

T.C.
SAKARYA ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

ŞEKER PANCARI POSASINDAN AKTİF KARBON ÜRETİMİ VE
GÜMÜŞ BAZLI BİYOKOMPOZİT POLİLAKTİK ASİT
FİLMLERDE UYGULANMASI

DOKTORA TEZİ

Sinem GÜNEŞ

Gıda Mühendisliği Anabilim Dalı

TEMMUZ 2024

T.C.
SAKARYA ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

ŞEKER PANCARI POSASINDAN AKTİF KARBON ÜRETİMİ VE
GÜMÜŞ BAZLI BİYOKOMPOZİT POLİLAKTİK ASİT
FİLMLERDE UYGULANMASI

DOKTORA TEZİ

Sinem GÜNEŞ

Gıda Mühendisliği Anabilim Dalı

Tez Danışmanı: Prof. Dr. Dilek ANGIN YILMAZ

Ortak Danışman: Prof. Dr. Zehra AYHAN

TEMMUZ 2024

Sinem GÜNEŞ tarafından hazırlanan “Şeker Pancarı Posasından Aktif Karbon Üretimi ve Gümüş Bazlı Biyokompozit Polilaktik Asit Filmlerde Uygulanması” adlı tez çalışması 22.07.2024 tarihinde aşağıdaki jüri tarafından oy birliği ile Sakarya Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Gıda Mühendisliği Anabilim Dalı’nda Doktora tezi olarak kabul edilmiştir.

Tez Jürisi

Jüri Başkanı :

Jüri Üyesi :

Jüri Üyesi :

Jüri Üyesi :

Jüri Üyesi :



ETİK İLKE VE KURALLARA UYGUNLUK BEYANNAMESİ

Sakarya Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Lisansüstü Eğitim-Öğretim Yönetmeliğine ve Yükseköğretim Kurumları Bilimsel Araştırma ve Yayın Etiği Yönergesine uygun olarak hazırlamış olduğum “Şeker Pancarı Posasından Aktif Karbon Üretimi ve Gümüş Bazlı Biyokompozit Polilaktik Asit Filmlerde Uygulanması” başlıklı tezin bana ait, özgün bir çalışma olduğunu; çalışmamın tüm aşamalarında yukarıda belirtilen yönetmelik ve yönergeye uygun davrandığımı, tezin içerdiği yenilik ve sonuçları başka bir yerden almadığımı, tezde kullandığım eserleri usulüne göre kaynak olarak gösterdiğimi, bu tezi başka bir bilim kuruluna akademik amaç ve unvan almak amacıyla vermediğimi ve 20.04.2016 tarihli Resmi Gazete’de yayımlanan Lisansüstü Eğitim ve Öğretim Yönetmeliğinin 9/2 ve 22/2 maddeleri gereğince Sakarya Üniversitesi’nin abonesi olduğu intihal yazılım programı kullanılarak Enstitü tarafından belirlenmiş ölçütlere uygun rapor alındığını, çalışmamla ilgili yaptığım bu beyana aykırı bir durumun ortaya çıkması halinde doğabilecek her türlü hukuki sorumluluğu kabul ettiğimi beyan ederim.

(22/07/2024)

Sinem GÜNEŞ





Destekleri ve inançlarıyla her zaman yanımda olan aileme...



TEŞEKKÜR

Doktora eğitimim ve çalışmalarım esnasında, gerek derslerimde gerekse tez çalışmalarımda bana danışmanlık ederek beni yönlendiren ve her türlü imkanı sağlayan danışmanım saygıdeğer Prof. Dr. Dilek ANGIN YILMAZ'a ve ortak danışmanım Prof. Dr. Zehra AYHAN'a, deneysel çalışmalarımda yardımlarını ve anlayışlarını esirgemeyen Dr. Öğr. Üyesi Güliz HASKARACA'ya, Yüksek Gıda Mühendisi İlknur ARA'ya, Fatma AL'a ve diğer tüm laboratuvar çalışma arkadaşlarıma teşekkürlerimi sunarım.

Bu çalışmanın maddi açıdan desteklenmesine olanak sağlayan Sakarya Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeler (BAP) Koordinatörlüğü Komisyonuna (Lisansüstü Tez Projesi-DR-Proje No: 2021-7-25-110) teşekkür ederim.

Sinem GÜNEŞ



İÇİNDEKİLER

Sayfa

ETİK İLKE VE KURALLARA UYGUNLUK BEYANNAMESİ	v
TEŞEKKÜR	ix
İÇİNDEKİLER	xi
KISALTMALAR	xiii
SİMGELER	xv
TABLO LİSTESİ	xvii
ŞEKİL LİSTESİ	xix
ÖZET	xxi
SUMMARY	xxv
1. GİRİŞ	1
1.1. Literatür Araştırması	6
1.1.1. Atık malzeme olarak şeker pancarı posası	6
1.1.2. Aktif karbon üretimi	7
1.1.3. Aktif karbona gümüş emdirilmesi	13
1.1.4. Aktif karbonun polimer matrislerde kullanımı	18
1.2. Araştırma Sorusu	21
2. MATERYAL VE YÖNTEM	23
2.1. Aktif Karbon ve PLA Filmlerinin Üretiminde Kullanılan Kimyasallar	23
2.2. Şeker Pancarı Posasının Temini ve Hazırlanması	23
2.3. Şeker Pancarı Posasından Aktif Karbon Üretimi	23
2.4. Aktif Karbon Üretiminin Optimizasyonu	24
2.5. AK-Ag Kompozit Yapının Hazırlanması	25
2.6. Şeker Pancarı Posası, AK ve AK-Ag'lerin Karakterizasyonu	25
2.6.1. Nem tayini	25
2.6.2. Kül tayini	26
2.6.3. Uçucu madde tayini	26
2.6.4. Sabit karbon tayini	27
2.6.5. Verim hesaplanması	27
2.6.6. Metilen mavisi adsorpsiyonu	27
2.6.7. Elemental analiz	28
2.6.8. Yüzey analizi	28
2.6.9. Taramalı elektron mikroskopisi (SEM) analizi ve EDS görüntüleme	29
2.6.10. Fourier transform infrared spectra (FTIR) analizi	29
2.6.11. X-ışını kırınım (XRD) analizi	29
2.6.12. Termal gravimetrik (TG) analizi	29
2.6.13. AK ve AK-Ag partiküllerinin antimikrobiyal analizi	30
2.7. PLA Filmlerinin Hazırlanması	30
2.8. PLA Filmlerinin Karakterizasyonu	31
2.8.1. Yapısal analizler	31
2.8.1.1. SEM analizi	31
2.8.1.2. FTIR analizi	31

2.8.1.3. XRD analizi	31
2.8.1.4. TG ve DSC (diferansiyel taramalı kalorimetre) analizi	32
2.8.2. Fiziksel analizler	32
2.8.3. Mekanik analizler	32
2.8.4. Bariyer analizi	34
2.8.5. Antimikrobiyal analiz	34
2.9. İstatistiksel Analiz	35
3. ARAŞTIRMA BULGULARI VE TARTIŞMA	37
3.1. Aktif Karbon Üretiminin Optimizasyonu	37
3.1.1. ANOVA analiz sonuçları	37
3.1.2. Optimizasyon sonuçları ve doğrulanması	42
3.1.3. Şeker pancarı posası ve aktif karbonun karakterizasyon analizleri	43
3.1.3.1. Şeker pancarı posası ve aktif karbonun elemental analiz, ön analiz ve BET analiz sonuçları	43
3.1.3.2. SEM analiz sonuçları	45
3.1.3.3. FTIR analiz sonuçları	46
3.1.3.4. XRD analiz sonuçları	47
3.1.3.5. TG analiz sonuçları	48
3.1.4. AK-Ag kompozit yapının karakterizasyon analizleri	49
3.1.4.1. AK-Ag kompozit yapının antimikrobiyal analiz sonuçları	52
3.2. PLA Filmlerinin Karakterizasyonu	52
3.2.1. Yapısal özellikleri	52
3.2.1.1. SEM analiz sonuçları	52
3.2.1.2. FTIR analiz sonuçları	55
3.2.1.3. XRD analiz sonuçları	57
3.2.1.4. TG ve DSC analiz sonuçları	60
3.2.2. Fiziksel özellikler	63
3.2.3. Mekanik özellikler	65
3.2.4. Bariyer özellikleri	68
3.2.5. Antimikrobiyal özellikler	69
4. SONUÇ VE ÖNERİLER	73
KAYNAKLAR	77
ÖZGEÇMİŞ	91

KISALTMALAR

AK	: Aktif Karbon
AK-Ag	: Gümüş Emdirilmiş Aktif Karbon
ASTM	: Amerikan Malzeme ve Testler Derneği
BET	: Brunner-Emmett-Teller Yüzey alanı
CCD	: Central Composite Design (Merkezi Bileşik Tasarımı)
DNA	: Deoksiriboz Nükleik Asit
FAO	: Birleşmiş Milletler Gıda ve Tarım Örgütü
FDA	: Amerika Birleşik Devletleri Gıda ve İlaç İdaresi
FTIR	: Fourier Dönüşümlü Kızılötesi Spektroskopisi
GRAS	: Genel Olarak Güvenli Olarak Tanınan
MHA	: Muller Hinton Agar
MM_G	: Metilen Mavisi Giderimi
PEG	: Polietilen Glikol
PLA	: Polilaktik Asit
RSM	: Response Surface Methodology (Yanıt Yüzey Metodolojisi)
SEM	: Scanning Electron Microscope (Taramalı Elektron Mikroskobu)
TG	: Termal Gravimetrik Analizi
TG/DSC	: Termal Gravimetrik/Diferansiyel Taramalı Kalorimetre
TSB	: Tyryptic Soy Broth
TÜİK	: Türkiye İstatistik Kurumu
XRD	: X-ışını Difraktometresi



SİMGELER

cm	: Uzunluk birimi [santimetre]
g	: Kütle birimi [gram]
kg	: Kütle birimi [kilogram]
L	: Sıvı ölçü birimi [litre]
mg	: Kütle birimi [miligram]
mL	: Sıvı ölçü birimi [mililitre]
mm	: Uzunluk birimi [milimetre]
m²	: Alan ölçü birimi [metrekare]
MPa	: Basınç birimi [megapascal]
µm	: Uzunluk birimi [mikrometre]
µL	: Sıvı ölçü birimi [mikrolitre]
N	: Kuvvet birimi [newton]
nm	: Uzunluk birimi [nanometre]
°C	: Sıcaklık ölçü birimi [santigrat derece]



TABLO LİSTESİ

Sayfa

Tablo 1.1. Şeker pancarı posasının kimyasal bileşimi.	6
Tablo 1.2. Dünyada başlıca şeker pancarı üretici ülkeler.....	7
Tablo 2.1. Bağımsız değişkenler, yanıtlar ve seviyeleri.....	24
Tablo 2.2. Hazırlanan PLA bazlı biyokompozit filmlerin kodları ve bileşimleri.	31
Tablo 3.1. Kullanılan tasarım matrisi ve deney sonuçları.	37
Tablo 3.2. Model özet istatistikleri–Yanıt 1–Verim (%).....	38
Tablo 3.3. Model özet istatistikleri–Yanıt 2–MM _G (%).....	38
Tablo 3.4. Verim (%) yanıtı için Yanıt Yüzeyi Quadratic Modeli varyans analiz sonuçları.....	38
Tablo 3.5. MM _G (%) yanıtı için Yanıt Yüzeyi Quadratic Modeli varyans analiz sonuçları.....	39
Tablo 3.6. Verim (%) yanıtı için modelin R ² değerleri.	40
Tablo 3.7. MM _G (%) yanıtı için modelin R ² değerleri.	40
Tablo 3.8. Verim (%) ve MM _G (%) yanıtı için optimizasyon sonuçları.	42
Tablo 3.9. Proses optimizasyon doğrulaması.	43
Tablo 3.10. Aktif karbon ve şeker pancarı posasına ait elemental, ön ve yüzey analiz sonuçları.....	43
Tablo 3.11. Farklı oranlarda AK ve AK-Ag'nin PLA filmlerinin renk ve kalınlık özelliklerine etkisi.	63
Tablo 3.12. Farklı oranlarda AK ve AK-Ag'nin PLA filmlerinin mekanik özelliklerine etkisi.....	66
Tablo 3.13. Farklı oranlarda AK ve AK-Ag'nin PLA filmlerinin su buharı geçiş hızına (WVTR) etkisi.	68
Tablo 3.14. Farklı oranlarda AK ve AK-Ag'nin PLA filmlerinin <i>E. coli</i> ve <i>S. aureus</i> 'a karşı antimikrobiyal etkisi.	70



ŞEKİL LİSTESİ

Sayfa

Şekil 2.1. Metilen mavisi kalibrasyon eğrisi.....	28
Şekil 2.2. Su buharı geçiş hızı testi için hazırlanan PLA/%10PEG/AK film örnekleri, (sol) %1AK ve (sağ) %10AK içeren filmler.....	34
Şekil 3.1. (a) Verim (%) ve (b) MM_G (%) yanıtları için deneysel ve öngörülen değerleri arasındaki ilişki.	40
Şekil 3.2. Verim (a ve b) ve MM_G (c ve d) için 3D yanıt yüzeyi (a ve c) ve karşılık gelen kontur grafiği (b ve d).....	41
Şekil 3.3. Çekicilik değeri için yüzey grafiği (emdirme oranı ve karbonizasyon sıcaklığı).	42
Şekil 3.4. a) ve b) Şeker pancarı posasına ait SEM görüntüleri (1000x ve 3000x), c) ve d) Aktif karbona ait SEM görüntüleri (1000x ve 3000x).	45
Şekil 3.5. Şeker pancarı posasının ve aktif karbonun FTIR spektrumları.	46
Şekil 3.6. Şeker pancarı posası ve aktif karbonun XRD spektrumları.....	47
Şekil 3.7. Şeker pancarı posası ve aktif karbona ait TG eğrileri.....	48
Şekil 3.8. AK-Ag kompozit yapısına ait SEM (x1000 ve x3000) ve EDS görüntüleri.	49
Şekil 3.9. AK-Ag kompozit yapısına ait FT-IR spektrumu.	50
Şekil 3.10. AK-Ag kompozit yapısına ait XRD spektrumu.....	51
Şekil 3.11. AK-Ag kompozite ait TG eğrisi.	51
Şekil 3.12. AK ve AK-Ag partiküllerine ait antimikrobiyel sonuçlar, (a) <i>S. aureus</i> , (b) <i>E. coli</i>	52
Şekil 3.13. Çözücü döküm yöntemiyle hazırlanan PLA (a) ve PLA/%10PEG (b) filmlerinin 1000x büyütme oranında SEM görüntüleri.	53
Şekil 3.14. Farklı oranlarda AK ve AK-Ag içeren PLA/%10PEG filmlerinin SEM görüntüleri: a) %1AK, b) %3AK, c) %5AK, d) %7AK, e) %10AK, f) %1AK-Ag, g) %3AK-Ag, h) %5AK-Ag, ı) %7AK-Ag, j) %10AK-Ag.....	54
Şekil 3.15. PLA ve PLA/%10PEG filmlerine ait FTIR spektrumları.....	55
Şekil 3.16. AK katkılı PLA/%10PEG filmlerine ait FTIR spektrumları.	56
Şekil 3.17. AK-Ag katkılı PLA/%10PEG filmlerine ait FTIR spektrumları.....	57
Şekil 3.18. PLA ve PLA/%10PEG filmlerine ait XRD spektrumları.	58
Şekil 3.19. AK katkılı PLA/%10PEG filmlerine ait XRD spektrumları.	59
Şekil 3.20. AK-Ag katkılı PLA/%10PEG filmlerine ait XRD spektrumları.	59
Şekil 3.21. PLA ve PLA/%10PEG filmlerine ait TG/DSC eğrileri.....	60
Şekil 3.22. AK ve AK-Ag katkılı PLA/%10PEG filmlerine ait TG/DSC eğrileri. ...	62
Şekil 3.23. Saf PLA ve PLA/%10PEG'e ait filmler.	63
Şekil 3.24. Farklı oranlarda AK katkılı PLA/%10PEG kompozit filmleri.	64
Şekil 3.25. Farklı oranlarda AK-Ag katkılı PLA/%10PEG kompozit filmleri.....	64
Şekil 3.26. Farklı oranlarda AK-Ag katkılı PLA/%10PEG kompozitlerinin <i>E. coli</i> (a) ve <i>S. aureus</i> 'a (b) karşı antimikrobiyal testlerine ait görüntüler.....	70



ŞEKER PANCARI POSASINDAN AKTİF KARBON ÜRETİMİ VE GÜMÜŞ BAZLI BİYOKOMPOZİT POLİLAKTİK ASİT FİLMLERDE UYGULANMASI

ÖZET

Bu tez çalışmasında, şeker endüstrisi katı atığı olan şeker pancarı (*Beta vulgaris* L.) posasından kimyasal aktivasyon ile aktif karbon üretilmiştir. Elde edilen aktif karbona antimikrobiyal özellikler kazandırmak amacıyla gümüş iyonları eklenmiştir. Sonrasında, aktif karbon-gümüş kompozit yapı, biyobozunur özellikteki polilaktik asit (PLA) filmin içerisine eklenerek, filmin mekanik, bariyer, morfolojik ve antimikrobiyal özelliklerindeki gelişmeler incelenmiştir.

Aktif karbonun üretim süreci, yanıt yüzey metodolojisi (RSM) tasarımı olan merkezi bileşik tasarımı (CCD) kullanılarak optimize edilmiştir. Şeker pancarı posasından çinko klorür ($ZnCl_2$) ile kimyasal aktivasyon yoluyla aktif karbon üretilmiştir. Üretim sürecinde karbonizasyon sıcaklığı ($500-800\text{ }^{\circ}C$) ve $ZnCl_2$ emdirme oranı (1-4) değişken olarak belirlenmiş ve bu değişkenlerin aktif karbon verimliliği (%) ile metilen mavisi giderimi (%MM_G) yanıtları üzerindeki etkileri incelenmiştir. Farklı oranlarda $ZnCl_2$ ile emdirilen örneklerin aktivasyonu $500-800\text{ }^{\circ}C$ 'de, $5\text{ }^{\circ}C/dk$ ısıtma hızında, $200-300\text{ cm}^3/dk$ azot gazı akışı altında gerçekleştirilmiş ve son sıcaklıkta 2 saat tutulmuştur. Optimizasyon analizine göre, en yüksek aktif karbon verimi ve metilen mavisi giderimi için $ZnCl_2$ emdirme oranı 1 ve aktivasyon sıcaklığı $500\text{ }^{\circ}C$ olarak tespit edilmiştir. Belirlenen parametrelerde şeker pancarı posasından elde edilen aktif karbon verimi $20,88\pm0,822$ ve metilen mavisi giderimi ise $86,80\pm0,213$ olarak bulunmuştur.

Optimizasyon çalışması sonucunda uygun parametrelere göre elde edilen aktif karbon (AK) elemental (C, H, N, S, O), nem, kül, uçucu madde, sabit karbon, BET, SEM, FTIR, XRD, TG özellikleri açısından analiz edilmiştir. Elemental analiz sonucuna göre, aktivasyon işlemi sonrası karbon içeriği artarken, hidrojen ve oksijen içeriği azalmıştır. Elde edilen aktif karbondaki uçucu madde ve kül miktarı azalırken sabit karbon içeriğinin arttığı gözlemlenmiştir. Optimum koşullarda elde edilen aktif karbonun BET yüzey alanı $1045\text{ m}^2/g$ ve mikrogözenek hacmi $0,395\text{ m}^3/g$ olarak saptanmıştır. Bu şartlarda toplam gözenek hacminin yaklaşık %74'ünün mikrogözeneklerden oluştuğu ve ortalama gözenek çapının $2,04\text{ nm}$ olduğu belirlenmiştir. SEM görüntülerinde, aktif karbonun gözenekli bir yapıya sahip olduğu görülmüştür. FTIR spektrumları, aktivasyon sürecinin şeker pancarı posasının kimyasal bileşimini ve yapısal özelliklerini önemli ölçüde değiştirdiğini göstermiştir. XRD analizine göre, aktif karbonun amorf yapıda olduğu belirlenmiştir. Şeker pancarı posasına ait TG eğrisine göre, termal bozunma üç aşamada gerçekleşmiş ve yaklaşık %93,11 oranında kütle kaybı yaşanmıştır. Aktif karbonun ise sıcaklık değişiminden daha az etkilendiği ve toplamda %29,04 oranında kütle kaybı olduğu görülmüştür.

Elde edilen aktif karbona kimyasal indirgeme yöntemiyle gümüş iyonları eklenmiştir. SEM görüntülerinde, aktif karbonun yüzeyinde gümüş parçacıklarının varlığı açıkça görülmüştür. XRD sonuçlarında, aktif karbona gümüş ilave edildiğinde kristal yapının

oluştugu gözlemlenmiştir. Aktif karbon-gümüş (AK-Ag) kompozit yapıya ait TG eğrisinde toplamda %22,98 oranında ağırlık kaybı görülmüştür. Elde edilen AK-Ag kompozitinin, antimikrobiyal etkisi disk difüzyon yöntemi kullanılarak incelenmiş ve *E. coli* ve *S. aureus*'a karşı antimikrobiyal etki tespit edilmiştir.

Üretilen AK ve AK-Ag örnekleri, farklı oranlarda (%1, 3, 5, 7, 10) PLA filmine dahil edilmiştir. Filmler, çözücü döküm yöntemi kullanılarak hazırlanmıştır. Çözücü olarak kloroform kullanılmış ve %5 (a/a) PLA çözeltisi elde edilmiştir. Bu çözeltiye, %10 oranında polietilen glikol (PEG 400) plastikleştirici eklenmiştir. Ardından, farklı oranlarda AK (PLA/%10PEG/AK) ve AK-Ag (PLA/%10PEG/AK-Ag) partikülleri (<50 µm) çözeltiye ilave edilmiş ve karışım 12 saat boyunca 60 °C'de karıştırılmıştır. Hazırlanan çözeltiler, 9 cm çapındaki petri kutularına 7,5 mL olacak şekilde dökülmüş ve etüvde 75 °C'de yaklaşık 35 dakika kurumaya bırakılmıştır. Ayrıca, PEG 400 ve AK veya AK-Ag içermeyen saf PLA filmi ile sadece PEG 400 içeren PLA/%10PEG filmi de hazırlanmıştır. Elde edilen filmler, fiziksel (renk ve kalınlık ölçümü), mekanik (gerilme mukavemeti, kopma anındaki uzama oranı ve ısıl yapışma mukavemeti), bariyer (su buharı geçiş hızı, WVTR), antimikrobiyal aktivite (*Escherichia coli* ve *Staphylococcus aureus*), yapısal (SEM, XRD), termal (TGA/DSC) ve yüzey (FTIR) özellikleri açısından analiz edilmiştir.

Üretilen saf PLA filmi kırılkan ve şeffaf bir yapıya sahipken, %10 oranında PEG 400 eklenmiş PLA filmleri daha esnek ve opak bir görünümde elde edilmiştir. SEM görüntülerinde, PLA'nın pürüzsüz bir yüzeye sahip olduğu, %10 oranında PEG 400 içeren filmin ise pürüzlülük gösterdiği gözlemlenmiştir. AK miktarı %1'den %10'a çıktıkça, AK parçacıklarının PLA matrisi boyunca homojen şekilde dağılmak yerine kümелendiği gözlemlenmiştir. AK-Ag içeren filmlerin SEM görüntülerinde ise, AK katkılı filmlere göre daha iyi dağılım gözlemlenmiştir. FTIR spektrumu, PLA ve PLA/%10PEG filmlerinin benzer kimyasal bileşimlere sahip olduğunu ve PLA/%10PEG filminin PEG'in karakteristik fonksiyonel gruplarını içerdiğini göstermiştir. AK ve AK-Ag katkılı kompozit filmler de PLA/%10PEG ile aynı karakteristik pikleri sergilemiştir. XRD analizine göre, PEG'in %10 oranında eklenmesi PLA'nın kristal yapısını önemli ölçüde değiştirmemiştir. Termal analiz sonuçlarına göre, PEG'in plastikleştirici etkisi, PLA'nın termal stabilitesini bozarak malzemenin daha düşük bir sıcaklıkta bozulmasına neden olmuştur. AK ve AK-Ag katkılı filmler, PLA/%10PEG ile karşılaştırıldığında termal stabilitenin değişmediği gözlemlenmiştir.

AK ve AK-Ag oranının artmasıyla birlikte filmlerin toplam renk değişiminde (ΔE) artış gözlemlenmiş, parlaklık (L^*) değerinde ise azalış meydana gelmiştir. AK-Ag katkılı filmlerin, kompozit yapının rengi nedeniyle sarı-kırmızı renk değerleri yüksek çıkmıştır. AK ve AK-Ag partikülleri PLA matrisine eklendiğinde, gerilme mukavemeti değerlerinde azalma gözlemlenmiştir. PLA/%10PEG filmine kıyasla, %1-10 arasında AK katkılı filmlerde gerilme mukavemeti değerlerinde %14,63'ten %33'e kadar azalma görülürken, AK-Ag katkılı filmlerde %2,32'den %22,69'a kadar azalma gözlenmiştir. En yüksek gerilme mukavemeti değerleri, 31,47 MPa ile %1 AK-Ag ve 29,45 MPa ile %3 AK-Ag filmlerinde elde edilmiştir. PLA filmlerin gerilme mukavemeti değerleri, AK ve AK-Ag eklendikten sonra azalmış olsa da, petrol bazlı ticari plastik filmlerle kıyaslandığında karşılaştırılabilir düzeyde olduğu görülmüştür. En yüksek kopma anındaki uzama oranı ve ısıl yapışma mukavemeti değerleri de %1 ve %3 AK-Ag filmlerinde kaydedilmiştir. Su buharı geçiş hızı, %1 AK ve AK-Ag katkılı filmlerde, PLA/%10PEG'e kıyasla yaklaşık %34 oranında artış göstermiştir. Disk difüzyon yöntemi kullanılarak filmlerin antimikrobiyal aktiviteleri araştırılmıştır.

Antimikrobiyal özellikler sadece %3, %5 ve %7 oranında AK-Ag katkılı filmlerde tespit edilmiştir.

Sonuç olarak, şeker pancarı posasının aktif karbon üretimi için iyi bir ham madde olduğu belirlenmiştir. Elde edilen aktif karbonun gümüş iyonlarıyla emdirilmesi, AK-Ag kompozit malzemeye antimikrobiyal özellik kazandırmıştır. Aktif karbon-gümüş kompozit yapısının PLA matrisine dahil edilmesiyle elde edilen biyokompozit filmler, sürdürülebilir aktif gıda ambalajı olarak petrol bazlı ticari plastik filmler yerine kullanılma potansiyeline sahiptir.





PRODUCTION OF ACTIVATED CARBON FROM SUGAR BEET PULP AND ITS APPLICATION IN SILVER BASED BIOCOMPOSITE POLYLACTIC ACID FILMS

SUMMARY

In this thesis study, activated carbon was produced from the sugar beet (*Beta vulgaris* L.) pulp, a solid waste from the sugar industry, through chemical activation. Silver ions were added to the obtained activated carbon to impart antimicrobial properties. Subsequently, the activated carbon-silver composite structure was incorporated into biodegradable polylactic acid (PLA) films, and the improvements in the mechanical, barrier, morphological, and antimicrobial properties of the film were investigated.

The production process of activated carbon was optimized using the Central Composite Design (CCD) of Response Surface Methodology (RSM). Activated carbon was produced from sugar beet pulp through chemical activation with zinc chloride (ZnCl_2). In the production process, carbonization temperature (500-800 °C) and ZnCl_2 impregnation ratio (1-4) were determined as variables, and the effects of these variables on activated carbon yield (%) and methylene blue removal (%MB_R) responses were investigated. The activation of samples impregnated with different ratios of ZnCl_2 was carried out at 500-800 °C with a heating rate of 5 °C/min, under a nitrogen gas flow of 200-300 cm³/min, and held at the final temperature for 2 hours. According to the optimization analysis, the ZnCl_2 impregnation ratio of 1 and the activation temperature of 500 °C were determined to be the best conditions for the highest activated carbon yield and methylene blue removal. Under the determined parameters, the activated carbon yield from sugar beet pulp was found to be 20.88±0.822%, and the methylene blue removal was 86.80±0.213%.

As a result of the optimization study, the activated carbon (AC) obtained under suitable parameters was analyzed for its elemental (C, H, N, S, O), moisture, ash, volatile matter, fixed carbon, BET, SEM, FTIR, XRD, and TG properties. According to the elemental analysis, after the activation process, the carbon content increased while the hydrogen and oxygen content decreased. It was observed that the volatile matter and ash content decreased, whereas the fixed carbon content increased in the obtained activated carbon. The BET surface area of the activated carbon obtained under optimum conditions was determined to be 1045 m²/g, and the micropore volume was 0.395 m³/g. Under these conditions, it was determined that approximately 74% of the total pore volume consisted of micropores, with an average pore diameter of 2.04 nm. In SEM images, it was observed that the activated carbon had a porous structure. FTIR spectra showed that the activation process significantly altered the chemical composition and structural properties of the sugar beet pulp. According to the XRD analysis, the activated carbon was determined to be amorphous. Based on the TG curve of sugar beet pulp, thermal degradation occurred in three stages, with a mass loss of approximately 93.11%. The activated carbon was found to be less affected by temperature changes, with a total mass loss of 29.04%.

Silver ions were added to the obtained activated carbon through a chemical reduction method. In SEM images, the presence of silver particles on the surface of the activated carbon was clearly observed. XRD results showed that a crystalline structure formed when silver was added to the activated carbon. The TG curve of the activated carbon-silver (AC-Ag) composite structure showed a total weight loss of 22.98%. The antimicrobial effect of the obtained AC-Ag composite was investigated using the disk diffusion method, and antimicrobial activity was detected against *E. coli* and *S. aureus*.

The produced activated carbon (AC) and AC-Ag samples were incorporated into PLA films at different ratios (1%, 3%, 5%, 7%, 10%). The films were prepared using the solvent casting method. Chloroform was used as the solvent to obtain a 5% (w/w) PLA solution. To this solution, 10% polyethylene glycol (PEG 400) plasticizer was added. Subsequently, different ratios of AC (PLA/10%PEG/AC) and AC-Ag (PLA/10%PEG/AC-Ag) particles (<50 μm) were added to the solution, and the mixture was stirred for 12 hours at 60°C. The prepared solutions were poured into 9 cm diameter petri dishes at 7.5 mL each and left to dry in an oven at 75°C for approximately 35 minutes. Additionally, a pure PLA film without PEG 400 and AC or AC-Ag, as well as a PLA/10%PEG film containing only PEG 400, were prepared. The obtained films were analyzed for their physical (color and thickness measurement), mechanical (tensile strength, elongation at break, and thermal adhesion strength), barrier (water vapor transmission rate, WVTR), antimicrobial activity (*Escherichia coli* and *Staphylococcus aureus*), structural (SEM, XRD), thermal (TGA/DSC), and surface (FTIR) properties.

The produced pure PLA film exhibited a brittle and transparent structure, whereas the PLA films with 10% PEG 400 added were more flexible and opaque in appearance. SEM images showed that pure PLA had a smooth surface, while the film containing 10% PEG 400 exhibited roughness. In SEM images, it was observed that PLA had a smooth surface, while the film containing 10% PEG 400 showed roughness. As the AC content increased from 1% to 10%, it was observed that the AC particles tended to agglomerate rather than distribute homogeneously throughout the PLA matrix. In the SEM images of films containing AC-Ag, a better distribution was observed compared to the AC-incorporated films. The FTIR spectrum showed that the PLA and PLA/10% PEG films had similar chemical compositions and that the PLA/10% PEG film contained the characteristic functional groups of PEG. The composite films with AC and AC-Ag additives also exhibited the same characteristic peaks as PLA/10% PEG. According to the XRD analysis, the addition of 10% PEG did not significantly alter the crystalline structure of PLA. Thermal analysis results indicated that the plasticizing effect of PEG disrupted the thermal stability of PLA, causing the material to degrade at a lower temperature. It was observed that the thermal stability did not change for the films with AC and AC-Ag additives compared to PLA/10% PEG. As the ratio of AC and AC-Ag increased, an increase in the total color change (ΔE) of the films was observed, while a decrease in brightness (L^*) value occurred. The AC-Ag containing films showed higher yellow-red color values due to the color of the composite structure. When AC and AC-Ag particles were added to the PLA matrix, a decrease in tensile strength values was observed. Compared to the PLA/10% PEG film, films containing 1-10% AC showed a decrease in tensile strength values from 14.63% to 33%, while films containing AC-Ag showed a decrease from 2.32% to 22.69%. The highest tensile strength values were obtained in films with 1% AC-Ag at 31.47 MPa and 3% AC-Ag at 29.45 MPa. Although the tensile strength values of the PLA films decreased after the addition of AC and AC-Ag, they were found to be comparable to

petroleum-based commercial plastic films. The highest elongation at break and thermal adhesion strength values were also recorded in the 1% and 3% AC-Ag films. The highest elongation at break and thermal adhesion strength values were also recorded in the 1% and 3% AC-Ag films. The water vapor transmission rate increased by approximately 34% in the films containing 1% AC and AC-Ag compared to PLA/10% PEG. The antimicrobial activities of the films were investigated using the disk diffusion method. Antimicrobial properties were detected only in the films containing 3%, 5%, and 7% AC-Ag.

In conclusion, sugar beet pulp has been determined to be a good raw material for the production of activated carbon. Impregnating the obtained activated carbon with silver ions imparted antimicrobial properties to the AC-Ag composite material. The biocomposite films obtained by incorporating the activated carbon-silver composite structure into the PLA matrix have the potential to be used as sustainable active food packaging, replacing petroleum-based commercial plastic films.





1. GİRİŞ

Dünya genelindeki nüfus artışı, hızlı kentleşme ve artan endüstriyel faaliyetler, atık miktarındaki artışı beraberinde getirmektedir (Demirbas, 2011; Singh ve ark., 2014). Kâğıt, ahşap, plastik, cam, metal, elektronik ve organik maddeler gibi çeşitli malzemeleri içeren bu atıklar, belediye atıkları, endüstriyel atıklar, tarımsal atıklar, elektronik atıklar, deniz atıkları gibi farklı başlıklar altında sınıflandırılmaktadır (Demirbas, 2011; Sıfır Atık, 2024). Ancak, atıkların uygun olmayan bir şekilde bertarafı, depolanması veya yetersiz geri dönüşümü gibi yanlış yönetim uygulamaları, kirliliğe ve sağlık risklerine yol açabilmektedir (Demirbas, 2011; Kibria ve ark., 2023). Bu durum, geniş bir etki alanına sahip olan ve çevre, insan sağlığı ve ekonomik kalkınma üzerinde ciddi sonuçlara yol açan küresel atık sorununu öne çıkarmaktadır (Singh ve ark., 2014).

2011 yılında Birleşmiş Milletler Gıda ve Tarım Örgütü (FAO) tarafından gerçekleştirilen bir araştırmaya göre, dünya genelinde insan tüketimi için üretilen gıdaların yaklaşık üçte biri küresel olarak kaybolmakta veya israf edilmekte olup yıllık olarak yaklaşık 1,3 milyar ton gıdaya denk geldiği tahmin edilmektedir. Raporla, gıdanın orta ve yüksek gelirli ülkelerde tedarik zincirinde tüketim aşamasında önemli ölçüde israf edildiği, düşük gelirli ülkelerde ise genellikle gıdanın tedarik zincirinin ilk ve orta aşamalarında kaybolduğu vurgulanmıştır (Food and Agriculture Organization [FAO], 2011). Bu eşitsizlik, atık sorununun küresel çapta bütünlük ve sürdürülebilirlikle ele alınması gereken karmaşık bir mesele olduğunu ortaya koymaktadır. Dolayısıyla, atık yönetimi stratejilerinde daha etkili ve kapsamlı çözümler geliştirilmesi büyük önem taşımaktadır.

Atık değerlendirme, atıkların enerjiye ve katma değerli ürünlere dönüştürülerek sunduğu potansiyel ile umut verici bir çözüm olarak öne çıkmaktadır (Shah ve ark., 2020). Atıklar artık çöplüklere atılan bir malzeme olmanın ötesine geçerek çeşitli katma değerli ürünlerin üretiminde önemli bir ham madde kaynağı olarak görülmektedir (Arun ve ark., 2020; Mishra ve ark., 2023). Ayrıca atık değerlendirme, çevresel sorunların azaltılmasının yanı sıra ekonomik açıdan da kazanç sağlamaktadır.

(Sharma ve ark., 2022). Sürdürülebilir atık yönetimi, atık malzemelerini basitçe çöplüklere göndermek veya yakmak yerine, bu malzemeleri önleme, azaltma, geri dönüştürme veya yeniden kullanma yollarını araştırmayı hedeflemektedir (Demirbas, 2011). Bu sayede, atıkların sürdürülebilir bir döngü içinde değerlendirilmesini ve kaynakların daha etkili bir şekilde kullanılmasını teşvik etmektedir.

Küresel atık sorununu etkileyen endüstriyel atıklar, dünya genelinde üretilen atığın önemli bir bölümünü oluşturmaktadır. Endüstriyel faaliyetlerden kaynaklanan katı, sıvı veya gaz halindeki tehlikeli veya tehlikesiz çeşitli atıklar, bu sorunun temel bir bileşenini teşkil etmektedir (Shah ve ark., 2020). Özellikle endüstriyel atıklar içinde öne çıkan gıda işleme atıkları, gıdaların temizlenmesi, işlenmesi sırasında ortaya çıkan kabuk, çekirdek, posa, tohum, yaprak, sap, tüy, kemik gibi unsurları ve atık suları içermektedir (Sharma ve ark., 2022). Gıda işleme atıklarının bu çeşitliliği, sadece atık miktarının değil, aynı zamanda çevresel etkilerinin de önemli olduğunu göstermektedir. Avrupa Birliği'nde 2021 yılında 58 milyon tonu aşan gıda atığı (kişi başına 131 kg) üretilmiştir. Bu miktarın %21'nin gıda işleme ve üretim sektöründen kaynaklandığı ve toplamda 12 milyon ton gıda atığına karşılık geldiği belirtilmiştir (Eurostat, 2024). Bu denli büyük miktardaki atıkların etkin bir şekilde yönetilmesi ve sürdürülebilir işleme uygulamalarının benimsenmesi, gıda işleme endüstrisinin çevresel ve ekonomik etkilerini en aza indirme hedefine önemli bir katkı sağlayabilir.

Endüstriyel şeker üretiminin önemli bir yan ürünü olan şeker pancarı posasının yönetim stratejilerine bağlı olarak olumlu veya olumsuz çeşitli çevresel etkileri ortaya çıkabilir. Bu materyal, genellikle hayvan beslenmesi için yaygın olarak kullanılmakta olup kompostlama yoluyla toprağın verimliliğini artırmak amacıyla da değerlendirilebilmektedir (Zhang ve Sun, 2018). Ayrıca, yenilenebilir enerji kaynakları olan etanol ve biyogaz gibi biyoyakıtların üretimi için ham madde olarak da kullanılmaktadır (Makambai Kyzy ve Mazhitova, 2023). Ancak, şeker pancarı posasının doğrudan çöplüklere boşaltılması, sera gazlarının salınımına neden olabilmektedir (Bhatia ve ark., 2023). Şeker pancarı posasından daha değerli ürünlerin türetilmesi, şeker pancarı işlemenin olumsuz çevresel etkilerini azaltmaya yönelik önemli bir katkı sağlayabilir. Şeker pancarı posası hem çevresel sürdürülebilirlik hem ekonomik fayda açısından ele alındığında, aktif karbon üretiminde atık olarak kullanılabilecek olanağa sahiptir. Bol ve yenilenebilir kaynak oluşturması, atık ürünlerin kullanılması nedeniyle düşük maliyetli üretimin gerçekleştirilmesi, biyolojik

olarak parçalanabilen ürün elde edilmesi ve aktivasyon işlemleri yoluyla aktif karbon için önemli özellikler olan gözenek yapısının ve adsorpsiyon özelliklerinin optimize edilebilmesi gibi kazanımlar getirmektedir (Li ve ark., 2016).

Aktif karbon, sahip olduğu geniş gözenek hacmi, yüksek yüzey alanı ve yüksek adsorpsiyon kapasitesi özelliğiyle etkili bir adsorbandır ve gıda, ilaç, kozmetik, madencilik, otomotiv gibi farklı sanayilerde uygulama alanı bulmaktadır. Bu sanayilerde arıtma, ayırma, saflaştırma gibi işlemlerde etkin bir şekilde kullanılmaktadır. Özellikle gıda ve içecek sektöründe, çeşitli ürünlerden yabancı maddelerin, kokuların ve istenmeyen renk ve tat maddelerinin uzaklaştırılmasında önemli bir rol oynamaktadır. Örneğin, şekerin, şurupların ve meyve sularının renginin giderilmesi, yenilebilir yağların rafine edilmesi, su arıtma işlemleri, gıda katkı maddelerinin saflaştırılması ve detoksifikasyon işlemleri gibi birçok alanda kullanılmaktadır. Gıda ürünlerinden pestisitlerin uzaklaştırılmasıyla gıda güvenliği ve kalitesine katkıda bulunmaktadır. Paketlenmiş gıdalardaki etilen, oksijen, su buharı gibi gazları adsorbe ederek tazeliğin korunması ve raf ömrünün uzatılması amacıyla ambalaj malzemelerine entegre edilmesi de aktif karbonun önemli bir uygulama alanıdır. Ayrıca gıda zehirlenmesine veya gıdanın bozulmasına yol açabilecek mikroorganizmaların gelişmesini önlemek için etanol ve kükürt dioksit gibi antimikrobiyal bileşikler de paket içerisinde serbest bırakabilmektedir (Chaemsanit ve ark., 2017; Ülkeryıldız Balçık ve ark., 2020). Aktif karbonun bu çok yönlü, güvenli ve işlevli yapısı, yeni gıda ambalajlama uygulamalarının geliştirilmesinde umut verici bir malzeme haline getirmektedir.

Meyve ve sebzelerin kalitesi ve raf ömrü, su kaybı, enzimatik esmerleşme, doku bozulması, aşırı olgunlaşma ve mikrobiyal gelişme gibi çeşitli faktörlerden etkilenerek azalmaktadır (Rojas-grau ve ark., 2008). Gıdaların raf ömrünü uzatmak, kalitesini koruyabilmek ve güvenliği sağlamak için genellikle kimyasal koruyucular kullanılmaktadır. Son gıda güvenliği yasaları ve yönetmelikleri ile dünya genelinde “temiz” etiketli organik ve sağlıklı ürünlere yönelik artan talep, sentetik kimyasal koruyucuların kullanımını bir kenara itmekte ve dikkatleri yenilikçi ambalajlama sistemlerine çekmektedir (Janjarasskul ve ark., 2016). Bunun yanında, petrol bazlı gıda ambalajlarının (polietilen (PE), polipropilen (PP), polietilen tereftalat (PET) ve poliamid (PA) vb.) artan kullanımı, yükselen petrol fiyatları ve artan çevre bilinci de

sektörü alternatif biyobozunur ambalaj malzemeleri arayışına itmektedir (Peelman ve ark., 2014).

Günümüzde, gıda ambalajı alanında hızla gelişme kazanan aktif ambalajlama, ambalaj malzemesine veya ambalaj içinde bulunan ortama aktif bileşenlerin dahil edilmesini içermektedir. Bu yenilikçi yaklaşım, çevre dostu aktif ambalaj ve doğal koruyucuların kullanımıyla gıda raf ömrünün uzatılmasında, gıda güvenliği ve kalitesinin korunmasında, sağlıkla ilgili endişelerin ve çevre sorunlarının üstesinden gelmede daha iyi çözümler sunmaktadır (Adilah ve ark., 2018). Gıda ambalajında petrol türevi polimerik malzemelerin kullanımına ilişkin çevresel endişeler, aktif ambalaj çalışmalarını biyobazlı malzemelere yönlendirmiştir. Toksik olmayan ve doğal olarak parçalanabilen malzemeler arasında polilaktik asit (PLA), nişasta, selüloz ve kitosan gibi biyolojik olarak uyumlu ve işlevsel ambalajlama malzemeleri yer almaktadır (Kaewklin ve ark., 2018). PLA, uygun maliyeti, biyolojik olarak parçalanabilir olması, yenilenebilir kaynaklardan elde edilmesi ve makul mekanik özelliklere sahip olması nedeniyle biyopolimerler arasında en çok tercih edilenlerden biridir (Raquez ve ark., 2013). PLA, Amerika Birleşik Devletleri Gıda ve İlaç İdaresi (FDA)'nden Genel Olarak Güvenli Olarak Tanınan (GRAS) etiketini almıştır (Risyon ve ark., 2020). Ancak, PLA filminin kırılgan yapısı, zayıf su buharı ve gaz bariyerleri ile düşük termal stabilitesi, gıda ambalajında kullanımını kısıtlamaktadır (Kim ve ark., 2019). Bu nedenlerle, son zamanlardaki çalışmalar, PLA'ya plastikleştiriciler (Ni'mah ve ark., 2019), monomerler, polimerler (Gigante ve ark., 2019) ve mikro/nano partiküller (Shankar ve ark., 2018) gibi dolgu maddeleri ekleyerek mekanik, bariyer ve antimikrobiyal özelliklerini iyileştirmeye odaklanmıştır.

Aktif karbon öncelikle kokuları, toksinleri ve çeşitli yabancı maddeleri adsorbe edebilme yetenekleriyle bilinmektedirler. Tek başlarına güçlü antimikrobiyal etkileri olmamakla birlikte, antimikrobiyal ajanlarla birleştirildiklerinde mikrobiyal bozulmayı azaltmada etkili olabilirler. Gümüş iyonları, geniş antibakteriyel spektruma sahip olduklarından, ticari olarak en yaygın kullanılan metaller arasında yer almaktadır (Yang ve ark., 2009). Gümüş iyonları mikrobiyal hücre zarlarını bozarak, metabolik süreçlere müdahale etmekte ve çoğalmayı engelleyip mikrobiyal gelişimi azaltmaktadır (Acevedo ve ark., 2014). Gümüş iyonlarının aktif karbon gibi gözenekli malzemelere bağlanması, aktif karbonun üstün adsorpsiyon yetenekleri ile gümüş iyonlarının güçlü antimikrobiyal özelliklerini birleştirerek çok işlevli bir kompozit

malzeme elde edilmesini sağlayabilmektedir (Yang ve ark., 2009). Bu kompozit malzeme, su ve hava arıtma gibi çeşitli uygulamalarda aktif karbonun etkinliğini artırarak su ve hava kalitesini ve güvenliğini iyileştirebilir. Ayrıca, tıbbi ve gıda ambalajlama uygulamalarında kullanıldığında uzun süreli antimikrobiyal koruma sağlayarak bozulma riskini azaltabilir.

Bu tez çalışmasının amacı;

- Şeker endüstrisi katı atığı olan şeker pancarı posasını aktif karbon üretiminde kullanarak geri dönüşümünü teşvik etmek ve bu atığı farklı bir alanda değerlendirerek döngüsel ekonomiye katkı sağlamak,
- Elde edilen aktif karbona gümüş iyonları ekleyerek antimikrobiyal özellik kazandırmak ve mikrobiyal gelişmenin sorun olduğu alanlarda kullanımını genişletmek,
- Aktif karbon-gümüş kompozit yapıyı PLA matriksine ilave ederek, biyobozunur filmin mekanik, bariyer ve antimikrobiyal özelliklerini geliştirmek.

Bu tez çalışması kapsamında, öncelikle şeker pancarı posasından kimyasal aktivasyon yöntemi ile aktif karbon üretimi gerçekleştirilmiştir. Kimyasal aktivasyon ajanı olarak çinko klorür ($ZnCl_2$) tercih edilmiştir. Aktif karbon üretimi için deney tasarımı, Yanıt Yüzey Metodolojisi (RSM) uygulanmıştır. Bu sayede, aktivasyon parametrelerinin (sıcaklık, $ZnCl_2$ konsantrasyonu) optimizasyonu sağlanmıştır. Optimizasyon çalışması sonucunda uygun parametrelere göre elde edilen aktif karbon (AK) üzerinde elemental analiz (C, H, N, S, O), ön analizler (nem, kül, uçucu madde, sabit karbon) ve karakterizasyon testleri (BET, SEM, FTIR, XRD, TG) yapılmıştır. Daha sonra, aktif karbonun gümüş iyonları ile emdirilmesi işlemi gerçekleştirilmiştir. Böylece, aktif karbon-gümüş (AK-Ag) kompozit yapının antimikrobiyal performansının artırılması sağlanmıştır. Üretilen AK-Ag'lerin SEM ve EDS analizleri yapılmıştır. Adsorpsiyon kapasitesini belirlemek amacıyla metilen mavisi adsorpsiyonu kullanılmıştır. Son olarak, PLA biyopolimerine farklı oranlarda (%1, 3, 5, 7, 10) aktif karbon-gümüş kompozit yapı ilave edilerek, biyobozunur filmlerin fiziksel (renk ve kalınlık), mekanik (gerilme mukavemeti, kopma anındaki uzama oranı, ısıl yapışma mukavemeti), bariyer (su buharı geçiş hızı), antimikrobiyal (*Escherichia coli* ve *Staphylococcus aureus*), yapısal (SEM, XRD), termal (TGA/DSC) ve yüzey (FTIR) özellikleri detaylı olarak değerlendirilmiştir. Çalışma

kapsamında, atık değerlendirme, malzeme geliştirme ve biyobozunur ambalaj uygulamaları gibi çok yönlü araştırma konuları ele alınmıştır.

1.1. Literatür Araştırması

1.1.1. Atık malzeme olarak şeker pancarı posası

Şeker pancarı (*Beta vulgaris* L.) posası, şeker üretimi sırasında şeker pancarından sakkarozun ekstraksiyonundan sonra geriye kalan önemli bir endüstriyel atık maddedir ve yan ürün olarak kabul edilmektedir (Concha Olmos ve Zúñiga Hansen, 2012; Ziemiński ve ark., 2012). Yaş şeker pancarı posası, %80-90 arasında değişen yüksek nem içeriğine sahiptir. Hacmi azaltmak, depolamayı ve taşımayı kolaylaştırmak için genellikle kurutulmaktadır (Joanna ve ark., 2018). Şeker pancarı ağırlığının yaklaşık %5-7'sini (kuru ağırlık esasına göre) oluşturmaktadır (Altundogan ve ark., 2007; Ziemiński ve ark., 2012). Lif açısından zengin olan şeker pancarı posasının kimyasal bileşimi esas olarak selüloz, hemiselüloz, lignin ve pektinden oluşmaktadır (Tablo 1.1). Ayrıca protein, az miktarda yağ ve mineral de içermektedir.

Tablo 1.1. Şeker pancarı posasının kimyasal bileşimi.

Bileşenler	Ziemiński ve ark. (2012)	Marzo-Gago ve ark. (2023)	Concha Olmos ve Zúñiga Hansen (2012)
Selüloz	30,0	22-30	22-24
Hemiselüloz	26,8	24-32	30
Pektin	24,2	15-32	15-25
Lignin	4,1	1-2	5,9
Protein	10,3	7-8	10,3
Yağ	-	1-2	1,4
Mineral	4,6	7,5-12	3,7

Şeker pancarı işleme endüstrisi önemli bir küresel tarım sektörü olduğundan, milyon tonları bulan büyük miktarlarda şeker pancarı posası üretilmektedir. Avrupa'da her yıl yaklaşık 20 milyon ton şeker pancarı posası üretildiği tahmin edilmektedir (Joanna ve ark., 2018). Ortaya çıkan büyük miktardaki şeker pancarı posası, uygun şekilde bertaraf etme ve atık yönetimi açısından zorluk teşkil etmektedir. Uygunsuz imha, su ve hava dahil olmak üzere çevresel sorunlara yol açabilmektedir. Şeker pancarı posasının verimli kullanımı çevresel etkisini azaltılmasında önemli bir konudur.

Şeker pancarı posası, kimyasal bileşimi sayesinde yüksek sindirilebilirliğe sahip olup, iyi bir enerji ve besin kaynağı olarak doğrudan veya melas ile karıştırılarak genellikle hayvan yemi olarak kullanılmaktadır (Wadhwa ve Bakshi, 2013). Şeker pancarı posası

hayvan yemi olarak kullanımının ötesinde aşağıdakiler de dahil olmak üzere geniş bir potansiyel uygulama alanına sahiptir (Makambai Kyzy ve Mazhitova, 2023):

- Biyoetanol, biyogaz (metan) gibi biyoyakıt üretimi
- Microalgae *Chlorella*, tek hücre proteini gibi biyokütle üretimi
- Pektin, glukonik asit, laktik asit, endo-polygalakturonaz, aseton, bütanol gibi değerli kimyasal bileşiklerin üretimi
- Biyoplastik üretimi.

Tablo 1.2. Dünyada başlıca şeker pancarı üretici ülkeler.

Ülkeler	Üretim (ton)
Rusya	48907752.66
Fransa	31496750
Amerika Birleşik Devletleri	29550640
Almanya	28201400
Türkiye	19000000
Polonya	14154120
Mısır	13557070,98
Ukrayna	9941460
Çin	8933200
Diğerleri	66189419,98
TOPLAM	269931813,6

FAO verilerine göre, 2022 yılında dünya genelinde yaklaşık 270 milyon ton şeker pancarı üretilmiştir (FAO, 2024). Türkiye, 19 milyon tonluk üretimiyle dünya sıralamasında beşinci sırada yer almaktadır (Tablo 1.2). TÜİK verilerine göre, 2023 yılında Türkiye’de 23,5 milyon ton şeker pancarı üretilmiştir (Türkiye İstatistik Kurumu [TÜİK], 2024). Üretilen şeker pancarının %5-7’sinin katı atık olduğu göz önüne alındığında, bu yaklaşık 1,4 milyon ton şeker pancarı posasına denk gelmektedir. Hayvan yemi olarak kullanımının ötesinde, şeker pancarı posasının sürdürülebilir malzemelerin üretiminde kullanılması, çevresel ve ekonomik açıdan önemli faydalar sunarak daha sürdürülebilir endüstriyel uygulamalara katkıda bulunacaktır.

1.1.2. Aktif karbon üretimi

Aktif karbon, aktivasyon olarak bilinen bir süreçle, kömür, hindistancevizi kabuğu veya turba gibi karbon içeren malzemelerin oksijensiz bir ortamda yüksek sıcaklıklara ısıtılmasıyla elde edilmektedir. Fiziksel ve kimyasal olmak üzere iki ana yöntemle gerçekleştirilebilir. Fiziksel aktivasyonda, karbonlu madde, buhar veya karbon dioksit

gibi aktive edici bir maddenin varlığında, genellikle 400 ile 900 °C aralığında yüksek sıcaklıklara maruz bırakılmaktadır. Kimyasal aktivasyon ise, karbonlu malzemelerin fosforik asit (H_3PO_4), çinko klorür ($ZnCl_2$) veya potasyum hidroksit (KOH) gibi kimyasal bir maddeyle işlenmesini ve ardından nitrojen gibi bir inert gazın etkisi altında uygun sıcaklıklarda karbonize edilmesini içermektedir. Bu aktivasyon işlemi, karbon yüzeyinde gözenekli bir yapının oluşmasına neden olarak, küçük gözeneklere ve yüksek yüzey alanına sahip bir yapı meydana getirmektedir. Boyutları mikro gözeneklerden mezo gözeneklere kadar değişen bu gözenekler, malzemenin adsorpsiyon kapasitesine katkıda bulunmakta ve yüzeyinde çeşitli maddeleri adsorbe etmesine olanak sağlamaktadır (Önal ve ark., 2007).

Kimyasal aktivasyon, aktif karbondaki oldukça gözenekli bir yapının oluşmasını kolaylaştırır. Kimyasal madde, yüksek sıcaklıklarda karbonlu maddeyle reaksiyona girerek gözenekler oluşturur ve yüzey alanını genişletir. Geniş yüzey alanına sahip gözenekli bir yapı oluşturmak, daha fazla adsorpsiyon alanı sağlayarak daha yüksek adsorpsiyon verimliliği sağlar. Aktif karbonun özellikleri ve etkinliği kimyasal maddelerden güçlü bir şekilde etkilenir. Kimyasal madde seçimi ve konsantrasyonu, yüzey alanı, gözenek boyutu dağılımı, gözenek hacmi ve yüzey kimyası gibi istenen özellikleri elde edecek şekilde değiştirilebilir. Ayrıca kimyasal ajanların kullanımı üretimde verimliliği artırma potansiyeline sahiptir. $ZnCl_2$ karbon öncüllerinin aktivasyonu için yaygın olarak kullanılan bir kimyasaldır. Aktivasyon işlemi sırasında $ZnCl_2$ 'nin eklenmesi, karbon matrisi içinde oldukça gözenekli bir yapının gelişmesini teşvik ederek geniş yüzey alanına ve iyi gelişmiş mikro gözeneklere sahip bir malzeme elde edilmesini sağlamaktadır (Önal ve ark., 2007). Kimyasal aktivasyon yöntemi, biyokütle, kömür ve petrol bazlı kaynaklar gibi çeşitli karbonlu ham maddelerden aktif karbon üretimini sağlar. Bu çok yönlülük, farklı karbon kaynaklarının kullanımı yoluyla sürdürülebilir değer yaratma fırsatı sunmaktadır.

Aktif karbon üretimi, meyve ve sebze kabukları, posa, kahve telvesi (Rosson ve ark., 2020), fındık kabuğu (Şencan ve ark., 2015), pirinç kabuğu (Liu ve ark., 2020) veya mısır koçanı (El-Sayed ve ark., 2014) dahil olmak üzere gıda atıklarının/yan ürünlerinin veya tarımsal kalıntıların fiziksel veya kimyasal aktivasyonu yoluyla gerçekleştirilebilir. Aktif karbon üretiminde gıda veya tarımsal atıkların ham madde olarak kullanılması çevre kirliliğinin azaltılmasına ve kaynakların korunmasına yardımcı olur. Gıda veya tarımsal atıkların yenilenebilir ve bol miktarda bulunan bir

ham madde olması, katma değerli bir ürün yaratırken sürdürülebilir üretime de katkı sağlar (Hussain ve ark., 2022). Şeker pancarı posası, sahip olduğu lignoselülozik içeriği sayesinde aktif karbon üretimi için uygun bir ham madde haline gelmektedir (Li ve ark., 2016). Kömür veya hindistancevizi kabuğu gibi geleneksel karbon kaynaklarıyla karşılaştırıldığında daha ekonomik bir alternatif sunmaktadır (Güzel ve ark., 2014; Hussain ve ark., 2022).

Yanıt Yüzey Metodolojisi (RSM), süreç değişkenleri ile modele verilen ilgili yanıtlar arasındaki korelasyonu analiz eden ve karmaşık süreçleri optimize eden istatistiksel bir yaklaşımdır. RSM, bir dizi tasarlanmış deneyden yararlanarak, bu değişkenler ile yanıt arasındaki ilişkileri sistematik olarak araştırmakta ve bu ilişkiye yaklaşmak için genellikle polinom regresyon modellerini kullanmaktadır. Metodoloji, regresyon analizini, girdi değişkenlerindeki değişikliklerin yanıtı nasıl etkilediğini görselleştiren ve optimal koşulların belirlenmesine yardımcı olan yanıt yüzeyi grafiklerinin oluşturulmasını içermektedir. RSM’de kullanılan yaygın deneysel tasarımlar arasında, deney alanını verimli bir şekilde kapsayan Merkezi Bileşik Tasarım (CCD) ve Box-Behnken Tasarımı (BBD) bulunmaktadır (Witek-Krowiak ve ark., 2014). Aktif karbon üretimi, kimyasal maddenin emdirme oranı, karbonizasyon sıcaklığı, karbonizasyon süresi gibi malzemenin nihai özelliklerini etkileyebilecek çeşitli işlem parametrelerini içermektedir (Boonpoke ve ark., 2013; Demiral ve Gündüzoğlu, 2010; Önal ve ark., 2007). RSM kullanılarak aktif karbon üretimi optimize edilebilir. RSM, aktif karbonun adsorpsiyon kapasitesini, yüzey alanını veya gözenek hacmini maksimuma çıkaran optimal koşulların belirlenmesine yardımcı olmaktadır. Aktif karbon üretiminde RSM kullanımı, yalnızca üretimin verimliliğini ve etkinliğini artırmakla kalmayıp, aynı zamanda deney sayısını azaltarak deney maliyetlerini düşürmekte ve zamandan tasarruf sağlamaktadır (Witek-Krowiak ve ark., 2014).

RSM kullanımının, şeker pancarı posası gibi endüstriyel atıkların değerlendirilmesinde ve $ZnCl_2$ ile aktif karbon üretiminde optimizasyon süreçlerinin etkin bir şekilde yönetilmesinde önemli bir rol oynayacağı düşünülmektedir. Bu kapsamda, şeker pancarı posasından aktif karbon üretimi ve aktif karbon üretiminde RSM kullanımına dair literatürde yer alan çalışmalar aşağıda özetlenmiştir.

Önal ve ark. (2007) tarafından yapılan çalışmada endüstriyel bir atık olan şeker pancarı posası, yüksek yüzey alanına ve ağırlıklı olarak mikro gözenekli yapıya sahip aktif karbon üretimi için uygun bir başlangıç malzemesi olduğu belirtilmiştir. Çinko klorür

(ZnCl_2) ile yüksek yüzey alanlı aktif karbon üretmek için en uygun aktivasyon sıcaklığının $500\text{ }^\circ\text{C}$ ile 1:1 emdirme oranında olduğu bulunmuş, bu da maksimum $1697\text{ m}^2/\text{g}$ BET yüzey alanıyla sonuçlanmıştır. Aktivasyon sıcaklığının $400\text{ }^\circ\text{C}$ 'den $500\text{ }^\circ\text{C}$ 'ye artırılması BET yüzey alanını arttırmış, ancak sıcaklığın $900\text{ }^\circ\text{C}$ 'ye artırılması karbonun aşırı karbonizasyonu nedeniyle yüzey alanında keskin bir düşüşe neden olmuştur. Aktif karbonlar, aktivasyondan sonra yüksek karbon içeriğine (%81,5'e kadar) ve düşük kül içeriğine (%1,21 kadar düşük) sahip olduğu görülmüştür. XRD, FTIR, DTA ve TGA ile yapılan karakterizasyon, aktif karbonların ham maddeye göre amorf yapıya sahip olduğunu, fonksiyonellik kaybı ve alifatik gruplara sahip olduğunu ve organik yapının bozunduğunu göstermiştir.

Demiral ve Gündüzoğlu (2010)'nın yaptıkları çalışmada aktif karbonlar, aktifleştirici ajan olarak ZnCl_2 kullanılarak kimyasal aktivasyon yoluyla şeker pancarı posasından hazırlanmıştır. Emdirme oranının (1-3) ve aktivasyon sıcaklığının ($500\text{--}700\text{ }^\circ\text{C}$) aktif karbonların özelliklerine etkisi araştırılmıştır. Aktif karbonun maksimum spesifik yüzey alanı $1826\text{ m}^2/\text{g}$, $700\text{ }^\circ\text{C}$ aktivasyon sıcaklığında ve 3:1 emdirme oranında elde edilmiştir. Üretilen aktif karbonlar tarafından sulu çözeltilerden nitratin adsorpsiyonu incelenmiştir. pH, sıcaklık ve temas süresinin etkileri araştırılmıştır. Adsorpsiyon izoterm çalışmaları, Langmuir modelinin deneysel verilere en iyi uyumu sağladığı ve $45\text{ }^\circ\text{C}$ 'de maksimum $27,55\text{ mg/g}$ adsorpsiyon kapasitesi gösterdiği görülmüştür. Termodinamik analiz, adsorpsiyon sürecinin doğası gereği kendiliğinden ve endotermik olduğunu ortaya çıkarmıştır. Sonuçlar, şeker pancarı posasından hazırlanan aktif karbonun, nitratin sulu çözeltilerden uzaklaştırılmasında etkili bir şekilde kullanılabileceğini göstermiştir.

Ghorbani ve ark. (2020), şeker pancarı posasını, fosforik asit (H_3PO_4) kullanılarak $450\text{ }^\circ\text{C}$ 'de kimyasal aktivasyon yoluyla aktif karbon üretmek için bir öncü olarak kullanmışlardır. Şeker pancarı posası öncüsünden aktif karbon %34,4 verimle üretilmiş ve $748\text{ m}^2/\text{g}$ BET yüzey alanı elde edilmiştir. 2573 mg/g 'lık yüksek bir metilen mavisi sayısı ve 1275 mg/g 'lik iyot sayısı üretilen aktif karbonun hem makro hem de mikro kirleticiler için mükemmel adsorpsiyon kapasitesini ortaya koymuştur. Cr(VI)'nın sulu çözeltilerden aktif karbona adsorpsiyonu, yanıt yüzeyi metodolojisi (RSM) kullanılarak optimize edilmiştir. Optimum koşulların pH 4,05, aktif karbon dozajı $1,49\text{ g/L}$ ve Cr(VI) konsantrasyonu $10,13\text{ mg/L}$ olduğu ve %50,4'lik bir giderim verimliliği elde edildiği bulunmuştur.

Li ve ark. (2016) tarafından yapılan çalışmada aktifleştirici madde olarak H_3PO_4 kullanılarak aktif karbon hazırlamak için şeker pancarı posası kullanılmıştır. Optimum hazırlama koşullarında H_3PO_4 konsantrasyonu 3 M, sıvı/katı oranı 5, aktivasyon sıcaklığı 450 °C, aktivasyon süresi 60 dakika olduğu bulunmuştur. Hazırlanan aktif karbonun BET yüzey alanı 1029,31 m²/g, mikro gözenek yüzey alanı 629,30 m²/g, toplam gözenek hacmi 0,45 cm³/g ve ortalama gözenek boyutu 2,4 nm olarak elde edilmiştir. Metilen mavisi adsorpsiyonu, artan temas süresi, sıcaklık, pH ve başlangıç boya konsantrasyonu ile arttığı görülmüş, adsorpsiyon kapasitesi 250,01 mg/g olarak saptanmıştır.

Özer ve Tümen (2003), Cd(II) iyonlarını sulu çözeltilerden uzaklaştırmak amacıyla H_3PO_4 ile emdirilmiş şeker pancarı posasından elde edilen aktif karbonun etkinliğini araştırmışlardır. Aktif karbon, şeker pancarı posasının %30 fosforik asit ile emdirilmesi ve farklı sıcaklıklarda (300, 400, 500 °C) karbonizasyon yoluyla hazırlanmıştır. Farklı sıcaklıklarda (300, 400, 500 °C) hazırlanan aktif karbonların BET yüzey alanları sırasıyla 187,9 m²/g, 328,8 m²/g, 199,0 m²/g olarak bulunmuştur. Cd(II) iyonlarının giderilme yüzdesi temas süresiyle artmış ve 60 dakika içinde dengeye ulaşmıştır. Maksimum giderim verimi optimum pH 6,3'te, 300, 400 ve 500 °C'de elde edilen aktif karbonlar için sırasıyla %90,6, %93,4 ve %95,8 olarak elde edilmiştir. Maksimum adsorpsiyon kapasiteleri 300, 400 ve 500 °C'de hazırlanan aktif karbonlar için sırasıyla 68,03, 71,99 ve 72,99 mg/g olarak belirlenmiştir.

Minz ve Mishra (2023) tarafından yapılan araştırmada ham madde olarak Jackfruit kabuğu tozunu kullanarak kimyasal aktivasyon yöntemiyle aktif karbon elde edilmiştir. RSM ile, üretim süreci parametreleri değerlendirilmiş ve optimize edilmiştir. İncelenen girdi parametreleri karbonizasyon sıcaklığı, aktivasyon süresi ve emdirme oranı ($ZnCl_2$:ham madde), analiz edilen yanıtlar ise hazırlanan aktif karbonun iyot adsorpsiyon değeri ve verim yüzdesi olarak belirlenmiştir. İkinci dereceden regresyon denklemlerine dayalı modeller hazırlamak için Box-Behnken tasarım modelini kullanmışlardır. Sonuçlar, 89 dakikalık aktivasyon süresinde ve 0,74 emdirme oranında %46,16 verimle bir aktif karbon ve 1090,44 mg/g iyot adsorpsiyon değerinin elde edilebileceğini göstermiştir. SEM sonuçları iyi gelişmiş gözenek yapılarını, FTIR analizi çeşitli fonksiyonel grupların varlığını ortaya çıkarmıştır.

Fletcher ve ark. (2024) tarafından yer fıstığı kabuğu, $ZnCl_2$ ile kimyasal aktivasyon yoluyla aktif karbon üretmek için bir öncü olarak kullanılmışlardır. Aktivasyon

parametrelerini optimize etmek için bir RSM metodolojisini kullanmışlardır. Araştırılan aktivasyon parametreleri sıcaklık, alıkonma süresi ve emdirme oranı olarak belirlenmiştir. Optimize edilmiş koşullar 485 °C, 15 dakika ve 1,7 emdirme oranı olarak saptanmış, yaklaşık 1700 m²/g yüksek yüzey alanına ve %47 verime sahip bir aktif karbon üretilmiştir. Üretilen aktif karbonlar, SEM ve FTIR analizleri ile heterojen bir yüzey morfolojisi ve fonksiyonel gruplar sergilediği görülmüştür. Aktif karbonlar nispeten yüksek yoğunluklara (1,46-1,75 g/cm³) ve düşük kül içeriğine (<%1) sahip olarak elde edilmiştir. Metil turuncu boya kullanılarak yapılan adsorpsiyon çalışmaları, optimize edilmiş aktif karbonun %99,8'e kadar giderim sağlayabildiği görülmüş ve etkili bir adsorban malzeme olma potansiyelini ortaya koymuştur.

He ve ark. (2023) mısır koçanını, mikrodalga vakum pirolizi yoluyla aktif karbon üretmek için bir ham madde olarak kullanılmışlardır. Üretim sürecini optimize etmek için RSM kullanılmıştır. Araştırılan optimizasyon faktörleri emdirme oranı (H₃PO₄), mikrodalga gücü, vakum derecesi ve mikrodalga ısınlama süresi iken, analiz edilen yanıtlar aktif karbonun verimi ve iyot sayısıydı. Optimize edilmiş koşulların emdirme oranı 1,7, mikrodalga gücü 550,62 W, vakum derecesi -0,05 MPa ve mikrodalga süresi 9,26 dakika olduğu bulunmuş; bu da %37,57 verim ve iyot sayısı 933,38 mg/g ile sonuçlanmıştır. Geliştirilen RSM tabanlı ikinci dereceden modellerin, aktif karbonun iyot sayısını ve verimini etkileyen en önemli faktörlerin emdirme oranı ve mikrodalga gücü olduğunu göstermiştir. Deneysel doğrulama sonuçları, tahmin edilen değerlerle karşılaştırıldığında verim ve iyot sayısı için sırasıyla yalnızca %4,21 ve %4,02'lik küçük farklılıklar göstererek geliştirilen modellerin güvenilirliğini ortaya koymuştur. Optimize edilmiş aktif karbonun, 995,05 m²/g yüksek yüzey alanına ve 0,708 cm³/g toplam gözenek hacmine sahip homojen gözenekli yapıda etkili bir adsorban olma potansiyelini ortaya koymuştur.

Danish ve ark. (2022) tarafından yapılan çalışmada muz gövdesi atığı aktif karbon üretimi, RSM yoluyla optimize edilmeye çalışmıştır. Optimizasyon için seçilen bağımsız değişkenler aktivasyon süresi (35,5-134,5 dakika), aktivasyon sıcaklığı (367-932 °C) ve H₃PO₄ konsantrasyonlarıdır (0,36-8,14 mol/L), yanıtlar ise BET yüzey alanı, mikro gözenekli yüzey alanı ve dış yüzey alanı olarak belirlenmiştir. Bağımsız değişkenlerin optimize edilmiş koşulları, 1290 m²/g BET yüzey alanı için 50 dakika (aktivasyon süresi), 583 °C (aktivasyon sıcaklığı) ve 6,60 mol/L (H₃PO₄ konsantrasyonu) olarak saptanmıştır. Ham muz gövdesi, 240 °C ve üzeri başlangıç

sıcaklığında termal olarak ayrışırken, aktif karbon 700 °C'ye kadar termal olarak stabil kalmıştır. Fosforik asitle aktifleştirilen muz gövdesi aktif karbon yüzeyi -OH, -C=O, -P=O, -P-O-C ve çoklu karbon-karbon bağları içeren fonksiyonel gruplardan oluştuğu görülmüştür.

Ahmad ve ark. (2017) tarafından gerçekleştirilen çalışmada kimyasal olarak değiştirilmiş lime kabuğu bazlı aktif karbon kullanılarak malaşit yeşili boyasının sulu çözeltilerden adsorpsiyon yoluyla uzaklaştırılmasını araştırılmıştır. Adsorpsiyon sürecini optimize etmek için RSM Merkezi Kompozit Tasarım (CCD) kullanılmışlardır. Analiz değişkenleri olarak aktivasyon sıcaklığı, aktivasyon süresi ve KOH kullanılarak kimyasal emdirme oranı ve bunların boya giderim yüzdesi ve aktif karbon verimi üzerindeki etkileri araştırılmıştır. Aktif karbon kullanarak boya gideriminin optimum koşulları için aktivasyon sıcaklığı (796 °C), aktivasyon süresi (1,0 saat) ve emdirme oranı (2,6) belirlenmiştir. Elde edilen boya uzaklaştırma yüzdesi %94,68 olup, %17,88 verimle aktif karbon elde edilmiştir. Boyanın uzaklaştırılması için öngörülen ve deneysel sonuçlar arasındaki hata yüzdesi %0,4 olarak saptanmıştır. Model öngörüsünün deneysel sonuçlarla iyi bir uyum içinde olduğu görülmüş ve aktif karbonun malaşit yeşili boyasının sulu çözeltilerden uzaklaştırmada etkili olduğu bulunmuştur.

1.1.3. Aktif karbona gümüş emdirilmesi

Gümüş, Ag sembolü ile gösterilen, atom numarası 47, atom ağırlığı 107,87 g/mol, erime noktası 961,9 °C, kaynama noktası 1950 °C ve özgül ağırlığı 10,5 g/cm³ olan bir metaldir. Yükseltgenme basamakları +1, +2 ve nadiren +3 olan gümüş, yüksek elektriksel ve termal iletkenliğe, kızılötesi (IR) yansıtırlığa sahiptir. Parlak görümlü ve işlenebilir bir metal olarak bilinmektedir (Sarıcı, 2022).

Gümüş (Ag), yüzyıllardır güçlü antimikrobiyal özellikleriyle tanınmakta olup, bu özellikleri sağlık hizmetleri başta olmak üzere çeşitli alanlarda değerli bir malzeme haline getirmiştir. Gümüş iyonlarının (Ag⁺) ve gümüş nanopartiküllerinin (AgNP'ler), hem Gram-pozitif hem de Gram-negatif bakterilerin büyümesini engellemede ve öldürmede etkili olduğu gösterilmiştir. Gümüş, hücre zarı bütünlüğünü bozmak, hücre solunum ve enzim fonksiyonlarına müdahale etmek ve DNA ile RNA'ya zarar vermek gibi antimikrobiyal etki mekanizmalarına sahiptir (Acevedo ve ark., 2014; Yang ve ark., 2009). Ayrıca, gümüş reaktif oksijen türleri üreterek bakteriyel hücrelere daha fazla zarar verebilmektedir (Wibawa ve ark., 2021). Gümüş memeli

hücrelerine karşı düşük toksisiteye sahip olduğu için genel olarak güvenli ve etkili bir antimikrobiyal madde olarak kabul edilmektedir (Regiel ve ark., 2013). Gümüşün bu benzersiz antibakteriyel özellikleri, tıbbi cihazlara, yara örtü malzemelerine, su arıtma sistemlerine ve mikrobiyal büyümenin kontrolünün önemli olduğu diğer ürünlere dahil edilmesine yol açmıştır (Tang ve ark., 2014).

Gümüş içeren partiküllerin üretimi için birkaç yöntem mevcuttur. En yaygın yöntemler genel olarak fiziksel, kimyasal ve biyolojik/yeşil sentez olarak sınıflandırılmaktadır. Fiziksel yöntemler arasında yüksek enerji girişi gerektiren ancak kimyasal madde kullanılmadan nanopartiküller üretebilen buharlaşma-yoğunlaşma ve lazer ablasyon yer almaktadır (Sarıcı, 2022). Kimyasal yöntem ise gümüş tuzunun (AgNO_3 gibi) bir indirgeyici madde (sodyum borohidrit veya sodyum sitrat) varlığında metalik gümüşe indirgenmesini içermektedir. Bu yöntemde, reaksiyon parametreleri (sıcaklık, pH ve konsantrasyon) ayarlanarak üretilen gümüş partiküllerin boyutu ve şekli üzerinde kontrol sağlanabilmektedir (Khatoon ve ark., 2017). Biyolojik sentez veya “yeşil” sentez ise gümüş partiküllerinin bitkilerden, mikroorganizmalardan veya diğer doğal kaynaklardan elde edilen ekstraktlar kullanılarak üretildiği çevre dostu bir yöntemdir (Tang ve ark., 2014). Üretim yönteminin seçimi, istenen nanopartikül özellikleri, hedeflenen uygulama, maliyet etkinliği ve çevresel sürdürülebilirlik gibi faktörlere bağlıdır.

Gümüşün zeolit, silika, aktif karbon, karbon fiber gibi gözenekli taşıyıcılara immobilizasyonu, antimikrobiyal stabilitesini arttırmak ve pratik uygulamalar geliştirmek açısından büyük önem taşımaktadır. Gözenekli malzemeler geniş bir yüzey alanı ve adsorptif matris sağlayarak gümüş iyonlarını veya nanopartikülleri etkili bir şekilde yakalayabilir ve hareketsizleştirebilir. İmmobilizasyon ile gümüşün zamanla kontrollü salınımı sağlanarak malzemenin antimikrobiyal etkinliği uzatılabilir (Yang ve ark., 2009). Ayrıca, gümüşün gözenekli taşıyıcılara sabitlenmesi, gümüşü kimyasal bozunmaya veya sızmaya karşı koruyarak antimikrobiyal özelliklerini koruyarak uzun vadeli stabilite sağlayabilir (Tang ve ark., 2014). Ek olarak, gözenekli taşıyıcılar, diğer kirleticilerin adsorpsiyonu gibi sinerjistik etkilere katkıda bulunarak antimikrobiyal sistemin genel performansını daha da artırabilir. Gümüşün gözenekli desteklere sabitlenmesiyle gümüşün antimikrobiyal gücü optimize edilebilir ve çeşitli endüstrilerde ve uygulamalarda uygulanabilir.

Aktif karbona gümüş eklenmesi, aktif karbonun yüksek yüzey alanı ve üstün adsorpsiyon yetenekleri ile gümüşün antimikrobiyal özelliklerini birleştirir (Gonçalves ve ark., 2016). Bu kompozit malzeme, su ve hava arıtma sistemlerinde geniş bir kullanım alanı bulabilir. Tıbbi uygulamalarda, enfeksiyonları önlemek ve iyileşmeyi desteklemek amacıyla kullanılabilir. Ayrıca gıda ve içecek sektöründe kontaminasyonu önleyerek raf ömrünü uzatabilir. Gümüş emdirilmiş aktif karbonun ambalaj malzemelerine entegre edilmesi, kokuları kontrol ederek ve mikrobiyal büyümeyi engelleyerek çabuk bozulan ürünlerin tazeliğinin ve kalitesinin korunmasına yardımcı olabilir. Bu özelliklerin birleşimi, gümüş emdirilmiş aktif karbonu hijyen, güvenlik ve kalite kontrole odaklanan çeşitli endüstrilerde çok yönlü ve değerli bir malzeme haline getirmektedir. Bu doğrultuda, literatürde aktif karbona gümüş eklenmesine dair yapılan çalışmalar aşağıda özetlenmiştir.

Gonçalves ve ark. (2016)'nın gerçekleştirdikleri çalışmada pirolize şeker kamışı küspesinden aktif karbonun üretimini ve karakterizasyonunu ve bunun gümüş nanopartiküller ile modifikasyonunu açıklamışlardır. Pirolize küspenin aktifleştirilmiş karbona kimyasal aktivasyonu, %2,25'lik (ağırlıkça) NaOH emdirme yoluyla gerçekleştirilmiş ve 700 °C'de karbonize edilmiştir. Gümüş nanopartikülleri kimyasal indirgeme yöntemiyle elde edilmiştir. AgNO₃ ve indirgeme ve stabilize edici madde olarak trisodyum sitrat (Na₃Ct) kullanılmış ve ağırlıkça %1 oranında aktif karbon eklenmiştir. Pirolize şeker kamışı küspesinden elde edilen aktif karbon, 1,0 ile 3,5 nm arasında değişen gözenek boyutu ve 1200 ile 1400 m²/g arasında yüzey alanı sunmuştur. Aktif karbon çapı yaklaşık 35 nm (ağırlıkça %0,81) olan gümüş nanopartiküllerle başarılı bir şekilde yüklenmiştir. X-ışını fotoelektron spektroskopisi (XPS) analizleri, malzeme yüzeyinin metalik/Ag⁰ (ağırlıkça %93,60) ve iyonik/Ag⁺ durumları (ağırlıkça %6,40) içerdiğini göstermiştir. Organik moleküllerin (metilen mavisi ve fenol) adsorpsiyon kapasitesinin, gümüş nanopartiküller yüklü aktif karbon (sırasıyla 374 ve 358 mg/g) ve aktif karbon için (sırasıyla 396 ve 366 mg/g) çok etkili olduğu, gümüş nanopartiküllerle yapılan malzeme modifikasyonunun adsorpsiyon kapasitesini değiştirmediğini göstermiştir. Gümüş nanopartiküller yüklü aktif karbon bakteri üremesini (*E. coli*) inhibe ettiği görülmüş ve atık su arıtma ve su arıtma proseslerinde kullanımı için umut verici olduğu belirtilmiştir. Ancak Gümüş nanopartiküller yüklü aktif karbon, suda yaşayan organizma *Hydra attenuata*'ya toksik etki (yani LC50 değeri 1,94 mg/L) göstererek çevresel riskler göstermiş ve

Lycopersicum esculentum bitkisinin (domates) kök gelişimini baskıladığı görülmüştür. Yazarlar, gümüş nanopartiküllerle modifiye edilmiş aktif karbon malzemelerin çevresel etkilerinin dikkatli bir şekilde değerlendirilmesi gerektiği vurgulamışlardır.

Altıntig ve ark. (2023) tarafından yapılan çalışmada, fındık kabuğundan H_3PO_4 ile hazırlanan aktif karbon, kimyasal indirgeme yöntemi kullanılarak iki oranda (1:0,5 ve 1:1) karıştırılan nanopartiküllerin hazırlanması için gümüş iyonları ile kaplanmıştır. Daha sonra nanopartiküllerin *E. coli* ve *S. aureus* üzerindeki antimikrobiyal etkisi araştırılmıştır. Fındık kabuğundan elde edilen aktif karbonun, %36,22 verim içerisinde %66,01 karbon içeriğine sahip olduğu, BET yüzey alanının $1208 \text{ m}^2/\text{g}$ elde edildiği ve $0,6104 \text{ cm}^3/\text{g}$ toplam gözenek hacmini içerdiği görülmüştür. Farklı oranlarda gümüş kaplı aktif karbonların (1:0,5 ve 1:1) ise BET yüzey alanları sırasıyla 1185 ve $899,93 \text{ m}^2/\text{g}$ olarak bulunmuştur. Ag parçacıkları aktif karbondaki gözenekleri doğrudan tıkadığından, Ag miktarı arttıkça aktif karbon/gümüş kompozitlerinin BET yüzey alanı, toplam gözenek hacmi ve ortalama gözenek çapının azaldığı belirtilmiştir. SEM, FTIR ve XRD analiz sonuçları her iki oranda hazırlanan aktif karbonların gümüş nanopartiküllerle başarılı bir şekilde yüklendiğini göstermiştir. Adsorpsiyon kapasitesi belirleme çalışmalarında, metilen mavisi maksimum adsorpsiyon kapasiteleri aktif karbonun $277,77 \text{ mg/g}$ iken 0,5 g Ag ile doyurulmuş aktif karbon ve 1,0 g Ag ile doyurulmuş aktif karbonun, sırasıyla $357,14$ ve $454,54 \text{ mg/g}$ olarak bulunmuştur. Gümüş kaplı aktif karbonların daha yüksek adsorpsiyon kapasitesine sahip olduğu belirtilmiştir. Gümüş kaplı aktif karbonların (0,5 g ve 1 g), *E. coli* (sırasıyla 18,3 ve 24,1 mm zon çapı) ve *S. aureus*'a (sırasıyla 23,2 ve 34,1 mm zon çapı) karşı mükemmel antibakteriyel aktivite gösterdiği saptanmıştır.

Acevedo ve ark. (2014)'nın gerçekleştirdiği çalışmada granül aktif karbon (GAK) üzerinde desteklenen gümüş nanopartiküllerin (AgNP'ler) antibakteriyel (*E. coli*) özellikleri araştırılmıştır. Aktive edici ajan olarak sırasıyla %60 (a/h) KOH ve %85 (h/h) H_3PO_4 çözeltilerini kullanarak iki tip GAK hazırlanmıştır. Aktif karbon ham maddesini olarak mineral kömür kullanılmıştır. AgNP'ler, 0,1 M, 0,05 M ve 0,01 M $AgNO_3$ çözeltileri ile GAK emdirme yoluyla sentezlenmiştir. H_3PO_4 ve KOH çözeltilerinden hazırlanan GAK'ların BET yüzey alanları sırasıyla 528,25 ve $1386,10 \text{ mg/g}$, 0,1 M, 0,05 M ve 0,01 M $AgNO_3$ çözeltileri ile hazırlanan H_3PO_4 -GAK(AgNP)'lerin BET yüzey alanları sırasıyla $423,22 \text{ mg/g}$, $369,27 \text{ mg/g}$, $309,04 \text{ mg/g}$, KOH-GAK(AgNP)'lerin ise sırasıyla $698,62 \text{ mg/g}$, $673,74 \text{ mg/g}$, $615,16 \text{ mg/g}$

olarak belirlemiştir. Ag içeriği maksimum doygunluk seviyesine ulaşılan kadar artırıldığında BET yüzey alanı azaldığı görülmüştür. H_3PO_4 ve KOH ile aktive edilen GAK'ların antibakteriyel malzeme olarak etkili olmadığı ve bu malzemelerin AgNP'lerin yardımı olmadan *E. coli*'yi önemli ölçüde azaltmadığı görülmüştür. Elde edilen materyaller, gümüş nanopartiküllerin varlığı nedeniyle *E. coli*'ye karşı %100'e yakın antibakteriyel aktivite göstermiştir. KOH ile aktive edilen ve 0,1 M $AgNO_3$ çözeltisi ile emdirilen GAK'ın, kullanılan deneysel koşullar altında *E. coli*'nin eliminasyonu için daha etkili materyal olduğu görülmüştür. KOH ile aktive edilen ve 0,1 M $AgNO_3$ çözeltisi ile emdirilen GAK, daha yüksek AgNP içeriği göstermiştir (ağırlıkça %42,37). Yazarlar ortaya çıkan malzemenin aktivitesinin, emdirilmiş Ag'nin konsantrasyonu ve yüzey alanıyla ilişkili olduğunu ve GAK yüzeyindeki yüksek AgNP konsantrasyonunun, hücre zarına bağlanmada ve hücrenin geçirgenliğini ve solunum fonksiyonlarını bozmada ve dolayısıyla *E. coli*'yi öldürmede daha etkili olduğunu belirtmişlerdir.

Pei ve ark. (2013) iyi dağılmış gümüş nanopartikülleri içeren antibakteriyel aktif karbon nanokompozitleri, Ag^+ 'nin işlevselleştirilmiş aktif karbon yüzeyine iyon-dipol etkileşimleri yoluyla eklenmesi ve ardından Ag^+ 'nin yerinde indirgenmesiyle hazırlanmıştır. Aktif karbon olarak ticari aktif karbon kullanılmış, gümüş nanopartikülleri $AgNO_3$, Na_3Ct ve dimetiletanol amin (DMEA) çözeltileri kullanılarak elde edilmiştir. Elde edilen aktif karbon nanokompozitlerin antibakteriyel aktivite ve tehlikeli uçucu organik bileşiklerden olan toluenin adsorpsiyon kapasitesi değerlendirilmiştir. Aktif karbonun bakterilere (*E. coli* ve *S. aureus*) karşı antibakteriyel aktiviteye sahip olmadığı görülmüştür. Ag nano parçacıklarının eklenmesinin aktif karbonun antibakteriyel etkisini önemli ölçüde arttırdığı ve Ag aktif karbon yüzeyine kaplandığında, çok düşük içerikte bile (ağırlıkça %0,50 Ag), bakterilerin %99'unun 120 dakika içinde inaktif hale geldiği görülmüştür. Ancak toluen adsorpsiyon yeteneğini biraz azalttığı bulunmuştur. Ag içeriği arttıkça nanokompozitlerin toluen adsorpsiyon kapasitesi azalmıştır. Aktif karbon ile karşılaştırıldığında, Ag içerikli (%1,65) aktif karbonun hala %94 toluen adsorpsiyon kapasitesinde kaldığı, yüksek Ag yüklemesi durumunda (%3,24 Ag), toluen adsorpsiyon kapasitesi %21 oranında azaldığı belirlenmiştir. Yazarlar, Ag kaplı aktif karbon nanokompozitlerin, havadaki bakterilerin ve uçucu organik bileşiklerin uzaklaştırılması için iç hava kalitesi kontrolünde umut verici olduğunu belirtmişlerdir.

1.1.4. Aktif karbonun polimer matrislerde kullanımı

Yüksek yüzey alanı ve gözenekliliğiyle karakterize edilen aktif karbon, polivinil alkol (PVA), poliüretan (PU), polietilen (PE) ve epoksi polimer matrisler içine dağıtılarak veya emdirilerek belirli özellikler veya işlevsellikler kazandırabilir (Hurley ve ark., 2013; Ren ve ark., 2014). Aktif karbonun polimer matrislere entegrasyonu, kompozit malzemelerin adsorpsiyon özelliklerini artırırken mekanik mukavemet, termal stabilite, optik özellikler ve elektriksel iletkenlik gibi özelliklerini de iyileştirebilir. Bu durum, kompozit malzemelerin su ve hava filtreleme sistemleri, otomotiv parçaları ve elektronik cihazlar gibi alanlarda kullanılabilirliğini artırabilir. Ayrıca, aktif karbonun antimikrobiyal özellikleri, gümüş veya diğer metal türlerinin dahil edilmesiyle güçlendirilebilir, böylece gelişmiş antimikrobiyal, adsorptif ve mekanik performansa sahip çok işlevli polimer kompozitler elde edilebilir (Altıntig et ve ark., 2023; Tang ve ark., 2014).

Polilaktik asit (PLA) filmi, mısır nişastası veya şeker kamışı gibi yenilenebilir ham maddelerden üretilen ve biyolojik olarak parçalanabilen bir polimerdir (Naeem ve ark., 2019). PLA filmleri şeffaf ve hafif parlak bir görünüme sahip olup ürünlerin görünürlüğünün önemli olduğu paketleme uygulamaları için ideal bir seçenektir (Jin ve ark., 2020). Ayrıca, PLA filmi, nem ve oksijen gibi dış etkenlere karşı etkili bir bariyer sağlayarak gıda ambalajlama uygulamalarında tercih edilir hale gelmektedir (Vasile ve ark., 2019). Ancak, PLA filminin mekanik özellikleri, yarı kristal veya amorf yapısı ile kristallik derecesine bağlı olarak değişir. Geleneksel plastik filmlere kıyasla, PLA'nın kırılgan ve esnek olmayan yapısı ile düşük termal stabilitesi, gıda ambalajlama uygulamalarında kullanımını kısıtlamaktadır (Jin ve ark., 2020). Bu nedenle, PLA'nın esnekliği, termal stabilitesi, UV direnci ve antimikrobiyal özellikleri gibi işlevsel özellikleri, plastikleştiricilerin, takviye edici dolgu maddelerinin ve diğer katkı maddelerinin eklenmesiyle artırılabilir (Narayanan ve ark., 2017; Ni'mah ve ark., 2019; Qin ve ark., 2015). Sonuç olarak, PLA, sürdürülebilir gıda ambalajı ve çevre dostu ürünler gibi çeşitli alanlarda kullanılmak üzere cazip bir malzemedir.

Aktif karbonun PLA biyobozunur filmine dahil edilmesi, malzemenin performansını ve işlevselliğini artırabilir. Aktif karbon, yüksek yüzey alanı ve gözenekli yapısı sayesinde PLA matrisi içinde etkili bir şekilde dağılabilir. Aktif karbon, PLA filminin mekanik özelliklerini geliştirerek polimerin doğal kırılganlığını iyileştirebilir. Ayrıca, aktif karbonun gözenekli yapısı, çeşitli organik bileşikler, gazları ve kokuları adsorbe

etme yeteneđi sayesinde gıda tazeliđinin kontrolünde etkili bir rol oynayabilir. Bunun yanı sıra, aktif karbonun antimikrobiyal özellikleri, gümüş ilavesiyle artırılarak gelişmiş bariyer, adsorpsiyon ve antimikrobiyal özelliklere sahip işlevsel bir film elde edilebilir. PLA ve aktif karbonun etkileşiminden doğan bu sinerjik etki, biyolojik olarak parçalanabilen filmlerin uygulama alanını genişleterek sürdürülebilir ve fonksiyonel ambalajlama çözümlerine yönelik artan talebi karşılayabilir. Bu kapsamda, PLA bazlı filmlere eklenen dolgu maddeleri ile ilgili literatürde yer alan çalışmalar aşağıda özetlenmiştir.

Sobhan ve ark. (2020)'nın yaptığı çalışmada, aktif karbon (AC) ve selüloz nanofiber (CNF) bazlı nanokompozit filmler geliştirilmiştir. Bu filmlere farklı miktarlarda (70, 140, 250, 350 ve 450 mg/L) gümüş eklenmiştir (AgNP'ler/AC-CNF). Çalışmada, bu nanokompozit filmlerin akıllı gıda ambalajında kullanılabilecek fonksiyonel özellikleri karakterize edilmeye çalışılmıştır. Nanokompozit film, AC ile emdirilmiş CNF'nin ultrasonik süspansiyonunun kullanıldığı çözücü döküm yöntemi kullanılarak üretilmiştir (AgNP'ler/AC-CNF). Filmin transmisyon elektron mikroskobu (TEM) analizi, AgNP'lerin film içinde eşit şekilde dağıldığını ve CNF ve AC parçacıklarının gözenekleriyle iyi bağlandığını göstermiştir. FTIR ve XRD analizleriyle de AC-CNF üzerinde AgNP'lerin varlığı saptanmıştır. Filmin antimikrobiyal özellikleri gıda patojenleri *S. aureus* ve *E. coli*'ye karşı test edilmiştir. Kontrol filmi olarak saf biyokompozit, herhangi bir miktarda AgNP bileşici olmadan, agar plakaları üzerinde *S. aureus* ve *E. coli*'nin inhibitör aktivite göstermemiştir. Plakalar üzerindeki inhibisyon bölgesinin boyutu, AgNP konsantrasyonları 140 mg/L'den 450 mg/L'ye yükseldikçe sürekli olarak artmıştır. En büyük inhibisyon bölgesi, 450 mg/L AgNPs/NAC filminde *S. aureus* için ~5,8 mm ve *E. coli* için ~6,1 mm elde edilmiştir. Ayrıca AgNP'ler/AC-CNF filminin iletkenliği bir potansiyostat kullanılarak döngüsel voltametri (CV), diferansiyel artı voltametri (DPV) ve doğrusal tarama voltametrisi (LSV) ile de incelenmiştir. Filmin iletkenliğinin sonuçları, film boyunca elektron transferinin sağlandığını ve aralık boyunca AgNP'lerin filme entegrasyonu arttıkça arttığını göstermiştir. CV ve DPV ile elde edilen sonuçlar, tepe akımının sırasıyla 0,2'den 1,1 µA'ya ve 0,78'den 1,16 µA'ya yükseldiğini göstermiştir. Yazarlar akıllı gıda paketlenme filmi sunmak için hem elektronik cihazlarda, sensörlerde hem de antimikrobiyal membranlarda potansiyel uygulamaları olabileceğini belirtmişlerdir.

Naeem ve ark. (2019), akrilik lifli atıklardan elde edilen elektriksel olarak iletken ve gözenekli aktif karbon parçacıklarının birleştirilmesiyle çok işlevli PLA kompozitlerinin geliştirilmesine odaklanmıştır. Akrilik elyafların tek aşamalı karbonizasyonu ve fiziksel aktivasyonu 800 °C, 1000 °C ve 1200 °C’de gerçekleştirilmiştir. 1200 °C sıcaklıkta daha yüksek özgül yüzey alanına (278 m²/g) ve daha yüksek elektrik iletkenliğine sahip aktif karbon yapısı elde edilmiştir. Çok işlevli kompozitlerin geliştirilmesi için PLA matrisine ortalama 1,230 nm parçacık boyutuna küçültülmüş 1200 °C sıcaklıkta elde edilen aktif karbondan ağırlıkça %1, 5 ve 10 eklenmiştir. Yüksek dolgu maddesi yüklemesine sahip kompozitler, mekanik veya termo-mekanik özelliklerde bozulma sergilemiştir. Saf PLA ile karşılaştırıldığında gerilme mukavemetinde ağırlıkça %1 ve %5 aktif karbon durumunda sırasıyla %27 ve %74’lük artış, ağırlıkça %10 aktif karbon için %13’lük azalma gözlemlenmiştir. Bu davranış, artan topaklanmalara ve daha yüksek yüklemde aktif karbon ile PLA matrisi arasındaki etkileşimin yüzey alanının azalmasına bağlanmıştır.

Su ve ark. (2012)’nin yaptıkları çalışmada PLA’nın kristalleşme oranını arttırmak için Irganox 1330 ile modifiye edilmiş karbon siyahı (MCB) kullanılmış ve PLA/MCB kompozitine plastikleştirici olarak PEG eklenmiştir. Polietilen glikol (PEG)’in PLA/MCB kompozitlerinin mekanik ve termal özellikleri üzerindeki etkisini incelemişlerdir. Kullanılan üç farklı moleküler ağırlıktaki (1000, 2000, 6000) PEG arasında PEG2000, PLA’nın kristalizasyonunu desteklemiş ve MCB’nin çekirdeklenme aktivitesini diğer ikisinden daha verimli bir şekilde arttırmıştır. PEG içeriği arttıkça kompozitin çekme mukavemeti ve elastisite modülünde küçük bir azalma bulunmasına rağmen, PLA/PEG/MCB kompozitlerinin kopma uzaması önemli ölçüde iyileşmiştir. PLA/PEG2000/ağırlıkça %3 MCB kompozitinin kopma uzaması, PEG2000 içeriğinin artmasıyla önemli ölçüde iyileştiği görülmüştür. PEG2000 içeriği ağırlıkça %15 olduğunda, karışımın kopma uzamasının %90 olduğu belirlenmiş, bunun da saf PLA’nın (%19) 4,5 katına denk gelmiştir. PLA/PEG2000/ağırlıkça %3 MCB kompozitinin gerilme mukavemeti 43,8 MPa, saf PLA filmin ise 69,9 MPa bulunmuştur.

Mohapatra ve ark. (2014), poli(etilen glikol) (PEG)’ün Poli(laktik asit) (PLA)/PEG karışımı ve nanokompozitlerinin eriyik interkalasyon yöntemiyle hazırlanmasına etkisi araştırılmıştır. PLA/PEG karışımının hazırlanmasında çeşitli konsantrasyonlarda (ağırlıkça %0, 10, 15, 20, 25, 30) moleküler ağırlığı 6000 g/mol

olan PEG kullanılmıştır. Yine nanokompozitlerin hazırlanmasında iki tip ticari organokil [kloisit 93A (C93A) ve cloisit 30B (C30B)] kullanılmıştır. PEG'in PLA'ya dahil edilmesiyle çekme mukavemeti azalırken, kopma anında uzama yüzdesi artmıştır. Saf PLA filminde 38,22 MPa iken %10, 15, 20, 25, 30 PEG ilaveli filmlerde sırasıyla 34,33 MPa, 26,05 MPa, 23,24 MPa, 20,25 MPa, 14,40 MPa olarak bulunmuştur. Ayrıca PLA/PEG nanokompozitleri, karışıma organokillerin eklenmesiyle daha iyi gerilme mukavemeti göstermiştir. Morfolojik gözlemler, nanokillerin etkili bir şekilde dağıldığını ve polimer bölümlerinin silikat katmanları arasına birlikte eklenen PEG ile birleştiğini doğrulamıştır. PLA/PEG/C30B karışımı nanokompozitler daha iyi dağılım göstermiştir. DSC ölçümleri, PEG'in PLA matrisine eklenmesinin, esas olarak PEG'in plastikleştirme etkisinden dolayı kristalizasyon sıcaklığının (T_c) yanı sıra camı geçiş sıcaklığının (T_g) da azalttığını ortaya koymaktadır. TGA termogramları ayrıca organokillerin varlığında karışım matrisinin daha yüksek termal stabiliteye sahip olduğunu göstermiştir. Yazarlar PLA/PEG/C30B nanokompozitler, ambalajlama uygulamalar için optimum konsantrasyonda PEG ve nano kil ile kullanılabileceğini önermişlerdir.

1.2. Araştırma Sorusu

Bu tez çalışmasını yönlendiren üç araştırma sorusu aşağıda sıralanmıştır.

- Aktif karbon üretiminde şeker pancarı posasının öncü malzeme olarak kullanılması ne kadar etkilidir?
- Elde edilen aktif karbonun gümüş iyonlarıyla emdirilmesi sonucunda elde edilen kompozit malzemenin antimikrobiyal aktivitesine etkisi nedir?
- Aktif karbon-gümüş kompozit yapısının PLA matrisine dahil edilmesi, filmin mekanik, bariyer ve antimikrobiyal özelliklerini ne ölçüde geliştirir?



2. MATERYAL VE YÖNTEM

2.1. Aktif Karbon ve PLA Filmlerinin Üretiminde Kullanılan Kimyasallar

Şeker pancarı posasının kimyasal aktivasyon işlemlerinde kullanılan çinko klorür ($ZnCl_2$), karbonizasyon sonrası numuneyi yıkamak için kullanılan hidroklorik asit (HCl), adsorpsiyon çalışmalarında kullanılan metilen mavisi, aktif karbona gümüş bağlama işlemlerinde gümüş nitrat ($AgNO_3$) ile trisodyum sitrat (Na_3Ct) Merck (Darmstadt, Almanya)'den sağlanmıştır.

PLA filmlerinin üretimi için NatureWorks LLC Ingeo™ 2003D grade polilaktik asit granülleri kullanılmıştır. PLA granüllerinin çözündürülmesi için kloroform (Merck, Darmstadt, Almanya), plastikleştirici ajan olarak polietilen glikol (PEG, 400 g/mol) (Merck, Darmstadt, Almanya), bu tez çalışmasında elde edilen AK ve AK-Ag örnekleri, antimikrobiyal analiz çalışmalarında Muller Hinton agar (MHA) (Merck, Darmstadt, Almanya) kullanılmıştır.

2.2. Şeker Pancarı Posasının Temini ve Hazırlanması

Şeker endüstrisi katı atığı olan şeker pancarı posası Adapazarı Şeker Fabrikası A.Ş.'den temin edilmiştir. Ham madde önce havada, daha sonra 105 ± 3 °C sıcaklıktaki etüvde (Elektro-mag, M 420, Türkiye) kurutulmuştur. Kurutulan posa 1-2 mm boyuta kadar küçültülmüş ve ileriki deneylerde kullanılmak üzere kapalı şekilde muhafaza edilmiştir. Şeker pancarı posası ön işlem görmeden öğütülmüş olarak kimyasal aktivasyon işleminde kullanılmıştır.

2.3. Şeker Pancarı Posasından Aktif Karbon Üretimi

Kimyasal aktivasyon yöntemi ile aktif karbon üretimi gerçekleştirilmiştir. Öğütülmüş şeker pancarı posası, Tablo 2.1'de belirtilen emdirme oranlarında $ZnCl_2$ ile manyetik karıştırıcıda (WiseStir, MSH-20A, Kore) 80-85 °C'de 24 saat karıştırılmıştır. Kimyasal emdirme işleminden sonra numuneler karbonizasyon işleminin gerçekleştirileceği fırına (Protherm, PTF-12, Türkiye) yerleştirilmiştir. Numuneler, azot gazının 200-300 cm^3/dk akış hızında ve Tablo 2.1'de belirtilen sıcaklıklarda

karbonize edilmiştir. Fırının ısıtma hızı 5 °C/dk ve hedef sıcaklıkta bekleme süresi 2 saat olarak ayarlanmıştır. Karbonizasyon sonrası öğütülen (Waring, 7009G, Amerika Birleşik Devletleri) numuneler, 1 N HCl çözeltisiyle yıkanmıştır. Daha sonra organik ve mineral maddelerin uzaklaştırılması amacıyla numuneler önce sıcak sonra soğuk saf su ile yıkama suyunun pH'ı 6-7 oluncaya kadar yıkanmıştır. Yıkama işlemi sonrasında numuneler etüvde 105±3 °C'de 24 saat kurutulmuştur. Kurutulan örnekler <50 µm boyutuna elenmiş ve kapalı bir şekilde muhafaza edilmiştir.

2.4. Aktif Karbon Üretiminin Optimizasyonu

Design Expert yazılımı 7.0.0 (Stat-Ease, Minneapolis, MN, ABD) kullanılarak aktif karbon üretim koşulları optimize edilmeye çalışılmıştır. Üretim değişkenleri yanıt yüzeyi metodolojisi (RSM) tasarımı olan merkezi birleşik tasarımı (CCD) kullanılarak incelenmiş ve karbonizasyon sıcaklığı (*A*, 500 ile 800 °C arasında) ile ZnCl₂-emdirme oranı (*B*, 1 ile 4 arasında) iki üretim değişkeni olarak kodlanmıştır. Deney tasarımında kullanılan bağımsız değişkenler ve seviyeleri Tablo 2.1'de yer almaktadır. Belirlenen değişkenler, aktif karbonun özelliklerini etkileyen önemli parametrelerdir ve literatür taramasına dayalı olarak seçilmiştir. Değişkenler için kodlanmış değerler, maksimum seviye +1 ve minimum seviye -1 olarak kodlanıp regresyonu kolaylaştırmak için kullanılmıştır.

Tablo 2.1. Bağımsız değişkenler, yanıtlar ve seviyeleri.

Bağımsız değişkenler (Faktörler)	Kodlar	Birimler	Değişken seviyeleri				
			-α (En düşük)	-1 (Düşük)	0 (Merkez)	+1 (Yüksek)	+α (En yüksek)
ZnCl ₂ -Emdirme oranı	A	—	0,38	1	2,5	4	4,62
Karbonizasyon sıcaklığı	B	°C	438	500	650	800	862
Bağımlı değişkenler (Yanıtlar)							
Verim	—	%	—	—	—	—	—
MM _G	—	%	—	—	—	—	—

α: 1,41421

Deney tasarımında aktif karbon verimi (%) ve metilen mavisi giderimi (%MM_G) yanıt olarak belirlenmiştir. Metilen mavisi giderimi, aktif karbonun adsorpsiyon kapasitesini değerlendirmek için kullanılan bir ölçüttür. Verim ise aktif karbon üretiminin ekonomik uygulanabilirliği açısından önemli bir değişkendir. Bu yanıtlar aktif karbon

üretim sürecinin matematiksel modelini doğrulamak için kullanılmıştır. CCD'den elde edilen deneysel tasarım matrisi, toplam 12 deney çalışmasını (Tablo 3.1) içermektedir.

2.5. AK-Ag Kompozit Yapının Hazırlanması

Ag partikülleri oluşturmak için öncü olarak AgNO₃ kullanılmıştır. 2 g AgNO₃ 50 mL saf suda çözündürülmüştür. Hazırlanan çözeltinin üzerine AK'dan 1 g tartılıp (A&D, GR-300, Japonya) eklenmiş ve oda sıcaklığında 1 saat karıştırılmıştır. Hazırlanan çözeltiye, 50 mL saf suda 3 g Na₃Ct çözündürülerek elde edilen çözelti eklenmiş ve karışım 90 °C'de 3 saat boyunca manyetik karıştırıcıda karıştırılmıştır. Süre sonunda Ag⁺ iyonlarıyla kaplanmış aktif karbonlar süzülüp distile su ve etanol ile yıkandıktan sonra 70 °C sıcaklıktaki etüvde 12 saat kurutulmuştur (Pei ve ark., 2013). Hazırlanan AK-Ag numuneleri alüminyum folyo ile kaplanmış cam kapta saklanmıştır.

2.6. Şeker Pancarı Posası, AK ve AK-Ag'lerin Karakterizasyonu

2.6.1. Nem tayini

Şeker pancarı posası için ASTM D4442-20 ve şeker pancarı posasından elde edilen aktif karbon için ASTM D2867-17 standartları kullanılarak nem tayini gerçekleştirilmiştir. Şeker pancarı posasından sabit tartıma getirilmiş olan krozelere 3 g tartılmış ve 103±2 °C'ye getirilmiş etüvde 3 saat bekletilmiştir. Etüvden çıkan numuneler desikatörde soğutulup tartılmıştır. Kurutma ve sonrasında tartım işlemine sabit tartıma gelinceye kadar devam edilmiştir. Aktif karbon için de sabit tartıma getirilmiş olan krozelere 2 g tartılmış ve 150±5 °C'ye getirilmiş etüvde 3 saat bekletilmiştir. Etüvden çıkan numuneler desikatörde soğutulup tartılmıştır. Benzer şekilde kurutma ve tartım işlemine sabit tartıma gelinceye kadar devam edilmiştir. Her iki numunenin de nem içeriği, denklem 2.1 yardımıyla örneğin ağırlık yüzdesi olarak hesaplanmıştır.

$$W = \frac{M_1 - M_0}{M_1 - M_2} \times 100 \quad (2.1)$$

W = Numunenin kütlece yüzdesi olarak nem içeriği, 100 g başına g

M₀ = Sabit ağırlığa getirilmiş krozenin ağırlığı, g

M₁ = Kurutmadan önceki kroze ve numunenin ağırlığı, g

M₂ = Kurutmadan sonra kroze ve numunenin ağırlığı, g

2.6.2. Kül tayini

Şeker pancarı posası için ASTM D1102-84 ve şeker pancarı posasından elde edilen aktif karbon için ASTM D2866-11 standartlarına göre kül tayini gerçekleştirilmiştir. Kapaklı boş porselen kroze bir kül fırınında 525 °C’de 1 saat bırakılarak yüzeyindeki olası safsızlıklardan temizlenmiştir. Daha sonra desikatörde oda sıcaklığına kadar soğutulduktan sonra hassas terazide 0,1 mg hassasiyette tartılmıştır. Şeker pancarı posasından 10 g örnek porselen krozeye tartılmış ve kül fırınında 525 °C’de beyaz kül elde edilene kadar yakılmıştır. Aktif karbon için kül tayininde ise kapaklı boş porselen kroze bir kül fırınında 650±25 °C’de 1 saat bırakılarak yüzeyindeki olası safsızlıklardan temizlenmiştir. Daha sonra desikatörde oda sıcaklığına kadar soğutulduktan sonra hassas terazide 0,1 mg hassasiyette tartılmıştır. Daha önceden ağırlıkları sabit tartıma getirilmiş aktif karbon örneklerinden 2 g 0,1 mg hassasiyette krozeye tartılmış ve kroze 650±25 °C’deki kül fırınında 6 saat bekletilmiştir. Kül fırınında bekleme süresi maddenin yapısına göre değişiklik gösterebilmektedir. Bu nedenle kül etme işlemine kül miktarında herhangi bir değişim olmayıncaya kadar devam edilmiştir. Kül miktarları denklem 2.2 yardımıyla hesaplanmıştır.

$$\% \text{ Toplam Kül Miktarı} = \left(\frac{D - B}{C - B} \right) \times 100 \quad (2.2)$$

B = Sabit ağırlığa getirilmiş kapaklı boş krozenin ağırlığı, g

C = Yakma işleminden önceki kapaklı kroze ve numunenin ağırlığı, g

D = Yakma işleminden sonra kapaklı kroze ve numunenin ağırlığı, g

2.6.3. Uçucu madde tayini

Şeker pancarı posası için ASTM E872 ve şeker pancarı posasından elde edilen aktif karbon için ASTM D5832 standartlarına göre uçucu madde tayini gerçekleştirilmiştir. Uçucu madde tayini için öncelikle kroze 950 °C’de kapağı ile boş olarak kül fırınında 30 dakika kadar bekletilmiş ve ardından desikatörde oda sıcaklığına kadar soğutulduktan sonra 0,1 mg hassasiyetle tartılmıştır. Daha sonra krozeye 0,1 mg hassasiyette 1 g ham madde konulmuştur. Kroze kapağı iyice kapatılarak 950±25 °C’de 7,0±0,2 dakika bekletilmiştir. Aynı işlem aktif karbon numunesi için de gerçekleştirilmiştir. Her iki numunenin uçucu madde miktarı denklem 2.3 yardımı ile hesaplanmıştır.

$$\% \text{ Uçucu Madde Miktarı} = \left[\left(\frac{C - D}{C - B} \right) \times 100 \right] - M \quad (2.3)$$

B = Sabit ağırlığa getirilmiş kapaklı boş krozenin ağırlığı, g

C = Kurutma işleminden önce kapaklı kroze ve numune kütlesi toplamı, g

D=Kurutma işleminden sonra kapaklı kroze ile geride kalan madde kütlesi toplamı, g

M = Kullanılan numunenin nem yüzdesi

2.6.4. Sabit karbon tayini

Şeker pancarı posası ve posadan elde edilen aktif karbonun uçucu madde, kül ve sabit karbon miktarı toplamı kuru temelde 100 kabul edilerek, sabit karbon miktarları belirlenmiştir.

$$\% \text{ Sabit Karbon} = 100 - (\% \text{ Kül} + \% \text{ Uçucu Madde}) \quad (2.4)$$

2.6.5. Verim hesaplanması

Şeker pancarı posasından üretilen aktif karbonların verimi denklem 2.5'e göre hesaplanmıştır.

$$\text{Verim} = \frac{\text{Aktif karbonun son ağırlığı}}{\text{Emdirilmiş numunenin başlangıç ağırlığı}} \times 100 \quad (2.5)$$

2.6.6. Metilen mavisi adsorpsiyonu

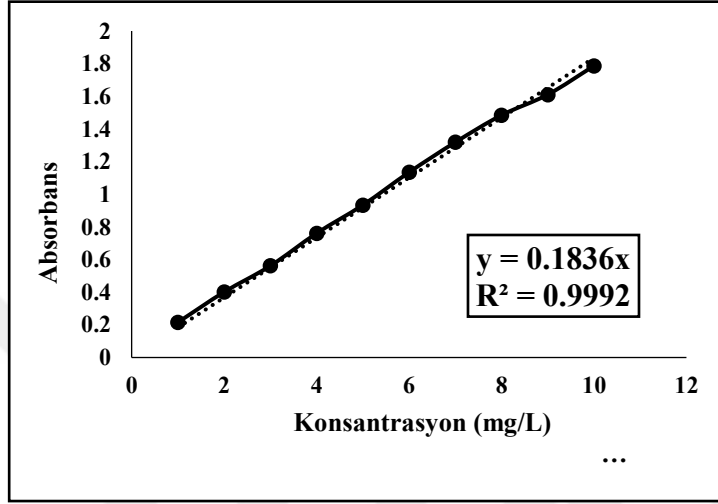
Metilen mavisi adsorpsiyonu, aktif karbonun adsorpsiyon kapasitesini değerlendirmek için kullanılmaktadır. Aktif karbon örneklerinin metilen mavisi gideriminin (MM_G) belirlenmesi için 0,05 g aktif karbon 100 mL (100 mg/L) metilen mavisi çözeltisiyle 24 saat boyunca su banyosunda (GFL, 1086, Almanya) çalkalanmıştır. Daha sonra karışım, 125 mm membran filtreden (Whatman, No:4) süzülüp filtratta kalan metilen mavisi konsantrasyonu UV-vis spektrofotometrede (Shimadzu, UVmin-1240, Japonya) 664 nm dalga boyunda ölçülerek belirlenmiştir. Kalibrasyon eğrisi yardımıyla UV-vis spektrofotometrede ölçülen absorbans değerleri mg/L (C_e) cinsine dönüştürülmüştür (Şekil 2.1). Metilen mavisi giderimi (MM_G) denklem 2.6 yardımıyla hesaplanmıştır (Raposo ve ark., 2009).

$$MM_G(\%) = \frac{(C_o - C_e)}{C_o} \times 100 \quad (2.6)$$

MM_G = Metilen mavisi giderimi, %,

C_o = Başlangıç metilen mavisi konsantrasyonu, mg/L,

C_e = Dengedeki metilen mavisi konsantrasyonu, mg/L



Şekil 2.1. Metilen mavisi kalibrasyon eğrisi.

2.6.7. Elemental analiz

Şeker pancarı posası ve AK'nun içerdiği azot (N), karbon (C), hidrojen (H) ve oksijen (O) miktarlarını belirlemek amacıyla, İnönü Üniversitesi Bilimsel ve Teknoloji Araştırma Merkezi'nde elemental analiz cihazıyla (LECO, CHNS-932, Birleşik Krallık) yapılmıştır. Bütün örneklerdeki oksijen içeriği ise yüzde farktan hesaplanmıştır.

2.6.8. Yüzey analizi

Şeker pancarı posası ve AK örneklerinin yüzey alanını ve gözenek yapısını belirlemek için 77 K'da azot adsorpsiyon-desorpsiyon izotermi $\pm 0,15$ doğrulukla Quantachrome, Autosorb-1C (Amerika Birleşik Devletleri) cihazı ile Eskişehir Osmangazi Üniversitesi, Kimya Mühendisliği Bölümü'nde ölçülmüştür. Yüzey alanı, gözenek hacmi ve gözenek boyutu dağılımı, Quantachrome yazılımı kullanılarak azot adsorpsiyon verilerinden belirlenmiştir. Adsorpsiyon verileri, 105'ten 1'e kadar olan bağıl basınç aralığında P/P_o ile elde edilmiştir. Örnek, vakum altında 300 °C'de 3 saat boyunca gazdan arındırılmıştır. Azotun görünen yüzey alanı, 0,01–0,2 bağıl basınç aralığında BET (Brunauer-Emmett-Teller) denklemi kullanılarak hesaplanmıştır.

Mikrogözenek hacmi, DR (Dubinin-Radushkevich) yöntemi ile belirlenmiştir. Bağlı basınçların birime yakın (0,99) olduğu durumda adsorbe edilen N₂ miktarı, hem mikrogözeneklerde hem de mezogözeneklerde adsorbe edilen toplam miktara karşılık gelir; dolayısıyla mikrogözenek hacminin toplam miktardan çıkarılması mezogözeneklerin hacmini sağlar. Gözenek boyutu dağılımı, azot adsorpsiyon izotermlerine DFT (Yoğunluk Fonksiyonel Teorisi) yöntemi uygulanarak Autosorb-1C tarafından sağlanan yazılım kullanılarak elde edilmiştir.

2.6.9. Taramalı elektron mikroskopisi (SEM) analizi ve EDS görüntüleme

Şeker pancarı posası, AK ve AK-Ag örneklerinin yüzey morfolojik yapıları ve gözenek oluşumları SEM görüntüleri ile incelenmiştir. SEM görüntüleri Sakarya Üniversitesi Metalürji ve Malzeme Mühendisliğinde bulunan taramalı elektron mikroskobu (JEOL, JSM-6060LV, Japonya) kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Düşük vakum altında ve 15 kV'luk voltajda yüzey görüntüleri 1000x ve 3000x büyütme oranıyla elde edilmiştir. AK-Ag numunelerine ait EDS grafikleri ise numunenin taranan görüntü alanından belirli bir noktaya odaklanılarak belirlenen noktanın analizi ile gerçekleştirilmiştir.

2.6.10. Fourier transform infrared spectra (FTIR) analizi

Şeker pancarı posası, AK ve AK-Ag örneklerinin yüzey fonksiyonel gruplarını belirlemek amacıyla FTIR spektrumları Sakarya Üniversitesi Fen Edebiyat Fakültesi Kimya Bölümü'nde bulunan IR spektroskopisi (PerkinElmer, Spektrum Two, Amerika Birleşik Devletleri) cihazı ile 4000-400 cm⁻¹ dalga sayısı arasında ölçülmüştür.

2.6.11. X-ışını kırınım (XRD) analizi

Şeker pancarı posası, AK ve AK-Ag örneklerinin yapısal karakterizasyonu ve kristallik derecesinin belirlenmesi için XRD analizi yapılmıştır. Analizlerde Sakarya Üniversitesi Metalürji ve Malzeme Mühendisliğinde bulunan, X-Ray difraktometre (Rigaku, D/MAX/2200/PC, Japonya) cihazı kullanılmıştır. Çalışmalar 10-80° 2θ açısı aralığında yapılmıştır.

2.6.12. Termal gravimetrik (TG) analizi

Şeker pancarı posası, AK ve AK-Ag örneklerinin TG analizi sıcaklığın veya zamanın bir fonksiyonu olarak meydana gelen ağırlık kaybı araştırılmıştır. Termal özellikleri termal analiz cihazıyla (NETZSCH, STA 449 F1, Almanya) belirlenmiştir.

Numunelerden 5 mg örnek alınarak alüminyum kaplara tartılarak cihaza yerleştirilmiştir. 50-800 °C sıcaklıkları arasında 10 °C/dk hızında azot atmosferinde analiz edilmiştir.

2.6.13. AK ve AK-Ag partiküllerinin antimikrobiyal analizi

Disk difüzyon yöntemi kullanılarak örneklerin antimikrobiyal etkileri araştırılmıştır. İlk olarak bakterilerin aktifleştirilmesi gerçekleştirilmiştir. *Escherichia coli* (ATCC 25927) ve *Staphylococcus aureus* (gıda izolatu) stok kültürlerinden 100 µL alınarak 10 mL'lik Tryptic Soy Broth (TSB) besiyerlerine aktarılmış ve 37 °C'de 24 saat inkübasyona bırakılmıştır. İnkübasyon sonrasında aktif kültürlerden Muller Hinton Agar (MHA) içeren petrilere 100 µL aktararak drigalski spatülü ile yayma yapılmış ve kuruması için 5 dakika beklenmiştir. Agar üzerine AK ve AK-Ag toz örnekleri spatül yardımıyla bırakılmıştır. Daha sonra petriler 37 °C'de 24 saat süreyle inkübasyona bırakılmıştır.

2.7. PLA Filmlerinin Hazırlanması

PLA filmleri çözücü döküm yöntemi ile hazırlanmıştır. Yaklaşık 1,5 g PLA granülleri, 30 mL kloroform içinde 2 saat boyunca 60 °C'de manyetik karıştırıcıda çözüldürülmüştür. Elde edilen homojen çözelti üzerine PEG 400 çözeltisinden %10 (a/a) (PLA ağırlığı baz alınarak) oranında eklenmiştir. Daha sonra Tablo 2.2'de belirtilen oranlarda AK (PLA/%10PEG/AK) ve AK-Ag (PLA/%10PEG/AK-Ag) partikülleri (<50 µm) çözeltiye eklenmiş ve 12 saat boyunca 60 °C'de karıştırmaya bırakılmıştır. Süre sonunda çözeltiler 9 cm çapındaki petri kutularına 7,5 mL olacak şekilde dökülmüş ve etüvde 75 °C'de yaklaşık 35 dakika kurumaya bırakılmıştır. Kurutma tamamlandıktan sonra filmler petrilere soyulmuş ve karakterizasyon testleri öncesi desikatör içerisinde en az 72 saat bekletilmiştir. Bunun yanında, PEG 400, AK, AK-Ag içermeyen saf PLA filmi ile sadece PEG 400 içeren PLA/%10PEG hazırlanmış ve saf PLA filmi kontrol filmi olarak değerlendirilmiştir.

Tablo 2.2. Hazırlanan PLA bazlı biyokompozit filmlerin kodları ve bileşimleri.

Film Kodları	PEG 400 (%)	AK oranları (%)	AK-Ag oranları (%)
PLA	0	0	0
PLA/%10PEG	10	0	0
PLA/%10PEG/%1AK	10	1	0
PLA/%10PEG/%3AK	10	3	0
PLA/%10PEG/%5AK	10	5	0
PLA/%10PEG/%7AK	10	7	0
PLA/%10PEG/%10AK	10	10	0
PLA/%10PEG/%1AK-Ag	10	0	1
PLA/%10PEG/%3AK-Ag	10	0	3
PLA/%10PEG/%5AK-Ag	10	0	5
PLA/%10PEG/%7AK-Ag	10	0	7
PLA/%10PEG/%10AK-Ag	10	0	10

PLA: Polilaktik asit; PEG: Polietilen glikol 400; AK: Aktif Karbon; AK-Ag: Aktif karbon-Gümüş

2.8. PLA Filmlerinin Karakterizasyonu

2.8.1. Yapısal analizler

2.8.1.1. SEM analizi

Hazırlanan filmlerin yüzey morfolojik yapıları ve partiküllerin dağılımı SEM görüntüleri ile incelenmiştir. SEM görüntüleri Sakarya Üniversitesi Metalürji ve Malzeme Mühendisliğinde bulunan taramalı elektron mikroskobu (JEOL, JSM-6060LV, Japonya) kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Analiz öncesinde filmler küçük parçalar halinde (2mmx2mm) kesilmiş, altın ile kaplanarak filmlere iletkenlik kazandırılmıştır. Düşük vakum altında ve 15 kV'luk voltajda yüzey görüntüleri 1000x büyütme oranıyla elde edilmiştir.

2.8.1.2. FTIR analizi

Hazırlanan filmlerin yüzeylerinde bulunan fonksiyonel grupların ve sentez parametrelerinin yapıya olan etkisini belirlemek amacıyla FTIR spektrumları Sakarya Üniversitesi Fen Edebiyat Fakültesi Kimya Bölümü'nde bulunan IR spektroskopisi (Perkin Elmer, Spektrum Two, Amerika Birleşik Devletleri) cihazı ile 4000-400 cm⁻¹ dalga sayısı arasında ölçülmüştür.

2.8.1.3. XRD analizi

Hazırlanan filmlerin yapısal karakterizasyonu ve kristallik derecesini belirlemek için XRD analizi yapılmıştır. Analizlerde Sakarya Üniversitesi Metalürji ve Malzeme

Mühendisliğinde bulunan X-Ray difraktometre (Rigaku, D/MAX/2200/PC, Japonya) cihazı kullanılmıştır. Çalışmalar 10-80° 2θ açısı aralığında yapılmıştır.

2.8.1.4. TG ve DSC (diferansiyel taramalı kalorimetre) analizi

Eş zamanlı TGA-DSC (Termogravimetrik Analiz- Diferansiyel Taramalı Kalorimetre) termal analizi ile malzemelerin ısıtıldığında yapılarında meydana gelen ağırlık kaybının sıcaklığa karşı grafiği oluşturularak malzemenin termal kararlılığı belirlenmektedir. Termal özellikler TGA/DSC (NETZSCH, STA 449F1, Almanya) analizi ile belirlenmiştir. Filmlerden 5 mg örnek alınarak alüminyum kaplara tartılarak TGA-DSC cihazına yerleştirilmiştir. 50-600 °C sıcaklıkları arasında 10 °C/dk hızında azot atmosferinde analiz edilmiştir

2.8.2. Fiziksel analizler

Filmlerin kalınlığını belirlemek için dijital mikrometre (Asimeto, Almanya) ile 5 farklı noktadan ölçüm alınmış ve her bir formülasyon için 3 tekrarlı olarak 3 paralel filmde yapılan toplam 45 ölçümün ortalaması alınmıştır.

Elde edilen filmlerin renk ölçümü CIE sistemine göre L* (beyaz-siyah), a* (kırmızı-yeşil) ve b* (sarı-mavi) ölçeği dikkate alınarak standart bir beyaz renkli plakanın (L*=94,49, a*=0,43 ve b*=0,3) referans olarak kullanıldığı taşınabilir renk ölçüm cihazıyla (PCE-CSM 7, Meschede, Almanya) gerçekleştirilmiştir. Toplam renk değişimi ve beyazlık indeksi denklem 2.7 ve 2.8'e göre hesaplanmıştır.

$$\text{Toplam renk değişimi: } \Delta E = \sqrt{[(L^* - L)^2 + (a^* - a)^2 + (b^* - b)^2]} \quad (2.7)$$

L, a, b: PLA film örneklerinin değerleri

L*, a*, b*: Standart beyaz plaka değerleri

2.8.3. Mekanik analizler

Hazırlanan filmlerin gerilme mukavemeti (MPa) ve kopma anındaki uzama oranları (%) tekstür cihazıyla (TA.XT Plus, Stable Micro Systems, Surrey, İngiltere) yapılmıştır. Ölçüm öncesinde filmler 48 saat boyunca desikatörde bekletilmiştir. Her bir uygulama için filmler 10 cm boyunda (film uzunluğu) ve 2 cm genişliğinde (10x2) kesilmiştir. A/MTG probu ile pre-test hızı: 1,0 mm/s, test hızı: 1,0 mm/s, post-test hızı: 10,0 mm/s, trigger kuvveti: 0,049 N ve uzaklık: 100 mm parametreleri kullanılarak çekme işlemi yapılmıştır. Elde edilen gerilme-deformasyon eğrisinden gerilme

mukavemeti (MPa) ve kopma anındaki uzama oranı (%) hesaplanmıştır. Her bir formülasyon için 3 tekrarlı olarak 3 paralel film ve her formülasyon için toplam 9 adet film kesitinde ölçüm yapılmıştır.

$$\text{Gerilme mukavemeti (MPa)} = \text{En yüksek kuvvet}(F_{\max})/\text{Alan} \quad (2.8)$$

Kopma anındaki uzama (%)

$$= \frac{\text{Kopma anında uzunluktaki değişim}}{\text{Başlangıç uzunluğu}} \times 100 \quad (2.9)$$

Isıl yapışma analizleri için film numuneleri Packtech marka masaüstü yapıştırma makinesi (PCS-300) ile 180 °C’de üç tarafı ısı olarak yapıştırılmıştır. Filmler 2, 5, 10 ve 15 saniyede yapıştırılmıştır. Isıl yapıştırma sağlanabilen filmlerin yapışma yerlerinin sızdırmazlığı boya penetrasyon testi ile belirlenmiştir. Boya penetrasyon testinde 0,5 g Rhodamine B (Merck, Darmstadt, Germany) 100 mL isopropanol içinde çözündürülerek boya çözeltisi hazırlanmıştır. Isıl olarak yapıştırılan filmlerin açık tarafından kaynak yerinin iç tarafına doğru hazırlanan boya pastör pipet ile 1 damla damlatılıp belli bir süre bekletildikten sonra boyanın dışarıya sızıp sızmadığı görsel olarak kontrol edilmiştir.

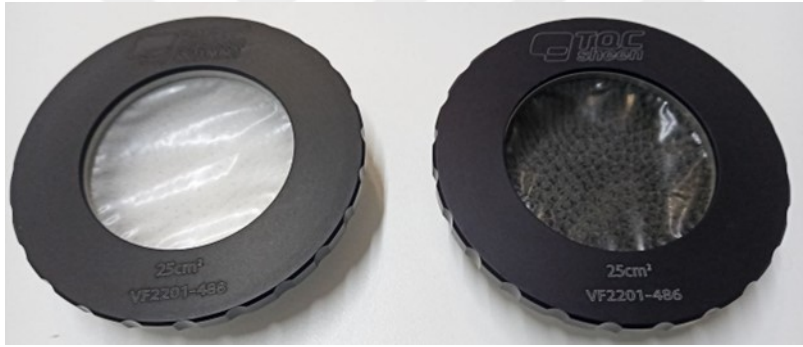
Isıl yapışma mukavemeti için sızdırma gözlemlenmeyen filmler şeritler halinde kesilmiştir (55x20 mm). Film kesitleri üst üste konulmuş ve masaüstü yapıştırma makinesiyle (Packtech, PCS-300, Türkiye) 180 °C’de 5 saniye süreyle ısı olarak yaptırılmıştır. Film örnekleri 48 saat boyunca 23±1 °C ve %50±5 bağıl nemde iklimlendirme kabini (Binder, KBF 720, Tuttlingen, Almanya) bekletilmiştir. Filmler TA.XT Plus tekstür analiz cihazında A/MTG probu kullanılarak kaynak yerlerini ayırmak için gerekli olan kuvvet ölçülmüştür. Örnekler ısı yapıştırılan uçları orta noktaya gelecek şekilde diğer uçlarından probun çenelerine tutturulmuştur. 50 mm mesafe ve 5 mm/s hız kullanılmış, her bir film için 9 ölçümün ortalaması alınmıştır. Isıl yapışma mukavemeti denklem 2.10 kullanılarak hesaplanmıştır.

$$\text{Isıl yapışma mukavemeti (N/m)} = F_{\max}/\text{Film genişliği} \quad (2.10)$$

2.8.4. Bariyer analizi

Su buharı geiş hızı (WVTR: water vapor transmission rate) ASTM E95-96 yöntemine göre test edilmiştir. Bunun için geirgenlik kabı (TQC permeability cups, VF2201-488, Hollanda) kullanılmıştır. Geirgenlik kabı 25 mL saf su ile doldurulmuş ve 89 mm apında kesilen film ile sızdırmaz bir şekilde kaplanmıştır (Şekil 2.2). Test 23 ± 1 °C’de $\%50\pm5$ bağıl nemde iklimlendirme kabininde (Binder, KBF 720, Tuttlingen, Almanya) gerçekleştirilmiştir. 7 gün boyunca örnekler tartılarak kütle değışimleri belirlenmiştir. Elde edilen değıerlerden kütleyle karşı zaman grafiğı çizilmiş, doğrunun eğimi ve analizde kullanılan film örneğinin m^2 cinsinden alanı kullanılarak denklem 2.11’e göre su buharı geiş hızı hesaplanmıştır. Her bir formölasyon için 3 tekrarlı 2 paralel filmin ölçümü yapılmış ve ortalaması alınmıştır.

$$\text{Su buharı geiş hızı (g/(m}^2\text{/gün))} = \frac{\text{Son tartım (g)} - \text{İlk tartım (g)}}{\text{Alan (m}^2\text{)/Gün}} \quad (2.11)$$



Şekil 2.2. Su buharı geiş hızı testi için hazırlanan PLA/%10PEG/AK film örnekleri, (sol) %1AK ve (sağ) %10AK içeren filmler.

2.8.5. Antimikrobiyal analiz

Disk difüzyon yöntemi kullanılarak filmlerin antimikrobiyal aktiviteleri araştırılmıştır. İlk olarak bakterilerin aktifleştirilmesi gerçekleştirilmiştir. *E. coli* (ATCC 25927) ve *S. aureus* (gıda izolatu) stok kültürlerinden 100 µL alınarak 10 mL’lik TSB besiyerlerine aktarılmış ve 37 °C’de 24 saat inkübasyona bırakılmıştır. İnkübasyon sonrasında aktif kültürlerden MHA içeren petrilere 100 µL aktararak drigalski spatülü ile yayma yapılmış ve kuruması için 2 dakika beklenmiştir. Film örnekleri 10 mm apında kesilerek steril bir pens yardımıyla agar yüzeyine yerleştirilmiştir. 37 °C’de 24 saat inkübasyon sonrasında inhibisyon zonlarının oluşup oluşmadığı kontrol edilmiştir. Antimikrobiyal aktivite testi 3 tekrarlı olarak gerçekleştirilmiştir.

2.9. İstatistiksel Analiz

Polilaktik asit filmlerin üretim süreci üç kez tekrarlanmış ve tüm analizler üç paralel halinde yapılmıştır. Sonuçlar Minitab 22.0 istatistiksel yazılım programı (Minitab Inc., ABD) kullanılarak tek yönlü varyans analizi (ANOVA) ile analiz edilmiş ve ortalama±standart sapma olarak sunulmuştur. Ortalamalar arasındaki anlamlı farklar Tukey çoklu karşılaştırma testi ile $p<0,05$ anlamlılık değerinde değerlendirilmiştir.





3. ARAŞTIRMA BULGULARI VE TARTIŞMA

3.1. Aktif Karbon Üretiminin Optimizasyonu

3.1.1. ANOVA analiz sonuçları

Tablo 3.1’de CCD’den elde edilen deneysel tasarım matrisindeki emdirme oranları ve karbonizasyon sıcaklıklarına göre hazırlanmış aktif karbon örneklerine ait aktif karbon verimleri (Verim) ve metilen mavisi giderim (MM_G) sonuçları gösterilmektedir.

Tablo 3.1. Kullanılan tasarım matrisi ve deney sonuçları.

Std	Deney	Çalışma parametreleri		Yanıtlar	
		Faktör 1	Faktör 2	Yanıt 1	Yanıt 2
		A: ZnCl ₂ - Emdirme oranı	B: Karbonizasyon sıcaklığı (°C)	Verim (%)	MM _G (%)
10	1	2,50	650	7,31	88,38
4	2	4,00	800	2,89	99,91
9	3	2,50	650	7,51	88,45
12	4	2,50	650	9,35	89,65
7	5	2,50	438	11,21	94,95
5	6	0,38	650	21,54	86,08
8	7	2,50	862	4,79	99,41
1	8	1,00	500	20,86	86,72
3	9	1,00	800	12,50	89,09
2	10	4,00	500	7,10	86,68
11	11	2,50	650	6,26	86,99
6	12	4,62	650	8,21	86,21

Elde edilen yanıtlar Design Expert 7.0.0 programında analiz edilmiştir. Verim (%) ve MM_G (%) için model özeti istatistik değerleri Tablo 3.2 ve 3.3’te yer almaktadır. Tablolar incelendiğinde Quadratic (ikinci dereceden) modelin her iki yanıt için deneysel verilerle iyi bir şekilde uyduğu görülmüştür ve Design Expert programı, Quadratik model ile Verim (%) ve MM_G (%) yanıtlarının tanımlanmasını önermiştir.

Tablo 3.2. Model özet istatistikleri–Yanıt 1–Verim (%).

Model	F testi p değeri	Uyum eksikliği testi p değeri	Standart sapma	R ²	Düzeltilmiş R ² (Adj R ²)	Öngörüle n R ² (Pred R ²)	PRESS
Linear	9,05	0,04	3,24	0,75	0,69	0,51	183,94
2FI	10,34	0,04	3,36	0,76	0,67	0,49	192,21
Quadratic	0,97	0,51	1,27	0,97	0,95	0,89	42,97
Cubic	0,44	0,55	1,19	0,99	0,96	0,85	55,25

Tablo 3.3. Model özet istatistikleri–Yanıt 2–MM_G (%).

Model	F testi p değeri	Uyum eksikliği testi p değeri	Standart sapma	R ²	Düzeltilmiş R ² (Adj R ²)	Öngörülen R ² (Pred R ²)	PRESS
Linear	27,98	0,01	4,74	0,27	0,11	-0,58	436,52
2FI	28,61	0,01	4,65	0,378	0,14	-0,50	416,03
Quadratic	7,63	0,06	2,26	0,89	0,79	0,29	198,69
Cubic	1,90	0,26	1,20	0,98	0,94	0,46	149,71

Verim (%) ve MM_G (%) yanıtları için önerilen Quadratic modelin ne kadar yeterli olduğunu doğrulamak amacıyla varyans analizi (ANOVA) Design Expert programında uygulanmıştır. Tablo 3.4 ve 3.5’te Verim (%) ve MM_G (%) yanıtı için model ve faktörlere ait ANOVA değerleri gösterilmektedir.

Tablo 3.4. Verim (%) yanıtı için Yanıt Yüzeyi Quadratic Modeli varyans analiz sonuçları.

Yanıt 1–Verim (%)	Kareler Toplamı	sd	Ortalama Kareler	F Değeri	p-değeri	
Kaynak					Olasılık > F	
Model	366,06	5	73,21	45,04	0,0001	Önemli
A-Sıcaklık	222,74	1	222,74	137,04	<0,0001	
B-Emdirme Oranı	58,55	1	58,55	36,02	0,001	
AB	4,29	1	4,29	2,64	0,155	
A ²	77,67	1	77,67	47,79	0,001	
B ²	0,014	1	0,014	8,891E-003	0,928	
Artık	9,75	6	1,63			
Uyum Eksikliği	4,81	3	1,60	0,97	0,509	Önemli değil
Saf Hata	4,95	3	1,65			
Toplam	375,81	11				

Tablo 3.5. MM_G (%) yanıtı için Yanıt Yüzeyi Quadratic Modeli varyans analiz sonuçları.

Yanıt 2 – MM _G (%) Kaynak	Kareler Toplamı	sd	Ortalama Kareler	F Değeri	p-değeri Olasılık > F	
Model	246,50	5	49,30	9,67	0,008	Önemli
A-Sıcaklık	15,02	1	15,02	2,95	0,137	
B-Emdirme Oranı	60,02	1	60,02	11,77	0,014	
AB	29,42	1	29,42	5,77	0,053	
A ²	12,17	1	12,17	2,39	0,173	
B ²	109,65	1	109,65	21,51	0,004	
Artık	30,59	6	5,10			
Uyum Eksikliği	27,04	3	9,01	7,62	0,065	Önemli değil
Saf Hata	3,55	3	1,18			
Toplam	277,09	11				

Olasılık > F değeri 0,05'den küçük olduğunda model ve model değişkenleri önemlidir. Verim (%) yanıtı için yapılan analiz sonuçlarına bakıldığında oluşturulan modelin p değerinin 0,05'den küçük çıkması ilgili modelin tutarlı olduğunu göstermektedir. Model değişkenleri için p değerlerine bakıldığında A-Karbonizasyon sıcaklığı ve B-ZnCl₂-Emdirme oranı değişkenlerinin bileşik etkisi (AB) ile B-Karbonizasyon sıcaklığı karesel etkisi (B²) hariç hepsinin 0,05'den küçük olduğu görülmektedir. A-ZnCl₂-Emdirme oranı ve B-Karbonizasyon sıcaklığı anlamlı olduğu için model hiyerarşisinin korunması amacıyla B-Karbonizasyon sıcaklığı karesel etkisi (B²) ve ilgili değişkenlerin bileşik etkisi (AB) modelden çıkarılmamıştır. Verim (%) yanıtı için modelin uyum eksikliği (lack of fit) p değerinin 0,05'den büyük çıkması modelin aktif karbon üretim değişkenlerini (ZnCl₂-emdirme oranı ve karbonizasyon sıcaklığı) tanımlamaya uygun olduğunu ve geliştirilen modelin Verim (%) yanıtını tahmin etmek için yeterli olduğunu göstermektedir.

MM_G (%) yanıtı için yapılan analiz sonuçlarına bakıldığında oluşturulan modelin p değerinin 0,05'den küçük çıkması ilgili modelin tutarlı olduğunu göstermektedir. Model değişkenleri için p değerlerine bakıldığında A-ZnCl₂-Emdirme oranı ile bileşik etkisi (A²) değişkenleri hariç hepsinin 0,05'den küçük olduğu görülmektedir. A-Sıcaklık ve B-Emdirme Oranı değişkenlerinin bileşik etkisi (AB) anlamlı olduğu için model hiyerarşisinin korunması amacıyla ilgili ana değişken (A) ile bileşik etkisi (A²) modelden çıkarılmamıştır. MM_G (%) yanıtı için modelin uyum eksikliği (lack of fit) p değerinin 0,05'den büyük çıkması modelin aktif karbon üretim değişkenlerini (ZnCl₂-

emdirme oranı ve karbonizasyon sıcaklığı) tanımlamaya uygun olduğunu ve geliştirilen modelin MM_G (%) yanıtını tahmin etmek için yeterli olduğunu göstermektedir.

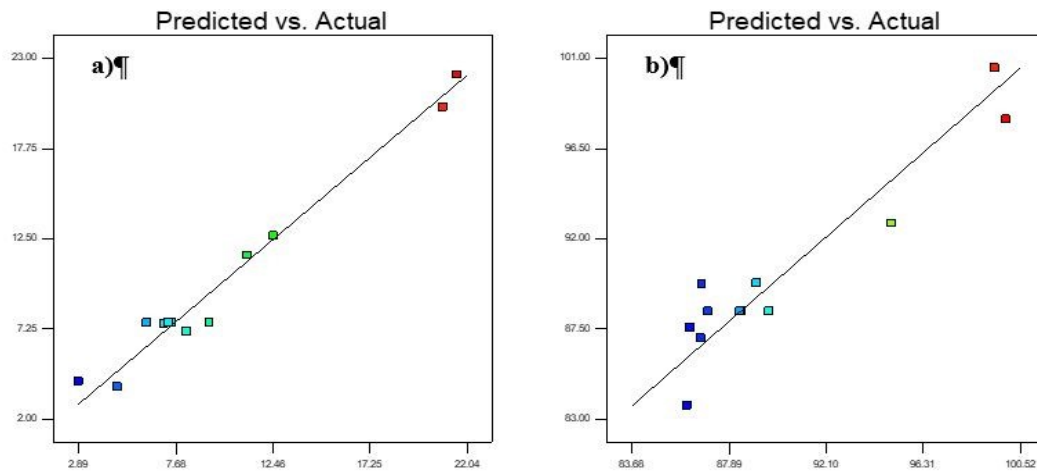
Tablo 3.6 ve 3.7’de Verim (%) ve MM_G (%) yanıtları için modellere ait R² değerleri yer almaktadır. Yanıtların R² değerlerinin 1’e yakın olması Quadratic modelin yanıtları tahminlemede tutarlı olduğunu göstermektedir. Şekil 3a ve 3b, sırasıyla Verim (%) ve MM_G (%) için öngörülen ve deneysel değerlerin karşılaştırmasını göstermektedir. Öngörülen değerlerin deneysel değerlerle iyi bir şekilde eşleştiği ve Quadratic modelin üretim değişkenleri ile aktif karbonun %verimi ve %metilen mavisi giderimi arasındaki korelasyonu başarılı bir şekilde yansıttığını göstermektedir.

Tablo 3.6. Verim (%) yanıtı için modelin R² değerleri.

Standart Sapma	1,27	R²	0,97
Ortalama	9,96	Adj R²	0,95
Varyasyon Katsayısı (%)	12,80	Pred R²	0,89
Press	42,97	Adeq Precision	20,15

Tablo 3.7. MM_G (%) yanıtı için modelin R² değerleri.

Standart Sapma	2,26	R²	0,89
Ortalama	90,21	Adj R²	0,79
Varyasyon Katsayısı (%)	2,50	Pred R²	0,28
Press	198,61	Adeq Precision	10,55



Şekil 3.1. (a) Verim (%) ve (b) MM_G (%) yanıtları için deneysel ve öngörülen değerleri arasındaki ilişki.

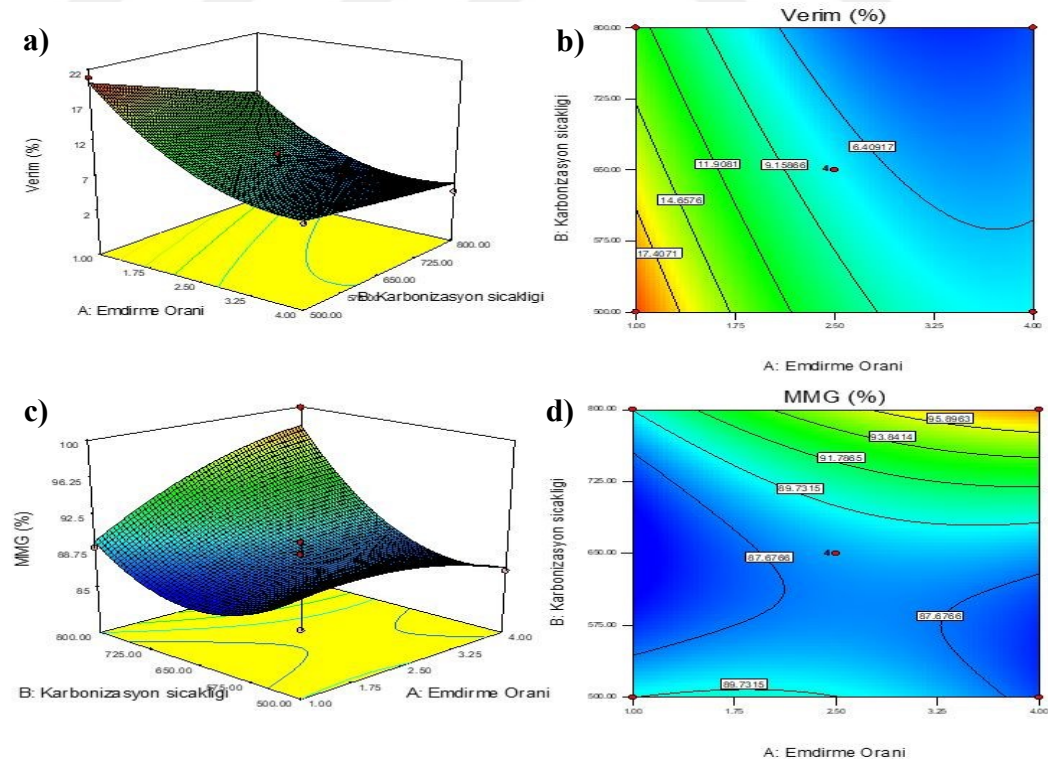
A-ZnCl₂-Emdirme oranı ve B-Karbonizasyon sıcaklığı bağımsız değişkenlerine bağlı olarak Verim (%) ve MM_G (%) yanıtlarının tahminlenmesinde kullanmak için Design Expert programı tarafından oluşturulan kodlu model eşitliği (denklem 3.1 ve 3.2) aşağıda gösterilmektedir.

$$\text{Verim (\%)} = +7,61 - 5,28 \times (A) - 2,71 \times (B) + 1,04 \times (A \times B) + 3,48 (A)^2 + 0,048 \times (B)^2 \quad (3.1)$$

$$\text{MM}_G(\%) = 88,37 + 1,37 \times (A) + 2,74 \times (B) + 2,71 \times (A \times B) - 1,38 (A)^2 + 4,14 \times (B)^2 \quad (3.2)$$

Terimlerden önündeki (–) işaret azaltan (antagonistik) bir etki anlamına gelirken, (+) işaret artıran (sinerjik) bir etkiyi göstermektedir.

Şekil 3.2a ve 3.2b, emdirme oranı sabit tutulduğunda sıcaklığın 800 °C’den 500 °C’ye düşmesiyle verimin arttığını ve maksimum verime 500 °C civarında ulaşıldığını göstermektedir. Ancak, sıcaklığın tekrar 800 °C’ye yükselmesiyle verimde düşüş gözlemlenmiştir. Şekil 3.2c ve 3.2d hem sıcaklık hem de emdirme oranı arttırıldığında metilen mavisi gideriminin arttığını göstermektedir.



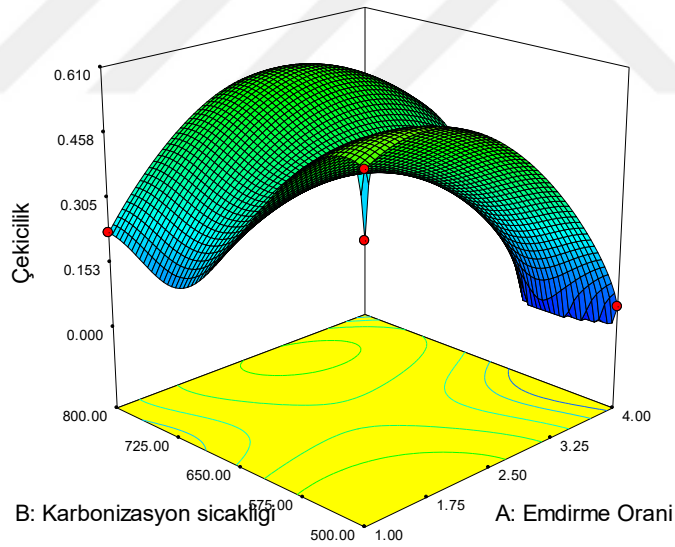
Şekil 3.2. Verim (a ve b) ve MM_G (c ve d) için 3D yanıt yüzeyi (a ve c) ve karşılık gelen kontur grafiği (b ve d).

3.1.2. Optimizasyon sonuçları ve doğrulanması

En iyi aktif karbon üretimini sağlayacak emdirme oranı ve sıcaklık değerlerini belirlemek amacıyla Design Expert programı kullanılmıştır. Optimizasyon analizinde, aktivasyon sıcaklığı ile emdirme oranı “aralık dahilinde” seçilmiş, hedef yanıtlar (verim ve metilen mavisi giderimi) ise en yüksek değere sahip aktif karbona ulaşmak için “maksimum” olarak belirlenmiştir. Elde edilen en iyi sonuçlar Tablo 3.8’de yer almaktadır. Bu çözümler arasından programın önermiş olduğu birinci çözüm seçilmiştir. İlgili çözüme ait yüzey grafiği Şekil 3.3’te gösterilmektedir.

Tablo 3.8. Verim (%) ve MM_G (%) yanıtı için optimizasyon sonuçları.

	ZnCl ₂ - Emdirme oranı	Aktivasyon sıcaklığı	Verim (%)	MM_G (%)	Çekicilik	
1	1,00	500	20,16	89,73	0,49	Seçildi
2	1,29	800	10,66	91,04	0,39	
3	1,42	800	9,82	91,59	0,39	
4	4,00	796,07	4,23	97,59	0,25	



Şekil 3.3. Çekicilik değeri için yüzey grafiği (emdirme oranı ve karbonizasyon sıcaklığı).

Doğrulama için Design Expert programı tarafından öngörülen optimum proses koşulları kullanılarak aktif karbon üretimi gerçekleştirilmiştir. Emdirme oranı 1 ve aktivasyon sıcaklığı 500 °C ile yapılan deneylerde, şeker pancarı posasından elde edilen aktif karbonlarda verim $20,88 \pm 0,82$ ve metilen mavisi giderimi $86,80 \pm 0,21$

olarak bulunmuştur (Tablo 3.9). Tahmin edilen değerler ile deneysel değerlerin yakın olduğu saptanmıştır.

Tablo 3.9. Proses optimizasyon doğrulaması.

Kaynak		ZnCl ₂ -Emdirme oranı	Aktivasyon sıcaklığı (°C)	Verim (%)	MM _G (%)
RSM	1	1,00	500	20,16	89,73
Doğrulama deneyleri	1	1,00	500	20,68	86,87
	2	1,00	500	20,19	86,97
	3	1,00	500	21,79	86,56
			Ortalama	20,88	86,80
			Standart sapma	0,822	0,213
			Hata	3,631	3,273

3.1.3. Şeker pancarı posası ve aktif karbonun karakterizasyon analizleri

3.1.3.1. Şeker pancarı posası ve aktif karbonun elemental analiz, ön analiz ve BET analiz sonuçları

Şeker pancarı posasından 1:1 (ZnCl₂:şeker pancarı posası) kimyasal emdirme oranında 500 °C aktivasyon sıcaklığında elde edilen aktif karbonun ve şeker pancarı posasının nem, kül, uçucu madde, sabit karbon ve elemental analiz ile yüzey alanı belirlenmiş ve sonuçlar Tablo 3.10’da gösterilmiştir.

Tablo 3.10. Aktif karbon ve şeker pancarı posasına ait elemental, ön ve yüzey analiz sonuçları.

Özellikler	Şeker Pancarı Posası (kütlece %)	Aktif Karbon (kütlece %)
Analizler		
Ön Analiz		
Nem içeriği	9,77	2,49
Uçucu madde	84,98	23,99
Kül	5,05	2,34
Sabit karbon	9,97	70,67
Elemental Analiz		
Karbon	40,92	70,79
Hidrojen	6,53	2,51
Nitrojen	1,46	3,07
Sülfür	-	0,08
Oksijen	51,09	23,63
Yüzey Özellikleri		
BET yüzey alanı (m ² /g)	9,69	1045
Toplam gözenek hacmi (cm ³ /g)	0,02	0,534
Mikrogözenek hacmi (cm ³ /g)	0,004	0,395
Ortalama gözenek çapı (nm)	7,42	2,04

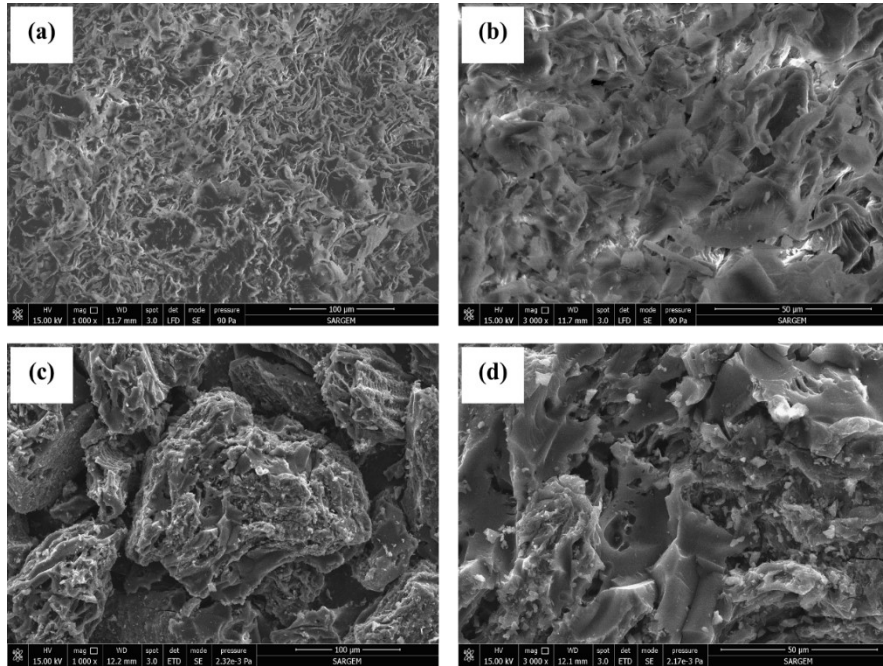
Şeker pancarı posasının yüksek uçucu madde, düşük kül ve nem içeriği ile yüksek karbon ve düşük kükürt içeriği, aktif karbon üretimi için uygun bir ham madde olduğunu göstermektedir (Akçakal ve ark., 2019; Saygılı ve Güzel, 2016). Literatürde yer alan çalışmalara göre, aktif karbon üretiminde kullanılan atıkların nem içeriği 2,95-9,45, uçucu madde içeriği 63,13-82,67, kül içeriği 0,45-11,79, sabit karbon içeriği 12,80-27,34 arasında değişmektedir (Açıkyıldız ve ark., 2014; Liou, 2010; Ozdemir ve ark., 2014; Pereira ve ark., 2014; Saygılı ve Güzel, 2016).

Elde edilen aktif karbondaki uçucu madde ve kül miktarı azalırken sabit karbon içeriğinin arttığı gözlemlenmiştir. Yüksek sıcaklıklarda yapılan aktivasyon işlemi sırasında karbon öncüsünden oksijen ve hidrojen gibi uçucu bileşiklerin ayrışması, aktif karbonun uçucu madde içeriğinde azalmaya neden olmakta ve geride daha kararlı ve karbon açısından zengin sabit karbon kalmaktadır (Arami-Niya ve ark., 2010; Üner ve ark., 2019). Ayrıca, aktif karbonun şeker pancarı posasına kıyasla daha düşük kül içeriğine sahip olduğu tespit edilmiştir. Aktivasyon işleminden sonra aktif karbonun HCl ile yıkanması, yapıdaki çinko bileşikleri ve diğer inorganik maddeleri uzaklaştırarak daha düşük kül içeriği elde edilmesini sağlamıştır (Ozdemir ve ark., 2014). Aktif karbonun yüksek kül içeriğine (<%10) sahip olması mevcut yüzey alanının ve adsorpsiyon kapasitesinin azalmasına neden olabilir (Kaya ve ark., 2018). Elemental analiz sonuçlarına göre, ham maddenin aktivasyon işlemi sırasında uçucu bileşiklerin ayrışmasıyla aktif karbondaki karbon içeriği artmıştır. Aktif karbonun adsorpsiyon kapasitesi için önemli bir özellik olan yüzey alanı, ham maddede 9,69 m²/g iken üretilen aktif karbondaki 1045 m²/g'a yükselmiştir. Elde edilen aktif karbonun toplam gözenek hacminin yaklaşık %74'ünün mikrogözeneklerden oluştuğu ve ortalama gözenek çapının 2,04 nm olduğu belirlenmiştir. ZnCl₂'nin aktif karbon üretiminde, karbon içeriğinin, yüzey alanının ve gözenek hacminin artırılması da dahil olmak üzere olumlu etkileri olduğu görülmüştür. Yüksek sıcaklıklarda ZnCl₂'nin dehidrasyon etkisi nedeniyle uçucu maddelerin salınması, karbon matrisinde gözeneklerin ve kanalların gelişmesine ve yüzey alanının artmasına neden olmaktadır (Angin, 2014; Dolas ve ark., 2011; Güzel ve ark., 2014; Meng ve Park, 2014). Bu yüzey özellikleri, farklı ham maddelerden elde edilen aktif karbonlarla karşılaştırıldığında, üretilen aktif karbonun adsorban olarak kullanım potansiyelinin yüksek olduğunu ortaya koymaktadır (Ghorbani ve ark., 2020; Li ve ark., 2016; Pereira

ve ark., 2014; Saygılı ve Güzel, 2016). Ayrıca şeker pancarı posasının aktif karbon üretiminde iyi bir ham madde olduğunu göstermektedir.

3.1.3.2. SEM analiz sonuçları

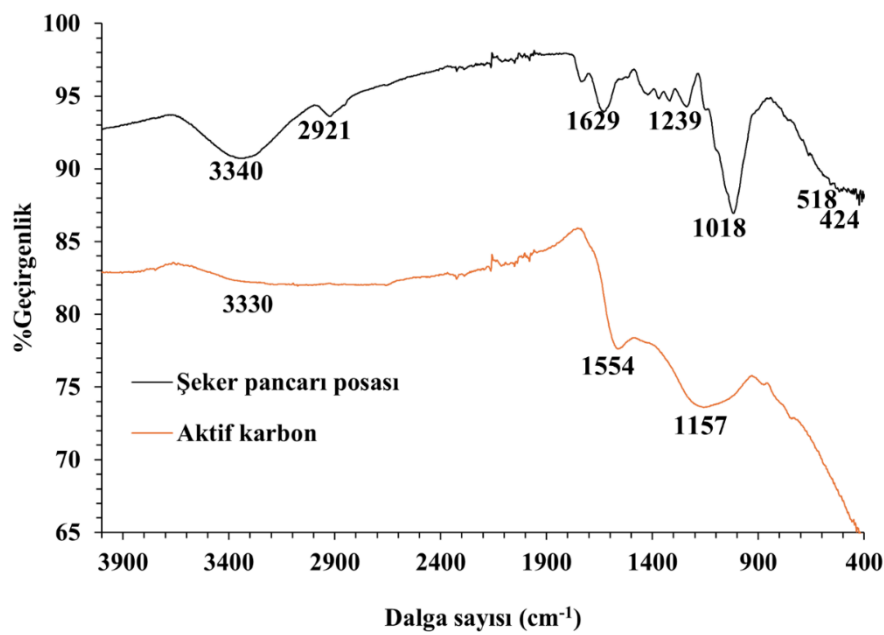
Şeker pancarı posası ve aktif karbonun yüzey morfolojisi ait SEM görüntüleri Şekil 3.4'te gösterilmiştir. Şeker pancarı posası ve aktif karbon arasında yüzey morfolojisi önemli farklılıklar göstermektedir. Şeker pancarı posasına ait SEM görüntülerinde, hemiselülozun karakteristik liflerini içeren düzensiz bölgeler içerdiği ve optimize edilmiş koşullar altında üretilen aktif karbona kıyasla daha az çatlak ve boşluk sahip olduğu gözlemlenmiştir. Ayrıca ham maddenin bir miktar gözenekliliğe sahip olduğu görülmektedir. Bu durum BET yüzey alanı ($9,69 \text{ m}^2/\text{g}$) sonuçlarıyla da desteklenmektedir. Şekil 3.4c ve 3.4d'de aktif karbonun gözenekli bir yapıya sahip olduğu görülmektedir. Bu gelişmiş gözenekler sayesinde, aktif karbonun BET yüzey alanı ($1045 \text{ m}^2/\text{g}$) ham maddeye göre önemli ölçüde daha yüksek değerde elde edilmiştir. ZnCl_2 'nin karbonizasyon sırasında buharlaşıp geride geniş alanlar bırakması, aktif karbonun yüzeyindeki gözeneklerin gelişimine yol açmıştır. Bu durum, ZnCl_2 'nin etkili bir aktive edici madde olarak işlev gördüğünü göstermektedir ve literatürdeki bulgularla uyumludur (Hussain ve ark., 2022; Kaya ve ark., 2018; Kumar ve Jena, 2017).



Şekil 3.4. a) ve b) Şeker pancarı posasına ait SEM görüntüleri (1000x ve 3000x), c) ve d) Aktif karbona ait SEM görüntüleri (1000x ve 3000x).

3.1.3.3. FTIR analiz sonuçları

Şeker pancarı posası ve aktif karbonun FTIR analizi sonuçları Şekil 3.4'te verilmiştir. Şeker pancarı posasına ait FTIR spektrumuna göre, 3340 cm^{-1} 'lik geniş pik, selüloz, lignin ve pektindeki alkollerin, fenollerin ve karboksilik asitlerin gerilmesinden kaynaklanan O-H titreşimlerine karşılık gelmektedir. 2921 cm^{-1} 'deki pik lignin polisakkaritlerindeki (örneğin hemiselüloz ve selüloz) C-H gerilme titreşimleridir. 1629 cm^{-1} 'deki pik, pektin ve hemiselülozun karboksil gruplarındaki C=O'nun gerilmesinden kaynaklanmaktadır (Ghorbani ve ark., 2020). 1200-900 cm^{-1} bölgesindeki pikler, şeker pancarı posasında bulunan selüloz, hemiselüloz, pektin gibi polisakkaritlerdeki glikosidik bağların C-O-C ve C-O gerilme titreşimleriyle ilişkilidir (Harifi-Mood ve Hadavand-Mirzaie, 2015). Literatürde de benzer sonuçlar elde edilmiştir (Ghorbani ve ark., 2020; Harifi-Mood ve Hadavand-Mirzaie, 2015; Nuhanović ve ark., 2021). Aktivasyon işlemi ile fonksiyonel grupları temsil eden titreşimlerin azaldığı ya da yok olduğu görülmektedir. Aktif karbona ait FTIR spektrumunda -OH gerilme titreşimleri azalmıştır. 1554 ile 1157 cm^{-1} 'de gözlenen pikler C-O ve C=C varlığını göstermektedir (Angin, 2014; Angin ve ark., 2013). Bu bantlar, şeker pancarı posasında daha iyi gözlenmektedir. Ham madde de 1018,16 cm^{-1} civarında olan C-O gerilmesi aktivasyon sıcaklığının etkisi ile aktif karbondaki şiddetinin azaldığı gözlenmiştir.

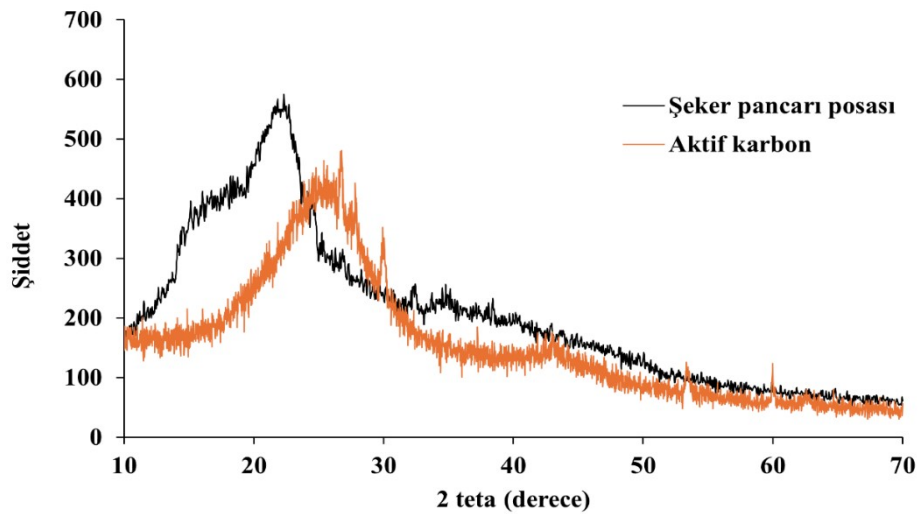


Şekil 3.5. Şeker pancarı posasının ve aktif karbonun FTIR spektrumları.

Aktivasyon sürecinin, şeker pancarı posasının kimyasal bileşimini ve yapısal özelliklerini önemli ölçüde değiştirdiği görülmektedir. -OH ve C-O gerilme titreşimlerindeki azalma, oksijen içeren fonksiyonel grupların uzaklaştırıldığını veya değiştirildiğini göstererek, artan karbon içeriğine katkıda bulunmaktadır.

3.1.3.4. XRD analiz sonuçları

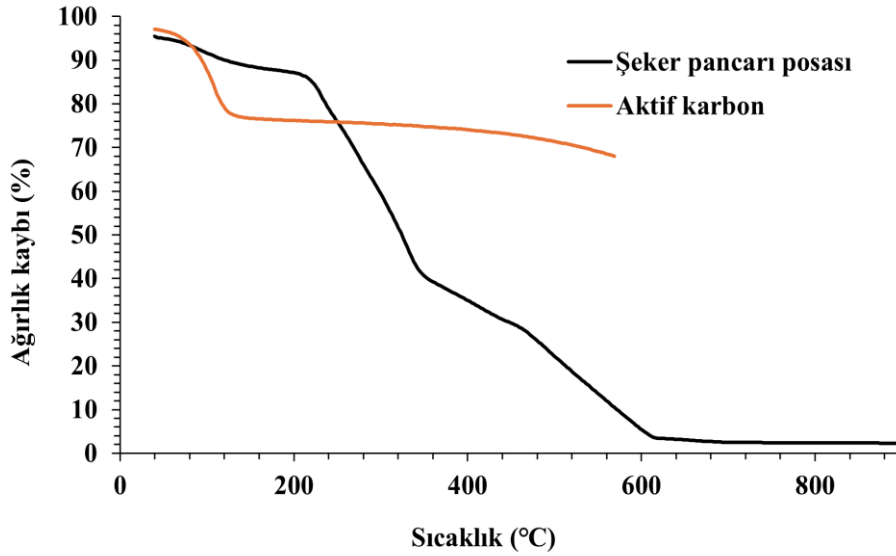
Şekil 3.6’da şeker pancarı posası ve aktif karbona ait XRD sonuçları verilmiştir. XRD yöntemi, bir numunenin amorf ve/veya kristalin yapıda olup olmadığını belirlemeye yardımcı olmaktadır. Ayrıca, bu yöntemle yapıdaki inorganik bileşikler hakkında bilgiler elde edilmektedir (Altıntig ve Kirkil, 2016; Angin ve Sarikulce, 2017). Şeker pancarı posasına ait spekturumda $2\theta=22,32^\circ$ ve $2\theta=32,44^\circ$ zayıf difraksiyon pikleri gözlemlenmiştir. Bu zayıf pikler, şeker pancarı posasının amorf bir yapıya sahip olduğunu göstermektedir. Şeker pancarı posasının yapısındaki çeşitli organik safsızlıklar ve uçucu maddeler, belirgin bir kristal yapı sergilememesine neden olmuş olabilir (Angin ve Sarikulce, 2017). Aktif karbona ait sonuçlar incelendiğinde $2\theta=26,76^\circ$ ve $2\theta=29,94^\circ$ ’de zayıf piklere sahip olduğu görülmüştür. Bu zayıf pikler, aktif karbondaki belirgin bir kristal yapı olmadığını ve amorf bir yapıya sahip olduğunu göstermektedir. $ZnCl_2$ ile yapılan emdirme ve aktivasyon işlemleri sonrasında, karakteristik bir pik gözlemlenememiştir. Bu durum, işlemlerin şeker pancarı posasında belirgin bir kristal yapının oluşumuna yol açmadığını ve $ZnCl_2$ tarafından indüklenen yapısal değişikliklerin önemli bir kristalleşmeye neden olmadığını ortaya koymaktadır (Altıntig ve Kirkil, 2016). Literatürde benzer sonuçlar elde edilmiştir (Ghorbani ve ark., 2020; Önal ve ark., 2007; Rangabhashiyam ve Selvaraju, 2015).



Şekil 3.6. Şeker pancarı posası ve aktif karbonun XRD spektrumları.

3.1.3.5. TG analiz sonuçları

Numunelerin termal stabilitelerini değerlendirmek için yapılan TG analizi, sıcaklık değişimine karşı bir katı maddenin fiziksel ve kimyasal reaksiyonlar sonucunda özelliklerindeki değişimler ölçülmekte ve analizi yapılacak malzemenin sıcaklık artışına karşı TG eğrisi elde edilmektedir. TG eğrileri, incelenecek numunenin ağırlık kaybına uğrayıp uğramadığını ve bu kaybın miktarını göstermektedir. Şeker pancarı posası ve aktif karbona ait TG termogramları Şekil 3.7’de gösterilmiştir.



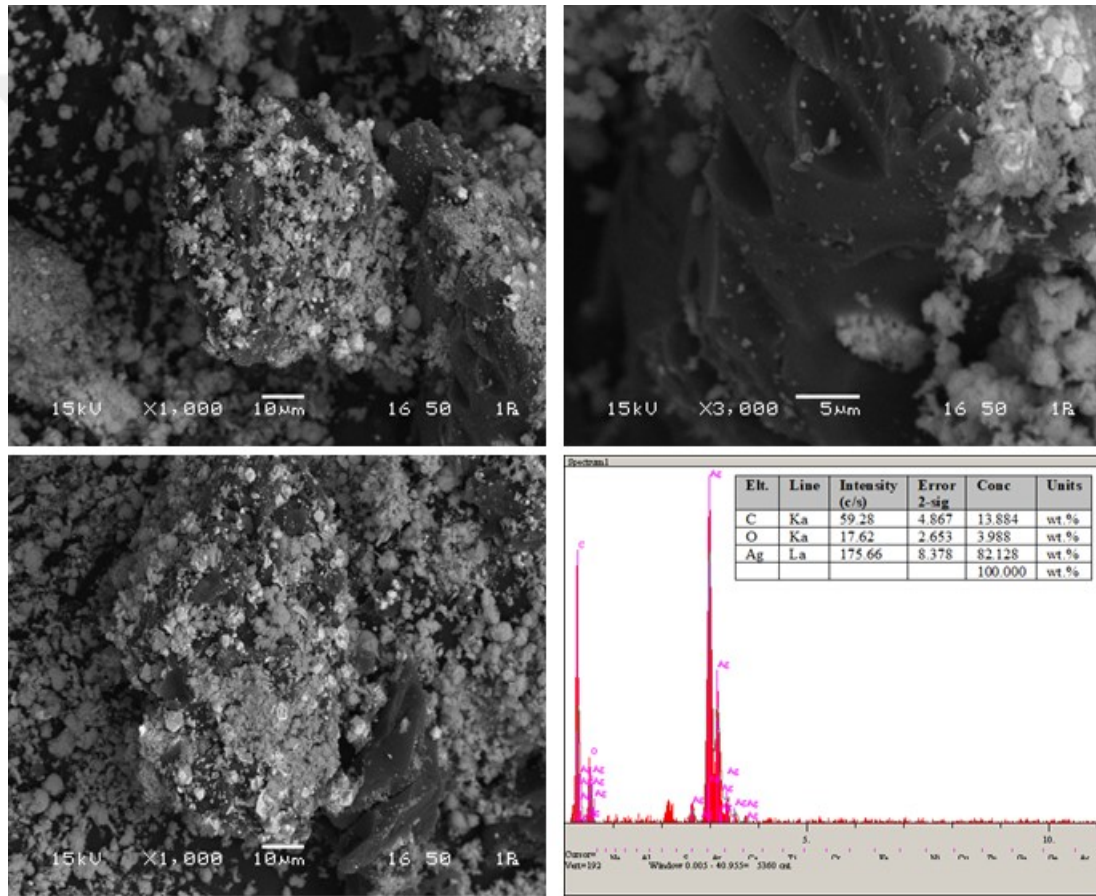
Şekil 3.7. Şeker pancarı posası ve aktif karbona ait TG eğrileri.

TG eğrisinden, şeker pancarı posasının termal bozunmasının üç aşamada gerçekleştiği anlaşılmaktadır. İlk aşamada, 40-228 °C sıcaklık aralığında, serbest nemin buharlaşması sonucu %12,44 oranında bir ağırlık kaybı gerçekleşmiştir. İkinci aşamada, 228-650 °C aralığında, hemiselüloz, selüloz ve ligninin parçalanmasıyla %79,93 oranında en yüksek ağırlık kaybı yaşanmıştır (Ozdemir ve ark., 2014; Şahin ve ark., 2015; Saygılı ve Güzel, 2016). Üçüncü aşamada, 650 °C’nin üzerinde, önemli bir ağırlık kaybı (%0,74) gözlenmemiştir. Bu aşamalar göz önüne alındığında, şeker pancarı posasının aktif karbon üretimi, özellikle düşük sıcaklıkta aktivasyon yöntemleri için umut verici bir ham madde olduğu sonucuna varılabilir. İkinci aşamadaki önemli ağırlık kaybı, kimyasal bir ajan ile emdirme işlemi olmadan yüksek piroliz sıcaklıklarının genel verimi azaltabileceğini göstermektedir. TG eğrisine göre, aktif karbonun sıcaklık değişiminden daha az etkilendiği ve toplamda %29,04 oranında ağırlık kaybettiği görülmektedir. Bu kaybın %19,71’lik kısmı, sıcaklığın 131 °C’ye yükseltilmesiyle oluşan nem kaybindan kaynaklanmıştır. Bu sonuç, şeker

pancarı posasından üretilen aktif karbonun iyi bir termal stabilite sergilediğini göstermektedir.

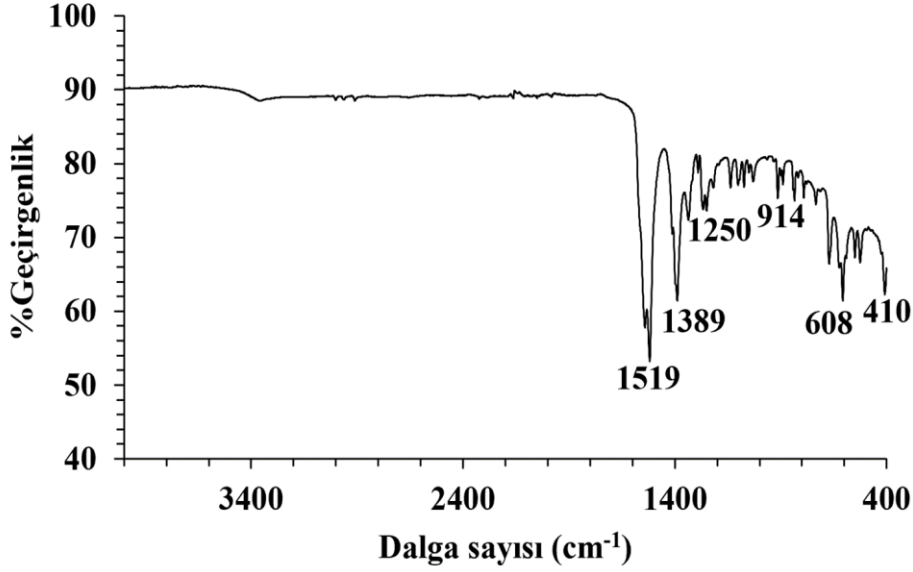
3.1.4. AK-Ag kompozit yapının karakterizasyon analizleri

Şekil 3.8’de AK-Ag kompozit yapıya ait SEM ve EDS görüntüleri gösterilmektedir. SEM görüntülerinde, gümüş parçacıklarının aktif karbonun yüzeyinde dağıldığı açıkça görülmektedir. Aktif karbonun gözenekli yapısı ve yüksek yüzey alanı, gümüşün yüzeye yüksek oranda bağlanmasını sağlamıştır. Bu sonuçlar, literatürdeki çalışmalarla uyumludur (Acevedo ve ark., 2014; Pei ve ark., 2013; Sen ve Mondal, 2021).



Şekil 3.8. AK-Ag kompozit yapısına ait SEM (x1000 ve x3000) ve EDS görüntüleri.

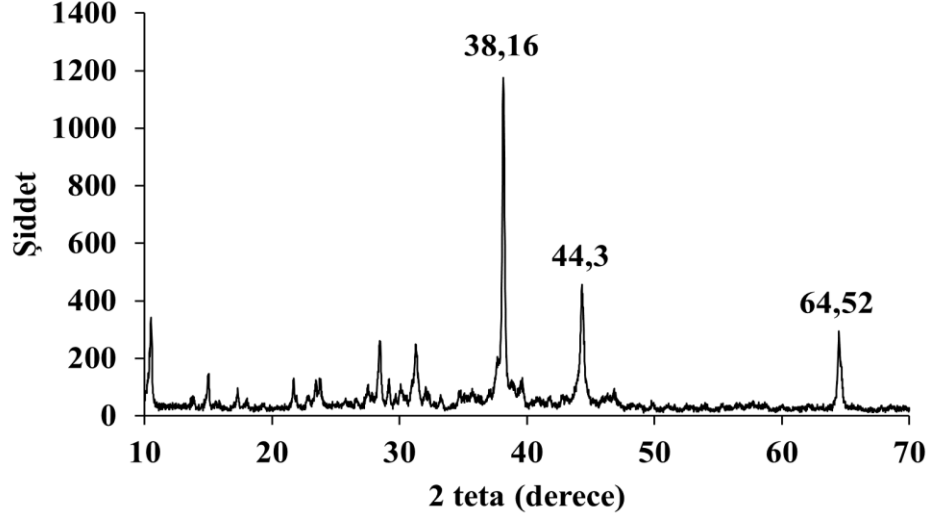
AK-Ag kompozit yapısına ait FTIR spektrumu Şekil 3.9’da verilmiştir. 1519 cm^{-1} ’deki pik, aromatik halkaların C=C grubunu temsil etmektedir (Trinh ve ark., 2020). 1389 ve 1250 cm^{-1} ’deki belirgin pikler ise sırasıyla C-OH ve C-O gruplarını göstermektedir (Panneerselvam ve ark., 2022). Ayrıca, $900\text{-}600\text{ cm}^{-1}$ aralığındaki bantlar Ag-O titreşimlerini işaret etmektedir (Sudhakar ve Soni, 2018).



Şekil 3.9. AK-Ag kompozit yapısına ait FT-IR spektrumu.

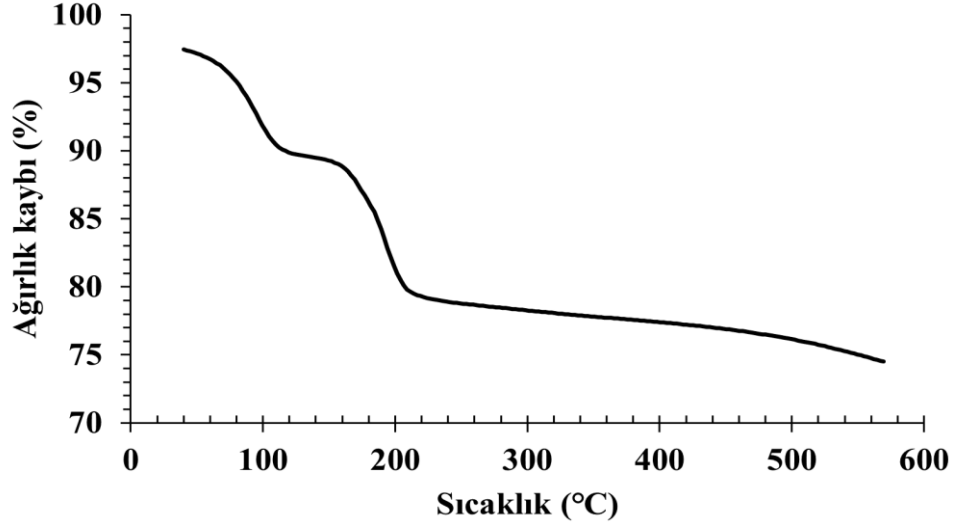
FTIR analizi, aktif karbona gümüş eklenmesinin, aromatik yapılara, oksijenli fonksiyonel gruplara ve gümüş-oksijen etkileşimlerine sahip bir kompozit malzemenin oluşumuna yol açtığını ortaya koymaktadır. AK-Ag kompoziti saf aktif karbonla karşılaştırıldığında yeni tepe noktaları ve bantların ortaya çıkması, gümüş ilavesinin malzemenin kimyasal yapısını ve yüzey işlevselliklerini değiştirdiğini göstermektedir.

Şekil 3.10'da AK-Ag kompozit yapının XRD spektrumu gösterilmektedir. Şeker pancarı posası ve aktif karbon örneklerinde herhangi bir karakteristik pik gözlenmezken, kompozit yapıda gümüş varlığını destekleyen 38°, 44°, 64° seviyelerinde belirgin karakteristik pikler ortaya çıkmıştır (Liu ve ark., 2015; Sen ve Mondal, 2021; Zhang ve ark., 2021). Şeker pancarı posası ve aktif karbonun amorf yapıya sahipken, aktif karbona gümüş ilave edildiğinde kristal yapı oluşturduğu görülmektedir. Bu sonuçlar, SEM ve FTIR bulgularını da doğrulamaktadır. Benzer sonuçlar literatürde de rapor edilmiştir (Altıntig ve Kirkil, 2016; Galaburda ve ark., 2023; Van ve ark., 2018).



Şekil 3.10. AK-Ag kompozit yapısına ait XRD spektrumu.

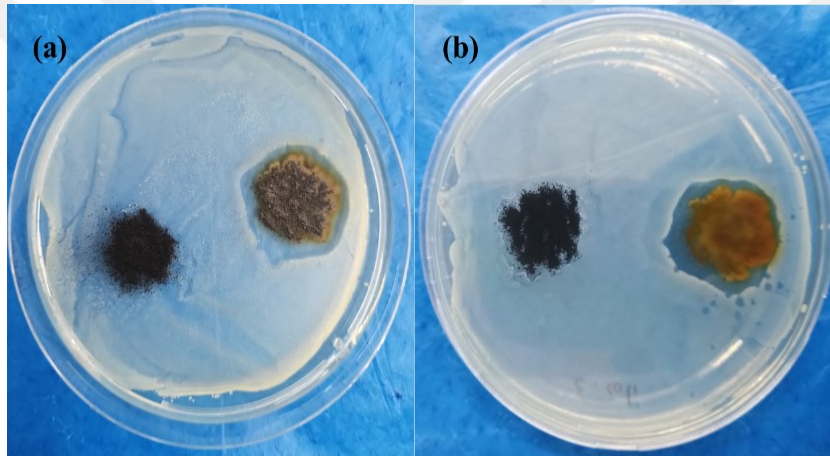
AK-Ag kompozit yapıya ait TG eğrisinde (Şekil 3.11), toplamda %22,98 oranında ağırlık kaybı görülmektedir. Bu kaybın %7,66'lık kısmı, sıcaklığın 122 °C'ye yükseltilmesiyle oluşan nem kaybından kaynaklanmıştır. 200 °C'den sonraki %15,32 oranındaki ağırlık kaybı ise kompozit yapının ısıl bozunmasına atfedilebilir. Bu bulgular, kompozit malzemenin termal stabilitesini yansıtmaktadır (Fetouh ve ark., 2022; Jain ve ark., 2022).



Şekil 3.11. AK-Ag kompozite ait TG eğrisi.

3.1.4.1. AK-Ag kompozit yapının antimikrobiyal analiz sonuçları

Şekil 3.12’de görüldüğü gibi AK-Ag partiküllerinin *E. coli* ve *S. aureus*’a karşı antimikrobiyal etki gösterdiği, gümüş içermeyen aktif karbon örneklerinin ise antimikrobiyal etki göstermediği görülmüştür. Gümüş partiküllerin antibakteriyel etkisini açıklamak için önerilen birkaç mekanizma vardır. Ag partiküllerinin bakteri yüzeyine yapışması membran geçirgenliğini değiştirebilir veya bakteri hücresinin içine yayılarak DNA hasarına neden olabilir (Acevedo ve ark., 2014). Başka bir mekanizma ise, protein ve DNA ile etkileşime girme kabiliyetine sahip gümüş iyonlarının (Ag^+) çözünmesi şeklindedir (Shameli ve ark., 2010). Elde edilen sonuca göre şeker pancarı posasından elde edilen aktif karbona gümüş eklenmesiyle antimikrobiyal özellik kazandırılmıştır.



Şekil 3.12. AK ve AK-Ag partiküllerine ait antimikrobiyel sonuçlar, (a) *S. aureus*, (b) *E. coli*.

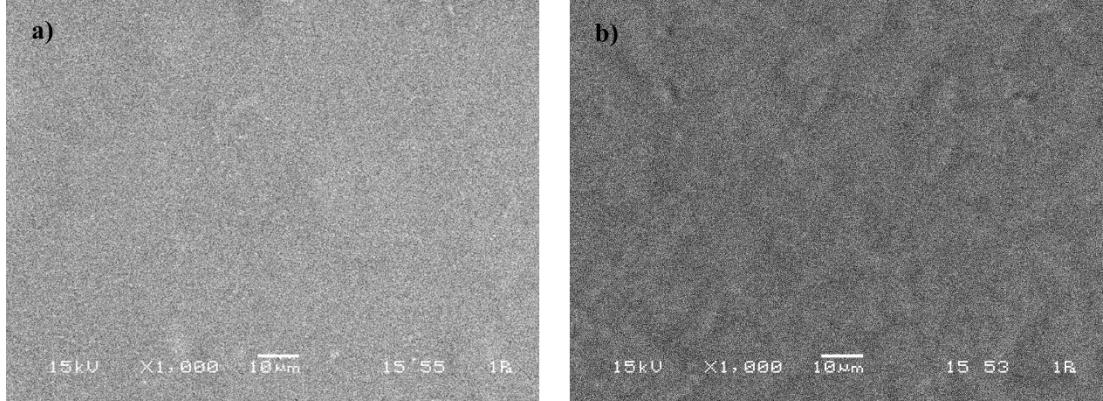
3.2. PLA Filmlerinin Karakterizasyonu

3.2.1. Yapısal özellikleri

3.2.1.1. SEM analiz sonuçları

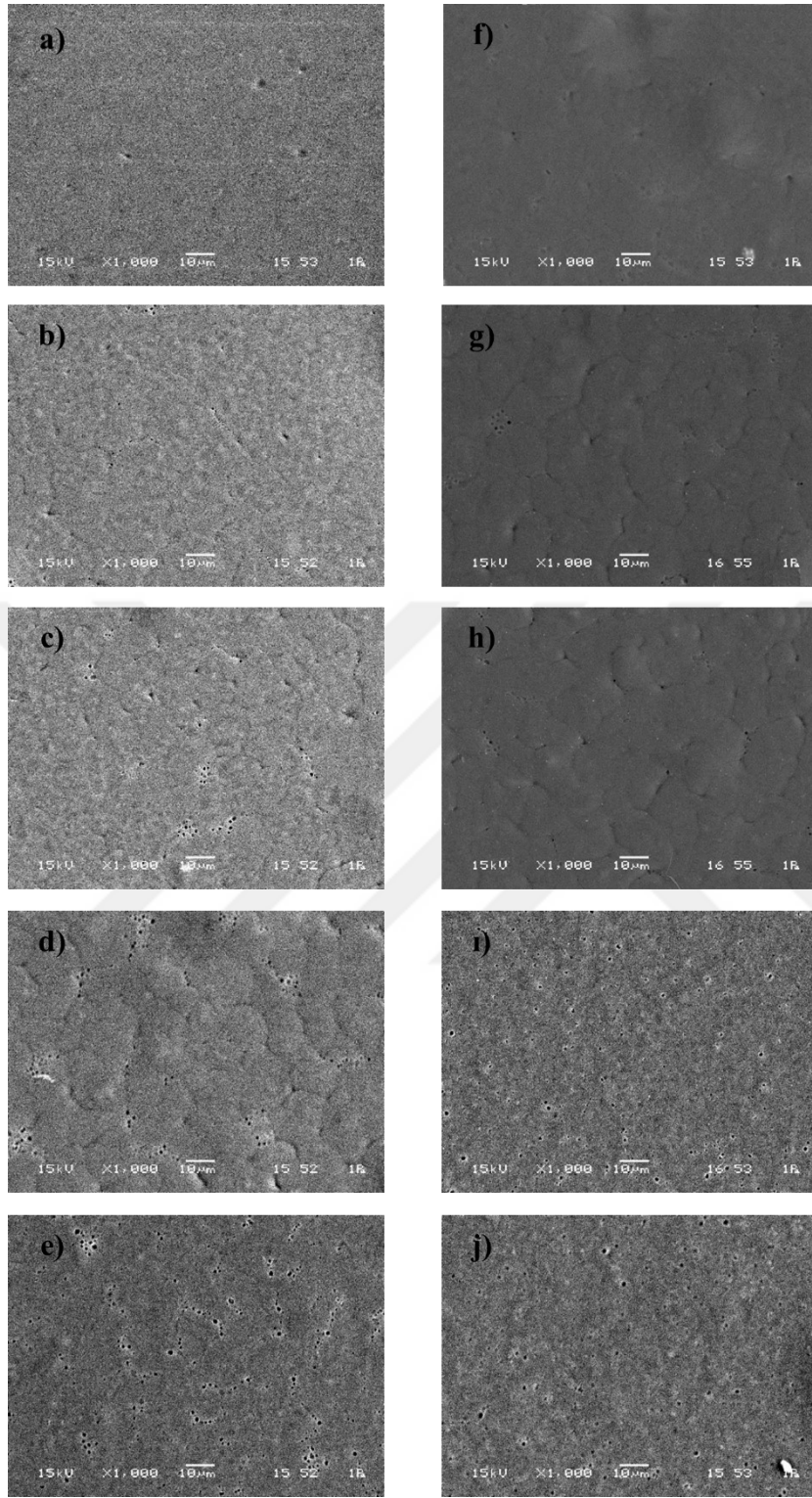
Üretilen PLA filmleri kırılğan bir yapıya ve şeffaf bir görünüme sahipken, %10 oranında PEG 400 eklenmiş PLA filmleri daha esnek ve opak bir görünüme sahipti (Şekil 3.13). Saf PLA, PLA/%10PEG, AK ve AK-Ag katkılı filmlerin SEM görüntüleri Şekil 3.13 ve 3.14’te verilmiştir. Şekil 3.13’teki SEM görüntülerinde, PLA’nın pürüzsüz bir yüzeye sahip olduğu, %10 oranında PEG içeren filmin ise pürüzlülük gösterdiği görülmüştür. Literatürde benzer sonuçlara rastlanmıştır (Li ve ark., 2016; Swaroop ve Shukla, 2018). Ayrıca, PLA filminin şeffaf görünümü

nedeniyle SEM görüntüsü parlak elde edilirken, PEG ilavesi yapılan filmde şeffaflık kaybı gözlemlendiği için SEM görüntüsü daha koyu elde edilmiştir.



Şekil 3.13. Çözücü döküm yöntemiyle hazırlanan PLA (a) ve PLA/%10PEG (b) filmlerinin 1000x büyütme oranında SEM görüntüleri.

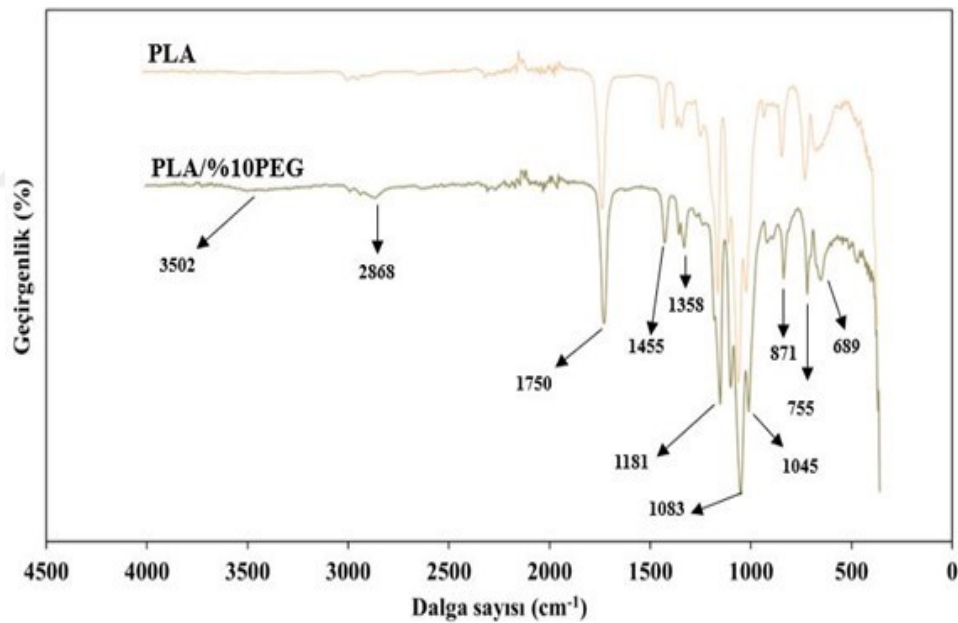
Şekil 3.14’te AK içeren filmlerin SEM görüntüleri incelendiğinde AK miktarı %1’den %10’a arttıkça, parçacıklar PLA matrisi boyunca eşit şekilde dağılmak yerine bir arada kümelenme eğilimi göstermiştir. Bu topaklanma yüksek yüzey alanından ve AK parçacıkları arasındaki güçlü moleküller arası kuvvetlerden kaynaklanıyor olabilir. SEM görüntülerinde patika benzeri yolların oluştuğu gözlemlenmiştir. Bu durum, AK parçacıklarının PLA matrisi içinde kanallar veya boşluklar oluşturduğunu göstermektedir. Bunun nedeni, hidrofobik PLA ile hidrofilik AK parçacıkları arasındaki zayıf uyumluluğun bu yol benzeri yapıların oluşumuna yol açması olabilir (Li ve ark., 2018; Sun ve ark., 2019; Yang ve ark., 2018). AK-Ag içeren filmlerin SEM görüntüleri incelendiğinde, AK katkılı filmlere göre daha iyi dağılım gözlemlenmiştir. PLA matrislerinde AK-Ag kompozitlerinin daha iyi dağılımı, bu kompozit bileşenlerin sinerjik etkilerine atfedilebilir. Antimikrobiyal özelliklere sahip gümüş, aktif karbonun yüzey özelliklerini değiştirerek PLA ile uyumluluğunu artırabilir (Akindoyo ve ark., 2017). Bölüm 3.1.4’te yer alan AK-Ag kompozit yapıya ait FTIR spektrumunda aktif karbona gümüş ilavesinin malzemenin kimyasal yapısını ve yüzey işlevselliğini değiştirdiği görülmüştür. Gümüşün eklenmesi, aktif karbonun yüzey enerjisini değiştirerek PLA matrisiyle etkileşimini artırmış ve daha homojen bir dağılım sağlamış olabilir (Alam ve ark., 2020).



Şekil 3.14. Farklı oranlarda AK ve AK-Ag içeren PLA/%10PEG filmlerinin SEM görüntüleri: a) %1AK, b) %3AK, c) %5AK, d) %7AK, e) %10AK, f) %1AK-Ag, g) %3AK-Ag, h) %5AK-Ag, ı) %7AK-Ag, j) %10AK-Ag.

3.2.1.2. FTIR analiz sonuçları

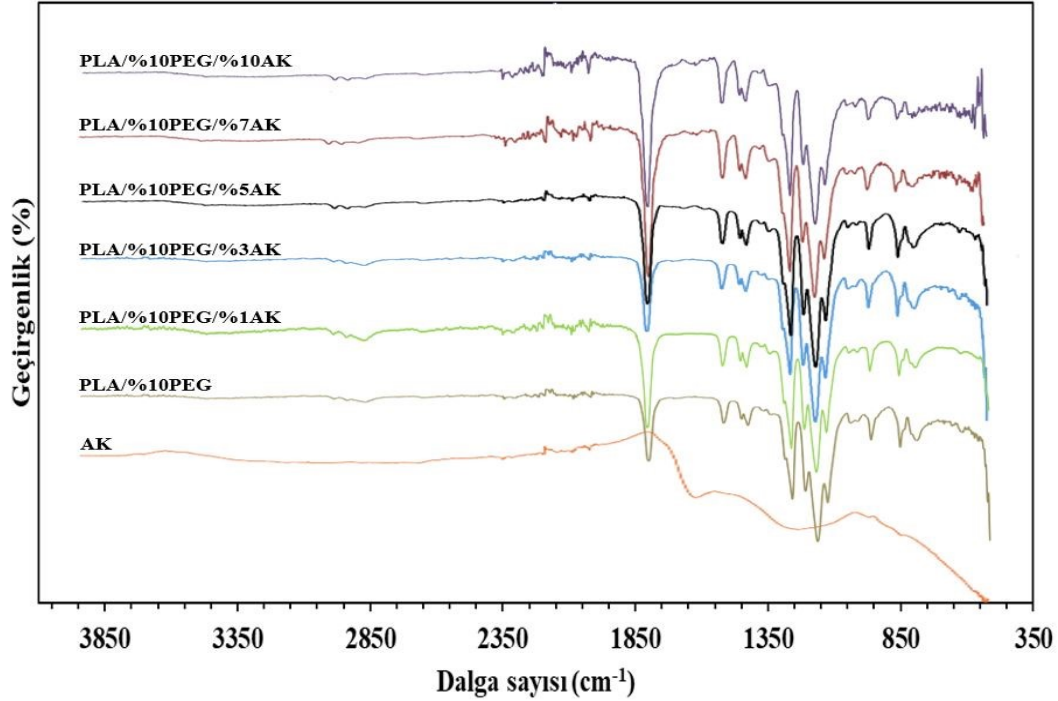
Şekil 3.15'te saf PLA ve PLA/%10PEG filmlerine ait FTIR spektrumları verilmiştir. Her iki filmde de neredeyse aynı adsorpsiyon bantları gözlemlenmiştir. Karbonil grupları (C=O) nedeniyle 1750 cm^{-1} 'de ve C-O-C gruplarına atfedilen $1181, 1083\text{ cm}^{-1}$ 'de güçlü, keskin pikler ortaya çıkmıştır (Arfat ve ark., 2018). 1045 cm^{-1} 'deki karakteristik pik, PLA'nın C-O bağına atfedilmiştir. 1455 ve 1358 cm^{-1} 'de asimetrik ve simetrik $-\text{CH}_3$ deformasyon titreşimleri görülmüştür (Ahmed ve ark., 2016). 871 ve 755 cm^{-1} ile 687 cm^{-1} sırasıyla C-COO ve C=O gerilme titreşimleri fark edilmiştir (Grabska-Zielińska ve ark., 2021). PLA filmine plastikleştirici eklenmesiyle, 2868 cm^{-1} 'de görülen karakteristik pik PEG'in $-\text{CH}_2$ fonksiyonel grubunun gerilme titreşimlerine atfedilmiştir (Arfat ve ark., 2018). Ayrıca, 3500 cm^{-1} 'de çok küçük bir hidroksil bandı gözlemlenmiştir. FTIR spektrumu, PLA ve PLA/%10PEG filmlerinin benzer kimyasal bileşimlere sahip olduğunu ve PEG'in karakteristik metilen ve hidroksil gruplarını içerdiğini göstermektedir.



Şekil 3.15. PLA ve PLA/%10PEG filmlerine ait FTIR spektrumları.

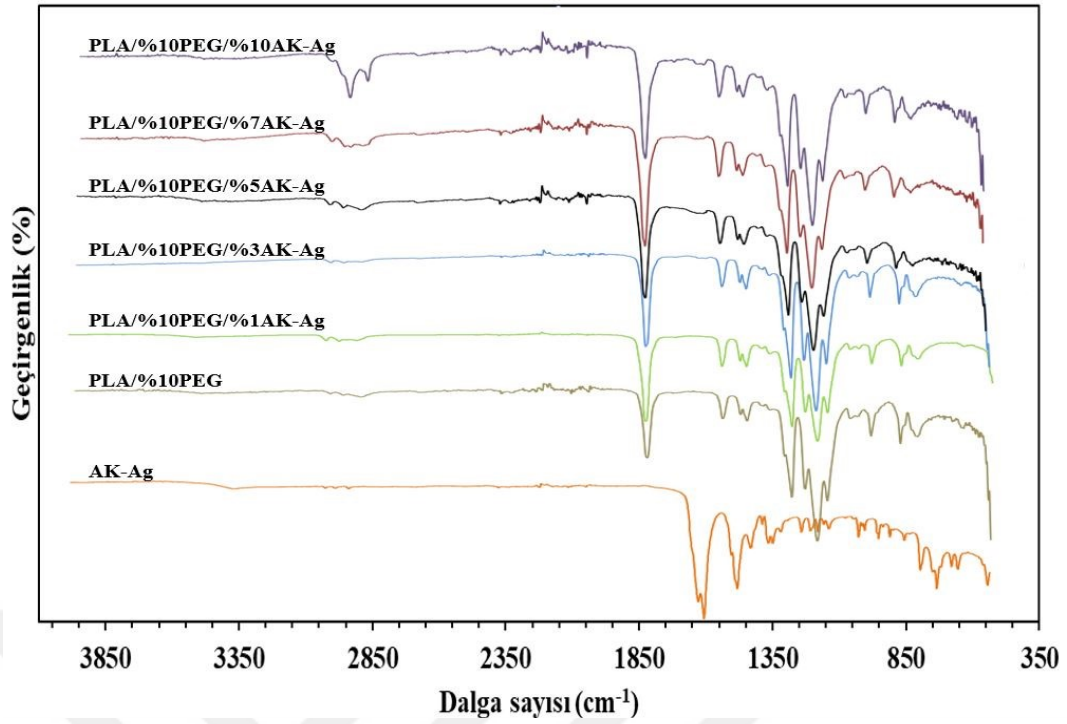
Şekil 3.16'da, AK katkılı PLA/%10PEG filmlerinin FTIR sonuçları verilmiştir. Tüm kompozit filmlerin, PLA/%10PEG ile aynı karakteristik pikleri sergilediği ve aktif karbon miktarı arttıkça $680-400\text{ cm}^{-1}$ aralığında pik sayısının arttığı görülmüştür. Bu pikler, aromatik halka yapılarındaki C-H bağlarının bükülme titreşimleri ve C-C bağlarının gerilme titreşimleri ile ilişkilidir (Bajwa ve ark., 2019; Qian ve ark., 2016). $2320-1830\text{ cm}^{-1}$ aralığında da pik sayısında artış gözlemlenmiştir. Bu aralıklar,

karboksilik asitlerdeki C=O gerilme titreşimleri, esterlerdeki C=O gerilme titreşimleri ve alkenlerdeki C=C gerilme titreşimlerine karşılık gelmektedir (Darie-Nițu ve ark., 2016). Piklerdeki artış, aktif karbon ile PLA/%10PEG matrisi arasında daha güçlü bir etkileşime işaret etmektedir.



Şekil 3.16. AK katkılı PLA/%10PEG filmlerine ait FTIR spektrumları.

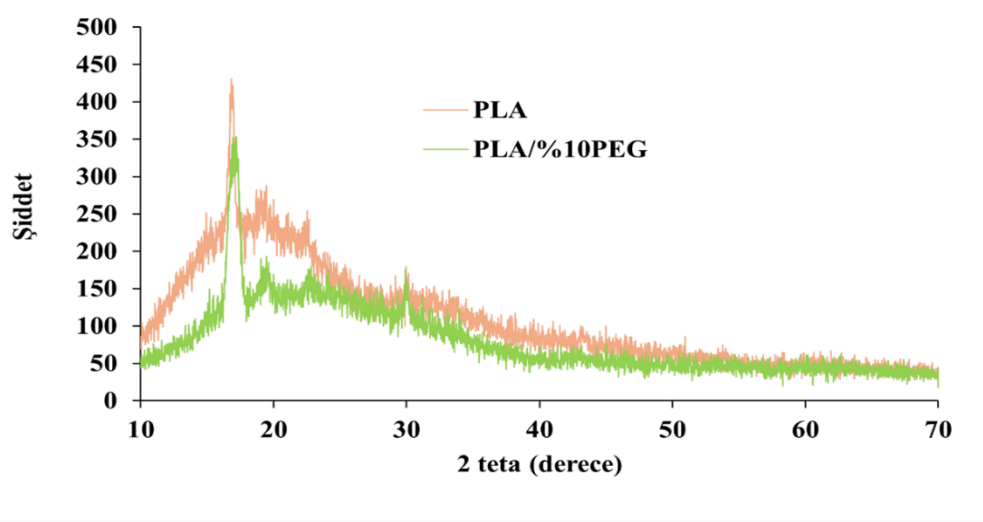
Şekil 3.17'deki AK-Ag katkılı filmlerde de benzer pikler gözlemlenmiş olsa da, AK-Ag'nin fonksiyonel grupları belirgin bir şekilde tespit edilememiştir. Bu durum, AK-Ag'nin PLA matrisi içinde iyi bir şekilde dağılmış olabileceğini ve bu nedenle bireysel FTIR özelliklerini maskeliyor olabileceğini düşündürmektedir. PLA filmlerinde AK-Ag kompozitine özgü belirgin FTIR özelliklerinin bulunmaması, iyileştirilmiş dağılımı gösteren SEM sonuçlarıyla uyumludur. FTIR sonuçları, kompozitin PLA matrisi içinde iyi entegre olduğunu ve bu entegrasyonun belirli kompozit özelliklerini maskeleyerek SEM görüntülerinde görüldüğü gibi daha homojen bir dağılım sağladığını göstermektedir.



Şekil 3.17. AK-Ag katkılı PLA/%10PEG filmlerine ait FTIR spektrumları.

3.2.1.3. XRD analiz sonuçları

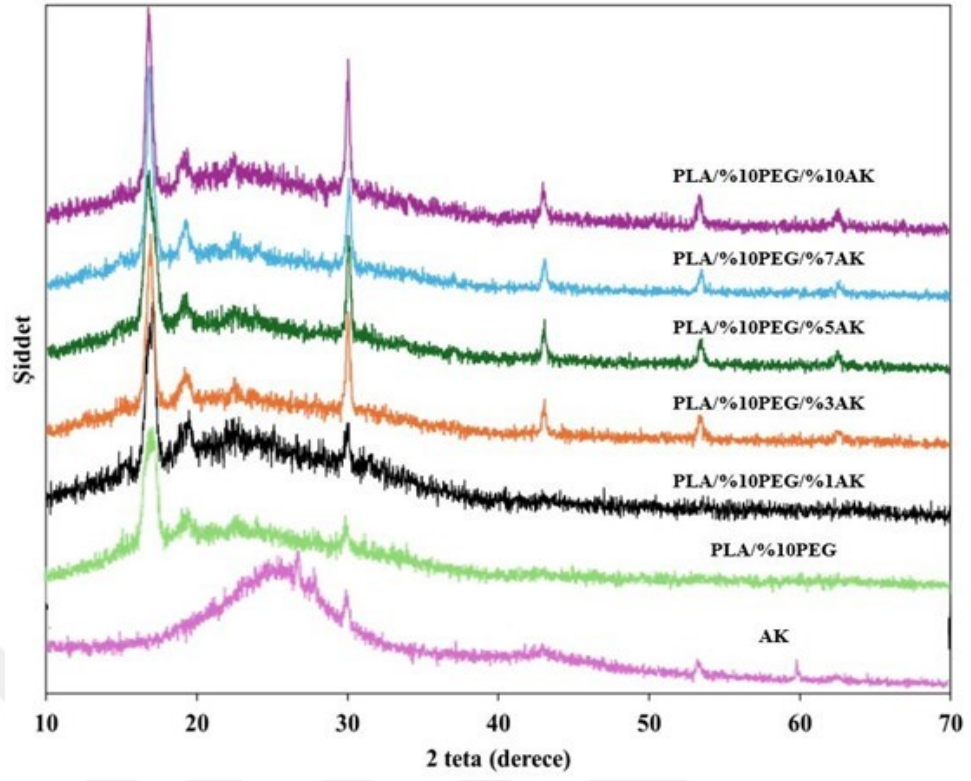
Şekil 3.18’de saf PLA ve PLA/%10PEG filmlerinin XRD analiz sonuçları verilmiştir. PLA için $2\theta=16,9^\circ$, $19,32^\circ$, $22,5^\circ$ ve $29,96^\circ$ değerlerinde pikler gözlemlenmiştir. Bu değerlerden $2\theta=16,9^\circ$ ’deki kırınım zirvesi, PLA’nın yarı kristal yapısını göstermekte olup literatürde bildirildiği gibi saf PLA’yı temsil etmektedir (Chaubey ve ark., 2021; Choi ve ark., 2013; Li ve ark., 2015). PLA/%10 PEG karışımında pikler $2\theta=17,16^\circ$, $19,46^\circ$, $22,78^\circ$ ve $29,92^\circ$ ’ye kaymıştır ve bu, PEG’in plastikleştirici olarak dahil edilmesinden dolayı kafes parametrelerinde meydana gelen küçük değişiklikleri yansıtmaktadır (Bhiogade ve ark., 2020). Bununla birlikte, yeni kırınım piklerinin yokluğu, PEG’in ayrı bir kristal faz oluşturmadığını, bunun yerine PLA ile mevcut kristal yapısını bozmadan etkileşime girdiğini göstermektedir (Bhiogade ve Kannan, 2021). Literatürde de benzer sonuçlara rastlanmıştır (Bhiogade ve Kannan, 2021; Yuniarto ve ark., 2017).



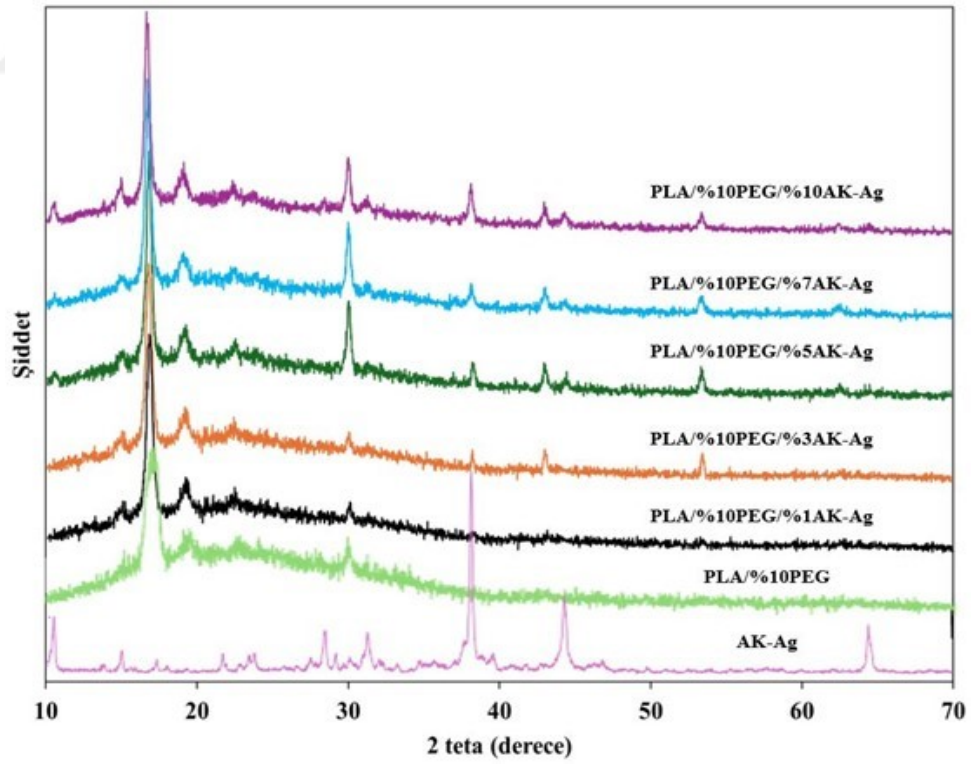
Şekil 3.18. PLA ve PLA/%10PEG filmlerine ait XRD spektrumları.

Şekil 3.19’da, AK katkılı PLA/%10PEG filmlerinin XRD sonuçları gösterilmiştir. Tüm kompozit filmlerde, PLA/%10PEG’in kristal yapısına karşılık gelen pik konumlarının değişmediği görülmüştür. Bu, AK eklenmesine rağmen PLA yapısının bozulmadan kaldığını ve kristal yapısının değişmediğini göstermektedir. Ayrıca, %3 ve üzeri AK eklenmiş filmlerde, AK yapısına denk gelen pik noktalarının ortaya çıktığı ve AK varlığını doğruladığı görülmektedir. %1 AK ilaveli filmde, polimer kompozite kıyasla AK oranının düşük olması nedeniyle AK yapısına denk gelen FTIR piklerinin belirginleşmesi yetersiz kalmıştır. Benzer sonuçlar literatürde de rapor edilmiştir (Bhiogade ve ark., 2020; Wang ve ark., 2019).

Şekil 3.20’de AK-Ag katkılı PLA/%10PEG filmlerinin XRD sonuçları gösterilmiştir. Tüm kompozit filmlerde, PLA/%10PEG’in kristal yapısına karşılık gelen pik konumlarının değişmediği görülmüştür. %3 ve üzeri AK-Ag eklenmiş kompozit filmlerde, yaklaşık 38°, 44° ve 64° değerlerinde gümüş varlığını gösteren pikler gözlemlenmiştir (Liu ve ark., 2017; Shankar ve ark., 2018). %1 AK-Ag katkılı filmde, polimer kompozite kıyasla AK-Ag oranının düşük olması nedeniyle AK-Ag kompozit yapısına denk gelen FTIR piklerinin belirginleşmesi yetersiz kalmıştır.



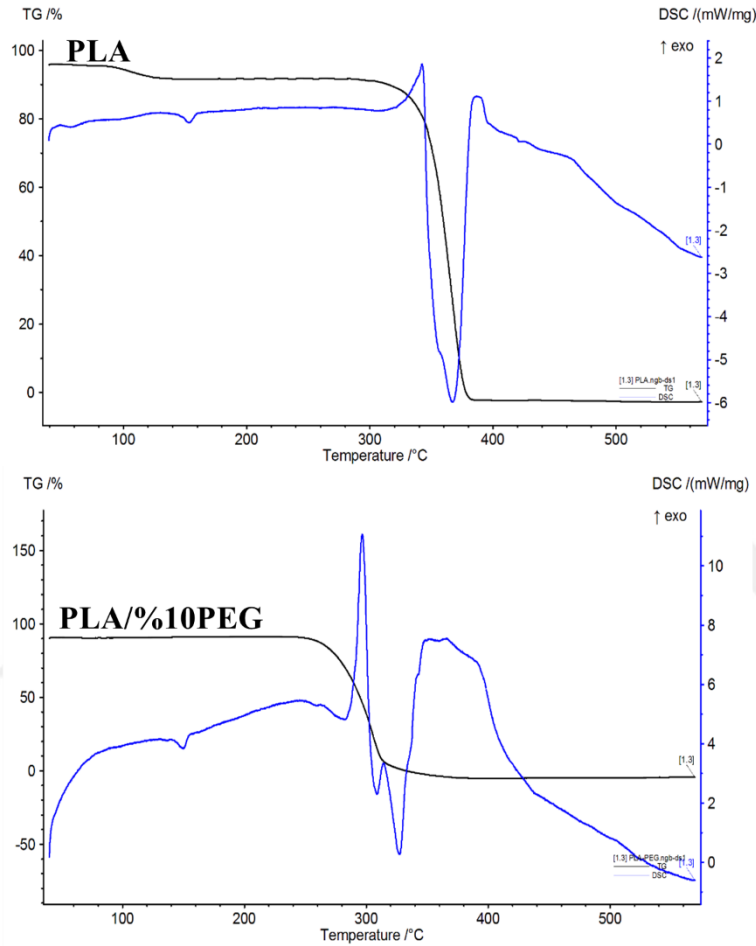
Şekil 3.19. AK katkılı PLA/%10PEG filmlerine ait XRD spektrumları.



Şekil 3.20. AK-Ag katkılı PLA/%10PEG filmlerine ait XRD spektrumları.

3.2.1.4. TG ve DSC analiz sonuçları

TG ve DSC termal analizler, gıda kalitesini ve güvenliğini korumak için çok önemli olan ambalaj malzemelerinin termal özellikleri ve stabilitesi hakkında bilgi sağlamaktadır. Şekil 3.21’de saf PLA ve PLA/%10PEG filmlerinin TG/DSC analiz sonuçları gösterilmiştir.

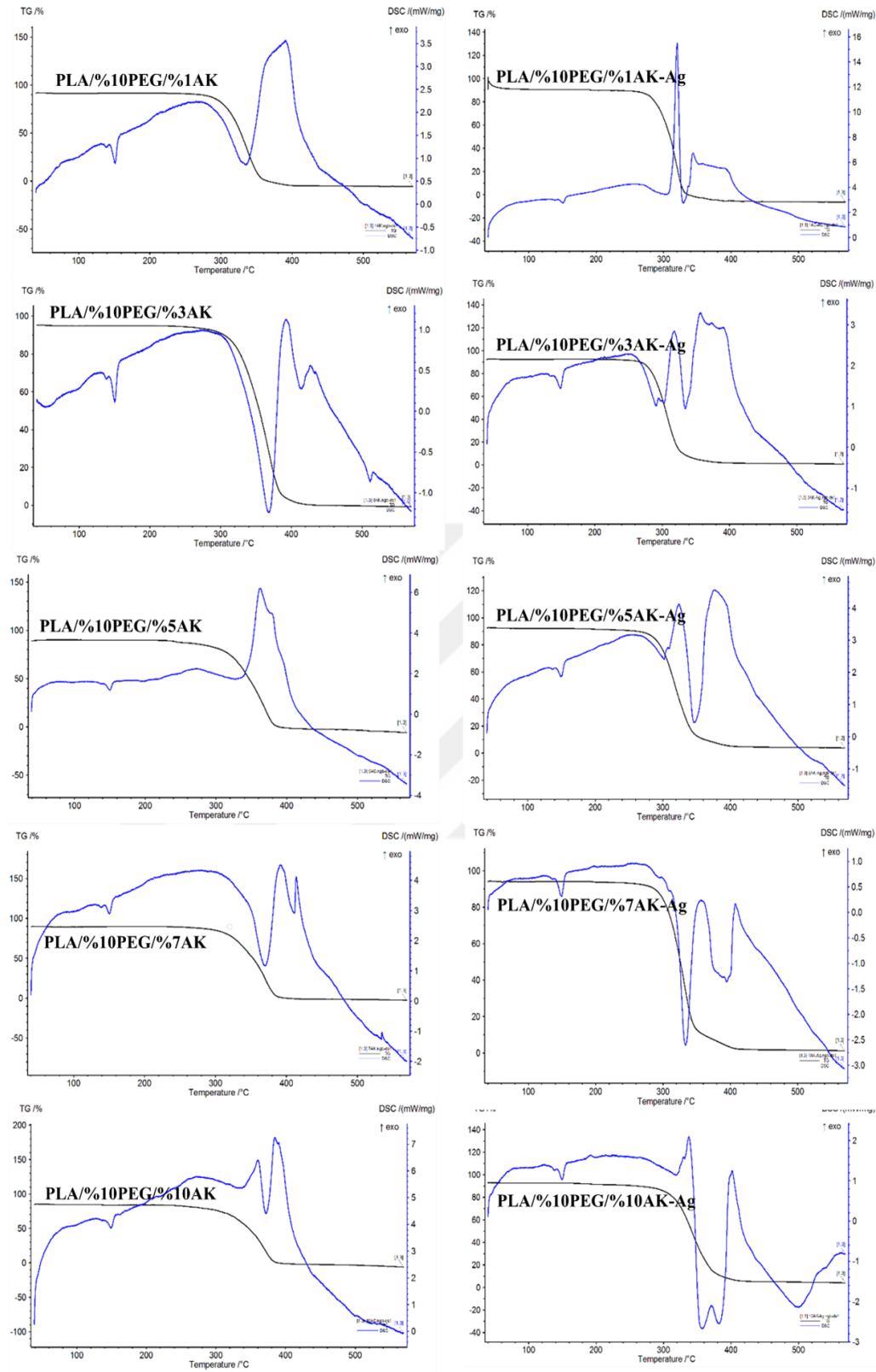


Şekil 3.21. PLA ve PLA/%10PEG filmlerine ait TG/DSC eğrileri.

Saf PLA filmi için camı geçiş sıcaklığı (T_g) 56,61 °C ve erime sıcaklığı (T_m) 153,23 °C olarak belirlenmiştir. %10 PEG içeren PLA filmde T_g değeri belirlenememiş, ancak T_m değeri 149,35 °C olarak ölçülmüştür. PEG gibi bir plastikleştiricinin eklenmesiyle, PLA matrisinde zincir hareketliliğinin artması nedeniyle camı geçiş ve erime sıcaklığının düşmesi beklenmektedir (Athanasoulia ve Tarantili, 2017; Vasile ve ark., 2020). Ancak, PLA/%10PEG filmde T_g değerinin saptanamaması, PEG’in erime sıcaklığının kabaca PLA’nın camı geçiş sıcaklığıyla örtüşmesinden kaynaklanıyor olabilir (Ahmed ve ark., 2010; Ferrarezi ve ark., 2013). Her iki filmde de kristalleşme sıcaklığı (T_c) gözlenmemiştir. Bu durum, PEG’in tipik bir kristal

polimer olduğunu ve PLA'nın yavaş kristalleşme hızına sahip bir yarı kristal polimer olduğunu göstermektedir (Vasile ve ark., 2020). TG eğrisi incelendiğinde PLA ve PLA/%10PEG filmlerinin sırasıyla yaklaşık olarak 307 ve 266 °C'de kütle kaybının başladığı görülmektedir. PEG'in plastikleştirici etkisi, PLA'nın termal stabilitesini bozarak malzemenin daha düşük bir sıcaklıkta bozulmaya başlamasına neden olmaktadır. Literatürde benzer sonuçlar bildirilmiştir (Faradilla ve ark., 2019; Ferrarezi ve ark., 2013).

Şekil 3.22'de AK ve AK-Ag katkılı filmlerin TG/DSC analiz sonuçları verilmiştir. Tüm filmlerde T_g ve T_c değerleri gözlenememiştir. AK katkılı filmlerde erime sıcaklığı değerleri (T_m) %1 AK için 151,18 °C, %3 AK için 149,35 °C, %5 AK için 150,88 °C, %7 AK için 149,93 °C ve %10 AK için 148,81 °C olarak belirlenmiştir. AK-Ag katkılı filmlerde ise %1 AK-Ag için 150,09 °C, %3 AK-Ag için 149,38 °C, %5 AK-Ag için 149,93 °C, %7 AK-Ag için 149,33 °C ve %10 AK-Ag için 149,33 °C olarak belirlenmiştir. PLA/%10PEG filmine ($T_m=149,35$ °C) kıyasla erime sıcaklıklarında anlamlı bir farklılık olmadığı görülmüştür. %10'a kadar AK veya AK-Ag eklenmesi, PLA/%10PEG filmine kıyasla T_m 'yi sadece biraz düşürmüştür. Bu durum, AK veya AK-Ag'nin PLA'nın kristal yapısını önemli ölçüde bozmadığını, erime davranışında yalnızca küçük değişikliklere yol açtığını göstermektedir. TG eğrisi incelendiğinde, AK ve AK-AG katkılı filmlerde kütle kaybının yaklaşık 270-280 °C'de başladığı görülmektedir. PLA/%10PEG ile karşılaştırıldığında, termal stabilitenin önemli düzeyde değişmediği gözlenmiştir.



Şekil 3.22. AK ve AK-Ag katkılı PLA/%10PEG filmlerine ait TG/DSC eğrileri.

3.2.2. Fiziksel özellikler

Renk ve opaklık veya şeffaflık gibi optik özellikler, tüketicilerin ürün tercihlerinde önemli bir rol oynadığı için, gıda ambalaj malzemelerinin geliştirilmesinde dikkate alınması gereken önemli faktörlerdir. Saf PLA, PLA/%10PEG, AK ve AK-Ag katkı filmlere ait renk ve kalınlık değerleri Tablo 3.11’de yer almaktadır. Şekil 3.23’te saf PLA ile PLA/%10PEG film, Şekil 3.24’te AK katkı filmler, Şekil 3.25’te AK-Ag katkı film örnekleri verilmektedir.

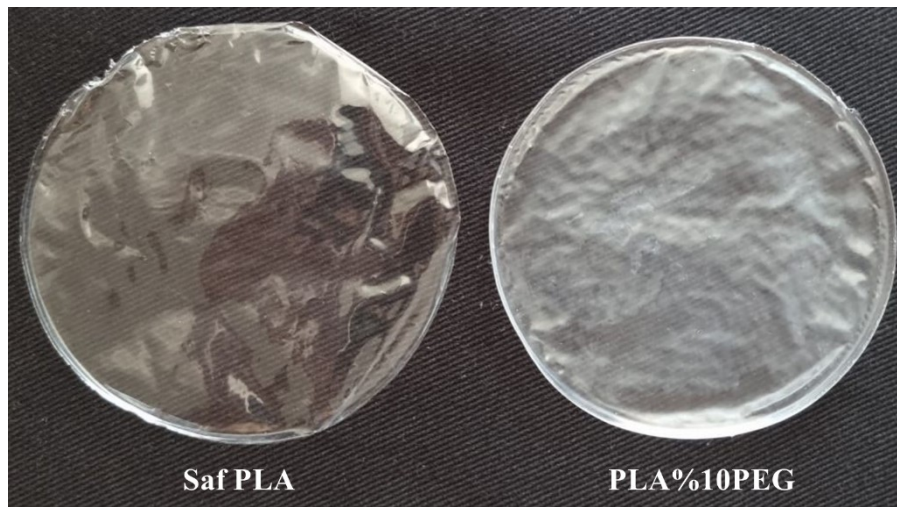
Tablo 3.11. Farklı oranlarda AK ve AK-Ag’nin PLA filmlerinin renk ve kalınlık özelliklerine etkisi.

Filmler	L* değeri	a* değeri	b* değeri	Toplam renk değişimi (ΔE)	Kalınlık (μm)
PLA	94,56 $\pm$ 0,063 ^A	0,64 $\pm$ 0,029 ^C	0,33 $\pm$ 0,060 ^H	0,23 $\pm$ 0,034 ^I	40,3 $\pm$ 0,001 ^C
PLA/%10PEG	95,22 $\pm$ 0,044 ^A	0,22 $\pm$ 0,004 ^D	0,14 $\pm$ 0,023 ^H	0,78 $\pm$ 0,046 ^{HI}	402,7 $\pm$ 0,001 ^{BC}
PLA/%10PEG/%1AK	86,97 $\pm$ 0,245 ^B	0,12 $\pm$ 0,005 ^D	1,36 $\pm$ 0,158 ^F	7,597 $\pm$ 0,239 ^{GH}	40,6 $\pm$ 0,001 ^C
PLA/%10PEG/%3AK	80,57 $\pm$ 0,386 ^C	0,15 $\pm$ 0,066 ^D	1,56 $\pm$ 0,053 ^{EF}	6,409 $\pm$ 0,604 ^{EF}	41,7 $\pm$ 0,002 ^{BC}
PLA/%10PEG/%5AK	66,78 $\pm$ 0,428 ^F	0,16 $\pm$ 0,117 ^D	1,22 $\pm$ 0,251 ^{FG}	27,729 $\pm$ 0,421 ^{DE}	42 $\pm$ 0,002 ^{BC}
PLA/%10PEG/%7AK	64,12 $\pm$ 0,921 ^G	0,34 $\pm$ 0,083 ^D	1,22 $\pm$ 0,033 ^{FG}	30,384 $\pm$ 0,921 ^{CD}	43 $\pm$ 0,001 ^{BC}
PLA/%10PEG/%10AK	53,35 $\pm$ 0,136 ^I	-0,62 $\pm$ 0,037 ^E	1,95 $\pm$ 0,036 ^E	49,08 $\pm$ 6,73 ^B	44,7 $\pm$ 0,002 ^A
PLA/%10PEG/%1AK-Ag	87,87 $\pm$ 0,205 ^B	1,09 $\pm$ 0,008 ^B	0,91 $\pm$ 0,087 ^G	6,677 $\pm$ 0,210 ^{FG}	40,3 $\pm$ 0,001 ^C
PLA/%10PEG/%3AK-Ag	81,15 $\pm$ 0,357 ^C	1,66 $\pm$ 0,038 ^A	3,08 $\pm$ 0,080 ^D	13,686 $\pm$ 0,333 ^{GH}	40,7 $\pm$ 0,001 ^C
PLA/%10PEG/5%AK-Ag	75,81 $\pm$ 0,896 ^D	1,19 $\pm$ 0,012 ^B	4,43 $\pm$ 0,210 ^C	19,145 $\pm$ 0,918 ^{BC}	41 $\pm$ 0,001 ^C
PLA/%10PEG/%7AK-Ag	71,96 $\pm$ 1,015 ^E	1,71 $\pm$ 0,078 ^A	5,36 $\pm$ 0,216 ^B	23,126 $\pm$ 1,038 ^B	42 $\pm$ 0,001 ^{BC}
PLA/%10PEG/%10AK-Ag	62,02 $\pm$ 1,629 ^H	1,63 $\pm$ 0,217 ^A	5,94 $\pm$ 0,069 ^A	32,976 $\pm$ 1,591 ^A	46,7 $\pm$ 0,003 ^{AB}

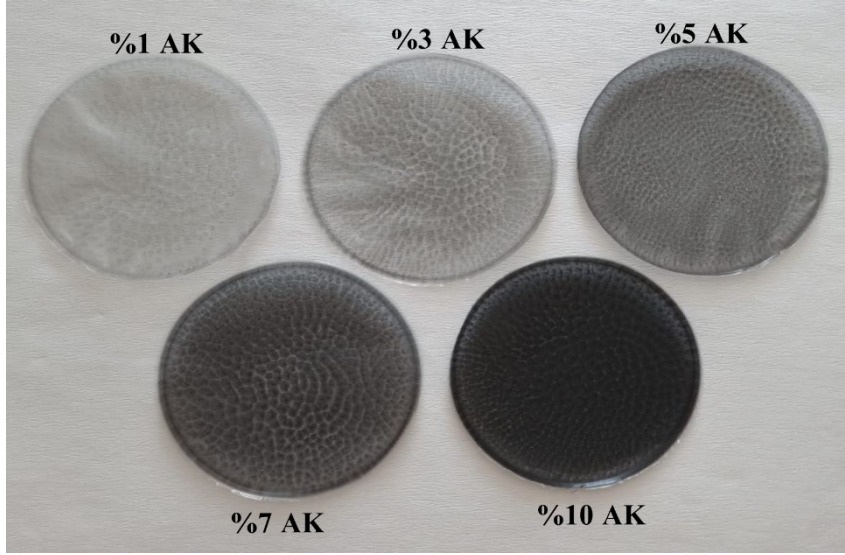
Değerler ortalama $\pm$ standart sapmadır.

A–H: Aynı sütundaki farklı harfler ortalamalar arasındaki anlamlı farklılıkları göstermektedir ($p < 0,05$).

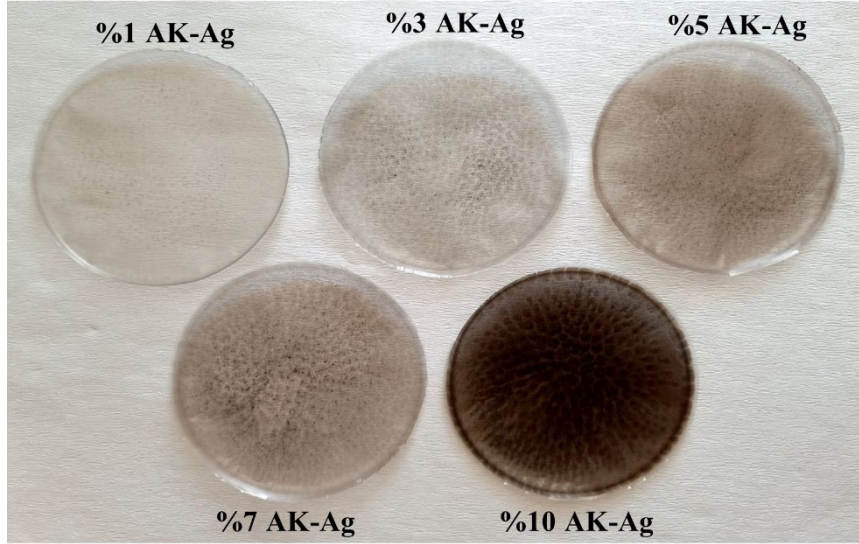
PLA: Polilaktik asit; PEG: Polietilen glikol 400; AK: Aktif karbon; AK-Ag: Aktif karbon-Gümüş



Şekil 3.23. Saf PLA ve PLA/%10PEG’e ait filmler.



Şekil 3.24. Farklı oranlarda AK katkılı PLA/%10PEG kompozit filmleri.



Şekil 3.25. Farklı oranlarda AK-Ag katkılı PLA/%10PEG kompozit filmleri.

Şekil 3.23'te görüldüğü gibi üretilen saf PLA filmleri şeffaf bir görünüme sahipken, %10 oranında PEG 400 eklenmiş PLA filmleri opak bir görünümde elde edilmiştir. Saf PLA filmine plastikleştirici eklenmesi, toplam renk değişiminde (ΔE) bir artışa neden olmuştur. PLA/%10PEG filmine kıyasla, AK ve AK-Ag içeren filmlerde toplam renk değişimi (ΔE) istatistiksel olarak anlamlı bir şekilde artmıştır ($p < 0,05$). AK-Ag kompozit filmlerin Hunter a (kırmızılık) ve b (sarılık) değerleri PLA/%10PEG filmine göre önemli ölçüde artmıştır ($p < 0,05$). Bu artışın nedeni, AK katkılı filmlerde aktif karbonun siyah renginden kaynaklanırken, AK-Ag katkılı filmlerde ise kompozit yapının sarı-kahverengi renge sahip olmasıdır. Gözlemlenen daha yüksek sarılık

değerleri görsel gözlemlerle örtüşmektedir (Şekil 3.25). Parlaklık (L^*) açısından, AK ve AK-Ag eklenmesiyle de önemli bir etki ($p<0,05$) bulunmuştur ve artan konsantrasyonla bu parametrede bir azalma gözlemlenmiştir. Benzer sonuçlar Shankar ve ark. (2018) tarafından yapılan bir çalışmada da gözlenmiştir. Bu çalışmada, lignin-AgNPs bazlı PLA filmlerinin L^* değerleri, lignin-AgNPs eklendikten sonra önemli ölçüde azalırken, a^* , b^* ve ΔE değerlerinin arttığı belirlenmiştir. Araştırmacılar, bu değişikliğin, PLA filminin gümüş nitrat konsantrasyonundaki artışla birlikte sarımsı kahverengi bir renk almasına bağlamışlardır. Ortega ve ark. (2017) tarafından gerçekleştirilen çalışmada, AgNP içeren aktif kompozit nişasta filmlerine AgNP'lerin eklenmesinin L^* , a^* ve b^* değerleri ile ΔE önemli ölçüde etkilediği belirtilmiştir. b^* parametresindeki artışı, AgNP sentezi için kullanılan indirgeyici madde olan matristeki maltozun kimyasal esmerleşme reaksiyonuna atfetmişlerdir.

3.2.3. Mekanik özellikler

Saf PLA, PLA/%10PEG ve %0-10 arasında AK ve AK-Ag partikülleri içeren film örneklerinin gerilme mukavemeti (MPa), kopma anındaki uzama oranı (%) ve ısıl yapışma mukavemeti değerleri Tablo 3.12'de yer almaktadır.

Çalışmamızda, PLA matrisine %10 PEG 400 ilave edildiğinde, 32,22 MPa gerilme mukavemeti ve %1,57 kopma anında uzama oranı elde edilmiştir. Plastikleştirici ilavesinin PLA filminin gerilme mukavemeti değerini düşürdüğü, ancak kopma anındaki uzama oranını artırdığı ve saf PLA filmi ile kıyaslandığında istatistiksel olarak farklı olduğu görülmüştür ($p<0,05$). PLA filmi, PEG ilavesi ile fiziksel olarak daha yumuşak hale gelmiştir. Plastikleştirici, kırılabilirliği azaltmak ve camsı geçiş sıcaklığını veya erime sıcaklığını düşürerek işlenebilirliği artırmak amacıyla PLA matrisine eklenmektedir (Mohapatra ve ark., 2014; Tajari ve ark., 2022). Literatürde, PLA matrisine %10 oranında PEG 400 plastikleştirici eklendiğinde gerilme mukavemeti ve kopma anındaki uzama değerlerinin sırasıyla 17,08 MPa ve %40,58 (Phetwarotai ve ark., 2012), 32,5 MPa ve %140 (Ge ve ark., 2013), 52,19 MPa ve %12,02 (Hughes ve ark., 2012) arasında değiştiği bildirilmiştir.

Tablo 3.12. Farklı oranlarda AK ve AK-Ag'nin PLA filmlerinin mekanik özelliklerine etkisi.

Filmler	Gerilme Mukavemeti (MPa)	Kopma anındaki Uzama Oranı (%)	Isıl Yapışma Mukavemeti (N/m)
PLA	49,13±0,374 ^A	1,24±0,007 ^E	937,1±31,5 ^{ABCD}
PLA/%10PEG	32,22±0,757 ^B	1,57±0,019 ^{CD}	699,4±37,6 ^F
PLA/%10PEG/1%AK	27,50±0,638 ^D	1,41±0,007 ^{DE}	925,6±45,9 ^{BCD}
PLA/%10PEG/3%AK	23,75±0,488 ^{FG}	1,51±0,019 ^{CD}	921,4±39,4 ^{BCD}
PLA/%10PEG/5%AK	22,63±0,646 ^{GH}	1,67±0,108 ^{BC}	895,2±29,3 ^{CD}
PLA/%10PEG/7%AK	22,98±0,144 ^{GH}	1,71±0,095 ^{BC}	841,2±34,7 ^{DE}
PLA/%10PEG/10%AK	21,54±0,776 ^H	1,46±0,018 ^{CDE}	765,8±37,8 ^{EF}
PLA/%10PEG/1%AK-Ag	31,47±0,37 ^{B3}	2,12±0,148 ^A	1049,61±15,27 ^A
PLA/%10PEG/3%AK-Ag	29,45±0,395 ^C	2,02±0,124 ^A	1036,7±53,8 ^{AB}
PLA/%10PEG/5%AK-Ag	28,29±0,724 ^{CD}	1,92±0,006 ^{AB}	969,1±38,6 ^{ABC}
PLA/%10PEG/7%AK-Ag	26,56±0,606 ^{DE}	1,68±0,099 ^{BC}	918±55,7 ^{CD}
PLA/%10PEG/10%AK-Ag	24,91±0,897 ^{EF}	1,55±0,142 ^{CD}	908,8±35,0 ^{CD}

Değerler ortalama±standart sapmadır.

A-H: Aynı sütundaki farklı harfler ortalamalar arasındaki anlamlı farklılıkları göstermektedir ($p<0,05$).

Isıl yapışma mukavemeti için 180 °C'de 5 saniyede yapıştırılan filmler kullanılmıştır. Isıl yapıştırma alanının genişliği 2 mm'dir.

PLA: Polilaktik asit; PEG: Polietilen glikol 400; AK: Aktif karbon; AK-Ag: Aktif karbon-Gümüş

PLA matrisine AK ve AK-Ag partikülleri eklendiğinde, gerilme mukavemeti değerlerinde bir azalma gözlemlenmiştir. AK içeren filmler arasında, çekme mukavemeti bakımından en yüksek değer 31,47 MPa ile %1 AK-Ag filminde, en düşük değer ise 21,54 MPa ile %10 AK katkılı filmde elde edilmiştir. %1 AK-Ag katkılı filmde, PLA/%10PEG filmi ile benzer sonuçlar elde edilmiş olup, istatistiksel olarak farklı olmadığı görülmüştür ($p>0,05$). AK-Ag katkılı filmlerin, AK ilaveli filmlere göre biraz daha yüksek gerilme mukavemeti değerlerine sahip olduğu ve bu farkın istatistiksel olarak anlamlı olduğu tespit edilmiştir ($p<0,05$). Gerilme mukavemeti değerlerindeki azalışın nedeni olarak, artan AK miktarıyla birlikte meydana gelen yığılma nedeniyle PLA ile AK arasındaki yüzey etkileşiminin azalması gösterilmektedir (Tang ve ark., 2020; Zhong ve ark., 2023).

Kopma anında uzama değerleri açısından en yüksek değer, %2,1 ile %1 AK-Ag filminde, en düşük değer ise %1,41 ile %1 AK katkılı filmde elde edilmiştir. Kopma anında uzama oranları incelendiğinde, saf PLA filmine plastikleştirici ilavesinin uzama oranını artırarak (PLA/%10PEG, %1,57) filmi daha esnek hale getirdiği gözlemlenmiştir. PEG gibi plastikleştiricilerin, polimer filmlerinin esnekliğini artırdığı ve moleküller arası kuvvetleri azaltarak polimer zincirlerinin daha serbest hareket etmesini sağladığı bilinmektedir. Bu artan zincir hareketliliği, filmin

kopmadan önce daha fazla esneyebilmesine olanak tanımaktadır. Benzer sonuçlara literatürde de rastlanmıştır (Faradilla ve ark., 2019; Mohapatra ve ark., 2014; Shi ve ark., 2015). AK katkılı filmlerin uzama oranlarının, PLA/%10PEG filmlere kıyasla istatistiksel olarak farklı olmadığı tespit edilmiştir ($p>0,05$). AK-Ag katkılı filmlerde ise en yüksek uzama oranı değerleri elde edilmiş olup, partikül oranı %5'ten %10'a yükseldikçe uzama değerinin azalarak PLA/%10PEG filmine yakın değerlere ulaştığı belirlenmiştir. AK-Ag katkılı filmlerde en yüksek uzama oranlarının elde edilmesi, SEM görüntülerinde gözlemlenen gümüş partiküllerinin polimer matrise iyi bir şekilde dağılması ve matrise kuvvetli bir bağ yapması ile ilişkilendirilebilir. Bu durum, nanopartiküllerin stres altında matrise yük taşıyıcıları olarak işlev görmelerine ve deformasyon sırasında enerji yayılımının artırmalarına neden olabilir (Farhoodi ve ark., 2012). Ancak, partikül oranı arttıkça partiküller arasında kümeleşme eğilimi artmış, bu da matriste gerilme yoğunlaşmasına ve dolayısıyla kopma anında uzama değerlerinin azalmasına neden olmuş olabilir.

PLA filmlerin gerilme mukavemeti değerleri, AK ve AK-Ag eklendikten sonra azalmış olsa da, petrol bazlı ticari plastik filmlerle kıyaslandığında hala karşılaştırılabilir düzeydedir. Yaygın olarak kullanılan petrol bazlı ticari plastik filmlerin gerilme mukavemeti değerleri, düşük yoğunluklu polietilen (LDPE) için 8-20 MPa, yüksek yoğunluklu polietilen (HDPE) için 22-31 MPa ve polipropilen (PP) için 31-38 MPa aralığında olduğu bildirilmiştir (Rhim ve ark., 2009; Robertson, 2003).

Ambalaj uygulamaları için ısı yapışma önemli bir parametredir. Filmlerin ısı yapışma testi için 180 °C'de 2, 5, 10 ve 15 saniye sürelerle yapıştırma işlemi uygulanmıştır. Yapılan testlerde, 2, 10 ve 15 saniyede yapıştırılan tüm filmlerde sızdırma görülürken, 5 saniyede yapıştırılan filmlerde kaynak bölgesinde boya sızıntısı gözlemlenmemiştir. Tablo 3.12'de filmlerin ısı yapışma mukavemeti (N/m) değerleri gösterilmektedir. Saf PLA filmine plastikleştirici ilavesinin, ısı yapışma mukavemeti değerini azalttığı belirlenmiştir. Plastikleştiriciler, kapatma sırasında PLA filminin yüzeyine göç ederek, yalıtılmış yüzeyler arasındaki yapışmayı azaltan zayıf bir sınır tabakası oluşturabilmektedirler (Ilhan ve ark., 2021).

AK ve AK-Ag ilavesinin, PLA/%10PEG filmine kıyasla ısı yapışma mukavemetini artırdığı ve bu artışın istatistiksel olarak anlamlı olduğu gözlemlenmiştir ($p<0,05$). Partikül oranları arttıkça yapışma mukavemeti değerlerinde azalma meydana gelmiş, ancak yine de PLA/%10PEG filmine kıyasla daha yüksek ısı yapışma mukavemeti

değerleri elde edilmiştir. Aktif karbon, dolgu maddesi ile PLA matrisi arasındaki arayüzey yapışmasını iyileştirebilir. Aktif karbonun gözenekli yapısı ve yüksek yüzey alanı, PLA polimer zincirleriyle daha iyi mekanik kenetlenme ve yapışma sağlamış olabilir (Agel ve ark., 2023; Wu ve ark., 2021).

En yüksek ısı yapışma mukavemeti değerlerine %1 ve %3 AK-Ag filmlerinde ulaşıldığı ve bu değerlerin PLA/%10PEG filmine göre istatistiksel olarak farklı olduğu görülmüştür ($p<0,05$). Aktif karbon matrisi içerisinde gümüş partiküllerinin varlığı, kompozitin PLA matrisi içindeki genel dağılımını artırabilir. Daha iyi dağılım, film boyunca stresin daha düzgün bir şekilde dağılmasına yol açarak yapışma mukavemetini artırmaktadır (Agel ve ark., 2023; Wu ve ark., 2021).

3.2.4. Bariyer özellikleri

Filmlerin 23 °C’de %50 bağıl nemli ortamda ölçülen su buharı geçirgenlik değerleri Tablo 3.13’te gösterilmektedir. Su buharı geçirgenliği, paketlenmiş gıdaların kalitesini, tazeliğini ve raf ömrünü doğrudan etkilediği için gıda ambalaj malzemelerinde büyük öneme sahiptir. Uygun geçirgenlik, tat, doku ve genel kalitede istenmeyen değişikliklere yol açabilecek nem kaybını veya kazanımını önlemeye yardımcı olur (Chen ve ark., 2022; Pasha ve ark., 2023; Zhang ve ark., 2020). Bu nedenle, etkili bir ambalajlama için uygun su buharı geçirgenliğine sahip ambalaj malzemesini seçmek önemlidir.

Tablo 3.13. Farklı oranlarda AK ve AK-Ag’nin PLA filmlerinin su buharı geçiş hızına (WVTR) etkisi.

Filmler	Su Buharı Geçiş Hızı ($\text{g}/(\text{m}^2/\text{gün})$)
PLA	$1,68 \pm 0,240^C$
PLA/%10PEG	$8,09 \pm 0,180^B$
PLA/%10PEG/%1AK	$10,813 \pm 0,546^A$
PLA/%10PEG/%10AK	$7,81 \pm 0,938^B$
PLA/%10PEG/%1AK-Ag	$10,00 \pm 0,901^A$
PLA/%10PEG/%10AK-Ag	$8,00 \pm 0,728^B$

Saf PLA filmine plastikleştirici ilavesi, su buharı geçirgenliğini 1,68’den 8,09 $\text{g}/(\text{m}^2/\text{gün})$ ’a yükselterek önemli bir artışa neden olmuştur. Bu durumun, plastikleştiricilerin PLA polimer zincirlerinin hareketliliğini artırması ve potansiyel olarak hidrofilik özellik kazandırmasından kaynaklanabileceği bildirilmiştir (Agel ve ark., 2023; Eslami ve ark., 2023). %1 AK ve AK-Ag ilavesinin su buharı geçiş hızını PLA/%10PEG’e kıyasla artırdığı ve bu artışın istatistiksel olarak anlamlı olduğu

görülmüştür ($p<0,05$). AK'nın hidrofilik yapısı, neme olan afinitesini artırarak nemi adsorbe edebilir ve bu da su buharının film boyunca taşınmasını kolaylaştırmış olabilir (Pal ve Katiyar, 2016; Rhim ve ark., 2009). Film içerisindeki AK ve AK-Ag oranları %10'a yükseldiğinde ise, su buharı geçiş hızının azaldığı tespit edilmiştir. SEM görüntülerinden de görüldüğü gibi, hidrofobik PLA ile hidrofilik AK parçacıkları arasındaki zayıf uyumluluğun neden olduğu patika benzeri yollar, etkili geçirgenlik yolunun uzamasına ve su buharı difüzyonunun azalmasına neden olmuş olabilir (Pasha ve ark., 2023; Rhim ve ark., 2009). AK katkılı filmler ile AK-Ag katkılı filmler incelendiğinde, gümüş ilavesinin istatistiksel olarak fark oluşturmadığı gözlemlenmiştir.

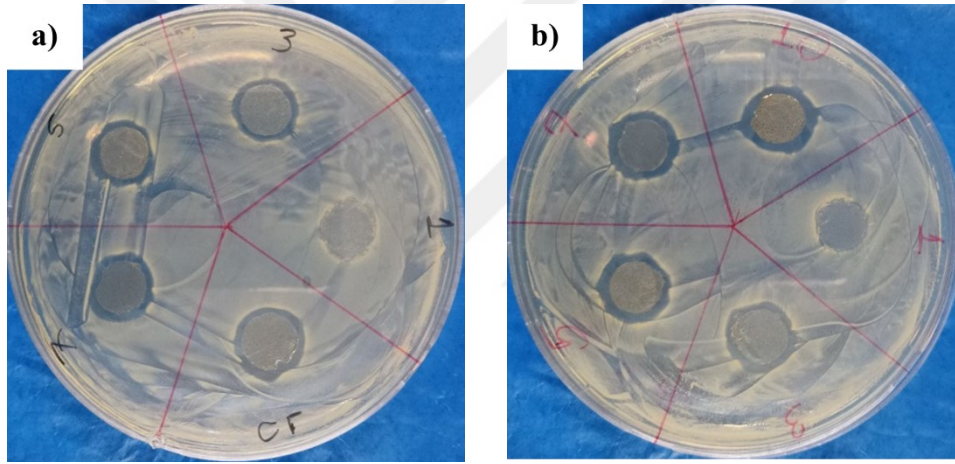
PLA, hidrofobik bir polimerdir ve düşük su buharı geçirgenliği gösterir (González ve Alvarez Igarzabal, 2013). Bariyer performansını iyileştirmek için hidrofilik malzemelerin eklenmesi, gazlara karşı bariyer özelliklerini değiştirebilir (Rhim ve ark., 2009). Sakdapipanich ve ark. (2022) tarafından gerçekleştirilen bir çalışmada, macadamia fındık kabuklarından elde edilen karbonlar (MC) farklı oranlarda LDPE matrisine dahil edilmiş ve kontrol LDPE ile karşılaştırılmıştır. Bu karşılaştırmada, LDPE/MC kompozitlerinin oksijen ve su buharı geçirgenliklerinde artış gözlenmiştir. PLA matrisine plastikleştirici ve AK dolgu maddeleri eklenmesi, geçirgenliğini artırarak nefes alabilen bir ambalaj malzemesi haline gelmesini sağlayabilir. Bu durum, solunum yapan taze meyve ve sebzelerin ihracatı ve marketlerde teşhiri sırasında kaliteyi korumaya yardımcı olabilir.

3.2.5. Antimikrobiyal özellikler

Tablo 3.14'te disk difüzyon yöntemine göre inkübasyon süresi sonunda oluşan inhibisyon zonu çapları yer almaktadır. Şekil 3.26'da farklı oranlarda AK-Ag katkılı PLA/%10PEG kompozit filmlerine ait antimikrobiyal sonuçlar görülmektedir. Saf PLA, PLA/%10PEG, farklı oranlarda AK içeren filmler ve %1 AK-Ag içeren filmler üzerinde yapılan çalışmalarda, *E. coli* ve *S. aureus* bakterilerine karşı inhibisyon zonu oluşturmadığı, yani antimikrobiyal etki göstermediği belirlenmiştir. Ancak, film içerisindeki AK-Ag oranları arttıkça zon çaplarının büyüklüğünün arttığı ve bu artışın istatistiksel olarak anlamlı olduğu gözlemlenmiştir ($p<0,05$).

Tablo 3.14. Farklı oranlarda AK ve AK-Ag'nin PLA filmlerinin *E. coli* ve *S. aureus*'a karşı antimikrobiyal etkisi.

Filmler	İnhibisyon zonu (mm)	
	<i>E. coli</i>	<i>S. aureus</i>
PLA	-	-
PLA/%10PEG	-	-
PLA/%10PEG/1%AK	-	-
PLA/%10PEG/3%AK	-	-
PLA/%10PEG/5%AK	-	-
PLA/%10PEG/7%AK	-	-
PLA/%10PEG/10%AK	-	-
PLA/%10PEG/1%AK-Ag	-	-
PLA/%10PEG/3%AK-Ag	11,2±0,200 ^D	12,9±0,231 ^C
PLA/%10PEG/5%AK-Ag	12,8±0,346 ^C	14,4±0,200 ^B
PLA/%10PEG/7%AK-Ag	14,3±0,116 ^B	14,7±0,116 ^B
PLA/%10PEG/10%AK-Ag	15,1±0,231 ^A	15,6±0,200 ^A



Şekil 3.26. Farklı oranlarda AK-Ag katkılı PLA/%10PEG kompozitlerinin *E. coli* (a) ve *S. aureus*'a (b) karşı antimikrobiyal testlerine ait görüntüler.

Gümüşün antimikrobiyal etkisinde hücre zarının bozulması çok önemlidir. Gümüş iyonları mikrobiyal hücre zarına bağlanarak membran geçirgenliğini artırabilir ve hücre ölümüne neden olabilir. Gümüş partikülleri serbest radikal üretimini katalize ederek mikrobiyal hücrelerde oksidatif strese neden olabilir, bu da proteinler, lipitler ve DNA'ya zarar vererek hücre ölümüne yol açabilir (Yin ve ark., 2020). Aktif karbon ile birleştirildiğinde, gümüşün antimikrobiyal özellikleri artabilir. Aktif karbon, yüzeyindeki mikroorganizmaları adsorbe ederek onların gümüş iyonlarına maruz kalmasını artırabilir. Bu sinerji, kompozitin genel antimikrobiyal etkinliğini artırabilir. Demchenko ve ark. (2022), PLA-Ag-kitosan nanokompozitlerinin *E. coli* ve *S. aureus*'a karşı antimikrobiyal aktivitelerini incelemişlerdir. Çalışmada, gümüş

nanopartikül konsantrasyonunun %4'e kadar artmasıyla PLA-Ag-kitosan nanokompozitlerinin antimikrobiyal aktivitesinin arttığı belirlenmiştir. Bu artış, Ag⁺'nın bakteri hücre zarının içinde veya dışında kükürt veya fosfor gruplarına olan yüksek afinitesi ile açıklanmıştır. Shankar ve ark. (2018) tarafından yapılan çalışmada, saf PLA ve PLA/lignin filmlerinin hem *L. monocytogenes* hem de *E. coli*'ye karşı herhangi bir antibakteriyel aktivite göstermediği, ancak AgNP içeren PLA/lignin/AgNP kompozit filmlerinin her iki gıda kaynaklı patojenik bakteriye karşı belirgin antimikrobiyal aktivite sergilediği tespit edilmiştir. Liu ve ark. (2017) yaptıkları çalışmada, PLA-%1 grafen oksit (GO) nanokompozitinin *E. coli* ve *S. aureus*'a karşı hiçbir antimikrobiyal etki göstermediği, ancak PLA-%1 GO-(1-7)Ag hibrit nanokompozit liflerinin *E. coli*'ye karşı antibakteriyel etki gösterdiği belirlenmiştir. Buna karşılık, bu liflerin *S. aureus* bakterilerine karşı, kalın hücre duvarları nedeniyle daha düşük bir bakterisidal etki gösterdiği tespit edilmiştir. Saf PLA, PLA/%10PEG, farklı oranlarda AK içeren filmler ve %1 AK-Ag içeren filmler üzerinde yapılan çalışmalarda, *E. coli* ve *S. aureus* bakterilerine karşı inhibisyon zonu oluşturmadığı, yani antimikrobiyal etki göstermediği belirlenmiştir. Ancak, film içerisindeki AK-Ag oranları arttıkça zon çaplarının büyüklüğünün arttığı ve bu artışın istatistiksel olarak anlamlı olduğu gözlemlenmiştir ($p < 0,05$). Gümüşün antimikrobiyal etkisinde hücre zarının bozulması çok önemlidir. Gümüş iyonları mikrobiyal hücre zarına bağlanarak membran geçirgenliğini artırabilir ve hücre ölümüne neden olabilir. Gümüş partikülleri serbest radikal üretimini katalize ederek mikrobiyal hücrelerde oksidatif strese neden olabilir, bu da proteinler, lipitler ve DNA'ya zarar vererek hücre ölümüne yol açabilir (Yin ve ark., 2020). Aktif karbon ile birleştirildiğinde, gümüşün antimikrobiyal özellikleri artabilir. Aktif karbon, yüzeyindeki mikroorganizmaları adsorbe ederek onların gümüş iyonlarına maruz kalmasını artırabilir. Bu sinerji, kompozitin genel antimikrobiyal etkinliğini artırabilir.

Antimikrobiyal aktiviteye sahip PLA/%10PEG/(%3-10)AK-Ag kompozit filmler, paketlenmiş gıdaların raf ömrünü uzatmak amacıyla antimikrobiyal gıda ambalajlarında kullanılma potansiyeline sahiptir.



4. SONUÇ VE ÖNERİLER

Bu tez çalışması, şeker endüstrisi katı atığı olan şeker pancarı posasının aktif karbon üretiminde kullanılmasını ele almaktadır. Aktif karbonun üretim süreci, yanıt yüzey metodolojisi (RSM) tasarımı olan merkezi bileşik tasarımı (CCD) kullanılarak optimize edilmeye çalışılmıştır. Optimum üretim parametreleri belirlendikten sonra, elde edilen aktif karbona antimikrobiyal özellikler kazandırmak amacıyla gümüş iyonları eklenmiştir. Ardından, elde edilen aktif karbon-gümüş kompozit yapının biyobozunur özelliklere sahip PLA filmin içerisine eklenerek, mekanik, bariyer, morfolojik ve antimikrobiyal özelliklerinin geliştirilmesi üzerine bir araştırma gerçekleştirilmiştir.

Aktif karbonun kimyasal aktivasyonu, $ZnCl_2$ kimyasal ajanı kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Üretim sürecinde karbonizasyon sıcaklığı (500 ile 800 °C arasında değişen) ve $ZnCl_2$ emdirme oranı (1 ile 4 arasında değişen) gibi değişkenler belirlenmiştir. Bu değişkenlerin, aktif karbonun verimliliği (%) ve metilen mavisi giderimi (%MMG) üzerindeki etkileri incelenmiştir. Teorik değerlerin deneysel sonuçlarla uyumlu olduğu ve Quadratic modelin üretim değişkenleri ile aktif karbonun verimliliği ve metilen mavisi giderimi arasındaki ilişkiyi başarılı bir şekilde yansıttığı görülmüştür. Optimizasyon analizinde, aktivasyon sıcaklığı ve emdirme oranı belirli bir aralık içinde seçilmiş ve hedef yanıtlar en yüksek verim ve metilen mavisi giderimi için maksimum değerler olarak belirlenmiştir. Elde edilen en iyi sonuçlar arasında programın önerdiği birinci çözüm, emdirme oranının 1 ve aktivasyon sıcaklığının 500 °C olduğu durum seçilmiştir. Üretilen aktif karbonun elementel analizi, karbon miktarının şeker pancarı posasında %40,92 iken aktif karbonda %70,79'a yükseldiğini ve hidrojen ile oksijen içeriğinin azaldığını göstermiştir. Aktif karbonun adsorpsiyon kapasitesi için önemli bir özellik olan yüzey alanı 9,69 m²/g'dan 1045 m²/g'a yükselmiştir. SEM görüntülerinde, aktif karbonun gözenekli bir yapıya sahip olduğu görülmüştür. FTIR spektrumları, aktivasyon sürecinin şeker pancarı posasının kimyasal bileşimini ve yapısal özelliklerini önemli ölçüde değiştirdiğini göstermiştir. XRD analizine göre, aktif karbonun amorf yapıda olduğu belirlenmiştir. TG eğrisinde, aktif karbonun sıcaklık değişiminden daha az etkilendiği ve toplamda %29,04

oranında ağırlık kaybettiği görülmüştür. Bu sonuç, şeker pancarı posasından üretilen aktif karbonun iyi bir termal stabilite sergilediğini göstermiştir. Aktif karbona antimikrobiyal özellik kazandırmak için gümüş iyonları kimyasal indirme yöntemiyle eklenmiştir. SEM görüntülerinde, gümüş parçacıklarının aktif karbonun yüzeyinde dağıldığı açıkça görülmüştür. XRD sonuçlarında, aktif karbona gümüş ilave edildiğinde kristal yapının oluştuğu gözlemlenmiştir. AK-Ag kompozit yapıya ait TG eğrisinde toplamda %22,98 oranında ağırlık kaybı görülmüştür, bu da kompozit malzemenin termal stabilitesini yansıtmıştır. Elde edilen AK-Ag kompozit yapının antimikrobiyal analizi, *E. coli* ve *S. aureus*'a karşı etkili olduğunu göstermiştir.

PLA film üretimi çalışmalarında, saf PLA filminin yanı sıra %10 PEG ile birlikte farklı oranlarda (%1, 3, 5, 7, 10) AK ve AK-Ag ilavesi ile elde edilen filmler üzerinde çalışılmıştır. Filmler çözücü dökme yöntemi kullanılarak hazırlanmıştır. SEM görüntülerinde, PLA'nın pürüzsüz bir yüzeye sahip olduğu, %10 oranında PEG içeren filmin ise pürüzlülük gösterdiği görülmüştür. AK miktarı %1'den %10'a arttıkça, parçacıklar PLA matrisi boyunca eşit şekilde dağılmak yerine kümelenmeye başlamıştır. AK-Ag içeren filmlerin SEM görüntüleri incelendiğinde, AK katkılı filmlere göre daha iyi dağılım gözlemlenmiştir. FTIR spektrumu, PLA ve PLA/PEG filmlerinin benzer kimyasal bileşimlere sahip olduğunu ve PEG'in karakteristik fonksiyonel gruplarını içerdiğini göstermiştir. AK ve AK-Ag katkılı kompozit filmler de PLA/%10PEG ile aynı karakteristik pikleri sergilemiştir. XRD analiz sonucuna göre, PEG'in %10'luk bir oranda eklenmesi PLA'nın kristal yapısını önemli ölçüde değiştirmemiştir. Termal analiz sonucuna göre, PEG'in plastikleştirici etkisi, PLA'nın termal stabilitesini bozarak malzemenin daha düşük bir sıcaklıkta bozulmasına neden olmuştur. AK ve AK-Ag katkılı filmler, PLA/%10PEG ile karşılaştırıldığında termal stabilitenin değişmediği gözlemlenmiştir. AK ve AK-Ag oranının artmasıyla birlikte, filmlerin transparanlık ve beyazlık özelliklerinde azalma gözlemlenmiş, bununla birlikte kalınlık değerlerinde bir artış meydana gelmiştir. AK-Ag katkılı filmlerde, kompozit yapının sarı-kahverengi renge sahip olması nedeniyle, a (kırmızılık) ve b (sarılık) değerlerinin yüksek olduğu görülmüştür. AK ve AK-Ag partikülleri PLA matrisine eklendiğinde, gerilme mukavemeti değerlerinde bir azalma gözlemlenmiştir. En yüksek gerilme mukavemeti ve ısıl yapışma mukavemeti değerleri %1 ve 3 AK-Ag katkılı filmlerde elde edilmiştir. Su buharı geçiş hızı, %1 AK ve AK-Ag katkılı filmlerde, PLA/%10PEG'e kıyasla yaklaşık %34 oranında artış göstermiştir. Üretilen

filmlerde, antimikrobiyal özellikler sadece %3, 5 ve 7 AK-Ag katkıli filmlerde tespit edilmiştir.

Sonuç olarak, mevcut araştırmamız, PLA/%10PEG/%1AK-Ag biyokompozit filmlerinin sürdürülebilir aktif gıda ambalajlamasında petrol bazlı ticari plastik filmler yerine kullanılmasının teşvik edici olduğunu göstermektedir. PLA/%10PEG/%1AK-Ag filminin gerilme mukavemeti değerleri, LDPE, HDPE ve PP gibi petrol bazlı ticari plastik filmler ile karşılaştırılabilir düzeydedir. PLA/%10PEG matrisine %1 AK-Ag ilavesi, filmin su buharı geçirgenliğini artırarak iklimakterik ürünlerin ihracatı ve marketlerde teşhiri sırasında kalitelerinin korunmasına yardımcı olabilecek nefes alabilen bir ambalaj malzemesi haline gelmesini sağlamıştır. %1 AK-Ag kompozit filmi, *E. coli* ve *S. aureus* bakterilerine karşı antimikrobiyal etki göstermese de AK'ye eklenen Ag miktarı artırılarak bu etki sağlanabilir. Ambalaj malzemesinin ticari üretime uygun hale getirilebilmesi için, PLA/AK-Ag filmlerinin migrasyon özellikleri ve gıda muhafazasında kullanılabilirliği daha ayrıntılı bir şekilde incelenmelidir.



KAYNAKLAR

- Acevedo, S., Arevalo-Fester, J., Galicia, L., Atencio, R., Plaza, E., & Gonzalez, E. (2014). Efficiency Study of Silver Nanoparticles (AgNPs) Supported on Granular Activated Carbon against *Escherichia coli*. *Journal of Nanomedicine Research*, 1(2), 42–46. <https://doi.org/10.15406/jnmr.2014.01.00009>
- Açıkyıldız, M., Gürses, A., & Karaca, S. (2014). Preparation and characterization of activated carbon from plant wastes with chemical activation. *Microporous and Mesoporous Materials*, 198, 45–49. <https://doi.org/10.1016/j.micromeso.2014.07.018>
- Adilah, A. N., Jamilah, B., Noranizan, M. A., & Hanani, Z. A. N. (2018). Utilization of mango peel extracts on the biodegradable films for active packaging. *Food Packaging and Shelf Life*, 16, 1–7. <https://doi.org/10.1016/j.fpsl.2018.01.006>
- Agel, H., Nuryanta, M. I., Aryaswara, L. G., Korsmik, R., Klimova-korsmik, O., Nugraha, A. D., Darmanto, S., Kusni, M., & Muflikhun, M. A. (2023). *The Interconnection of Carbon Active Addition on Mechanical Green Composite*.
- Ahmad, M. A., Afandi, N. S., & Bello, O. S. (2017). Optimization of process variables by response surface methodology for malachite green dye removal using lime peel activated carbon. *Applied Water Science*, 7(2), 717–727. <https://doi.org/10.1007/s13201-015-0284-0>
- Ahmed, J., Mulla, M. Z., & Arfat, Y. A. (2016). Thermo-mechanical, structural characterization and antibacterial performance of solvent casted polylactide/cinnamon oil composite films. *Food Control*, 69, 196–204. <https://doi.org/10.1016/j.foodcont.2016.05.013>
- Ahmed, J., Varshney, S. K., Auras, R., & Hwang, S. W. (2010). Thermal and rheological properties of L-polylactide/polyethylene glycol/silicate nanocomposites films. *Journal of Food Science*, 75(8). <https://doi.org/10.1111/j.1750-3841.2010.01809.x>
- Akçakal, Ö., Şahin, M., & Erdem, M. (2019). Synthesis and characterization of high-quality activated carbons from hard-shelled agricultural wastes mixture by zinc chloride activation. *Chemical Engineering Communications*, 206(7), 888–897. <https://doi.org/10.1080/00986445.2018.1534231>
- Akindoyo, J. O., Beg, M. D. H., Ghazali, S., Heim, H. P., & Feldmann, M. (2017). Effects of surface modification on dispersion, mechanical, thermal and dynamic mechanical properties of injection molded PLA-hydroxyapatite composites. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 103, 96–105. <https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2017.09.013>
- Alam, A., Saeed, G., & Lim, S. (2020). Screen-printed activated carbon/silver nanocomposite electrode material for a high performance supercapacitor. *Materials Letters*, 273, 127933. <https://doi.org/10.1016/j.matlet.2020.127933>

- Altintig, E., & Kirkil, S. (2016). Preparation and properties of Ag-coated activated carbon nanocomposites produced from wild chestnut shell by ZnCl_2 activation. *Journal of the Taiwan Institute of Chemical Engineers*, 63, 180–188. <https://doi.org/10.1016/j.jtice.2016.02.032>
- Altintig, E., Sarıcı, B., & Karataş, S. (2023). Prepared activated carbon from hazelnut shell where coated nanocomposite with Ag^+ used for antibacterial and adsorption properties. *Environmental Science and Pollution Research*, 30(5), 13671–13687. <https://doi.org/10.1007/s11356-022-23004-w>
- Altundogan, H. S., Arslan, N. E., & Tumen, F. (2007). Copper removal from aqueous solutions by sugar beet pulp treated by NaOH and citric acid. *Journal of Hazardous Materials*, 149(2), 432–439. <https://doi.org/10.1016/j.jhazmat.2007.04.008>
- Angin, D. (2014). Production and characterization of activated carbon from sour cherry stones by zinc chloride. *Fuel*, 115, 804–811. <https://doi.org/10.1016/j.fuel.2013.04.060>
- Angin, D., Köse, T. E., & Selengil, U. (2013). Production and characterization of activated carbon prepared from safflower seed cake biochar and its ability to absorb reactive dyestuff. *Applied Surface Science*, 280, 705–710. <https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2013.05.046>
- Angin, D., & Sarikulce, S. (2017). The effect of activation temperature on properties of activated carbon prepared from wine industry pressing waste. *Desalination and Water Treatment*, 73, 373–379. <https://doi.org/10.5004/dwt.2017.20833>
- Arami-Niya, A., Daud, W. M. A. W., & Mjalli, F. S. (2010). Using granular activated carbon prepared from oil palm shell by ZnCl_2 and physical activation for methane adsorption. *Journal of Analytical and Applied Pyrolysis*, 89(2), 197–203. <https://doi.org/10.1016/j.jaap.2010.08.006>
- Arfat, Y. A., Ahmed, J., Ejaz, M., & Mullah, M. (2018). Polylactide/graphene oxide nanosheets/clove essential oil composite films for potential food packaging applications. *International Journal of Biological Macromolecules*, 107(Part A), 194–203. <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2017.08.156>
- Arun, K. B., Madhavan, A., Sindhu, R., Binod, P., Pandey, A., R, R., & Sirohi, R. (2020). Remodeling agro-industrial and food wastes into value-added bioactives and biopolymers. *Industrial Crops and Products*, 154(June), 112621. <https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2020.112621>
- Athanasoulia, I.-G., & Tarantili, P. A. (2017). Preparation and characterization of polyethylene glycol/poly(L-lactic acid) blends. *Pure and Applied Chemistry*, 89(1), 141–152. <https://doi.org/10.1515/pac-2016-0919>
- Bajwa, D. S., Adhikari, S., Shojaeiarani, J., Bajwa, S. G., Pandey, P., & Shanmugam, S. R. (2019). Characterization of bio-carbon and ligno-cellulosic fiber reinforced bio-composites with compatibilizer. *Construction and Building Materials*, 204, 193–202. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2019.01.068>
- Bhatia, L., Jha, H., Sarkar, T., & Sarangi, P. K. (2023). Food Waste Utilization for Reducing Carbon Footprints towards Sustainable and Cleaner Environment: A Review. *International Journal of Environmental Research and Public Health*, 20(3). <https://doi.org/10.3390/ijerph20032318>

- Bhiogade, A., & Kannan, M. (2021). Studies on thermal and degradation kinetics of cellulose micro/nanoparticle filled polylactic acid (PLA) based nanocomposites. *Polymers and Polymer Composites*, 29(9), S85–S98. <https://doi.org/10.1177/0967391120987170>
- Bhiogade, A., Kannan, M., & Devanathan, S. (2020). Degradation kinetics study of Poly lactic acid(PLA) based biodegradable green composites. *Materials Today: Proceedings*, 24, 806–814. <https://doi.org/10.1016/j.matpr.2020.04.389>
- Boonpoke, A., Chiarakorn, S., Laosiripojana, N., Towprayoon, S., & Chidthaisong, A. (2013). Synthesis of activated carbon and MCM-41 from bagasse and rice husk and their carbon dioxide adsorption capacity. *Journal of Sustainable & Environment*, 2, 77–81. <http://antispam.kmutt.ac.th/index.php/JSEE/article/view/9188>
- Chaemsanit, S., Matan, N., & Matan, N. (2017). Activated Carbon for Food Packaging Application: Review. *Walailak Journal of Science and Technology (WJST)*, 15(4), 255–271. <https://doi.org/10.48048/wjst.2018.4185>
- Chaubey, A., Aadil, K. R., & Jha, H. (2021). Synthesis and characterization of lignin-poly lactic acid film as active food packaging material. *Materials Technology*, 36(10), 585–593. <https://doi.org/10.1080/10667857.2020.1782060>
- Chen, M., Yan, X., Cheng, M., Zhao, P., Wang, Y., Zhang, R., Wang, X., Wang, J., & Chen, M. (2022). Preparation, characterization and application of poly(lactic acid)/corn starch/eucalyptus leaf essential oil microencapsulated active bilayer degradable film. *International Journal of Biological Macromolecules*, 195(November 2021), 264–273. <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2021.12.023>
- Choi, K. M., Choi, M. C., Han, D. H., Park, T. S., & Ha, C. S. (2013). Plasticization of poly(lactic acid) (PLA) through chemical grafting of poly(ethylene glycol) (PEG) via in situ reactive blending. *European Polymer Journal*, 49(8), 2356–2364. <https://doi.org/10.1016/j.eurpolymj.2013.05.027>
- Concha Olmos, J., & Zúñiga Hansen, M. E. (2012). Enzymatic depolymerization of sugar beet pulp: Production and characterization of pectin and pectic-oligosaccharides as a potential source for functional carbohydrates. *Chemical Engineering Journal*, 192, 29–36. <https://doi.org/10.1016/j.cej.2012.03.085>
- Danish, M., Pin, Z., Ziyang, L., Ahmad, T., Majeed, S., Ahmad Yahya, A. N., Khanday, W. A., & Abdul Khalil, H. P. S. (2022). Preparation and characterization of banana trunk activated carbon using H3PO4 activation: A rotatable central composite design approach. *Materials Chemistry and Physics*, 282(March), 125989. <https://doi.org/10.1016/j.matchemphys.2022.125989>
- Darie-Niț, R. N., Vasile, C., Irimia, A., Lipșa, R., & Râpă, M. (2016). Evaluation of some eco-friendly plasticizers for PLA films processing. *Journal of Applied Polymer Science*, 133(13), 1–11. <https://doi.org/10.1002/app.43223>

- Demchenko, V., Rybalchenko, N., Zahorodnia, S., Naumenko, K., Riabov, S., Kobylinskyi, S., Vashchuk, A., Mamunya, Y., Iurzhenko, M., Demchenko, O., Adamus, G., & Kowalczyk, M. (2022). Preparation, Characterization, and Antimicrobial and Antiviral Properties of Silver-Containing Nanocomposites Based on Polylactic Acid-Chitosan. *ACS Applied Bio Materials*, 5(6), 2576–2585. <https://doi.org/10.1021/acsabm.2c00034>
- Demiral, H., & Gündüzoğlu, G. (2010). Removal of nitrate from aqueous solutions by activated carbon prepared from sugar beet bagasse. *Bioresource Technology*, 101(6), 1675–1680. <https://doi.org/10.1016/j.biortech.2009.09.087>
- Demirbas, A. (2011). Waste management, waste resource facilities and waste conversion processes. *Energy Conversion and Management*, 52(2), 1280–1287. <https://doi.org/10.1016/j.enconman.2010.09.025>
- Dolas, H., Sahin, O., Saka, C., & Demir, H. (2011). A new method on producing high surface area activated carbon: The effect of salt on the surface area and the pore size distribution of activated carbon prepared from pistachio shell. *Chemical Engineering Journal*, 166(1), 191–197. <https://doi.org/10.1016/j.cej.2010.10.061>
- El-Sayed, G. O., Yehia, M. M., & Asaad, A. A. (2014). Assessment of activated carbon prepared from corncob by chemical activation with phosphoric acid. *Water Resources and Industry*, 7–8, 66–75. <https://doi.org/10.1016/j.wri.2014.10.001>
- Eslami, Z., Elkoun, S., Robert, M., & Adjallé, K. (2023). A Review of the Effect of Plasticizers on the Physical and Mechanical Properties of Alginate-Based Films. *Molecules*, 28(18). <https://doi.org/10.3390/molecules28186637>
- Eurostat. (2024, 25 Mayıs). Food Waste and Food Waste Prevention - Estimates. https://ec.europa.eu/eurostat/statistics-explained/index.php?title=Food_waste_and_food_waste_prevention_-_estimates#Amounts_of_food_waste_at_EU_level
- FAO. (2024, 25 Mayıs). Global food losses and food waste—Extent, causes and prevention. <https://www.fao.org/4/mb060e/mb060e00.pdf>
- FAO. (2024, 25 Mayıs). Crops and Livestock Products. <https://www.fao.org/faostat/en/#data/QCL>
- Faradilla, R. F., Lee, G., Sivakumar, P., Stenzel, M., & Arcot, J. (2019). Effect of polyethylene glycol (PEG) molecular weight and nanofillers on the properties of banana pseudostem nanocellulose films. *Carbohydrate Polymers*, 205(August 2018), 330–339. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2018.10.049>
- Farhoodi, M., Dadashi, S., Mousavi, S. M. A., Sotudeh-Gharebagh, R., Emam-Djomeh, Z., Oromiehie, A., & Hemmati, F. (2012). Influence of TiO₂ Nanoparticle Filler on the Properties of PET and PLA Nanocomposites. *Polymer Korea*, 36(6), 745–755. <https://doi.org/10.7317/pk.2012.36.6.745>
- Ferrezezi, M. M. F., de Oliveira Taipina, M., da Silva, L. C. E., & Gonçalves, M. do C. (2013). Poly(Ethylene Glycol) as a Compatibilizer for Poly(Lactic Acid)/Thermoplastic Starch Blends. *Journal of Polymers and the Environment*, 21(1), 151–159. <https://doi.org/10.1007/s10924-012-0480-z>

- Fetouh, H. A., Abd-Elnaby, H. M., Alsubaie, M. S., & Sallam, E. R. (2022). New experimental low-cost nanoscience technology for formulation of silver nanoparticles-activated carbon composite as a promising antiviral, biocide, and efficient catalyst. *Journal of Experimental Nanoscience*, 17(1), 297–314. <https://doi.org/10.1080/17458080.2022.2068794>
- Fletcher, A., Somorin, T., & Aladeokin, O. (2024). Production of High Surface Area Activated Carbon from Peanut Shell by Chemical Activation with Zinc Chloride: Optimisation and Characterization. *Bioenergy Research*, 17(1), 467–478. <https://doi.org/10.1007/s12155-023-10683-7>
- Galaburda, M., Zienkiewicz-Strzalka, M., Blachnio, M., Bogatyrov, V., Kutkowska, J., Choma, A., & Derylo-Marczewska, A. (2023). Ag-Containing Carbon Nanocomposites: Physico-Chemical Properties and Antimicrobial Activity. *Sustainability*, 15(24), 16817. <https://doi.org/10.3390/su152416817>
- Ge, H., Yang, F., Hao, Y., Wu, G., Zhang, H., & Dong, L. (2013). Thermal, mechanical, and rheological properties of plasticized poly(L-lactic acid). *Journal of Applied Polymer Science*, 127(4), 2832–2839. <https://doi.org/10.1002/app.37620>
- Ghorbani, F., Kamari, S., Zamani, S., Akbari, S., & Salehi, M. (2020). Optimization and modeling of aqueous Cr(VI) adsorption onto activated carbon prepared from sugar beet bagasse agricultural waste by application of response surface methodology. *Surfaces and Interfaces*, 18(October 2019), 100444. <https://doi.org/10.1016/j.surfin.2020.100444>
- Gigante, V., Coltelli, M., Vannozzi, A., Panariello, L., Fusco, A., Trombi, L., Donnarumma, G., Danti, S., & Lazzeri, A. (2019). Flat Die Extruded Biocompatible Poly(Lactic Acid) (PLA)/Poly(Butylene Succinate) (PBS) Based Films. *Polymers*, 11(11), 1857. <https://doi.org/10.3390/polym11111857>
- Gonçalves, S. P. C., Strauss, M., Delite, F. S., Clemente, Z., Castro, V. L., & Martinez, D. S. T. (2016). Activated carbon from pyrolysed sugarcane bagasse: Silver nanoparticle modification and ecotoxicity assessment. *Science of The Total Environment*, 565, 833–840. <https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2016.03.041>
- González, A., & Alvarez Igarzabal, C. I. (2013). Soy protein-Poly (lactic acid) bilayer films as biodegradable material for active food packaging. *Food Hydrocolloids*, 33(2), 289–296. <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2013.03.010>
- Grabska-Zielińska, S., Gierszewska, M., Olewnik-Kruszkowska, E., & Bouaziz, M. (2021). Polylactide films with the addition of olive leaf extract— physico-chemical characterization. *Materials*, 14(24). <https://doi.org/10.3390/ma14247623>
- Güzel, F., Saygılı, H., Saygılı, G. A., & Koyuncu, F. (2014). Elimination of anionic dye by using nanoporous carbon prepared from an industrial biowaste. *Journal of Molecular Liquids*, 194, 130–140. <https://doi.org/10.1016/j.molliq.2014.01.018>

- Harifi-Mood, A. R., & Hadavand-Mirzaie, F. (2015). Adsorption of basic violet 16 from aqueous solutions by waste sugar beet pulp: Kinetic, thermodynamic, and equilibrium isotherm studies. *Chemical Speciation and Bioavailability*, 27(1), 8–14. <https://doi.org/10.1080/09542299.2015.1023086>
- He, X., Chen, X., Wang, X., & Jiang, L. (2023). Optimization of activated carbon production from corn cob using response surface methodology. *Frontiers in Environmental Science*, 11(January), 1–11. <https://doi.org/10.3389/fenvs.2023.1105408>
- Hughes, J., Thomas, R., Byun, Y., & Whiteside, S. (2012). Improved flexibility of thermally stable poly-lactic acid (PLA). *Carbohydrate Polymers*, 88(1), 165–172. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2011.11.078>
- Hurley, B. R. A., Ouzts, A., Fischer, J., & Gomes, T. (2013). Development of an Active Thermoplastic Film with Oxygen Scavengers Made of Activated Carbon and Sodium Erythorbate. *Packaging and Technology and Science*, 29(January), 399–412. <https://doi.org/10.1002/pts>
- Hussain, N. B., Akgül, E. T., Yılmaz, M., Parlayıcı, Ş., & Hadibarata, T. (2022). Preparation and characterization of low-cost activated carbon from Moringa oleifera chemically activated using ZnCl₂ for the adsorption of bisphenol A. *International Journal of Phytoremediation*, 0(0), 1–16. <https://doi.org/10.1080/15226514.2022.2144796>
- Ilhan, I., Turan, D., Gibson, I., & ten Klooster, R. (2021). Understanding the factors affecting the seal integrity in heat sealed flexible food packages: A review. *Packaging Technology and Science*, 34(6), 321–337. <https://doi.org/10.1002/pts.2564>
- Jain, A., Michalska, M., Zaszczynska, A., & Denis, P. (2022). Surface modification of activated carbon with silver nanoparticles for electrochemical double layer capacitors. *Journal of Energy Storage*, 54(July). <https://doi.org/10.1016/j.est.2022.105367>
- Janjarasskul, T., Tananuwig, K., Kongpensook, V., Tantratian, S., & Kokpol, S. (2016). Shelf life extension of sponge cake by active packaging as an alternative to direct addition of chemical preservatives. *LWT - Food Science and Technology*, 72, 166–174. <https://doi.org/10.1016/j.lwt.2016.04.049>
- Jin, K., Tang, Y., Zhu, X., & Zhou, Y. (2020). Polylactic acid based biocomposite films reinforced with silanized nanocrystalline cellulose. *International Journal of Biological Macromolecules*, 162, 1109–1117. <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2020.06.201>
- Joanna, B., Michal, B., Piotr, D., Agnieszka, W., Dorota, K., & Izabela, W. (2018). Sugar Beet Pulp as a Source of Valuable Biotechnological Products. In *Advances in Biotechnology for Food Industry* (pp. 359–392). Elsevier. <https://doi.org/10.1016/B978-0-12-811443-8.00013-X>
- Kaewklin, P., Siripatrawan, U., Suwanagul, A., & Lee, Y. S. (2018). Active packaging from chitosan-titanium dioxide nanocomposite film for prolonging storage life of tomato fruit. *International Journal of Biological Macromolecules*, 112, 523–529. <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2018.01.124>

- Kaya, M., Şahin, Ö., & Saka, C. (2018). Preparation and TG/DTG, FT-IR, SEM, BET Surface Area, Iodine Number and Methylene Blue Number Analysis of Activated Carbon from Pistachio Shells by Chemical Activation. *International Journal of Chemical Reactor Engineering*, 16(2), 1–13. <https://doi.org/10.1515/ijcre-2017-0060>
- Khatoon, U. T., Nageswara Rao, G. V. S., Mohan, K. M., Ramanaviciene, A., & Ramanavicius, A. (2017). Antibacterial and antifungal activity of silver nanospheres synthesized by tri-sodium citrate assisted chemical approach. *Vacuum*, 146, 259–265. <https://doi.org/10.1016/j.vacuum.2017.10.003>
- Kibria, Md. G., Masuk, N. I., Safayet, R., Nguyen, H. Q., & Mourshed, M. (2023). Plastic Waste: Challenges and Opportunities to Mitigate Pollution and Effective Management. *International Journal of Environmental Research*, 17(1), 20. <https://doi.org/10.1007/s41742-023-00507-z>
- Kim, I., Viswanathan, K., Kasi, G., Sadeghi, K., Thanakkasaranee, S., & Seo, J. (2019). Poly(Lactic Acid)/ZnO Bionanocomposite Films with Positively Charged ZnO as Potential Antimicrobial Food Packaging Materials. *Polymers*, 11(9), 1427. <https://doi.org/10.3390/polym11091427>
- Kumar, A., & Jena, H. M. (2017). Adsorption of Cr (VI) from aqueous phase by high surface area activated carbon prepared by chemical activation with ZnCl₂. *Process Safety and Environmental Protection*, 109(Vi), 63–71. <https://doi.org/10.1016/j.psep.2017.03.032>
- Li, D., Jiang, Y., Lv, S., Liu, X., Gu, J., Chen, Q., & Zhang, Y. (2018). Preparation of plasticized poly (lactic acid) and its influence on the properties of composite materials. *PLoS ONE*, 13(3), 1–15. <https://doi.org/10.1371/journal.pone.0193520>
- Li, D., Yan, J., Liu, Z., & Liu, Z. (2016). Adsorption kinetic studies for removal of methylene blue using activated carbon prepared from sugar beet pulp. *International Journal of Environmental Science and Technology*, 13(7), 1815–1822. <https://doi.org/10.1007/s13762-016-1012-5>
- Li, F. J., Tan, L. C., Zhang, S. D., & Zhu, B. (2016). Compatibility, steady and dynamic rheological behaviors of polylactide/poly(ethylene glycol) blends. *Journal of Applied Polymer Science*, 133(4), 1–10. <https://doi.org/10.1002/app.42919>
- Li, F., Zhang, S., Liang, J., & Wang, J. (2015). Effect of polyethylene glycol on the crystallization and impact properties of polylactide-based blends. *Polymers for Advanced Technologies*, 26(5), 465–475. <https://doi.org/10.1002/pat.3475>
- Liou, T. H. (2010). Development of mesoporous structure and high adsorption capacity of biomass-based activated carbon by phosphoric acid and zinc chloride activation. *Chemical Engineering Journal*, 158(2), 129–142. <https://doi.org/10.1016/j.cej.2009.12.016>
- Liu, C., Shen, J., Yeung, K. W. K., & Tjong, S. C. (2017). Development and Antibacterial Performance of Novel Polylactic Acid-Graphene Oxide-Silver Nanoparticle Hybrid Nanocomposite Mats Prepared by Electrospinning. *ACS Biomaterials Science and Engineering*, 3(3), 471–486. <https://doi.org/10.1021/acsbiomaterials.6b00766>

- Liu, W., Ma, E., & Zhao, G. (2015). Characterization of Silver Particles in Silver-Containing Activated Carbon Fibers Prepared from Liquefied Wood. *Journal of Wood Chemistry and Technology*, 35(4), 291–301. <https://doi.org/10.1080/02773813.2014.958239>
- Liu, Z., Sun, Y., Xu, X., Qu, J., & Qu, B. (2020). Adsorption of Hg(II) in an Aqueous Solution by Activated Carbon Prepared from Rice Husk Using KOH Activation. *ACS Omega*, 5(45), 29231–29242. <https://doi.org/10.1021/acsomega.0c03992>
- Makambai Kyzy, A., & Mazhitova, A. (2023). Biotechnological valorization of sugar beet wastes into value-added products. *MANAS Journal of Engineering*, 11(1), 136–144. <https://doi.org/10.51354/mjen.1280304>
- Marzo-Gago, C., Díaz, A. B., & Blandino, A. (2023). Sugar Beet Pulp as Raw Material for the Production of Bioplastics. *Fermentation*, 9(7), 655. <https://doi.org/10.3390/fermentation9070655>
- Meng, L., & Park, S. (2014). Effect of ZnCl₂ activation on CO₂ adsorption of N-doped nanoporous carbons from polypyrrole. *Journal of Solid State Chemistry*, 218, 90–94. <https://doi.org/10.1016/j.jssc.2014.06.005>
- Minz, P., & Mishra, S. (2023). Jackfruit peel derived ZnCl₂-impregnated activated carbon: Optimization, characterization, and application in dye removal. *Biomass Conversion and Biorefinery*, 0123456789. <https://doi.org/10.1007/s13399-023-04592-0>
- Mishra, K., Siwal, S. S., Nayaka, S. C., Guan, Z., & Thakur, V. K. (2023). Waste-to-chemicals: Green solutions for bioeconomy markets. *Science of The Total Environment*, 887(December 2022), 164006. <https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2023.164006>
- Mohapatra, A. K., Mohanty, S., & Nayak, S. K. (2014). Effect of PEG on PLA/PEG blend and its nanocomposites: A study of thermo-mechanical and morphological characterization. *Polymer Composites*, 35(2), 283–293. <https://doi.org/10.1002/pc.22660>
- Naeem, S., Baheti, V., Militky, J., & Ali, A. (2019). Multifunctional polylactic acid composites filled with activated carbon particles obtained from acrylic fibrous wastes. *Polymer Composites*, 40(2), 578–590. <https://doi.org/10.1002/pc.24695>
- Narayanan, M., Loganathan, S., Valapa, R. B., Thomas, S., & Varghese, T. O. (2017). UV protective poly(lactic acid)/rosin films for sustainable packaging. *International Journal of Biological Macromolecules*, 99, 37–45. <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2017.01.152>
- Ni'mah, H., Rochmadi, R., Woo, E. M., Widiasih, D. A., & Mayangsari, S. (2019). Preparation and Characterization of Poly(L-lactic acid) Films Plasticized with Glycerol and Maleic Anhydride. *International Journal of Technology*, 10(3), 531. <https://doi.org/10.14716/ijtech.v10i3.2936>
- Nuhanović, M., Smječanin, N., Curić, N., & Vinković, A. (2021). Efficient removal of U(VI) from aqueous solution using the biocomposite based on sugar beet pulp and pomelo peel. *Journal of Radioanalytical and Nuclear Chemistry*, 328(1), 347–358. <https://doi.org/10.1007/s10967-021-07651-w>

- Önal, Y., Akmil-Başar, C., Sarıcı-Özdemir, Ç., & Erdoğan, S. (2007). Textural development of sugar beet bagasse activated with ZnCl₂. *Journal of Hazardous Materials*, 142(1–2), 138–143. <https://doi.org/10.1016/j.jhazmat.2006.07.070>
- Ortega, F., Giannuzzi, L., Arce, V. B., & García, M. A. (2017). Active composite starch films containing green synthesized silver nanoparticles. *Food Hydrocolloids*, 70, 152–162. <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2017.03.036>
- Ozdemir, I., Şahin, M., Orhan, R., & Erdem, M. (2014). Preparation and characterization of activated carbon from grape stalk by zinc chloride activation. *Fuel Processing Technology*, 125, 200–206. <https://doi.org/10.1016/j.fuproc.2014.04.002>
- Ozer, A., & Tumen, F. (2003). Cd (II) Adsorption from aqueous solution by activated carbon from sugar beet pulp impregnated with phosphoric acid. *Fresenius Environmental Bulletin*, 12(9), 1050–1058.
- Pal, A. K., & Katiyar, V. (2016). Nanoamphiphilic Chitosan Dispersed Poly(lactic acid) Bionanocomposite Films with Improved Thermal, Mechanical, and Gas Barrier Properties. *Biomacromolecules*, 17(8), 2603–2618. <https://doi.org/10.1021/acs.biomac.6b00619>
- Panneerselvam, C., Suresh, U., Abdullah Alatawi, F., Angayarkanni, J., & Murugan, K. (2022). Cigarette butt waste derived activated carbon incorporated silver nanoparticle (AC-Ag): Effective nanocomposite for anti-bacterial and anti-larval activity in wastewater remediation. *Materials Letters*, 313(October 2021), 131809. <https://doi.org/10.1016/j.matlet.2022.131809>
- Pasha, H. Y., Mohtasebi, S. S., Taherimehr, M., Tabatabaeekoloor, R., Firouz, M. S., & Javadi, A. (2023). New poly(lactic acid)-based nanocomposite films for food packaging applications. *Iranian Polymer Journal*, 32(7), 855–871. <https://doi.org/10.1007/s13726-023-01170-z>
- Peelman, N., Ragaert, P., Vandemoortele, A., Verguldt, E., Meulenaer, B. De, & Devlieghere, F. (2014). Use of biobased materials for modified atmosphere packaging of short and medium shelf-life food products. *Innovative Food Science and Emerging Technologies*, 26, 319–329. <https://doi.org/10.1016/j.ifset.2014.06.007>
- Pei, L., Zhou, J., & Zhang, L. (2013). Preparation and properties of Ag-coated activated carbon nanocomposites for indoor air quality control. *Building and Environment*, 63, 108–113. <https://doi.org/10.1016/j.buildenv.2013.02.010>
- Pereira, R. G., Veloso, C. M., da Silva, N. M., de Sousa, L. F., Bonomo, R. C. F., de Souza, A. O., Souza, M. O. da G., & Fontan, R. da C. I. (2014). Preparation of activated carbons from cocoa shells and siriguela seeds using H₃PO₄ and ZnCl₂ as activating agents for BSA and α-lactalbumin adsorption. *Fuel Processing Technology*, 126, 476–486. <https://doi.org/10.1016/j.fuproc.2014.06.001>
- Phetwarotai, W., Potiyaraj, P., & Aht-Ong, D. (2012). Characteristics of biodegradable polylactide/gelatinized starch films: Effects of starch, plasticizer, and compatibilizer. *Journal of Applied Polymer Science*, 126(S1), E162–E172. <https://doi.org/10.1002/app.36736>

- Qian, S., Sheng, K., Yao, W., & Yu, H. (2016). Poly(lactic acid) biocomposites reinforced with ultrafine bamboo-char: Morphology, mechanical, thermal, and water absorption properties. *Journal of Applied Polymer Science*, 133(20), 1–9. <https://doi.org/10.1002/app.43425>
- Qin, Y., Yang, J., & Xue, J. (2015). Characterization of antimicrobial poly(lactic acid)/poly(trimethylene carbonate) films with cinnamaldehyde. *Journal of Materials Science*, 50(3), 1150–1158. <https://doi.org/10.1007/s10853-014-8671-8>
- Rangabhashiyam, S., & Selvaraju, N. (2015). Adsorptive remediation of hexavalent chromium from synthetic wastewater by a natural and ZnCl₂ activated Sterculia guttata shell. *Journal of Molecular Liquids*, 207, 39–49. <https://doi.org/10.1016/j.molliq.2015.03.018>
- Raposo, F., De La Rubia, M. A., & Borja, R. (2009). Methylene blue number as useful indicator to evaluate the adsorptive capacity of granular activated carbon in batch mode: Influence of adsorbate/adsorbent mass ratio and particle size. *Journal of Hazardous Materials*, 165(1–3), 291–299. <https://doi.org/10.1016/j.jhazmat.2008.09.106>
- Raquez, J. M., Habibi, Y., Murariu, M., & Dubois, P. (2013). Polylactide (PLA)-based nanocomposites. *Progress in Polymer Science*, 38(10–11), 1504–1542. <https://doi.org/10.1016/j.progpolymsci.2013.05.014>
- Regiel, A., Irusta, S., Kyzioł, A., Arruebo, M., & Santamaria, J. (2013). Preparation and characterization of chitosan–silver nanocomposite films and their antibacterial activity against Staphylococcus aureus. *Nanotechnology*, 24(1), 015101. <https://doi.org/10.1088/0957-4484/24/1/015101>
- Ren, D., Zheng, S., Wu, F., Yang, W., Liu, Z., & Yang, M. (2014). Formation and evolution of the carbon black network in polyethylene/carbon black composites: Rheology and conductivity properties. *Journal of Applied Polymer Science*, 131(7), 1–9. <https://doi.org/10.1002/app.39953>
- Rhim, J. W., Hong, S. I., & Ha, C. S. (2009). Tensile, water vapor barrier and antimicrobial properties of PLA/nanoclay composite films. *LWT - Food Science and Technology*, 42(2), 612–617. <https://doi.org/10.1016/j.lwt.2008.02.015>
- Risyon, N. P., Othman, S. H., Basha, R. K., & Talib, R. A. (2020). Characterization of polylactic acid/halloysite nanotubes bionanocomposite films for food packaging. *Food Packaging and Shelf Life*, 23, 100450. <https://doi.org/10.1016/j.fpsl.2019.100450>
- Robertson, G. (2003). State-of-the-art biobased food. In E. Chiellini (Ed.), *Environmentally compatible food packaging* (pp. 3–28). Woodhead Publishing Limited. <https://doi.org/10.1533/9781845694784.1.3>
- Rojas-grau, M. A., Tapia, M. S., & Marti, O. (2008). Using polysaccharide-based edible coatings to maintain quality of fresh-cut Fuji apples. *LWT*, 41, 139–147. <https://doi.org/10.1016/j.lwt.2007.01.009>

- Rosson, E., Garbo, F., Marangoni, G., Bertani, R., Lavagnolo, M. C., Moretti, E., Talon, A., Mozzon, M., & Sgarbossa, P. (2020). Activated Carbon from Spent Coffee Grounds: A Good Competitor of Commercial Carbons for Water Decontamination. *Applied Sciences*, 10(16), 5598. <https://doi.org/10.3390/app10165598>
- Şahin, Ö., Saka, C., Ceyhan, A. A., & Baytar, O. (2015). Preparation of High Surface Area Activated Carbon from *Elaeagnus angustifolia* Seeds by Chemical Activation with ZnCl₂ in One-Step Treatment and its Iodine Adsorption. *Separation Science and Technology (Philadelphia)*, 50(6), 886–891. <https://doi.org/10.1080/01496395.2014.966204>
- Sakdapipanich, J., Rodgerd, P., & Sakdapipanich, N. (2022). A Low-Density Polyethylene (LDPE)/Macca Carbon Advanced Composite Film with Functional Properties for Packaging Materials. *Polymers*, 14(9). <https://doi.org/10.3390/polym14091794>
- Sarıcı, B. (2022). *Fındık Kabuğundan Aktif Karbon Üretimi ile Nanopartiküler Gümüş Eklenerek Aktif Karbonun Patojen Mikroorganizmalara Etkisinin Araştırılması*. İstanbul Aydın Üniversitesi.
- Saygılı, H., & Güzel, F. (2016). High surface area mesoporous activated carbon from tomato processing solid waste by zinc chloride activation: process optimization, characterization and dyes adsorption. *Journal of Cleaner Production*, 113(December), 995–1004. <https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2015.12.055>
- Sen, K., & Mondal, N. K. (2021). Statistical optimization of glyphosate adsorption by silver nanoparticles loaded activated carbon: Kinetics, isotherms and thermodynamics. In *Environmental Nanotechnology, Monitoring and Management* (Vol. 16). <https://doi.org/10.1016/j.enmm.2021.100547>
- Şencan, A., Karaboyacı, M., & Kılıç, M. (2015). Determination of lead(II) sorption capacity of hazelnut shell and activated carbon obtained from hazelnut shell activated with ZnCl₂. *Environmental Science and Pollution Research*, 22(5), 3238–3248. <https://doi.org/10.1007/s11356-014-2974-9>
- Shah, G., Singh, D., Sahota, S., & Ghosh, P. (2020). Towards Waste Valorization: A Promising and Sustainable Approach of Waste Management. In A. Singh, S. Srivastava, D. Rathore, & D. Pant (Eds.), *Environmental Microbiology and Biotechnology: Volume 1, Biovalorization of Solid Wastes and Wastewater Treatment* (pp. 19–34). Springer. https://doi.org/10.1007/978-981-15-6021-7_2
- Shameli, K., Ahmad, M. Bin, Md Zin Wan Yunus, W., Ibrahim, N. A., Rahman, R. A., Jokar, M., & Darroudi, M. (2010). Silver/poly (lactic acid) nanocomposites: Preparation, characterization, and antibacterial activity. *International Journal of Nanomedicine*, 5(1), 573–579. <https://doi.org/10.2147/ijn.s12007>
- Shankar, S., Rhim, J.-W., & Won, K. (2018). Preparation of poly(lactide)/lignin/silver nanoparticles composite films with UV light barrier and antibacterial properties. *International Journal of Biological Macromolecules*, 107, 1724–1731. <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2017.10.038>

- Shankar, S., Wang, L., & Rhim, J. (2018). Incorporation of zinc oxide nanoparticles improved the mechanical, water vapor barrier, UV-light barrier, and antibacterial properties of PLA-based nanocomposite films. *Materials Science and Engineering C*, 93, 289–298. <https://doi.org/10.1016/j.msec.2018.08.002>
- Sharma, P., Gaur, V. K., Gupta, S., Varjani, S., Pandey, A., Gnansounou, E., You, S., Ngo, H. H., & Wong, J. W. C. (2022). Trends in mitigation of industrial waste: Global health hazards, environmental implications and waste derived economy for environmental sustainability. *Science of the Total Environment*, 811, 152357. <https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2021.152357>
- Shi, X., Zhang, G., Phuong, T. V., & Lazzeri, A. (2015). Synergistic effects of nucleating agents and plasticizers on the crystallization behavior of Poly(lactic acid). *Molecules*, 20(1), 1579–1593. <https://doi.org/10.3390/molecules20011579>
- Singh, J., Laurenti, R., Sinha, R., & Frostell, B. (2014). Progress and challenges to the global waste management system. *Waste Management and Research*, 32(9), 800–812. <https://doi.org/10.1177/0734242X14537868>
- Sıfır Atık. (2024, 25 Mayıs). Atık Türleri. <https://sifiratik.gov.tr/atikTurleri>
- Sobhan, A., Muthukumarappan, K., Wei, L., Van Den Top, T., & Zhou, R. (2020). Development of an activated carbon-based nanocomposite film with antibacterial property for smart food packaging. *Materials Today Communications*, 23, 101124. <https://doi.org/10.1016/j.mtcomm.2020.101124>
- Su, Z., Huang, K., & Lin, M. (2012). Thermal and Mechanical Properties of Poly(lactic acid)/Modified Carbon Black Composite. *Journal of Macromolecular Science, Part B*, 51(8), 1475–1484. <https://doi.org/10.1080/00222348.2011.632741>
- Sudhakar, P., & Soni, H. (2018). Catalytic reduction of Nitrophenols using silver nanoparticles-supported activated carbon derived from agro-waste. In *Journal of Environmental Chemical Engineering* (Vol. 6, Issue 1, pp. 28–36). <https://doi.org/10.1016/j.jece.2017.11.053>
- Sun, S., Yu, Q., Li, M., Zhao, H., & Wu, C. (2019). Preparation of coffee-shell activated carbon and its application for water vapor adsorption. *Renewable Energy*, 142, 11–19. <https://doi.org/10.1016/j.renene.2019.04.097>
- Swaroop, C., & Shukla, M. (2018). Mechanical, Optical and Antibacterial Properties of Polylactic Acid/Polyethylene Glycol Films Reinforced with MgO Nanoparticles. *Materials Today: Proceedings*, 5(9), 20711–20718. <https://doi.org/10.1016/j.matpr.2018.06.455>
- Tajari, N., Sadrnia, H., & Hosseini, F. (2022). Effects of ZnO nanoparticles , plasticizer , and emulsifier on PLA films properties and mechanical aging stability. *Research Square*. <https://doi.org/https://doi.org/10.21203/rs.3.rs-1783654/v1>
- Tang, C., Sun, W., & Yan, W. (2014). Green and facile fabrication of silver nanoparticles loaded activated carbon fibers with long-lasting antibacterial activity. *RSC Advances*, 4(2), 523–530. <https://doi.org/10.1039/c3ra44799e>

- Tang, Z., Fan, F., Zhuangzhuang, C., Chunli, F., & Qin, Y. (2020). Barrier Properties and Characterizations of Poly(lactic Acid)/ZnO Nanocomposites. *Molecules*, 25, 1–12. <https://doi.org/10.3390/molecules25061310>
- Trinh, V. T., Nguyen, T. M. P., Van, H. T., Hoang, L. P., Nguyen, T. V., Ha, L. T., Vu, X. H., Pham, T. T., Nguyen, T. N., Quang, N. V., & Nguyen, X. C. (2020). Phosphate Adsorption by Silver Nanoparticles-Loaded Activated Carbon derived from Tea Residue. *Scientific Reports*, 10(1), 3634. <https://doi.org/10.1038/s41598-020-60542-0>
- TÜİK. (2024, 27 Mayıs). Bitkisel Üretim 1.Tahmini, 2024. <https://data.tuik.gov.tr/Bulten/Index?p=Bitkisel-Uretim-1.Tahmini-2024-53449>
- Ülkeryıldız Balçık, E., Torun, M., & Şahin Nadeem, H. (2020). Gıda Atıklarından Aktif Karbon Üretimi ve Aktif Karbonun Gıda Endüstrisinde Uygulamaları. *Gıda*, 45(2), 217–229. <https://doi.org/10.15237/gida.GD19127>
- Üner, O., Geçgel, Ü., & Bayrak, Y. (2019). Preparation and characterization of mesoporous activated carbons from waste watermelon rind by using the chemical activation method with zinc chloride. *Arabian Journal of Chemistry*, 12(8), 3621–3627. <https://doi.org/10.1016/j.arabjc.2015.12.004>
- Van, H. T., Nguyen, T. M. P., Thao, V. T., Vu, X. H., Nguyen, T. V., & Nguyen, L. H. (2018). Applying Activated Carbon Derived from Coconut Shell Loaded by Silver Nanoparticles to Remove Methylene Blue in Aqueous Solution. *Water, Air, and Soil Pollution*, 229(12). <https://doi.org/10.1007/s11270-018-4043-3>
- Vasile, C., Stoleru, E., Darie-Nița, R. N., Dumitriu, R. P., Pamfil, D., & Tarțau, L. (2019). Biocompatible Materials Based on Plasticized Poly(lactic acid), Chitosan and Rosemary Ethanolic Extract I. Effect of Chitosan on the Properties of Plasticized Poly(lactic acid) Materials. *Polymers*, 11(6), 941. <https://doi.org/10.3390/polym11060941>
- Vasile, C., Tudorachi, N., Zaharescu, T., Darie-Nita, R. N., & Cheaburu-Yilmaz, C. N. (2020). Study on Thermal Behavior of Some Biocompatible and Biodegradable Materials Based on Plasticized PLA, Chitosan, and Rosemary Ethanolic Extract. *International Journal of Polymer Science*, 2020. <https://doi.org/10.1155/2020/4269792>
- Wadhwa, M., & Bakshi, S. P. M. (2013). Utilization of fruit and vegetable wastes as livestock feed and as substrates for generation of other value-added products. In *RAP Publication 2013-04 (FAO)*. <http://www.fao.org/webtranslate-widget.systransoft.com/docrep/018/i3273e/i3273e.pdf>
- Wang, F., Sun, Z., Yin, J., & Xu, L. (2019). Preparation, characterization and properties of porous PLA/PEG/curcumin composite Nanofibers for antibacterial application. *Nanomaterials*, 9(4). <https://doi.org/10.3390/nano9040508>
- Wibawa, P. J., Nur, M., Asy'ari, M., Wijanarka, W., Susanto, H., Sutanto, H., & Nur, H. (2021). Green synthesized silver nanoparticles immobilized on activated carbon nanoparticles: Antibacterial activity enhancement study and its application on textiles fabrics. *Molecules*, 26(13), 1–14. <https://doi.org/10.3390/molecules26133790>

- Witek-Krowiak, A., Chojnacka, K., Podstawczyk, D., Dawiec, A., & Pokomeda, K. (2014). Application of response surface methodology and artificial neural network methods in modelling and optimization of biosorption process. *Bioresource Technology*, 160, 150–160. <https://doi.org/10.1016/j.biortech.2014.01.021>
- Wu, Q., Bai, H., Yang, X., & Zhu, J. (2021). Significantly increasing the interfacial adhesion of carbon fiber composites via constructing a synergistic hydrogen bonding network by vacuum filtration. *Composites Part B: Engineering*, 225(July), 109300. <https://doi.org/10.1016/j.compositesb.2021.109300>
- Yang, F. C., Wu, K. H., Liu, M. J., Lin, W. P., & Hu, M. K. (2009). Evaluation of the antibacterial efficacy of bamboo charcoal/silver biological protective material. *Materials Chemistry and Physics*, 113(1), 474–479. <https://doi.org/10.1016/j.matchemphys.2008.07.126>
- Yang, P., Li, H., Liu, Q., Dong, H., Duan, Y., & Zhang, J. (2018). Plasticization of Poly (lactic) acid Film as a Potential Coating Material. *IOP Conference Series: Earth and Environmental Science*, 108(2), 022062. <https://doi.org/10.1088/1755-1315/108/2/022062>
- Yin, I. X., Zhang, J., Zhao, I. S., Mei, M. L., Li, Q., & Chu, C. H. (2020). The antibacterial mechanism of silver nanoparticles and its application in dentistry. *International Journal of Nanomedicine*, 15, 2555–2562. <https://doi.org/10.2147/IJN.S246764>
- Yuniarto, K., Welt, B. A., Hanafi, F., Foliatini, J., & Irawan, Candra. (2017). Morphological, Thermal and Oxygen Barrier Properties Plasticized Film Polylactic Acid. *Journal of Applied Packaging Research*, 9(3), 1–9. <https://repository.rit.edu/japr/vol9/iss3/6>
- Zhang, G., Zhang, R., & Wang, F. (2021). Fast formation kinetics of methane hydrates loaded by silver nanoparticle coated activated carbon (Ag-NP@AC). In *Chemical Engineering Journal* (Vol. 417). <https://doi.org/10.1016/j.cej.2021.129206>
- Zhang, L., Huang, C., Xu, Y., Huang, H., Zhao, H., Wang, J., & Wang, S. (2020). Synthesis and characterization of antibacterial polylactic acid film incorporated with cinnamaldehyde inclusions for fruit packaging. *International Journal of Biological Macromolecules*, 164, 4547–4555. <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2020.09.065>
- Zhang, L., & Sun, X. (2018). Influence of sugar beet pulp and paper waste as bulking agents on physical, chemical, and microbial properties during green waste composting. *Bioresource Technology*, 267(May), 182–191. <https://doi.org/10.1016/j.biortech.2018.07.040>
- Zhong, J., Wang, E., Sun, Y., Yin, N., Tian, S., Ying, W., Li, W., & Zhang, W. (2023). Fabrication of Phytic Acid/Urea Co-Modified Bamboo Biochar and Its Application as Green Flame Retardant for Polylactic Acid Resins. *Polymers*, 15(2). <https://doi.org/10.3390/polym15020360>
- Ziemiński, K., Romanowska, I., & Kowalska, M. (2012). Enzymatic pretreatment of lignocellulosic wastes to improve biogas production. *Waste Management*, 32(6), 1131–1137. <https://doi.org/10.1016/j.wasman.2012.01.016>

ÖZGEÇMİŞ

Ad-Soyad : Sinem GÜNEŞ

ÖĞRENİM DURUMU:

- **Lisans** : 2013, Bursa Uludağ Üniversitesi, Ziraat Fakültesi, Gıda Mühendisliği
- **Yükseklisans** : 2016, Sakarya Üniversitesi, Gıda Mühendisliği Anabilim Dalı

MESLEKİ DENEYİM:

- 2017 yılından beri Harran Üniversitesi'nde Öğretim Görevlisi olarak görev yapmaktadır.

DİĞER ESERLER:

- Bektas, T.E., Angin, D., Gunes, S. 2018. Production And Characterization Of Activated Carbon Prepared From Orange Pulp And Utilization For The Removal Of Phosphate İons, *Fresenius Environmental Bulletin*, 27, 7973–7982.
- Angin, D., Güneş, S. 2021. The Usage Of Orange Pulp Activated Carbon In The Adsorption of 2,4-dichlorophenoxy Acetic Acid From Aqueous Solutions. *International Journal of Phytoremediation*, 23(4), 436–444.
- Güneş, S., Angin, D. 2021. Kinetic, İsotherm, And Thermodynamic Studies Of Reactive Orange 13 Adsorption Onto Activated Carbon Obtained From Orange Pulp, *Desalination and Water Treatment*, 214, 420–432.
- Angin, D., Güneş, S., Ateş, A., Selengil, U., Altıntığ, E., Tan, B., & Demirel, H. 2021. Effect Of Activated Carbon Produced From Biochar On Removal Of 2, 4-Dichlorophenoxy Acetic Acid From Aqueous Solutions. *Indian Journal of Chemical Technology*, 28, 701–708.
- Gunes, S., Angin, D., Ates, A., Tan, B., Selengil, U., Demirel, H. 2022. Assessment Of Orange Pulp Derived Activated Carbon As An Eco-Friendly Adsorbent In Reactive Blue 49 Removal, *Fresenius Environmental Bulletin*, 31, 9791–9800.