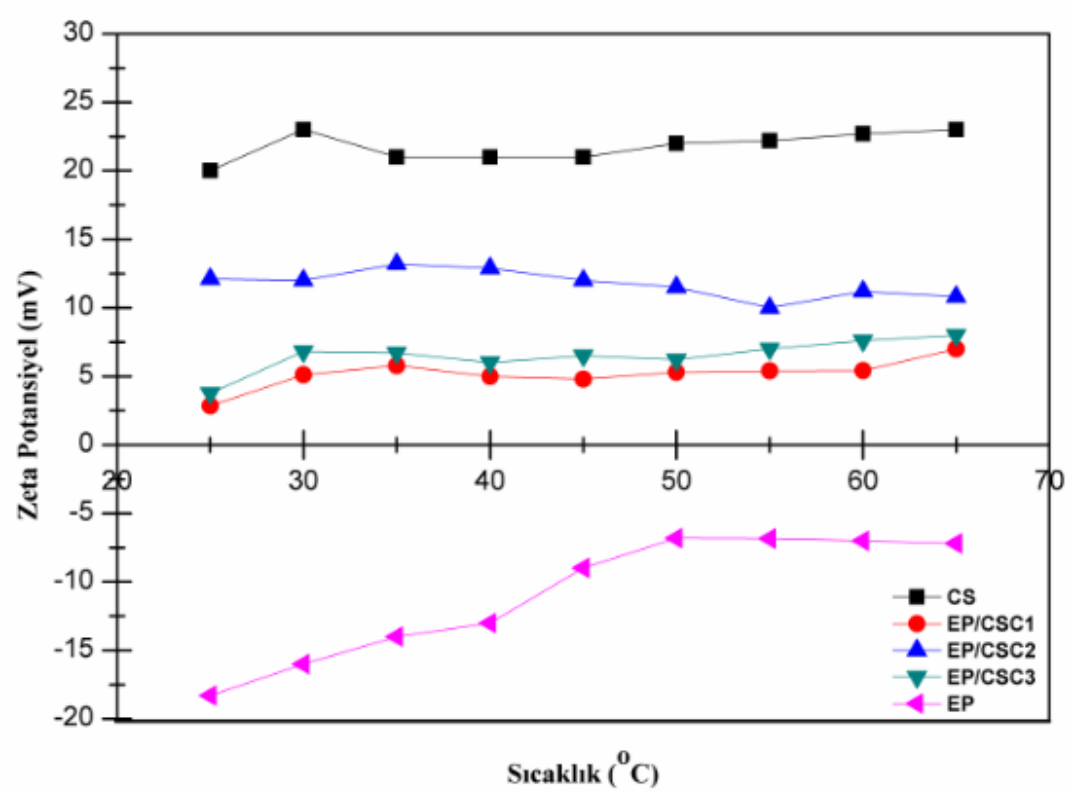
Anyonik yüzey aktif madde (SDS) ilavesi ile (Şekil 4.19.) ise taneciklerin zeta potansiyeli değerinin mevcut değerinden negatif bölgeye doğru kaydığı gözlenmiştir. Bu durum negatif yüklü alkil grubunun kompozit yüzeyinde adsorplanması sonucu meydana gelmiştir. Düşük SDS derişimlerinde yüzeyde yük hareketliliğinden dolayı zeta potansiyelinde kısmi bir azalma olmasına rağmen SDS derişimi arttıkça EP/CSC1 için yüzey negatif yükle yüklenerek zeta potansiyeli negatif bölgeye kayarken, EP/CSC2 ve EP/CSC3 için pozitif değerde çok az bir düşüş meydana gelmiştir.



Şekil 4. 20. İyonik olmayan Triton-X yüzey aktif maddesinin zeta potansiyeli üzerine etkisi (c=0,1 g/L)

İyonik olmayan yüzey aktif madde (Triton-X) ilavesinin polimer taneciklerinin ζ-potansiyeli üzerinde etkisinin olduğu Şekil 4.20'de görülmektedir. Yüzeyin yüksüz gruplar tarafından sarılması sonucu zeta potansiyelinde bir azalmanın olması beklenilen bir sonuçtur. Yüksüz grupların yüzeyde absorplanması sonucu, tanecik etrafındaki mevcut iyonlar uzaklaşır ve zeta potansiyeli değişir. Ayrıca, artan iyon derişimi EÇT kalınlığını azaltır, bu nedenle zeta potansiyeli değerinde azalmalar meydana gelir. Kirby ve Hasselbrink (2004), birçok polimerin hidrofobik yüzeye sahip olduğundan, küçük derişimlerdeki YAM tampon katkılarında ζ-potansiyeli üzerinde çok büyük etkisi olduğunu belirtmiştir. Bu bakımdan elde ettiğimiz sonuçlar bu yaklaşımla uyum içerisindedir.

4.6.3. Zeta potansiyeli üzerine Sıcaklığın etkisi



Şekil 4. 21. Kompozitlerin zeta potansiyelinin sıcaklık ile değişimi (c=0,1 g/L)

25-65°C sıcaklık aralığında numunelerin zeta potansiyelindeki değişmeler 5°C/2 dk artışla belirlenmiştir. Hücreye enjektör yardımıyla 1 mL numune/10^{-3} M NaCl süspansiyonundan önceki bölümde belirtildiği gibi örnek alınmıştır. Şekil 4.21'de görüldüğü gibi sıcaklığın özellikle kompozitlerin zeta potansiyeli değerlerini pek etkilemediği söylenebilir. Ancak EP'nin zeta potansiyelinin artan sıcaklıkla birlikte artış gösterdiği görülmüştür. Sıcaklığın viskozite, dielektrik sabiti ve iyon adsorpsiyonu gibi farklı parametrelerin üzerine etkisi olduğundan zeta potansiyeli değerinde de değişime neden olmaktadır. Ayrıca, yüksek sıcaklıklarda hem iyonik mobilite artmakta hem de vizkozite azalmaktadır. Bunun sonucunda ζ- potansiyeline yol açan difüz tabakası oluşamaz ve numunelerin ζ- potansiyeli artan sıcaklık ile değişir. 65°C sonunda kompozitlerin pozitif zeta potansiyeline sahip oldukları ve IEP oluşturmadıkları, EP'nin negatif zeta potansiyeline sahip olduğu ve IEP oluşturmadığı gözlenmiştir.

4.7. Antimikrobiyal Aktivitelerin İncelenmesi

Kitosan ve türevlerinin antimikrobiyal etki mekanizması tam olarak bilinmemekle birlikte polikatyonik yapının antibakteriyal aktivite için ön koşul olduğu belirtilmektedir. Kitinden farklı olarak kitosan yapısında serbest amino grupları içerirler. Ortamın pH değerinin, kitosan ve türevlerinin sahip olduğu amino gruplarının pKa değerinden (6,3-6,5) düşük olması durumunda kitosan ve türevleri polikatyonik bir yapı kazanmaktadır. Antibakteriyal aktivitede başlıca rolü, polikatyonik formdaki kitosan ile mikroorganizmaların yüzeyinde bulunan anyonik bileşenler (örneğin; Gram-negatif bakterilerde lipopolisakkaritler ve hücre yüzey proteinleri) arasında meydana gelen elektrostatik etkileşimin oynadığı bildirilmiştir (Kong vd., 2010). Elektrostatik etkileşim sonucunda hücre yüzeyinde negatif ve pozitif yüklerin dağılımı farklılaşmakta ve böylece membran stabilitesi bozulmakta ve geçirgenliği değişmektedir. Membran geçirgenliğinin değişmesi ile besin maddeleri hücre içerisine girememekte veya hücre içi bileşenleri hücre dışına sızmakta ve bunların sonucunda da hücre ölümü gerçekleşmektedir (Rabea vd., 2003; Sudharshan vd., 1992; Chen vd., 2002).

Kitosanın antifungal aktivitesinin mekanizması henüz tam olarak ortaya konulmamasına karşın bununla ilgili iki hipotez öne sürülmektedir. Birinci hipoteze göre antibakteriyal etkide olduğu gibi polikatyonik kitosan ve türevleri maya ve mantar hücrelerinin yüzeyinde bulunan negatif yüklerle reaksiyona girerek hücre geçirgenliğinin değişmesine ve sonuçta da hücre içindeki elektrolitlerin ve aminoasitlerin hücre dışına sızmasına neden olmaktadır. İkinci hipoteze göre kitosan, mantar hücrelerin içine girmekte ve sonra hayati öneme sahip bileşiklere adsorbe olarak mRNA veya protein sentezinin yavaşlamasına veya engellenmesine neden olmaktadır (Chen vd., 1998; Avadi vd., 2004; Sanchez vd., 2009). Her iki inhibisyon mekanizmasının kitosanın moleküler ağırlığı ile ilişkili olduğu, yüksek moleküler ağırlıklı kitosanın birinci mekanizmayla, düşük moleküler ağırlıklı kitosanın kolay bir şekilde hücre içine girmesiyle ikinci mekanizmayla etki gösterdiği ifade edilmektedir (Guo vd., 2008).

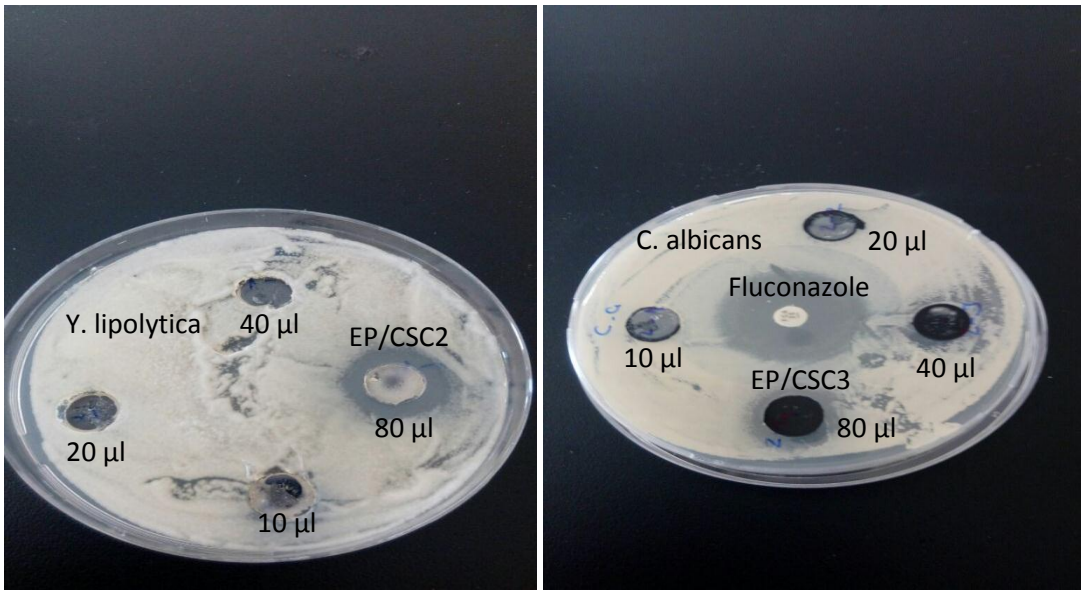
Hernandez-Lauzardo vd., (2008) tarafından gerçekleştirilen çalışmada kitosanın molekül ağırlığının *Rhizopus stolonifer* küfüne karşı inhibitör etkisinde önemli bir parametre olduğu ortaya koyulmuştur. Düşük molekül ağırlıklı kitosanın *Rhizopus stolonifer* miselyumlarının gelişimi üzerine en yüksek antifungal etkiye sahip olduğunu ve kitosanın konsantrasyonu arttıkça bu inhibitör etkinin de bir miktar arttığını bulmuşlardır.

Bu nedenle, kompozit yapısının zeta potansiyeli değerinin, antimikrobiyal etki için oldukça önemli olduğunu söyleyebiliriz.

Yapılan testler sonucunda kompozitlerin kullanılan bakterilere karşı antibakteriyal aktivite göstermedikleri belirlenmiştir. Bu durum, bakterilerin dirençli olmasına bağlanabilir. Ancak, antifungal test sonucunda kullanılan mantarlara karşı EP/CSC2 ve EP/CSC3 kompozitleri antifungal aktivite göstermişlerdir.

Çizelge 4.3. Kompozitlere ait antifungal aktivite sonuçları

Mikroorganizmalar		**ANTIFUNGAL AKTİVİTE (mm)**								**Antifungal Disk**
		EP/CSC2 (50 mg/mL DMSO)				EP/CSC3 (50 mg/mL DMSO)				
		10 µl	20 µl	40 µl	80 µl	10 µl	20 µl	40 µl	80 µl	Fluconazole (FCA 25)
Mantar	*Y. lipolytica*	-	-	-	18	-	-	-	-	20
	C. albicans	-	-	-	-	-	-	-	15	21
	S. cereviciae	-	-	-	-	-	-	-	-	-



(a) (b)

Şekil 4. 22. (a) EP/CSC2 (b) EP/CSC3'e ait antimikrobiyal aktivite analiz görüntüleri

EP/CSC2 adlı kompozit sadece *Y. lipolytica*'ya karşı 18 mm çapında aktivite gösterirken, EP/CSC3 adlı kompozit ise sadece *C. albicans*'a karşı 15 mm çapında antifungal aktivite gösterdiği belirlenmiştir. Bu kompozitler bir antifungal madde olan Fluconazole yakın antifungal aktivite gösterdikleri gözlemlenmiştir.

Aynı zamanda kitosan ve perlitten sentezlenen EP/CSC2 ve EP/CSC3 kompozitleri farklı konsantrasyonlarda kitosan içerdiklerinden dolayı etkiledikleri mikroorganizmalarda değişiklik gösterdikleri belirlenmiştir.

Kompozitler artan CS oranı ile pozitif zeta potansiyelinde artış göstermiştir. Böylece artan pozitif yüzey yükünün, negatif yüklü mantar hücreleri ile etkileşime girdiğini söyleyebiliriz.

5. SONUÇ VE ÖNERİLER

Perlit ve kitosan içeren biyobozunur doğal kompozitlerin sentezi asidik çözeltide farklı kitosan oranları kullanılarak gerçekleştirilmiştir.

Sentezlenen numunelerin karakterizasyon işlemlerinde FTIR, TGA, SEM-EDS ve XRD tekniklerinden yararlanılmıştır. FTIR analizi sonuçlarından kompozit oluşumunu destekleyen karakteristik pikler gözlenmiştir. TGA analizi sonucuna göre (25-600 ℃), kararlılık sıralaması EP>EP/CSC1>EP/CSC2>EP/CSC3>CS şeklinde olmuştur. SEM-EDS analizi ile hem perlit hem de kitosanın iç içe geçtiği ve C, N miktarlarından kompozit yapısının oluştuğu anlaşılmıştır. XRD analizleri sentezlenen kompozitlerin amorf yapıda olduğunu göstermiştir.

Numunelerin zeta potansiyellerinin koloidal kararlılık değerlerinde ($+30m \leq \zeta \leq -30mV$) olduğu görülmüştür. Perlit negatif yüzeye sahip iken kitosan etkisi ile kompozitlerin yüzeyinin pozitife kaydığı görülmüştür. İki değerlikli (Ba^{+2}) ve üç değerlikli (Al^{+3}) katyonik tuzlar, tek değerlikli (Na^{+}) katyona göre iyonik şiddeti daha fazla arttırdıkları için elektriksel çift tabakayı bastırarak zeta potansiyeli pozitif bölgeye kaydırmıştır. 10^{-3} M $SO_4^{2-}{}_{(aq)}$ iyonları, zeta potansiyeli değerini asidik bölgede daha kararsız ($\zeta \leq +30$ mV) bazik bölgede daha kararlı ($\zeta \leq -30$ mV) süspansiyonlar oluşturacak şekilde etkilemiştir ve pH_{IEP} değerini asidik yöne doğru kaydırmıştır. Çift değerlikli $MgSO_4$ tuzunun zeta potansiyeli düşük pH'da asidik bölgede Mg^{+2} iyonun etkisiyle yüzeyin pozitif yükle kaplandığı görülmüştür.

Kompozit süspansiyonuna eklenen CTAB molekülü, kompozit yüzeyine pozitif yüklü alkil grubunun adsorblanması sonucu ζ-potansiyelini pozitif bölgeye kaydırmıştır. Anyonik yüzey aktif madde (SDS) ilavesi ile ise taneciklerin ζ-potansiyeli değerinin mevcut değerinden negatif bölgeye doğru kaydığı gözlenmiştir. Triton-X ilavesi sonucunda ile zeta potansiyelinde az da değişim meydana gelmiştir.

Yapılan testler sonucunda kompozitlerin antibakteriyal aktivite göstermedikleri belirlenmiştir. Ancak EP/CSC2 ve EP/CSC3 kompozitleri antifungal aktivite göstermişlerdir. EP/CSC2 adlı kompozit sadece *Y. lipolytica*'ya karşı 18 mm çapında aktivite gösterirken, EP/CSC3 adlı kompozit ise sadece *C. albicans*'a karşı 15 mm çapında antifungal aktivite gösterdiği belirlenmiştir. Bu kompozitler bir antifungal madde olan Fluconazole yakın antifungal aktivite gösterdikleri gözlemlenmiştir.

Tüm sonuçları birlikte değerlendirdiğimizde EP ve CS'nin birbiriyle etkileşim içinde olduğu ve kompozitlerin başarıyla sentezlendiği gözlenmiştir. Sentezlemiş olduğumuz bu kompozitlerin pozitif yüzey yüküne sahip olduğu ve antifungal özellik gösterdiği sonucuna varılmıştır.

KAYNAKLAR

Agboh, O.C., Qin, Y., 1997. Chitin and Chitosan Fibers, Polymers for Advanced Technologies, 8, 355-360.

Aksüt, D., 2012. Sol-Jet Hibrit Polimerlerin Hazırlanması ve Antibakteriyal Özelliklerinin Araştırılması, Yüksek Lisans Tezi, İnönü Üniversitesi, Malatya.

Akyüz, E., 2007. Polygonum Bistorta Ssp. Carneum Bitki Ekstraklarının Kromotografik Yöntemlerle Kimyasal Bileşiminin Belirlenmesi ve Antioksidan ve Antimikrobiyal Aktiviteleri, Karadeniz Teknik Üniversitesi, 94.syf, Trabzon.

Alemdar, A., Atıcı, O., Güngör, N., 2000. The İnfluence of Cationic Surfactants on Rheological Properties of Bentonite-Water System, Material Letters, 43, 57-61.

Alkan, M., Doğan, M., 2001. Adsorption of Copper $^{+2}$ on Perlite, Journal of Colloid and Interface Sciences, 243, 280-291.

Alparslan, M., 2013. Polimer-Kil Kompozitlerinin Sentezi ve Karakterizasyonu, Yüksek Lisans Tezi, Bozok Üniversitesi, Yozgat.

Andrews, J.M., 2001. Determination of Mininum Inhibitory Concentrations, J. Antimicrob. Chemother, 48, 1-16.

Avadi, M.R., Sadeghi, M.M., Tahzibi, A., Bayati, K., Pouladzadeh, M., Zohuriaan-Mehr, M.J., Rafiee-Tehrani, M., 2004. Diethylmethyl Chitosan as an Antimicrobial Agent: Synthesis, Characterization and Antibacterial Effects, Eur. Polym. J., 40, 1355-1361.

Ayhan H., 2002. Kompozitler, Temmuz, Bilim ve Teknik Dergisi, 11.

Bauer, A.W., Kirby, W.M.M., Sherris, J.C., Turck, M., 1966. Antibiotic Susceptibility Testing by a Standardized Single Disk Method, Am. J. Clin. Pathol, 45, 493-496.

Berkeley, R.C.W., 1979. Chitin, Chitosan an Their Degradative Enzymes, in Microbial Polysacckarides, Academic Press, New York, 205-236.

Bonev, B., Hooper, J., Parisot, J., 2008. Principles of Assessing Bacterial Susceptibility to Antibiotics using the Agar Diffusion Method, J. Antimicrob. Chemother., 61, 1295-1301.

Bradshaw, L.J., 1992. Laboratory Microbiology, Fourth Edition, Printed in U.S.A., 435.

Burnaz, N.A., 2007. Viburnum Opulus ve V. Orientale Bitki Ekstraklarının Kimyasal Bileşimi ve Biyolojik Aktiviteleri, Karadeniz Teknik Üniversitesi, 105. syf, Trabzon.

Chen, C.S., Liau, W.Y., Tsai, G.J., 1998. Antibacterial Effects of N-Sulfonated and N-Sulfobenzoyl Chitosan and Application to Oyster Preservation, J. Food Prot., 61, 1124-1128.

Chen, Y.M., Chung, Y.C., Wang, L.W., Chen, K.T., Li, S.Y., 2002. Antibacterial Properties of Chitosan in Waterborne Pathogen, J. Environ. Sci. Health Part A-Toxic/Hazard. Subst. Environ. Eng., 37, 1379-1390.

Cheung, K.M., Bloor, D., Stevens, G.C., 1988. Characterization of Polypyrrole Electropolymerized on Different Electrodes, Polymer, 29, 1709-1717.

Cho, Y.W., Chung, S.H., Yoo, G., Ko, S.W., 1999. Water Soluble Chitin as a Wound Healing Accelerator, Biomaterials, 20, 2139-2145.

Çabuk, M., 2012. Bazı Biyobozunur Polimerlerin Modifikasyonu, Karakterizasyonu ve Elektroreolojik Özelliklerinin İncelenmesi, Doktora Tezi, Süleyman Demirel Üniversitesi, Isparta.

Çabuk, M., Yavuz, M., Ünal, H.I., Erol, O., 2013. Synthesis, Characterization and Electrorheological Properties of Biodegradable Chitosan/Bentonite Composites, Clay Minerals, 48, 129-141.

Çalkı, Ş., Kılınç, B., 2004, E.Ü. Su Ürünleri Dergisi, 21, Sayı: (1-2): 145-152.

Çelik, A.G., Kılıç, A.M., Çakal, G.O., 2013. Expanded Perlite Aggregate Characterization for use as A Lightweight Construction Raw Material, Pysiscochem. Probl. Miner. Process, 49, 689-700.

Dalgakıran, E., 2006. Poliakrilik Asidin Bovin Serum Albümin ile Etkileşiminin Dinamik ve Elektroforetik Işık Saçılması Yöntemleri ile Araştırılması, Yüksek Lisans Tezi, Yıldız Teknik Üniversitesi, İstanbul.

David, A.P., McCuen, J.P., 1988. Manual of BBL Products and Laboratory Procedures, Sixth Edition, U.S.A, 67-72.

Delibaş, A., 2008. (Aril)Oksikarbonil ve (Aril)Amit Yan Dallı Metakrilat Polimerlerin Sentezi ve Karakterizasyonu, Doktora Tezi, Erciyes Üniversitesi, Kayseri.

Demir A., Seventekin N., 2009. Kitin, Kitosan ve Genel Kullanım Alanları, Tekstil Teknolojileri Dergisi, 3, 92-103.

Demirtaş, E., 2007. Sodyum Bentonit ile Bazı İletken Polimerlerin Kompozitlerin Sentezi ve Özelliklerinin İyileştirilmesi, Yüksek Lisans Tezi, Gazi Üniver Sitesi, Ankara.

Doğan, M., 2001. Sulu Ortamda Perlit'in Yüzey Yükünün ve Adsorpsiyon Özelliklerinin İncelenmesi, Doktora Tezi, Balıkesir Üniversitesi, Balıkesir.

Doğan, M., 2005. Kimyada Nanoteknoloji Devri, Hacettepe Üniversitesi Fen Fakültesi Kimya Bölümü, Kimya Teknolojileri Dergisi, 20-24.

DPT, 2004. Yapı Malzemeleri III (Pomza-Perlit-Vermikülit-Flogopit-Genleşen Killer), 8. Beş Yıllık Kalkınma Planı ÖİK Endüstriyel Hammaddeler Alt Komisyon Raporu, 24-49.

Elmas, A., 2014. Çinkonun Perlit ve Kitosan Modifiye Perlit ile Adsorpsiyonu ve Adsorpsiyon Özelliklerinin Karşılaştırılması, Yüksek Lisans Tezi, İstanbul Teknik Üniversitesi, İstanbul.

El-Tahlawy, K.F., El-Bendary, M.A., Elhendawy, A.G., Hudsob, S.M., 2005. The An timicrobial Activity of Cotton Fabrics Treated with Different Crosslinking Agents and Chitosan, Carbohydrate Polymers, 60, 421-430.

Erol, Ö., 2008, Poliindol/Montmorillonit Nanokompozit Sentezi, Karakterizasyonu ve Elektroreolojik Özelliklerinin Araştırılması, Yüksek Lisans Tezi, Gazi Üniversitesi, Ankara.

Gholabzouri, O.; Cabrerizo-Vilchez, M., Hidalgo-Alvarez, R., 2006. Zeta-Potential of Polystyrene Latex Determined Using Different Electrokinetic Techniques in Binary Liquid Mixtured, Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects, 291, 30-37.

Guang, W.Y., 2002. The Effect of Chitosan and Its Derivatives on the Dyeability, Ph.D., Hong Kong Polytecnic University.

Guerra-Sanchez, M.G., Vega-Perez, J., Velazquez-Del Valle, M.G., Hernandez-Lauzardo, A.N., 2009. Antifungal Activity and Release of Compounds on Rhizopus Stolonifer Vuill, By Effect of Chitosan With Different Molecular Weights, Pest. Biochem. Physiol., 93, 18-22.

Gümüş, O.Y., Ünal, H.I., Erol, O., Sari, B., 2011. Synthesis, Characterization, and Collodial Properties of Polythiophene/Borax Conducting Composite, Polymer Composites, 32, 418-426.

Guo, Z., Xing, R., Liu, S., Zhong, Z., Ji, X., Wang, L., Li, P., 2008. The Influence of Molecular Weight of Quaternized Chitosan on Antifungal Activity, Carbohydr. Polym., 71, 694-697.

Güngör, N., 1981. Bentonitik Kil Minerallerinin Yapı ve Özellikleri Üzerine Değişebilen Katyonların Etkilerinin Fiziksel Yöntemlerle İncelenmesi, Doktora Tezi, İstanbul Teknik Üniversitesi Temel Bilimler Fakültesi, İstanbul.

Hacıoğlu, Ö., 2005. Achillea (Anthemideae) Cinsi Filipendulinae ve Santolinoidea Seksiyonlarına Ait Yedi Türün Uçucu Yağ Kompozisyonları ve Antimikrobiyal Aktivite Özellikleri, Balıkesir Üniversitesi, syf. 80, Balıkesir.

Han, M.G., Armes, S.P., 2003. Preparation and Characterization of Polypyrrole-Silica Collodial Nanocomposites in Water-Methanol Mixtures, Journal of Colloid and Interface Science, 262, 418-427.

Hernandez-Lauzardo, A.N., Bautista-Banos, S., Velazquez-Del Valle, M.G., Mendez Montealvo, M.G., Sanchez-Rivera, M.M., Bello-Perez, L.A., 2008. Antifungal Effects of Chitosan With Different Molecular Weights on in Vitro Development of Rhizopus Stolonifer Vuill, Carbohydr. Polym., 73, 541-547.

Holzheu, S. ve Hoffmann, H., 2002. Adsorption Study of Cationic Dyes Having a Trimethylammonium Anchor Group on Hectorite Using Electrooptic and Spectroscopic Methods, J. Colloid Interface Sci., 245, 16-23.

Ilgaz, S., Duran, D., Mecit, D., Başal, G., Gülümser, T., Tarakçıoğlu, I., 2007. Medikal Tekstiller, Tekstil Teknik Dergisi, 138-162.

İşçi, S., 2007. Kil/PVA ve Organokil/PVA Nanokompozitlerin Sentezi ve Karakterizasyonu, Doktora Tezi, İstanbul Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul.

Jin, Z., 2002.Silicon-Methoxide-Modified Clays and Their Polystyrene Nanocompo sites, Journal of Polymer Science: Part A: Polymer Chemistry, 4, 1498-1503.

K., Swayampakula, V.M., Boddu, S.K., Nadavala, K. , Abburi, 2009. Competitive Ad sorption of Cu(II), Co(II) and Ni(II) from Their Binary and Tertiary Aqueous Solutions Using and Chitosan-Coated Perlite Beads as Biosorbent, Journal of Hazardous Materials, 0304-3894.

Kasırga, Y., 2011. Kitosan/Montmorillonit Nanokompozitlerinin Hazırlanması ve Karakterizasyonu, Yüksek Lisans Tezi, Çanakkele Onsekiz Mart Üniversitesi, Çanakkale.

Kawamura, Y., Yoshida, H., Asai, S., Kurahashi, I., Tanibe, H., 2002. Effect of Chitosan Concentration and Precipitation Bath Concentration and Precipitation Bath Concentration on the Material Properties of Porous Crooslinked Chitosan Beads, Seperation Science and Technology, 32, 1959-1974.

Kazancı, A., 2010. Polimer Schiff Bazları ve Metal Komplekslerinin Sentezi ve Katalizör Özelliklerinin İncelenmesi, Doktora Tezi, Çukurova Üniversitesi, Adana.

Kirby, B.J., Hasselbrink, E.F., 2004. Zeta Potential of Microfluidic Subsrates, Electrophoresis, 25, 203-213.

Knaul, J.Z., Hudson, S.M., Creber, K.M., 1989. Crosslinking of Chitosan Fibers With Dialdehydes: Proposal of A New Reaction Mechanics, Journal of Polymers Science: Part B: Polymer Pyhsics, 37, 1079-1094.

Knittel, D., Schollmeyer, E., 1998. Chitosan Und Seine Derivate Für Die Textilvered lung Teil 1: Ausgansposition, Textilveredlung, 33, 3/4.

Ko, Y.G., Sung, B.H., Choi, U.S., 2007. Electrorheological Properties of Aminated Chitosans. Colloids and Surfaces A: Physiscochemical Engineering Aspects 305, 120-125.

Koch, A.L., 2001. Bacterial Growth and Form, Springer Science & Business Media, 143.

Kolvari, E., Koukabi, N., Maliheh, M., 2015. Perlite: A Cheap Natural Support for Immobilization of Sulfonic Acid as Heterogeneous Solid Acid Catalyst for the Heterocyclicmultucomponent Reaction, Journal of Molecular Catalysis A: Chemical Journal of Molecular Catalysis A: Chemical, 397, 68-75.

Kong, M., Chen, X.G., Xing, K., Park, H.J., 2010. Antimicrobial Properties of Chitosan and Mode of Action: A State of the Art Review, Int. J. Food Microbiol., 144, 51-63.

Kumar, M.N.V.R., 2000. A Review of Chitin and Chitosan Applications, React Funct Polym., 46, 1-27.

Kurita, K., 2001.Controlled functionalization of the Polysaccharide Chitin, Progress In Polymer Science, 26, 1921-1971.

L., Shi, L, Yang, J., Chen, Y., Pei, M., Chen, B., Hui, J., Li, 2004. Preparation and Characterization of pH Sensitive Hydrogel of Chitosan/Poly(Acrylic Acid) Co-Polymer, J. Biomater, Sci. Polymer Ed., 15, 465-474.

Marcasuzaa, P., Reynaud, S., Ehrenfeld, F., Khoukh, A., Desbrieres, J., 2010. Chitosan-Graft-Polyaniline Based Hydrogels: Elaboration and Properties, Biomacromolecules, 11, 1684-1691.

McFarland, J., 1907. The Nephelometer: An Instrument for Estimating the Number of Bacteria in Suspensions used for Calculating the Opsonic Index and for Vaccines, Jama., 14, 1176-1178.

Meneghetti, P., Qutubuddin S., 2006. Synthesis, Termal Properties and Applicaiton of Polymer-Clay Nanocomposites, Thermochimica Acta, 442, 74-77.

Mo, Z., Zhao, Z., Chen, G., Niu, H., 2009. Heteregenous Preparation os Cellulosepolyaniline H. Conductive Composites With Cellulose Activated By Acids and its Electrical Properties, Carbohydrate Polymers, 75, 660-664.

Montazer, M., Afjeh, G., 2007. Simultaneous X-Linking and Antimicrobial Finishing of Cotton Fabric, Journal of Applied Polymer Science, 103, 178-185.

Morgan, P., 2005. Carbon Fiber an Their Composites, CRC Press, Boca Raton.

Murugan, R., Kumar., T.S., Yang, F., Ramakrishna, S., 2005. Hydroxyl Carbonateapatite Hybrid Bone Composites Using Carbohydrate Polymer. J. Compos. Mater., 39, 1159-1167.

Nasrollahzadeh, M., Sajadi, S.M., Vartooni, A.R., Bagherzadeh, M., Safari, R., 2015. Immobilization of copper nanoparticles on perlite: Green synthesis, characterization and catalytic activity on aqueous reduction of 4-nitrophenol, Journal of Molecular Catalysis A: Chemical, 400, 22-30.

Özçelik, S., 1992. Gıda Mikrobiyolojisi Laboratuvar Kılavuzu, Fen-Edebiyat Fakültesi Yayınları, Yayın No:1, Elazığ, 135.

Önses, M.S., 2006. Preparation of Polyacrylamide-Clay Nanocomposites By Redox Polymerization, Yüksek Lisans Tezi, İstanbul Teknik Üniversitesi, İstanbul.

Petersson, L., Oksman, K., 2006. Biopolymer Based Nanocomposites: Comparing La yered Silicates and Microcrystalline Cellulose as Nanoreinforcement, Compo sites Science and Technology, 66, 2187-2188.

Queen, H.Y.A, 2006. Electrospinning Chitosan-Based Nanofibers for Biomedical Applications, MsC Thesis.

Rabea, E.I., Badawy, M.E.T., Stevens, C.V., Smagghe, G., Steurbaut, W., 2003. Chitosan as Antimicrobial Agent: Applications and Mode of Action, Biomacromolecules, 4, 1457-1465.

Reghan, J., Saville, D., Russel, W., 2003. Electrophoresis of Spherical Polymer-Coated Colloidal Particles, Journal of Colloid an Interface Science, 258, 56-74.

Rodrigues, C.A., Laranjeira, M.C.M., De Favere, V.T., Stadler, E., 1998. Interaction of Cu^{+2} on N-(2-Pyridymethyl) and N-(4-Pyridylmethyl) Chitosan, Polymer Journal, 39, 5121-5126.

Russell, A.S., Scales, P.J., Mangelsdorf, C.S., Underwood, S.M., 1995. An Electrophoretic of the Relaxation Term in Elektrokinetic Theory. Langmuir., 11, 1112-1115.

Saçak, M. 2004. Polimer Kimyası, Gazi Kitabevi.

Saçak, M. 2005. Polimer Teknolojisi Gazi Kitabevi.

Santander-Ortega, M.J., Peula-Garcia, J.M., Goycoolea, F.M., Ortega-Vinuesa, J.L., 2011. Chitosan Nanocapsules: Effect of Chitosan Molecular Weight and Acetylation Degree on Electrokinetic Behaviour and Collodial Stability, Colloids and Surfaces B: Biointerfaces, 82, 571-580.

Sarıkaya, Y., 2000. Fizikokimya, Gazi Kitapevi, Ankara, 632-633.

Sharma, B.G., Basu, S., Sharma, M.M., 1996. Characterization of Adsorbed Ionic Surfactants on a Mica Substrate, Langmuir, 12, 6506-6512.

Sudharshan, N.R., Hoover, D.G., Knorr, D., 1992. Antibacterial Action of Chitosan, Food Biotechnol, 6, 257-272.

Swoboda, B., Buonomo, S., Leroy, E., Lopez Cuesta, J.M., 2008. Fire Retardant Poly(Ethylene Terephthalate)/Polycarbonate/Triphenyl Phosphite Blends, Polymer Degradation and Stability, 93, 910-917.

Tavman, İ.H., Turgut, A., 2006. Mikro ve Nano Boyutlu Tanecik Katkılı Polimer Kompozitlerin Mekanik Özellikleri, Proceedings of 11th International Materials Symposium, Denizli, Türkiye.

Tezcan, F., 2008. Aljinat/Kil Biyopolimer Nanokompozit Filmerinin Eldesi ve Karak terizasyonu Yüksek Lisans Tezi, İstanbul Teknik Üniversitesi, İstanbul.

Tiwari, A., Singh, V., 2007. Synthesis and Characterization of Electrical Conducting Chitosan-Graft-Polyaniline, Express Polymer Letters, 1, 308-317.

Vasant, V.R., Hollinger, R.M.A., 2004. Drug Delivery Systems. Secon edition, CRC PRESS, 79, Washington.

Wang, L., Wang, A., 2007. Adsorption Characteristics of Congo Red Onto The Chitosan/Montmorillonite Nanocomposite, Journal of Hazardous Materials, 147, 979-985.

Wood, N., Stephens, G., 2010. Accelerating the Discovery of Biocompatible Ionic Liquids, Phys. Chem., 12, 1670-1674.

Worral, W.E., 1986. Clays and Ceramic Raw Materials, Elsevier Applied Science Publisher, London.

Yalçınkaya, S.E., 2008. Nanokil-Polimer Kompozitlerinin Sentezi ve Karakterizasyonu, Yüksek Lisans Tezi, Ankara Üniversitesi, Ankara.

Yükselen, Y., Kaya, A., 2003. Zeta potential of kaolinite in the presence of alkali,alkaline earth and hydrolyzable metal ions. Water, Air, and Soil Pollution, 145, 155-168.

Yılmazbayhan, A., 2006. Maleik Anhidritle Graftlanmış Oligomerlerin ve İ-PP/Silikat Nanokompozitlerin Tepkimeli Ekstrüzyon Yöntemiyle Sentezi ve Karakterizasyonu, Yüksek Lisans Tezi, Hacettepe Üniversitesi, Ankara.

Yurdagül, T.Z., 2007. Poliinden/Poli(Oksimetilen) İletken Karışımlarının Hazırlanması ve Özelliklerinin İncelenmesi, Yüksek Lisans Tezi, Gazi Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Ankara.

Zincir, E., 2013. Modifiye Edilmiş Perlit ile Atık Sulardan Bor Giderimi, Yüksek Lisans Tezi, İstanbul Teknik Üniversitesi, İstanbul.

Url-2 USBM Mineral Yearbooks (1995), < http://minerals. usgs.gov alındığı tarih: 15.09.2006.

ÖZGEÇMİŞ



Adı Soyadı : Gökhan Kaya

Doğum Yeri ve Yılı : Yalova, 1991

Medeni Hali : Bekar

Yabancı Dili : İngilizce

E-posta : gokhan_kayaa@outlook.com

Eğitim Durumu

Lise : Fatih Sultan Mehmet Lisesi, (2005-2009)

Lisans : SDÜ, Fen-Edebiyat Fakültesi, Kimya (2010-2014)

Projeler

Politiyofen, Poli(Tiyofen-3-Karboksilik Asit) ve Poli(3-Brom Tiyofen) Sentezi, Karakterizasyonu, Işığa ve Sıcaklığa Bağlı İletkenlikleri (TÜBİTAK 2209 Öğrenci Projesi-2013).

Perlit/kitosan Kompozitlerinin Sentezi, Karakterizasyonu, Elektrokinetik ve Antibakteriyal Ozelliklerinin Incelenmesi. (SDÜ-BAP-4479-YL2-15).

Kongreler

Paint İstanbul/ 22-25 Ekim 2014 - İstanbul

27. Ulusal Kimya Kongresi/ 23-28 Ağustos 2015- Çanakkale

TESNAT 2015/ 23-26 Nisan 2015- Osmaniye

TESNAT 2016/ 28-30 Nisan 2016- Hatay

28. Ulusal Kimya Kongresi/ 15-21 Ağustos 2016- Mersin