

T.C.
İSTANBUL SABAHATTİN ZAİM ÜNİVERSİTESİ
LİSANSÜSTÜ EĞİTİM ENSTİTÜSÜ
GIDA MÜHENDİSLİĞİ ANABİLİM DALI
GIDA MÜHENDİSLİĞİ BİLİM DALI

NANO/KUANTUM PARTİKÜL BAZLI YAPILARIN
GIDA NANOTEKNOLOJİSİ UYGULAMALARI:
MİKROPLASTİK KİRLİLİĞİ İÇİN NANOMAGNETİK
PLASTİKLER
VE
FLORESAN NİŞASTA ELDESİ

YÜKSEK LİSANS TEZİ

Filiz SAMAN

İstanbul

Eylül - 2022

T.C.
İSTANBUL SABAHATTİN ZAİM ÜNİVERSİTESİ
LİSANSÜSTÜ EĞİTİM ENSTİTÜSÜ
GIDA MÜHENDİSLİĞİ ANABİLİM DALI
GIDA MÜHENDİSLİĞİ BİLİM DALI

NANO/KUANTUM PARTİKÜL BAZLI YAPILARIN GIDA
NANOTEKNOLOJİSİ UYGULAMALARI:
MİKROPLASTİK KİRLİLİĞİ İÇİN NANOMAGNETİK
PLASTİKLER

VE
FLORESAN NİŞASTA ELDESİ

YÜKSEK LİSANS TEZİ

Filiz SAMAN

Tez Danışmanı
Dr. Öğr. Üyesi Osman ARSLAN

İstanbul
Eylül - 2022

TEZ ONAYI

Lisansüstü Eğitim Enstitüsü Müdürlüğüne,

Bu çalışma, jürimiz tarafından Gıda Mühendisliği Anabilim Dalı, Gıda Mühendisliği Bilim Dalında YÜKSEK LİSANS TEZİ olarak kabul edilmiştir.

Danışman Dr. Öğr. Üyesi Osman ARSLAN

Üye Doç. Dr. İbrahim GÜLSEREN

Üye Prof. Dr. Yüksel ABALI

Onay

Yukarıdaki imzaların, adı geçen öğretim üyelerine ait olduğunu onaylarım.

Doç. Dr. Erhan İÇENER

Enstitü Müdürü

BİLİMSEL ETİK BİLDİRİMİ

Yüksek lisans tezi olarak hazırladığım “**Nano/Kuantum Partikül Bazlı Yapıların Gıda Nanoteknolojisi Uygulamaları: Mikroplastik Kirliliği İçin Nanomagnetik Plastikler Ve Floresan Nişasta Eldesi**” adlı çalışmanın öneri aşamasından sonuçlandığı aşamaya kadar geçen süreçte bilimsel etiğe ve akademik kurallara özenle uyduğumu, tez içindeki tüm bilgileri bilimsel ahlak ve gelenek çerçevesinde elde ettiğimi, tez yazım kurallarına uygun olarak hazırladığımı, bu çalışmamda doğrudan veya dolaylı olarak yaptığım her alıntıya kaynak gösterdiğimi ve yararlandığım eserlerin kaynakçada gösterilenlerden oluştuğunu beyan ederim.

Filiz SAMAN

ÖN SÖZ

Araştırmamdaki her aşamada bana yardımcı olan, nanoteknoloji ile ilgili multidisipliner bir yola adım atmamı sağlayarak ilerlememi destekleyen, yüksek lisans eğitimim esnasında mentorluk, rehberlik, yöntem ve yol gösterme anlamlarında desteklerini esirgemeyen değerli tez danışmanım Dr. Öğr. Üyesi Osman Arslan'a teşekkür ederim. Eğitim hayatımdaki destekleri, eğitiminde alan dersleriyle bakış açımı ve ufkumu genişletmesindeki desteklerinden ötürü Doç. Dr. İbrahim Gülseren'e, Doç. Dr. Mustafa Yaman'a ve Doç. Dr. Banu Metin'e, yönlendirmeleri ve yorumları ile destek olan Prof. Dr. Yüksel Abalı'ya, lisans ve yüksek lisans eğitimim boyunca benden desteklerini esirgemeyen bütün hocalarıma ve arkadaşlarıma teşekkürlerimi sunarım.

Eğitim hayatımda maddi manevi desteklerinden ötürü, her an teşvik ettiği eğitim yönelimimi, yaptığım işleri elimden gelenin en iyisi olacak şekilde yapmamı öğütleyen hayatı öğrenme yolculuğumda eşlik eden değerli annem Zekine Saman'a, büyüme ve öğrenme yolculuğumda eli üstümde olan babam Abdulkadir Saman'a, maddi ve manevi destekleriyle hayatımın her zamanında olduğu gibi yüksek lisans eğitimimde de beni destekleyen biricik ablam Kudret Saman'a, abilerim Sabri Saman'a, Hasan Saman'a ve Mahmut Saman'a teşekkür ederim.

Birçok yolculuğa beraber başladığımız ve birbirimize her konuda destek olduğumuz dostum Ebru Al'a, yüksek lisans eğitimimin hayatıma kazandırdığı değerli dostlarım Sebahat Şişman ve Tuğçe Yazıcı'ya, lisans eğitimimden bu yana her konuda benden desteklerini esirgemeyen dostum Hatice Eraslan'a, pandemi döneminde sağladığı lojistik destekten ötürü Fethi amcaya ve Şişman ailesine teşekkür ederim.

Yüksek lisans bursu için Türkiye Bilimsel ve Teknolojik Araştırma Kurumu (TÜBİTAK) Bilim İnsanı Destek Programları Başkanlığı (BİDEB) tarafından yürütülen BİDEB 2210-A'ya teşekkür ederim.

Filiz SAMAN

İstanbul- 2022

ÖZET

**NANO/KUANTUM PARTİKÜL BAZLI YAPILARIN GIDA
NANOTEKNOLOJİSİ UYGULAMALARI: MİKROPLASTİK
KİRLİLİĞİ İÇİN NANOMAGNETİK PLASTİKLER VE
FLORESAN NİŞASTA ELDESİ**

Filiz SAMAN

Yüksek Lisans, Gıda Mühendisliği

Tez danışmanı: Dr. Öğr. Üyesi Osman ARSLAN

Eylül, 2022 - 192 Sayfa

Bu çalışmada nanoyapıların doğal ve yapay polimerler ile nanokompozit hale getirilerek nanomagnetik ve floresans uygulamaların gerçekleştirilmesi amaçlanmıştır. Mikroplastik kirliliği ciddi boyutlarda etkiye sahip olup özellikle gıda kaynaklı ürünlere geçerek tüketilebilen tehlikeli bir yapay maddedir. Bu yapay maddenin geri dönüşümü için, oluşum metotları ve dağılım yolları incelendiğinde, çözüm önerisi olarak, magnetik duyarlılığı güçlü mıknatıslar ile kontrol edilebilen nanoplastik malzemelerin üretimi fikri ortaya konmuştur. Magnetik özellikleri moleküler boyutlarda kontrol edilebilen magnetik nanopartikül katkılı nanoplastikler üretilerek mikroplastik halinde iken doğaya saçıldıklarında etkin mıknatıslanma ile toplanabilen plastik malzemeler üretilmiştir. Bu amaçla kimyasal ve yüzey özellikleri kontrol edilen manyetit (Fe_3O_4) nanopartikülleri üretilerek karakterize edilmiş ve maksimum manyetik momente sahip olan nanopartiküller seçilerek, farklı konsantrasyonlarda selüloz asetat polimer çözeltisine ilave edilmiş ve polimer-nanokompozit çözeltisi hazırlanmıştır. Bu çözeltiler elektrospin tekniği ile nanofiber haline dönüştürülerek fiziksel, kimyasal, morfolojik ve atomik analizler gerçekleştirilmiştir. Güçlü mıknatıslarla bu nanomagnetik mikroplastiklerin saptanan oranlarda nanopartikül içerdiğinde, doğadan toplanacak karaktere dönüştürülebildiği gözlenmiştir. Fe_3O_4 nanopartikülleri çokça kez hücresel boyutta, yüksek miktarlarda negatif etki göstermediğinden mikroplastikler için nanopartikül bazlı bir geri dönüşüm tekniği geliştirilmiştir. Bir diğer çalışmada ise nişastanın floresan barkod niteliği taşıması amaçlanarak Si kuantum partikülleri ile modifikasyonu sağlanmış ve Si kuantum partikülleri farklı konsantrasyon ve süreler kullanılarak nişastanın kimyasal

modifikasyonu gerekleřtirilmiřtir. Modifiye floresan niřastanın fiziksel ve kimyasal yapısı birok farklı teknikle kristalinite deęiřimi ile beraber karakterize edilmiřtir. Bu sayede fotolüminesan spektroskopisi analiz sonuçları göstermektedir ki farklı dalga boylarındaki uyarılmalarda modifiye niřasta tıpkı Si kuantum partiküllerinin kendisi gibi belirli bir dalga boyunda emisyonu sahip olduęu belirlenmiřtir. Sonuç olarak kuantum partikül veya nanopartikül bazlı yapıların evre ve gıda uygulamalarında moleküler yaklařımlarla kullanılabildeęi ve elde edilen yeni malzemelerin birok farklı soruna özüm getirebildięi ortaya konulmuřtur.

Anahtar Kelimeler: Nanopartikül, kuantum partikül, nanofiber, mikroplastik kirlilięi, floresan, niřasta modifikasyonu

ABSTRACT

**FOOD NANOTECHNOLOGY APPLICATIONS OF
NANO/QUANTUM PARTICLE BASED STRUCTURES:
NANOMAGNETIC PLASTICS FOR MICROPLASTIC
POLLUTION RECOVERY AND FLUORESCENT STARCH**

Filiz SAMAN

Master of Science, Food Engineering

Supervisor: Asst. Prof. Dr. Osman ARSLAN

September, 2022 - 192 Pages

In this study, it is aimed to realize nanomagnetic and fluorescence applications by making nanostructures nanocomposite with natural and artificial polymers. Microplastic pollution is a dangerous artificial substance that has a serious impact and can be consumed incorrectly, especially in food-borne products. For the recycling of this artificial substance, when the formation methods and distribution ways are examined, the idea of producing nanoplastic materials that can be controlled with magnets with strong magnetic susceptibility has been put forward as a solution proposal. By producing magnetic nanoparticle added nanoplastics, whose magnetic properties can be controlled at molecular dimensions, plastic materials that can be collected by effective magnetization when they are scattered in the nature while in microplastic form have been produced. For this purpose, magnetite (Fe_3O_4) nanoparticles with controlled chemical and surface properties were produced and characterized and nanoparticles with maximum magnetic moment were selected, added to cellulose acetate polymer solution at different concentrations, and polymer-nanocomposite solution was prepared. These solutions were converted into nanofibers by electrospin technique and physical, chemical, morphological and atomic analyzes were carried out. It has been observed that when these nanomagnetic microplastics contain nanoparticles in determined proportions with strong magnets, they can be transformed into characters to be collected from nature. A nanoparticle-based recycling technique has been developed for microplastics, since Fe_3O_4 nanoparticles often do not show negative effects at the cellular level in high amounts. In another study, starch was modified with Si quantum particles, aiming to have fluorescent

barcode quality, and chemical modification of starch was carried out using Si quantum particles at different concentrations and times. The physical and chemical structure of modified fluorescent starch has been characterized with crystallinity change by many different techniques. In this way, the PL results show that the modified starch has emission at a certain wavelength, just like the Si quantum particles themselves, in excitations at different wavelengths. As a result, it has been revealed that quantum particle or nanoparticle-based structures can be used with molecular approaches in environmental and food applications, and the new materials obtained can provide solutions to many different problems.

Keywords: Nanoparticle, quantum dots, nanofiber, microplastic pollution, fluorescent, modification of starch

İÇİNDEKİLER

TEZ ONAYI	i
BİLİMSEL ETİK BİLDİRİMİ.....	ii
ÖN SÖZ.....	iii
ÖZET.....	iv
ABSTRACT	vi
İÇİNDEKİLER	viii
TABLolar LİSTESİ.....	xi
ŞEKİLLER LİSTESİ.....	xii
SEMBOLLER LİSTESİ.....	xxi
BİRİNCİ BÖLÜM.....	1
GİRİŞ	1
İKİNCİ BÖLÜM	3
LİTERATÜR TARAMASI	3
2.1. Nanoyapılar: Tanım ve Genel Bilgiler	3
2.1.1. Nanopartiküllerin Sentezi.....	5
2.1.2. Manyetik Nanopartiküller	7
2.1.3. Silisyum Kuantum Partikülleri.....	10
2.1.4. Metaloksit Partiküllerinin Stabilizasyonu	11
2.1.5. Nanolifler	12
2.1.6. Elektrospin	13
2.1.6.1. Elektroğirmeyi Etkileyen Faktörler.....	14

2.2. Plastikler: Tanım ve Genel Bilgiler.....	16
2.2.1. Mikroplastikler.....	18
2.2.2. Mikroplastiklerin Gıdalara Geçişi ve Çözüm Önerileri.....	27
2.3. Nişasta: Tanım ve Genel Bilgiler.....	28
2.3.1. Nişasta Modifikasyonu	30
ÜÇÜNCÜ BÖLÜM	34
ARAŞTIRMA YÖNTEMİ.....	34
3.1. Materyal	34
3.1.1. Kullanılan Kimyasallar	34
3.1.2. Kullanılan Cihazlar	35
3.1.2.1. Fe ₃ O ₄ nanopartikül sentezi ve Fe ₃ O ₄ dekore edilen Selüloz Asetat Fiberlerinin Analizleri:.....	35
3.1.2.2. Si kuantum partikül sentezi ve Si kuantum partikül ile modifiye edilen patates nişasta granüllerinin analizleri:	37
3.2. Metot	38
3.2.1. Fe ₃ O ₄ Nanopartikül Sentezi ve Karakterizasyonu	38
3.2.2. Elektroğirme Solüsyonunun Hazırlanması ve Elektroğirme	39
3.2.3. Silisyum Kuantum Partiküllerinin Sentezi ve Karakterizasyonu.....	40
3.2.4. Nişastanın Modifikasyonu ve Karakterizasyonu	41
DÖRDÜNCÜ BÖLÜM	42
BULGULAR VE TARTIŞMA	42
4.1. Sentezlenen Fe ₃ O ₄ Nanopartiküllerinin Kristal Özellikleri	42
4.1.2. Fe ₃ O ₄ Nanopartikül Sentezinin Kontrollü Geliştirilmesi ve Alkali Etkisi... 52	
4.2. Fe ₃ O ₄ Nanopartikül İlaveli Nanofiberlerin Karakterizasyonu	94
4.2.1. Kullanılan Partikül Konsantrasyonunun Etkisi.....	94

4.3. Silisyum Kuantum Partikülü Sentezinin Kontrollü Geliştirilmesi.....	124
4.3.1. Konsantrasyonunun Etkisi	124
4.4. Modifiye Nişastanın Karakterizasyonu	128
SONUÇ.....	142
KAYNAKÇA	146
EKLER.....	168
ÖZGEÇMİŞ.....	169

TABLolar LİSTESİ

Tablo 3.1: Kullanılan kimyasalların isimleri ve formülleri	34
Tablo 3.2: Fe ₃ O ₄ nanopartiküllerinin farklı parametreler ile sentezi	38
Tablo 3.3: Üretilen nanofiberler ve değişen parametreler	39
Tablo 3.4: Kuantum partikülü sentezindeki farklı parametreler	41
Tablo 3.5: Modifiye nişasta üretimindeki değişken parametreler.....	41
Tablo 4.1: Fe ₃ O ₄ nanopartiküllerinin farklı parametreler ile sentezi	42
Tablo 4.2: İlgili kırınım düzlemleriyle birlikte manyetit (Fe ₃ O ₄) için standart 2θ değerleri ve şiddetleri (JCPDS dosyası, No. 19-0629) (Yu ve Kwak, 2010).....	43
Tablo 4.3: Nanopartiküllerin maksimum manyetik momentleri.....	53
Tablo 4.4: Manyetit nanopartiküllerin XPS analizi ile atomik kompozisyonu.....	85
Tablo 4.5: Üretilen nanofiberler ve değişen parametreler	108
Tablo 4.6: EDX yöntemi ile yapılan atom analizi.....	120
Tablo 4.7: XPS ve EDX yöntemi ile yapılan atom analizlerinin karşılaştırılması...	135

ŞEKİLLER LİSTESİ

Şekil 2.1: Nanoyapıların (a: ilaç endüstrisinde, b: havacılık endüstrisinde, c: gıda ve paketlenme endüstrisinde, d: filtrasyon sistemlerinde, e: yüzey kaplama uygulamalarında, f: sensör uygulamalarında, g: tekstil endüstrisinde, h: kozmetik uygulamalarda) kullanım alanları	4
Şekil 2.2: Nanopartiküllerin “(bottom up) aşağıdan yukarıya-yukarıdan aşağıya (top down)” sentez modeli ve nanopartiküllerin sentezi için farklı yöntemler	5
Şekil 2.3: Zamanın bir fonksiyonu olarak çekirdeklenmeden önce ve sonra moleküler olarak çözülmüş kükürt konsantrasyonunun şematik gösterimi Kaynak: LaMer ve Dinegar, 1950.....	6
Şekil 2.4: Manyetit doğal görünümü ve sentetik olarak sentezlenen Fe_3O_4 nanopartiküllerin görünümü.....	8
Şekil 2.5: Manyetit (Fe_3O_4) birim hücresi için şematik diyagram.....	9
Şekil 2.6: Silisyum kuantum partiküllerinin büyümesi ve bileşimi	10
Şekil 2.7: Metal kolloid partiküllerin elektrostatik, sterik ve elektrosterik stabilizasyonunun şematik gösterimi	11
Şekil 2.8: Elektroeğirme düzeneğinin şematik gösterimi	14
Şekil 2.9: Monomerlerden polimerlerin oluşumu	17
Şekil 2.10: Mikroplastiklerin oluşumu ve plastik döngüsü.....	18
Şekil 2.11: Dünyanın okyanus sularındaki yüzey plastik sayısı tahminleri Kaynak: Eriksen vd., 2014	20
Şekil 2.12: Mikroplastiklerin çeşitli yollarla insan vücuduna girmesini gösteren bir model.....	25
Şekil 2.13: Nişastanın kimyasal gösterimi	29
Şekil 2.14: (a): Nişasta modifikasyonunun akım şeması, (b): Si kuantum partiküllerinin nişasta modifikasyonu esnasında yapması beklenen kimyasal reaksiyon, (c): modifiye nişastanın kimyasal olarak tahmin edilen son hali.	32

Şekil 3.1: Manyetik nanofiberlerin üretimi ve karakterizasyonu akım şeması	40
Şekil 4.1: MNP1'in XRD analizi	43
Şekil 4.2: MNP2'nin XRD analizi	44
Şekil 4.3: MNP3'ün XRD analizi	45
Şekil 4.4: MNP4'ün XRD analizi	45
Şekil 4.5: MNP5'in XRD analizi	46
Şekil 4.6: MNP6'nın XRD analizi	46
Şekil 4.7: MNP7'nin XRD analizi	47
Şekil 4.8: MNP8'in XRD analizi	48
Şekil 4.9: Fe ³⁺ başlangıç maddesi olarak Fe(NO ₃) ₃ .9H ₂ O'ın kullanıldığı manyetit nanopartiküllerin alkali konsantrasyonu değişkenliğine göre XRD spektrumunun çakıştırılmış hali	48
Şekil 4.10: MNP9'un XRD analizi	49
Şekil 4.11: MNP10'un XRD analizi	49
Şekil 4.12: MNP11'in XRD analizi	50
Şekil 4.13: Fe ³⁺ başlangıç maddesi olarak FeCl ₃ 'ün kullanıldığı manyetit nanopartiküllerinin alkali konsantrasyonu değişkenliğine göre XRD spektrumunun çakıştırılmış hali	50
Şekil 4.14: MNP6 ve MNP10'un XRD analizi	51
Şekil 4.15: Üretilen manyetit nanopartiküllerinin görüntüsü	52
Şekil 4.16: MNP4'ün histerezis döngüsü	54
Şekil 4.17: MNP5'in histerezis döngüsü	54
Şekil 4.18: MNP6'nın histerezis döngüsü	55
Şekil 4.19: MNP7'nin histerezis döngüsü	56
Şekil 4.20: MNP8'in histerezis döngüsü	56
Şekil 4.21: MNP9'un histerezis döngüsü	57

Şekil 4.22: MNP10'un histerezis döngüsü	57
Şekil 4.23: MNP11'in histerezis döngüsü	58
Şekil 4.24: Üretilen nanopartiküllerin karşılaştırmalı histerezis döngüleri	59
Şekil 4. 25: MNP6 ve MNP10'un histerezis döngüleri	60
Şekil 4.26: Farklı Fe ³⁺ öncül maddeler ile sentezlenen nanopartiküllerde alkali konsantrasyonuna göre manyetik momentteki değişim	60
Şekil 4.27: MNP1, MNP2 ve MNP3'ün geniş aralıktaki FT-IR spektrumu ve 550-650 cm ⁻¹ aralığındaki FT-IR spektrumu.....	61
Şekil 4.28: MNP4, MNP5 ve MNP6'nın geniş aralıktaki FT-IR spektrumu ve 550-650 cm ⁻¹ aralığındaki FT-IR spektrumu.....	62
Şekil 4.29: MNP7 ve MNP8'in geniş aralıktaki FT-IR spektrumu ve 550-650 cm ⁻¹ aralığındaki FT-IR spektrumu.....	63
Şekil 4.30: MNP9, MNP10 ve MNP11'in geniş aralıktaki FT-IR spektrumu ve 550-650 cm ⁻¹ aralığındaki FT-IR spektrumu.....	64
Şekil 4.31: MNP6 ve MNP10'un FT-IR spektrumu ve yüksek çözünürlüklü FT-IR spektrumu.....	65
Şekil 4.32: MNP1'in UV Vis spektrumu	67
Şekil 4.33: MNP2'nin UV Vis spektrumu	67
Şekil 4.34: MNP3'ün UV Vis spektrumu	68
Şekil 4.35: MNP4'ün UV Vis spektrumu	68
Şekil 4.36: MNP5'in UV Vis spektrumu	69
Şekil 4.37: MNP6'nın UV Vis spektrumu	69
Şekil 4.38: MNP7'nin UV Vis spektrumu	70
Şekil 4.39: MNP8'in UV Vis spektrumu	70
Şekil 4.40: MNP9'un UV Vis spektrumu	71
Şekil 4.41: MNP10'un UV Vis spektrumu	71
Şekil 4.42: MNP11'in UV Vis spektrumu	72

Şekil 4.43: Aynı alkali konsantrasyonundaki Fe ₃ O ₄ nanopartiküllerinin UV Vis spektrumları.....	72
Şekil 4.44: Fe ³⁺ kaynağının nitrat olduğu partiküllerin UV Vis spektrumunun çakıştırılmış görünümü	73
Şekil 4.45: Fe ³⁺ kaynağının klor olduğu partiküllerin UV Vis spektrumunun çakıştırılmış görünümü	74
Şekil 4.46: MNP4'ün geniş spektrumlu XPS analizi ve yüksek çözünürlüklü XPS analizi	75
Şekil 4.47: MNP5'in geniş spektrumlu XPS analizi ve yüksek çözünürlüklü XPS analizi	76
Şekil 4.48: MNP6'nın geniş spektrumlu XPS analizi ve yüksek çözünürlüklü XPS analizi	77
Şekil 4.49: MNP7'nin geniş spektrumlu XPS analizi ve yüksek çözünürlüklü XPS analizi	78
Şekil 4.50: MNP8'in geniş spektrumlu XPS analizi ve yüksek çözünürlüklü XPS analizi	79
Şekil 4.51: MNP9'un geniş spektrumlu XPS analizi ve yüksek çözünürlüklü XPS analizi	80
Şekil 4.52: MNP10'un geniş spektrumlu XPS analizi ve yüksek çözünürlüklü XPS analizi	81
Şekil 4.53: MNP11'in geniş spektrumlu XPS analizi ve yüksek çözünürlüklü XPS analizi	82
Şekil 4.54: Fe ³⁺ başlangıç maddesi olarak Fe(NO ₃) ₃ .9H ₂ O'ın kullanıldığı manyetit nanopartiküllerin alkali konsantrasyonu değişkenliğine göre geniş spektrumlu XPS analizi ve yüksek çözünürlüklü XPS analizleri.....	83
Şekil 4.55: Fe ³⁺ başlangıç maddesi olarak FeCl ₃ 'ün kullanıldığı manyetit nanopartiküllerin alkali konsantrasyonu değişkenliğine göre XPS analizi ve (b, c ve d) yüksek çözünürlüklü XPS analizi	84
Şekil 4.56: MNP 6 ve MNP10'un XPS ve HR-XPS analizi.....	86

Şekil 4.57: MNP6'nın 400 nm ölçeğindeki SEM analizi	87
Şekil 4.58: MNP6'nın 100 nm ölçeğindeki SEM analizi	87
Şekil 4.59: MNP10'un 400 nm ölçeğindeki SEM analizi	88
Şekil 4.60: MNP10'un 100 nm ölçeğindeki SEM analizi	89
Şekil 4.61: MNP6 ve MNP10 nanopartiküllerinin yüksekte düşüğe doğru ölçeklendirilmiş SEM analizi görüntüleri	89
Şekil 4.62: MNP6 ve MNP10 nanopartiküllerinin partikül boyutu dağılımı analizi	90
Şekil 4.63: MNP 6 ve MNP10'un EDX analizi	91
Şekil 4.64: MNP6 ve MNP10'un atomik haritalaması	92
Şekil 4.65: MNP 6 ve MNP10'un TG/DTA analizi	93
Şekil 4.66: Selüloz asetat nanofiberlerine MNP6'nın artan konsantrasyonlardaki ilavesine göre fiberlerin gün ışığı görünümü	95
Şekil 4.67: Selüloz asetat nanofiberlerine MNP10'un artan konsantrasyonlardaki ilavesine göre fiberlerin gün ışığı görünümü	96
Şekil 4.68: (a ve c) manyetik nanofiberlerin geniş spektrumlu FT-IR analizi, (b ve d) Fe-O gerilimlerinin olduğu dalga sayısı aralığındaki yüksek çözünürlüklü FT-IR spektrumu, (e, f ve g) Fe-O gerilimlerinin olduğu dalga sayısındaki geçirgenliğin konsantrasyona bağlı değişimi	97
Şekil 4.69: MNF0'in termal gravimetrik analizi ve bozunma basamakları	98
Şekil 4.70: MNF3'ün termal gravimetrik analizi ve bozunma basamakları	99
Şekil 4.71: MNF5'in termal gravimetrik analizi ve bozunma basamakları.....	100
Şekil 4.72: MNF8'in termal gravimetrik analizi ve bozunma basamakları	101
Şekil 4.73: MNF10'un termal gravimetrik analizi ve bozunma basamakları	102
Şekil 4.74: Nanofiberlerin konsantrasyona bağlı olarak %0, %3 ve %5 MNP6 ilavesi ile termogravimetrik analizleri	103
Şekil 4.75: Nanofiberlerin konsantrasyona bağlı olarak %0, %3 ve %5 MNP10 ilavesi ile termogravimetrik analizleri	104

Şekil 4.76: MNP6 ve MNP10 nanopartiküllerinin nanofiberlere farklı konsantrasyonlardaki ilavesinin histerezis döngülerine etkisi	106
Şekil 4.77: MNF0' ın 4 µm ölçekteki SEM analizi	107
Şekil 4.78: MNF0' ın 400 nm ölçekteki SEM analizi	108
Şekil 4.79: MNF5'in 4 µm ölçekteki SEM analizi	109
Şekil 4.80: MNF5'in 400 nm ölçekteki SEM analizi	110
Şekil 4.81: MNF10'un 4 µm ölçekteki SEM analizi	111
Şekil 4.82: MNF10'un 400 nm ölçekteki SEM analizi	111
Şekil 4.83: Nanofiberlerin SEM analizi	112
Şekil 4.84: Nanofiberlerin çap boyutlarının dağılımı	114
Şekil 4.85: MNF0, MNF5 ve MNF10'un EDX atomik haritalama analizi	115
Şekil 4.86: MNF0, MNF5 ve MNF10'un geniş spektrumlu ve yüksek çözünürlüklü FT-IR spektrumu	116
Şekil 4.87: MNF0 nanofiberinin XRD grafikleri	117
Şekil 4.88: MNF5 nanofiberinin XRD grafikleri	117
Şekil 4.89: MNF10 nanofiberinin XRD grafikleri	118
Şekil 4.90: Nanofiberlerin karşılaştırmalı XRD grafikleri	118
Şekil 4.91: MNF0, MNF5 ve MNF10'un EDX analizi	119
Şekil 4.92: Aynı konsantrasyondaki farklı kaynaklardan üretilen nanofiberlerin histerezis döngüsü	121
Şekil 4.93: Güçlü mıknatıs ile çekilen nanofiberlerin şematik ve deneysel görüntüsü	122
Şekil 4.94: Aynı konsantrasyondaki farklı kaynaklardan üretilen nanofiberlerin TG/DTA analizleri	123
Şekil 4.95: (a) SiQD ₃ 'ün gün ışığı görünümü, (b) SiQD ₃ 'ün UV uyarımı altında görünür emisyonu, (c) SiQD ₅ 'nin gün ışığı görünümü ve (d) SiQD ₅ 'nin UV uyarımı altında görünür emisyonu	124
Şekil 4.96: SiQD'ların farklı konsantrasyonlardaki UV Vis spektrumu	125

Şekil 4.97: SiQD ₃ ve SiQD ₅ 'ların farklı dalga boylarında uyarılması sonucu emisyon spektrumları.....	126
Şekil 4.98: (a) SiQD ₃ 'ün HR-TEM analizi, (b) SiQD ₃ 'ün TEM analizi, (c) SiQD ₅ 'nın HR-TEM analizi ve (d) SiQD ₅ 'nın TEM analizi	127
Şekil 4.99: Saf nişasta ve modifiye nişastaların gün ışığı görünümü	129
Şekil 4.100: Farklı konsantrasyonlarda SiQD'lar ile hazırlanan modifiye nişastaların FTIR analizi	130
Şekil 4.101: Saf nişasta (F0) ve SiQD ₃ ile farklı konsantrasyonlarda modifiye edilmiş floresan nişastaların TGA/DTA analizleri	132
Şekil 4.102: Saf nişasta ve modifiye nişastaların SEM analizi görüntüleri ve toz formlarının gün ışığı görünümü	133
Şekil 4.103: F0, F9 ve F15'in partikül boyutu dağılımı	134
Şekil 4.104: Saf nişasta ve modifiye nişastaların EDX analizi	136
Şekil 4.105: Saf nişasta (F0) ve modifiye nişastaların XPS analizi	137
Şekil 4.106: Saf nişasta ve modifiye nişastalarının atomik haritalaması	139
Şekil 4.107: Saf nişasta ve modifiye edilmiş floresan nişastaların XRD analizleri.	140
Şekil 4.108: (a): Saf nişasta ve (b): floresan nişastanın PL analizi ile farklı dalga boylarındaki uyarılması ile elde edilen emisyon spektrumu	141

KISALTMALAR LİSTESİ

ABS	: Akrilonitril bütadien stiren
bk.	: Bakınız
cm	: Santimetre
dk	: Dakika
DTG	: Diferansiyel Termal Gravimetri
eV	: Elektronvolt
emu/g	: Elektromanyetik birim/gram
CA	: Selüloz Asetat
FT-IR	: Fourier Dönüşümlü Kıızıl Ötesi Spektrometresi
GRAS	: Genel olarak güvenli olarak kabul edilir
HDPE	: Yüksek Yoğunluklu Polietilen
ISO	: Uluslararası Standardizasyon Örgütü
kV	: Kilovolt
mg	: Miligram
mL	: Mililitre
mm	: Milimetre
nm	: Nanometre
Oe	: Oersted
PE	: Polietilen
PET	: Polietilen tereftalat
PL	: Fotolüminesan

PMMA	: Polimetilmetakrilat
PP	: Polipropilen
PS	: Polistiren
PTFE	: Politetrafloroetilen
PVC	: Polivinilklorür
Rpm	: Dakikada devir sayısı
S	: Saat
SEM-EDX	: Taramalı Elektron Mikroskobu-Enerji Yayılımlı X-Işını
SiQD	: Silisyum Kuantum Partikül
TEM	: Geçirgenlikli Elektron Mikroskobu
TGA	: Termogravimetrik Analiz
vd.	: Ve diğerleri
vb.	: Ve benzeri
VSM	: Titreşimli Numune Manyetometresi
XPS	: X-Işını Fotoelektron Spektrometresi
XRD	: X-Ray Kırınım Spektrometresi
μL	: Mikrolitre
μm	: Mikrometre

SEMBOLLER LİSTESİ

$^{\circ}$: Derece
$^{\circ}\text{C}$: Santigrat derece
2θ	: Bragg açısı (Two Theta)
α	: Alfa
β	: Beta
γ	: Gama
λ	: Lamda (Dalga boyu)
Δm	: Toplam ağırlık kaybı

BİRİNCİ BÖLÜM

GİRİŞ

Nanoyapıların en önemli özelliği; partikül boyutunda azalma meydana gelmesi ile yüzey alanının hacme oranındaki artıştır. Bu artış ile nanoyapılar sıra dışı optik, magnetik, elektrik ve mekanik özellikler gösterme niteliğine sahip olmasından ötürü büyük önem taşır. Nanoyapıların bu üstün özellikleri, kontrollü bir şekilde sentezlenebilmeleri ve polimerler ile nanokompozit oluşturabilme yeteneklerinden ötürü kullanımı gitgide yaygınlaşmaktadır. Bu yaygınlaştırmanın yapılabilmesi için ihtiyaca yönelik uygun maliyetli ve büyük ölçekte kontrol edilebilir sentez yöntemleri optimize edilmelidir.

Polimer yapıları temelde iki gruba ayrılabilir: doğal ve sentetik polimerler. Sentetik polimerler grubunda plastikler mevcuttur ve günümüzde ihtiyaca yönelik olarak birçok endüstride yaygın olarak kullanılmaktadır. Bu plastikler yapıları gereği doğada bozulmaz ve büyük ölçüde çevre kirliliğine sebep olur. Plastiklerin çevreye atılması sonucu çeşitli etkiler ile boyutta küçülmeler meydana gelerek mikroplastikler oluşur. Mikroplastikler birincil olarak da kozmetik sektöründe kullanılma amacıyla üretilebilir. Bu mikroplastikler boyutlarındaki küçülmeden ve genellikle düşük yoğunluğa sahip olmalarından dolayı kolay bir şekilde dağılabilir, bir yerden bir yere taşınabilir veya boyutlarına göre dögüsel sistemlere katılabilir. Toprak ekosistemini, su habitatını ve insan sağlığını etkilediği literatür bilgisi kısmında detaylı bir şekilde açıklanmıştır. Ancak mikroplastiklerin canlılara doğrudan etki etmesi dolayısıyla mikroplastik kirliliğinin önemli bir kriz haline geleceği öngörülmektedir. Günümüzde etkin ve basit yöntemler kullanılarak toprak ve sudan mikroplastikler ayrıştırılamamaktadır. Ayrıştırılamaması ve kolayca taşınması nedeniyle kontaminasyon ihtimali yüksektir ve ekosistemimize verdiği zararları kontrol altına alamamız da muhtemeldir. Bu çalışma mikroplastiklerin doğadan ayrıştırılmasını sağlayacak bir optimizasyonu nanokompozit nanomagnetik yapı ile üretmeyi hedeflemiştir. Bu nedenle tez çalışmasında manyetit nanopartikülü uygun maliyetli ve yüksek manyetik momente sahip olacak şekilde farklı parametreler ile optimize edilerek üretildi ve farklı parametreler ile birlikte magnetik nanokompozit fiber yapıları elde edilmiştir.

Polimer yapılarının doğal polimerler grubunda bulunan nişasta, yapısında oldukça fazla hidroksil grubu barındıran, gıda sistemlerinde çok fazla kullanılarak tüketim oranı yüksek bir gıda ürünü niteliği taşımaktadır. Nişastanın termal, fiziksel ve kimyasal özelliklerinin ihtiyaca yönelik olarak modifikasyonu günümüzde oldukça fazla kullanılmaktadır. Silisyum kuantum partikülleri (SiQD) floresan emisyon yapabilmelerinden dolayı önem taşımaktadır. Nişasta yapısının floresan SiQD ile kimyasal modifikasyonu sağlanarak inovatif ve optik olarak barkod niteliği taşıyabilecek yenilikçi bir ürünün gerçekleşmesi ihtiyaca yönelik düşük maliyetli bir malzemenin üretilmesi amacıyla hedeflenmiştir. Bu hedef kapsamında farklı konsantrasyon ve süre parametrelerinde SiQD sentezi gerçekleştirilmiş ve bunlar ile farklı konsantrasyonlarda nişastanın kimyasal modifikasyonu gerçekleştirilmiştir.

Bu çalışmanın amacı temel olarak, nanoyapıların farklı parametreler ile sentezinin gerçekleştirilmesi ve üretilen nanoyapıların gıdayı ilgilendiren ekosistemin ihtiyaçlarına yönelik olarak farklı uygulama alanlarında polimer yapıları ile nanokompozit yapıların üretilmesi ve karakterizasyonu ile yaygın bir etki sağlayarak fayda oluşturmaktır.

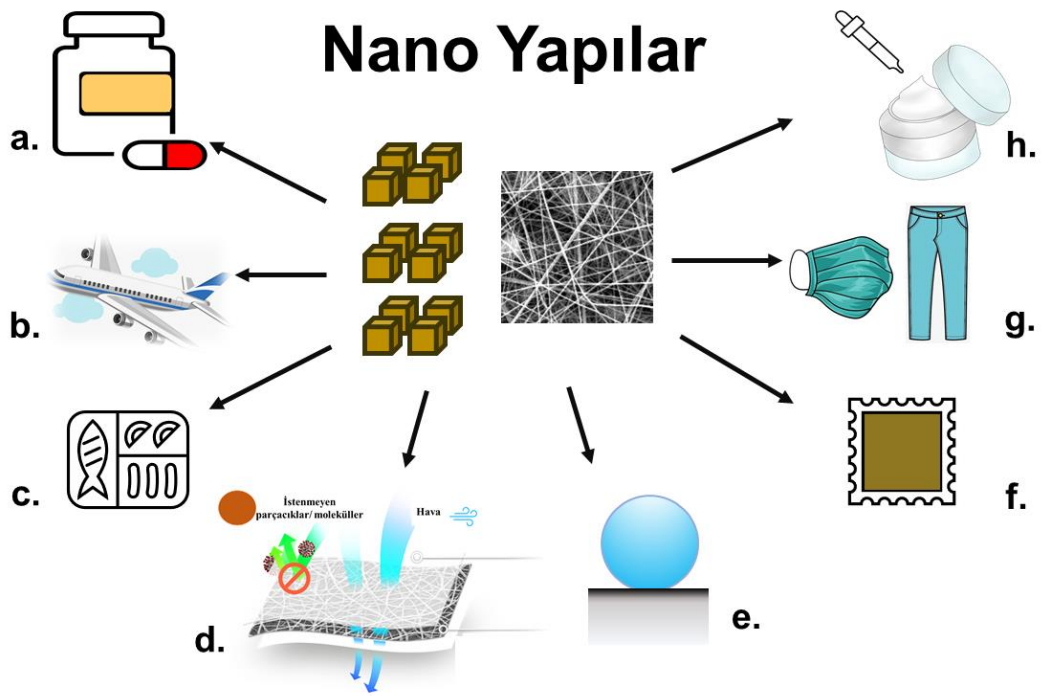
İKİNCİ BÖLÜM

LİTERATÜR TARAMASI

2.1. Nanoyapılar: Tanım ve Genel Bilgiler

Nanoyapılar, Uluslararası Standardizasyon Örgütü (ISO) tarafından nano ölçekte herhangi bir dış boyuta sahip veya nano ölçekte yüzey yapıya veya iç yapısına sahip bir nano-yapı, nanopartikül veya malzeme olarak tanımlanmıştır (Sudha vd., 2018). Nanometre metrenin milyarda biri (10^{-9}) olarak ifade edilmektedir. Nanoyapıların dolayısı ile nanoteknolojinin popüleritesinin temel sebebi nanometre aralığındaki boyutlarda yapıların hacim oranı küçülürken yüzey alanındaki artıştan kaynaklanır. Bu yüzey alanındaki artış ve hacimdeki azalış yapılarıya spesifik nitelikler kazandırır. Bu nitelikler şekil ve boyuta göre ayarlanabilen optik, mekanik, magnetik ve elektriksel özelliklerde farklılaşmaları sağlar. Örneğin; altın iletken bir madde iken altın nanopartikülleri yalıtkan kabul edilir veya karbon yapıları (kömür, elmas) yalıtkan kabul edilmesine karşın grafen iletken bir yapıdır. Nanoyapıların kaç boyutta nanometre aralıklarında oldukları önem taşır. Fiziksel olarak gündelik kullandığımız birçok malzeme amorf yapılar olup x, y ve z eksenlerinde mikron boyutlarının üzerinde ölçütlenen yapılarıdır. Nanoyapılar boyutlarına göre temelde 0 boyutlu, 1 boyutlu, 2 boyutlu ve 3 boyutlu olmak üzere dört grupta sınıflandırılabilir. 0 boyutlu nanoyapılar x, y ve z eksenlerinde 10 nm'nin altında karakterize edilen yapılar olup atomik küreler, kuantum noktacıkları ve filamentler önemli temsilcilerindedir. 1 boyutlu nanoyapılar x, y ve z eksenlerinden ikisinde 10 nm'nin altında karakterize edilen yapılar olup nanofiberler, nanoteller, nanorodlar ve nanotüpler önemli temsilcilerindedir. 2 boyutlu nanoyapılar x, y ve z eksenlerinden birisinde 10 nm'nin altında karakterize edilen yapılar olup nanofilmler önemli temsilcilerindedir. 3 boyutlu nanoyapılar x, y ve z eksenlerinde 100 nm'nin üzerinde karakterize edilen yapılar olup yığın veya amorf yapılar olarak tanımlanıp nanoparçacık dispersiyonları veya nanotüp demetleri önemli temsilcilerindedir (Sharma vd., 2019). Boyutlarına göre sınıflandırmanın yanı sıra kompozisyonlara göre de sınıflandıran kaynaklar mevcuttur. Kompozisyon türüne göre; organik bazlı nanoyapılar, karbon nanoyapılar, kompozit bazlı nanoyapılar ve inorganik bazlı nanoyapılar olarak sınıflandırılmaktadır (Sudha vd., 2018).

Nanoyapıların kullanım alanları Şekil 2.1’de verilmektedir, farmasötik endüstrisinde (Verma vd., 2021), havacılık sektöründe (Abbasi vd., 2020), akıllı veya aktif gıda ambalajı üretiminde (Chausali vd., 2022), filtrasyon sistemlerinde (Q. Li vd., 2008), yüzey kaplama teknolojilerinde (Arslan vd., 2010, 2016), sensör uygulamalarında (Arslan vd., 2017; Rajesh vd., 2009), tekstil endüstrisinde (Andra vd., 2021; Chakrabarty ve Jasuja, 2022; Rivero vd., 2015) ve kozmetik uygulamalarda (Nohynek vd., 2007; Santos vd., 2019) farklı işlevleri gerçekleştirmek üzere kullanılabilmektedirler.



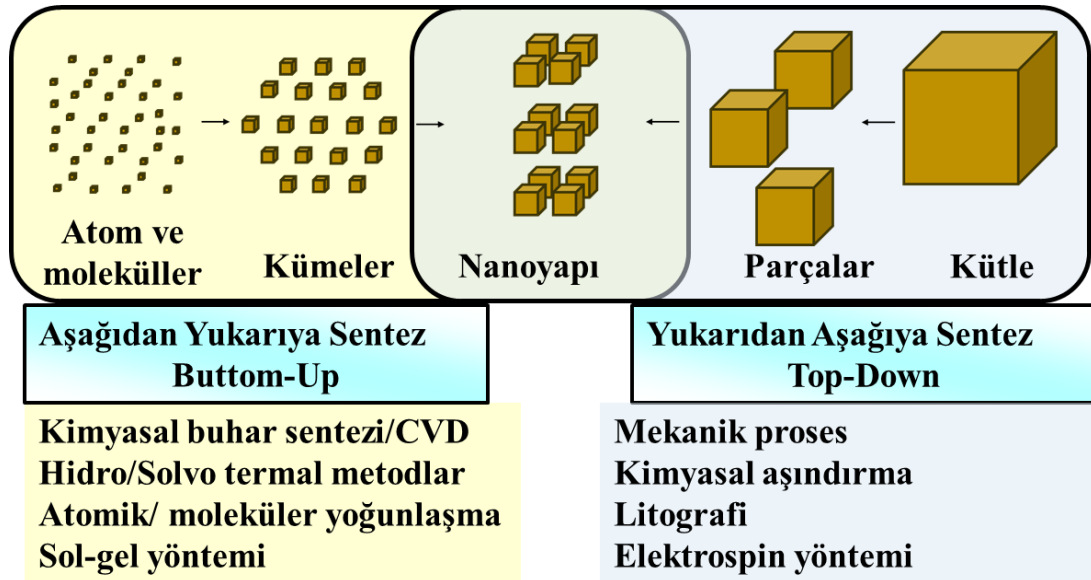
Şekil 2.1: Nanoyapıların (a: ilaç endüstrisinde, b: havacılık endüstrisinde, c: gıda ve paketlenme endüstrisinde, d: filtrasyon sistemlerinde, e: yüzey kaplama uygulamalarında, f: sensör uygulamalarında, g: tekstil endüstrisinde, h: kozmetik uygulamalarda) kullanım alanları

Farmasötik endüstrisinde etkin bir ilaç taşıma sisteminin oluşturulması, akıllı ilaç salınımlarını sağlama, biyoyararlanımı artırma ve ilaç etkinliğinin artırılması amacıyla kullanılmaktadır (Verma vd., 2021). Havacılık endüstrisinde, nanoporöz polimerler ile ağırlığı azaltmaya buna bağlı olarak yakıt tüketiminde tasarruf sağlanır,

zirkonyum oksit ile ısı stabilitesi sağlanır, silika nanopartikülleri, zirkonyum oksit ve alüminyum oksit nanopartikülleri ile çizilme direnci artırılması gibi işlevsellik kazandırıcı etkilere sahiptir (Abbasi vd., 2020). Gıda ambalajlamada aktif ambalajlama ile ortama gaz salma veya gazı tutma, raf ömrünü uzatma veya katkı maddesi ilave edilmeden raf ömrünün artırılmasını sağlamakla birlikte çeşitli bileşenlerin nanoenkapsülasyonu ile biyoerişilebilirlik ve biyoyararlanımın artırılması nanoyapılar vasıtası ile yapılabilmektedir. Nanoyapılar tekstil veya filtrasyon uygulamalarında lif çap boyutunun azaltılması ve çeşitli modifikasyonların yapılması ile kendi kendini temizleyebilen, süperhidrofobik veya arıtma uygulamalarında kullanılabilir. Kozmetik sektöründe nanopartiküllerin küçük hacimdeki yüksek yüzey alanından dolayı etki miktarının artması amacıyla krem formülasyonlarında, optik spesifikasyonlarından olan UV-filtrasyonu nedeni ile güneş kremlerinde bulunması (Santos vd., 2019) günümüzde nanoyapıların kullanımının oldukça yaygınlaşmış olduğunu göstermektedir.

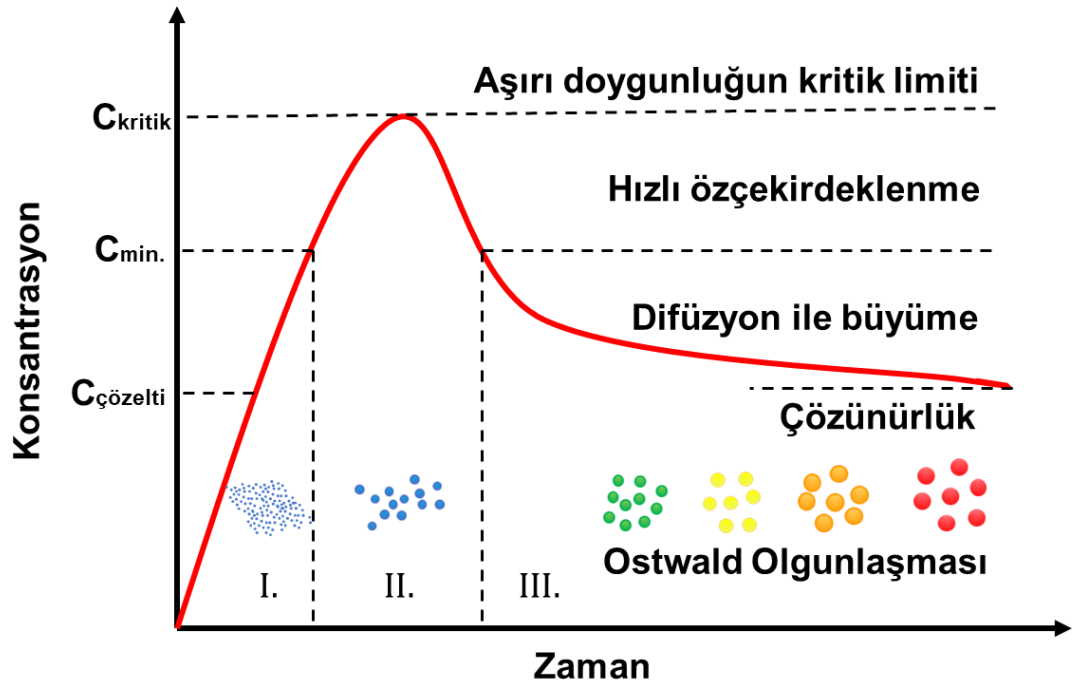
2.1.1. Nanopartiküllerin Sentezi

Nanopartiküller, nanometre ölçeğinde üç dış boyutun tümüne sahip nanoyapılardır (Sudha vd., 2018).



Şekil 2.2: Nanopartiküllerin “(bottom up) aşağıdan yukarıya-yukarıdan aşağıya (top down)” sentez modeli ve nanopartiküllerin sentezi için farklı yöntemler

Nanopartiküllerin sentez metotları (bottom up) aşağıdan yukarıya-yukarıdan aşağıya (top down) gerçekleşmekte olup sentez modeli ve farklı yöntemleri Şekil 2.2’de verilmiştir. Aşağıdan yukarıya nanopartikül sentezinde buhar fazı teknikleri kendi içinde aerosol bazlı prosesler, atomik veya moleküler yoğunlaşma (gaz yoğunlaşması), ark deşarjı üretimi, lazer ablasyon işlemi, plazma prosesleri, ve kimyasal buhar birikimi işlemleri olarak sınıflandırılabilir ve sıklıkla pigment ve metal oksit nanopartiküllerin sentezinde kullanılırlar (Charitidis vd., 2014). Aşağıdan yukarıya nanopartikül sentezindeki sıvı fazlı teknikler ise kendi içinde sol-jel yöntemi, solvo termal yöntem ve sonokimyasal yöntemler olarak sınıflandırılabilir olup silika, zeolit, hem kristal oksitli hem de oksit olmayan nanoyapıların sentezinde kullanılabilir (Charitidis vd., 2014). Yukarıdan aşağıya sentez yöntemleri, mekanik ve kimyasal aşındırma, fotolitografi, girişim litografisi, elektron ışınımı litografisi, nano şablon litografi, nano baskı litografisi ve nanosfer litografisi şeklinde sınıflandırılabilir (Fu vd., 2018).



Şekil 2.3: Zamanın bir fonksiyonu olarak çekirdeklenmeden önce ve sonra moleküler olarak çözülmüş kükürt konsantrasyonunun şematik gösterimi
Kaynak: LaMer ve Dinegar, 1950

Nanopartiküllerin oluşum termodinamiği genel olarak La-Mer Teorisi ile çekirdeklenme ve büyüme, Ostwald olgunlaşması ile partikül çapındaki artış olarak ifade edilmektedir (Thanh vd., 2014). La-Mer teorisi kolloidal sentez metodunun çeşitli parametrelerle incelendiği bir çalışma olup Şekil 2.3'te gösterilmektedir. Partikül oluşumunda çekirdeklenme ve büyüme kavramları monodisperse kükürt sollarının oluşumu amacıyla sodyum tiyosülfattan serbest kükürt oluşturması (I. kısım) yani serbest monomer konsantrasyonunun kısa zamandaki artışı ardından çekirdeklenmenin başlamasıyla (II. bölüm) serbest monomer olan kükürtün azalması nedeni ile bu noktadan sonra monomer miktarındaki yetersizlikten dolayı çekirdeklenme neredeyse hiç olmaz ancak çekirdeklenmeler çözeltideki monomerlerin difüzyonunun kontrollü bir şekilde büyümesini sağlar (III. bölüm) (LaMer ve Dinegar, 1950). Ostwald olgunlaşması ile küçük partikül çapına sahip olan nanopartiküllerin solda çözünmesinin homojen olmayan sistemde zamanla kendiliğinden biriktirmesi ile partikül çapı daha yüksek olan nanopartiküllerin oluşumu sağlanır (Voorhees, 1985).

Bu çalışmada birinci aşamada spesifik olarak manyetik nanopartiküller kullanılırken ikinci aşamada floresan emisyon niteliklerinden ve gıdalara katkı maddesi olarak ilave edilebilen silisyum ile çalışılmıştır.

2.1.2. Manyetik Nanopartiküller

Manyetik nanopartiküller, oda sıcaklığındaki manyetik alan etkisi ile atom içerisindeki dönüşler vasıtasıyla oluşan manyetik moment ile süperparamanyetik yapılardan oluşmaktadır. Manyetik nanopartiküllerin en önemli temsilcileri yaygın etkilere sahip olan demir oksit nanopartikülleridir. Demir oksit doğada on altı farklı formda bulunmakla (Cornell ve Schwertmann, 2003) birlikte yaygın olarak bilinen ve aktif kullanımı yüksek olan 3 hali mevcuttur; hematit (α -Fe₂O₃), maghemit (γ -Fe₂O₃) ve manyetit (Fe₃O₄). Maghemit ve manyetit ferromanyetik maddeler olup hematit zayıf ferromanyetik özellikler gösterir. Manyetitin doğadaki formu ve laboratuvar koşullarında sentetik olarak üretilmiş hali Şekil 2.4'te gösterilmektedir. Manyetit spinel yapıya sahip (Bragg, 1915), tetrahedral ve oktahedral koordinasyonlarda bulunan demirin oksijen ile beraber kübik bir kristal olduğu yapılardır (Majewski ve Thierry, 2007; Majidi vd., 2014; Wu vd., 2015). Boyutsal olarak 100 nm'nin altında olan yapılar olmakla birlikte çaplarına bağlı olarak SPION (süperparamanyetik demir oksit

nanoparçacık) veya USPION (ultra küçük süperparamanyetik demir oksit nanoparçacık) olarak da adlandırılabilir (Majewski ve Thierry, 2007).



Şekil 2.4: Manyetit doğadaki görünümü ve sentetik olarak sentezlenen Fe₃O₄ nanopartiküllerin görünümü.

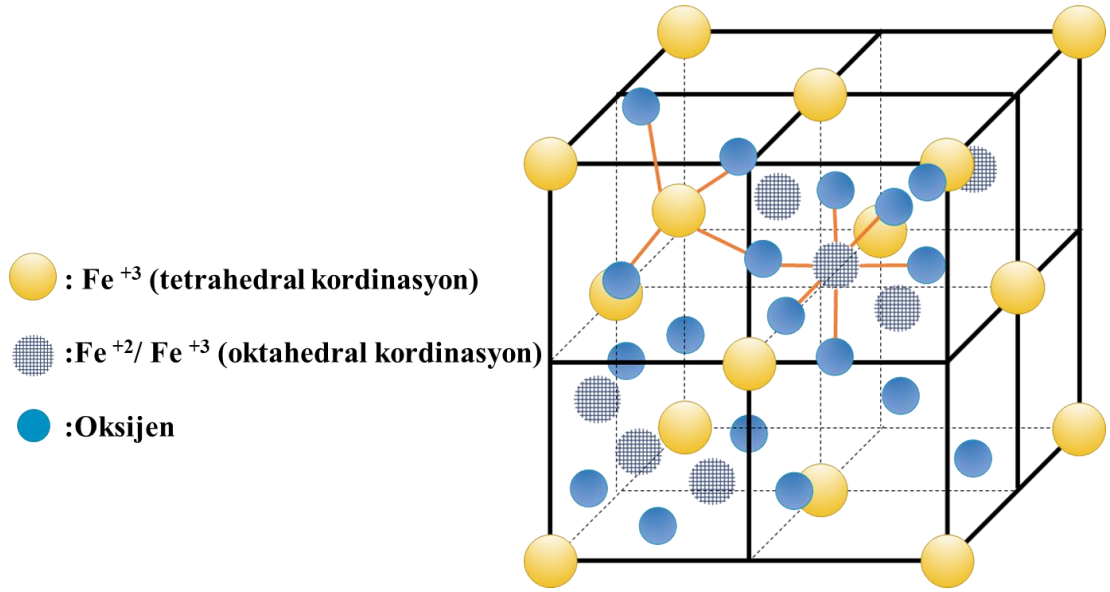
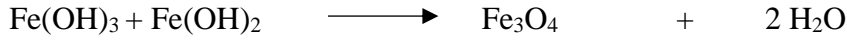
Manyetit nanopartikülleri biyomedikal uygulamalarda aktif olarak kullanılmakta olup toksisitesi kısmi olarak düşük olan metal oksitlerdendir. Bu nedenle manyetik rezonans görüntüleme terapötik olarak kullanılır, bazı ilaç uygulamalarında yüzey alanından ve manyetik özelliklerinden ötürü etkinliği, verimi artırıcı ve spesifik salma özelliklerini sağlayabilme açısından önemli karakteristik özelliklere sahiptir (Dobson, 2006; Mou vd., 2015; Xiong vd., 2018). Aynı zamanda katalizörler (A. Hu vd., 2005), adsorbanlar (Lasheen vd., 2016; Panda vd., 2021), pigmentler (Shen vd., 2013), kaplamalar (Mashayekhi vd., 2015), sensörler (Al-Ghamdi vd., 2013; Hnaiein vd., 2008) ve atık su arıtma (Börsig vd., 2021; Zhang vd., 2011) uygulamalarında da kullanılmaktadır.

Manyetit Fe₃O₄ nanopartikülleri Fe²⁺ ve Fe³⁺ halini 1:2 oranında içermektedir ve kristal yapısının şematik gösterimi Şekil 2.5'te gösterilmektedir. Manyetit nanopartiküllerinin kristalit boyutu, Scherer formülünden (Cullity, 1956) hesaplanmaktadır;

$$D = \frac{K\lambda}{B \cos\theta} \quad (2.1)$$

$$\lambda = 1.78901 \text{ \AA} \quad B = \text{tepenin genişliği (rad)} \quad K \sim 0,9$$

Fe₃O₄ nanopartiküllerinin sentezi için kimyasal reaksiyon mekanizması;



Şekil 2.5: Manyetitin (Fe₃O₄) birim hücresi için şematik diyagram

Kaynak: Yu ve Kwak, 2010

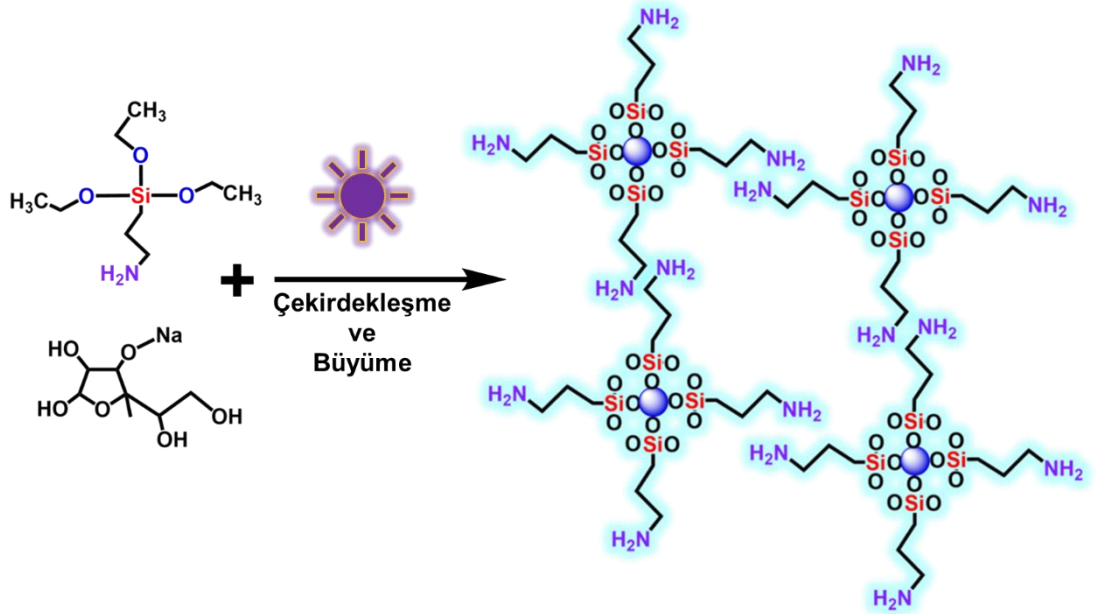
Manyetit nanopartiküllerinin farklı boyut, şekil, dispersite ve kontrollü sentezi üzerine birçok çalışma yapılmıştır (Katz, 2019; Mashayekhi vd., 2015; Synytsia vd., 2022). Manyetit nanopartiküllerinin sentezi için birlikte çökeltme (Petcharoen ve Sirivat, 2012), sol-jel (Lemine vd., 2012), hidroliz (Iida vd., 2007), hidrotermal (Daou vd., 2006), mikroemülsiyon (Gotić vd., 2007) ve mikrodalga destekli hidrotermal (Rizzuti vd., 2015) sentez metotları literatürde oldukça fazla kullanılmaktadır.

Metal nanopartiküllerin atomlarının 3D diziliminde birim hücrelerinin simetrik yapısı karakteristik özellikleri etkilemektedir ve atomların simetrik konumlarına göre monoklinik, triklinik, rombohedral, hegzagonal, tetragonal, ortorimbik ve kübik olmak üzere yedi farklı kristal yapısı olabilir. Bu atomların kristal yapıları katı malzemelerin içerisinde kendisini çok fazla sayıda tekrar etmektedir. Bu çalışmada spesifik olarak manyetit nanopartikülünün sentezlenmesinden dolayı kübik yapısının özellikleri önem kazanmaktadır. Kübik yapısı için atomların dizilişine göre; basit kübik yani birim hücreyi oluşturan atomların köşelerde bulunması, yüzey merkezli kübik yapı yani yüzeyin ortasında atomların mevcudiyeti ve son olarak hacim merkezli kübik yapı yani merkezde bir atomun olması halidir. Kübik yapısındaki manyetit nanopartikülünün

içerisindeki Fe atomları; Fe²⁺ oktahedral, Fe³⁺ oktahedral ve Fe³⁺ tetrahedral yapıda bulunmaktadır

2.1.3. Silisyum Kuantum Partikülleri

Silisyum 4A grubu elementlerden birisi olup yarı iletken yapısındaki bant boşluğu davranışlarından ötürü mikroelektronik malzeme teknolojisinde, güneş pillerinin üretiminde ve fotoluminesans özelliklerinden dolayı floresan etiketleme teknolojilerinde nontoksik yapısı ile oldukça fazla kullanılır (Cheng vd., 2014). Floresan kuantum partikülleri, fotoağarmaya karşı stabilitesi nedeniyle biyolojik floresan görüntüleme toksik olmayan özelliklerinden de ötürü organik floresan boyaların ikame maddesi olarak kullanılabilir (Warner vd., 2005).



Şekil 2.6: Silisyum kuantum partiküllerinin büyümesi ve bileşimi

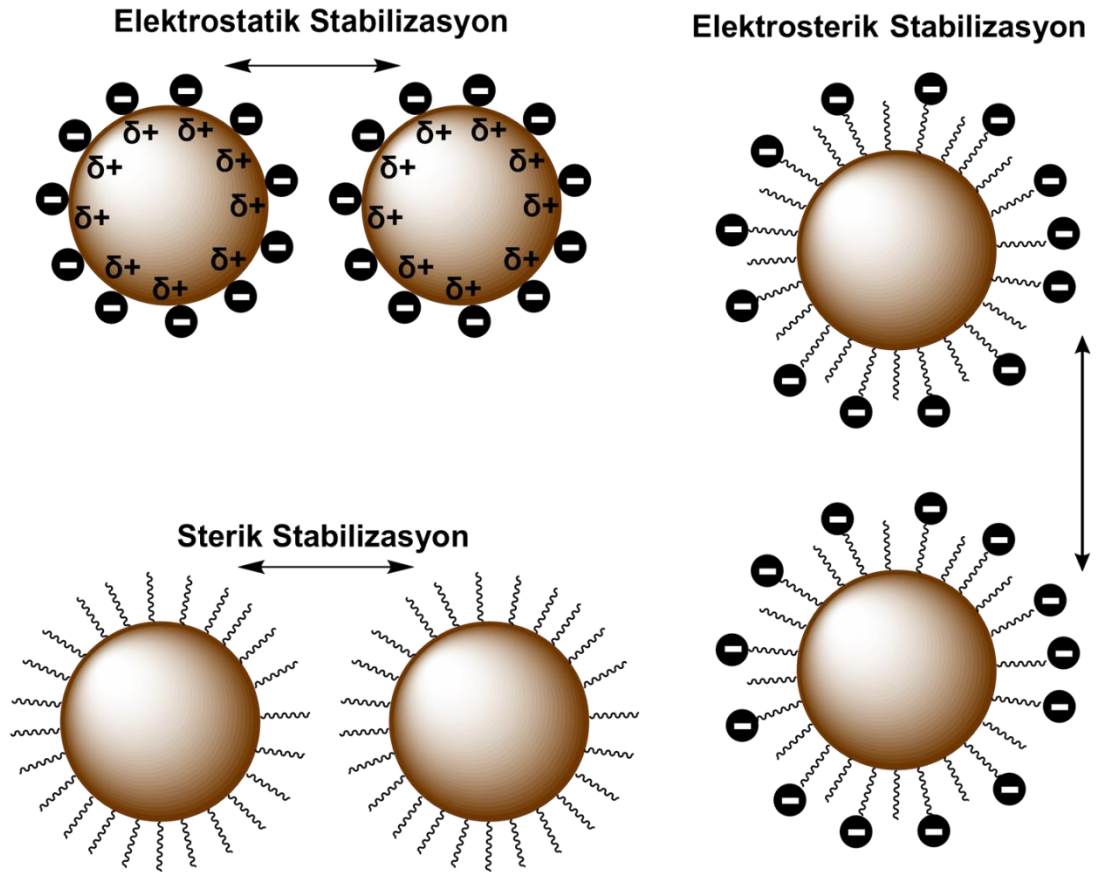
Kaynak: Arslan vd., 2017

Silisyum kuantum partiküllerinin koloidal bir şekilde sentezi üzerine silikonun aşındırılması, silisyum oksitlerin parçalanması, silan öncüllerinden indirgeyici ajan kullanılarak sentezlenmesi veya Zintl tuzu yaklaşımı ile üretilmesi gibi çok fazla

çalışma yapılmıştır (Cheng vd., 2014). Bu çalışmada ışınlama enerjisi verilerek silan öncül maddesi indirgeyici bir ajanla birlikte Şekil 2.6'daki gibi gerçekleştirilmiştir.

2.1.4. Metaloksit Partiküllerinin Stabilizasyonu

Nanopartikül stabilitesi terimi; boyut, şekil ve yüzey kimyasının fonksiyonu olarak nanoyapı özelliklerinin korunmasını ifade etmektedir (Phan ve Haes, 2019). Nanopartiküllerin yüksek yüzey alanı/hacim oranına sahip olduğu ve yüzey enerjilerinin de yüksek olduğundan bahsedilmiştir. Bu yüzey alanı/hacim oranı neticesinde metaloksit nanopartiküllerin artan dış yüzey alanını kaplayan ince oksijen (Kim vd., 2021) veya hidroksil grupları etkileşime girebilir ve kararsız bir hale gelerek aglomerasyon meydana gelebilir.



Şekil 2.7: Metal kolloid partiküllerin elektrostatik, sterik ve elektrosterik stabilizasyonunun şematik gösterimi

Aglomerasyon, tek tek dağılmış partiküllerin tek bir kümede kümelendiği durumdur (Yeap vd., 2017). Bu aglomerasyonu engellemek amacıyla partiküllerin yüzey özellikleri kontrollü bir şekilde modifiye edilebilir ve partiküller arası mesafe elektrostatik, elektrosterik veya sterik olarak stabilize edilebilir. Bu stabilizasyon yöntemleri sonucunda oluşması beklenen yapılar Şekil 2.7’de verilmiştir. Elektrostatik stabilizasyon kinetik bir stabilizasyon yöntemidir ve yüzey yük yoğunluğu, Coulomb kuvvetleri, Brownian hareketleri ve Van der Waals kuvvetleri elektrostatik stabilizasyonu etkiler (Russel vd., 1991). Bununla birlikte elektrostatik stabilizasyon elektrolite duyarlı sistemler için geçerli değildir. Sterik stabilizasyon partiküllerin kolloidal sistemlerde noniyonik makromoleküller ile stabilizasyonunu ifade eden bir yöntem (Napper, 1977) olmakla beraber partiküllerin yeniden dağılabilir olmasını sağlayan, elektrolit duyarlılığı olmayan ve çok fazlı sistemler için uygun olan bir yöntemdir. Sterik stabilizasyonu uygulamak amacıyla yaygın olarak polimer ligandlar kullanılır (Grubbs, 2007; Neouze ve Schubert, 2008). Elektrosterik stabilizasyon yöntemi ise sterik stabilizasyonda bahsedilen noniyonik makromoleküller yerine iyonik olan makromoleküllerin kullanılmasını ifade eder. İki partikülün birbirine yaklaşması veya adsorbe olması hem elektrostatik itmeden hem de sterik engelden ötürü gerçekleşmez. Manyetit nanopartiküllerinin elektrosterik stabilizasyonu için yapılmış olan bir çalışmada, hümik asit ve sitrik asit ile stabilize edilen manyetitinin, hümik asidin daha kalın makromoleküler yapısının sitrik asitten daha iyi bir stabilizasyon sağladığı belirtilmiştir (Hajdú vd., 2009).

2.1.5. Nanolifler

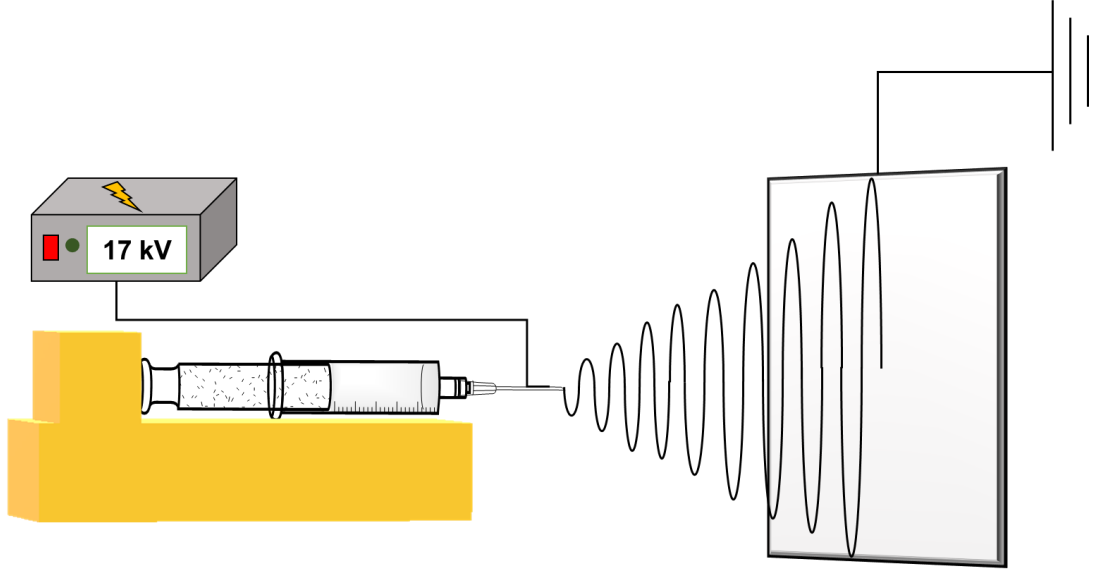
Nanolifler, nanometre ölçeğinde çapa sahip, bir dış boyutu büyük olan ve iki benzer dış boyutu bir boyuta kıyasla önemli ölçekte küçük olan tek boyutlu nanoyapılardır (Andrady, 2008). Nanolifler birçok nanomalzeme gibi yüzey alanının artması ve hacmin küçülmesi açısından önemli ve etkin özelliklerin karakterize edilebilmesini sağlar. Nanoliflere çeşitli şekillerde nanopartiküller eklenirse veya üzerinde (UV kütleme gibi metotlarla) nanopartikül yapısının büyümesi sağlanırsa nanokompozit nanolifler oluşturulabilir (Ramakrishna, 2005). Nanolifler, farklı polimer kaynaklarından üretilebilir olması, üretilen liflerin çeşitli spesifikasyonlara (porozite yapılar, çekirdek kabuk yapısı vs.) uygun olarak üretilebilmesi ve deneysel kurulumdan endüstriyel kurulumlara geçişin yapılabilmesi açısından önem arz

etmektedir (Barhoum vd., 2019). Nanolifler biyomedikal alanda dökme malzemelere oranla yüksek yüzey alanı oluşturmamasından ötürü hücrelerin, proteinlerin ve ilaçların daha iyi yapışmasını sağlama, ilaç dağıtımını sağlama ve doku rejenerasyonunu sağlama gibi olumlu özellikler gösterir (Leung ve Ko, 2011). Bunun yanı sıra filtre verimliliği yüksek olan filtrelerin üretiminde (Ahn vd., 2006), çevre kirliliğini oluşumunu engelleme veya etkin koruma faaliyetlerinde yağ su ayırma (Arslan vd., 2016), hava kirliliği oluşturan maddelerin filtrasyonunda (Liu vd., 2015) etkin malzemelerin geliştirilmesinde çalışmalar yapılmaktadır. Gıda sektöründe aktif gıda paketlenme sistemlerinde antioksidan ajanlar, antimikrobiyal ajanlar, etilen süpürücüler, karbondioksit yayıcılar ve oksijen tutucu ajanlar ile entegre edilerek işlevsel bir şekilde kullanılabilir (Zhang vd., 2020). Bununla birlikte fonksiyonel gıda üretiminde de suda çözünmeyen bileşenleri çözünür hale getirme ve biyoerişilebilirliğin artırma anlamında gelecek vadetmektedir (Aytac ve Uyar, 2017). Nanolifler polimerin ergitilmesi veya çözeltinin tek başına eğirme işlemine tabi tutulması gibi solüsyona nanopartikül eklenmesi veya öncül bileşenleri farklı şekillerde nanofiberlerin yüzeyinde büyütülmesi ile nanokompozit polimer nanolifleri oluşabilmektedir. Nanolifler üretebilmek amacıyla birçok çalışma yapılmıştır, temelde çizme, faz ayrımı, şablon sentezi, kendiliğinden montaj ve elektroegirme yöntemleri ile üretilebildiği literatüre geçmiştir (Ramakrishna, 2005). Nanolif üretim teknikleri incelendiğinde hepsi laboratuvarında uygulanabilirken büyük ölçekte üretim yolu sadece elektroegirme ile gerçekleşebilmektedir.

2.1.6. Elektrospın

Elektroegirme, polimer lif çözeltisinin elektrik alanına maruz bırakılarak nanometre ölçeğindeki çaplara sahip liflerin üretilmesini sağlayan bir üretim prosesidir. Elektroegirme prosesinin tarihi incelendiğinde 1902'de Cooley sıvıları elektriksel olarak dağıtmadan dolayı patent almış (Cooley, 1902) ancak devamında Formahls Anton tarafından çok fazla patent, yapay iplik üretimi üzerine alınmıştır (Anton, 1934, 1938, 1939, 1940). Formahls Anton'un aldığı bu patentler elektroegirme tarihi açısından önem arz etmektedir, çünkü patentlerinde yüksek voltaj etkisinden ötürü sıvı içerisinde oluşan itme kuvveti, böylece eğirme sıvısının atomizasyonu ile çözücünün buharlaşmasından ve liflerin oluşmasından bahsetmektedir (Anton, 1943).

Teknik olarak elektroğirme düzeneği Şekil 2.8’de gösterilmektedir. Şırınga pompası akış hızını ayarlamayı sağlarken belirli bir iğne ucu çapına sahip şırınga içerisindeki polimerin belirli bir elektrik alanındaki gerilime maruziyeti buna bağlı olarak polimer çözeltisindeki sıvı damlacığında elektrik yüklerinin birikmesi ile Taylor konisinin oluşumu ve ardından jet ile fiberlerin toplandığı bir kollektörden (toplayıcıdan) oluşur.



Şekil 2.8: Elektroğirme düzeneğinin şematik gösterimi

Taylor konisi, sıvıların belirli bir gerilime ve elektrik alana maruz kalması ile yüzeyde konik bir ara yüzeyin oluşması ve spesifik olarak belli bir ($49,3^\circ$) açıda gerçekleşmesi (Taylor, 1964) ve bunun dengeli sağlamada önemli bir etkisinin olduğu bildirilmekle beraber bu açı değeri için zamanla yapılan çalışmalarda farklı ($33,5^\circ$) yaklaşımlarda sunulmuştur (Yarin vd., 2001). Taylor konisinin oluşumu ardından polimerik sıvının gerilim ve elektrik alanından ötürü jet oluşur, jetin ilerlemesi esnasında çözücü buharlaşır ve kollektörde fiberler toplanır.

2.1.6.1. Elektroğirmeyi Etkileyen Faktörler

Elektroğirme yönteminde fiber oluşumu ve çapını etkileyen polimerin moleküler ağırlığı, viskozitesi, konsantrasyonu, iletkenliği, çözücü uyumu önem taşırken proste, uygulanan gerilim, akış hızı, iğne çapı, iğne ucunun kollektör ile arasındaki uzaklık, havanın nemi ve sıcaklığı elektroğirmeyi etkileyen temel parametrelerdir (Huang vd., 2003). Polimerin molekül ağırlığı fiberin morfolojisini etkilemekle

beraber aynı konsantrasyondaki aynı işlemler ile üretilen elektroğirme yapılan polimerlerde düşük molekül ağırlığa sahip polimerlerde boncuk oluşumu gözlemlenirken moleküler ağırlığın artmasıyla fiberlerin de pürüzsüz hale gelebileceği bilinmektedir (Li ve Wang, 2013). Polimerin konsantrasyonu dolaylı olarak viskoziteyi etkileyen bir parametre olmakla birlikte yaygın olarak konsantrasyonun artmasıyla viskozite artar ve elektroğirmede düşük viskozitede boncuk oluşumu yüksekken konsantrasyonun yani viskozitenin arttırılmasıyla daha az boncuk oluşumu gözlemlenebilir, konsantrasyonun uygun olması halinde pürüzsüz nanofiberler elde edilebilirken artmasıyla da mikro şeritler oluşabilir (Huang vd., 2003; Li ve Wang, 2013). Polimer çözeltisinin iletkenliği; polimere, kullanılan çözücüye ve ilave ediliyorsa tuza bağlı olup iyonların varlığı ile jetteki yük taşıma potansiyeli artar ve tuz miktarına bağlı olarak daha düşük çaplı fiberler oluşturulabilir. Çözücüye bağlı olarak iletkenlik değişebilir örneğin organik asitler yük taşıma kapasitesini arttırır. Solvent olarak kullanılan kimyasallarda etkin bir şekilde polimerin çözünmesi önem arz eder bunun yanında çözücünün yoğunluğu, kaynama noktası ve iletkenliği de fiberlerin morfolojisini etkiler (Wannatong vd., 2004). Bu nedenlerden dolayı kullanılacak olan polimere uygun bir çözücü kullanılarak uygun bir konsantrasyonda, gerekli ise tuz eklenerek polimer çözeltisi hazırlanmalıdır.

Prosesin işleme koşullarında uygulanan gerilim Taylor konisinin oluşumunu buna paralel olarak jet oluşumunu etkilemektedir. Yapılan bazı çalışmalarda yüksek voltaj ile boncuk oluşabileceği bildirilmekte olup (Deitzel vd., 2001), bazı çalışmalarda voltajın artmasıyla çapın daraldığı (Yuan vd., 2004) veya kalınlaştığı (Zhang vd., 2005) belirtilmiştir. Bu nedenle uygulanan voltaj Taylor konisini oluşturacak eşik geriliminin oluşmasının dışında kullanılan polimer, polimerin konsantrasyonu, çözücüsü ve iğne ucu ile toplayıcı arasındaki mesafe gibi parametrelere bağlı olarak değişebilir. Akış hızı jetin kollektöre gidişini etkileyerek çözgenin buharlaşmasını etkiler bu nedenle akış hızının yüksek olması daha kalın çapta ve boncuklu nanofiberlerin oluşumunu sağlayabilir. İğne ucunun çapı arttıkça fiber çapı da artar (He vd., 2019). Akış hızına benzer bir şekilde iğne ucunun toplayıcı ile arasındaki mesafenin artması da jetteki çözgenin buharlaşması için gerekli zamanı sağlayarak çapın kalınlığının azalmasını sağlayabilir. Ortamın sıcaklığı çözücüye bağlı olarak buharlaşmayı etkilemesinden ötürü yüksek sıcaklıklarda solvent çıkışı daha hızlı hale gelir bu nedenle çapta daralma meydana gelebilir bunun yanı sıra bağıl nemde de

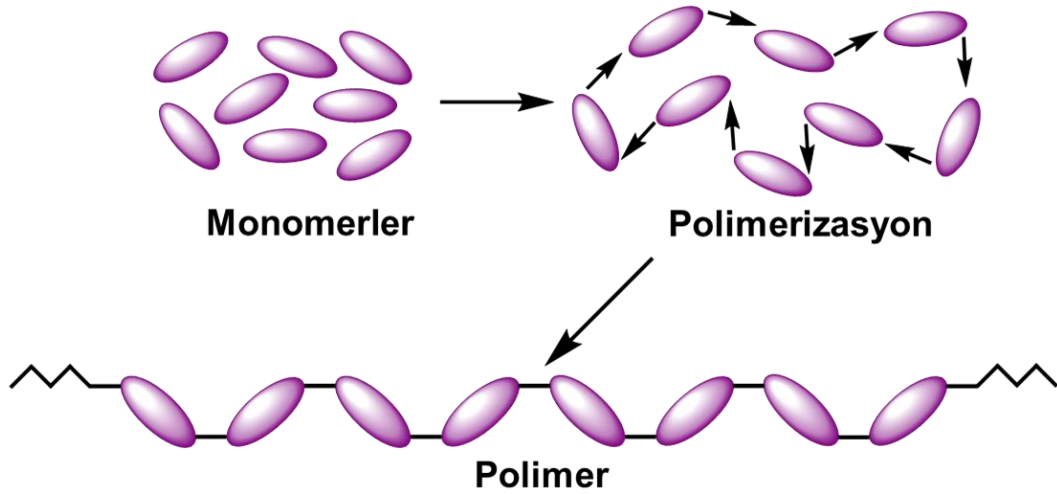
değişikliğe sebep olmasından ötürü gözenek morfolojisine de etki eder (Fashandi ve Karimi, 2012). Proses esnasında havadaki nem oranının artması, nanofiberlerde gözenek oluşumunu ve gözenek boyutundaki artışı desteklemekle birlikte nem oranına göre gözeneklerin formlarını ve dağılımlarını etkiler (Casper vd., 2004).

2.2. Plastikler: Tanım ve Genel Bilgiler

Plastik kavramı kalıplanabilen şekillenebilen anlamı ile ortaya çıkan günümüzde ise polimer malzemeleri adlandırmak üzere yaygın olarak kullanılan yapılar olup, Şekil 2.9'da görüldüğü üzere monomerlerin uygun şartlarda (basınç, katalizör ve sıcaklık) bir araya gelerek polimerleşmesi ile oluşan uzun zincirli yapılardır (Crawford ve Quinn, 2017). Monomerlerin aynı olması homopolimer oluşumunu sağlarken farklı monomerlerden oluşan yapılara kopolimer adı verilir ve kopolimerler yapısında bulunan monomerlerin özelliklerini bir arada sergileyebildiği için çeşitli avantajları kullanıcılara kazandırarak endüstride kullanılmaktadır. Plastik ve polimer kelimesi eş anlamlı olmasına karşın plastiklerde; antioksidanlar, antistatik maddeler, blowing (üfleme) ajanları, birleştirme ajanları, dolgu maddeleri, alev geciktiriciler, ısı stabilizatörü, nükleasyon ajanları, yağlayıcılar, pigmentler, plastikleştiriciler, güçlendirme ajanları, ultraviyole (UV) stabilizatörleri ve salınım ajanları gibi katkı maddeleri kullanılabilir (Crawford ve Martin, 2020). Plastikler maliyeti kısmen düşük, fizikokimyasal özellikleri geniş parametrelerde değerlendirilebilen (Brydson, 1999) gıda, ilaç, inşaat, tekstil, havacılık, denizcilik, otomotiv, savunma vb. birçok alanda kullanılan malzemelerdir (Andrady, 2003; Sabarish vd., 2020).

Plastik malzemelerin elektriksel, kimyasal, mekanik, optik ve termal özelliklere göre istenilen formlarda üretilebilmesi yanı sıra deformasyona karşı direnç, hafiflik, esneklik, sertlik, tokluk, termal bozulmaya karşı direnç göstermesi plastiklerin bu kadar geniş alanda kullanılmasının temel sebepleri olup sınırlamaları da mevcuttur (Crawford ve Martin, 2020). Plastikler; termoplastikler ve termosetler olarak iki grupta sınıflandırılabilir. Termoplastikler moleküller arası kimyasal olarak zayıf olan van der Waals bağları içerir, ısı ile eriyik hale geçen bu esnada kalıplanıp şekillendirilen ve soğutulularak katı forma dönüştürülen ve bu işlemi tekrarlanabilir olarak kullanıma sunan plastik malzemeler olup; polietilen (PE), polipropilen (PP), polistiren (PS), polivinilklorür (PVC), akrilonitril bütadien stiren (ABS), polietilen tereftalat (PET), politetrafloroetilen (PTFE) ve polimetilmetakrilat (PMMA) yaygın

olarak kullanılan termoplastiklerdir (Biron, 2012; Bonten ve Haberstroh, 2012; Ibeh, 2011). Termosetler moleküller arasında çapraz bağlar içeren kürendikten sonra kalıcı bir şekil alan plastik malzemeler olup; epoksi, melamin, fenolik, polimid, poliüretan (PÜ), vulkanize kauçuklar yaygın olarak kullanılan termosetlerdir (Biron, 2012; Dodiuk, 2021; Shieh vd., 2020).



Şekil 2.9: Monomerlerden polimerlerin oluşumu

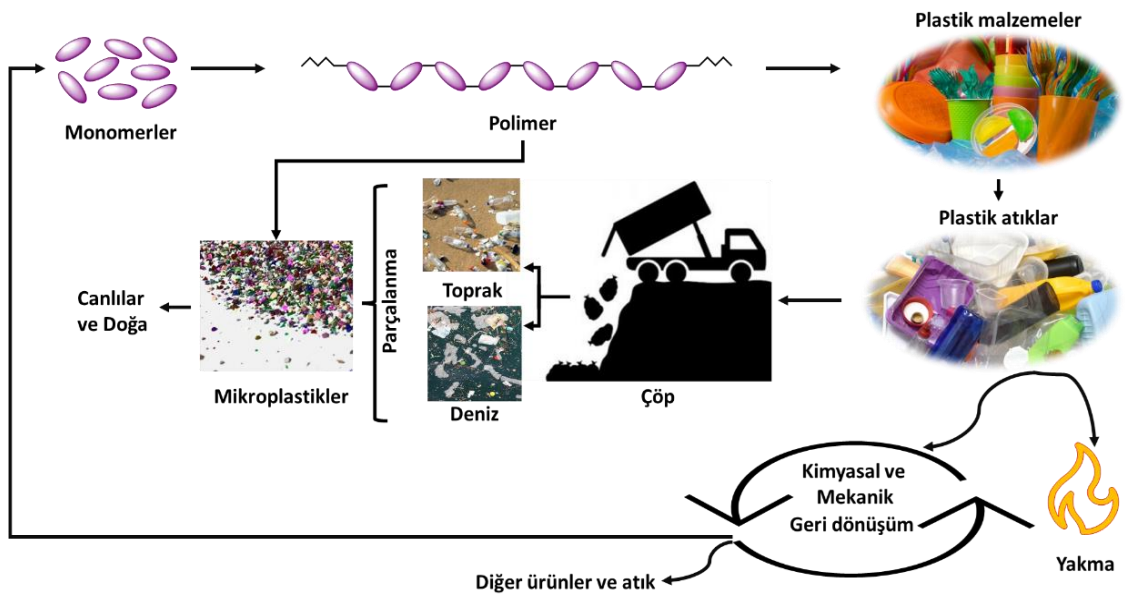
Kaynak: Crawford ve Quinn, 2017

Plastik endüstrisinde her geçen yıl yeni plastik üretimi gerçekleşmekte olup 2020 yılında 367 milyon ton plastik üretimi gerçekleşmiştir (Plastics Europe, 2021) ve yaklaşık %40'ı ambalajlama sektöründe kullanılmaktadır. Plastik üretimi, dağıtımı ve yüksek tüketici talebi yadsınamaz miktarlarda atık oluşumuna sebep olarak devletler ve endüstrilerin, plastik atıklarını azaltmak, plastik atıkların toplanması ve plastik geri dönüştürülebilirliğini iyileştirmek için çözümler aramaya yönelik çalışmaların yapılmasına sebep olur (Walker ve McGuinty, 2021). Plastik malzemelerin atık raporları 1970'lere dayanmaktadır (Fowler, 1987). Dayanıklılıkları ve biyolojik olarak parçalanmamaları, genellikle çevrede yüksek plastik atık birikmesine sebep olup 1950 ile 2015 arasında birincil ve ikincil (geri dönüştürülmüş) toplam 6,3 milyar ton plastik atık üretilmiştir ve bunların yaklaşık %9'u geri dönüştürülüp, %12'sinin yakıldığı, geri kalan %79'unun da çöplüklerde depolandığı ya da doğrudan çevreye salındığı belirtilmektedir (Rhodes, 2018). Çevreye salınan plastiklerin güneş ışığından

gelen UV radyasyonu, rüzgar aşınması gibi fiziksel etkilerle boyutları küçülür ve mikroplastikleri oluşturarak, toprağa ve denize karışır ki bu da plastik kirliliğinin ekosistemsel bir sorunu olarak çevre kirliliğine sebep olur. Bu çevre kirliliği ve kapsamı hakkında detaylı bilgiler 2.2.1. Mikroplastikler kısmında açıklanmaktadır.

2.2.1. Mikroplastikler

Mikroplastikler çeşitli şekillerde (parça, lif, küre vd.) bulunan ve boyutlarına göre farklı şekillerde kategorize edilen; Deniz Çevre Korumasının Bilimsel Yönleri Üzerine Ortak Uzmanlar Grubu (GESAMP) tarafından, mikroplastikler “çapı 5 mm’den küçük ve nano boyut (1 nm) aralığında olan plastik parçacıklar” olarak tanımlanmıştır (Frias ve Nash, 2019; GESAMP, 2015).



Şekil 2.10: Mikroplastiklerin oluşumu ve plastik döngüsü

Farklı kaynaklarda ve yazarlarda spesifikleşen bu tanım 1 µm ile 5 mm arasında boyutlara sahip olan plastiklere mikro plastik (Desforges vd., 2014; Hale vd., 2020; Thompson vd., 2004), 1 nm ile 1 µm boyut aralığına sahip plastiklere ise nanoplastik adını vermişlerdir (da Costa vd., 2016; Hartmann vd., 2019).

Mikroplastikler iki grupta sınıflandırılır; birincil, yani kozmetik, endüstriyel atık suları, temizleme maddeleri, sentetik tekstil ürünleri, kumlama vb. kullanım amaçları

için mikro boyutlarda üretilen plastikler olup, ikincil mikroplastikler makroplastiklerin boyutunun küçülmesi ile oluşur (Cole vd., 2011; Conkle vd., 2018; De Falco vd., 2019; Eerkes-Medrano vd., 2015; Hanif vd., 2022; Wang vd., 2019). Plastik ve mikroplastiklerin oluşumu ve yadsınamaz kaderi Şekil 2.10'da akış şeması olarak gösterilmiştir.

Mikroplastiklerin Şekil 2.10'daki akım şeması incelendiğinde monomerlerin polimerizasyonu ile polimerler oluşur, oluşumuna göre bu polimerler yarı sentetik veya sentetik polimerler ise plastik olarak adlandırılır ve 5 mm'nin altında direkt olarak üretilmesi birincil mikroplastikleri oluşturur. Bu plastik yapı ile çeşitli plastik malzemelerin üretilmesinin ardından atık haline gelerek parçalanması ile ikincil mikroplastikler oluşur. Oluşan mikroplastiklerin çevreye, dolayısı ile gıda anlamında deniz ürünleri olarak adlandırdığımız canlılara, vahşi kuşlara geçmekte olup dolaylı veya doğrudan (gıda ambalajları) bir şekilde insanlara geçerek sağlığa da etkileri bulunmaktadır.

2.2.1.1. Mikroplastiklerin çevre kirliliğine etkisi

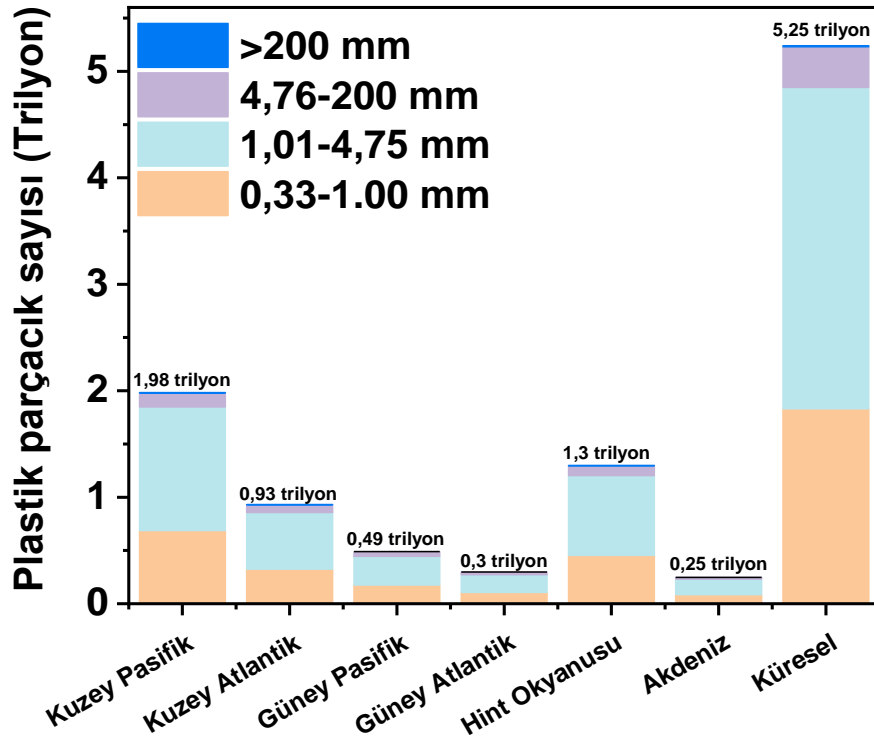
Her yıl 4,8 ila 12,7 milyon metrik ton tüketici plastiği dünya okyanuslarına farklı şekillerde ulaşıyor, bu da dünya çapında 12 bölgesel denizde 100 milyondan fazla makroplastik parçacığının ve küresel olarak okyanus yüzeyinde yüzen 51 trilyon mikroplastik parçacığının varlığına neden oluyor (Agamuthu vd., 2019). Okyanuslarda, mikroplastiklerin küçük boyutu ve düşük yoğunluğu, özellikle okyanus akıntıları yoluyla büyük mesafeler boyunca yaygın olarak taşınmasına katkıda bulunur (Ballent vd., 2012).

Mikroplastik döküntülerin deniz ekosistemleri için oluşturduğu riskleri kapsamlı bir şekilde değerlendirmek için, küresel okyanusta mikroplastiklerin boyutu, yaygınlığı ve dağılımı hakkında sağlam tahminler yapılması gerekir (Lindeque vd., 2020). Eriksen vd.'nin 2014 yılında okyanuslarda örnekleme bağlı, istatistiksel olarak plastik miktarının tahmini üzere yapmış olduğu çalışma Şekil 2.11'de okyanus yüzeyinde küresel olarak tahmini 4,85 trilyon adet mikroplastik (0,33-4,75 mm) olduğunu belirtmiştir (Eriksen vd., 2014).

Birincil mikroplastiklerin çevreye, özellikle su ekosistemine deşarjını azaltmak için, kontrol edilebilir bağlantı düğümlerini belirlemek için çeşitli birincil mikroplastik

kaynaklarının tüm üretim sürecini ve çevreye girişini (yani yolları) analiz eden bir çalışmada Çin'den gelen birincil mikroplastik emisyonların 2015 yılında 7372,87 milyon ton olduğu tahmin edilmiştir (Wang vd., 2019). Bununla birlikte okyanusların yanı sıra kırsal sahillerinde de mikroplastik kirliliği gözlemlenmektedir.

Parçacık sayısına göre yüzey okyanus plastiği



Şekil 2.11: Dünyanın okyanus sularındaki yüzey plastik sayısı tahminleri

Kaynak: Eriksen vd., 2014

Bu konuda yapılmış çalışmalar incelendiğinde Güney Baltık Denizi kırsalı (Urban-Malinga vd., 2020), Porto Riko plajları (Pérez-Alvelo vd., 2021), Üç Kanarya Adaları kırsalı (Herrera vd., 2018), Doğu Tayland körfezi kırsalı (Bissen ve Chawchai, 2020), Peru-Lima kırsalı (De-la-Torre vd., 2020) ve Hindistan'ın güneydoğu kırsal sahillerinde (Karthik vd., 2018) mikroplastik tespitleri yapılmış ve mikroplastiklerin ciddi tehlikeler oluşturduğu düşünülerek mikroplastik kirliliğini önleme adına çalışmaların gerekliliği vurgulanmıştır. Mikroplastiklerin deniz ve okyanuslardaki varlığı dolaylı bir şekilde deniz habitatını oluşturan canlılar için de tehlikeli bir hal almaktadır. Mikroplastiklerin, fırsatçı bakterilerin çoğalmasına izin veren doku aşınmalarına neden olarak mercan mikrobiyomunu doğrudan ve dolaylı olarak değiştirebileceği

nihayetinde mercan ölümüne neden olabileceğini düşünülmektedir (Corinaldesi vd., 2021). Plastik döküntülere ve ilgili kimyasallara maruz kalmanın balıklarda endokrin bozucu etkileri teşvik edip etmediğini belirlemek için yapılmış çalışmada erkek balıklarda değişmiş gen ifadesi gözlemlenirken, balıklarda değişmiş gen ifadesi gözlemlenmiş ve plastik alımının endokrin sistem işlevini değiştirebileceğini düşündürmüştür (Rochman vd., 2014). Mikroplastiklerin çevresel örnekleri balık larvalarında büyüme ve davranış üzerinde önemli toksik etkilere neden olur (Pannetier vd., 2020). Bu gibi çalışmalar başta deniz habitatında ciddi tehlikelerin ve toksisitenin arttığını ve artmaya devam ettiğini, artmakta olan mikroplastik kirliliği nedeniyle önem arz ederek mikroplastik kirliliği sorunlarının çözüme kavuşturulması veya önleyici faaliyetlerin alınmasını gerektirmektedir.

Mikroplastik kirliliğinin karasal tehlikeleri de yadsınamaz bir gerçeklik taşır. Mikroplastiklerin karasal ekosisteme geçişi düşük yoğunluklarından ötürü atmosferik taşıma ile kolay bir şekilde yer değiştirmenin yanı sıra atık su arıtma tesislerindeki çamurların tarımsal alanlarda kullanılmasıyla (Corradini vd., 2019), lastik aşınmasıyla, endüstriyel faaliyetler ile, kompostun bir kirleticisi olarak veya plastik malçlama yoluyla (Rillig, 2018) da gerçekleşmektedir. Bu konu ile ilgili yapılan çalışmalarda Paris metropol alanı için ortalama 110 ± 96 parçacık/m²/gün atmosferik serpinti gözlenmiş ve bunun, Paris ölçeğinde (yaklaşık 2500 km² alan), 3-10 ton/yıl sentetik elyafın atmosferden kaynaklanabileceği tahmin edilmiştir (Dris vd., 2016). Bununla birlikte uzak, bozulmamış bir dağ havzasındaki (Fransız Pireneleri) atmosferik mikroplastik birikiminin gözlemlerinin yapıldığı bir çalışmada, havzada biriken metrekare başına 249 parça, 73 film ve 44 elyafın nispi günlük sayısını belgelemişlerdir ve mikroplastiklerin atmosferik taşıma yoluyla uzak ve seyrek yerleşim alanlarına ulaşabileceğini göstermişlerdir (Allen vd., 2019). Mikroplastiklerin karasal ortamda bulunması tarımsal bölgelerde bitki yetiştiriciliğini dolayısıyla gıda ağı stabilitesini de etkilemektedir. Ilıman çayır ekosistemlerinde birlikte bulunan yedi bitki türünden oluşan bir bitki topluluğunda, mikroplastiklerin ve mikro liflerin etkileşime girebileceği bir faktör olan kuraklığın bitki verimliliği ve topluluk yapısı üzerindeki etkisinin araştırıldığı bir çalışmada mikro liflerin bitki türlerinin baskınlığını etkilediğini ve ekosistem fonksiyonları üzerindeki etkilerin incelenmesi gerektiği belirtilmiştir (Lozano ve Rillig, 2020). Başka bir çalışmada *Lolium perenne* (çok yıllık çim), *Aporrectodea rosea* (pembe uçlu solucan) içeren

toprağa farklı mikroplastik türleri ile ekilmiş kontrol grubuna nazaran mikroplastik içeren çimlerde daha az tohumun çimlendiği, sürgün yüksekliğinde azalma olduğu ve pembe uçlu solucanın biyokütlesinde önemli bir azalmanın meydana geldiği belirtilmiştir (Boots vd., 2019). PS mikroplastiklerin bakla (*Vicia faba*) üzerindeki etkisinin incelendiği çalışmada mikroplastiklerin büyümeyi inhibe ettiği ve yüksek oksidatif hasara neden olduğu belirtilmiştir (Jiang vd., 2019). Sonuç olarak bu konu ile ilgili çok fazla araştırma çalışmasının olmaması nedeni ve mikroplastiklerin genel toksikolojik etkilerinden ötürü ileri zamanlarda çeşitli sorunlara sebep olabileceği düşünülmektedir. Bu nedenle gerekli önlemlerin topluluklar ve devletler tarafından alınması gerekir.

2.2.1.2. Mikroplastiklerin gıda kirliliğine etkisi

Mikroplastikler; biyota tarafından alınabilecek kadar küçüktürler ve bu nedenle besin zincirinde birikebilirler (Rillig, 2012). Deniz mikroplastik artıkları gıda güvenliğini tehlikeye sokmakta ve buna bağlı olarak insan sağlığı için tehlike oluşturmaktadır. Mikroplastikler gıda ürünlerinde deniz ürünlerinin yanı sıra tuz, bal, şeker, su, süt gibi çeşitli yiyecek ve içeceklerde direkt mevcudiyeti ile birlikte indirekt olarak ambalajlamada veya saklama kaplarında kullanılan plastiklerden de gıdalara geçebilmektedir. Bu bölüm insanlar tarafından gıda olarak tüketilen mikroplastiklerin varlığına ve miktarlarına dikkat çekmektedir.

Birçok deniz organizmasının mikroplastikleri ayırt edemeyerek yuttuğu bilinmektedir (Boerger vd., 2010; Cole vd., 2013; Desforjes vd., 2015; Shim ve Thomposon, 2015). Deniz ortamındaki plastik döküntüler, mikrobiyal biyofilmleri hızla biriktirebilir, buna bağlı olarak plastik yüzeyinde alg ve omurgasızların kolonizasyonuna izin vererek partikül yoğunluğunu artırır (Andrady, 2011) ve yüzey kısımdan alt kısımlara iner. Buna bağlı olarak deniz canlılarının tüketiminde de artışlar meydana gelebilir. 2012 yılında İngiliz Kanalında incelenen balıkların %36,5'inin gastrointesinal kanalında mikroplastik olduğu ve ortalama balık başına $1,90 \pm 0,10$ adet mikroplastik olduğu belirlenmiştir (Lusher vd., 2013). Kuzey Denizi'nde farklı coğrafi konumlarda yakalanan balık türlerinde yutulan plastik miktarını ölçmek amacıyla istavrit, mezgit ve uskumru gibi yedi yaygın Kuzey Denizi balık türünden 1203 ayrı balık araştırılmış; incelenen balıkların %2,6'sında ve yedi türün beşinde plastik parçacıklar bulunmuştur (Foekema vd., 2013). Yumurtalık Koyu'ndaki (İskenderun Körfezi, Levatine

Denizi'nin kuzeydoğu kıyısı) dikenli istiridyelerde (*S. spinosus*) mikroplastik varlığı incelenmiş ve istiridye başına 1,8-2,6 adet mikroplastik bulunmuştur (Çevik ve Gündoğdu, 2018). Yenilebilir balık dokularında mikroplastiklerin oluşumu hakkında yapılan bir çalışmada yaygın olarak tüketilen dört kurutulmuş balık türünün eksize edilmiş organlarında (iç organlar ve solungaçlar) ve iç organları çıkarılmış ette (iç organlar ve solungaçlar hariç bütün balık) potansiyel mikroplastiklerin varlığı araştırılmış, dört kurutulmuş balık türünden toplam 61 mikroplastik benzeri parçacığın izole edildiği belirtilmiştir (Karami vd., 2017). Musa Haliç'indeki dört bölgeden ve Basra Körfezi'ndeki bir bölgeden ticari açıdan önemli balık türleri ve bir kabuklu, mikroplastiklerin varlığı ve konumu için analiz edilmiş, demersal ve pelajik balıkların bağırsaklarında (gastrointestinal kanallar), derisinde, kaslarında, solungaçlarında ve karaciğerinde toplam 828 mikroplastik tespit edildiği belirtilmiştir (Abbasi vd., 2018). Avrupa hamsisinin *Engraulis encrasicolus* karaciğerinde yani hepatik dokusunda mikroplastiklerin oluşumunu doğrulamak amacı ile yapılan çalışmada, karaciğerlerin %80'i, 124 µm ila 438 µm arasında değişen ve yüksek düzeyde kontaminasyon gösteren nispeten büyük mikroplastikleri içerdiği belirtilmiştir (Collard vd., 2017). Türkiye'nin 5 ilinde 41 farklı satıcıdan satın alınan yemeye hazır midye dolmaların mikroplastik içeriği incelendiği çalışmada midye başına $0,6 \pm 0,1$ adet mikroplastik bulunmakla birlikte en fazla İstanbul'da midye dolma başına $0,9 \pm 0,1$, en az Bodrum'da $0,3 \pm 0,1$ adet mikroplastik bulunmuş ve ortalama bir tüketicinin 100 gr midye dolma/porsiyon tüketmesi halinde 5,8 mikroplastik/porsiyon tüketme riskinin olduğu tahmin edilmiştir (Gündoğdu vd., 2020).

Türkiye'de deniz ve göllerdeki mikroplastiklerin sofraya tuzu yoluyla tüketicilere ulaşp ulaşmadığını inceleyen bir çalışmada, Türkiye pazarından 16 marka sofraya tuzunu temin ederek mikroplastik varlığını belirlemiş ve Türkiye'deki tüketicilerin yıllık tuz kullanım oranına göre sırasıyla deniz tuzu, göl tuzu ve kaya tuzu 249–302, 203–247 ve 64–78 adet mikroplastik tüketimine sebep olduğu belirtilmiştir (Gündoğdu, 2018).

Farklı ülkelerden toplatılan 19 bal numunesi incelendiğinde ortalama mikroplastik miktarı 166 ± 147 adet/kg bal belirtilmiş olup, beş ticari rafine edilmiş şeker analiz edildiğinde ortalama mikroplastik miktarının 249 ± 130 adet/ kg şeker olduğu belirtilmiştir (Liebezeit ve Liebezeit, 2013).

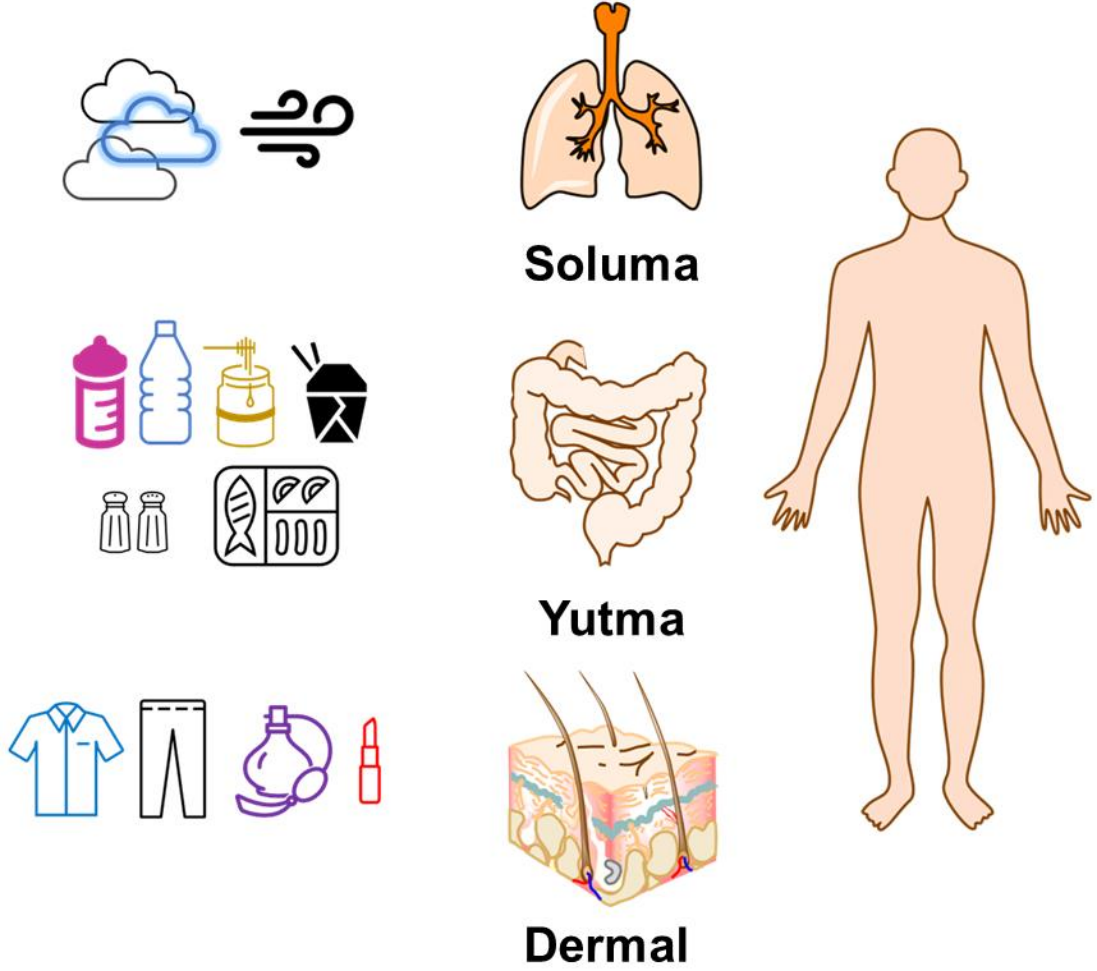
Küresel kaynaklı 159 musluk suyunun incelendiği bir çalışmada suların %81'inde antropojenik partiküllerin bulunduğu ve bu parçacıkların çoğunun, 0,1-5 mm

uzunluğunda lifler (%98,3) olup, toplam ortalama adet sayısının 5,45 mikroplastik/L olduğu belirtilmiştir (Kosuth vd., 2018). Yeraltı suyu kaynaklarından gelen içme suyunda düşük sayıda mikroplastik tespit edildiğini destekleyen çalışmalar da mevcuttur (Danopoulos vd., 2020; Mintenig vd., 2019). İçecek ürünlerinin mikroplastik kontaminasyonu açısından incelendiği bazı çalışmalarda soğuk çayda ortalama $11 \pm 5,26$ mikroplastik/L, enerji içeceklerinde ortalama $14 \pm 5,79$ mikroplastik/L ve birada ortalama $152 \pm 50,97$ mikroplastik/L tespit edilmiştir (Shruti vd., 2020). Meksika'nın 5 uluslararası ve 3 ulusal markasından toplam 23 süt örneği (22 yetişkin ve 1 çocuk) toplayarak mikroplastik oluşumunu inceleyen bir çalışmada bütün ambalajlı sütlerde mikroplastik varlığını ve genel ortalamanın 6.5 ± 2.3 partikül/L olduğu belirtilmiştir (Kutralam-Muniasamy vd., 2020).

Direkt olarak gıdalardan mikroplastiklerin geçişinin yanı sıra gıdaları sakladığımız plastik saklama kaplarından da mikroplastiklerin geçişi mümkündür. Bu konu ile ilgili morfolojik olarak yuvarlak şekilli, dikdörtgen şekilli plastik kap ve tek kullanımlık plastik kaplar için paket başına izole mikroplastik miktarını inceleyen bir çalışmada ortalama ağırlığın sırasıyla $12 \pm 5,12$ mg, $38 \pm 5,29$ mg ve $3 \pm 1,13$ mg olduğu belirtilmiştir (Fadare vd., 2020). Çin'deki beş şehirden yaygın olarak kullanılan polimer malzemelerden yapılmış gıda paket servis kapları toplanarak mikroplastik geçişinin incelendiği bir çalışmada, paket servis kaplarındaki mikroplastik bolluğuna bağlı olarak, haftada 4-7 kez paket yemek siparişi veren kişilerin, kaplar aracılığıyla 12-203 adet mikroplastik alabileceğini belirtmişlerdir (Du vd., 2020). Ekstrüde PS ile paketlenen etlerin mikroplastik kirliliği açısından değerlendirildiği bir çalışma sonucu gıda ürünlerini 4,0 ila 18,7 mikroplastik/kg paketlenmiş et düzeyinde kirlittiğini belirtmişlerdir (Kedzierski vd., 2020). Yapılan başka bir çalışmada tek kullanımlık kağıt bardaklardan sıcak suya mikroplastik geçişi incelenmiş ve 85-90°C'de 100 ml sıcak suyun 15 dk beklemesi halinde mikroplastiklerin suda mevcudiyetini belirtmişlerdir (Ranjan vd., 2021). Bebeklerin, PP bebek biberonlarında hazırlanan mamayı tüketmelerinden kaynaklanan mikroplastiklere potansiyel maruziyetini araştırılan bir çalışmada PP bebek biberonların litre başına 16.200.000 parçacık kadar yüksek değerlere sahip mikroplastikler saldırdığı ve 12 aya kadar olan bebeklere olası küresel maruziyeti tahmin etmek için 48 bölgeyi araştırmaları halinde bölgeye bağlı olarak kişi başına günde 14.600–4.550.000 parçacık arasında değişen değerler bulduklarını belirtmişlerdir (Li vd., 2020).

2.2.1.3. Mikroplastiklerin insan sađlıđına etkisi

Mikroplastikler, besin zinciri yoluyla potansiyel olarak daha yksek trofik seviyeli organizmalara (hayvanlar ve insanlar) aktarılabilir ve bu nedenle tm ekosistem iin toksikolojik bir tehdit oluřturur (Hanif vd., 2022; Reid vd., 2019) nceki blmde bahsedilen gıdalara kontamine olan mikroplastik kirliliđi, dolayısı ile insanların mikroplastik tketime yol aar, yutma dıřında insanların mikroplastiklere maruz kalmasının diđer kaynakları soluma ve cilt temasıdır (De-la-Torre, 2020). Mikroplastiklerin gıdalarımıza ve nihayetinde organlarımıza nasıl dahil olduđunu gsteren bir model Őekil 2.12’de gsterilmektedir.



Őekil 2.12: Mikroplastiklerin eřitli yollarla insan vcuduna girmesini gsteren bir model

İnsanların istemeden de olsa biyotadaki diğer canlılar gibi mikroplastikleri yutup yutmadığını belirlemek için insan dışkısını mikroplastiklerin varlığı açısından inceleyen bir çalışmada bütün dışkılarda mikroplastik tespit edilmiş ve 10 g insan dışkısında 20 mikroplastik olduğu belirtilmiştir (Schwabl vd., 2019). Küresel olarak, insanların potansiyel olarak yılda kişi başına ortalama tükettiği mikroplastik parçacık sayısının 11.845 ila 193.200 adet arasında değiştiğini belirten çalışmalar mevcuttur (Senathirajah vd., 2021). Tüketici yiyecek ve içeceklerinde mikroplastiklere artan maruziyet, plastiklerin bağırsak mikrobiyomunun işlevselliği üzerindeki etkisi, sindirim ve bağırsak bakterileri yoluyla potansiyel biyolojik bozunması kritik bir araştırma konusudur. Gerçekçi insan maruziyeti seviyeleri aralığında olan miktarlardaki PET mikroplastikler, standartlaştırılmış bir in vitro statik modelde sindirim simülasyonuna ve simgi® modeli kullanılarak bağırsak-mikrobiyal dinamik fermentasyona tabi tutulduğu bir çalışmada mikroplastiklerin kolonik mikrobiyal toplulukların hem bileşimini hem de çeşitliliğini etkilediğini göstermiş aynı zamanda PET yapısının nispi bir amorfizasyonu olduğu, ancak kayda değer morfolojik değişiklikler olmadığı belirtilmiştir (Tamargo vd., 2022).

İkincil mikroplastikler yapıları gereği plastiklerde bulunan katkı maddelerini barındırır ve bu dolaylı bir şekilde insanlara geçtiğinde çeşitli hormonal bozukluklara sebep olabilir. Bu konu ile ilgili olarak hamile kadınların belirli dönemlerde mikroplastiklere maruziyeti ile fetüste hormonal bozukluklar gerçekleşebilir, fetüs gelişiminin bozulması ile hipospadias, kriptorşidizm veya düşük sperm kalitesi gibi erkek üreme sağlığı bozuklukları oluşabilir (Boberg vd., 2018). PS mikroplastik toksisitesinin incelendiği bir çalışmada boyuta ve konsantrasyona bağlı bir şekilde sitokin ve kemokin üretimini indükleyen potansiyel bağışıklık uyarıcı etkilerinin olduğu belirtilmiştir (Hwang vd., 2020).

Mikroplastikler havada bulunur ve insanlar tarafından solunabilir, ancak solunum sistemi üzerinde zararlı etkileri olup olmadığı bilinmemekle birlikte, otopsilerde elde edilen insan akciğer dokularında mikroplastiklerin varlığını inceleyen bir çalışmada 20 doku örneğinin 13'ünde polimerik parçacıklar (n = 33) ve lifler (n = 4) gözlenmiş parçacık ve liflerin boyutu 5,5 µm'den küçük olduğu belirtilmiştir (Amato-Lourenço vd., 2021). Mikroplastiklerin solunmasında mikroplastiklerin yüksek yüzey alanlarından kaynaklanan organik malzeme ile etkileşime girme potansiyelinin yüksekliği, polimerik yapı lifli şekil nedeniyle solunum sisteminden zor çıkarılması ve

kalıcı organik kirleticiler ve plastikleştiriciler gibi tehlikeli maddelerin yüzeylerinden salınması ihtimalleri dolayısıyla duyarlı bireylerde hastalıklara neden olabileceği belirtilmektedir (Prata, 2018).

Sonuç olarak mikroplastik kirliliği başta deniz ve deniz habitatındaki canlılara ardından farklı taşıma yolları ile karasal ekosisteme ulaşarak canlıların gelişiminde toksik etkilere sahip olabilir. Ancak bu konu ile ilgili insan vücudunda çok fazla çalışma yapılmamasından ötürü toksik etkiler ve sınırlar net olarak belli değildir ve daha fazla araştırılma yapılması gerekmektedir.

2.2.2. Mikroplastiklerin Gıdalara Geçişi ve Çözüm Önerileri

Mikroplastik ve plastiklerin ekosistemde oluşturduğu yükün etkilerini azaltmak amacıyla plastiklerin teknik özelliklerine muadil olacak şekilde biyobozunur plastik üretimi desteklemekle birlikte plastiklerin bozunmasına ve geri dönüşümüne yönelik çalışmalar yapılmaktadır.

Bazı plastik türlerinin mantarlar ve bunların enzimleri tarafından modifikasyonu ve bozunması hakkında bilgiler mevcuttur (Zimmermann, 2021) ancak kirliliğin miktarının oranlanmasında, sürdürülebilirlik henüz düşüktür. Bununla birlikte HDPE bazlı mikroplastiklerin bozunması için protein bazlı gözenekli yarı iletken N-TiO₂ kullanan yeşil fotokataliz yöntemi kullanılmış ve miktar anlamında HDPE'nin bozulduğu rapor edilmiştir (Ariza-Tarazona vd., 2019). Mikroplastiklerin fotokatalitik bozunmasının yüzey hidrosil gruplarına bağlı olduğunu belirten bir çalışmada hidroksi açısından zengin ultra ince bizmut oksiklorür üretilerek mikroplastik bozulmasında büyük bir artışa sahip olduğu belirtilmiştir (Jiang vd., 2021). Ancak mikroplastiklerin bozunması anlamında endüstriyel olarak uygulanabilen sürdürülebilir bir metod mevcut değildir, bu nedenle düşük maliyetli ve yüksek kapasiteli plastik bozundurma sistemleri oluşturulmalıdır.

Plastiklerin ve dolaylı olarak mikroplastiklerin geri dönüşüm yolları mevcuttur. Kimyasal geri dönüşüm, gelişmiş proses verimliliği için katalizörler tarafından desteklenen, plastik atıklardan enerji ve malzeme geri kazanımı için kapsamlı bir şekilde incelenen; kemoliz, piroliz, akışkan katalitik çatlatma, hidrojen teknolojileri ve katalitik basınçsız depolimerizasyon (gazlaştırma, metanol sentezi vb.) gibi teknikler sayesinde gerçekleşir (Davidson vd., 2021; Huang vd., 2022; Jiang vd., 2022; Lee vd.,

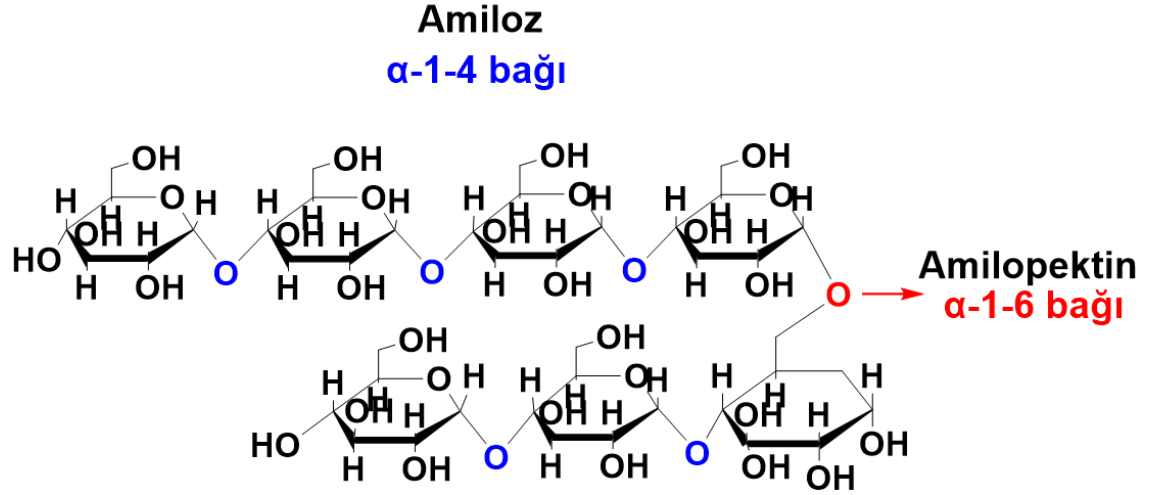
2021; Ragaert vd., 2017; Rahimi ve García, 2017). Shieh vd., termoset plastiklerine geleneksel kütleme iş akışlarında bir komonomer katkı maddesi kullanarak, aynı mekanik özellikleri gösteren kontrollü boyut ve işlevselliğe sahip çözünür, hafif bozunmaya maruz kalabilen ve geri dönüştürülebilir bir termoset üretmişlerdir (Shieh vd., 2020). Araba lastiklerinde kullanılan termoset bir malzeme olan kauçuk, kimyasal, ultrason, mikrodalga, termomekanik ve ekstrüzyona dayalı termomekanik devulkanizasyon ile endüstriyel olarak geri dönüştürülebilir (Asaro vd., 2018). Geri dönüştürme amacı ile kovalent bağ değişimi üzerine çeşitli çalışmalar mevcuttur (Christensen vd., 2019; Kloxin vd., 2010; Winne vd., 2019). Bozunma ve geri dönüşüm hakkında birçok çalışma mevcut olmasına karşın bozundurma ve geri dönüşüm işlemlerinden önce mikroplastiklerin çevreden ayrıştırılması gereklidir.

Mikroplastiklerin ayrılması genellikle tek başına veya seri olarak kullanılan 0,038 ila 4,75 mm arasında değişen ağ gözlerine sahip eleklerle sağlanır, küçük ağ boyutlarına sahip filtreler (örneğin, 0,02 μm –5 μm) küçük mikroplastikleri veya nanoplastikleri ayırmak için de kullanılır (Fu vd., 2020). 1 μm 'den küçük plastik partiküller için kromatografik teknikler, aktif ve pasif ayırma tipik olarak kullanılır. Hidrodinamik kromatografi (HDC) gibi pasif ayırmalar, sıvıdaki partikülleri ayırmak için hidrodinamik ve yüzey kuvvetlerini kullanırken, alan akışı ayırma (FFF) tekniği gibi aktif ayırmalar ise dağılmış parçacıkların ayrılması için dış alanları mikroakışkan ortamlara uygular (Fu vd., 2020). Ancak temelde bir eleme sisteminin olması ve bu eleme sisteminin yapılması gereken yerlerde (deniz, okyanus, toprak vb.) canlıların bulunmasından ötürü doğaya karışmış ve karışacak olan mikroplastiklerin büyük ölçüde ayrıştırılmasını imkânsız kılar. Bu çalışma sayesinde üretim aşamalarında Fe_3O_4 nanopartiküllerinin ilave edildiği plastik nanokompozit yapıların mıknatıs yardımı ile doğal ekosisteme zarar vermeden kolay bir biçimde ayrıştırılmasının sağlanması hedeflenmektedir.

2.3. Nişasta: Tanım ve Genel Bilgiler

Bitkilerin fotosentezi sonucu karbonhidratların depolandığı yapısal form nişastadır ve amiloz ile amilopektin yapılarını barındırır ve Şekil 2.13'te gösterilmektedir. Amiloz ve amilopektin bir grup glikopiranoz ünitesinin uzun zincirler halinde bağlanması ile oluşmakta olup amiloz α -(1→4) düz bir zincir formunda iken amilopektin α -(1→6) dallanan ünitelere sahiptir. Nişastanın fizikokimyasal özellikleri ham madde

kaynaklarına göre farklılık göstermekte olup yaygın olarak buğday, mısır, patates ve tapyoka nişastası sıklıkla kullanılan kaynaklardır. Patates nişastasında amiloz: amilopektin oranı 20:80'dir (Jha vd., 2020).



Şekil 2.13: Nişastanın kimyasal gösterimi

Morfolojik yapı olarak nişasta incelendiğinde kaynağına, kloroplast biyokimyasına göre farklılık gösterip değişkenlikleri kapsayıcı bir şekilde 1-110 μ m granül boyutu aralıklarına sahip olduğu belirtilmiştir (Hoover, 2001; Singh vd., 2016). Nişasta gıda endüstrisi başta olmak üzere, kâğıt, tekstil, biyoyakıt, yapıştırıcı ve ambalajlama gibi birçok endüstride yaygın olarak kullanılan bir malzemedir. Gıda endüstrisindeki yaygın kullanımın temel sebepleri yapısındaki hidroksil gruplarının kolay bir şekilde etkileşime girmesi dolayısı ile nem tutma, hacim artırma, jelatinleşme, kıvamı artırma, viskoziteyi artırma amaçları ile kullanımının yanı sıra enkapsülasyon ajanı ve dolgu maddesi olarak da kullanılır. Kimyasal yapısında barındırdığı hidroksil grupları ile kolay bir şekilde modifiye edilebilir olmasından, istenilen niteliklerin kazandırılabilmesinden ve yenilebilir olmasından ötürü kullanım oranı artırılabilir. Nişasta yapısındaki bağların etkileşiminden ötürü kolay modifiye olmasının yanı sıra sıcaklık ve pH gibi çevresel faktörlerden etkilenebilir dolayısı ile işlevsel olarak kullanımını kısıtlar. Bu kısıtlayıcı etkilerin azaltılması amacı ile nişasta farklı şekillerde modifiye edilir ve bu modifikasyonu sağlamak amacı ile kullanılan kimyasallar için Gıda ve İlaç Dairesi (FDA) maksimum miktarı belirterek izin verilen sınırları topluma sunar (Singh vd., 2016).

2.3.1. Nişasta Modifikasyonu

Nişasta fazlaca bulunan bir biyopolimer olması ve işlevsel özelliklerinin (-OH) hidroksil gruplarından dolayı spesifik nitelikler kazandırılarak fonksiyonelleşmesi amacıyla modifiye edilir. Nişastanın modifikasyonu fiziksel, kimyasal ve bitkinin genetik olarak modifiye edilmesi ile gerçekleştirilebilir. Fiziksel modifikasyon güvenilir bir şekilde kullanılmasından dolayı önem arz etmektedir. Endüstride fiziksel olarak modifiye edilmiş pre-jelatinize nişasta yaygın bir şekilde kullanılmakta olup ekstrüder, tamburlu kurutucu veya püskürtmeli kurutucu ile üretilebilir. Fiziksel modifikasyon amacı ile kurutma yöntemlerinin yanı sıra derin dondurma, çoklu derin dondurma ve çözme, ozmotik basınç, aşırı ısıtma, darbe elektrik alan, ultrasonikasyon, karıştırıcı bilyalı değirmen ve anlık kontrollü basınç gibi birçok işlem yapılabilmektedir (Din vd., 2017). Kullanılan teknolojinin tercih edilme amacı ürüne kazandırılmak istenilen nitelik ile alakalıdır. Moleküler bütünlüğün korunması nişastanın granül yapısı ve yüzey özellikleri etkileyerek sınıflandırılmasında önem arz etmekte olup bütünlüğün bozulmasının istenmediği durumlarda hidrotermal işlemler (tavlama, ısı ve nem işlemi) kullanılabilir. Nişastanın genetik modifikasyonu biyoteknoloji veya geleneksel bitki yetiştirme teknikleri ile gerçekleştirilebilir olup nişasta biyosentezinde etkinlik göstererek bazı enzimlerin inhibisyonunu sağlayarak amiloz: amilopektin oranını değiştirebilir, bu değişime bağlı olarak jelatinleşme değiştirebilir, dirençli nişasta oluşumunu sağlayabilir ve termal stabilitede olumlu özellikleri geliştirebilir (Kaur vd., 2012). Bu çalışmada nişastanın kimyasal modifikasyona tabi tutulması için detaylı bir şekilde 2.3.1.1 bölümünde anlatılmıştır.

2.3.1.1. Nişastanın Kimyasal Modifikasyonu

Nişastanın kimyasal modifikasyonu, yapısındaki moleküller arası bağlar veya molekül içi yani glikopiranoz ünitesindeki hidroksil grupları vasıtasıyla fonksiyonel bir grup ile reaksiyona girmesiyle nişastanın fizikokimyasal özelliklerinin değişmesini sağlamak amacı ile yapılır. Kimyasal modifikasyon çok fazla değişken parametre barındırmaktadır. Nişastanın kaynağı, granül boyutu dağılımı, ikame derecesi, moleküllerdeki ikame maddesi dağılımı ve reaksiyon koşullarından pH, sıcaklık ve reaksiyon süresi modifikasyonun etkin bir şekilde gerçekleştirilebilmesi için önem arz eder.

Niřastanın kimyasal modifikasyonu için yaygın olarak oksidasyon, esterifikasyon, eterifikasyon ve apraz baęlama yöntemleri kullanılır. Niřastanın ozonlanması ile oksidasyonu saęlanarak kimyasal bir modifikasyona tabi tutulabilir. Modifikasyon řekline baęlı olarak, ozonlama gıda iřleme için GRAS (genel olarak güvenli olarak kabul edilir) statüsüne sahip olabilir (Maniglia vd., 2021). Ozonlama iřlemi süresine ve iřlemin gerekleřtięi pH derecesine göre farklı termal ve moleküler özelliklere sahip olabilir. Ozonlanmış niřasta genel olarak boyutun küçüldüęü ve karbonil/karboksil gruplarının arttıęı bir niřasta türü olup kullanımı anlamında hamur berraklıęını artırma, yüksek sıcaklıkta genleşme kapasitesinin artmasında ve daha iyi bir doku nitelięi oluřturma özellikleri sergileyebilir (Matta Junior vd., 2019). Niřastanın esterifikasyonu, glikoz ünitelerindeki üç hidroksil grubunun aril veya alkil türevlerine dönüřtürülmesini kapsar ve niřastanın retrogradasyon özelliklerini deęiřtirir ve asetilasyon niřasta esterifikasyonunda kullanılan yaygın bir metottur (Masina vd., 2017). Asetilasyon glikoz molekülündeki bazı hidroksil gruplarının asetil grubu ile bazı alkali katalizörler eřlięinde deęiřtirildięi yaygın bir kimyasal modifikasyon türüdür ve ikame derecesine göre farklı özellikler gösterir. Yüksek (1,5-3) ve orta (0,2-1,5) ikame dereceli asetilenmiş niřasta termoplastik malzeme olarak kullanıma uygunken düşük (0,01-0,2) ikame dereceli niřasta stabilize etme, kalınlařtırma, yapışma ve baęlama maddesi olarak kullanılabilir (Din vd., 2017; Luo ve Shi, 2012). Niřastanın esterifikasyonu, soęutulmuş ve dondurulmuş gıdalarda, emülsiyon stabilizatörlerinde ve kapsüllerde; düşük jelatinleşme sıcaklıęı, retrogradasyonu geciktirme ve daha yüksek macun berraklıęını oluřturabilmek için kullanılır (Singh vd., 2016) ve yaygın olarak kullanım alanı bulan türleri niřasta asetat (vinil asetat veya asetik anhidrit ile) niřasta fosfat (orto-fosfatlı) ve karboksimetil niřasta (monokloroasetik asit ile) türleridir.

Niřastanın eterifikasyonu alkali bir katalizör varlıęında hidroksil gruplarının bir eter baęı oluřturması ile katyonik, anyonik, noniyonik ve amfoterik reaktif maddeler ile reaksiyona girmesiyle oluřturulan, termal stabilite özellięi arttırılmış, daha yüksek reaksiyon verimlilięine sahip ve donma-özünme stabilitesi arttırılmış niřasta eldesini saęlayan bir modifikasyon türüdür (Chen vd., 2015; Singh vd., 2016). Niřastanın apraz baęlama yöntemi kullanılarak modifikasyonunda hidroksil grubu ile iki veya daha fazla fonksiyonel grup içeren kimyasal maddenin reaksiyonu ile apraz baęlı niřasta hazırlanır. Kimyasal madde olarak yaygın olarak kullanılan fosfor oksiklorür,

Bu yöntemle termo-mekanik kesme, jelatinleşme sıcaklığı, asidik ortamda kıvam stabilitesi ve viskozite gibi bazı özelliklerini iyileştirilebilir. Yapmış olduğumuz çalışmada yaygın olarak kullanılan fosfor oksiklorür vb. kimyasallar kullanılmamıştır. Bu çalışmada Şekil 2.14'te verildiği üzere kimyasal bir modifikasyon gerçekleştirmektedir. Bu modifikasyon esnasında Sol-Gel gerçekleşmekte olup etanol grupları açığa çıkar. Modifikasyonun olması ihtimali dahilindeki hidroksil gruplarının modifikasyon sonrası teorik olarak kimyasal yapı görüntüsü şekilde mevcuttur.

ÜÇÜNCÜ BÖLÜM

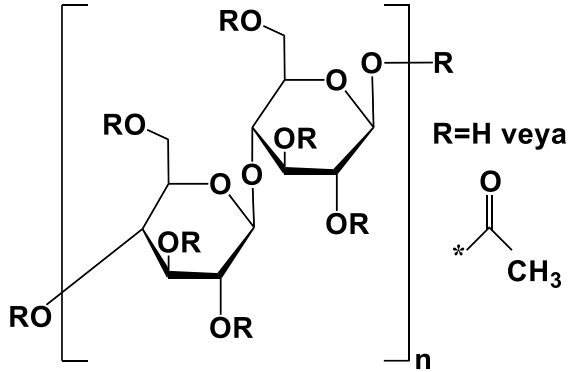
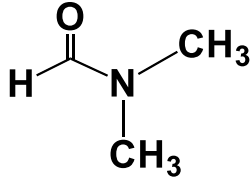
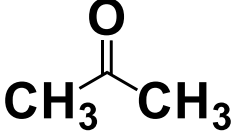
ARAŞTIRMA YÖNTEMİ

3.1. Materyal

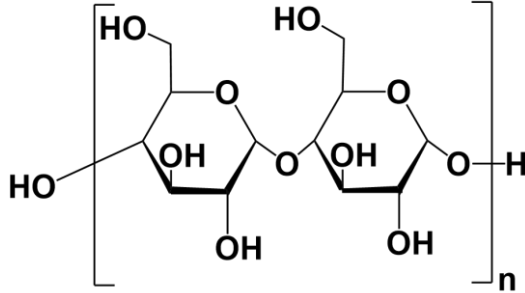
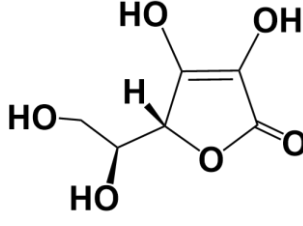
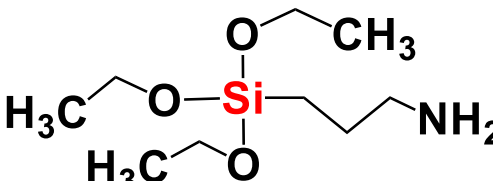
3.1.1. Kullanılan Kimyasallar

Selüloz asetat (CA, Mn:50,000), dimetilformamid (DMF), aseton (Ac), demir sülfat hepta hidrat ($\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$), demir nitrat nonahidrat ($\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$), demir klorür (FeCl_3), patates nişastası, L-askorbik asit ve sodyum hidroksit (NaOH) Sigma Aldrich'den ve (3-Aminopropyl)trieoksisilan (APTES) Dynasylan, Evonik endüstriden temin edilmiştir.

Tablo 3.1: Kullanılan kimyasalların isimleri ve formülleri

Kimyasal Adı	Kimyasal Gösterimi
Selüloz asetat	
Dimetilformamid	
Aseton	

Tablo 3.1: Kullanılan kimyasalların isimleri ve formülleri (Devamı):

Patates nişastası	
L-askorbik asit	
(3-Aminopropyl)trieoksisilan	

3.1.2. Kullanılan Cihazlar

3.1.2.1. Fe₃O₄ nanopartikül sentezi ve Fe₃O₄ dekore edilen Selüloz Asetat Fiberlerinin Analizleri:

Fe₃O₄ nanopartiküllerinin sentezinde ISOLAB Ultrasonik banyo kullanılarak Fe³⁺ (Fe (NO₃)₃.H₂O ve FeCl₃) ve Fe²⁺ (FeSO₄.7H₂O) öncül bileşenleri saf su (Millipore Direct-Q 3, Merck, Almanya) ile çözündürülmüştür ve çözelti hazırlamada IKA RCT manyetik karıştırıcı kullanılmıştır. Partiküller HITACHI CR 22N yüksek hızlı santrifüj kullanılarak çözülden ayrıştırılmıştır (genelde 10 000 rpm, 10 dakika) ve yıkama işlemlerinin ardından partiküller Memmert UN55 etüv ile (70°C) kurutulmuştur. Selüloz asetat (SA) nanofiber üretimi için 0-30 kV aralığında çalışan elektroegirme (Nanoweb, Türkiye) cihazında 17.5 kV, 0.8 mm iğne iç çapı, 1.5 ml/saat akış hızı, 17 cm uzaklık, %65-80 arasında değişen nem değerlerinde ve 15-25°C arasındaki sıcaklıklarda fiberler üretilmiştir. Sentezlenen Fe₃O₄ nanopartikülleri ve

aynı zamanda elde edilen saf ve Fe₃O₄ dekore edilmiş SA nanofiberleri, taramalı elektron mikroskobu (SEM) ve enerji yayılımı X- ışını (EDX) analizi (Zeiss Gemini 500, Almanya) ile yüzey morfolojisi, partikül boyutu ve atomik haritalama için analiz edilmiştir. Analizlerden önce iletkenliğin sağlanması için 5 nm Au kaplama uygulanmıştır. XRD analizi ile (Stoe-Stadi MP, ABD) Fe₃O₄ nanopartiküllerinin ve nanopartikül dekore edilmiş SA fiberlerin kristal yapısı analiz edilmiştir. XRD analizi için yaklaşık 75 mg toz partikül kullanılmış Cu kromatörden K_α (α=0.15406 nm) ışınması ile 2θ (Two Theta)= 5-85° aralığında ölçülmüştür. XPS (Thermo Scientific K-Alpha, ABD) metodu ile Fe₃O₄ nanopartiküllerinin yüzey özellikleri, değişen baz ilavelerindeki yüzey değişimleri, SA fiberleri ve modifiye fiberlerin yüzey analizleri ve kimyasal oksidasyon durumları saptanmıştır. XPS analizi, monokromatize Al K_α X-ışını kaynağı kullanılarak yapılmıştır. Bağlanma enerjisi geniş taramada 0-1360 eV aralığında, 150 eV geçiş enerjisinde, 1 eV enerji adımı boyutunda ölçülürken yüksek çözünürlüklü spektrumlarda 30 eV geçiş enerjisi ve 0,1 eV enerji adımı boyutunda analiz yapılmıştır. FT-IR (Shimadzu-IRTracer-100, Japonya) cihazında ATR modülü ile nanopartikül ve fiberlerin fonksiyonel grupları, yapıların gerilme, eğilme ve bükülme hareketleri tespit edilmiş ve modifikasyonlar saptanmıştır. FTIR analizi, ATR modülü ile toz veya fiber numunenin yüzeysel karakterizasyonu direkt olarak 550-4000 cm⁻¹ dalga boyu aralığındaki transmisyon ile ölçülmüştür. UV Visible spektrofotometresi (Optima SP-3000 nano, Japonya) ile nanopartiküllerin absorpsiyon özellikleri tayin edilmiştir. UV-Vis analizi, manyetit nanopartikülleri etanol içerisinde ultrasonik su banyosunda disperse edilmesiyle kuvars küvette 200-800 nm dalga boyu aralığında artma hızı 2 birim olacak şekilde analiz edilmiştir. TGA-DTA (Seiko SII-7300, Japonya) analizi ile nanopartikül ve fiberlerin termal özellikleri karakterize edilmiştir. TGA/DTA analizine 10 mg numune 20°C/dk ısıtma hızı ile 900 °C' ye kadar azot atmosferinde standart bir ağırlığa göre ısıtılmıştır. Fe₃O₄ nanopartikülleri ve dekore edilmiş SA nanokompozit fiberler Titreşimli Örnek Manyetometresi (VSM) (Dexing Magnet VSM 550, Çin) ile manyetik saturasyon özellikleri analiz edilmiştir. VSM analizi için, katı toz partiküller 50-60 mg civarında kullanılmıştır, fiberler 4x4x6 mm boyutunda kullanılmıştır. 300 K'de -5450 Oe ve 5450 Oe manyetik alan aralığında ölçülmüştür.

3.1.2.2. Si kuantum partikül sentezi ve Si kuantum partikül ile modifiye edilen patates nişasta granüllerinin analizleri:

Si kuantum partiküllerinin sentezinde çekirdeklenme ve büyümeyi sağlamak amacıyla Osram, Ultravitalux, 300 W UV ışığı kaynağı kullanılmıştır. Si kuantum partikülleri ve modifiye nişasta fotoluminesans (PL) (Horiba FluoroMax+ Spectrofluorometer, Fransa) analizine tabi tutularak belirli dalga boylarındaki eksitasyon ile yaptıkları emisyon aralıkları ve şiddeti analiz edilmiştir. PL analizi, kuvars küvet kullanılarak yapılmış olup, küvetin minimum %75'ini dolduracak kadar numune ilave edilip 300-400 nm dalga boylarında uyarılarak 315-785 nm aralığındaki emisyonu 1 nm aralıkta ölçülerek gerçekleştirilmiştir. Sentezlenen modifiye nişasta partikülleri ve modifiye nişasta yapıları taramalı elektron mikroskobu (SEM) ve enerji yayılımı X- ışını (EDX) analizi (Zeiss Gemini 500, Almanya) kullanılarak yüzey morfolojisi, partikül boyutu ve yapıların atomik haritalaması elde edilmiştir. Analizlerden önce iletkenliğin sağlanması için 5 nm Au kaplama uygulanmıştır. XRD analizi ile (Stoe-Stadi MP, ABD) nişasta yapılarının ve modifiye yapıların kristal yapısı araştırılmıştır. XRD analizi için yaklaşık 75 mg toz partikül kullanılmış Cu kromatörden K_{α} ($\alpha=0.15406$ nm) ışınması ile 2θ (Two Theta)= $5-85^{\circ}$ aralığında ölçülmüştür. XPS analizi (Thermo Scientific K-Alpha, ABD) ile nişasta ve modifiye nişasta yapılarının yüzeydeki atomlarının analizi ve kimyasal oksidasyon durumları saptanmıştır. XPS analizi, monokromatize Al K_{α} X-ışını kaynağı kullanılarak yapılmıştır. Bağlanma enerjisi geniş taramada 0-1360 eV aralığında, 150 eV geçiş enerjisinde, 1 eV enerji adımı boyutunda ölçülürken yüksek çözünürlüklü spektrumlarda 30 eV geçiş enerjisi ve 0,1 eV enerji adımı boyutunda analiz yapılmıştır. FT-IR analizi (Shimadzu-IRTracer-100, Japonya) ATR modülü ile nişasta ve modifiye nişasta için yüzeydeki elementlerin kimyasal bağlarındaki gerilme, eğilme ve bükülme hareketleri modifiye yapıların saptanması için kullanılmıştır. FTIR analizi, ATR modülü ile toz numunenin yüzeysel karakterizasyonunda direkt olarak $550-4000\text{ cm}^{-1}$ dalga boyu aralığındaki transmisyon ile ölçülmüştür. UV Visible spektrofotometresi (Optima SP-3000 nano, Japonya) ile Si QD yapılarının absorpsiyon özellikleri belirlenmiştir. UV-Vis analizi kuvars küvette 200-800 nm dalga boyu aralığında artma hızı 2 birim olacak şekilde analiz edilmiştir. Termogravimetrik TGA ve diferansiyel termal TGA-DTA (Seiko SII-7300, Japonya) analiz ile yapıların termal özellikleri karakterize edilmiştir. TGA/DTA

analizine 10 mg numune 20°C/dk ısıtma hızı ile 900 °C' ye kadar azot atmosferinde standart bir ağırlığa göre ısıtılmıştır.

Yapılan analizlerdeki veriler Origin 9.7 programı kullanılarak istatistiksel analize tabi tutulmuştur. SEM analizindeki görüntüler Image-J programının kullanılmasıyla boyutsal bilgileri veri haline işlenerek Origin 2018 (9.7) programı kullanılarak partikül boyutu dağılımı ve fiber çapı dağılımı istatistiksel analizi yapılmıştır.

3.2. Metot

3.2.1. Fe₃O₄ Nanopartikül Sentezi ve Karakterizasyonu

Bu çalışmada Fe²⁺/Fe³⁺ tuzlarının sulu çözeltisinden herhangi bir yüzey aktif madde kullanmadan, farklı konsantrasyonlarda alkali kullanılarak birlikte çökeltme yöntemiyle manyetit nanopartikülleri (MNP) Tablo 3.2'deki gibi sentezlendi.

Tablo 3.2: Fe₃O₄ nanopartiküllerinin farklı parametreler ile sentezi

Partikül	FeSO ₄ .7H ₂ O (mol)	Fe (NO ₃) ₃ .9H ₂ O (mol)	NaOH (ml)	FeCl ₃ (mol)
MNP1	0.0036	0.0018	4	-
MNP2	0.0036	0.0018	5	-
MNP3	0.0036	0.0018	6	-
MNP4	0.0036	0.0018	7	-
MNP5	0.0036	0.0018	8	-
MNP6	0.0036	0.0018	9	-
MNP7	0.0036	0.0018	10	-
MNP8	0.0036	0.0018	11	-
MNP9	0.0036	-	8	0.0018
MNP10	0.0036	-	9	0.0018
MNP11	0.0036	-	10	0.0018

Fe³⁺ tuzu olarak Fe (NO₃)₃.9H₂O ve FeCl₃ olmak üzere iki farklı başlangıç malzemesi kullanıldı. Fe₃O₄ nanopartiküllerinin sentezinde ultrasonik su banyosu kullanılarak öncül bileşenler minimum miktarlarda ultra saf su ile (FeSO₄.7H₂O için 1 grama 5 ml,

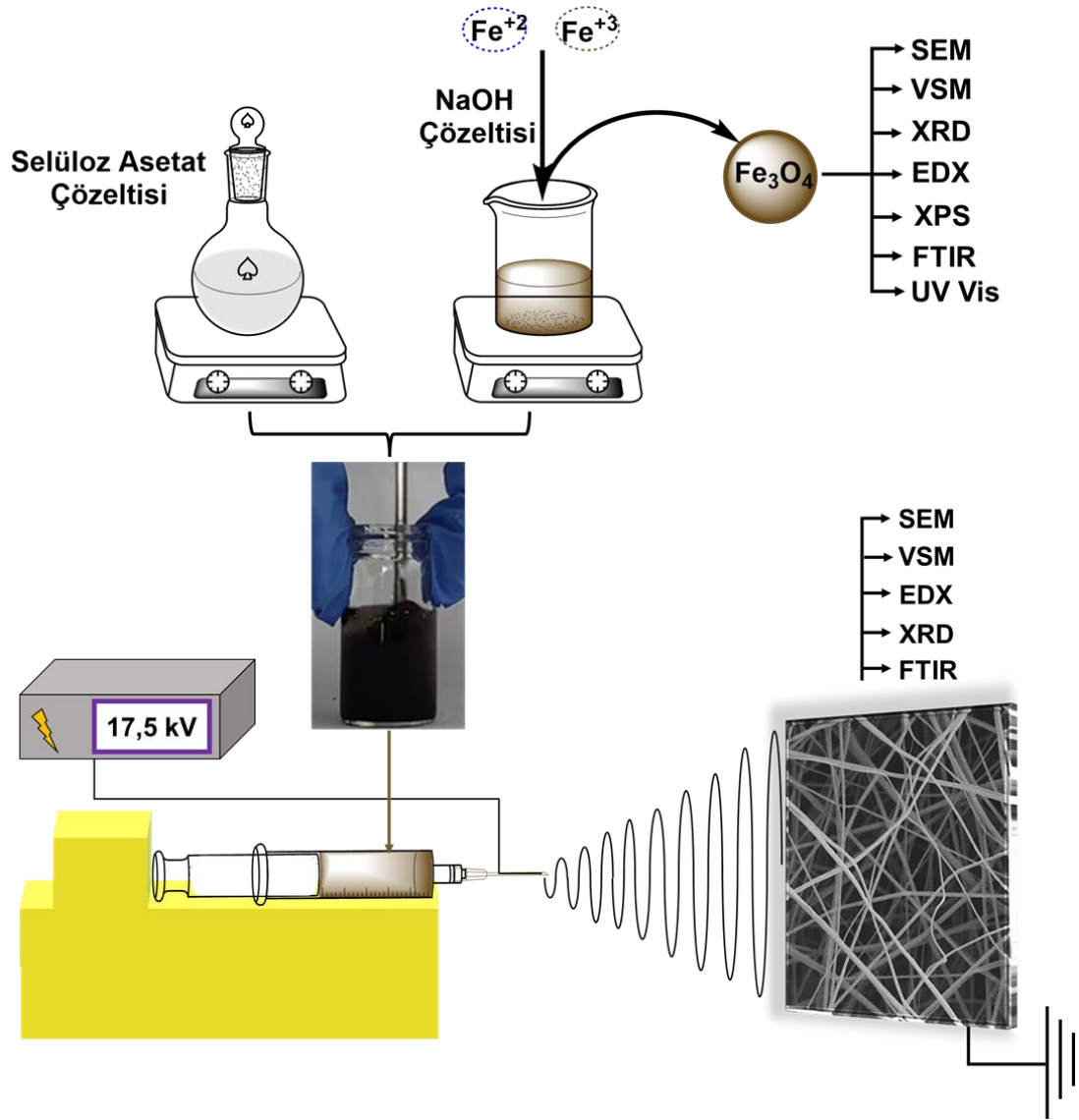
Fe (NO₃)₃.9H₂O için 0.72 grama 3 ml saf su, FeCl₃ için 0,292 grama 3 ml saf su) çözüldürülmüştür ve manyetik karıştırıcı kullanılarak, alkali (10 M, NaOH çözeltisi) ilavesi ile birlikte homojen bir karışıma tabi tutulması (600 rpm) gerçekleştirilmiştir. Partiküller 30 dk reaksiyondan sonra yüksek hızlı santrifüj kullanılarak (10000 rpm, 5 dk) çözeltiden ayrıştırılmıştır, ardından saf su ile yıkandıktan sonra etüvde 70°C’de kurutulmuştur.

3.2.2. Elektroğirme Solüsyonunun Hazırlanması ve Elektroğirme

CA nanofiberleri ile ilgili farklı konsantrasyon ve çözügenlerle yapılan çalışmalar incelenmiştir (Lee vd., 2018) ve bulunduğumuz koşullarda DMF:Ac oranı 2:3 v/v, %13,5 CA w/w olacak şekilde polimer çözeltisi hazırlanmıştır. Hazırlanan polimer çözeltisine Tablo 3.3’teki gibi ağırlıkça farklı yüzdelerde MNP6 ve MNP10 eklenerek karıştırılmıştır.

Tablo 3.3: Üretilen nanofiberler ve değişen parametreler

Nanofiber	Nanopartikül	Konsantrasyon (w/w)
MNF0	-	-
MNF1	MNP6	1%
MNF2	MNP6	2%
MNF3	MNP6	3%
MNF4	MNP6	4%
MNF5	MNP6	5%
MNF6	MNP10	1%
MNF7	MNP10	2%
MNF8	MNP10	3%
MNF9	MNP10	4%
MNF10	MNP10	5%



Şekil 3.1: Manyetik nanofiberlerin üretimi ve karakterizasyonu akım şeması

Şekil 3. 1'te verilen akım şemasında gösterilen nanofiber çözeltisinin Tablo 3.3'teki oranlarda hazırlanarak elektroğirme işlemi gerçekleştirilir. Elektroğirme %65-80 nem ve 15-25°C ortam koşullarında 1.5 ml/h akış hızı ile, 17,5 kV potansiyel fark uygulanarak, 15-20 cm mesafeden gerçekleştirilmiştir.

3.2.3. Silisyum Kuantum Partiküllerinin Sentezi ve Karakterizasyonu

Si kuantum partikülleri üretim için APTES'in içine %5 w/v L-askorbik asitten eklenerek 20 ml ye tamamlanır. UV ışık kaynağı ile Şekil 2.6'da gösterildiği üzere reaksiyona tabi tutulur. Bu işlemde 2 farklı konsantrasyonda ve UV ışığına farklı tabi tutulma süreleri parametreleri kullanılmıştır ve Tablo 3.4'te gösterilmektedir.

Tablo 3.4: Kuantum partikülü sentezindeki farklı parametreler

Si QD adı	Kuantum partikülü büyüme süresi (dk.)	APTES miktarı (%v/v)
SiQD ₁	30	5
SiQD ₂	45	5
SiQD ₃	60	5
SiQD ₄	45	2.5
SiQD ₅	60	2.5
SiQD ₆	75	2.5

3.2.4. Nişastanın Modifikasyonu ve Karakterizasyonu

150 mg patates nişastası ile hacimce farklı oranlardaki farklı Si kuantum partikülleri Tablo 3.5'te belirtilen oranlar ile modifiye edilmiştir. Modifikasyon 80 °C'de ısının homojen dağılması amacıyla yağ banyosunda (yağ ısı dağıtımını homojen şekilde dağıttı için kullanıldı) 600 rpm'de karıştırılarak gerçekleştirilmiştir.

Tablo 3.5: Modifiye nişasta üretimindeki değişken parametreler

SiQD adı	SiQD miktarı (ml)	Modifiye Nişastanın Kodu	Si QD adı	SiQD miktarı (ml)	Modifiye Nişastanın Kodu
SiQD ₁	1	F1	SiQD ₄	1	F10
	2	F2		2	F11
	3	F3		3	F12
SiQD ₂	1	F4	SiQD ₅	1	F13
	2	F5		2	F14
	3	F6		3	F15
SiQD ₃	1	F7	SiQD ₆	1	F16
	2	F8		2	F17
	3	F9		3	F18

DÖRDÜNCÜ BÖLÜM

BULGULAR VE TARTIŞMA

4.1. Sentezlenen Fe₃O₄ Nanopartiküllerinin Kristal Özellikleri

Farklı alkali konsantrasyonları ve Fe³⁺ kaynakları kullanılarak homojen çöktürme yolu ile elde edilen Fe₃O₄ nanopartiküllerinin tablosu tekrar aşağıda verilmektedir (Tablo 4.1). Sonuçlar incelendiğinde elde edilen bütün nanopartiküllerin kristal yapı analizi kullanılarak, XRD difraksiyonları karşılaştırıldığında tüm yapıların JCPDS : 19-0629 standart pikleri ile uyumlu olduğu gözlenmiştir. Dolayısı ile bu şekilde reaksiyonlarda elde edilen bütün yapıların Fe₃O₄ olduğu belirlenmiştir. JCPDS : 19-0629 standart pikleri incelendiğinde 2θ açıları için JCPDS dataları Tablo 4.2'deki şekildedir.

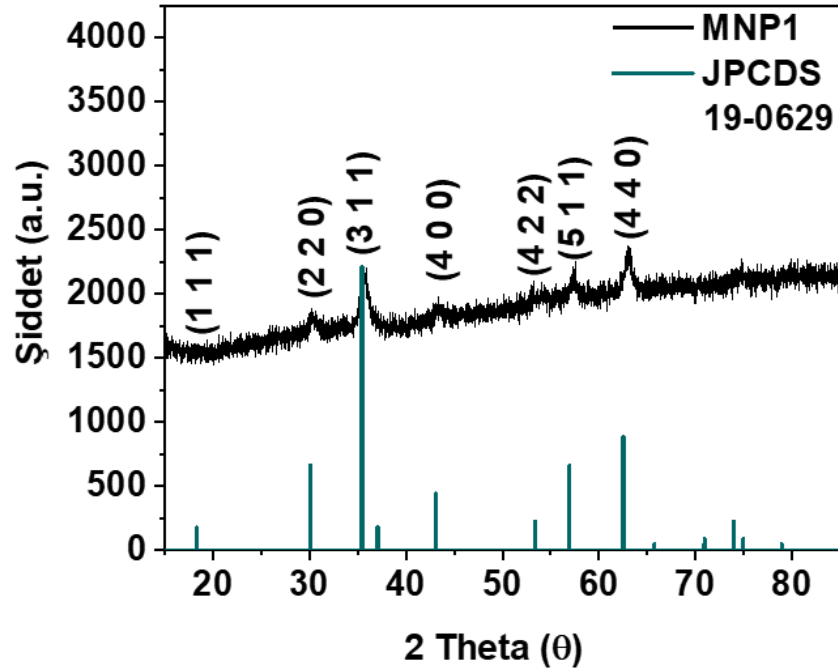
Tablo 4.1: Fe₃O₄ nanopartiküllerinin farklı parametreler ile sentezi

Partikül	FeSO ₄ .7H ₂ O (mol)	Fe (NO ₃) ₃ .9H ₂ O (mol)	NaOH (ml)	FeCl ₃ (mol)
MNP1	0.0036	0.0018	4	-
MNP2	0.0036	0.0018	5	-
MNP3	0.0036	0.0018	6	-
MNP4	0.0036	0.0018	7	-
MNP5	0.0036	0.0018	8	-
MNP6	0.0036	0.0018	9	-
MNP7	0.0036	0.0018	10	-
MNP8	0.0036	0.0018	11	-
MNP9	0.0036	-	8	0.0018
MNP10	0.0036	-	9	0.0018
MNP11	0.0036	-	10	0.0018

Tablo 4.2: İlgili kırınım düzlemleriyle birlikte manyetit (Fe_3O_4) için standart 2 θ değerleri ve şiddetleri (JCPDS dosyası, No. 19-0629)

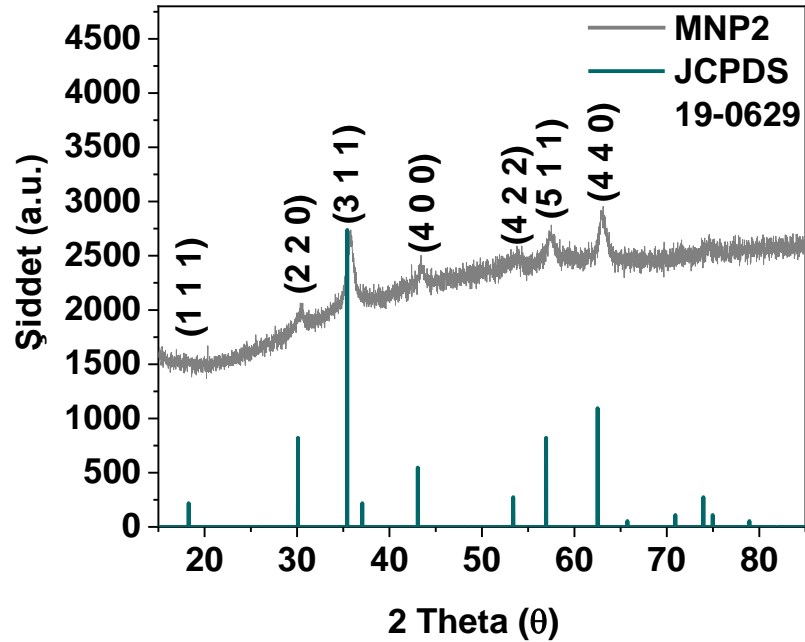
2 Theta (θ)	Şiddet (a.u.)	h k l	2 Theta (θ)	Şiddet (a.u.)	h k l
18.269	8	1 1 1	62.515	40	4 4 0
30.095	30	2 2 0	65.743	2	5 3 1
35.422	100	3 1 1	70.924	4	6 2 0
37.052	8	2 2 2	73.948	10	5 3 3
43.052	20	4 0 0	74.960	4	6 2 2
53.391	10	4 2 2	78.929	2	4 4 4
56.942	30	5 1 1	86.617	4	6 4 2

Kaynak: Yu ve Kwak, 2010

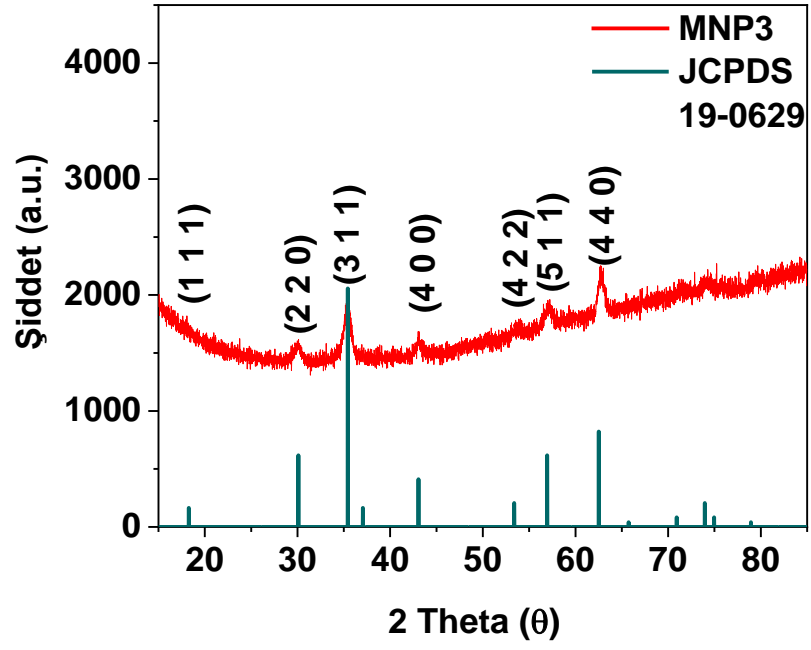


Şekil 4.1: MNP1'in XRD analizi

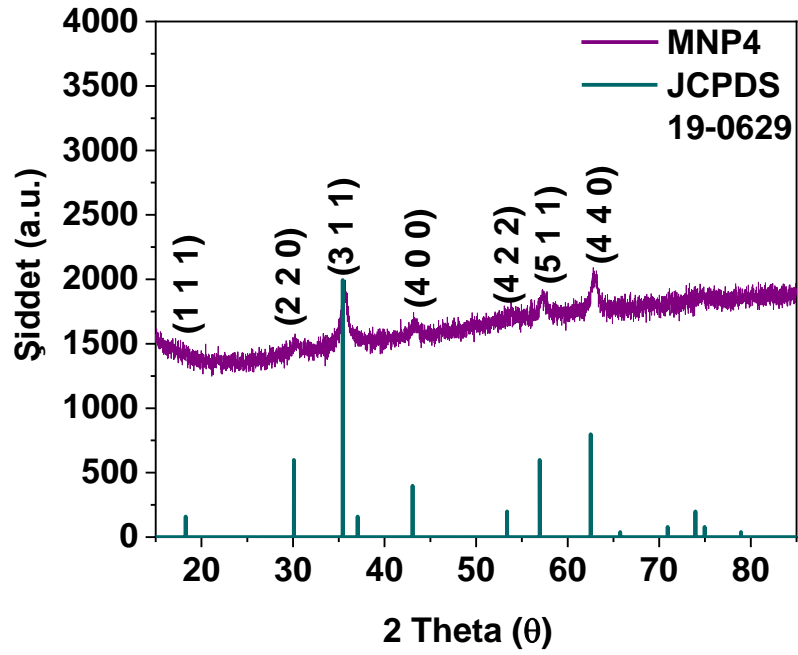
Deneysel çalışmalarda ortaya konulan incelemeler sonucunda genel olarak 2θ değerlerinin açık bir şekilde gözlemlendiği pikler $18,28^\circ$, $30,15^\circ$, $35,42^\circ$, $38,17^\circ$, $43,28^\circ$, $53,91^\circ$, $57,56^\circ$, $62,91^\circ$, $70,97^\circ$ ve $74,76^\circ$ olarak saptanmıştır. Bu da açık bir şekilde kristal yapılarının Fe_3O_4 olduğu noktasını pekiştirir. Düşük alkali konsantrasyonu kullanılarak elde edilen MNP1, MNP2 ve MNP3 karşılaştırıldığında sırasıyla, Şekil 4.1, Şekil 4.2 ve Şekil 4.3 incelendiğinde Miller indislerinin (220), (311), (511) ve (440) olduğu noktalarda keskin ve şiddeti en yüksek pikler gözlenmektedir. Burada gözlenen genişleme nanoboyut etkisi olarak bilinmektedir. Keskin ve şiddetli pikler yerine nanoboyuttaki yapılar benzer şekilde daha genişlemiş olarak ortaya çıkmaktadır. MNP1, MNP2 ve MNP3 nanopartiküllerinin her biri standart JCPDS:19-0629 ile karşılaştırılarak benzerlik açık bir şekilde ortaya konulmuştur. İlginç bir şekilde MNP1, MNP2 ve MNP3 nanopartiküllerinin (311) ve (440) nolu fasetleri en yüksek pik şiddetine sahiptir. Alkali oranı artırıldığında XRD analizi sunulan MNP4 nanopartikülü için manyetik moment değeri $53,74 \text{ emu/g}$ olarak saptanmakla birlikte MNP5, MNP6, MNP7 için sıra ile $56,24 \text{ emu/g}$, $56,14 \text{ emu/g}$ ve $56,43 \text{ emu/g}$ olarak saptanmıştır.



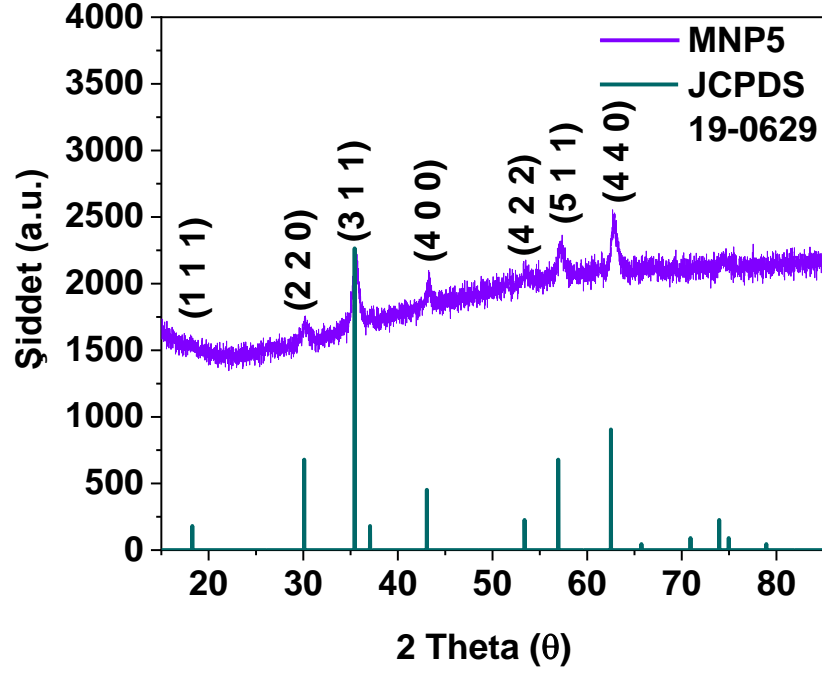
Şekil 4.2: MNP2'nin XRD analizi



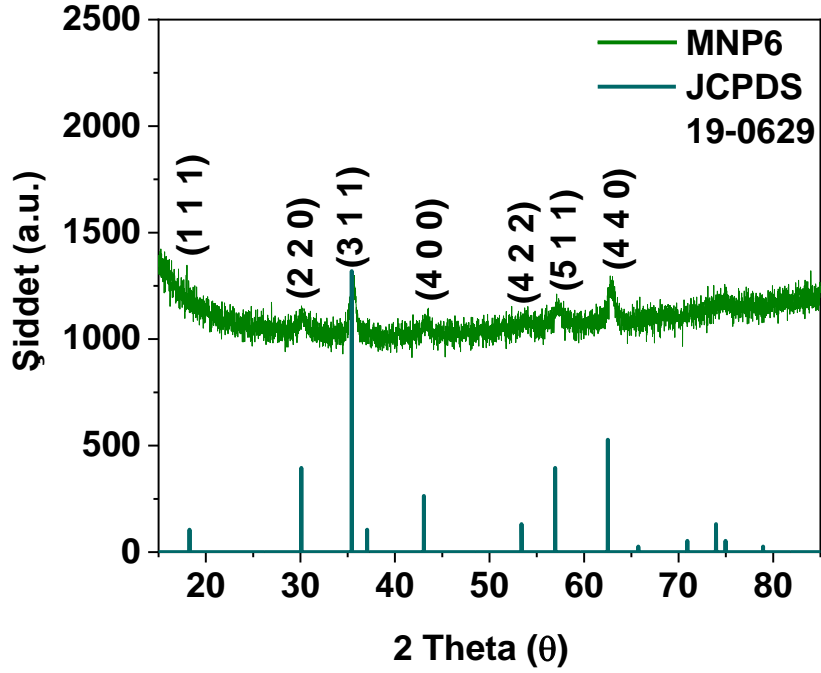
Şekil 4.3: MNP3'ün XRD analizi



Şekil 4.4: MNP4'ün XRD analizi



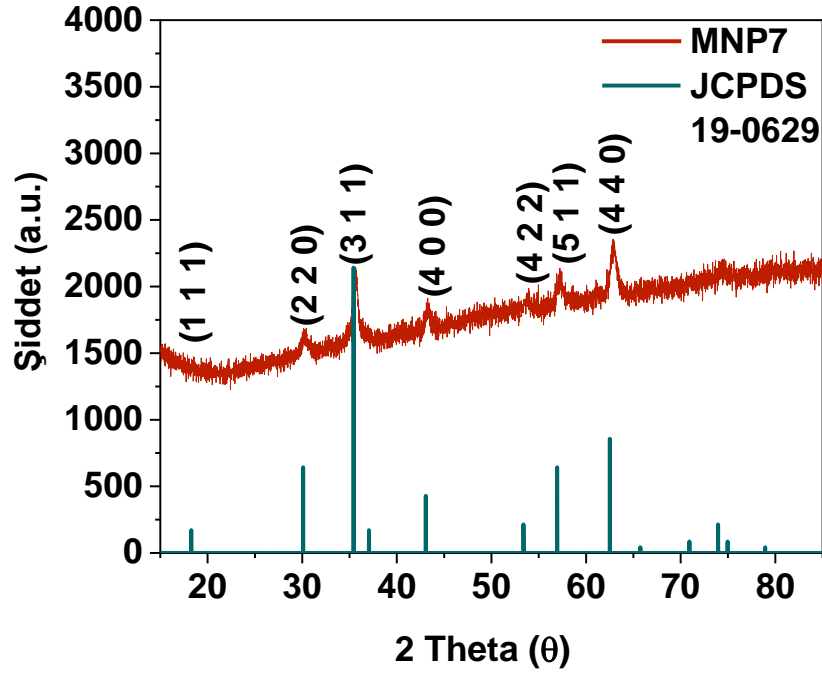
Şekil 4.5: MNP5'in XRD analizi



Şekil 4.6: MNP6'nın XRD analizi

İlginç bir şekilde manteyik moment MNP8 için düşer ve 49,61 emu/g olarak saptanmıştır. Bununla birlikte Şekil 4.1'den Şekil 4.14'e kadar verilen kristal yapıları

incelendiğinde göze çarpan bir farklılık kristal difraksiyonları için gözlenmektedir. (311) ve (440) nolu fasetlerin yüksek şiddetleri devam etmektedir ve daha az baz eklenmiş yapılara göre daha düşük şiddettedir. Bütün nanopartiküllerin kristal difraksiyonları karşılaştırıldığında elde edilen grafik de bu bilgileri doğrulamaktadır. Açık bir şekilde JCPDS:19-0629 dan bir sapma gözlenmez.

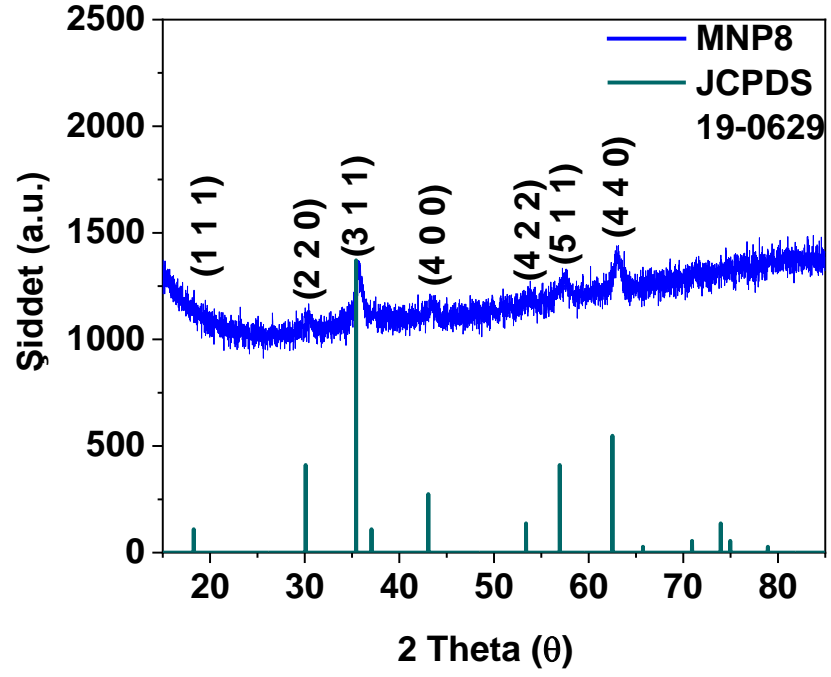


Şekil 4.7: MNP7'nin XRD analizi

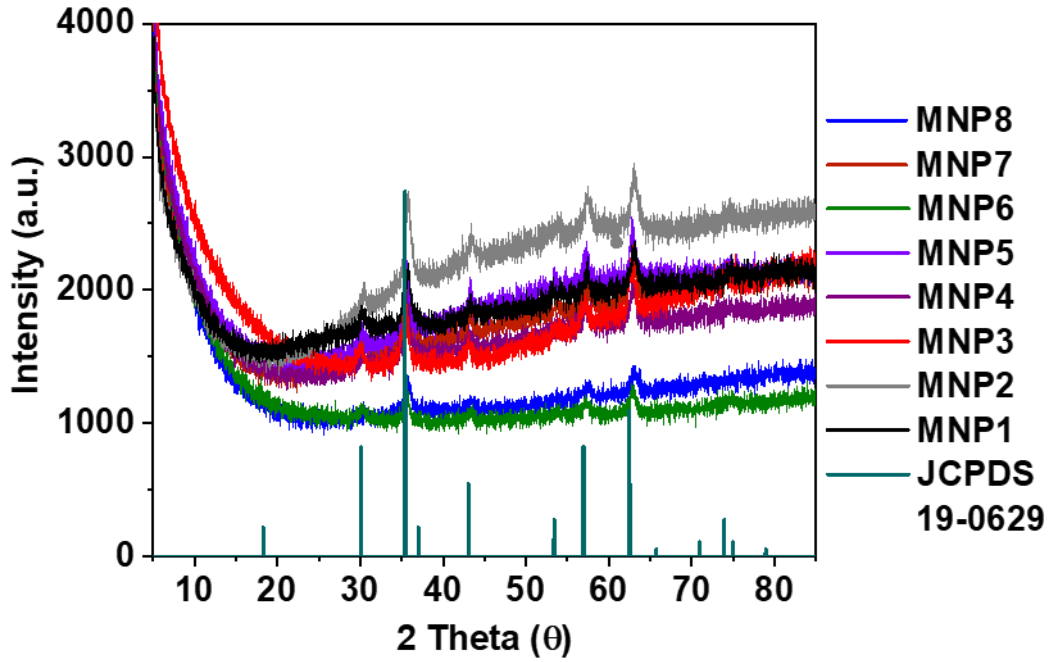
Fe^{3+} kaynağı olarak $Fe(NO_3)_3 \cdot 9H_2O$ değil de $FeCl_3$ kullanıldığında ise elde edilen nanopartiküllerin kristal difraksiyonları Şekil 4.10, Şekil 4.11 ve Şekil 4.12'de verilmektedir.

Bu difraksiyonlarda gözlenmektedir ki değişen Fe^{3+} kaynağı elde edilen nanopartiküller için benzer şekilde JCPDS:19-0629 standart pikleri ile benzeşmektedir. Bu yapılarda Fe_3O_4 kristal yapısını açık bir şekilde temsil etmektedir.

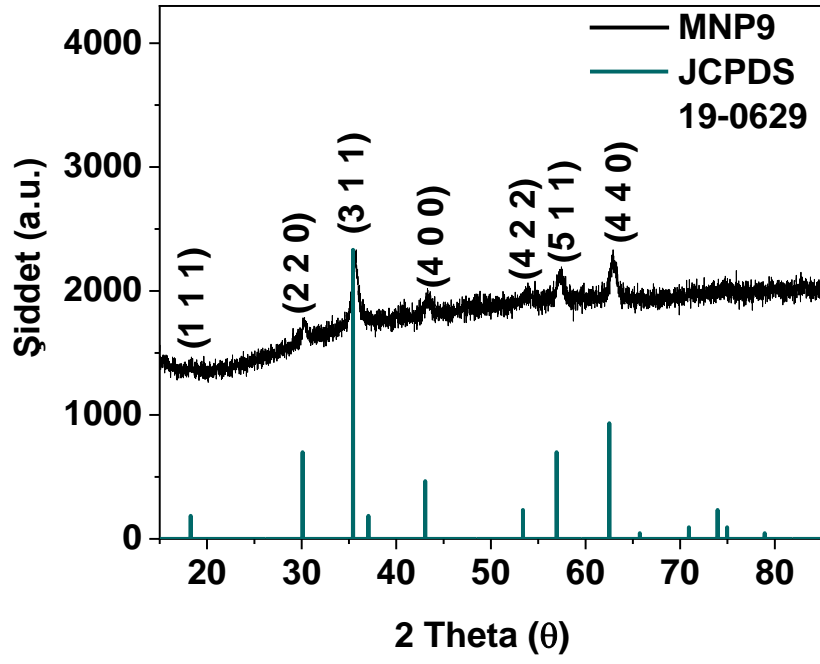
Fe^{3+} kaynağı olarak klor içerikli bir bileşiğin kullanılması manyetik momentleri aynı miktardaki baz oranına göre oldukça arttırmaktadır. MNP9, MNP10 ve MNP11 için manyetik momentler sırası ile 57,68 emu/g, 60,31 emu/g, 52,46 emu/g şeklinde gözlenmiştir.



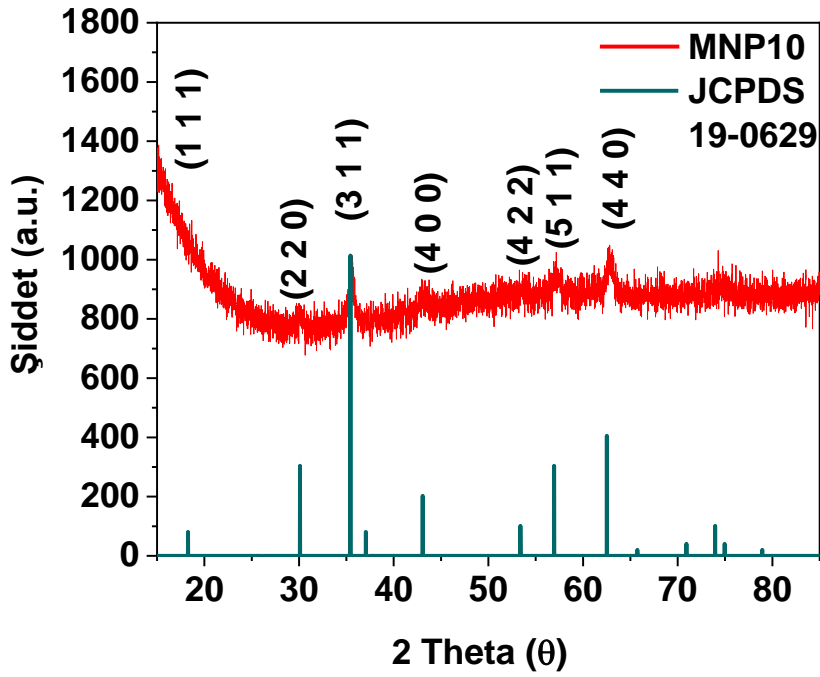
Şekil 4.8: MNP8'in XRD analizi



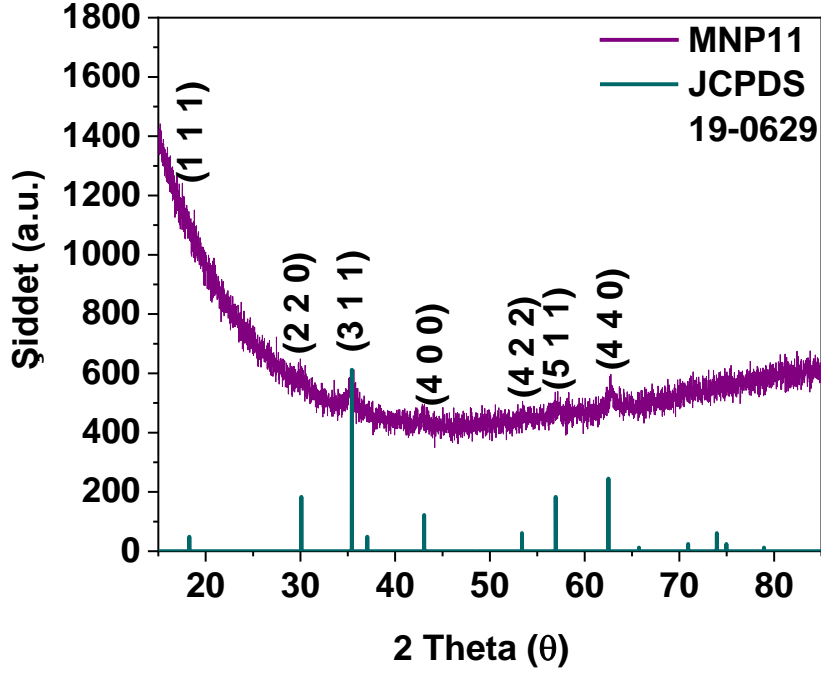
Şekil 4.9: Fe^{3+} başlangıç maddesi olarak $Fe(NO_3)_3 \cdot 9H_2O$ 'ın kullanıldığı manyetit nanopartiküllerin alkali konsantrasyonu değişkenliğine göre XRD spektrumunun çakıştırılmış hali



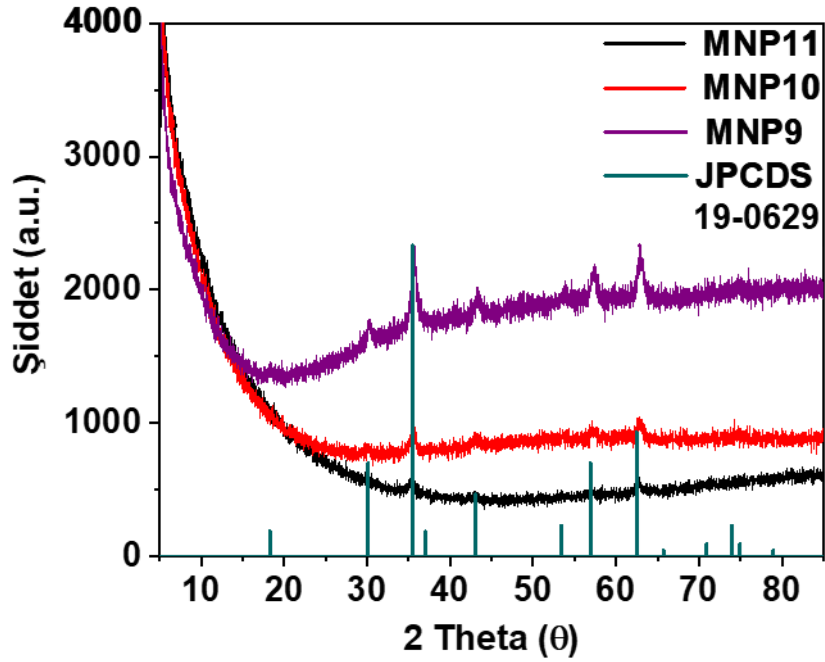
Şekil 4.10: MNP9'un XRD analizi



Şekil 4.11: MNP10'un XRD analizi



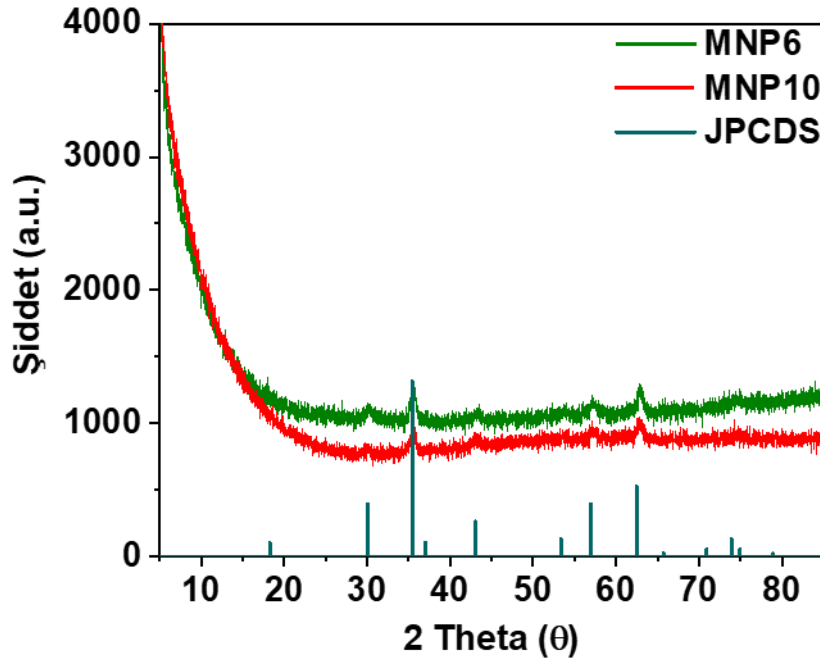
Şekil 4. 12: MNP11'in XRD analizi



Şekil 4.13: Fe^{3+} başlangıç maddesi olarak $FeCl_3$ 'ün kullanıldığı manyetit nanopartiküllerinin alkali konsantrasyonu değişkenliğine göre XRD spektrumunun çakıştırılmış hali

Ancak fiziksel görünümde Fe^{3+} kaynağı olarak kullanılan yapıların daha çok aglomere olduğu ve büyük yapılar oluşturduğu gözlenmektedir.

(311) ve (440) nolu fasetler hala en yüksek pik şiddetine sahip olmakla birlikte Şekil 4.14 incelendiğinde Fe^{3+} kaynağının nitrat olduğu yapıya göre şiddeti düşüktür. Dolayısı ile sonuçlar açık bir şekilde göstermektedir ki demir kaynağı ne olursa olsun bütün nanopartikül yapılarında spinel kübik bir yapı (Uzay grubu $Fd3m$) açık bir şekilde saptanmıştır.

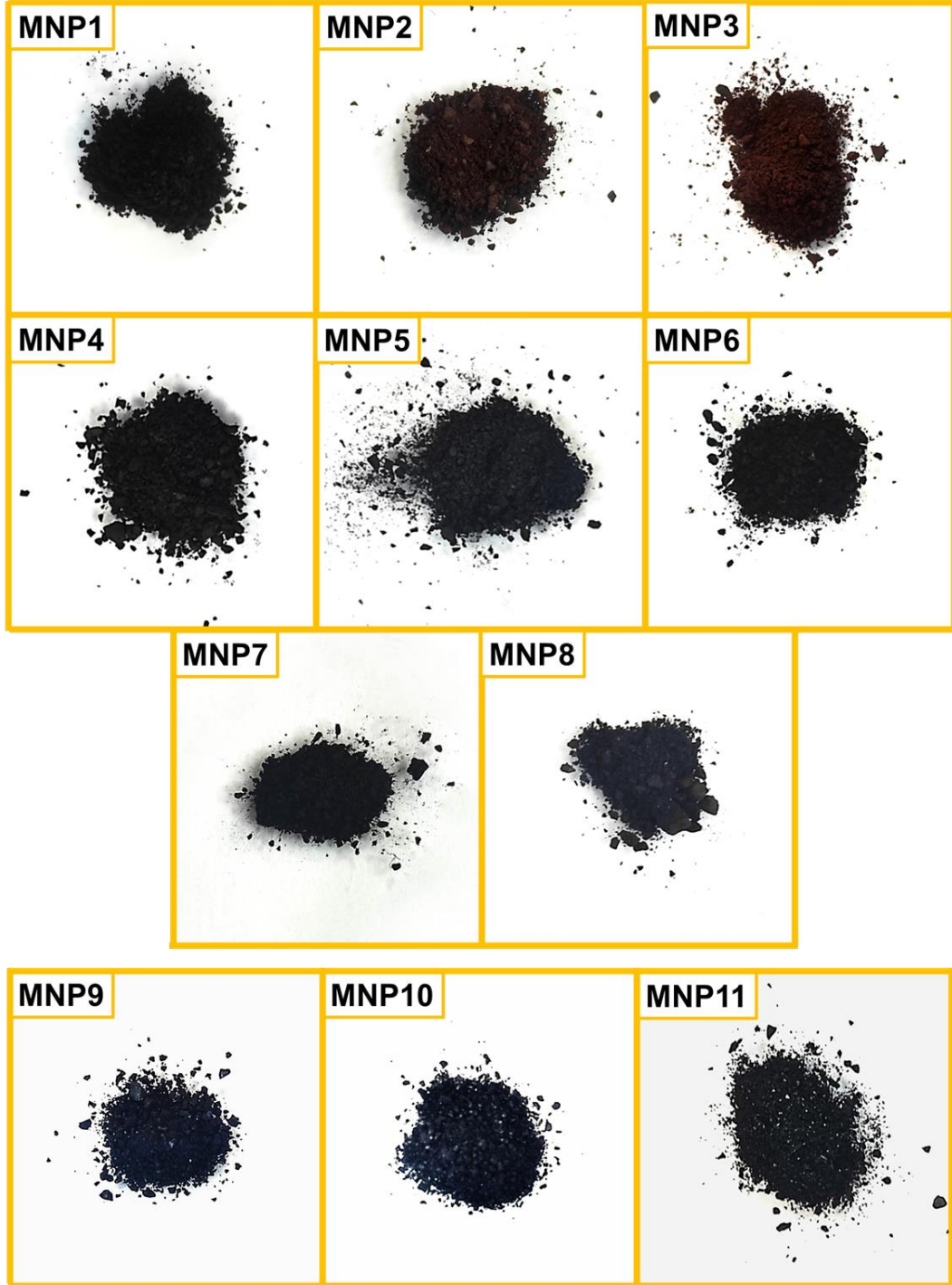


Şekil 4.14: MNP6 ve MNP10'un XRD analizi

XRD analizleri kristal yapısını belirlemekle birlikte farklı Fe^{3+} kaynaklarından çıkıldığında gerçekleşen farklılığın tespiti için üst üste karşılaştırma Şekil 4.9 ve Şekil 4.13'te gerçekleşmiştir. Edinilen bu duruma göre (311) pikleri karşılaştırıldığında MNP10 için daha az şiddetli ve daha geniş piklerin varlığı açık bir şekilde gözlenmiştir. SEM analizleri de partikül boyutu analizine izin verdiği için elde edilen sonuca göre partikül boyutu daha küçük olan klor bazlı başlangıç maddesi ile sentezlenen yapılar daha geniş pikler ortaya koymaktadır.

4.1.2. Fe₃O₄ Nanopartikül Sentezinin Kontrollü Geliştirilmesi ve Alkali Etkisi

Farklı alkali konsantrasyonlarında farklı çıkış malzemeleri ile hazırlanan Fe₃O₄ nanopartikülleri bu parametreye göre ayrı ayrı incelenmiştir.



Şekil 4.15: Üretilen manyetit nanopartiküllerinin görüntüsü

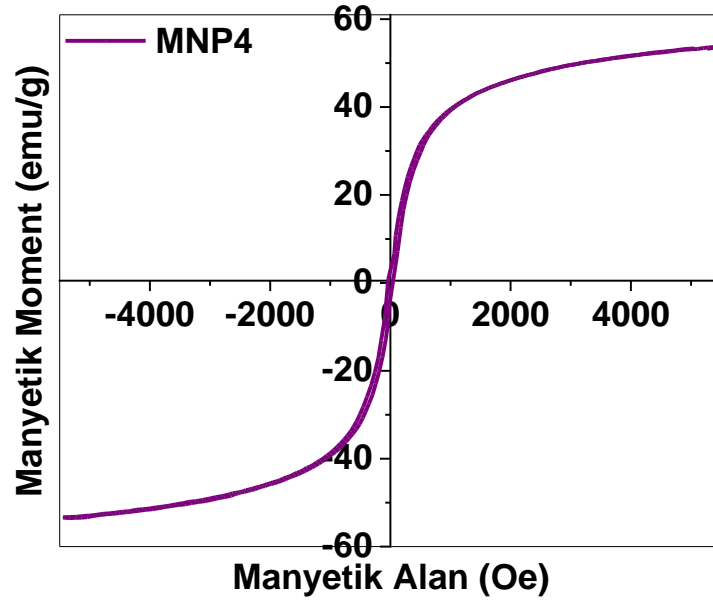
Üretilen manyetit nanopartiküllerinin görüntüsü Şekil 4.15'te verilmiştir. Koyu kahverengi ve siyah renkleri gözlemlenmiştir. Özellikle ilk başlardaki düşük alkali konsantrasyonları koyu bir kahverengi oluştururken artan miktarlardaki alkali oranları yapıların oldukça siyahlaşmasına neden olmaktadır.

XRD incelemesinde de görüldüğü üzere kristal özelliklerinde bir değişme gözlenmemekle birlikte primer kristal yapısında değişiklikler gözlenebilir. Bunu SEM analizlerinden daha açık bir şekilde anlamak daha kolay olacaktır. Fe^{3+} kaynağı olarak nitrat yerine klorür başlangıç maddesi daha parlak tozların oluşumunu sağlamıştır. Olağan bir nanopartikül sentezi metodunda, ultrasonik su banyosu kullanılarak öncül bileşenler minimum miktarlarda ultra saf su ile ($FeSO_4 \cdot 7H_2O$ için 1 grama 5 ml, $Fe(NO_3)_3 \cdot 9H_2O$ için 0.72 grama 3 ml saf su, $FeCl_3$ için 0,292 grama 3 ml saf su) çözündürülür manyetik karıştırıcı kullanılarak, alkali (10 M, NaOH çözeltisi) ilavesi ile birlikte karıştırma 600 rpm de devam eder. Bu esnada çözeltinin gittikçe kararan ve siyah renge dönüşen bir hal aldığı gözlenmiştir. Partiküller 30 dk reaksiyondan sonra yüksek hızlı santrifüj kullanılarak (10000 rpm, 5 dk) çözeltiden ayrıştırılır ve saf su ile yıkandıktan sonra etüvde $70^\circ C$ 'de kurutulur. Sonuçlar göstermektedir ki alkali miktarı arttıkça gözle görülür bir şekilde mıknatıslıkta yani manyetik momentte bir artış gözlenmektedir.

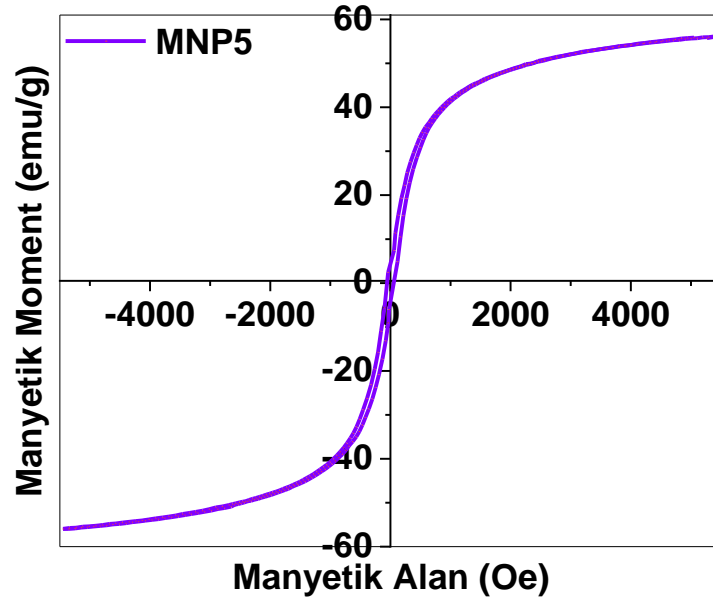
Tablo 4.3: Nanopartiküllerin maksimum manyetik momentleri

Fe^{3+} Kaynağı	Nanopartikül	Maksimum Manyetik Moment (emu/g)
$Fe(NO_3)_3 \cdot 9H_2O$	MNP4	53.74
	MNP5	56.24
	MNP6	56.14
	MNP7	56.43
	MNP8	49.61
$FeCl_3$	MNP9	57.68
	MNP10	60.31
	MNP11	52.46

Tablo 4.3'te nanopartiküllerin maksimum manyetik momentleri verilmiştir. VSM analizleri aşağıda gösterilmektedir.

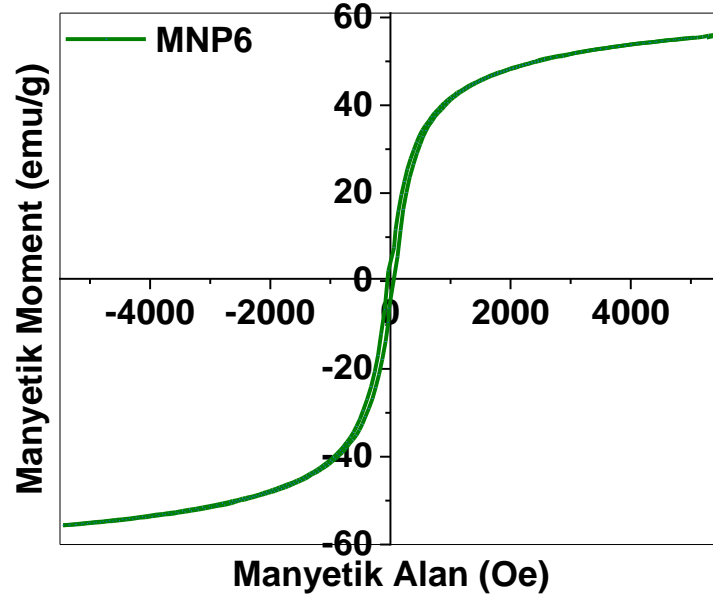


Şekil 4.16: MNP4'ün histerezis döngüsü



Şekil 4.17: MNP5'in histerezis döngüsü

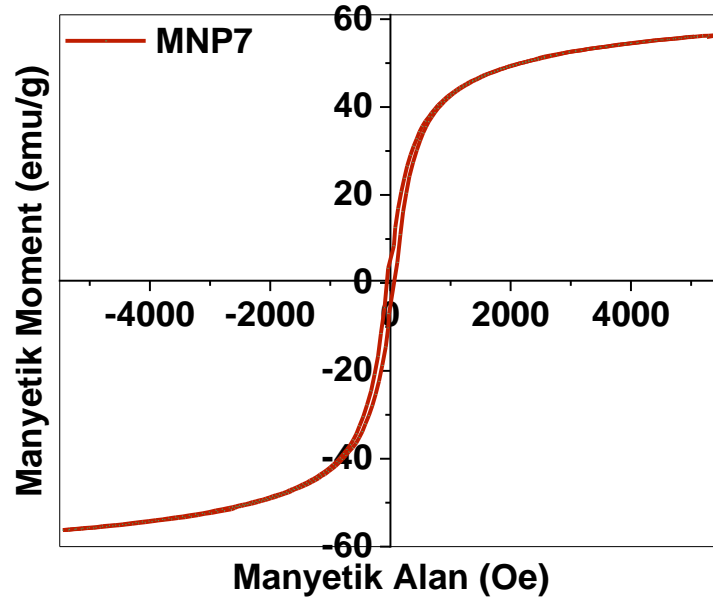
VSM analizi incelenmeden önce şuna dikkat edilmelidir ki Fe^{3+} kaynağı olarak $Fe(NO_3)_3 \cdot 9H_2O$ bütün deneylerde kullanılmış ve daha sonra yüksek manyetizasyonun olduğu noktalarda Fe^{3+} kaynağı değiştirilmiş ve sonuçlar incelenmiştir. Bununla birlikte elde edilen sonuçlara göre Şekil 4.16'da gösterilen MNP4 53 emu/g civarında bir magnetizasyona sahipken Şekil 4.19'da sunulan histerezis döngüsü göstermektedir ki MNP 7 56 emu/g değerine sahiptir.



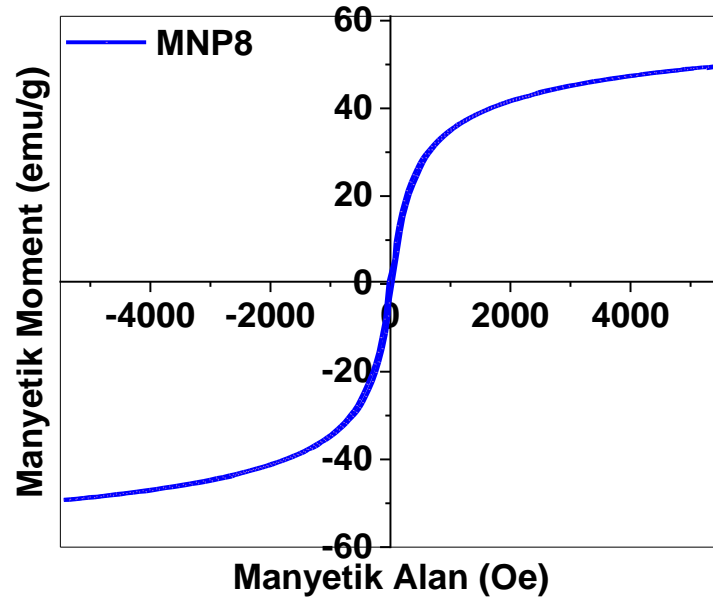
Şekil 4.18: MNP6'nın histerezis döngüsü

Ancak düzenli bir şekilde arttırılan alkali miktarı MNP8'de (bk. Şekil 4.20) beklenmedik şekilde manyetizasyonun daha düşük olduğu bir değere doğru yönelmektedir. Bu da alkali saturasyonun belirli bir maksimal değere ulaştığını ve bir noktadan sonra istenen sonuçlardan sapma gösterdiğini ortaya koyar.

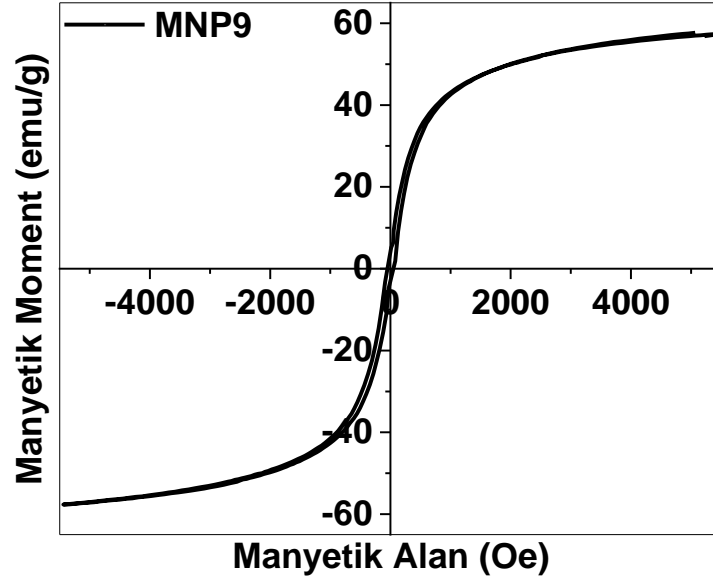
Fe^{3+} kaynağı olarak $FeCl_3$ kullanılarak benzer şekilde yüksek alkali miktarlarında nanopartikül sentezi gerçekleştirilmiş olup elde edilen sonuçlara göre (bk. Şekil 4.21, Şekil 4.22 ve Şekil 4.23) 60 emu/g gibi bir değer elde etmek bile mümkündür.



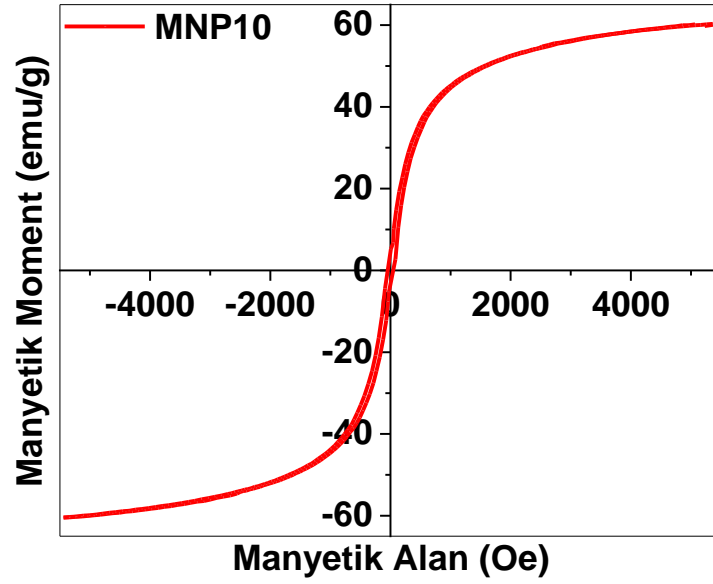
Şekil 4.19: MNP7'nin histerezis döngüsü



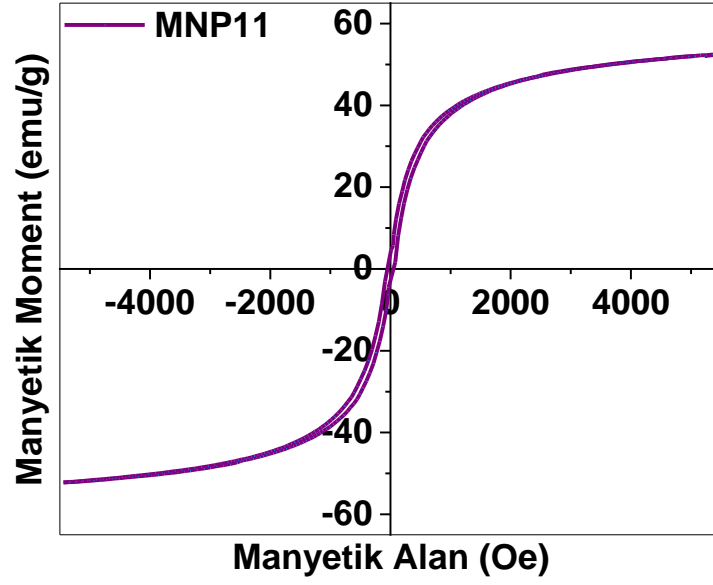
Şekil 4.20: MNP8'in histerezis döngüsü



Şekil 4.21: MNP9'un histerezis döngüsü



Şekil 4.22: MNP10'un histerezis döngüsü

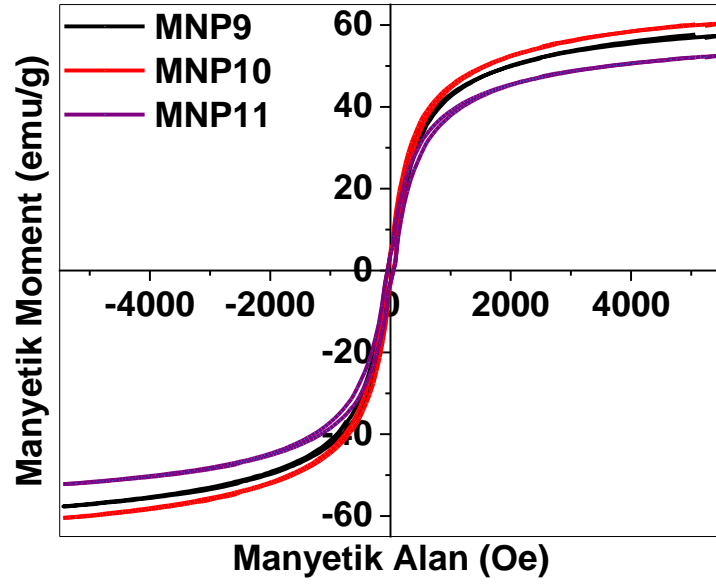
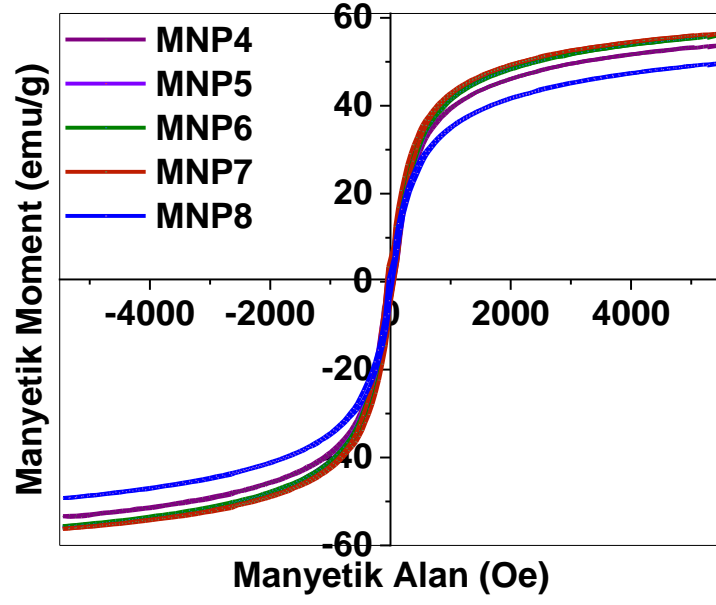


Şekil 4.23: MNP11'in histerezis döngüsü

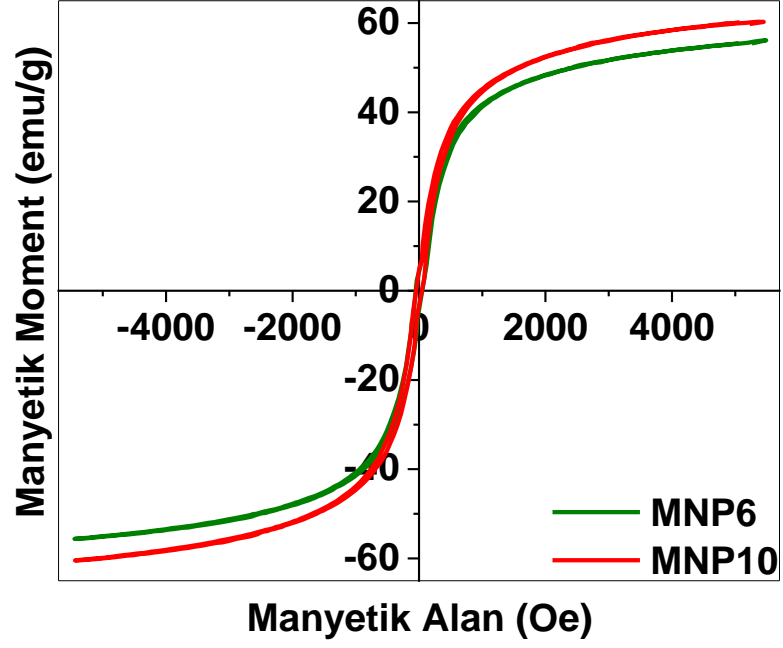
Ancak benzer şekilde bir alkali değerinden sonra farklı değerler de ortaya çıkmaktadır. Fe^{3+} kaynağı olarak nitrat kullanıldığında elde edilen satürasyon değerleri grafikte üst üste çakıştırılarak Şekil 4.24'te gösterilmiştir. Benzer şekilde farklı Fe^{3+} kaynakları karşılaştırıldığında aradaki fark Şekil 4.25'teki grafikte kolayca saptanabilir.

Sonuç olarak Fe^{3+} kaynağı nitrat olduğunda artan alkali miktarı, manyetik momentin de yani mıknatıslanmanın da artması demektir. Manyetik histerezis sonuçları Şekil 4.24'te gösterilmekte olup zorlayıcılık ve kalıcılık parametreleri incelendiğinde histerezis döngüsünde süperparamanyetik özellikte nanopartiküller elde ettiğimiz gözlemlendi.

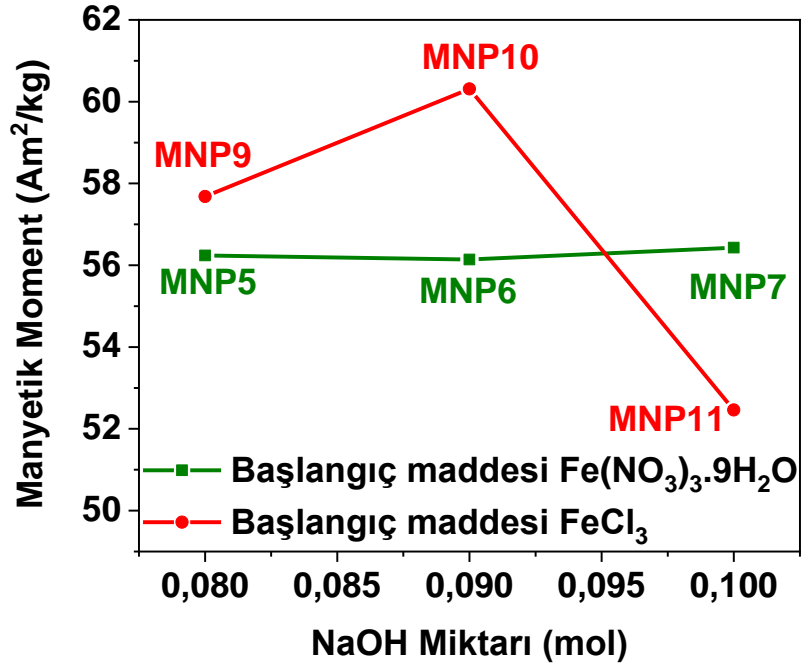
Fe^{3+} kaynağı olarak klorür başlangıç malzemesi kullanılırsa manyetik etkinin nitrat kaynaklarında yüksek olduğu üç partikül eşdeğer miktarda alkali eklenerek Şekil 4.26'da incelendi. Alkali miktarı arttıkça maksimum manyetik moment artışı göstermekte olup belli bir doygunluğa geldikten sonra maksimum manyetik momentin düştüğü gözlemlendi.



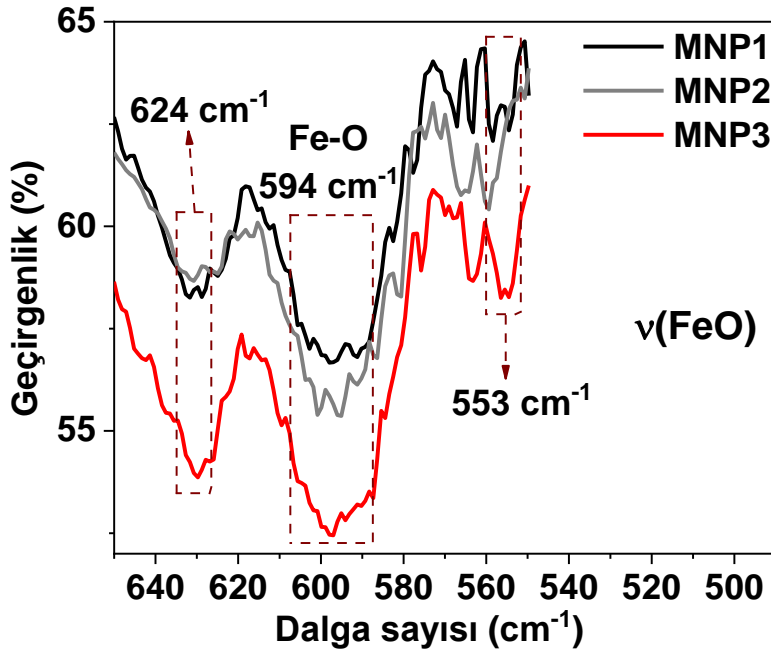
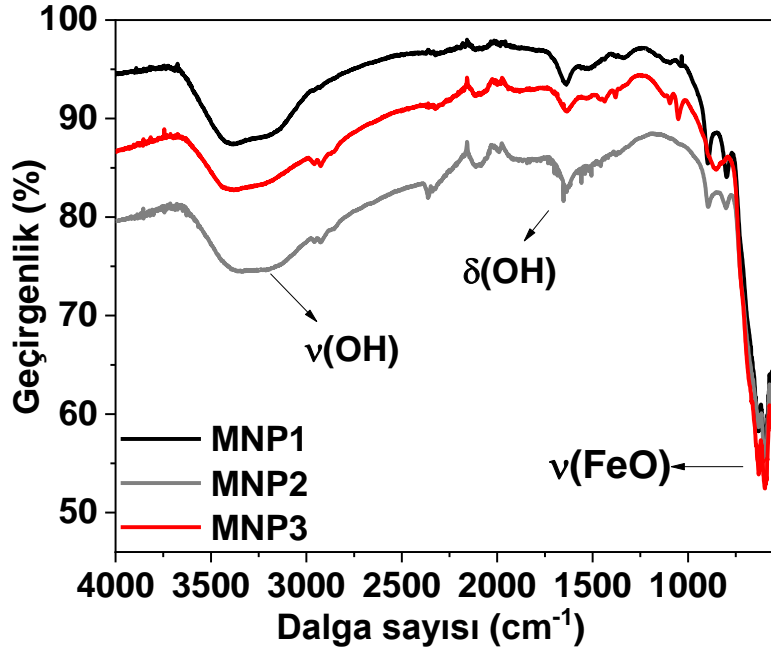
Şekil 4.24: Üretilen nanopartiküllerin çakıştırma histerezis döngüleri



Şekil 4. 25: MNP6 ve MNP10'un histerezis döngüleri



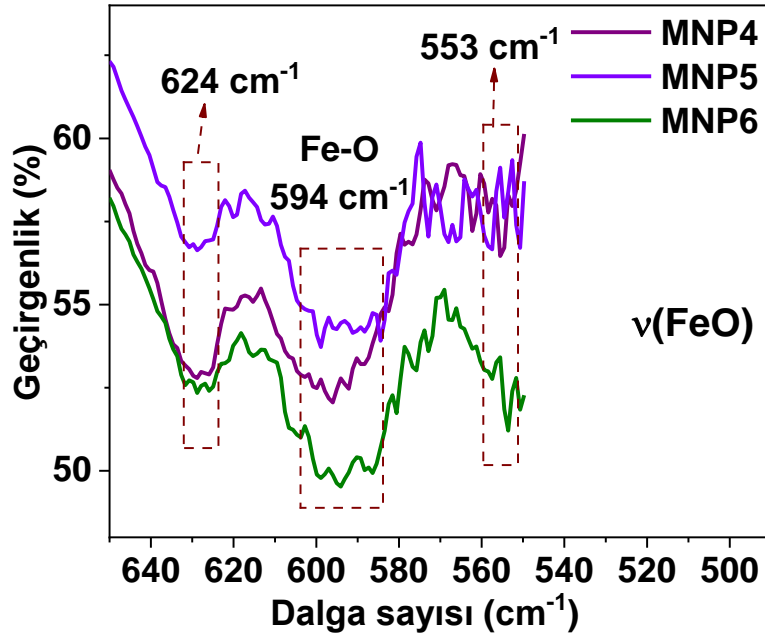
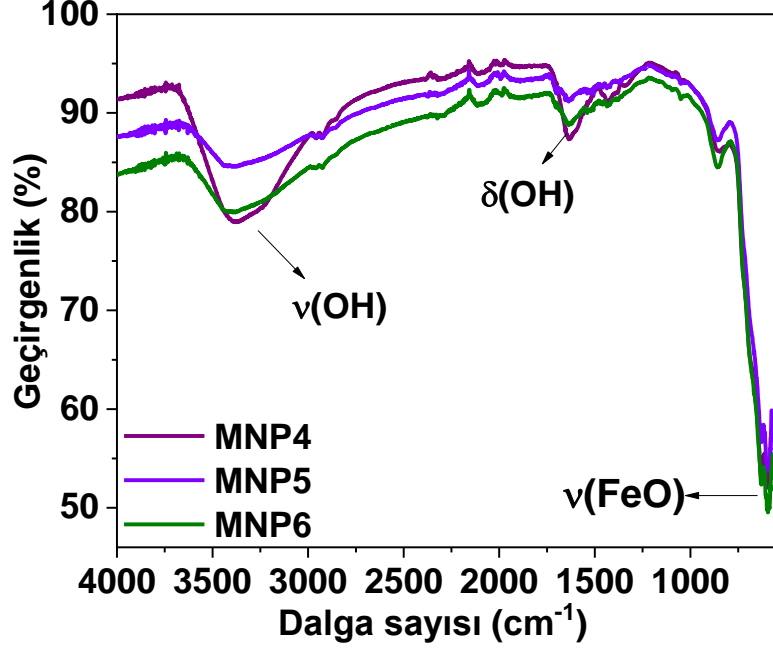
Şekil 4.26: Farklı Fe^{3+} öncül maddeler ile sentezlenen nanopartiküllerde alkali konsantrasyonuna göre manyetik momentteki değişim



Şekil 4.27: MNP1, MNP2 ve MNP3'ün geniş aralıktaki FT-IR spektrumu ve 550-650 cm⁻¹ aralığındaki FT-IR spektrumu.

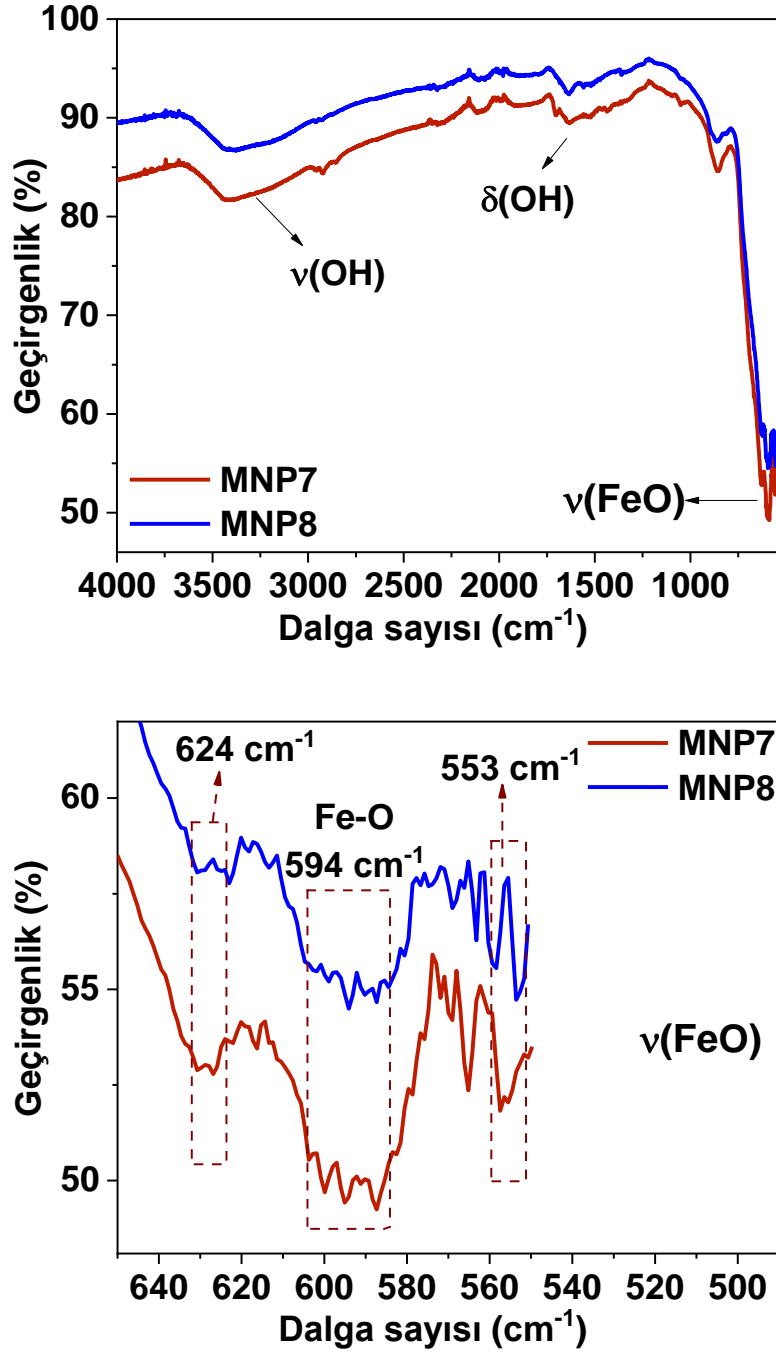
İlginç bir şekilde manyetik momentlerin daha yüksek olduğu sonucu ortaya konulmuştur. Bunun temel nedeni muhtemelen daha sonra SEM analizinde de

görüldüğü üzere primer nanopartikül boyutunun nitrat başlangıç maddeli olanlara göre daha düşük olmasıdır.



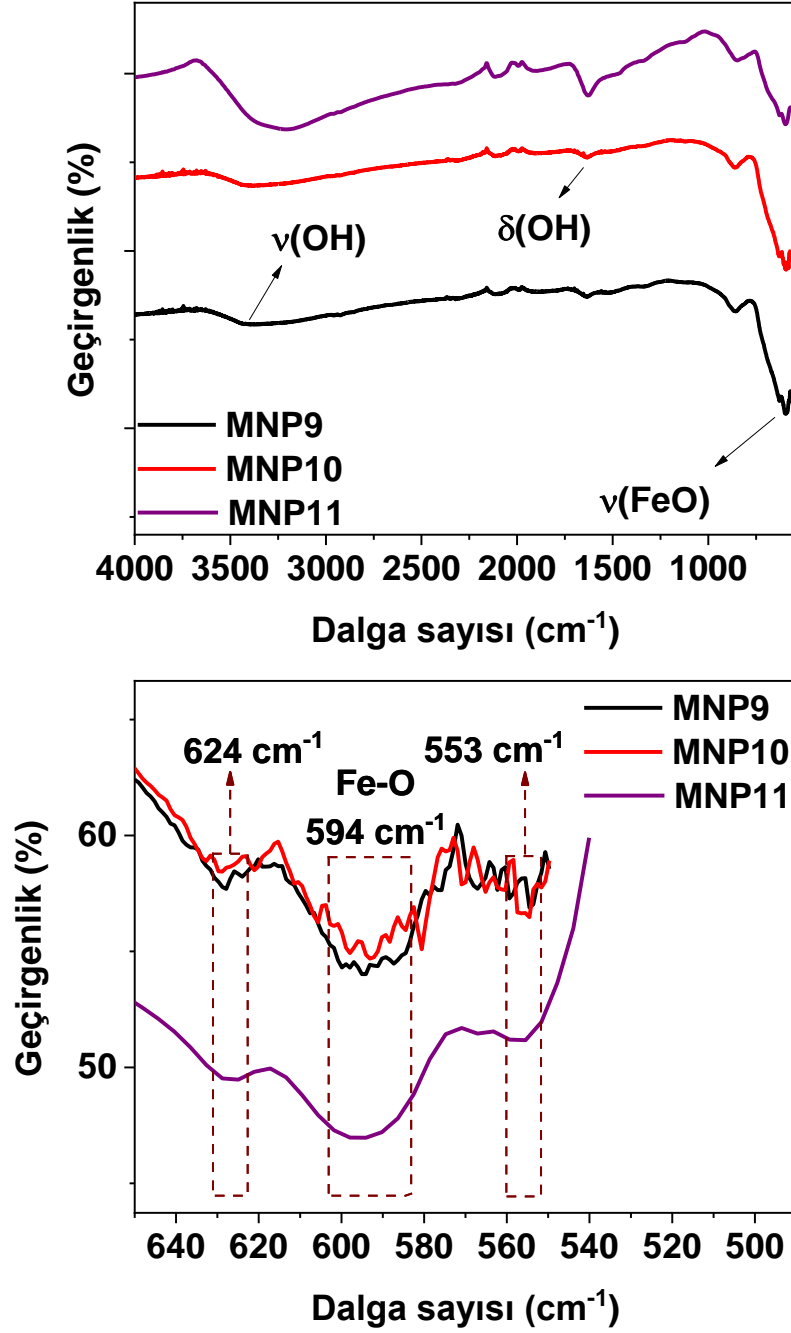
Şekil 4.28: MNP4, MNP5 ve MNP6'nın geniş aralıktaki FT-IR spektrumu ve 550-650 cm⁻¹ aralığındaki FT-IR spektrumu.

SEM analizi göstermektedir ki; klor başlangıç maddesi ile reaksiyon daha küçük boyutlu Fe₃O₄ nanopartikülleri ortaya koymaktadır ve aralarında yaklaşık 5 nm'lik bir fark vardır.



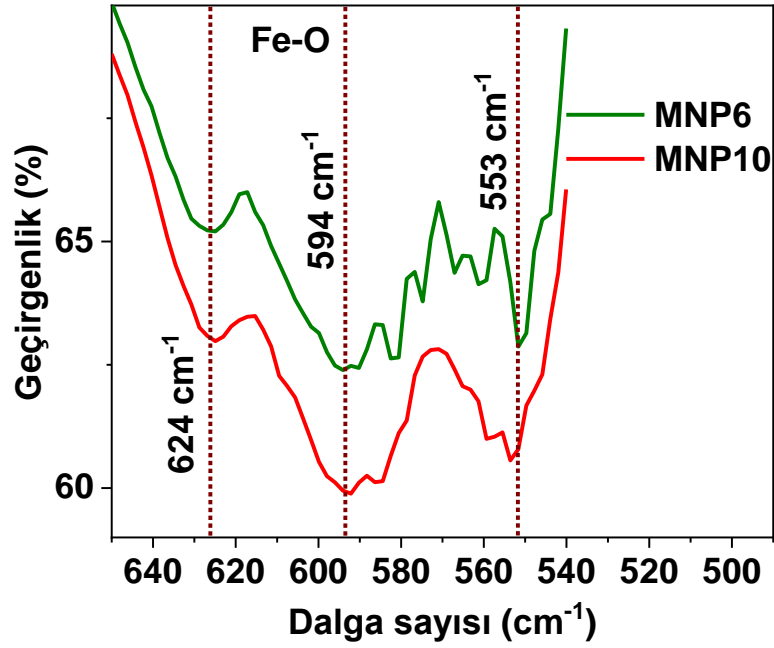
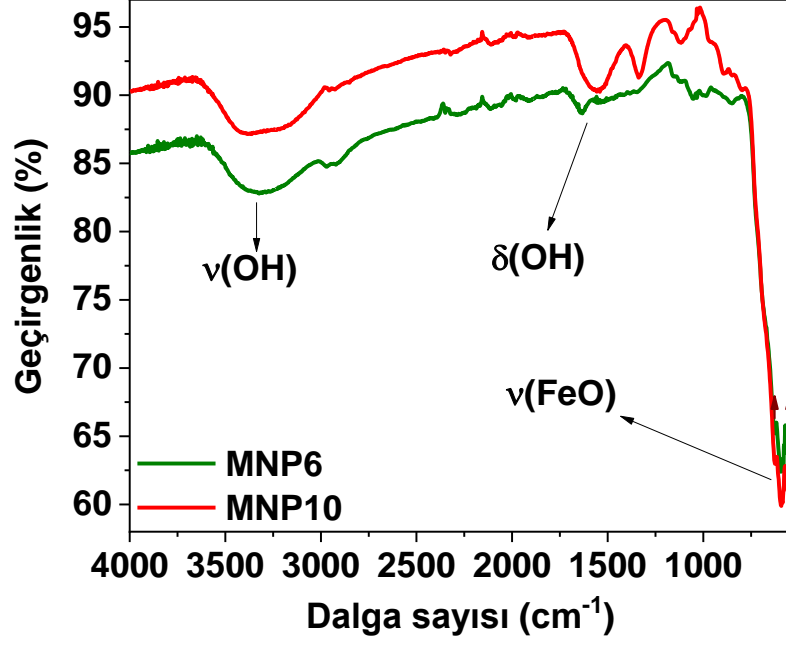
Şekil 4.29: MNP7 ve MNP8'in geniş aralıktaki FT-IR spektrumu ve 550-650 cm⁻¹ aralığındaki FT-IR spektrumu.

FTIR'daki geniş spektrumlu ($4000-550\text{ cm}^{-1}$) ve $550-650\text{ cm}^{-1}$ yüzey analizleri MNP1-MNP8 nanopartikülleri için Şekil 4.27, Şekil 4.28 ve Şekil 4.29'da, MNP9-MNP11 için Şekil 4.30'da gösterilmektedir.



Şekil 4.30: MNP9, MNP10 ve MNP11'in geniş aralıktaki FT-IR spektrumu ve $550-650\text{ cm}^{-1}$ aralığındaki FT-IR spektrumu.

Manyetit nanopartikülleri geniş spektrumda incelendiğinde 3450 cm^{-1} ve 1650 cm^{-1} 'lerdeki pikler hidroksil gruplarının gerilme ve bükülme hareketlerinden ötürü oluşmuştur.



Şekil 4.31: MNP6 ve MNP10'un FT-IR spektrumu ve yüksek çözünürlüklü FT-IR spektrumu

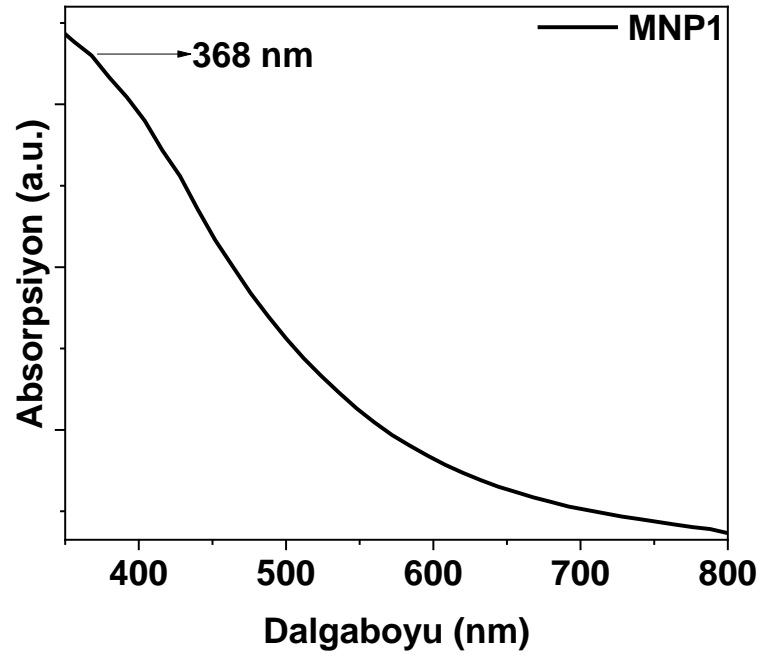
Sentez esnasında alkali kullanımı ile sentezlenen magnetitin kristal yapısından ötürü çok fazla hidroksil grubu olduğundan yüzeyin birçok –OH grubu içerdiği bunun yanında köprü olarak da birbirine bağlı –OH grupları olabileceği beklenmektedir. Tetrahedral ve oktahedral yapıda Fe'e sahip olan manyetitin FT-IR görüntüsü incelendiğinde literatürdeki çalışmalarda Fe-O bağı 590 cm⁻¹'lerde vibrasyona sahip olduğu ve bant boşluk enerjisindeki orana göre de 600 cm⁻¹'de olabileceği belirtilmiştir (Theophile, 2012). Manyetit nanopartiküllerinin kristalitesine göre kızılötesi spektrumunun incelendiği bir çalışmada 630 cm⁻¹'deki vibrasyonun oktahedral B bölgelerindeki simetri rejenerasyonundan olduğu, 590 cm⁻¹'lerdeki piklerin de temel sebebinin Fe²⁺- O²⁻ bandındaki gerilim vibrasyonu kaynaklı olabileceği belirtilmiştir (Zheng vd., 2011). Sentez metoduna göre ortamdaki alkali miktarı, var olan diğer iyonlarla birlikte çekirdekleşme ve büyüme parametrelerine etki etmektedir. Klor bazlı Fe³⁺ kaynağı temel olarak daha küçük partiküllerin oluşumuna olanak sağlamaktadır. Bunun nedeni klor iyonlarının boyutunun küçük olması ve nitrata göre daha küçük kritik boyutta çekirdek oluşumunu sağlamasındandır.

Bununla birlikte çalışmamızda sentezlenen bütün nanopartiküllerde alkali miktarı ve başlangıç maddelerini göz ardı ederek 553, 594 ve 624 cm⁻¹'lerde yoğun vibrasyonların oluştuğu gözlemlendi. 594 ve 624 cm⁻¹'lerdeki vibrasyon tetrahedral ve oktahedral yapıya sahip Fe²⁺ ve Fe³⁺ iyonlarının olduğunu göstermektedir. Bununla birlikte literatürdeki birlikte çökeltme metodu ile üretilen manyetit nanopartiküllerinin FTIR spektrum analizinin incelendiği başka bir çalışmada da elde edilen manyetit nanopartiküllerine benzer şekilde üç adet Fe-O bandı titreşiminin bu dalga numaralarında uyarıldığı belirtilmiştir (Synytsia vd., 2022).

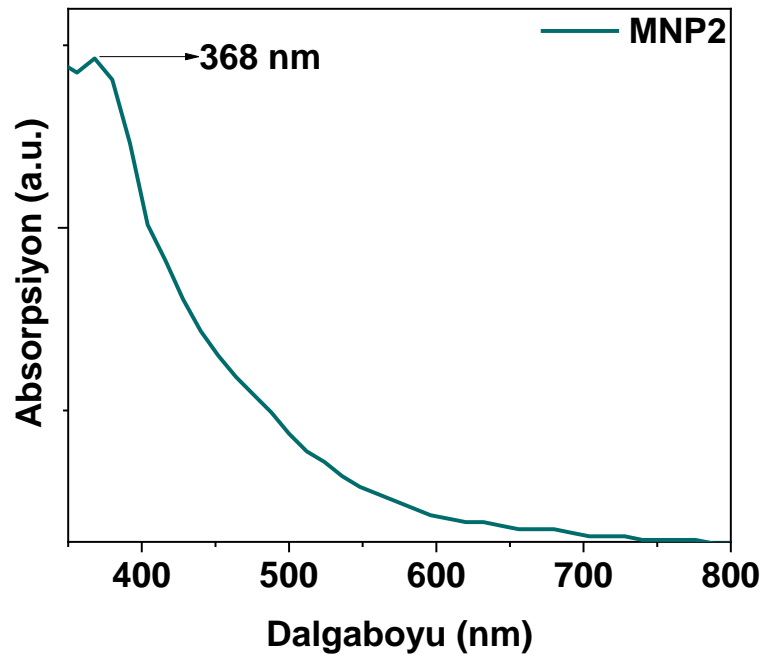
Farklı Fe³⁺ kaynakları kullanıldığında elde edilen nanopartiküllerin FTIR analizleri üst üste karşılaştırılarak Şekil 4.31'de incelendiğinde karakteristik Fe-O gerilimi her iki nanopartikülde de gözlemlenmiştir. Fe³⁺ kaynağı olarak klor bazlı çıkış maddesi daha küçük partiküllerin oluşumuna yol açtığından daha büyük bir yüzey alanı ve daha büyük bir –OH konsantrasyonu gözlenebilir. Benzer şekilde TG-DTA grafiklerinde bu –OH grupları nedeniyle daha büyük ağırlık kayıpları gözlenecektir.

Elde edilen nanopartiküllerin UV-Vis spektrumları incelendiğinde lamda max değerleri boyuta göre değişen spektrumlar ortaya çıkmıştır. UV-Vis absorpsiyonu nanopartiküller için hem boyuta hem de yüzey özelliklerine bağlıdır. Çözeltiler EtOH

solventi kullanılarak elde edildiğinden ortaya konulan tüm pikler ve spektrumlar aynı sapma durumları ile değerlendirilir.

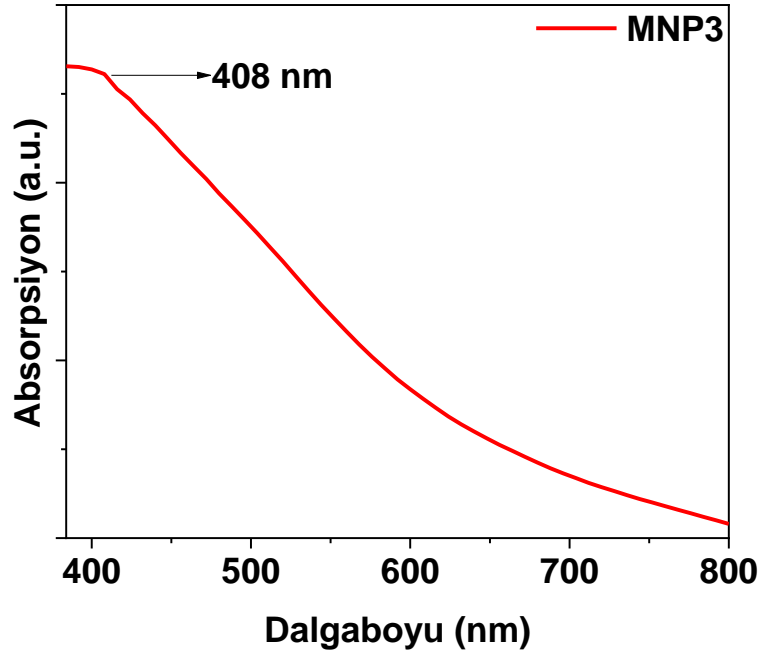


Şekil 4.32: MNP1'in UV Vis spektrumu

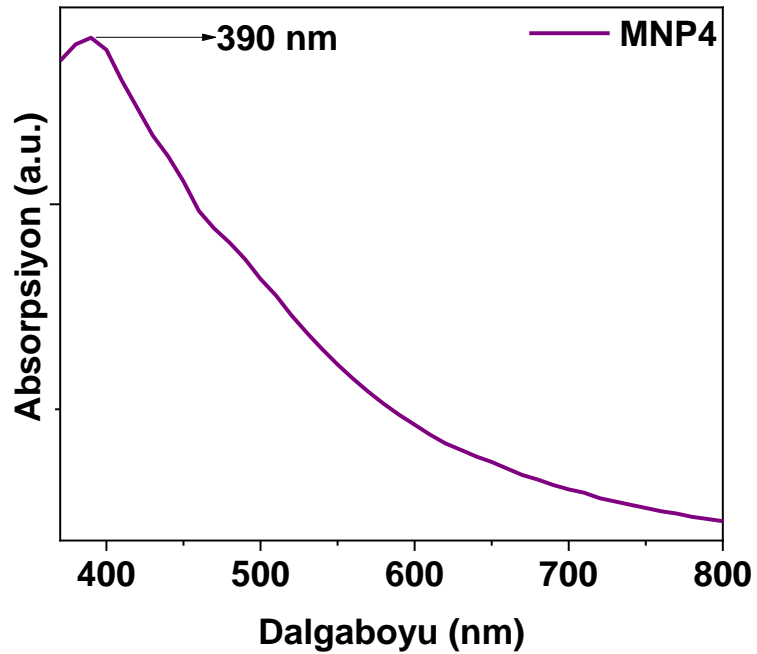


Şekil 4.33: MNP2'nin UV Vis spektrumu

Şekil 4.32’de MNP1 ve Şekil 4.33’te MNP2 için λ_{\max} = 368 nm olarak gözlenirken Şekil 4.34’te MNP3 temel olarak 400 nm’yi aşan bir λ_{\max} göstermektedir (408 nm).



Şekil 4.34: MNP3’ün UV Vis spektrumu

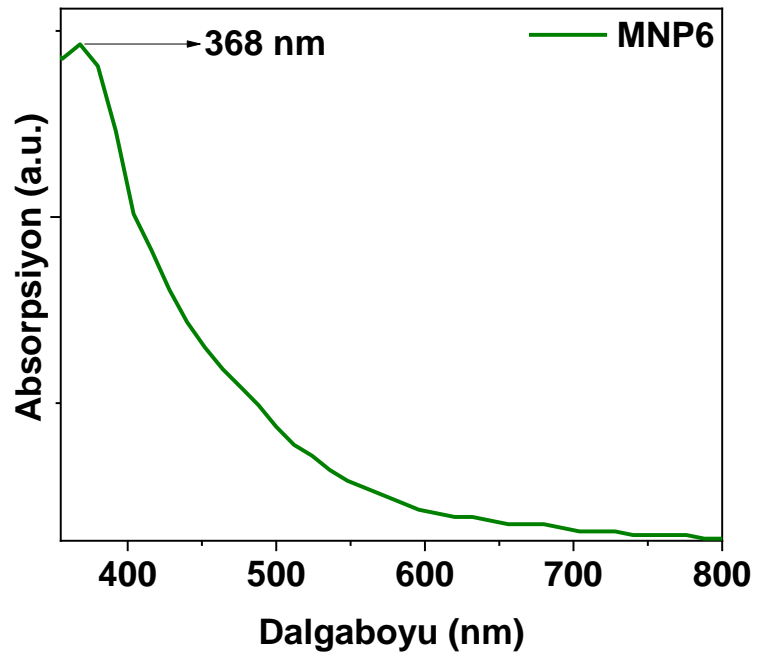


Şekil 4.35: MNP4’ün UV Vis spektrumu

Buna ilaveten Şekil 4.35'teki MNP4 $\lambda_{\max} = 390$ gösterirken, Şekil 4.36'da MNP5 λ_{\max} değeri yine 420 nm'de saptanmıştır.

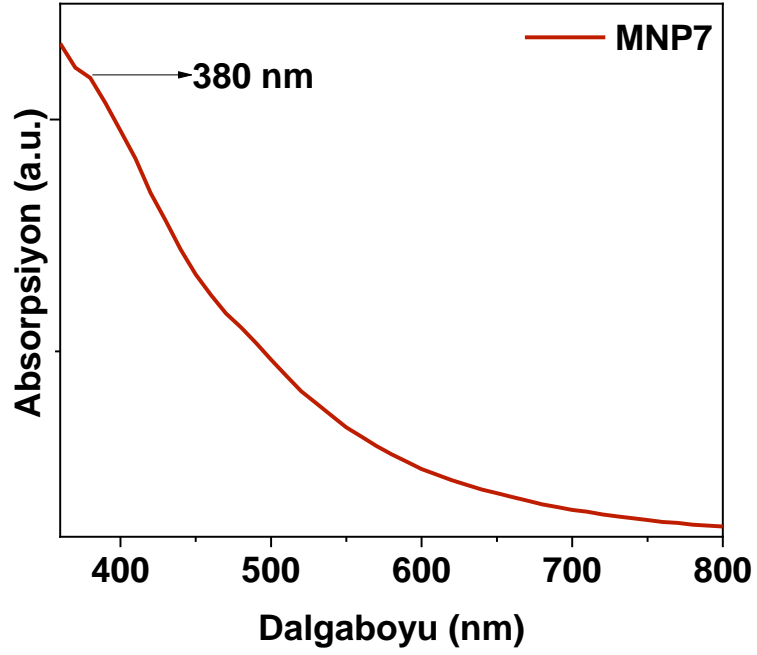


Şekil 4.36: MNP5'in UV Vis spektrumu

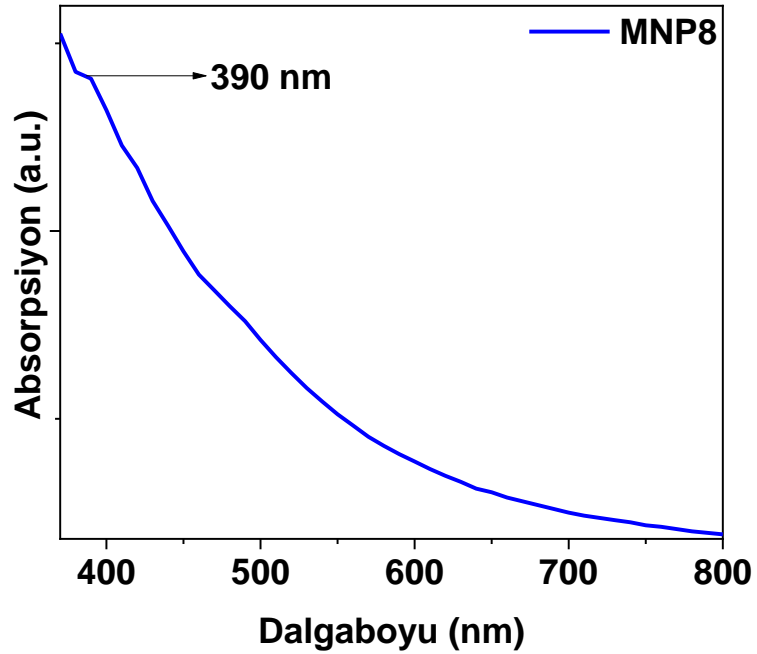


Şekil 4.37: MNP6'nın UV Vis spektrumu

Hem partikül boyutunun hem de yüzeyin değişimi göz önüne alınırsa, sadece alkali miktarı değiştiğinden muhtemelen sadece boyutlar değişmektedir.

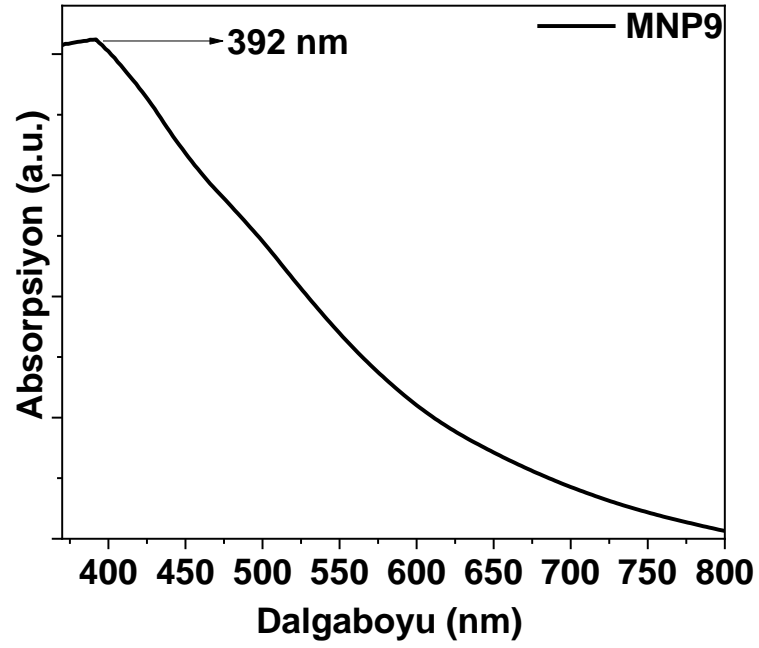


Şekil 4.38: MNP7'nin UV Vis spektrumu

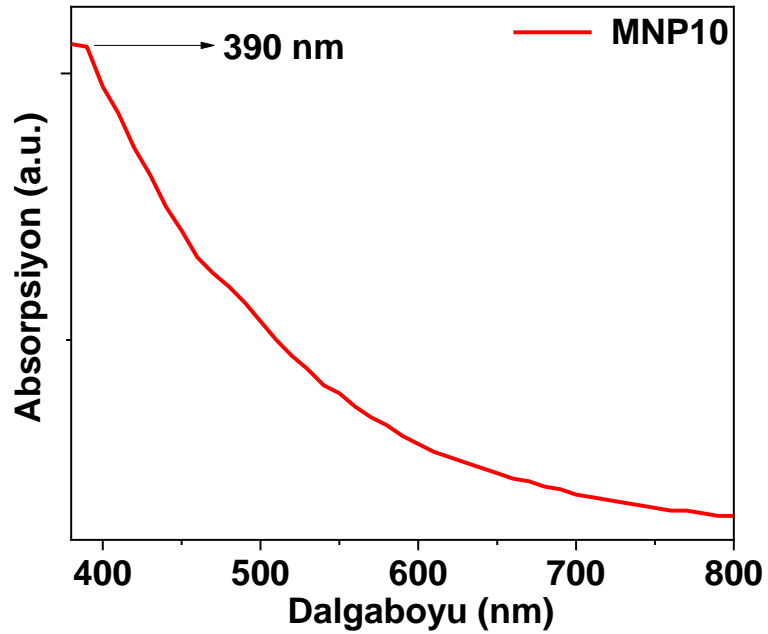


Şekil 4.39: MNP8'in UV Vis spektrumu

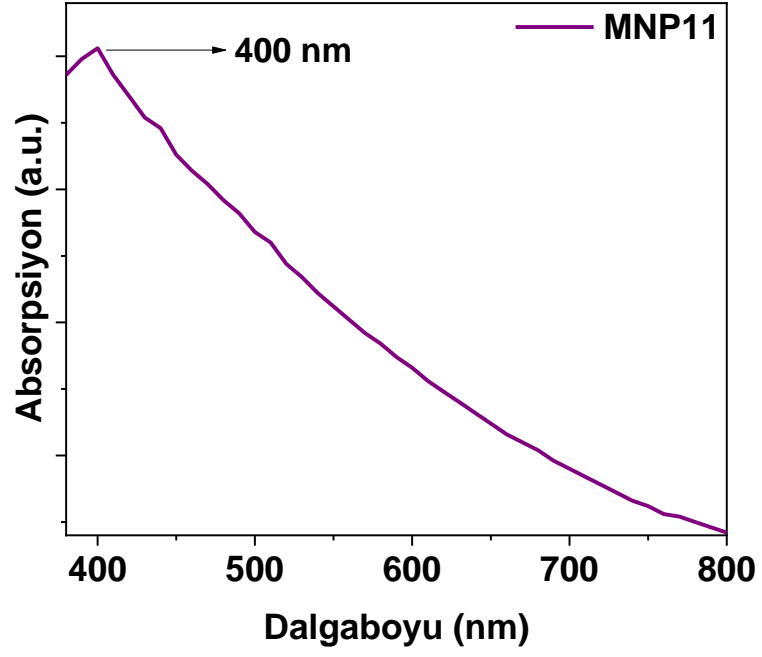
MNP6, MNP7 ve MNP8 Şekil 4.37, Şekil 4.38 ve Şekil 4.39’da incelendiğinde λ_{max} değerleri için 368, 380 ve 390 nm değerleri bulunmuştur.



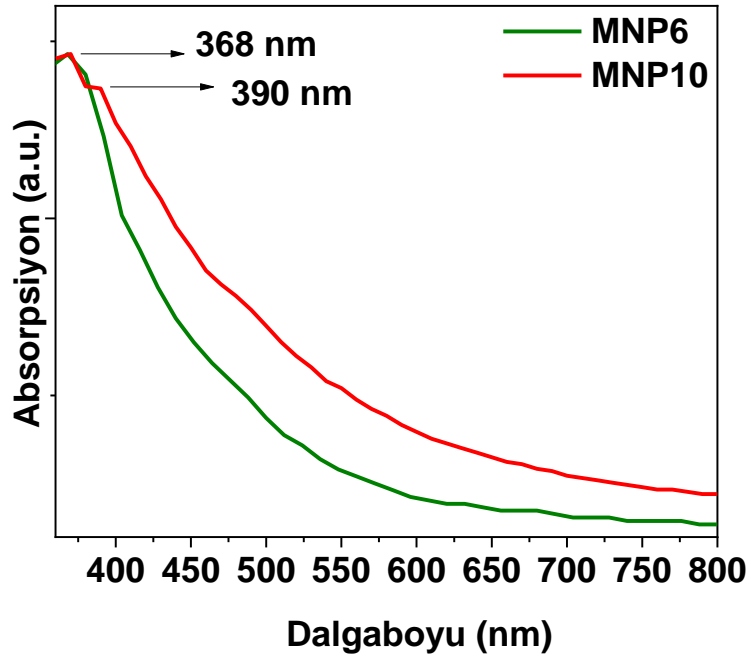
Şekil 4.40: MNP9’un UV Vis spektrumu



Şekil 4.41: MNP10’un UV Vis spektrumu

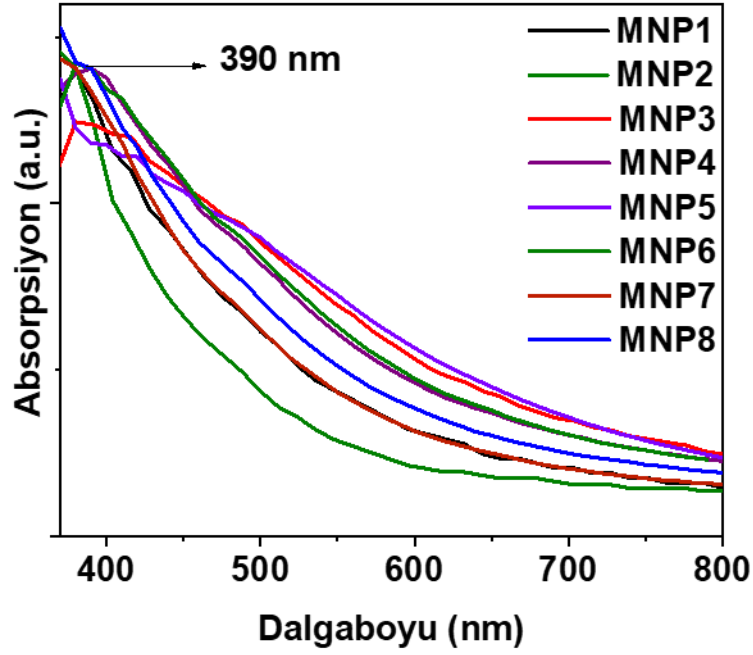


Şekil 4.42: MNP11'in UV Vis spektrumu



Şekil 4.43: Aynı alkali konsantrasyonundaki Fe₃O₄ nanopartiküllerinin UV Vis spektrumları

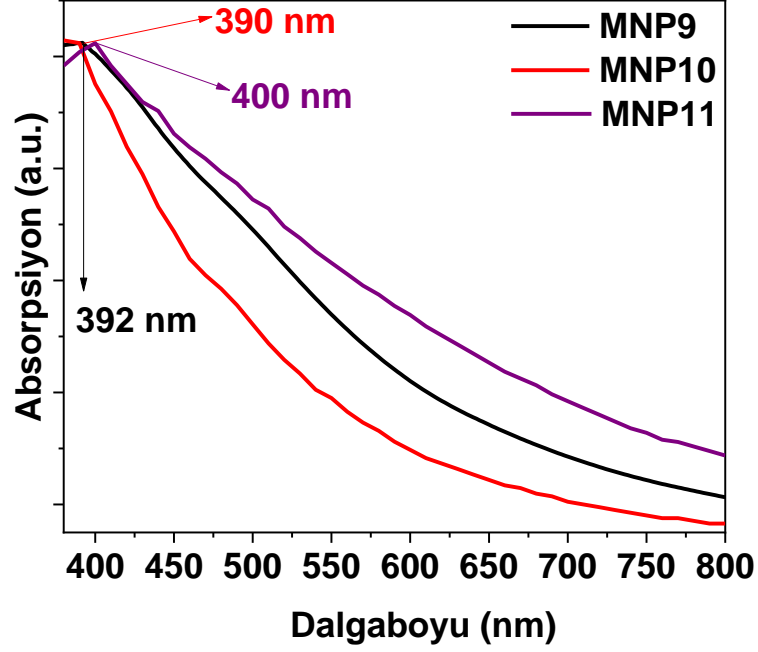
Bu sonuçlar klor bazlı bir Fe^{3+} kaynağı ile karşılaştırılması için analiz edildiğinde MNP9, MNP10 ve MNP11 için Şekil 4.40, Şekil 4.41 ve Şekil 4.42'deki UV-Vis spektrumları ortaya koymaktadır ki, klor kaynaklı nanopartiküller, muhtemelen boyutsal olarak çok fazla bir partikül dağılımı göstermeksizin aynı veya çok yakın UV-Vis pikleri ortaya koymuştur. MNP9, MNP10 ve MNP11 nanopartikülleri için λ_{max} değerleri sırasıyla 392, 390 ve 400 nm civarındadır. Literatürde yapılan çalışmalar incelendiğinde partikülün boyutuna bağlı olarak, absorpsiyonun gerçekleştiği dalga boyunda değişimler gözlemlenmiştir (Bahadur vd., 2017). Klor kaynaklı ve nitrat kaynaklı Fe^{3+} başlangıç malzemelerinden elde edilen nanopartiküllerin karşılaştırılması için Şekil 4.43'te spektrumları birbiri ile karşılaştırılmıştır.



Şekil 4.44: Fe^{3+} kaynağının nitrat olduğu partiküllerin UV Vis spektrumunun karşılaştırılmış görünümü

Nitrat bazlı bir Fe^{3+} kaynağının boyut ve yüzey özellikleri nedeniyle 368-420 nm aralığında absorpsiyon yapabilecek nanopartiküller ürettiği Şekil 4.44'teki karşılaştırılmış UV Vis spektrumunda ortaya konulmuştur. Klor bazlı bir Fe^{3+} kaynağının boyut ve yüzey özellikleri nedeniyle 390-400 nm aralığında absorpsiyon yapabilecek

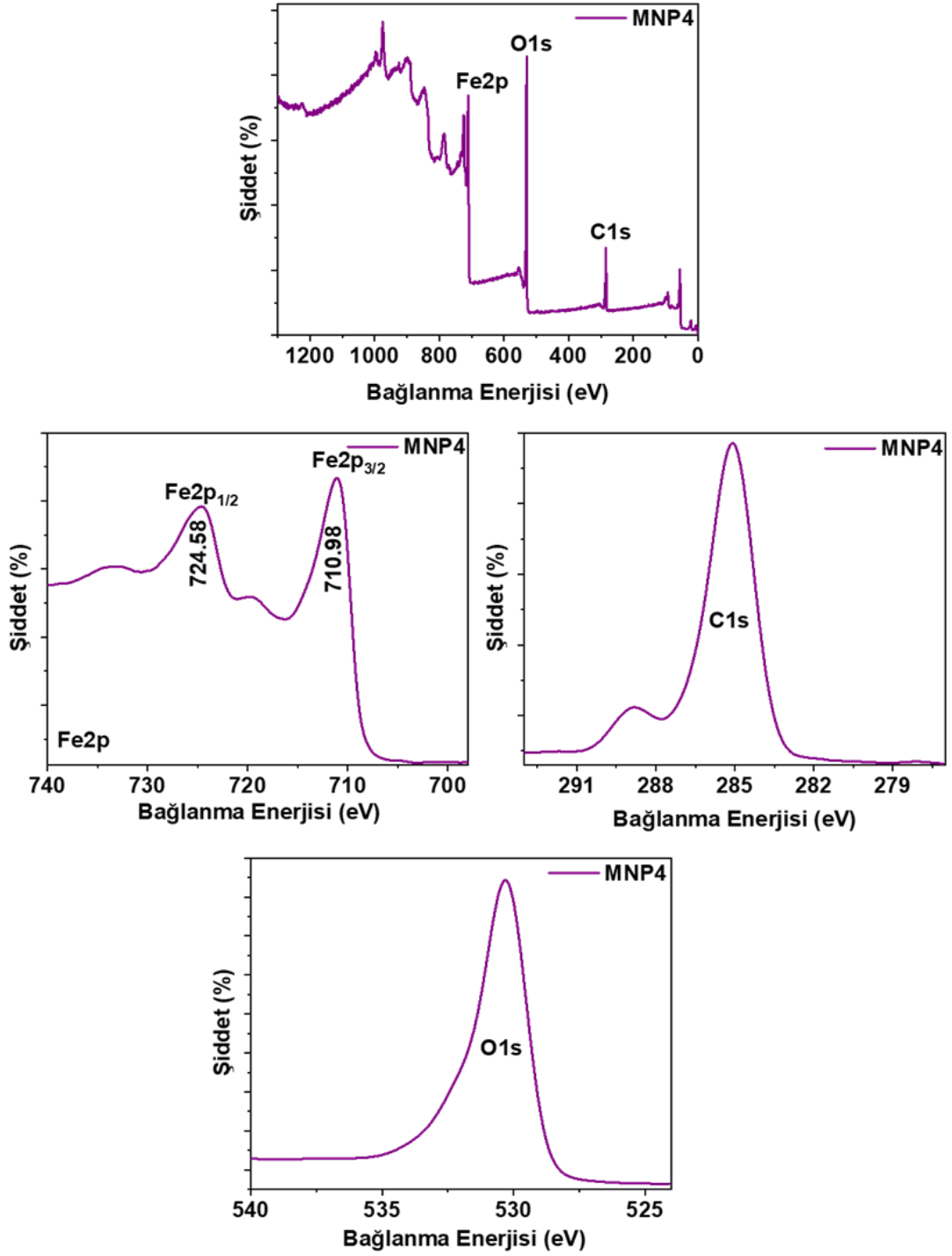
nanopartiküller ürettiği Şekil 4.45'teki çakıştırılmış UV Vis spektrumunda ortaya konulmuştur.



Şekil 4.45: Fe³⁺ kaynağının klor olduğu partiküllerin UV Vis spektrumunun çakıştırılmış görünümü

Elde edilen nanopartiküllerin yüzey özelliklerinin ölçüldüğü XPS analizi sonuçları geniş spektrum ve yüksek çözünürlükte Şekil 4.46'dan Şekil 4.53'e kadar MNP4'ten başlayarak sırası ile MNP11'e kadar her bir partikül için verilmektedir. Şekil 4.46'dan Şekil 4.53'e kadar bütün grafikler incelendiğinde görüldüğü üzere Fe2p, O1s ve C1s bağlanma enerjileri gözlemlenmiş olup başlangıç maddelerinde bulunan azot (N), klor (Cl) veya kükürtün (S) yüzeyde olmadığı tespit edilmiştir. Bu da alkali çöktürme metodunun sorunsuz bir şekilde nanopartikül ürettiğini kanıtlamaktadır.

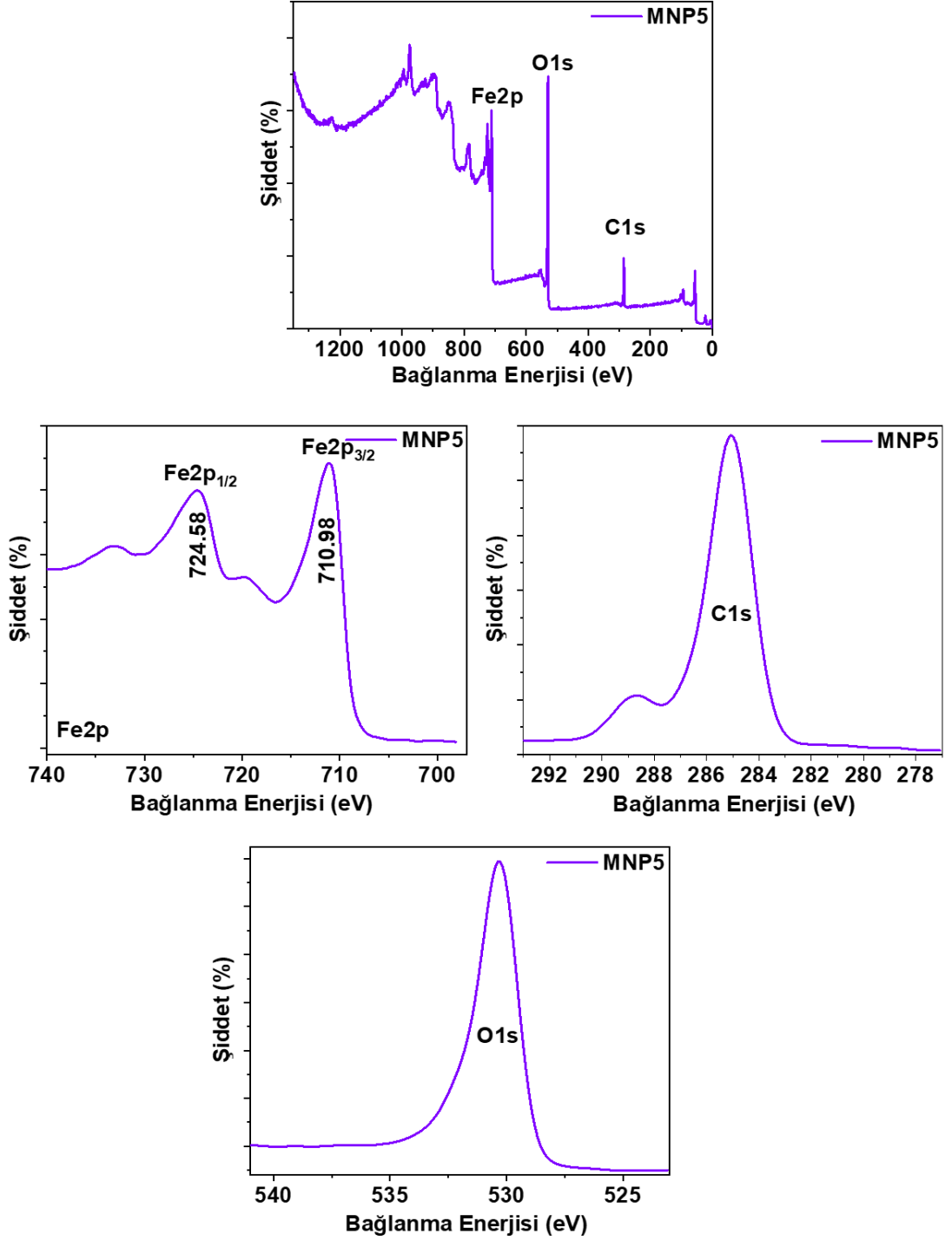
Yüksek çözünürlüklü XPS analizinde Fe2p_{1/2} ve Fe2p_{3/2} pikleri alkali miktarı farketmeksizin bütün partiküllerde 710,98 eV ve 724,58 eV bağlanma enerjisinde pikler oluşmuştur. Literatürde üretilen manyetit nanopartikülü karakterizasyon çalışmalarında da bu noktalarda piklerin oluştuğu gözlemlenmiştir (Eltouny ve Ariya, 2014; K.-C. Kim vd., 2006). Fe2p piklerinin civarında satellite denen pikler oluştuğu gözlemlenmiştir.



Şekil 4.46: MNP4'ün geniş spektrumlu XPS analizi ve yüksek çözünürlüklü XPS analizi

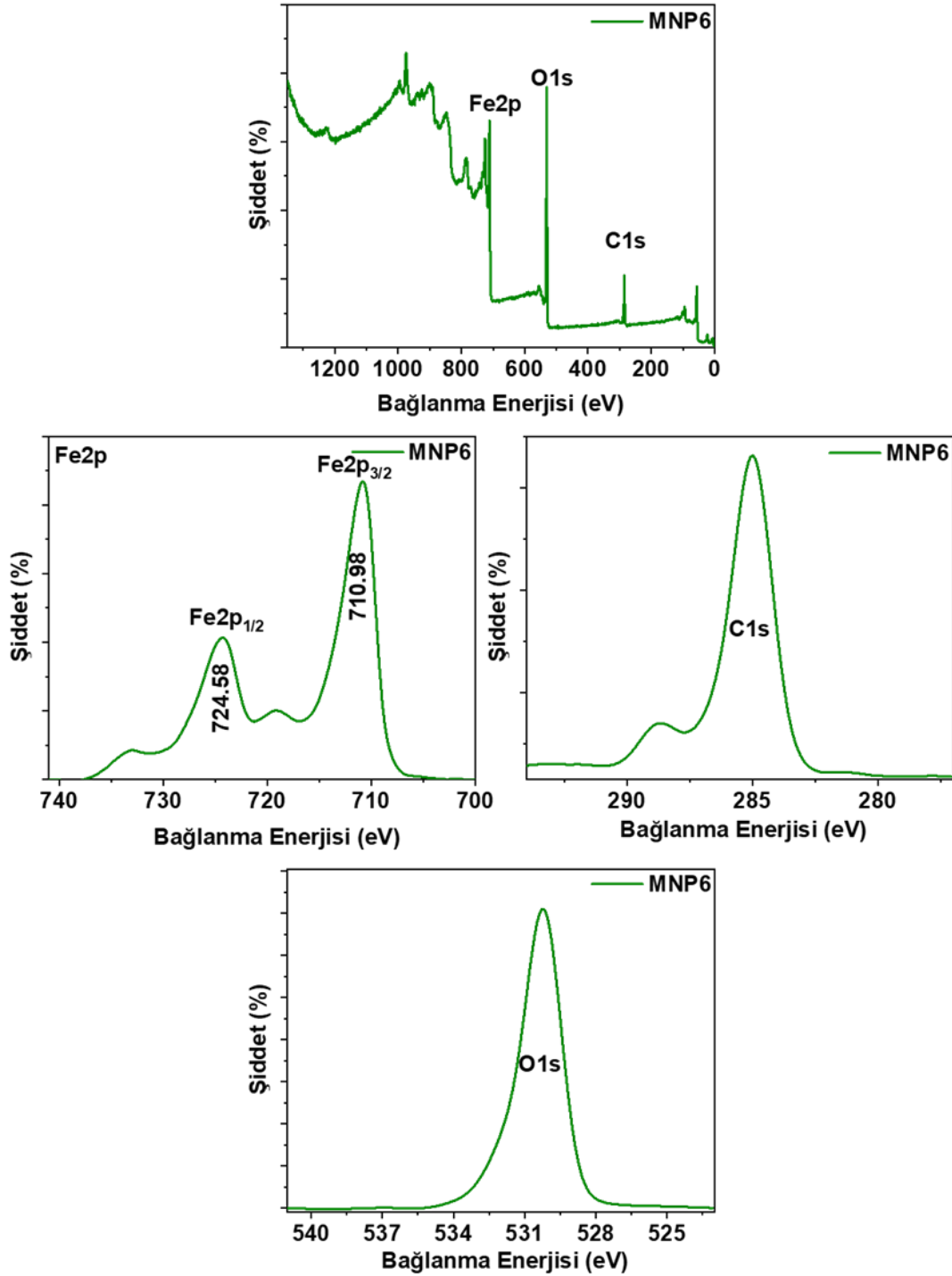
Fe2p_{1/2} ve Fe2p_{3/2} pikleri kullanılan alkali ortamlarından her biri için düzenli bir şekilde aynı noktada oluştuğundan metotsal olarak çöktürme yönteminin uygun bir

şekilde sonuçlandırıldığı sonucuna varılabilir. Fe piklerinin varlığı zaten manyetit için en önemli kanıttır.



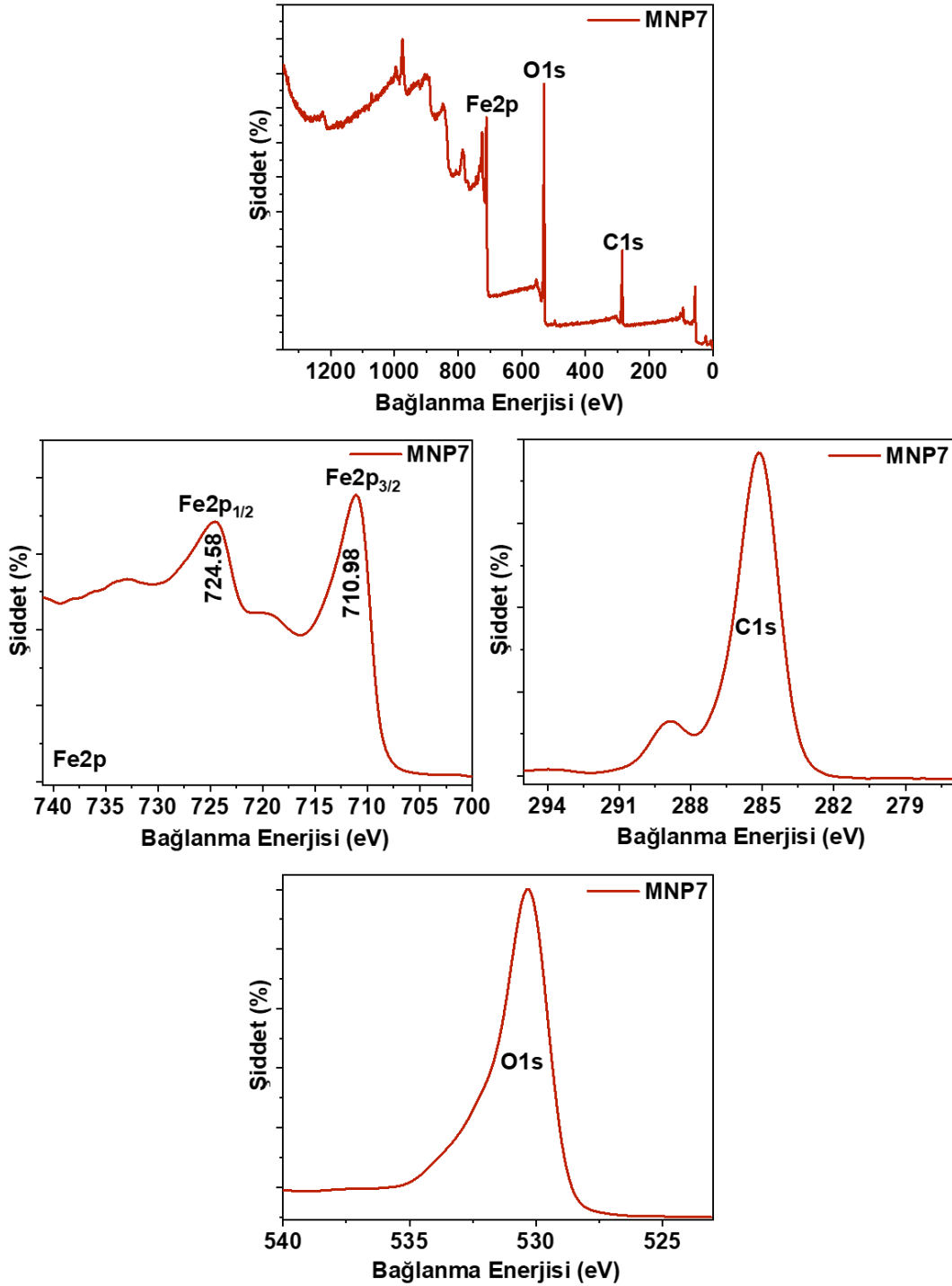
Şekil 4.47: MNP5'in geniş spektrumlu XPS analizi ve yüksek çözünürlüklü XPS analizi

Genel olarak XPS analizi gerçekleştirildiğinde Fe2p piklerinde kayma söz konusu değilken, normalde herhangi bir kaynaktan gelmemesi gereken C1s piklerinde kayma



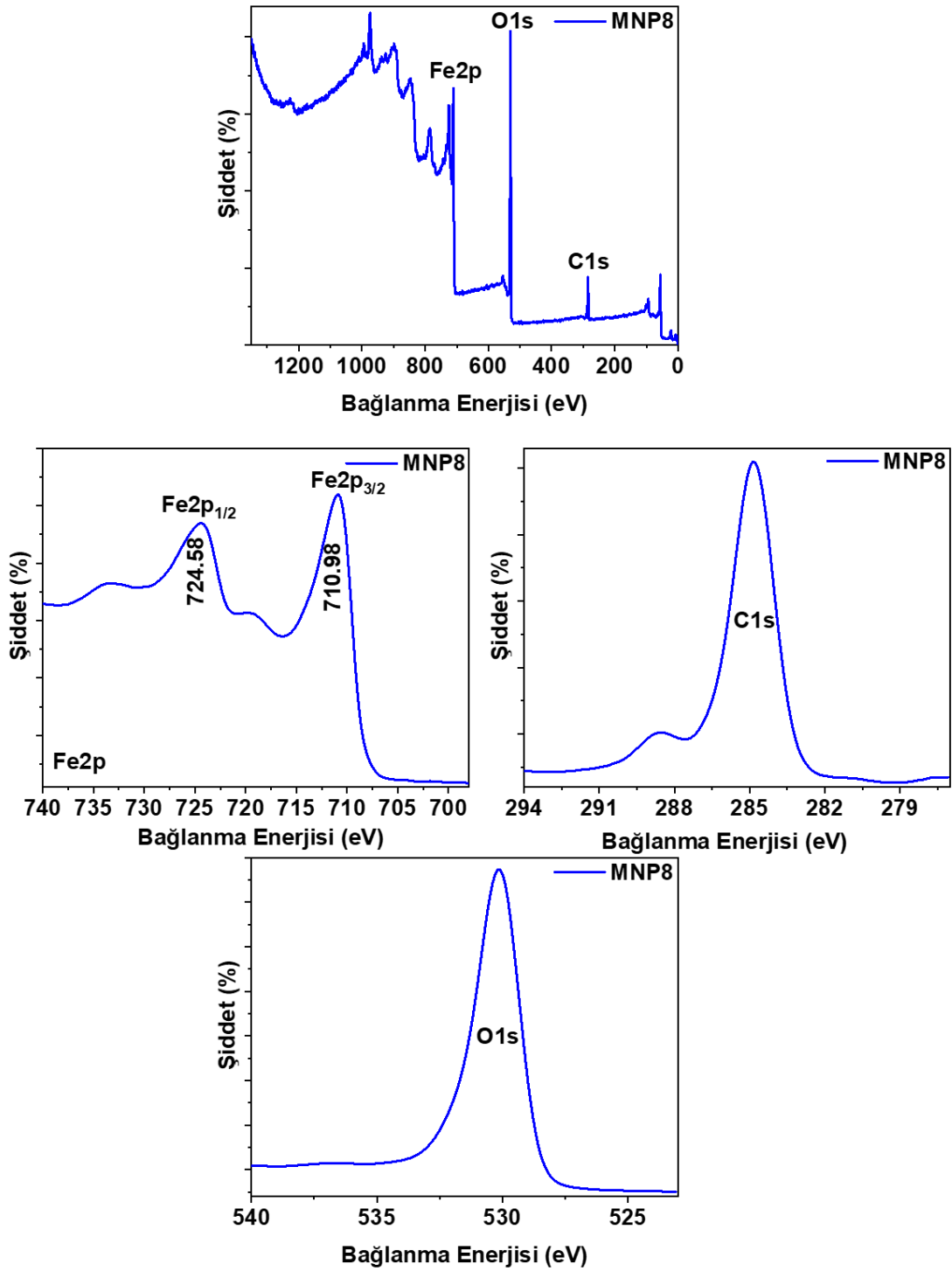
Şekil 4.48: MNP6'nın geniş spektrumlu XPS analizi ve yüksek çözünürlüklü XPS analizi

vardır ve buna ilaveten O1s piklerinde yüzey ve kristal pozisyonları nedeniyle kaymalar mevcuttur. C1s piklerini ortamdaki kirlilik olarak değerlendirebiliriz.

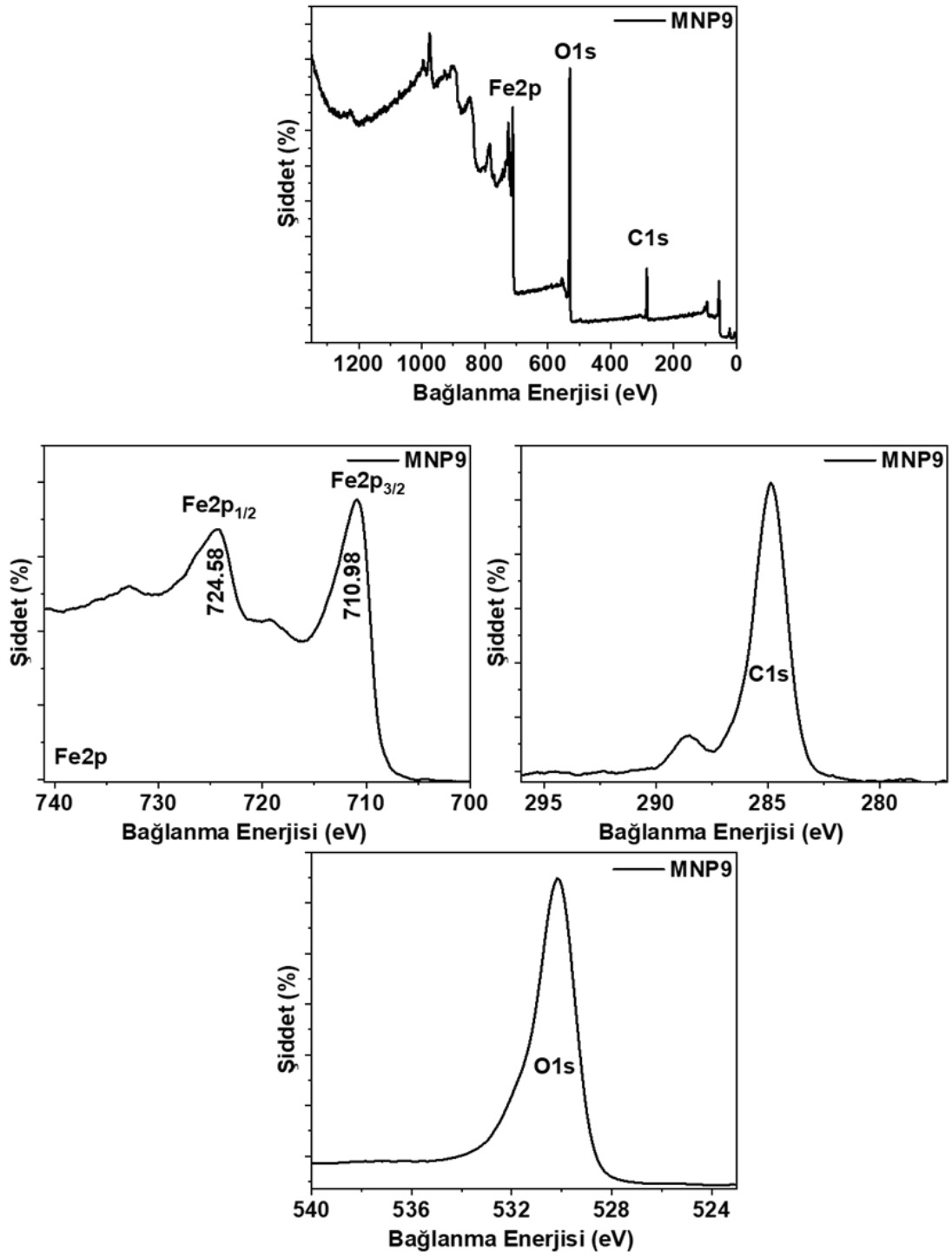


Şekil 4.49: MNP7'nin geniş spektrumlu XPS analizi ve yüksek çözünürlüklü XPS analizi

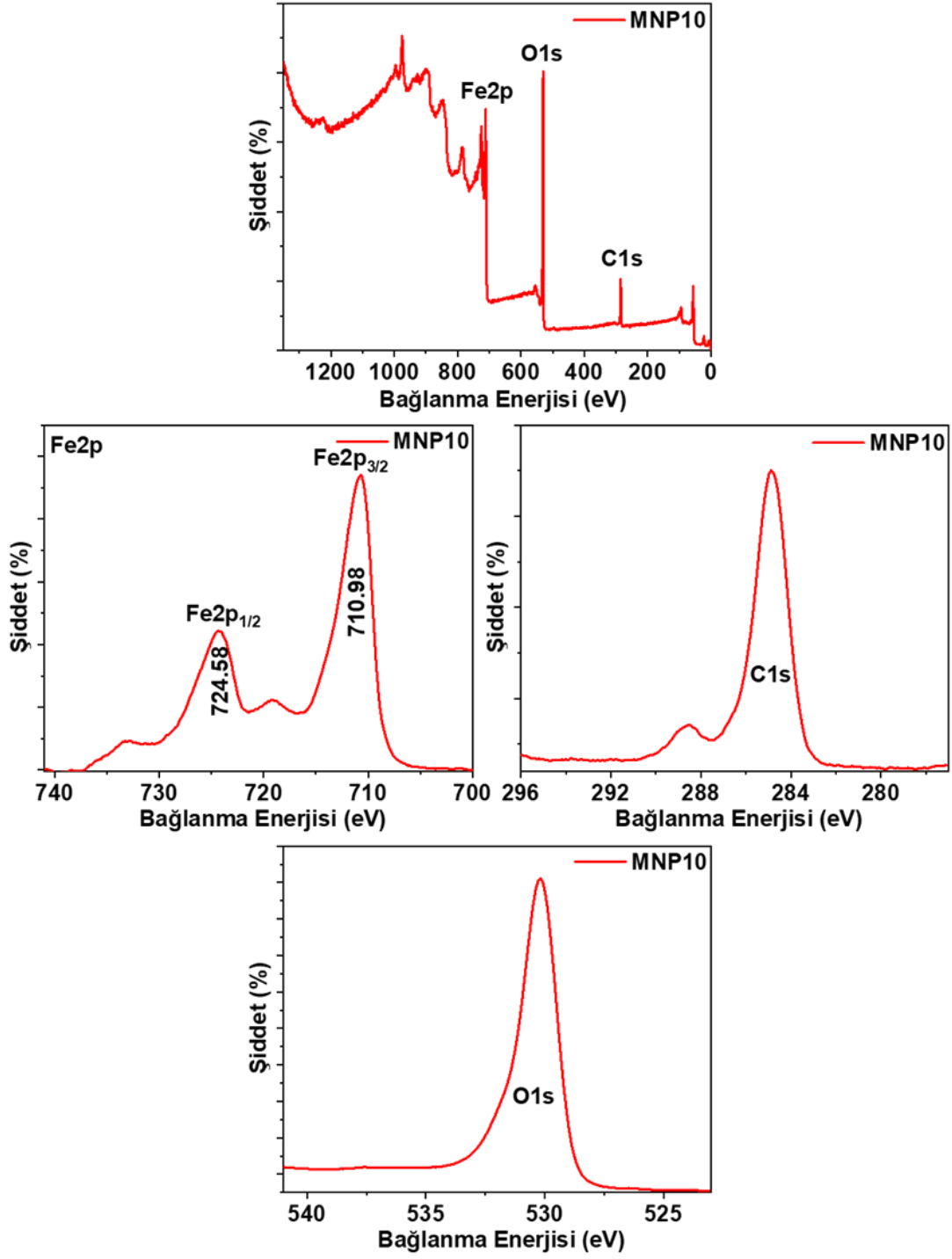
O1s piklerinde ise –OH ve kristal oksijen için 2 farklı merkezin bulunduğu HR XPS piklerinin dekonvolüsyonundan saptanmıştır.



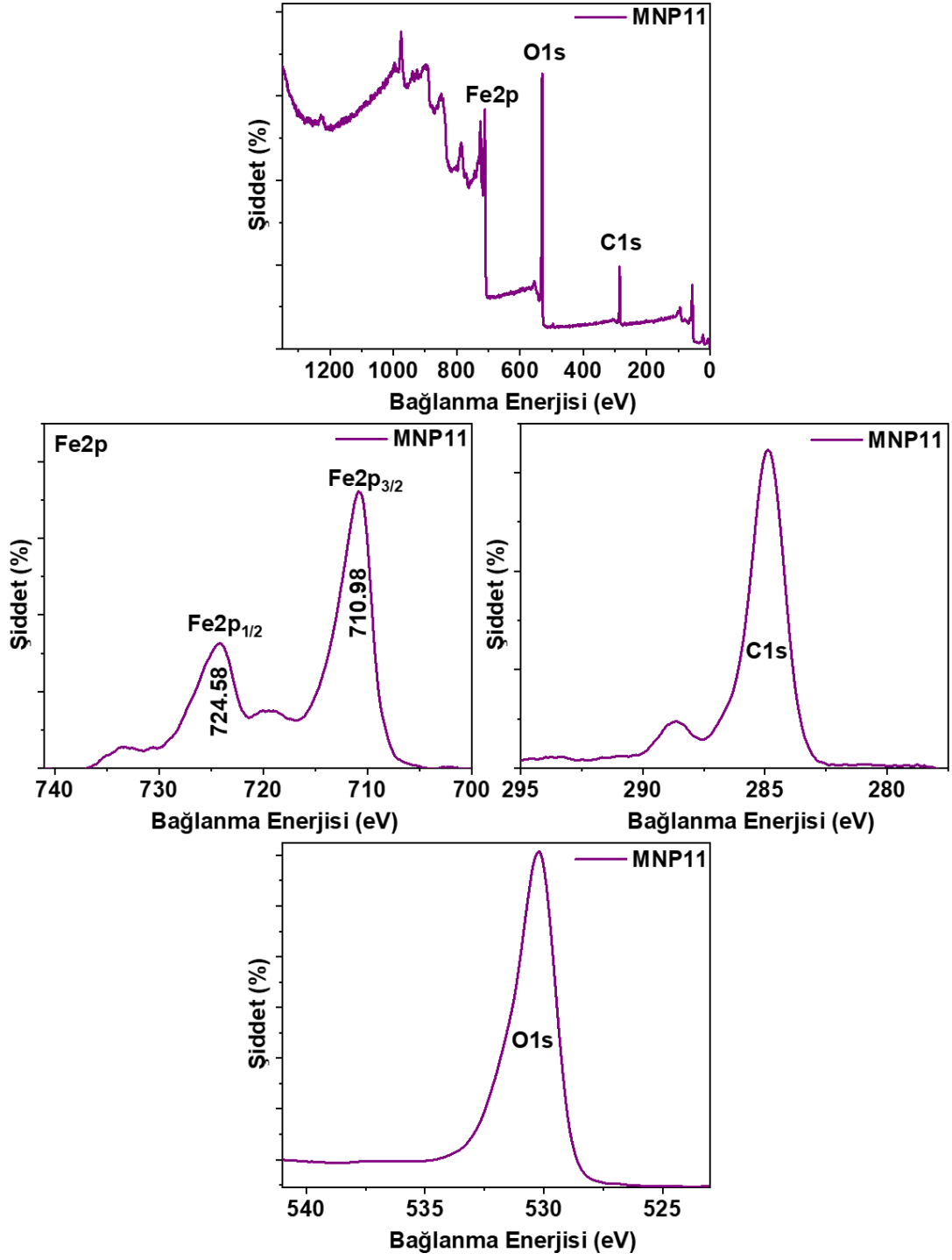
Şekil 4.50: MNP8'in geniş spektrumlu XPS analizi ve yüksek çözünürlüklü XPS analizi



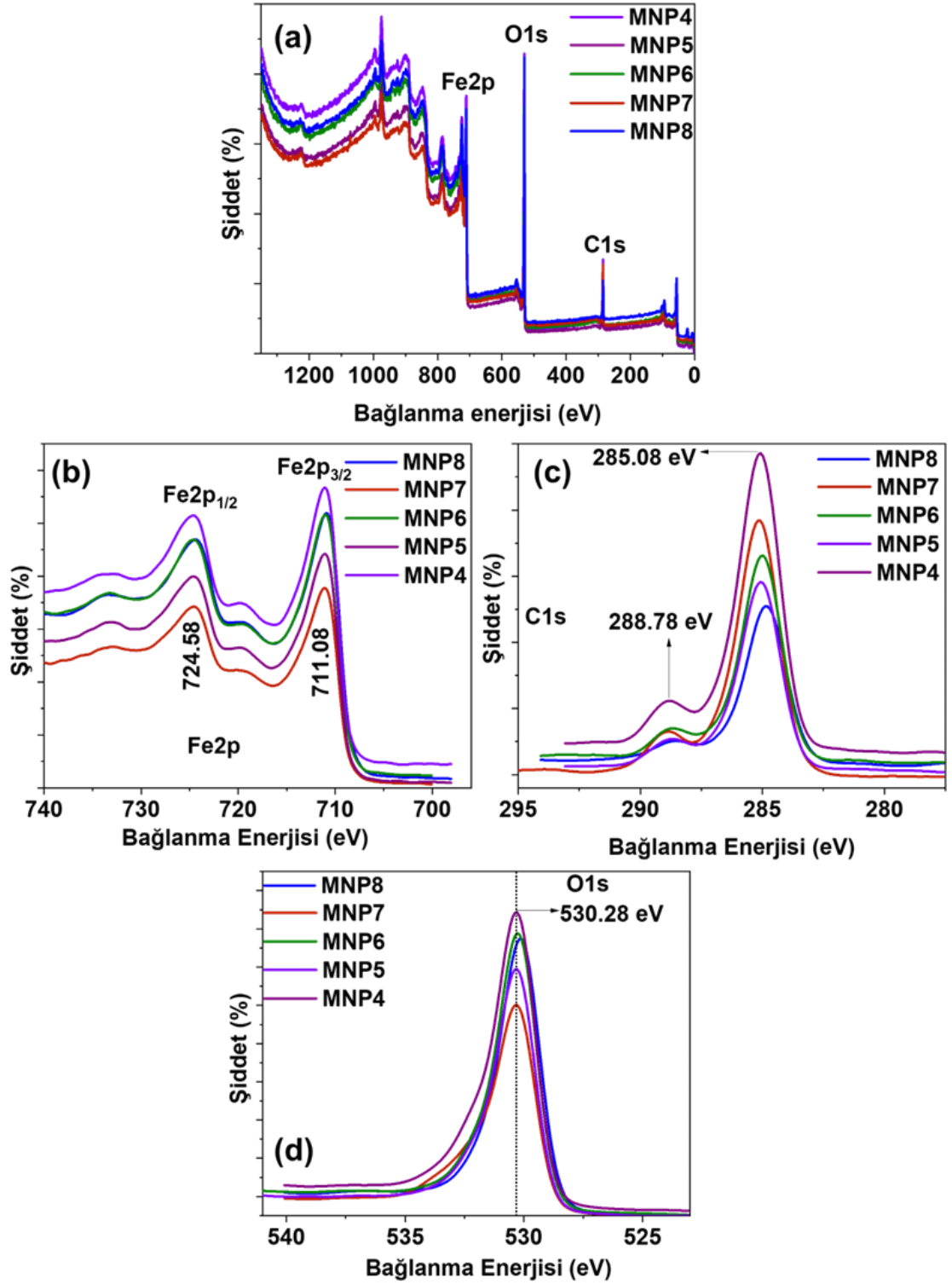
Şekil 4.51: MNP9'un geniş spektrumlu XPS analizi ve yüksek çözünürlüklü XPS analizi



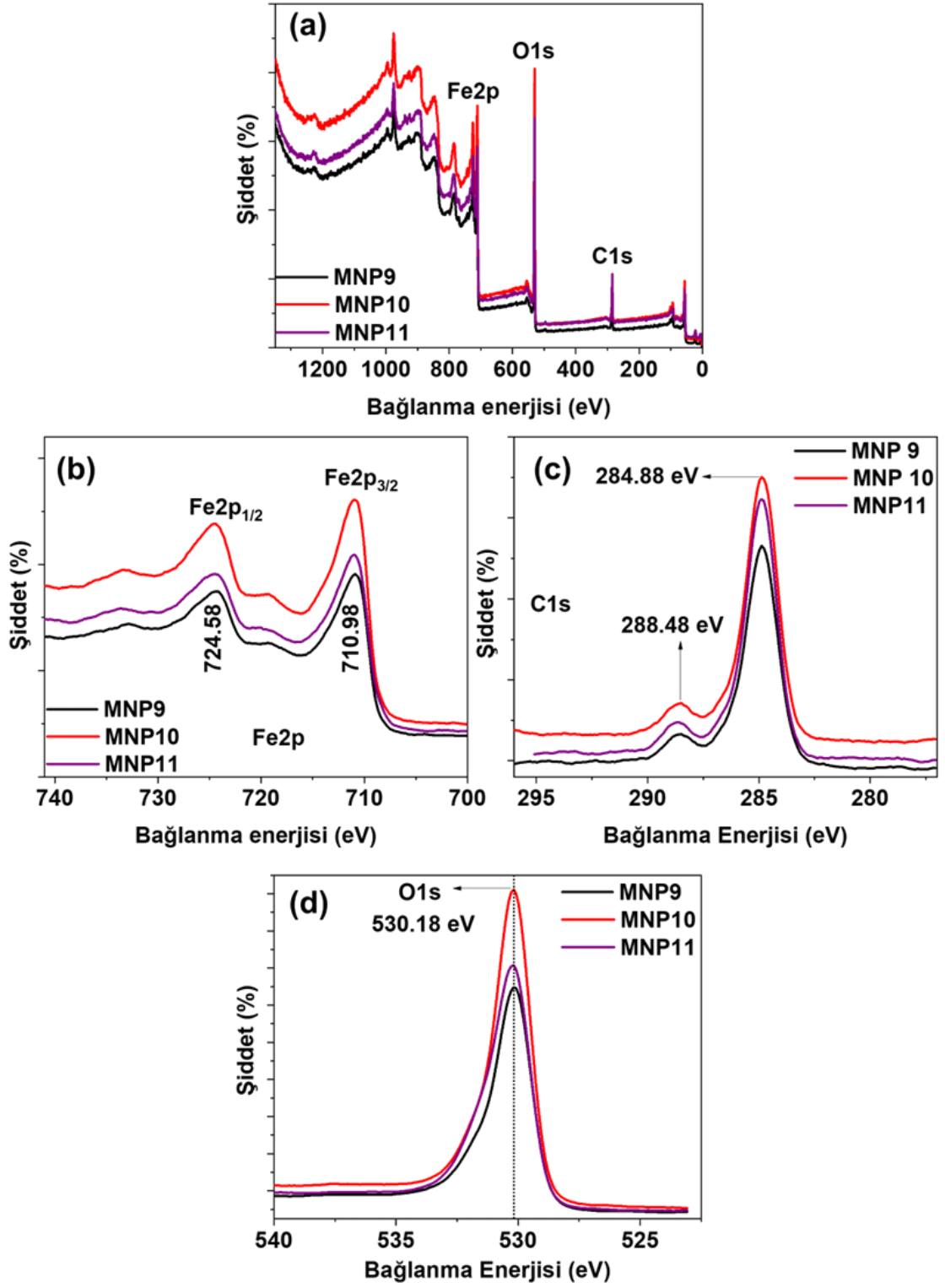
Şekil 4.52: MNP10'un geniş spektrumlu XPS analizi ve yüksek çözünürlüklü XPS analizi



Şekil 4.53: MNP11'in geniş spektrumlu XPS analizi ve yüksek çözünürlüklü XPS analizi



Şekil 4.54: Fe^{3+} başlangıç maddesi olarak $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ 'ın kullanıldığı manyetit nanopartiküllerin alkali konsantrasyonu değişkenliğine göre geniş spektrumlu XPS analizi ve yüksek çözünürlüklü XPS analizleri



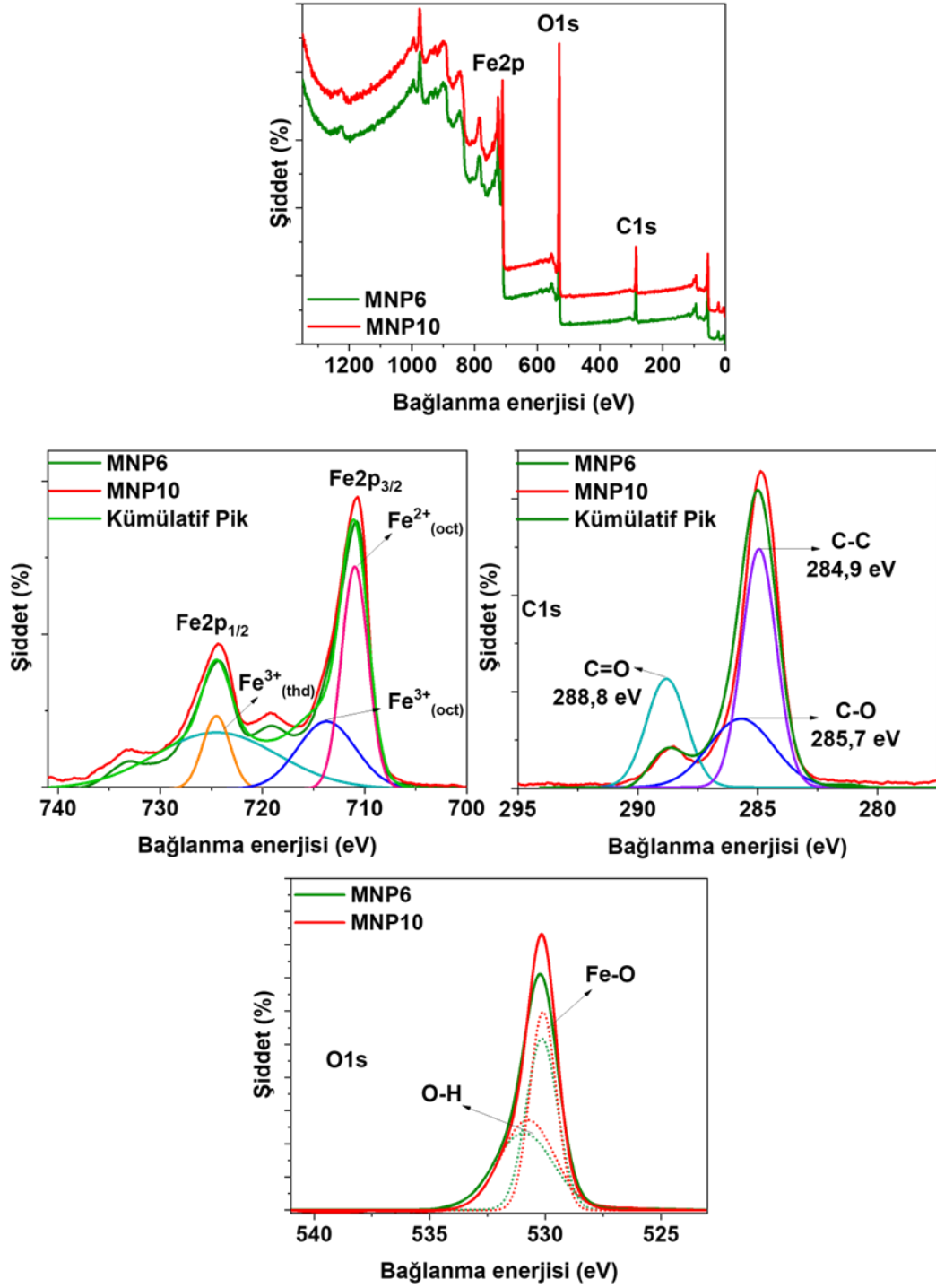
Şekil 4.55: Fe³⁺ başlangıç maddesi olarak FeCl₃'ün kullanıldığı manyetit nanopartiküllerin alkali konsantrasyonu değişkenliğine göre XPS analizi ve (b, c ve d) yüksek çözünürlüklü XPS analizi

XPS ve HR-XPS analizi grafiklerinin incelenmesinin yanı sıra Tablo 4.4'te yüzde atomik ağırlığı gösterilmektedir. Bu tablo incelendiğinde alkali miktarı değişikçe oksijen miktarında çok büyük bir değişiklik gözlenmemektedir. Ayrıca %10 gibi bir karbon varlığı standart olarak ortaya çıkmaktadır. Ortamdaki Fe varlığı %55-%60 aralığında değişirken oksijen miktarı %28-29 civarında gözlenmektedir.

Tablo 4.4: Manyetit nanopartiküllerin XPS analizi ile atomik kompozisyonu

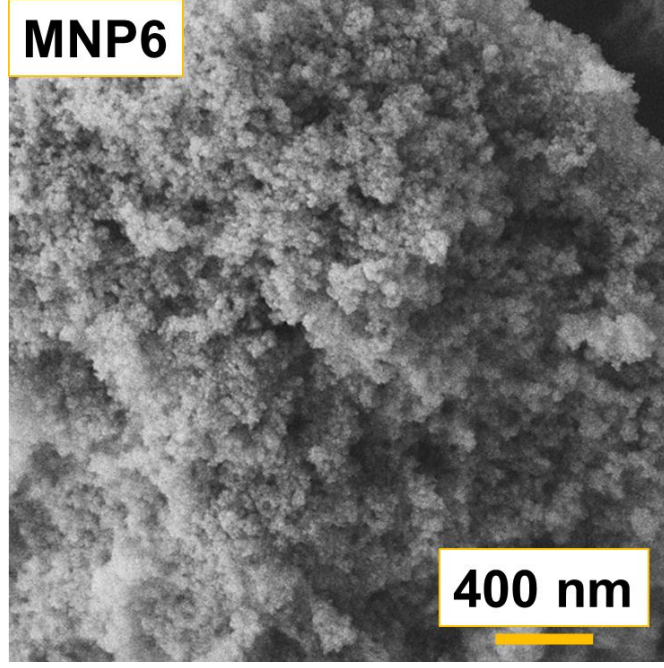
Elementler Partikül kodu	C1s	Fe2p	O1s
MNP4	15.73	54.29	28.92
MNP5	12.75	58.01	28.56
MNP6	12.00	58.53	29.14
MNP7	18.27	52.57	28.30
MNP8	9.69	60.96	28.78
MNP9	12.37	57.78	28.26
MNP10	10.33	59.21	28.17
MNP11	12.57	56.59	29.02

Bununla birlikte Fe³⁺ kaynağı olarak klor ve nitrat başlangıç maddeleri farklı farklı kullanılınca her iki nanopartikülün de Fe2p_{1/2} ve Fe2p_{3/2} pikleri aynı bağlanma enerjisinde ortaya çıkmıştır. Bu da başlangıç maddesinden bağımsız olarak oluşan manyetit kristal örgüsünün bir değişime uğramadığını gösterir. Sadece boyut açısından farklılıklar gözlenebilir ki bu da SEM örneklerinde ortaya konulmuştur. MNP6 ve MNP10 XPS analizi ile Şekil 4.56'da incelenmiştir. Fe2p piklerinin maksimum şiddetlerinin aynı bağlanma enerjilerinde olduğu ancak C1s ve O1s piklerinde farklılıkların olduğu gözlemlendi. C1s piki MNP6'da 284,98 eV iken MNP10'da 284,88 eV'dur, ayrıca O1s piki incelendiğinde MNP6 530,28 eV'da maksimum şiddeti gösterirken MNP10 530,18 eV'da göstermiştir. Her iki spektrumda yaşanan 0,1 eV'luk bir kayma basitçe görmezden gelenebilir.

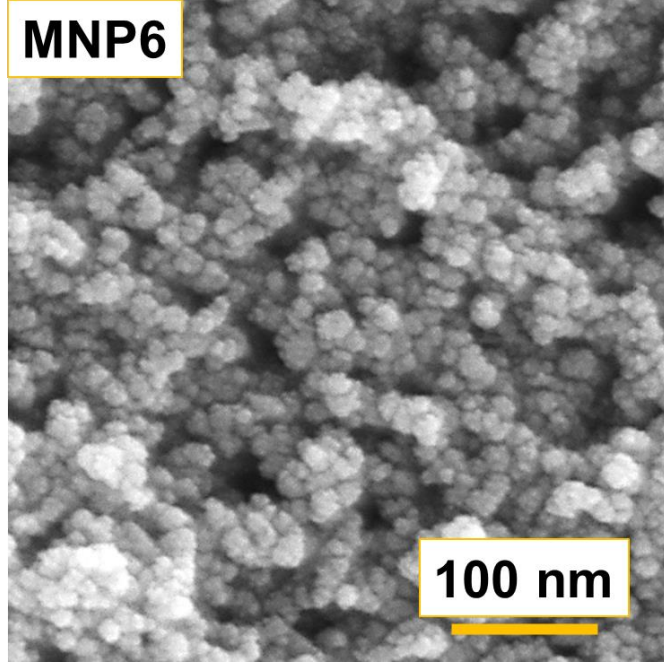


Şekil 4.56: MNP 6 ve MNP10'un XPS ve HR-XPS analizi

Şekil 4.57'de MNP6 nanopartikülünün 400 nm ölçeğindeki SEM analizi görüntüsü sunulmuştur. Geniş çerçevede aglomere olmuş olan manyetit nanopartiküllerinin yüzey morfolojileri incelenebilmektedir.



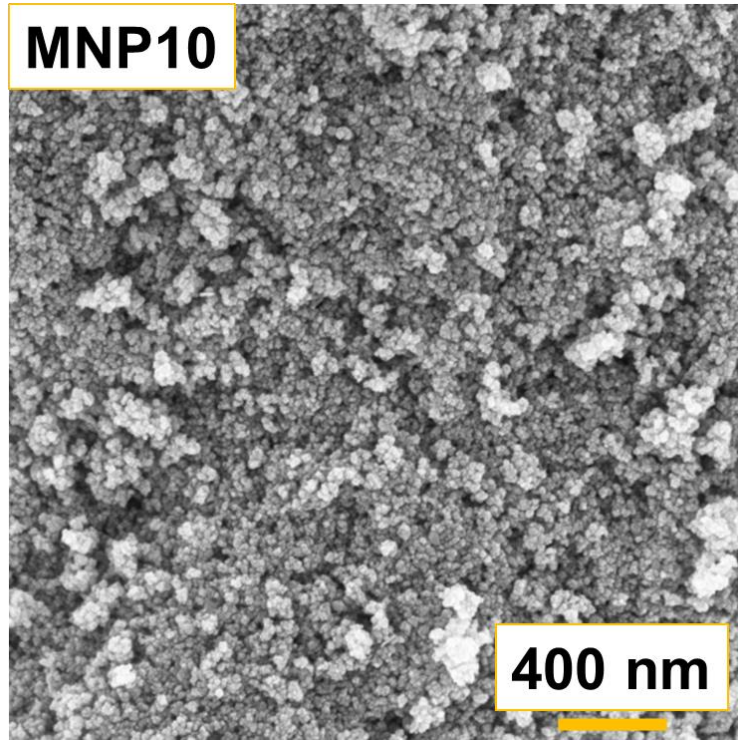
Şekil 4.57: MNP6'nın 400 nm ölçeğindeki SEM analizi



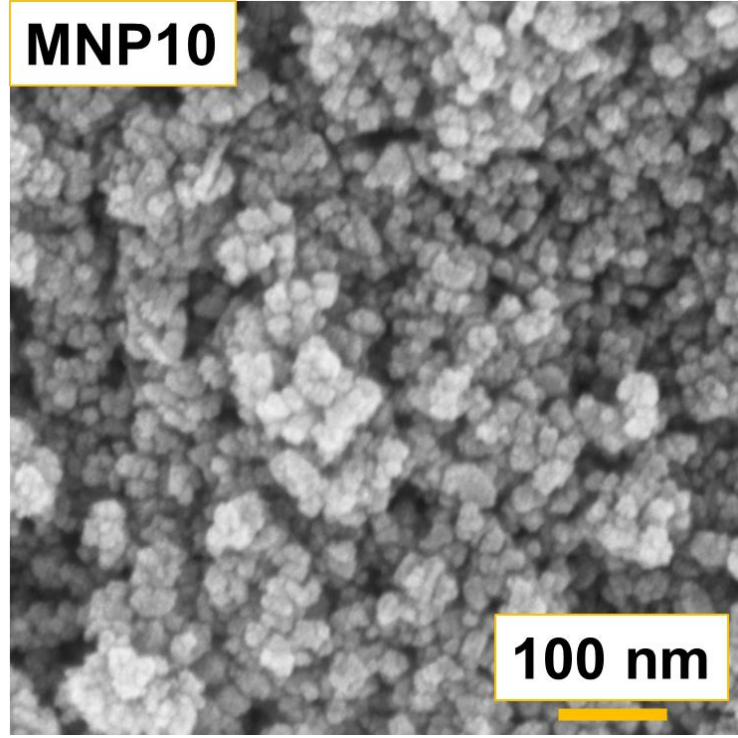
Şekil 4.58: MNP6'nın 100 nm ölçeğindeki SEM analizi

Şekil 4.58'de MNP6'nın 100 nm ölçeğindeki SEM görüntüsü sunulmuştur. Bu görüntüde partiküllerin homojen dağılımlı ve net bir şekle sahip olmadığı gözlemlenmiştir. MNP10'un SEM görüntüleri 400 nm ve 100 nm için sırasıyla Şekil

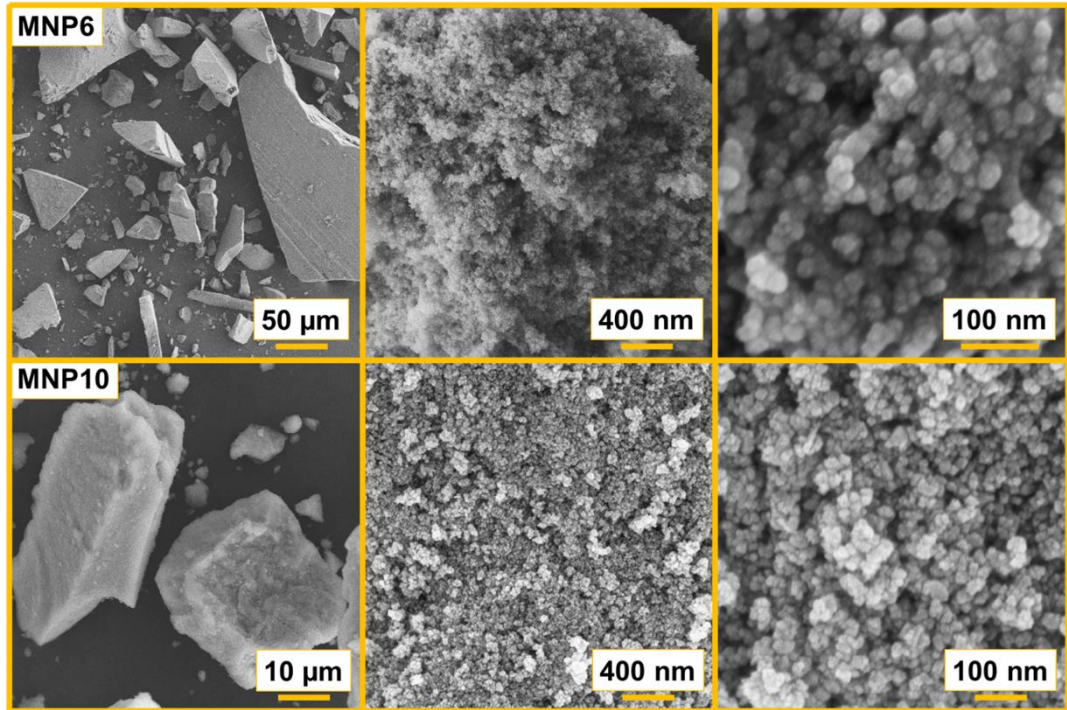
4.59 ve 4.60'ta sunulmuştur. Partiküller geometrisel olarak küresel yapıdadır ve neredeyse homojen bir partikül boyutu dağılımı göstermektedirler. Aynı zamanda metodun alkali çöktürme metodu olması nedeniyle yüksek yüzey -OH varlığı aglomerasyonu muhtemelen arttırmaktadır. Partikül boyutunun hesaplanması için Image J programı vasıtası ile 150 kadar partikül sayılarak boyutları istatistiksel olarak hesaplanmıştır. Küçük sapmalar ile nanopartikül boyutunun MNP6 için 21 nm civarında olduğu bulunmuştur. Alkali çöktürme esnasında Fe^{3+} kaynağı olarak nitrat bazlı bir ürünün kullanılması sonrasında çekirdekleşme ve büyüme hızlı bir şekilde gerçekleşmektedir. Bu esnada nitrat iyonları oluşan çekirdeklerin difüzyonunu ve partikül büyümesini hızlandırmıştır. Benzer şekilde klor iyonları ise boyutun diğer yapılardan daha küçük olmasını sağlamıştır. Farklı bir nanopartikül veya kirlilik kaynağı EDX vasıtası ile ölçülmüş ve gözlenmemiştir. Ancak gerçekleştirilen atomik haritalama ile yapıların sağlığı da kontrol edilmiştir.



Şekil 4.59: MNP10'un 400 nm ölçeğindeki SEM analizi

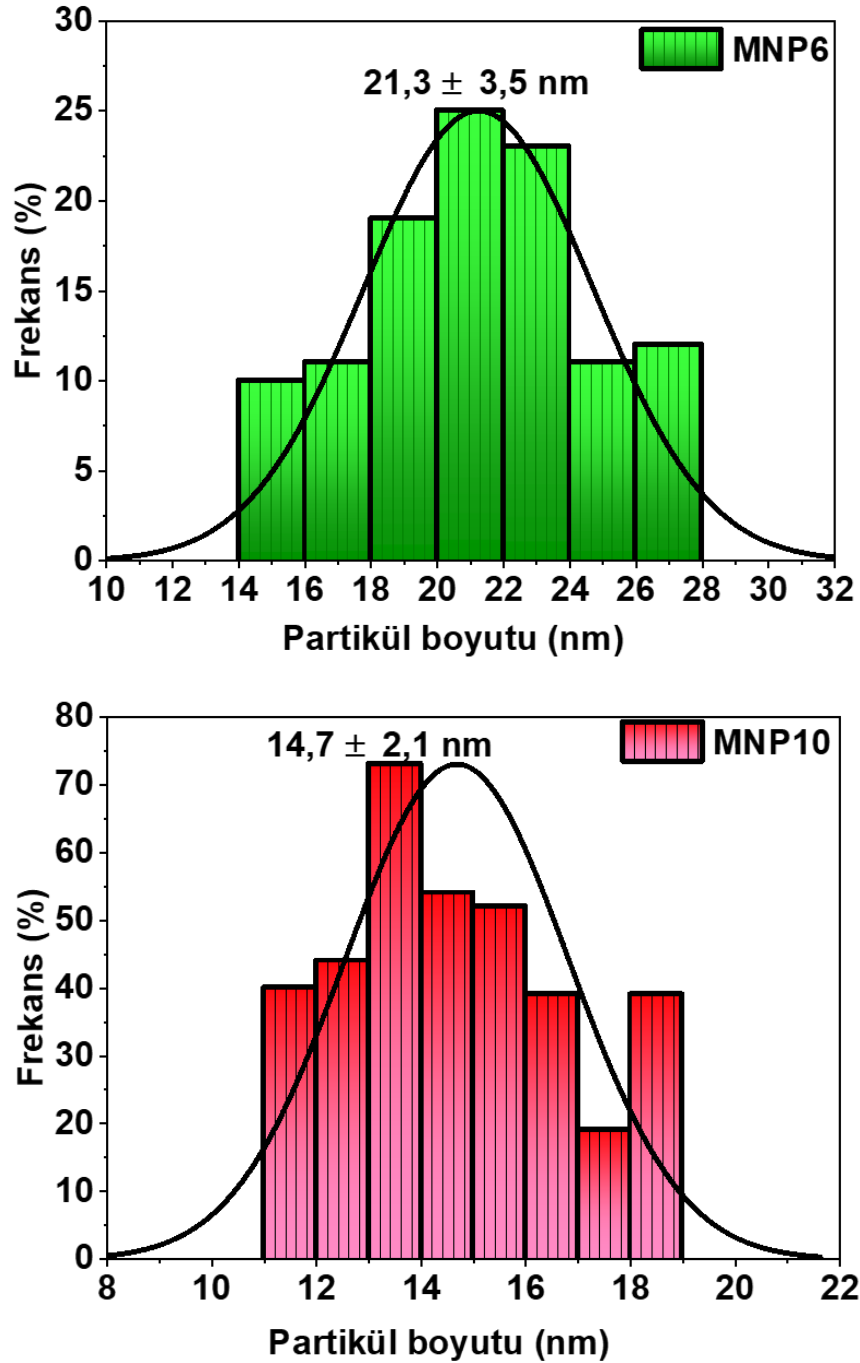


Şekil 4.60: MNP10'un 100 nm ölçeğindeki SEM analizi



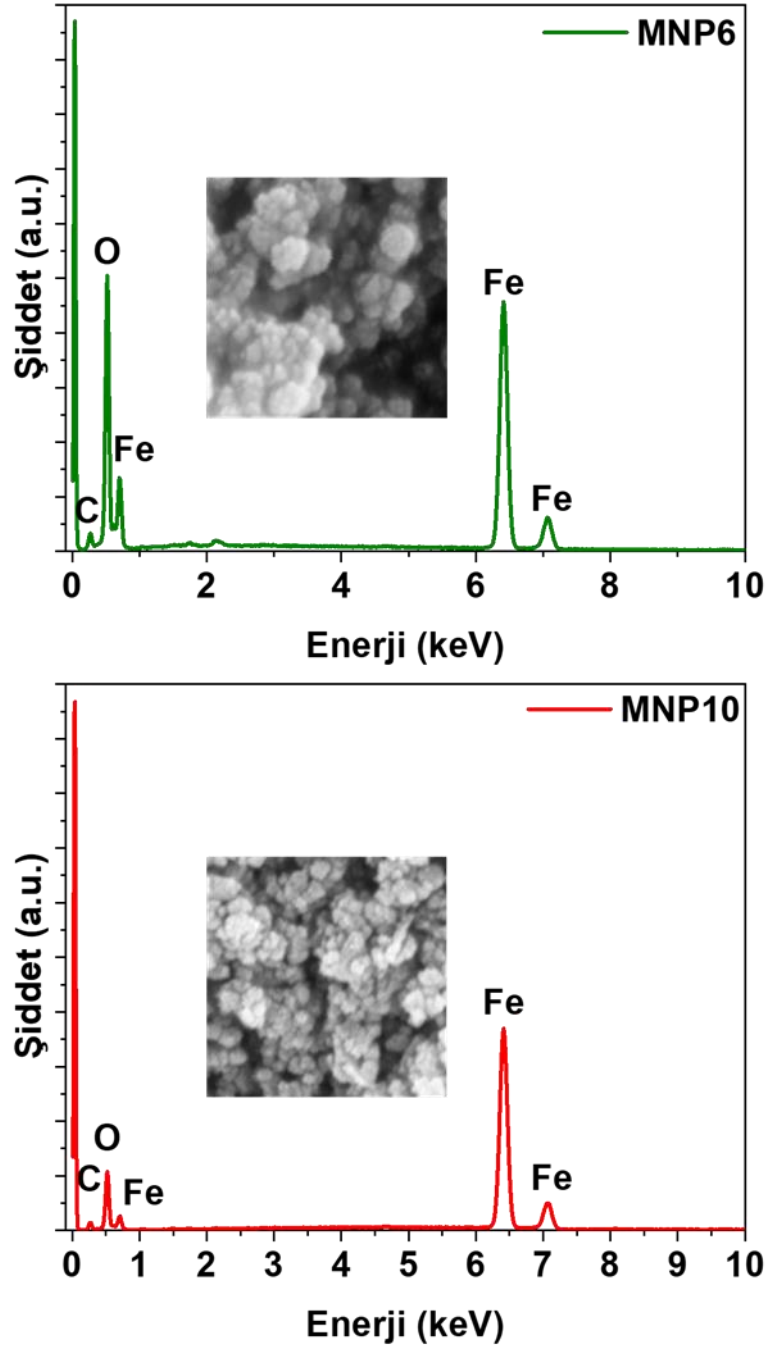
Şekil 4.61: MNP6 ve MNP10 nanopartiküllerinin yüksekten düşüğe doğru ölçeklendirilmiş SEM analizi görüntüleri

Şekil 4.62’de verilen partikül boyutu dağılımı incelendiğinde MNP6’nın ortalama çapı $21,3 \pm 3,5$ nm iken MNP10’un partikül çapı ortalaması $14,7 \pm 2,1$ nm’dir. Partikül çapının küçülmesi Fe^{3+} tuzu olarak kullanılan başlangıç maddesi farkından



Şekil 4.62: MNP6 ve MNP10 nanopartiküllerinin partikül boyutu dağılımı analizi

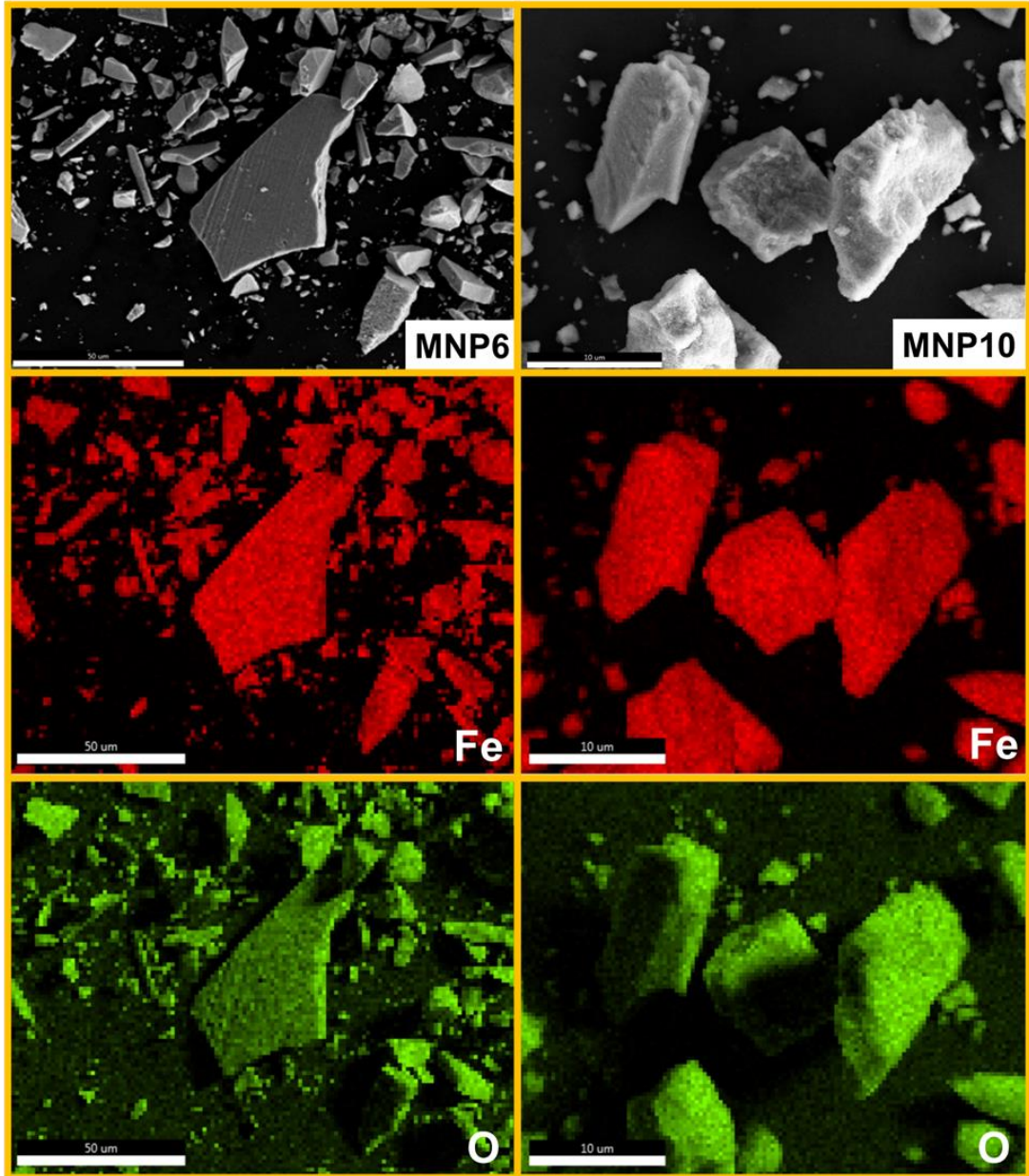
kaynaklanmaktadır.



Şekil 4.63: MNP 6 ve MNP10'un EDX analizi

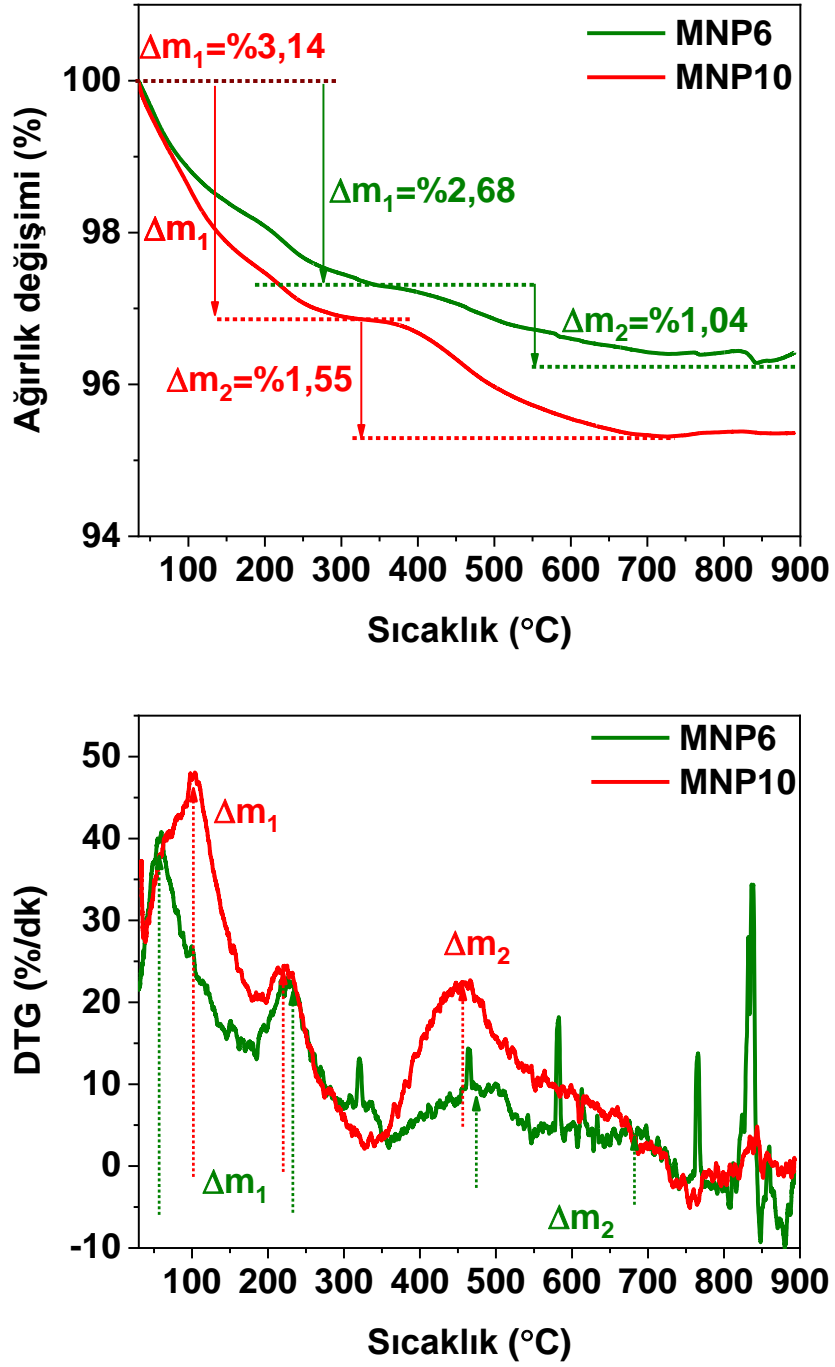
Partikül çapının küçük olmasından dolayı XRD'deki piklerin genişliğinin ve şiddetindeki düşüklüğü kısmen Şekil 4.62'deki MNP6 ve MNP10'un partikül boyutu dağılımları desteklemektedir. Bununla birlikte VSM'si sonucu manyetik alan etkisi

altında manyetik momentin \AA ap küçüldükçe artmasını da partikül boyutu analizi desteklemektedir. Şekil 4.64'te gösterilen atomik haritalama da XPS ve EDX analizlerini desteklemekte, oksijen ve demir yapılarının varlığını belirtmektedir. EDX analizi Şekil 4.63'te incelendiğinde demirin bağlanma enerjilerine karşılık gelen yaklaşık 0,71, 6,41 ve 7,08 keV'da 3 tepe gözlemlenmiştir, benzer sonuçlar yapılan çalışmalarda da tespit edilmiştir (Basavegowda vd., 2014).



Şekil 4.64: MNP6 ve MNP10'un atomik haritalaması

Atomik haritalamada ilk olarak şablon niteliğinde SEM görüntüsü verilmiştir. Bu şablon görüntüsü ile beraber atomların yoğunluğuna göre renklendirilmesi halinde yüzeydeki varlıkları ile şablondaki partikül görüntüsünü desteklemektedir. Partiküllerin sıcaklığa karşı davranış biçimi Şekil 4.65'te incelenmiştir.



Şekil 4.65: MNP 6 ve MNP10'un TG/DTA analizi

Ağırlık değişimi her iki nanopartikülde de 25°C'den itibaren çok küçük miktarlarda gerçekleşmektedir. MNP6'da birinci bozunma aşamasında kayıp miktarı %2,68 iken MNP10'da bu aşamadaki kayıp miktarı %3,14'tür. Birinci aşamadaki bu bozunma partikül yüzeyindeki absorbe olmuş su miktarına atfedilebilir. Buna paralel olarak MNP10'un partikül boyutunun MNP6'dan küçük olmasından ötürü yüzey alanındaki artış sebebi ile birinci aşamada kısmen daha fazla kayıp gerçekleşmiştir. İkinci aşamada ise karbonizasyon gerçekleşmiş, MNP6'da %1,04 kayıp gerçekleşirken MNP10'da %1,31 ağırlık kaybı gerçekleşmiştir. MNP6'da total ağırlık kaybı %3,72 iken MNP10'da %4,68'i kayıp olmuş ve bu kayıp miktarı yüzeye adsorbe olan sudan kaynaklı olabilir. MNP10 için boyutun küçük olması yüzeyde daha fazla adsorpsiyon sağladığından bu da TGA analizinden öngörülebilir.

4.2. Fe₃O₄ Nanopartikül İlaveli Nanofiberlerin Karakterizasyonu

4.2.1. Kullanılan Partikül Konsantrasyonunun Etkisi

Kullanılan partikül konsantrasyonu oranı %1'lik artışlar ile %0-%5 w/w Fe₃O₄ ilavesi ile Tablo 3.3'teki oranlar ile polimer çözeltisi hazırlanarak elektrospın tekniği ile nanofiber eldesi gerçekleştirildi. Partikül konsantrasyonundaki artışa bağlı olarak üretilen nanofiberlerin görüntüleri Şekil 4.66 ve Şekil 4.67'de verilmiştir. Fe₃O₄ ilavesi ile konsantrasyon arttıkça renk değişimi gözle görülür bir şekilde meydana gelmiştir.

Gözle görülür bir şekilde renk değişiminin yapılan FT-IR analizi ve seçilen aralıklardaki büyütülmüş pikler Şekil 4.68'de verilmektedir. Sonuçlar incelendiğinde geniş spektrumda hem MNP'lerden hem de selüloz asetatın yapısında bulunan hidroksil gruplarından ötürü piklerin oluştuğu tespit edilmiştir. 3450 cm⁻¹ ve 1650 cm⁻¹'lerde -OH gerilimi gözlemlenmiştir. Bununla birlikte selüloz asetat nanofiberlerinin yapısında bulunan C=O gerilimi, C-CH₃ gerilimi ve C-O gerilimi sırasıyla 1735 cm⁻¹, 1220 cm⁻¹ ve 1033 cm⁻¹'deki pikler ile gösterilmiştir. Selüloz asetat polimer çözeltisine ilave edilen manyetit ile birlikte eğrilen nanofiberlerde Fe-O gerilimini belirten dalga sayılarının gözlemlendiği 624 cm⁻¹, 594 cm⁻¹ ve 553 cm⁻¹ bantlarında, 624 cm⁻¹, 601 cm⁻¹ ve 550 cm⁻¹'de olacak şekilde kaymalar Şekil 4.68 b ve d'de gözlemlenmiştir. Şekil 4.68 e, f ve g'de Fe-O gerilimini belirten dalga sayılarındaki geçirgenlik MNP konsantrasyonuna göre sunulmuştur.



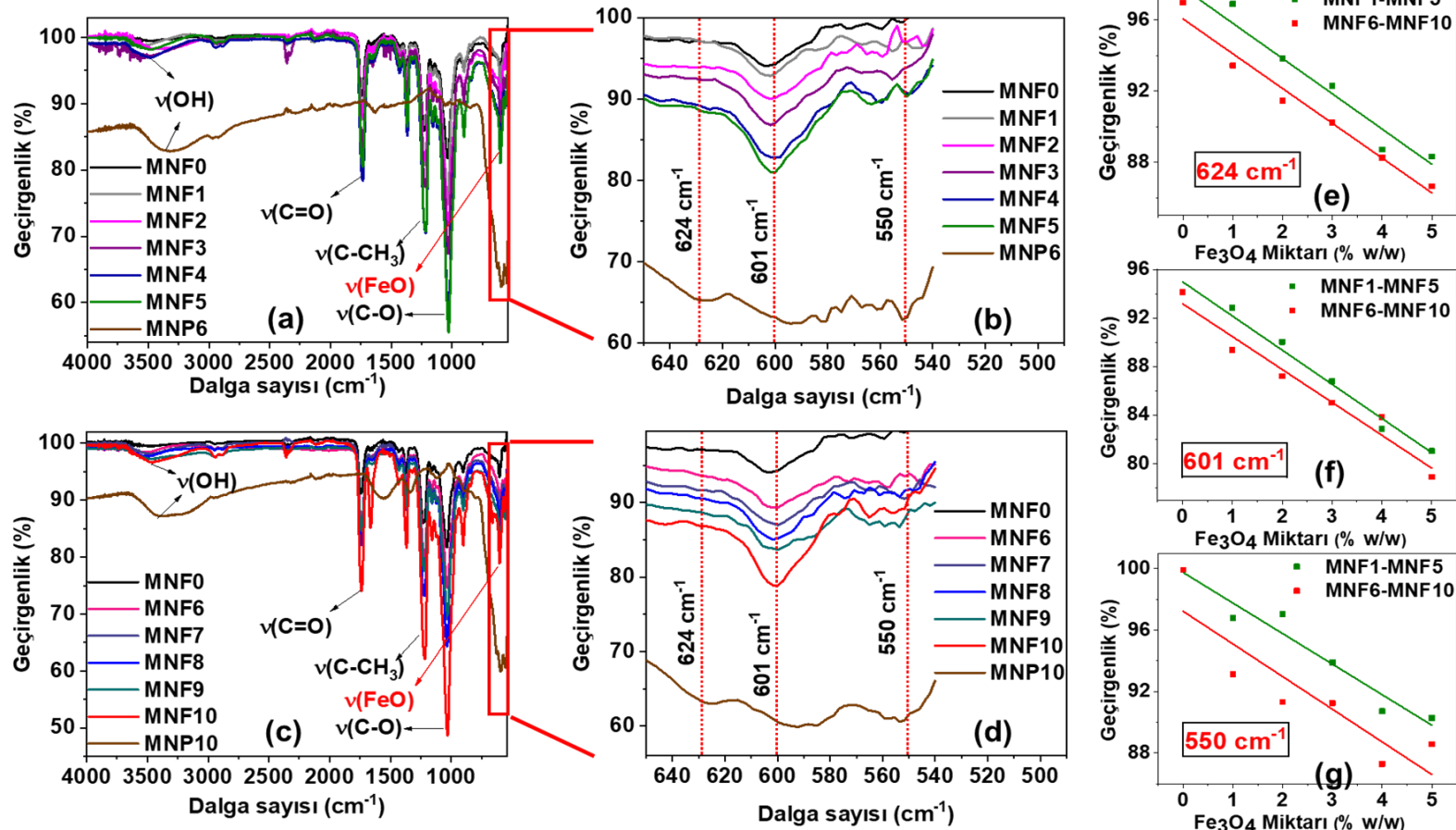
Şekil 4.66: Selüloz asetat nanofiberlerine MNP6'nın artan konsantrasyonlardaki ilavesine göre fiberlerin gün ışığı görünümü

Konsantrasyon parametresine göre %0, %3 ve %5 w/w'lik MNP ilaveli nanofiberlerin termogravimetrik analizleri incelenmiştir. MNF0 yani selüloz asetat nanofiberi için termal analiz incelendiğinde temelde iki aşama termal bozunma gerçekleşmektedir. Şekil 4.69'daki TG/DTA analizi incelendiğinde ilk aşamadaki maksimum bozunma

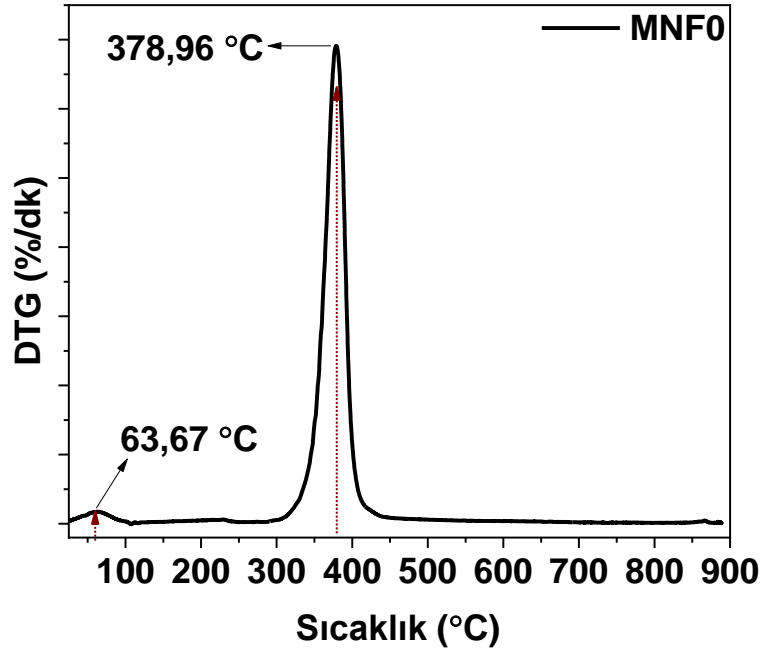
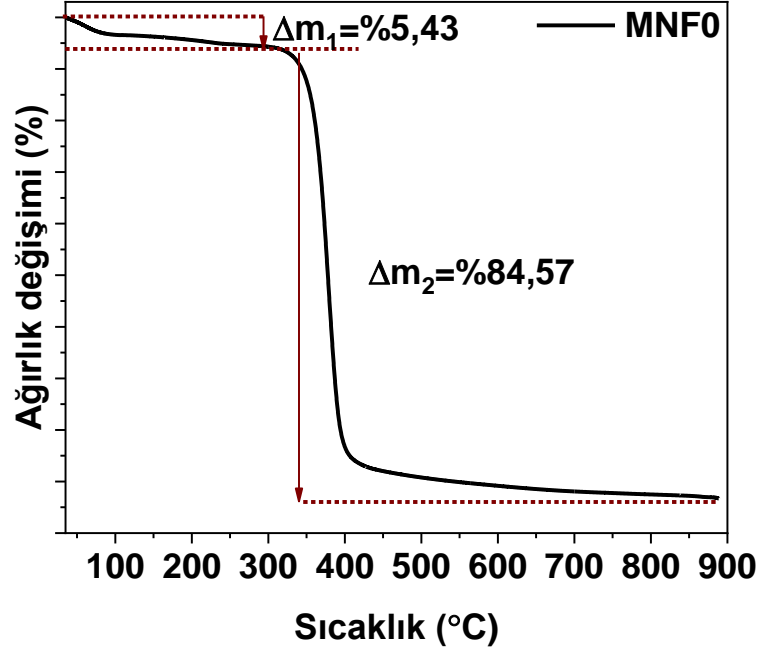
63,67°C'de gerçekleşirken ağırlık kaybı %5,43'tür. Temel bozunmanın yaşandığı ikinci aşamada ise maksimum kayıp 378,96 °C'de gerçekleşmiştir ve ağırlık kaybı %84,57'dir. MNF3 için TG/DTA analizi grafiği Şekil 4.70'te verilmiştir.



Şekil 4.67: Selüloz asetat nanofiberlerine MNP10'un artan konsantrasyonlardaki ilavesine göre fiberlerin gün ışığı görünümü



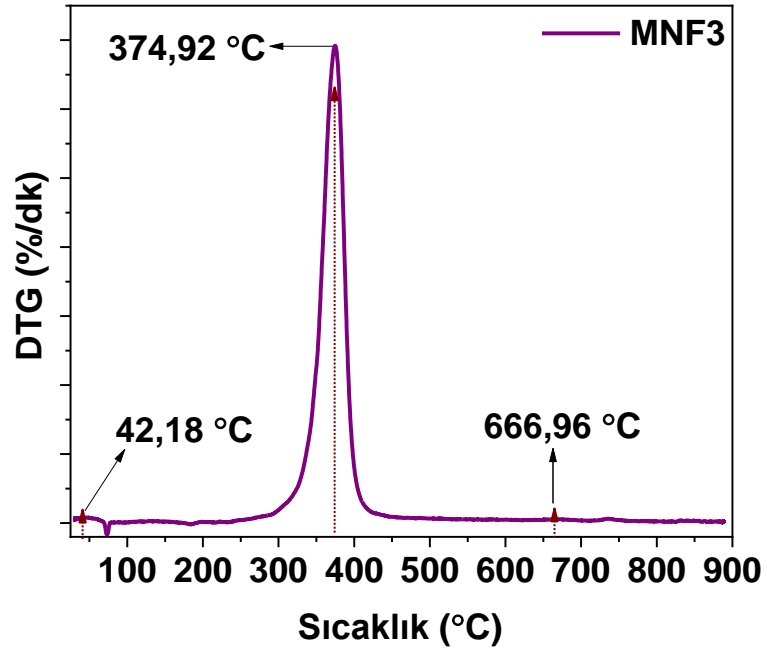
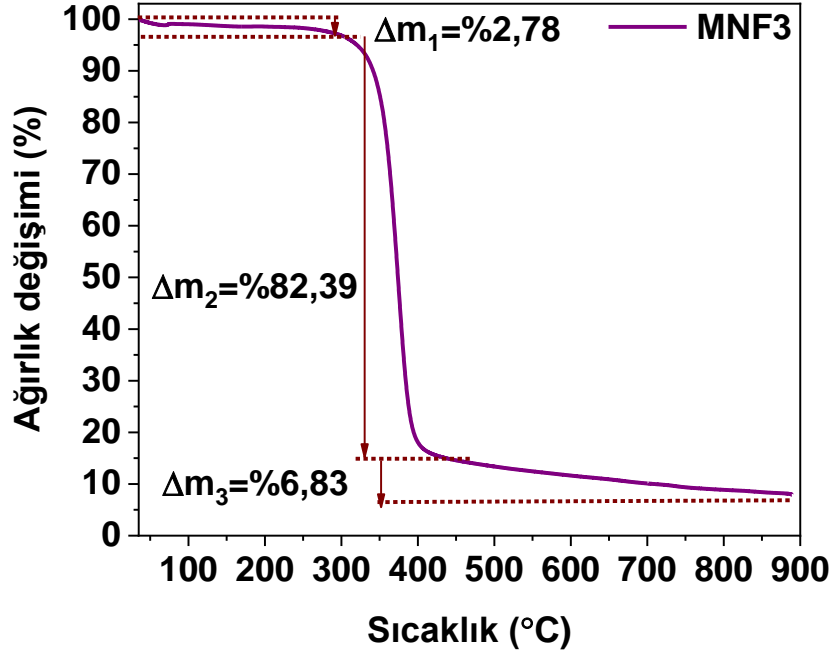
Şekil 4.68: (a ve c) manyetik nanofiberlerin geniş spektrumlu FT-IR analizi, (b ve d) Fe-O gerilimlerinin olduğu dalga sayısı aralığındaki yüksek çözünürlüklü FT-IR spektrumu, (e, f ve g) Fe-O gerilimlerinin olduğu dalga sayısındaki geçirgenliğin konsantrasyona bağlı değişimi



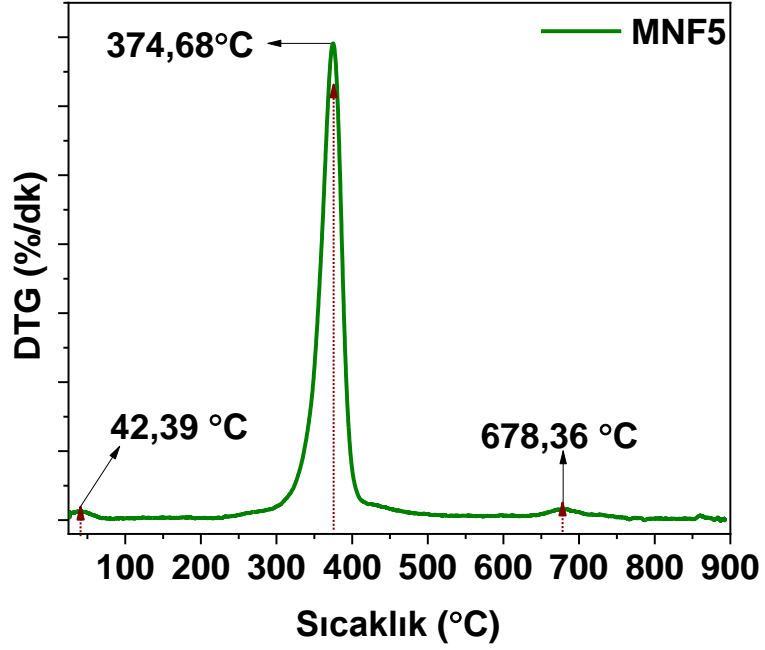
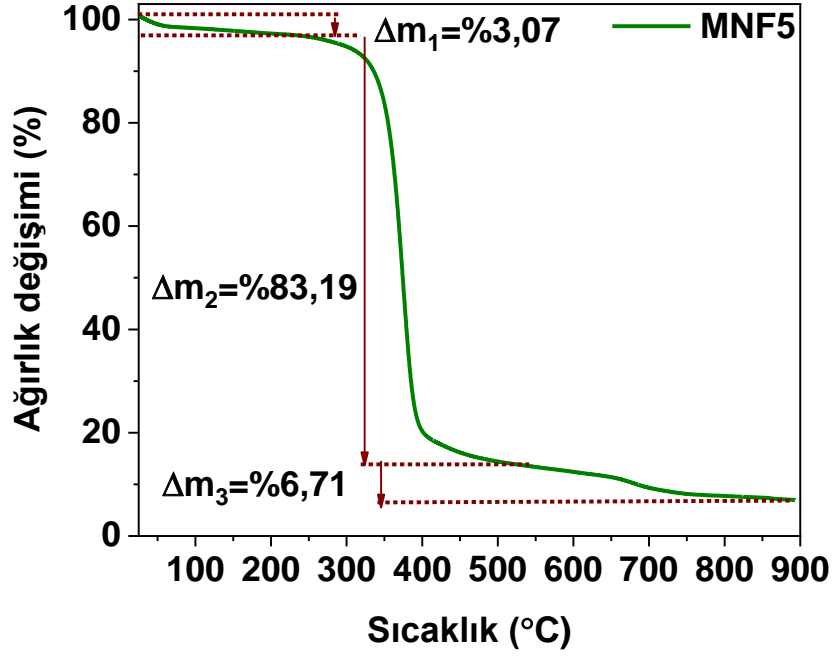
Şekil 4.69: MNF0'ın termal gravimetrik analizi ve bozunma basamakları

Bu grafik incelendiğinde termal bozunmanın kısmen üç aşamada gerçekleştiği gözlemlenmiştir. İlk kaybın gerçekleştiği aşamada ağırlık kaybı %2,78'dir ve birinci aşamada maksimum bozunma 42,18°C'de gerçekleşmiştir, ikinci aşama temel bozunmanın gerçekleştiği aşaması olup maksimum bozunma 374,92°C'de %82,39

ağırlık kaybı gerçekleşmiştir. Üçüncü aşama için DTA analizinde düşük şiddetli bir bozunma 666,96°C'de gözlemlenmiş olup kayıp miktarı %6,83'tür.

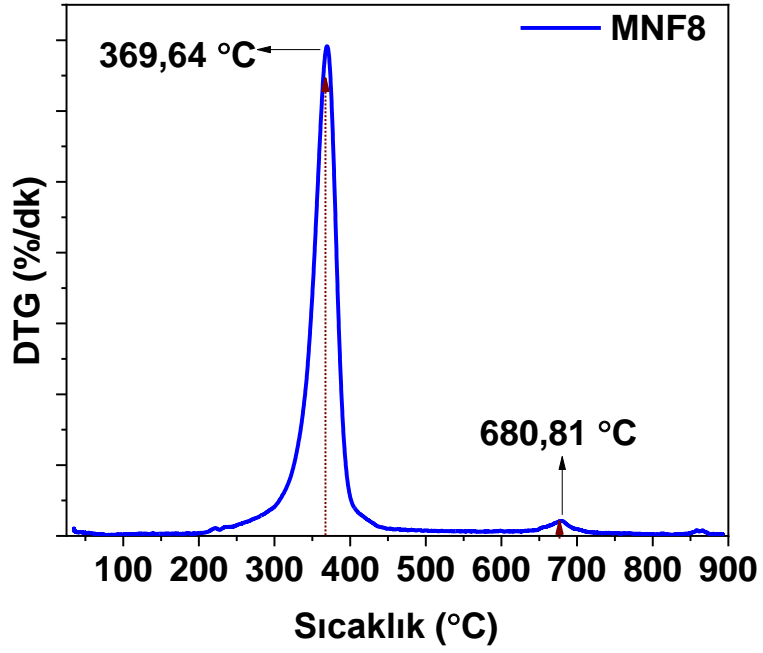
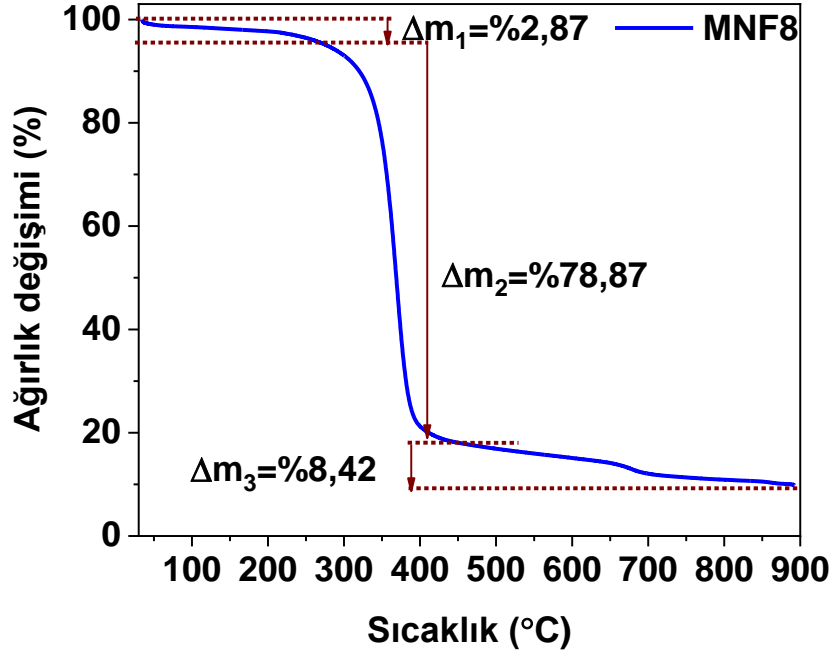


Şekil 4.70: MNF3'ün termal gravimetrik analizi ve bozunma basamakları



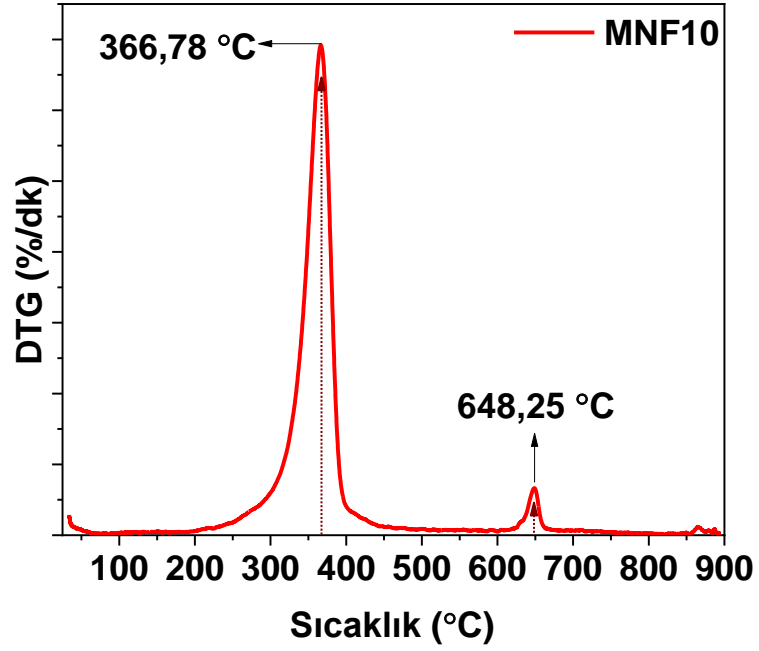
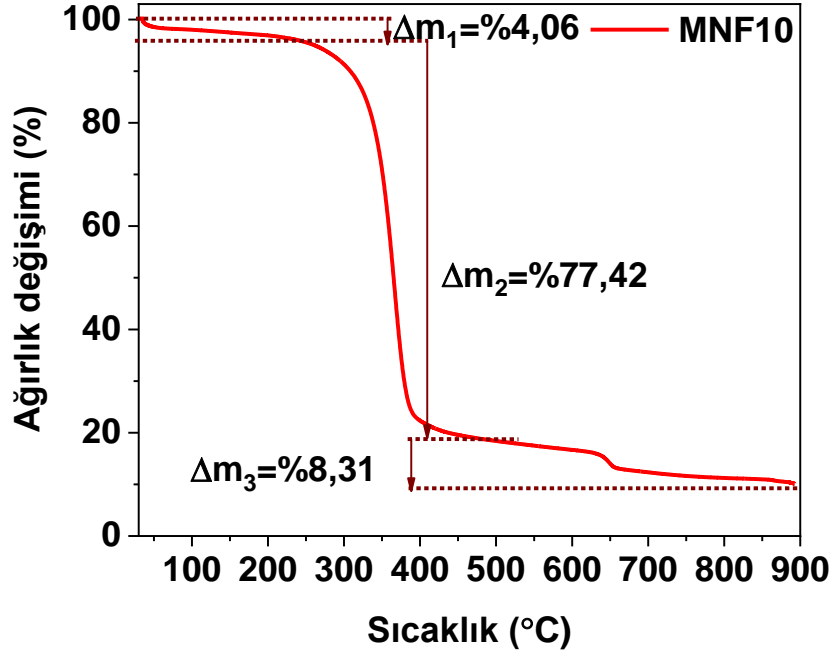
Şekil 4.71: MNF5'in termal gravimetrik analizi ve bozunma basamakları

MNF5'in TG/DTA analizi Şekil 4.71'de incelendiğinde kaybın üç aşamalı gerçekleştiği gözlemlenmektedir, bu aşamalarda sırasıyla %3,07, %83,19 ve %6,71 ağırlık kaybı gerçekleşmektedir. Bu aşamalarda maksimum gerçekleştiği sıcaklık değerleri sırasıyla 42,39°C, 374,68°C ve 678,36°C'dir.



Şekil 4.72: MNF8'in termal gravimetrik analizi ve bozunma basamakları

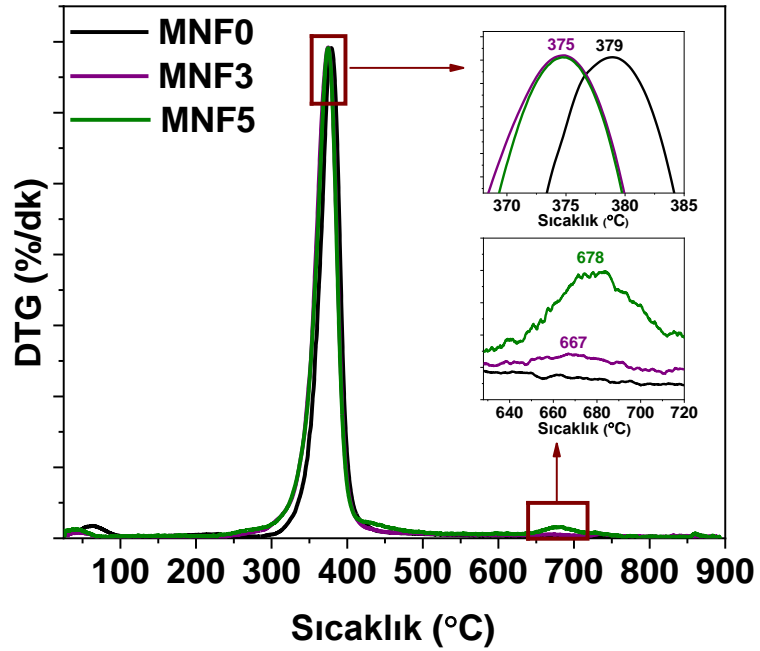
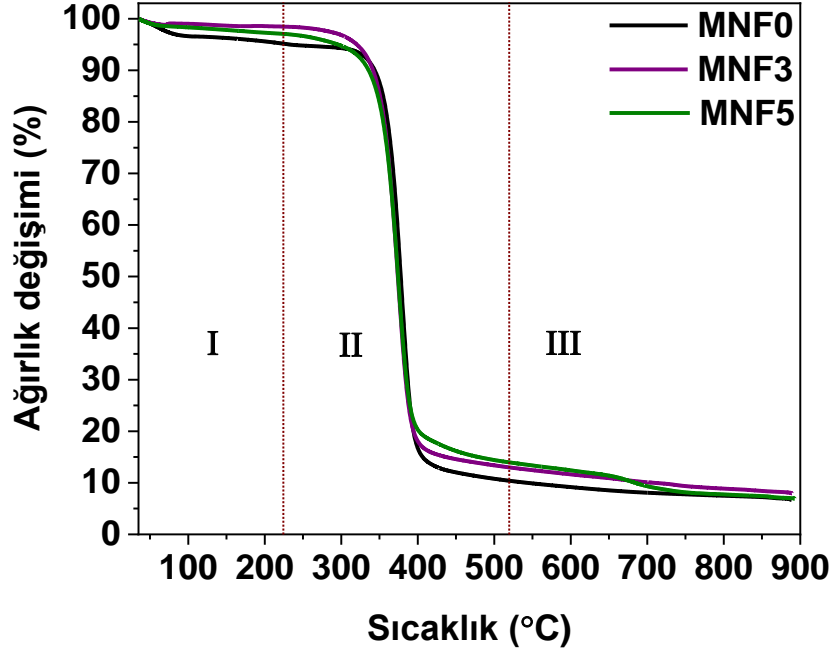
MNF8 için TG/DTA analizi Şekil 4.72'de incelendiğinde kaybın üç aşamalı gerçekleştiği gözlemlenmekte, bu aşamalarda sırasıyla %2,87, %78,87 ve %8,42 ağırlık kaybı gerçekleşmektedir. Bu aşamalarda maksimum kayıpların yaşandığı sıcaklık değerleri sırasıyla 44,97°C, 369,64°C ve 680,71°C'dir.



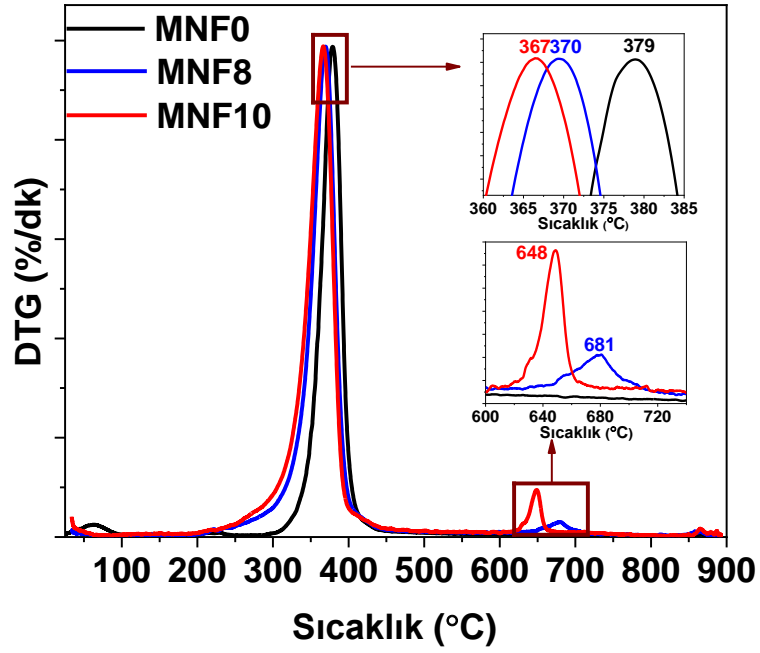
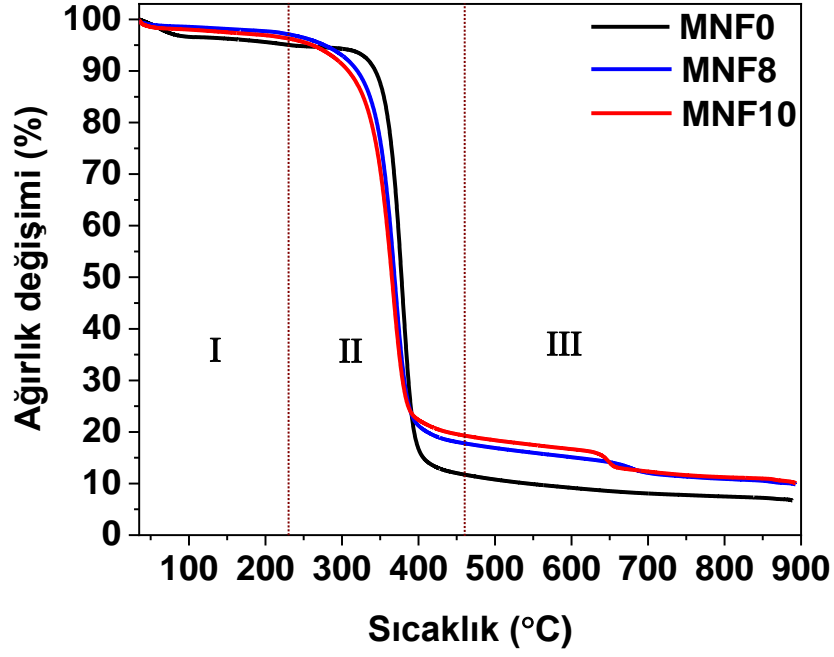
Şekil 4.73: MNF10'un termal gravimetrik analizi ve bozunma basamakları

MNF10'un TG/DTA analizi Şekil 4.73'te incelendiğinde kaybın üç aşamalı gerçekleştiği gözlemlenmektedir. Bu üç aşamada gerçekleşen ağırlık kayıpları sırasıyla %4,06, %77,42 ve %8,31'dir. Bu aşamalarda maksimum kayıpların yaşandığı

sıcaklık değerleri ise DTA analizi grafiğinde verildiği üzere sırasıyla 39,66°C, 366,78°C ve 648,25°C'dir.



Şekil 4.74: Nanofiberlerin konsantrasyona bağlı olarak %0, %3 ve %5 MNP6 ilavesi ile termogravimetrik analizleri



Şekil 4.75: Nanofiberlerin konsantrasyona bağlı olarak %0, %3 ve %5 MNP10 ilavesi ile termogravimetrik analizleri

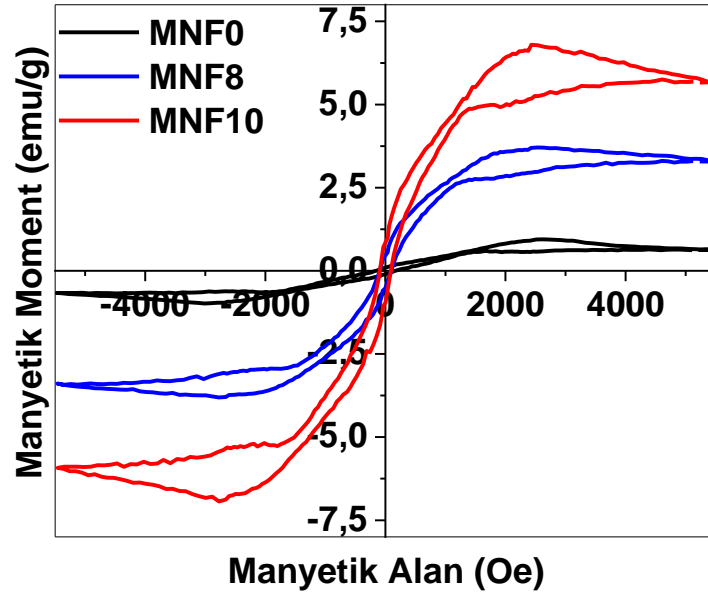
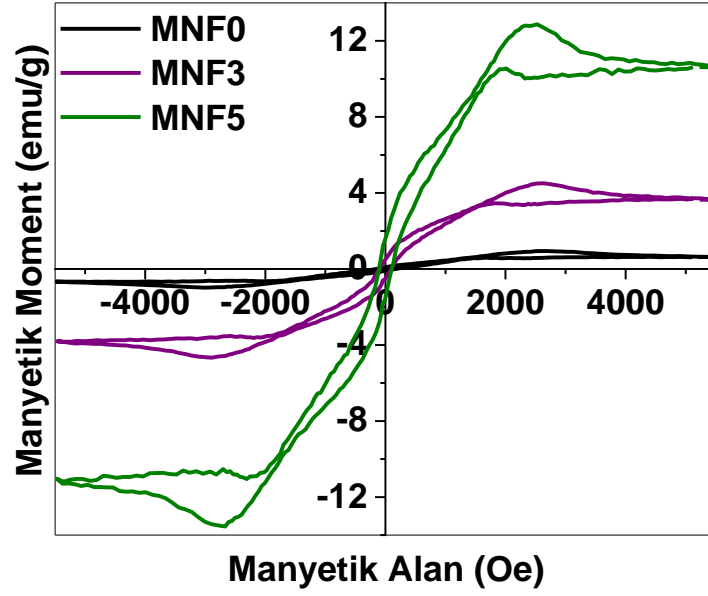
Şekil 4.74 ve Şekil 4.75'te TG/ DTA analizlerinin karşılaştırılması mevcuttur. Ağırlık kaybı temelde üç aşamada gerçekleşir. Bu kayıpların ilk kısmı temel olarak su ve adsorbe olan solvent yapılarından, ikinci kısım organik parçalanma ürünlerinden ve

son kısım ise yüksek sıcaklıkta henüz karbonlaşmamış ilave kondenzasyonlar nedeniyle gerçekleşir.

TG/DTA analizleri eklenen manyetik nanopartikül konsantrasyonuna göre karşılaştırıldığında manyetit nanopartikül ilavesinin saf selüloz asetat nanofiberine kıyasla termogravimetrik olarak üç aşamada bozunma gerçekleştirdiği gözlemlenmektedir. Bu üçüncü aşamanın nanopartikül ilavesinden ötürü gerçekleştiği ve nanopartikül konsantrasyonuna göre DTA analizindeki üçüncü aşamadaki bozunma pikinin şiddetinde değişim olduğu ifade edilebilir. Kalan miktarı incelendiğinde MNF0'da kalan miktarı %6,72 iken MNF3'te %7,95, MNF5'te %7,03, MNF8'de %9,74 ve MNF10'da %10,21'dir. Sonuç olarak manyetit ilavesi ile ciddi bir kayıp miktarı farkının olmadığı ancak partikül ilavesinden ötürü kalan miktarında düşük bir artış olduğu gözlemlenmiştir.

Buna karşın DTA analizleri incelendiğinde maksimum bozunmanın gerçekleştiği sıcaklıklarda değişimler gerçekleşmiştir. Bu değişim partikül ilavesi ile daha düşük bir sıcaklıkta maksimum kaybın yaşanması ile ifade edilebilir. MNP8 ve MNP10'da oransal bir düşüş olurken MNP3 ve MNP5 aynı sıcaklıkta maksimum bozunmayı gerçekleştirmiştir. Bu küçük değişiklikler metal oksit ilavesinin bir sonucudur. DTA analizleri incelendiğinde manyetit ilaveli nanofiberlerde bozunmanın 3 aşamada gerçekleşebileceğini düşündüren ve 685 °C ile 645 °C arasında bozunma gösteren piklerin oluştuğu gözlemlendi. Bu pikler saf selüloz asetat nanofiberlerinde mevcut değildir. Doğal olarak metal oksit manyetitin yapısındaki değişimler olarak kaydedilebilir. Yani muhtemelen nanopartiküllerdeki ikincil kondenzasyondan kaynaklı değişimlerdir.

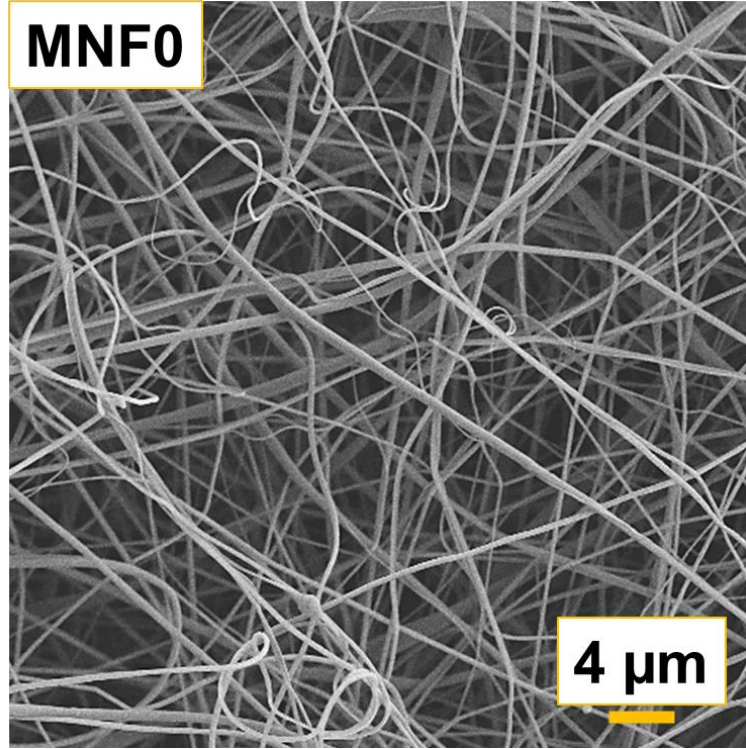
Nanopartikül dekorasyonlu selüloz asetat fiberlerinin analizindeki farklılaşmalar ile birlikte mıknatıslanma özelliğinde de değişim meydana gelmiştir. Bu değişim Şekil 4.76'da VSM analizi ile incelenmiştir. MNF0 yani kontrol nanofiber yalıtkan bir özellik göstermiş olup üretilen fiberlere MNP6 ve MNP10'un ilavesi ile stabil bir manyetikleşme göstermeye başlamıştır. Fiziksel açıdan mıknatısla çekilebilir olduğu gözlemlenmiştir.



Şekil 4.76: MNP6 ve MNP10 nanopartiküllerinin nanofiberlere farklı konsantrasyonlardaki ilavesinin histerezis döngülerine etkisi

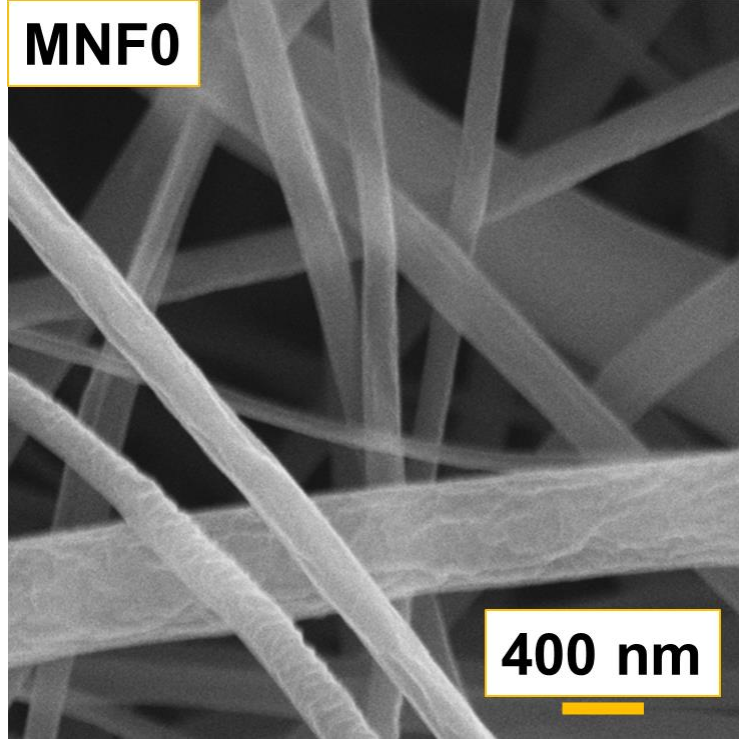
MNP6'nın %3 w/w ilavesi ile maksimum manyetik moment değeri 4,5 emu/g iken %5 w/w ilavesi sonucu 12,9 emu/g olduğu gözlemlenmiştir. Buna paralel olarak MNP10'un %3 w/w ilavesi ile maksimum manyetik moment değeri 3,7 emu/g iken %5 w/w ilavesi sonucu 6,8 emu/g olduğu belirlenmiştir. Konsantrasyon arttıkça manyetik alan etkisinde manyetik momentte artış meydana gelmiştir. Manyetit nanopartikülü içermeyen MNF0 nanofiberlerinin karakterizasyonu kontrol

grubu olması açısından önem teşkil etmektedir. Şekil 4.77'deki 4 µm ölçekteki görünümü incelendiğinde boncuksuz ve pürüzsüz nanofiber oluşumu genel bir bakışla ifade edilebilir.



Şekil 4.77: MNF0' ın 4 µm ölçekteki SEM analizi

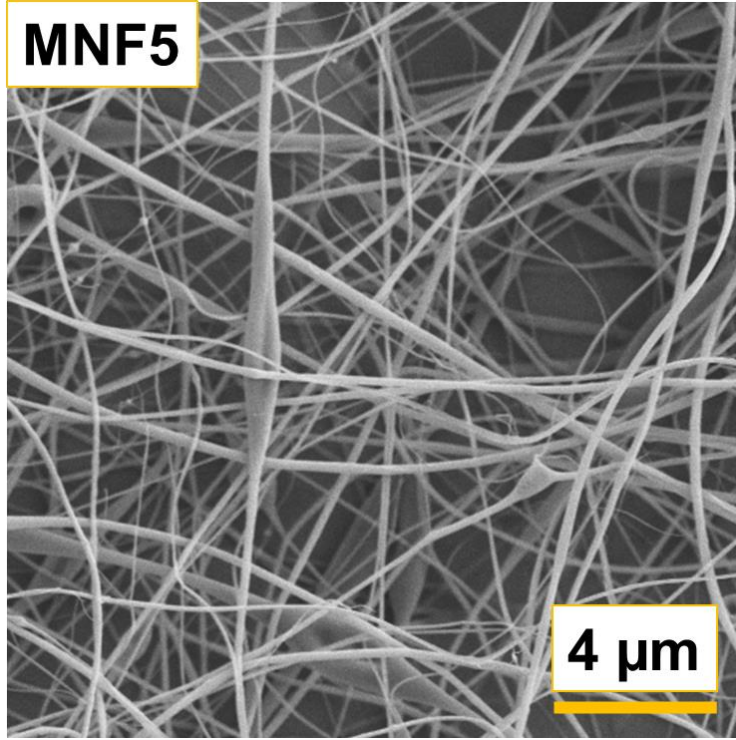
Bununla birlikte daha yakın bir görünüm olan Şekil 4.78 incelendiğinde 500 nm ölçekteki görüntüde nanofiberlerin yüzeyinin pürüzlülüğü ve az bir miktar da olsa gözeneklerin oluştuğu ifade edilebilir. Literatür araştırmalarında bahsedildiği üzere sıcaklık ve ortamın nemi fiberlerin yapısını etkilemektedir. Bu çalışmanın yapıldığı ortamın nem seviyesinin yüksek olması, yüzey özelliklerindeki bu spesifikasyonu destekler nitelikte olup yüzey pürüzlülüğünün temel nedeni olarak ifade edilebilir. Farklı başlangıç maddeleri ile hazırlanan manyetit nanopartiküllerinin %5 w/w ilavesi ile nanokompozit nanofiberlerin değişimi bu bölümde incelenmiştir. Elde edilen fiberlerin magnetik etkinliği göz önüne alınarak ilave analizler gerçekleştirilmiştir. Bütün nanopartikül içerikli fiberlerin tablosu tekraren Tablo 4.5'te gösterilmektedir.



Şekil 4.78: MNF0' ın 400 nm ölçekteki SEM analizi

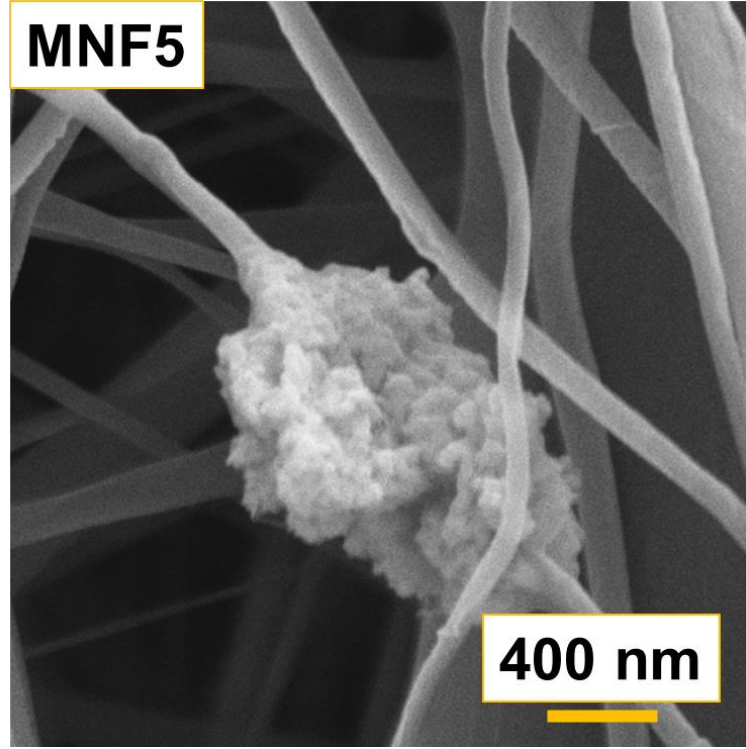
Tablo 4.5: Üretilen nanofiberler ve değişen parametreler

Nanofiber	Nanopartikül	Konsantrasyon (w/w)
MNF0	-	-
MNF1	MNP6	1%
MNF2	MNP6	2%
MNF3	MNP6	3%
MNF4	MNP6	4%
MNF5	MNP6	5%
MNF6	MNP10	1%
MNF7	MNP10	2%
MNF8	MNP10	3%
MNF9	MNP10	4%
MNF10	MNP10	5%



Şekil 4.79: MNF5'in 4 μm ölçekteki SEM analizi

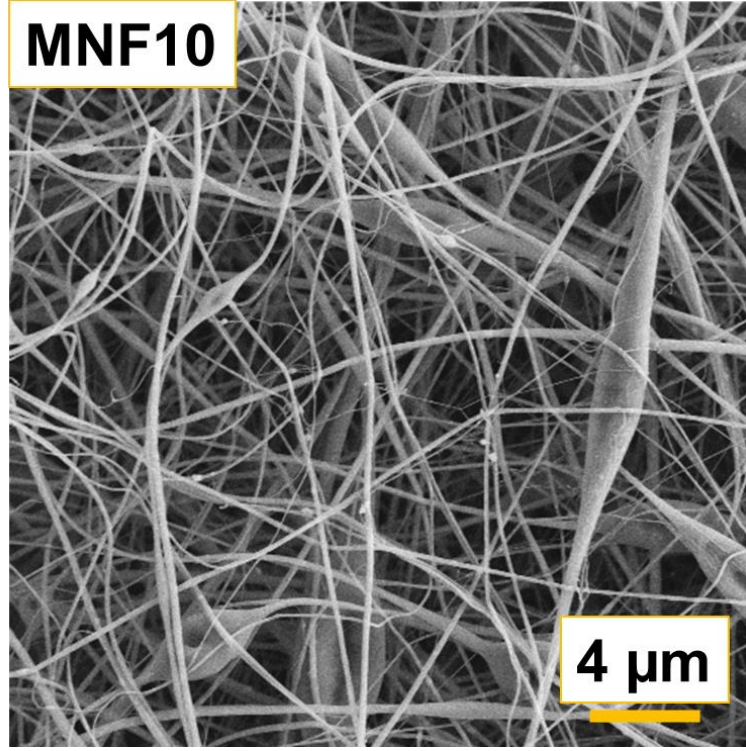
Şekil 4.79'da MNF5'in 400 nm ölçeğindeki SEM görüntüsü sunulmuştur. MNF5 fiberlerinin 4 μm ölçekteki görüntüsü incelendiğinde aynı koşullarda üretilmesine karşın nanopartikül ilave edilmeyen MNF0'a kıyasla fiber çaplarındaki azalma dikkat çekmektedir. Fiber çaplarının analizi Şekil 4.84'te verilmiştir. Nanopartiküllerin aglomerasyonu dolayısı ile yerel bazı noktalarda boncuk oluşumu kısmen gözlenebilir. Temel olarak bu durum manyetit nanopartiküllerinin ilavesi ile yüzey gerilimi, iletkenlik özellikleri ve voltaj parametrelerinin polimerdeki özelliklerini değiştirmesinden kaynaklanabilir. 4 μm ölçekteki görüntüde partiküller ilk bakışta görülmemekte olup görüntüde yakınlaştırma arttırıldıkça partiküllerin nanofiberlerin arasında olduğu hatta nanofiberlerin rastgele dağılımından ötürü partiküllerin üzerinde de olduğu söylenebilir. Özellikle küçük gruplar halinde fiberlerin üzerine kovalent etkileşimlerle tutunmuşlardır. Şekil 4.80'de MNF5'in 400 nm ölçeğindeki SEM görüntüsü, partikülün nanofiber içerisindeki varlığını net bir şekilde ifade etmektedir. Partiküllerin üretim metodundan ötürü aglomere olmuş halde bulunduğu manyetit nanopartiküllerinin karakterizasyon çalışmaları sonucunda belirtilmişti. Aglomere haldeki bu yapı, nanofiber kompozit yapısında MNF5'teki gibi polimer çözeltilisi ile birleşerek fiber yapısına bağlı olarak spinlenmiştir.



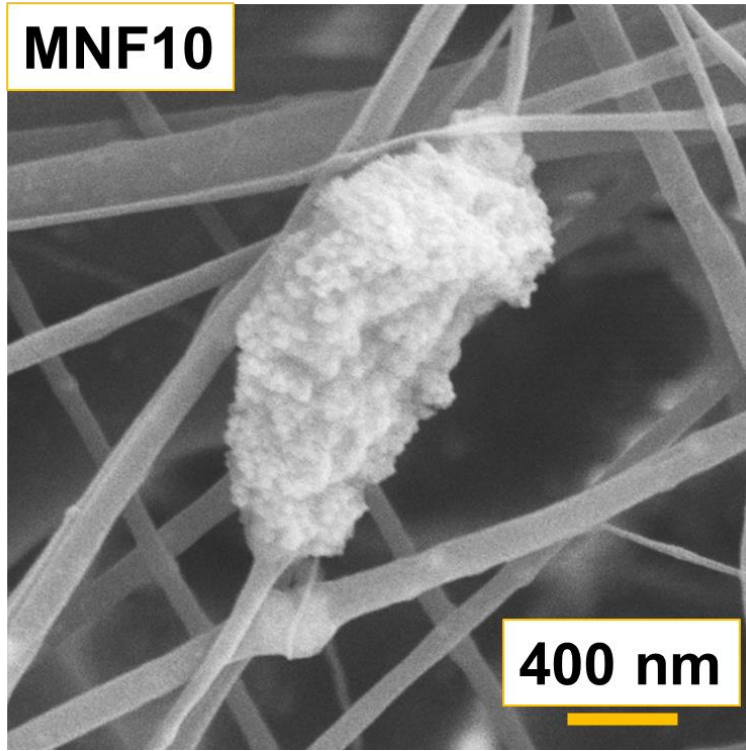
Şekil 4.80: MNF5'in 400 nm ölçekteki SEM analizi

Nanopartikülün bağlı olduğu fiberde uçlardaki boğumların oluşumu elektrostatik dengeden ötürü oluşmuş olabilir. MNF5 nanokompozit yapısı için nanofiberlerde boncuk oluşumunu önlemek için uygulanan voltaj ve konsantrasyon parametrelerinde çalışmalar yapılarak homojen bir nanofiber yapısı elde edilmiştir.

Bununla birlikte MNP10'un MNF10'daki dağılımının fiber ağlarının arasında, çeşitli şekillerde gömülü olarak mevcudiyeti Şekil 4.81'de belirlenmişken yüzeyde de az miktarda var olduğu da gözlemlenmiştir. Şekil 4.82'de MNF10'un 400 nm ölçeğindeki SEM görüntüsü sunulmuştur. Bu analiz görüntüsü partikülün aglomere yapısının nanofiber içerisindeki varlığını net bir şekilde ifade etmektedir. MNF10'daki aglomere haldeki bu nanokompozit yapı MNF5'teki gibi polimer çözeltisi ile birleşerek fiber yapısına bağlı olarak spinlenmiştir. Aglomere haldeki nanopartikülün bağlı olduğu fiberde uçlardaki boğumların oluşumu, MNF5'teki gibi elektrostatik dengeden ötürü oluşmuş olabilir. SEM analizi sonuçları göstermektedir ki; MNF0 yani kontrol grubu olan nanofiberleri DMF:Ac çözgeninde 2:3 v/v oranında ağırlıkça %13,5 w/w selüloz asetat ile hazırlandığında uygun voltaj, akış hızı ve mesafeden eğirilerek başarılı bir şekilde nanofiber üretimi gerçekleştirildi.

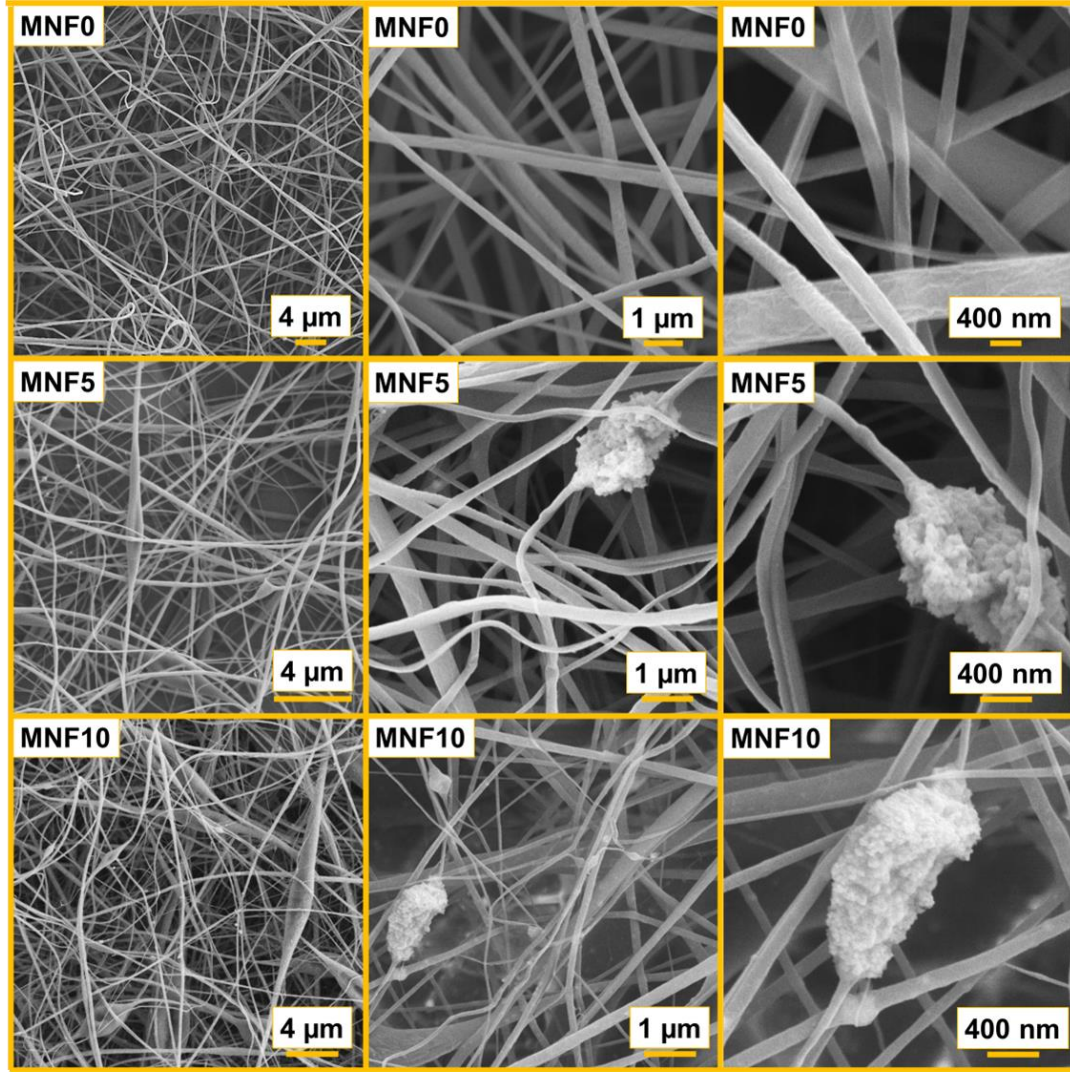


Şekil 4.81: MNF10'un 4 μm ölçekteki SEM analizi



Şekil 4.82: MNF10'un 400 nm ölçekteki SEM analizi

Manyetit nanopartiküllerinin ilavesi ile fiberlerin çaplarında farklılık ve nanopartikül gruplaşmaları gözlemlendi. Optimal fiber oluşumu için literatür taraması kısmında bahsedilen elektroçirime parametreleri gözden geçirilerek partikül ilavesi ile diğer parametrelerin uygunlaştırılması halinde MNF0'daki gibi standart ve homojen partikül katkılı nanokompozit nanofiberler sentezlenebilir.



Şekil 4.83: Nanofiberlerin SEM analizi

SEM analizi sonuçları verilmiş olan nanofiberlerin kıyaslanabilmesini açık bir şekilde gösterebilmek amacıyla Şekil 4.83'te yukarıdan aşağıya doğru MNF0, MNF5 ve MNF10'un SEM görüntüleri soldan sağa doğru yakınlaştırmının artırılması ile

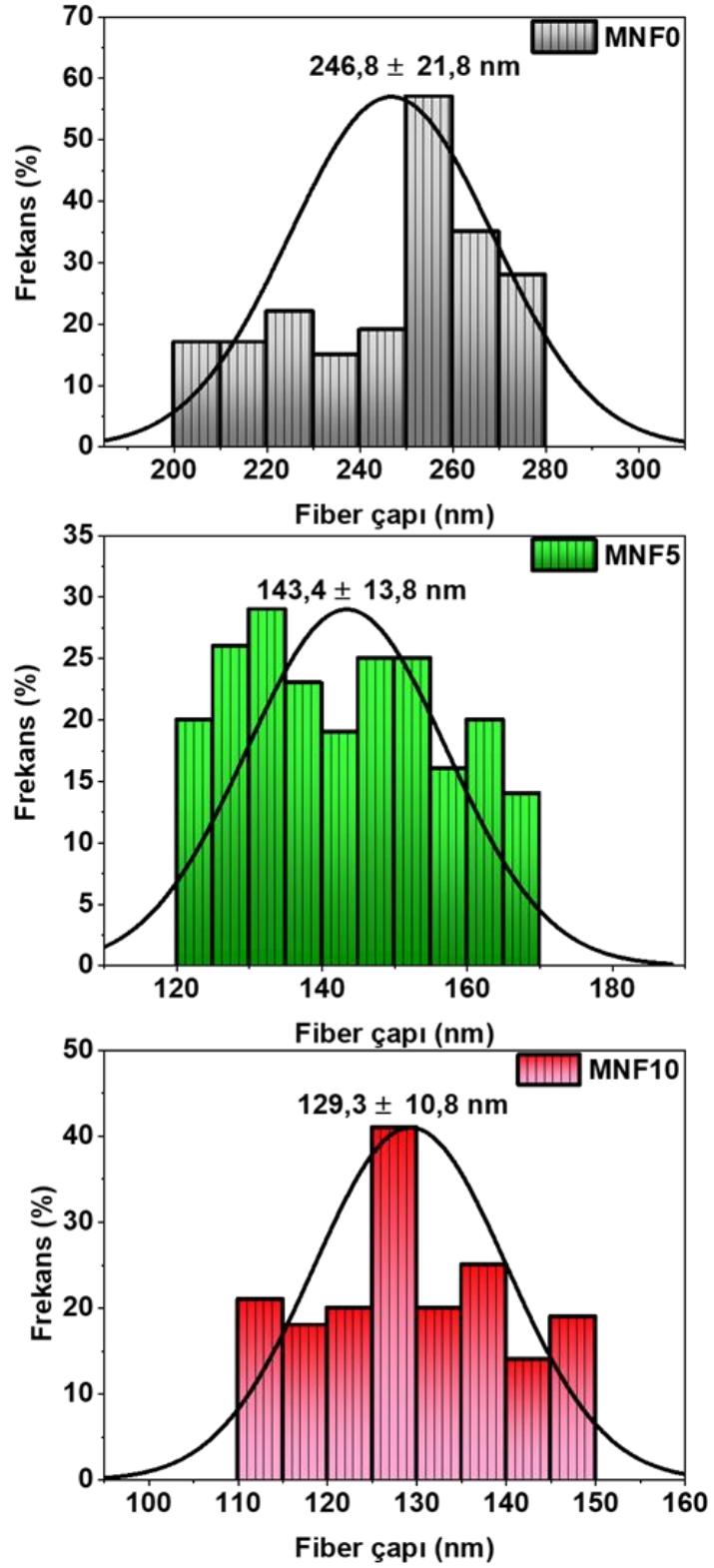
sunulmuştur. Bu görüntü ile yapılan kıyaslama açık bir şekilde gözlemlenebilmektedir. Bununla birlikte SEM görsellerinin Image J programı ile yaklaşık 750 fiber çapının incelenmesi sonucu istatistikî değerlendirilmesi Şekil 4.84'teki nanofiberlerin çap boyutu değerlendirilmesi ile sunulmuştur.

Partikül ilavesinin fiber geometrisinde değişime sebep olmasının yanı sıra fiberlerin çapında da azalmaya neden olduğu gözlemlenmiştir. Bunun temel nedeni partiküllerin elektroğirme esnasında oluşturduğu elektriksel yükün dengesiz dağılımı olabilir. Bu yorumun temel sebebi partikül ilavesiz MNF0'ın fiber çapının ortalamasının $246,8 \pm 21,8$ nm olmasının yanı sıra MNF0'a kıyasla MNP6 ilaveli MNF5'in ortalama çap boyutu dağılımının $143,4 \pm 13,8$ nm olmasıdır. Bununla birlikte MNF10'un ortalama fiber çapı dağılımı $129,3 \pm 10,8$ nm'dir. Buna göre MNF5'te kullanılan MNP6'nın sentezinde Fe^{3+} tuzu başlangıç maddesi olarak $Fe(NO_3)_3 \cdot 9H_2O$ 'ın kullanılması ile MNF10'un sentezinde Fe^{3+} tuzu başlangıç maddesi olarak kullanılan $FeCl_3$ 'ün elektroğirmeyi etkilediği ifade edilebilir.

Bu etkinin temel nedeni polimerdeki elektrik yükü ve dağılımı ile ilgili olabilir. Muhtemelen partikül boyutları MNF10 için daha küçük olduğundan yüzeyde yüksek alkali metodu dolayısı ile çok daha fazla -OH grubu bulunmaktadır ve bu da aglomerasyonu arttırmaktadır.

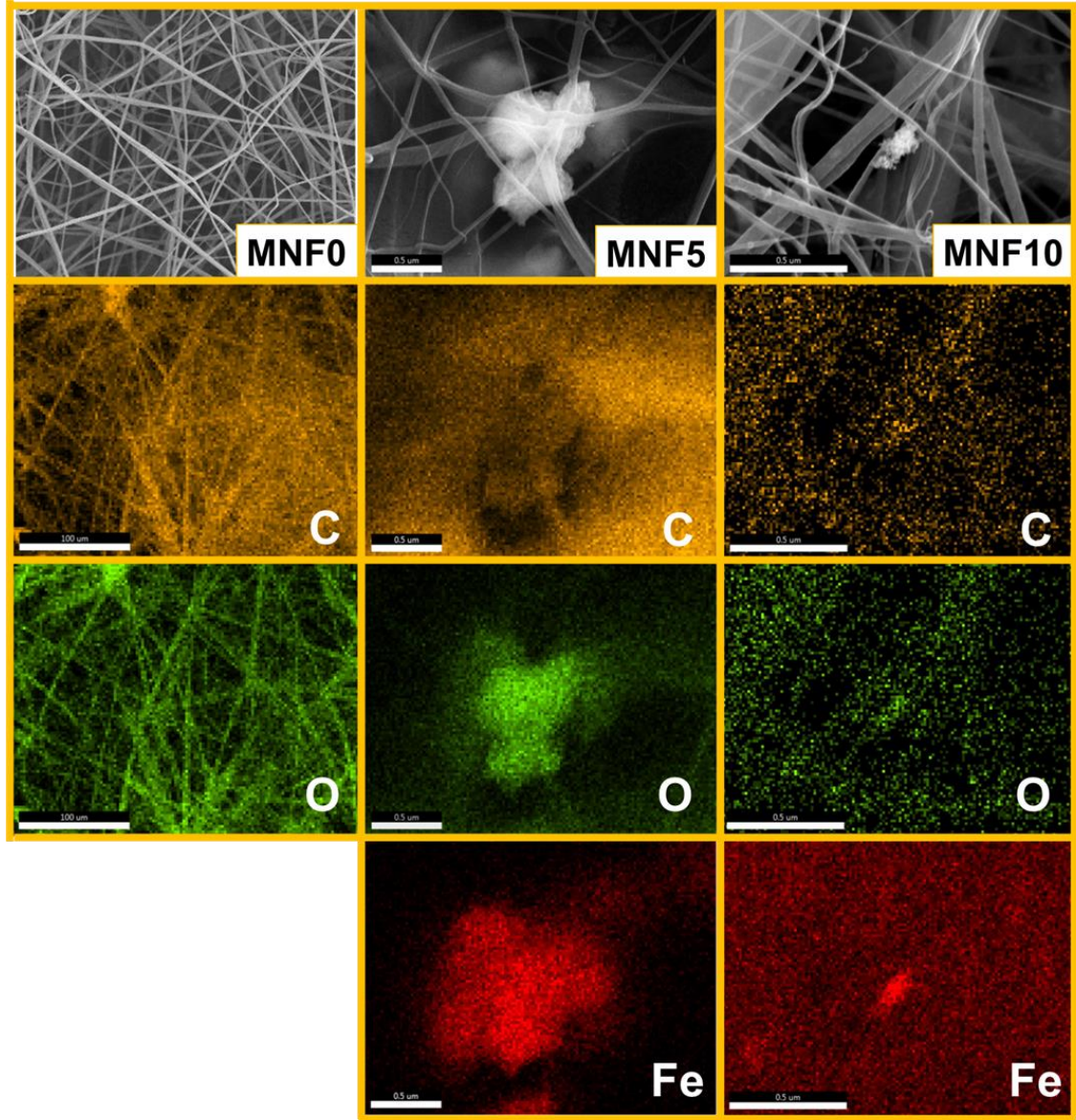
Etki sonucu olarak $Fe(NO_3)_3 \cdot 9H_2O$ 'ın kullanıldığı MNP6'lı polimerin eğrilmesi ile nanofiberlerin ortalama çapında ciddi bir azalma meydana gelmiştir. SEM ve partikül boyutu değerlendirmesi yapılmış olan nanofiberlerin atomik haritalaması Şekil 4.85'te verilmiştir. Şekil 4.85 incelendiğinde MNF0'da yapısında bulunan C ve O atomlarının varlığı net bir şekilde gözlemlenmiştir. Manyetit nanopartikülü ilavesi olmamasından dolayı Fe varlığı tespit edilmemiştir. MNF5 ve MNF10 incelendiğinde selüloz asetat yapısından ötürü C ve O atomları net bir şekilde sunulmuştur.

Buna paralel olarak manyetit ilavesi dolayısıyla nanopartiküllerin mevcut olduğu bölgelerde net bir şekilde Fe görüntüsü mevcuttur. Bununla birlikte manyetit nanopartikülü Fe ve O atomunu içermesinden ötürü O görüntülerinde nanopartikülün olduğu alanlarda yüksek bir yoğunlukta O atomları gösterilmektedir. Atomik haritalama sonucu manyetit nanopartikülü ilavesi ile karakterize etmiş olduğumuz nanofiberlerdeki beklenen Fe varlığı, sonuçlar ile doğrulanmıştır.



Şekil 4.84: Nanofiberlerin çap boyutlarının dağılımı

Nanopartikül dekore edilen fiberler için FT-IR analizi manyetit ilavesi ile karakteristik Fe-O bağı gerilimi her iki fiberde de mevcuttur.

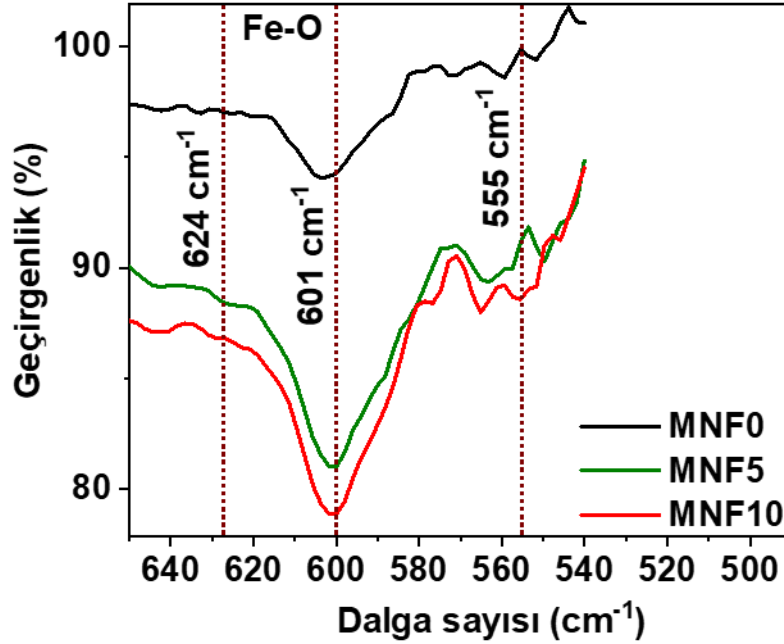
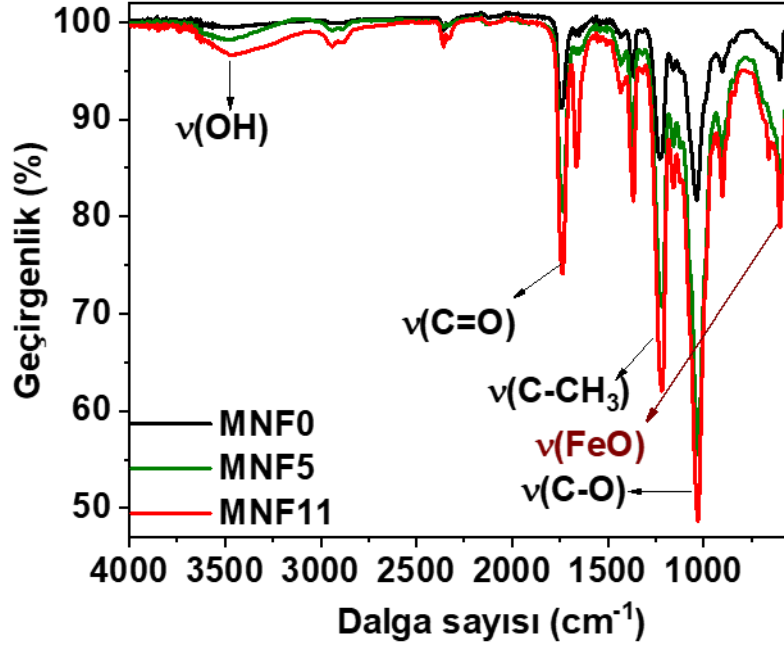


Şekil 4.85: MNF0, MNF5 ve MNF10'un EDX atomik haritalama analizi

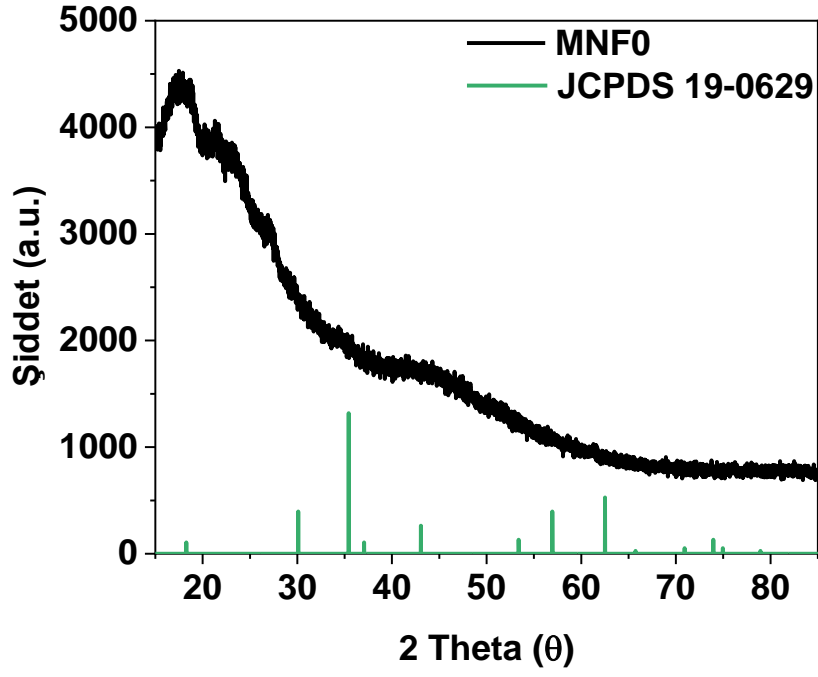
Şekil 4.86'da verilen FT-IR spektrumu göstermektedir ki her iki nanopartikülde de bulunan Fe-O varlığını karakterize eden 594 cm^{-1} ve 553 cm^{-1} 'deki piklerde 601 cm^{-1} ile 555 cm^{-1} 'ye kaymalar yaşanmıştır. Bu kaymalar nanokompozit yapılardan ötürü gerçekleşmiş olabilir.

Şekil 4.87, Şekil 4.88 ve Şekil 4.89'da verilen XRD analizi ile MNF0, MNF5 ve MNF10'un nanofiberlerinin kristal yapısı incelenmiş MNF0'da $2\theta = 21,29^\circ$, $26,9^\circ$ ve $43,57^\circ$ 'de amorf pikler ile birkaç zayıf kristalli tepe noktası ile geniş bir kırınım ile pikler sunmaktadır. MNF0'daki bu pikler selüloz asetat nanofiberleri ile yapılan diğer

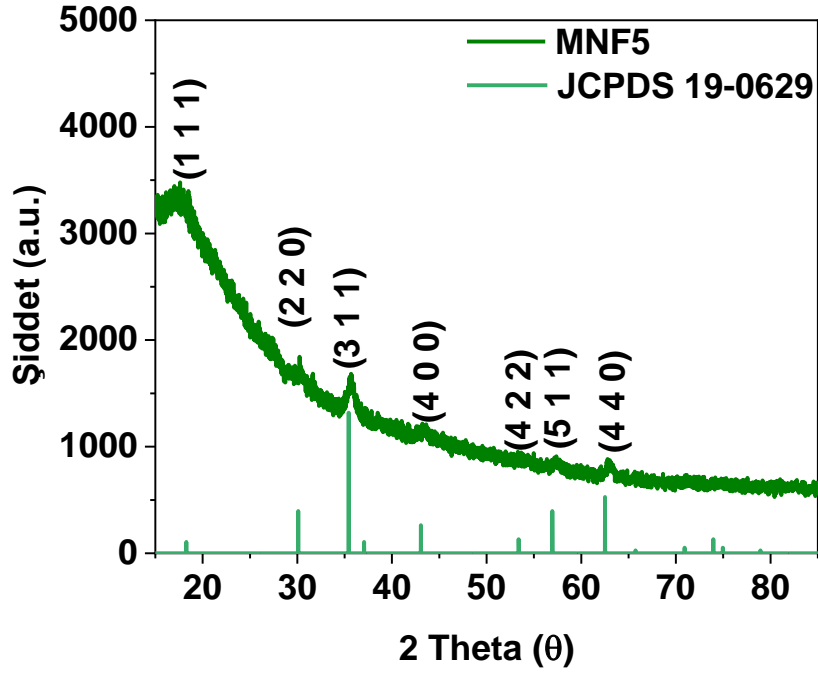
çalışmalarındaki XRD desenleri ile uyumluluk göstermektedir (Hu vd., 2017; Nurhadini, 2009).



Şekil 4.86: MNF0, MNF5 ve MNF10'un geniş spektrumlu ve yüksek çözünürlüklü FT-IR spektrumu



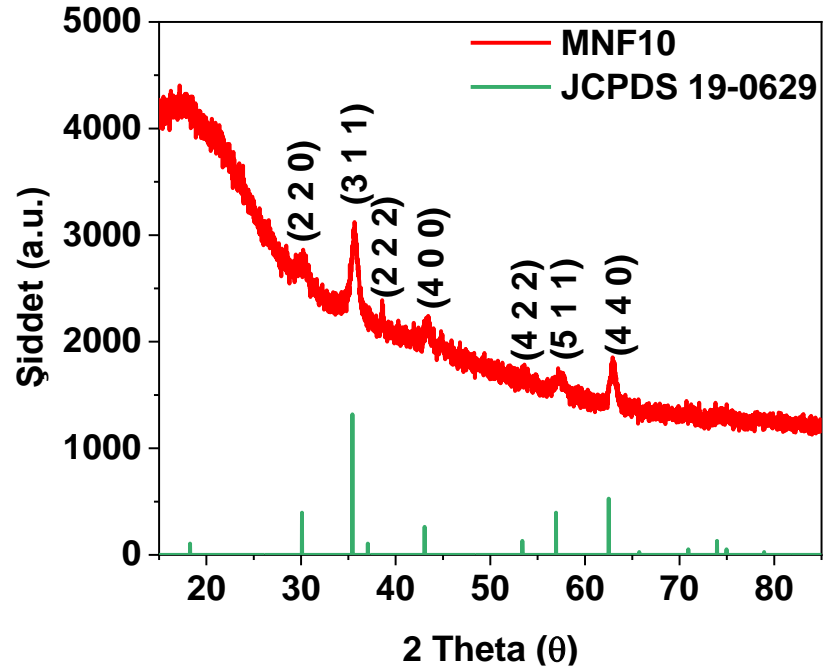
Şekil 4.87: MNF0 nanofiberinin XRD grafikleri



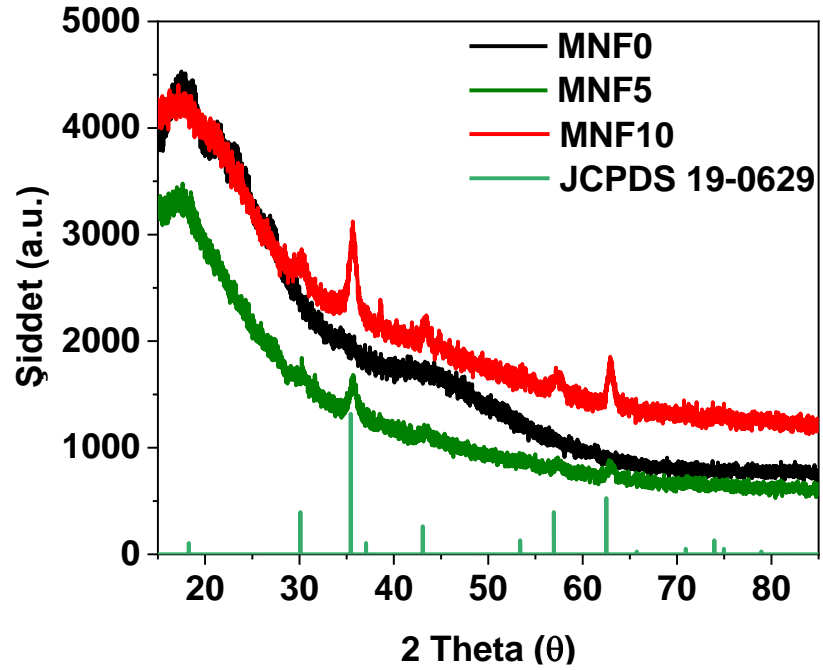
Şekil 4.88: MNF5 nanofiberinin XRD grafikleri

MNF5 ve MNF10'da MNF0'daki piklere ilave olarak $2\theta = 30,22^\circ$, $35,65^\circ$, $38,56^\circ$, $43,44^\circ$, $57,17^\circ$ ve $62,92^\circ$ 'de manyetit nanopartikülünün varlığını kanıtlayan pikler

mevcuttur. Manyetit nanopartikülünün standart JCPDS 19-0629 grafiği ile üretmiş olduğumuz nanofiberlerin çakıştırılmalı XRD analizi grafikleri Şekil 4.90'da verilmektedir.

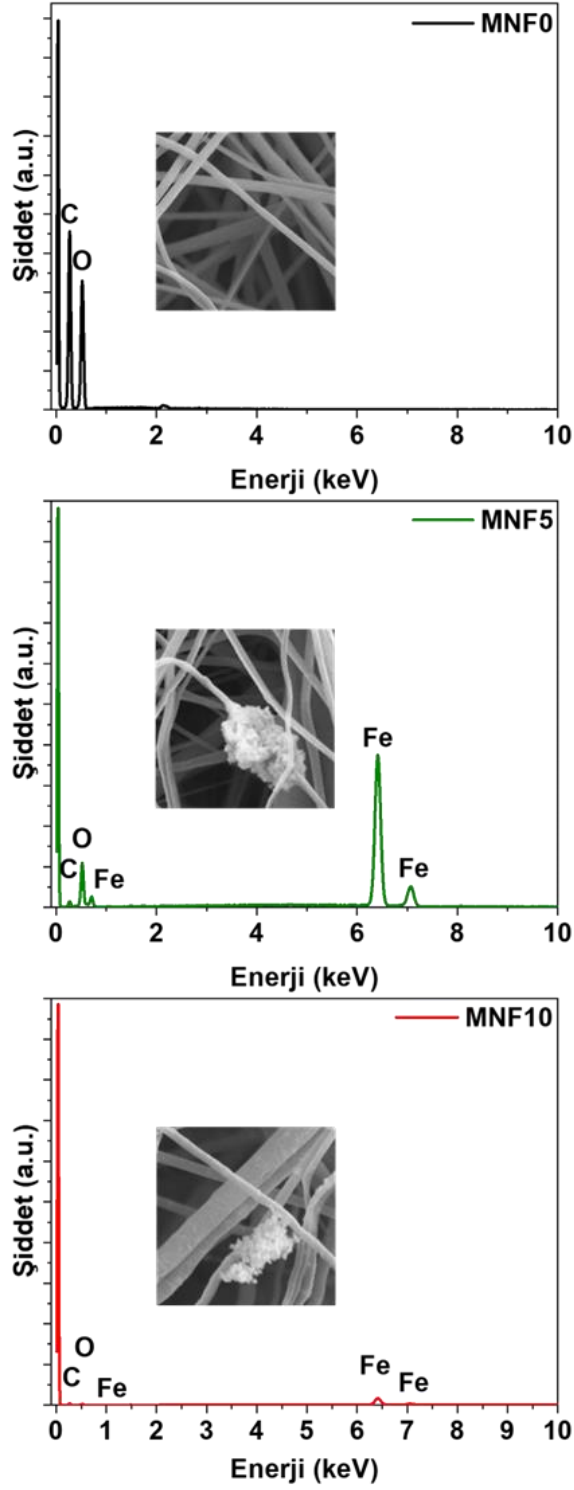


Şekil 4.89: MNF10 nanofiberinin XRD grafikleri



Şekil 4.90: Nanofiberlerin çakıştırılmalı XRD grafikleri

Sonuç olarak dekore olan fiberlerdeki Fe_3O_4 varlığı açık bir şekilde tespit edilmiştir. Bununla birlikte Şekil 4.91’de verilen EDX analizi incelendiğinde MNF0’da C ve O



Şekil 4.91: MNF0, MNF5 ve MNF10’un EDX analizi

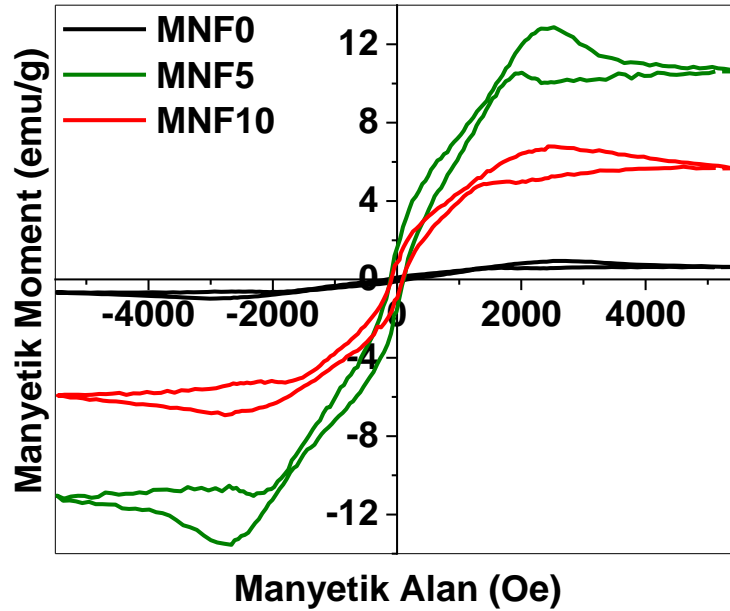
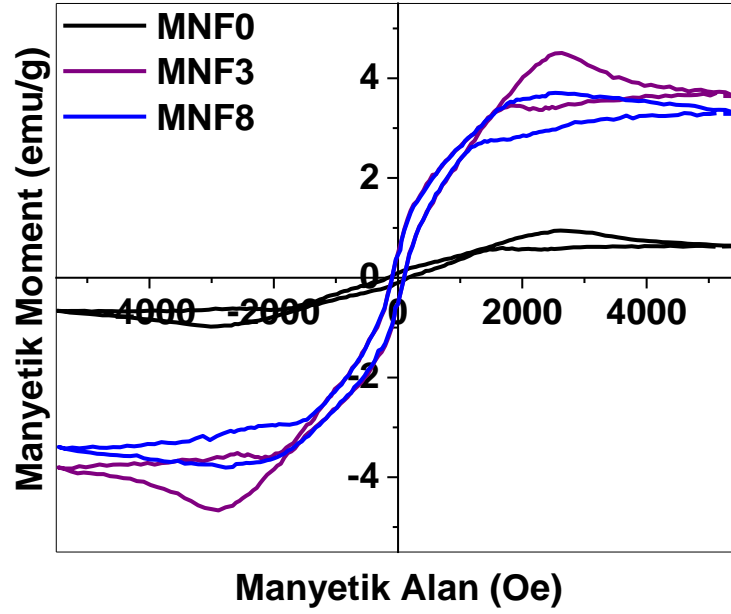
atomları 0,27 ve 0,52 keV 'daki yüksek şiddetleri ile göstermekte olup MNF5 ve MNF10'da 0,71 keV, 6,41 keV ve 7,06 keV'da Fe atomunun enerjisini gösterdiği şiddetle ortaya sunmuştur. Ayrıca EDS atom analizi de Tablo 4.6'da sunulmuş ve Fe atomlarının mevcudiyeti sunulmuştur. MNF0'da Fe hiç bulunmazken MNF5 ve MNF10'a ilave edilen MNP'lerden ötürü atomik olarak miktarları sırasıyla %2,24 ve %3,11 olarak ölçülmüştür.

Tablo 4.6: EDX yöntemi ile yapılan atom analizi

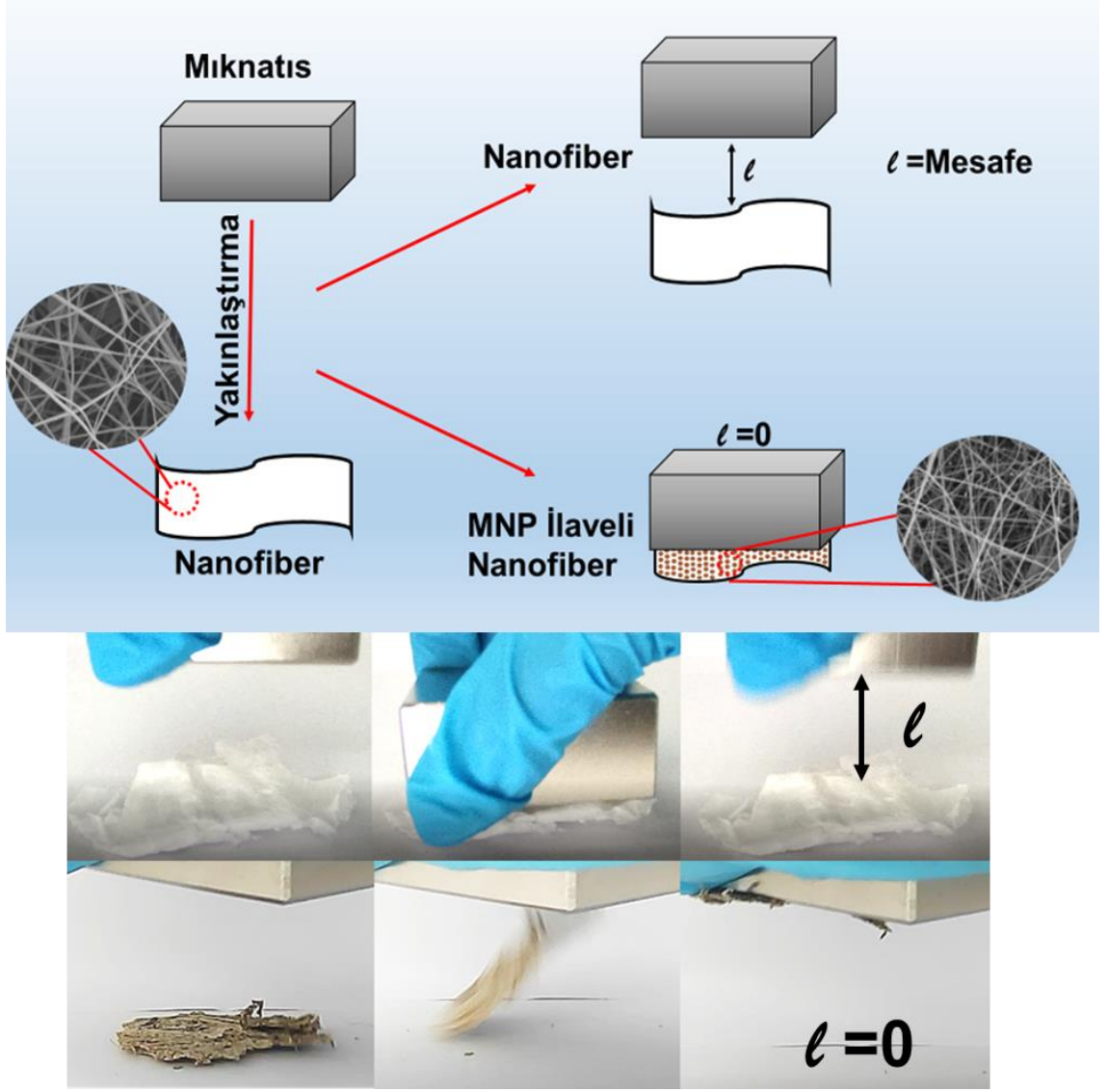
Nanofiber Kodu	Elementler	EDX
MNF0	C	50.71
	O	49.29
	Fe	-
MNF5	C	49.44
	O	48.31
	Fe	2.24
MNF10	C	48.20
	O	48.69
	Fe	3.11

Aynı konsantrasyondaki manyetik nanofiberlerin farklı partiküller ile üretilmesi sonucu partikül farkından kaynaklı histerezis döngülerinin çakıştırılması Şekil 4.92'de verilmektedir. Bu döngüler incelendiğinde MNP6 ile üretilen nanofiberler yani MNF3 ve MNF5 aynı konsantrasyonda MNP10 ile üretilen MNF8 ve MNF10 fiberlerinden daha yüksek manyetik saturasyona sahiptir. Nanopartiküllerin histerezis döngüsü incelendiğinde MNP10'un daha yüksek bir manyetik momente sahip olduğu belirlenmişti. MNP10 ilaveli fiberin dolayısı ile daha yüksek manyetik moment göstermesi beklenirken farklı bir etki oluşmuştur. Bu etkinin temel nedeni MNP10 nanopartikül ilaveli polimer çözeltisi hazırlanırken yaşanan dağılma sorunu veya MNP10'un daha küçük boyutta olması nedeni ile polimer çözeltisi ile daha fazla etkileşime girmesi kaynaklı olabilir. Fiberlerin mıknatıs ile çekilebilir olduğu Şekil 4.93'te gösterilmektedir. Mıknatısın nanofiberlere yaklaştırılması halinde: MNF0 için temas halinde dahi mıknatısla herhangi bir etkileşim gözlemlenmezken, MNF10'a

mıknatısın yaklaşması halinde fiberlerin magnetik suseptibilitesinden ötürü hareket ederek mıknatıs yapıştığı gözlemlenmiştir.



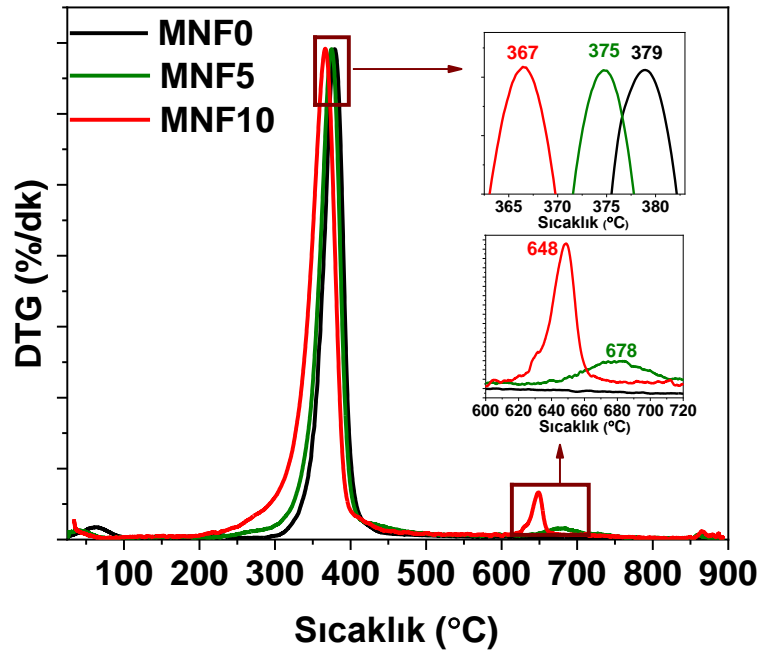
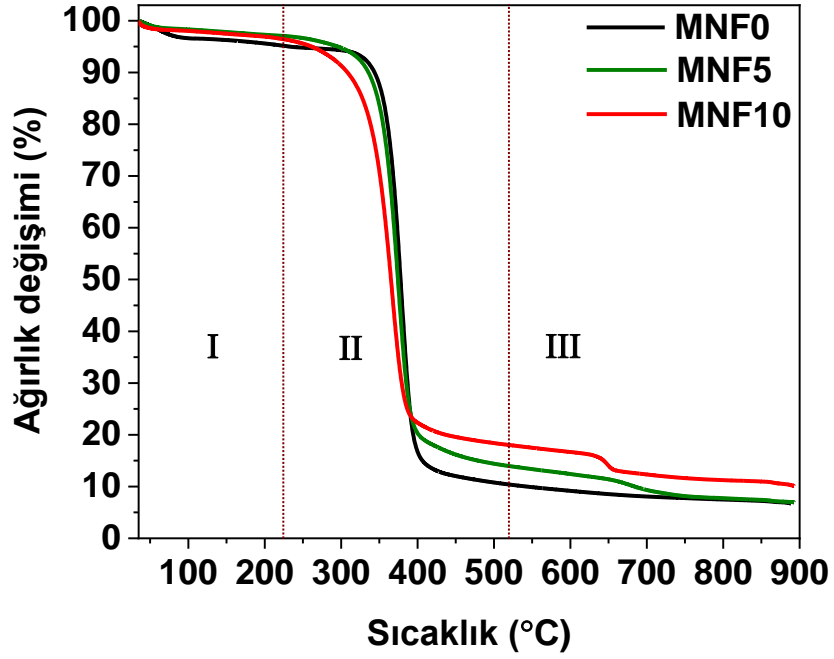
Şekil 4.92: Aynı konsantrasyondaki farklı kaynaklardan üretilen nanofiberlerin histerezis döngüsü



Şekil 4.93: Güçlü mıknatıs ile çekilen nanofiberlerin şematik ve deneysel görüntüsü

Manyetit nanopartiküllerinin aynı konsantrasyonlardaki ilavesi ile TG/DTA grafikleri Şekil 4.94'te verilmiştir. TG/DTA grafikleri göstermektedir ki manyetit ilavesi ile termal bozunma 3 temel aşamada gerçekleşir. Manyetit ilavesi ile DTA analizinde kaybın yoğun bir şekilde gerçekleştiği ikinci bir pik gözlemlenmiş ve bu pik başlangıç malzemesine göre farklı sıcaklıklarda ortaya çıkmıştır. Sonuç olarak bir polimer yapısı üzerinde dekore edilen Fe_3O_4 nanopartiküllerinin plastik polimer fiberleri magnetize edebildiği ve bunun da sadece fiber yapısına değil tüm kompozit yapıya uygulanabileceği sonucu çıkmıştır. Temelde %2 veya %3'lük bir nanoyapı dekorasyonu manyetizasyonu istenen düzeye çıkarmakta ve plastik kirliliği için bir

çözüm önerisi haline gelebilmektedir. Ekler’de mevcut MNF’lerin tamamının güçlü miknatis ile etkileşiminin incelendiği videolar mevcuttur.



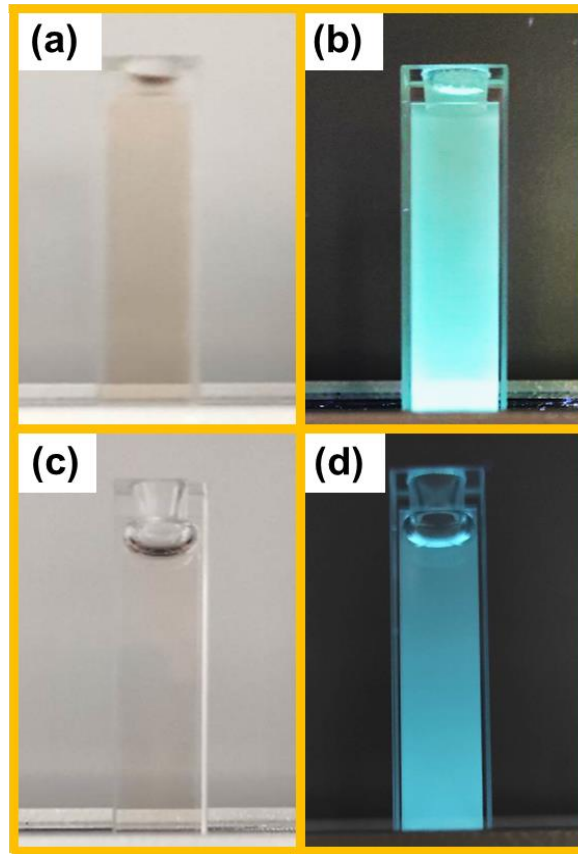
Şekil 4.94: Aynı konsantrasyondaki farklı kaynaklardan üretilen nanofiberlerin TG/DTA analizleri

4.3. Silisyum Kuantum Partikülü Sentezinin Kontrollü Geliştirilmesi

Modifiye nişasta eldesi için sentezlenen Si kuantum partiküllerinin büyüme süresinin farklı konsantrasyonlarda farklı spesifikasyonlara sahip olduğu gözlemlendi. %5 v/v APTES ile sentezlenmeye başlanan SiQD'larda 30. dk'dan sonra UV ışığı altında absorpsiyonu yaptığı gözlemlenirken %2,5 v/v ile hazırlanan SiQD'larda bu süre 45. dk'dır. Bu nedenle büyüme süresinde bir kayma yaşanmıştır.

4.3.1. Konsantrasyonunun Etkisi

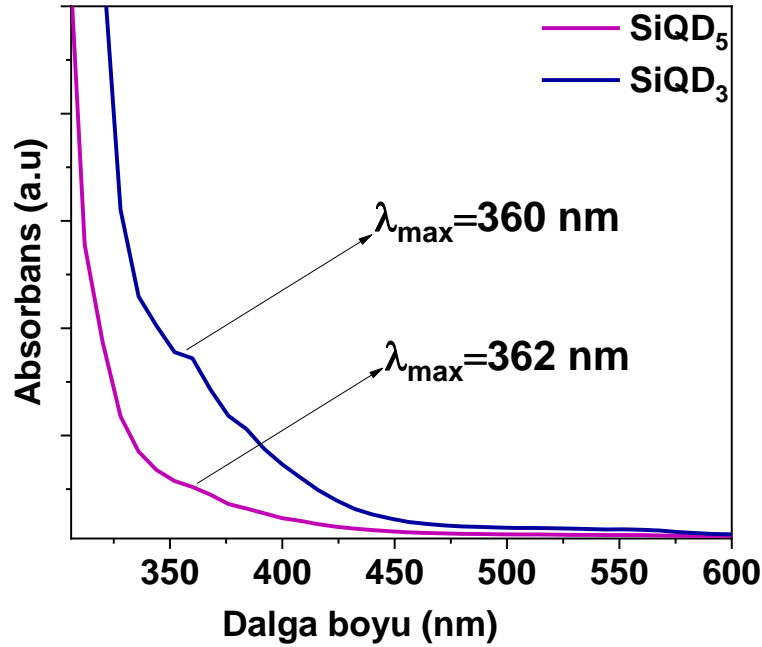
Tablo 3.4'te belirtildiği üzere %5 v/v (SiQD₁-SiQD₃) ve %2,5 v/v (SiQD₄-SiQD₆) APTES kullanılarak hazırlanan Si kuantum partiküllerinin konsantrasyondaki etkileri bu bölümde SiQD₃ ve SiQD₅ ile incelenecektir.



Şekil 4.95: (a) SiQD₃'ün gün ışığı görünümü, (b) SiQD₃'ün UV uyarımı altında görünür emisyonu, (c) SiQD₅'nin gün ışığı görünümü ve (d) SiQD₅'nin UV uyarımı altında görünür emisyonu

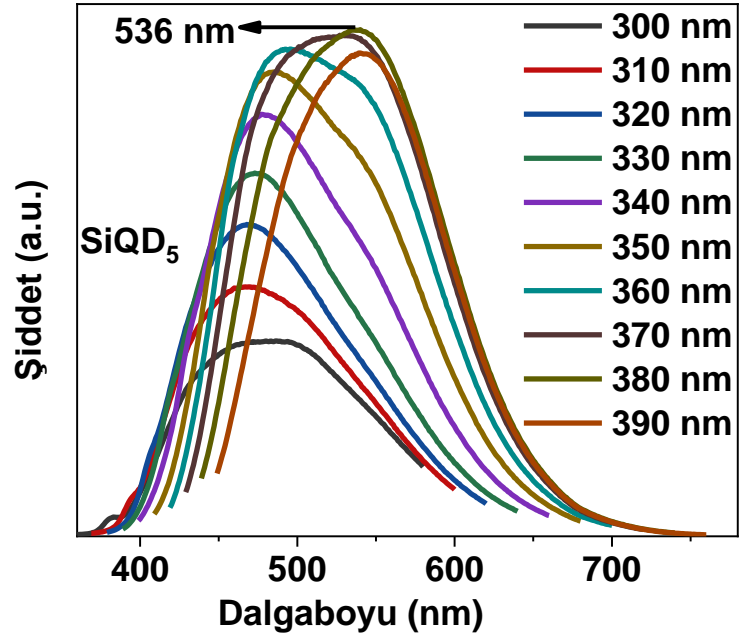
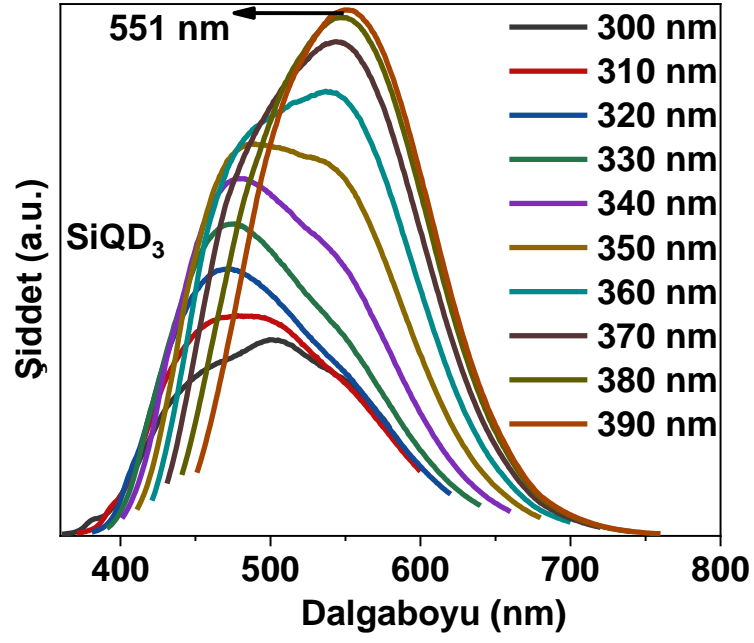
Şekil 4.95'te gün ışığı görünümü ve karanlık ortamda UV uyarımı hallerinde kuantum partiküllerinin görünür emisyonları verilmiştir. SiQD₃ gün ışığında (Şekil 4.27.a) sarımtırak bir renge sahipken SiQD₅ (Şekil 4.27.c) daha berrak ve şeffaf görünmektedir. Bunun temel sebebi konsantrasyonun 2 kat daha az olmasıdır. Bununla birlikte UV uyarımı ile incelendiğinde SiQD₃ (Şekil 4.27.b) daha parlak bir görünüme sahip olup renginde maviden yeşile doğru bir kayma olup SiQD₅ (Şekil 4.27.d) mavi bir renk özelliği sergilemektedir.

UV Vis spektrumu Şekil 4.96'da incelenmiştir ve konsantrasyonun azalması halinde uyarıldığı dalga boyunda kayma yaşandığı gözlemlenmiştir.



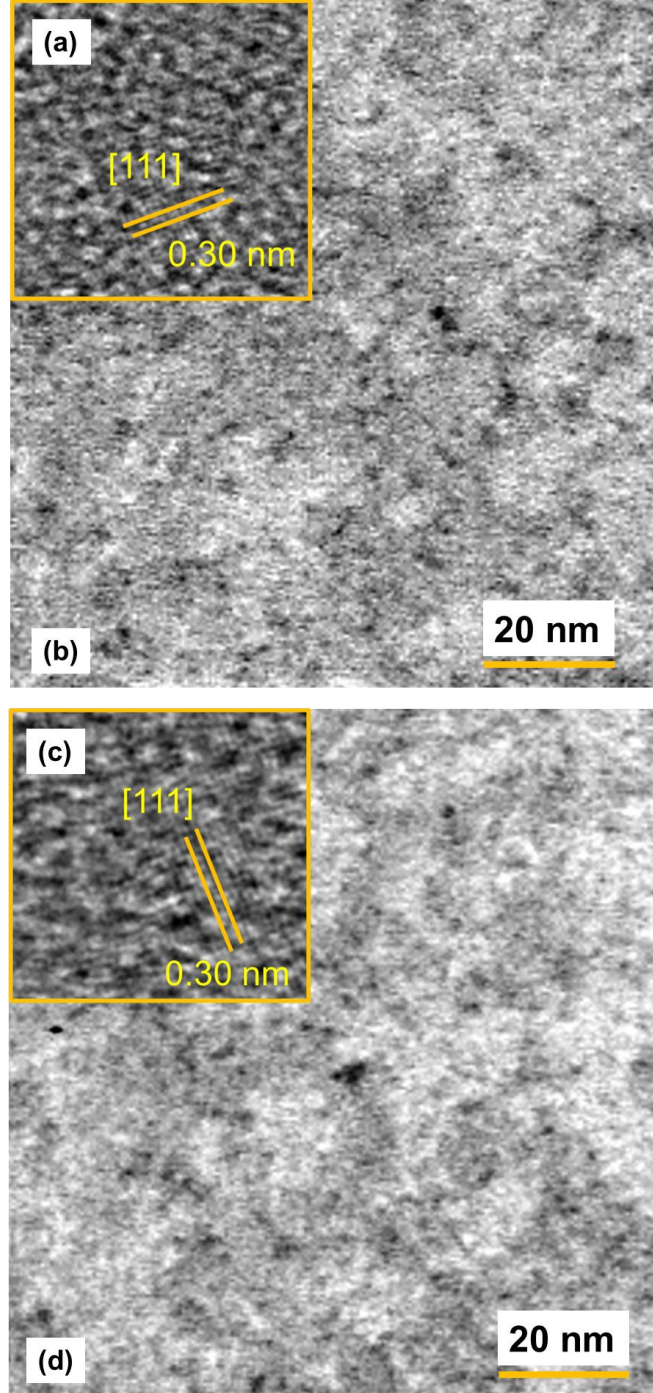
Şekil 4.96: SiQD'ların farklı konsantrasyonlardaki UV Vis spektrumu

Şekil 4.97'de SiQD'ların farklı dalga boylarındaki eksitasyonuna karşılık 350-800nm aralığındaki emisyonunun grafiği verilmiştir. Bu grafikler incelendiğinde SiQD₃ 390 nm eksitasyon ile 551 nm'de maksimum şiddet ile emisyon gerçekleştirmiştir, SiQD₅ ise 380 nm eksitasyon ile 536 nm'de maksimum şiddet ile emisyon gerçekleştirmiştir.



Şekil 4.97: SiQD₃ ve SiQD₅'lerin farklı dalga boylarında uyarılması sonucu emisyon spektrumları

Şekil 4.95'teki görüntüde SiQD₃'ün SiQD₅'e nazaran maviden yeşile doğru bir kayma görüntüsü olduğu ifade edilmiştir ve Şekil 4.97'deki PL analizi ile bu kayma net bir şekilde doğrulanmıştır.

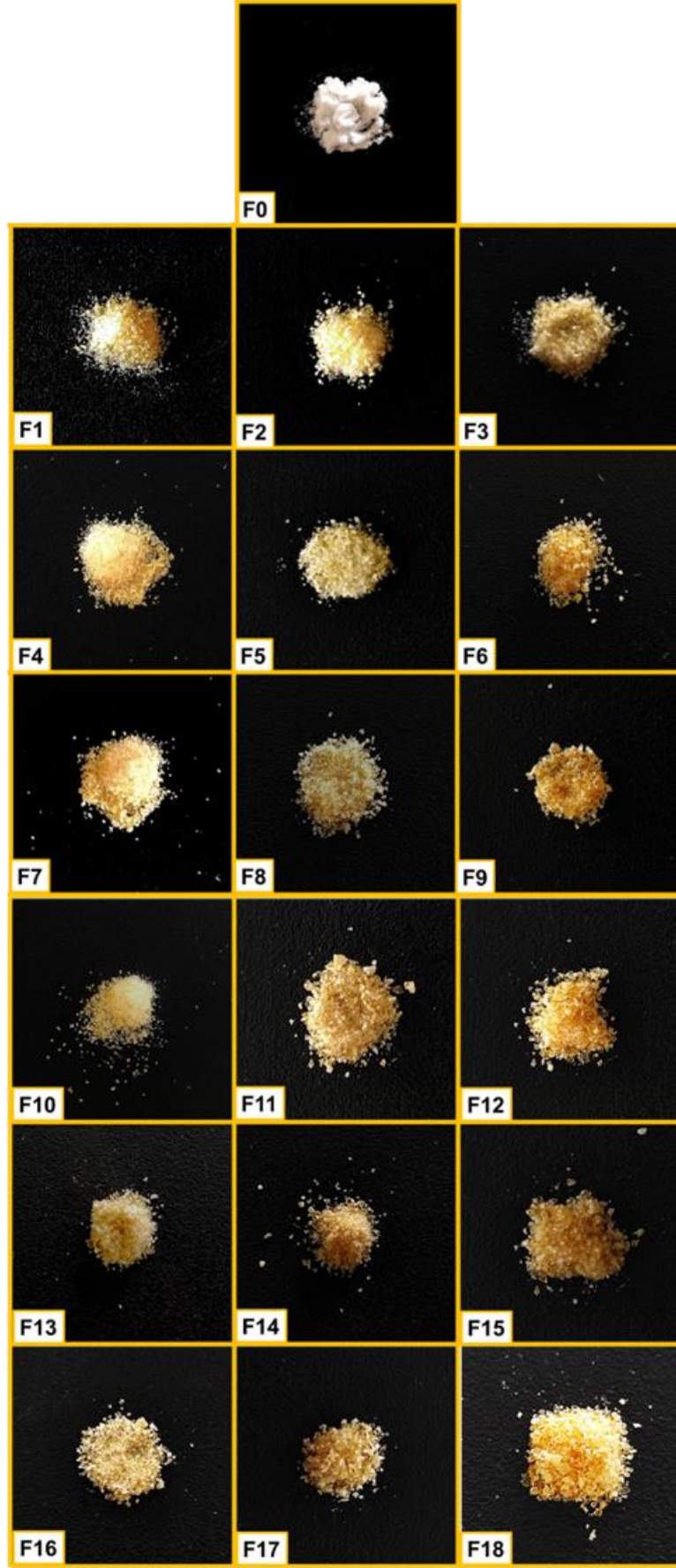


Şekil 4.98: (a) SiQD₃'ün HR-TEM analizi, (b) SiQD₃'ün TEM analizi, (c) SiQD₅'nin HR-TEM analizi ve (d) SiQD₅'nin TEM analizi

Kristaller, TEM ve HR-TEM analizi ile Şekil 4.98'de yansıtıldığı üzere küre şeklindedir. HR-TEM görüntüleri Şekil 4.98.a ve Şekil 4.98.c incelendiğinde her iki kuantum partikül için [111] elmas Si düzlemindeki düzlemler arasındaki mesafe 0,30 nm'dir ve Si QD'nin kafes saçaklarının yüksek kristalliğinin elde edildiği tespit edilmiştir. Bununla birlikte monodispers karakterize SiQD'ların partikül boyutu konsantrasyona bağlı olarak daha yüksektir. SiQD₃ 2,2 nm iken SiQD₅ 2 nm nanokristal boyutuna sahiptir. Bu boyuttaki farklılık da PL analizindeki maksimum şiddetin meydana geldiği 551 nm ve 536 nm verilerini destekler niteliktedir, çünkü partikül boyutu arttıkça daha farklı bir şekilde ifade etmek gerekirse Şekil 2.3'te gösterilen çekirdeklenmenin ardından gerçekleşen büyüme esnasında kuantum/nanopartikülün büyümesine göre sırasıyla renk spektrumu mavi-yeşil-sarı-turuncu şeklinde ilerlemektedir. Sentezlemiş olduğumuz kuantum partiküllerinde konsantrasyon arttıkça partikül boyutunun artmasına paralel olarak da emisyon rengi maviden yeşile kayabilmektedir. Bununla birlikte büyümeyi teşvik eden UV ışığı ve üretim süresi de arttıkça kuantum partikül boyutunda artmalar meydana gelebilmektedir.

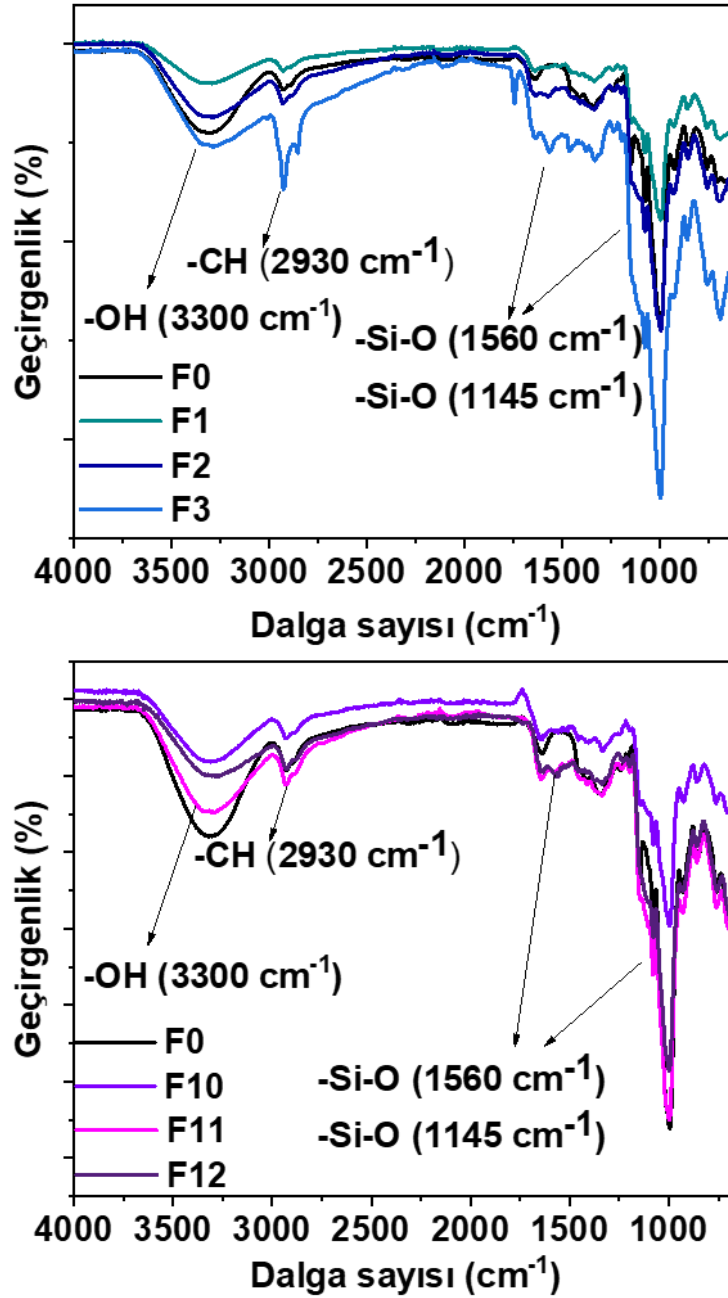
4.4. Modifiye Nişastanın Karakterizasyonu

SiQD'ların başarılı bir şekilde sentezinin ardından barkod niteliği taşıyan floresan modifiye nişastanın sentezi üzerine Tablo 3.5'teki gibi saf patates nişastası modifiye edilmiştir. Bu bölümde modifikasyonun yüzeysel olarak gerçekleştiği ilk olarak FT-IR analizi ve termal gravimetrik analiz ile gösterildikten sonra SEM analizi ile yüzey morfolojisi ve partikül boyutuna niceliksel olarak değinilip EDX-AH ve XPS analizi ile atomik kompozisyon incelenmiştir. SEM analizinde görülen yüzey özelliklerinin değişimi, XRD analizi ile kristal yapısı incelenmiştir. Ardından barkod niteliği kazanıp kazanmadığı PL analizi ile gösterilmiştir. Şekil 4.99'da gösterildiği üzere modifiye edilmemiş nişasta ve modifiye nişastaların gün ışığı görünümü verilmiştir. Bu görüntüler modifiye nişastanın renk özelliklerinde ve toz özelliklerindeki değişimi göstermiştir. Saf nişasta yani F0 beyaz ve ince toz yapısında iken modifiye nişasta parlak altın sarısına dönük ve reolojik olarak daha keskin ve büyük toz parçacıklarından oluşmaktadır. Niteliksel olarak eklenen SiQD miktarı arttıkça rengin daha sarımsıya doğru belirtilebilir.



Şekil 4.99: Saf nişasta ve modifiye nişastaların gün ışığı görünümü

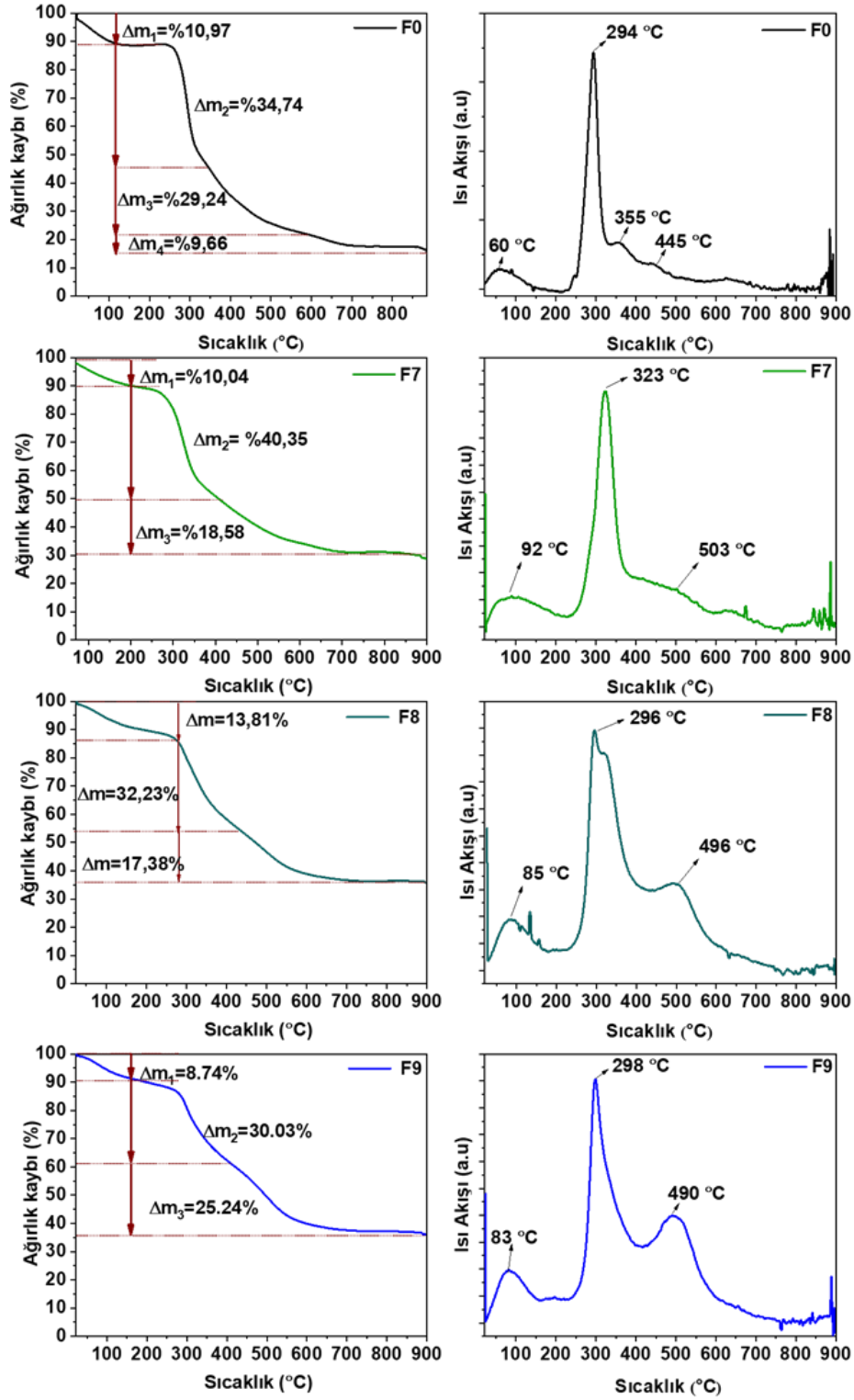
Şekil 4.100'de gösterilen FT-IR analizi incelendiğinde tipik olarak patates nişastasında bulunan -OH gerilimi 3300 cm^{-1} 'de gözlemlenmiş olup 2930 cm^{-1} 'de nişastanın temel yapıtaşı olan -CH bağlarının deformasyonu gözlemlenmiştir.



Şekil 4.100: Farklı konsantrasyonlarda SiQD'lar ile hazırlanan modifiye nişastaların FTIR analizi

Bununla birlikte 2100 cm⁻¹'deki pikler serbest su içeriğine atfedilebilir. F1, F2, F3, F10, F11 ve F12 her iki farklı konsantrasyondaki SiQD'ların artan konsantrasyonlarında gerçekleşen modifikasyonun saf nişastada bulunmayan 1560 cm⁻¹ ve 1145 cm⁻¹'de yeni piklere sahip olduğunu göstermektedir. Bu pikler saf nişastanın sahip olmadığı ve modifiye nişastaya eklediğimiz floresan SiQD'ların neden olduğu Si-O bağlarını net bir şekilde ifade etmektedir. F0'a kıyasla -CH deformasyonu ve Si-O bağlarının mevcudiyeti FT-IR analizi ile ortaya konmuştur.

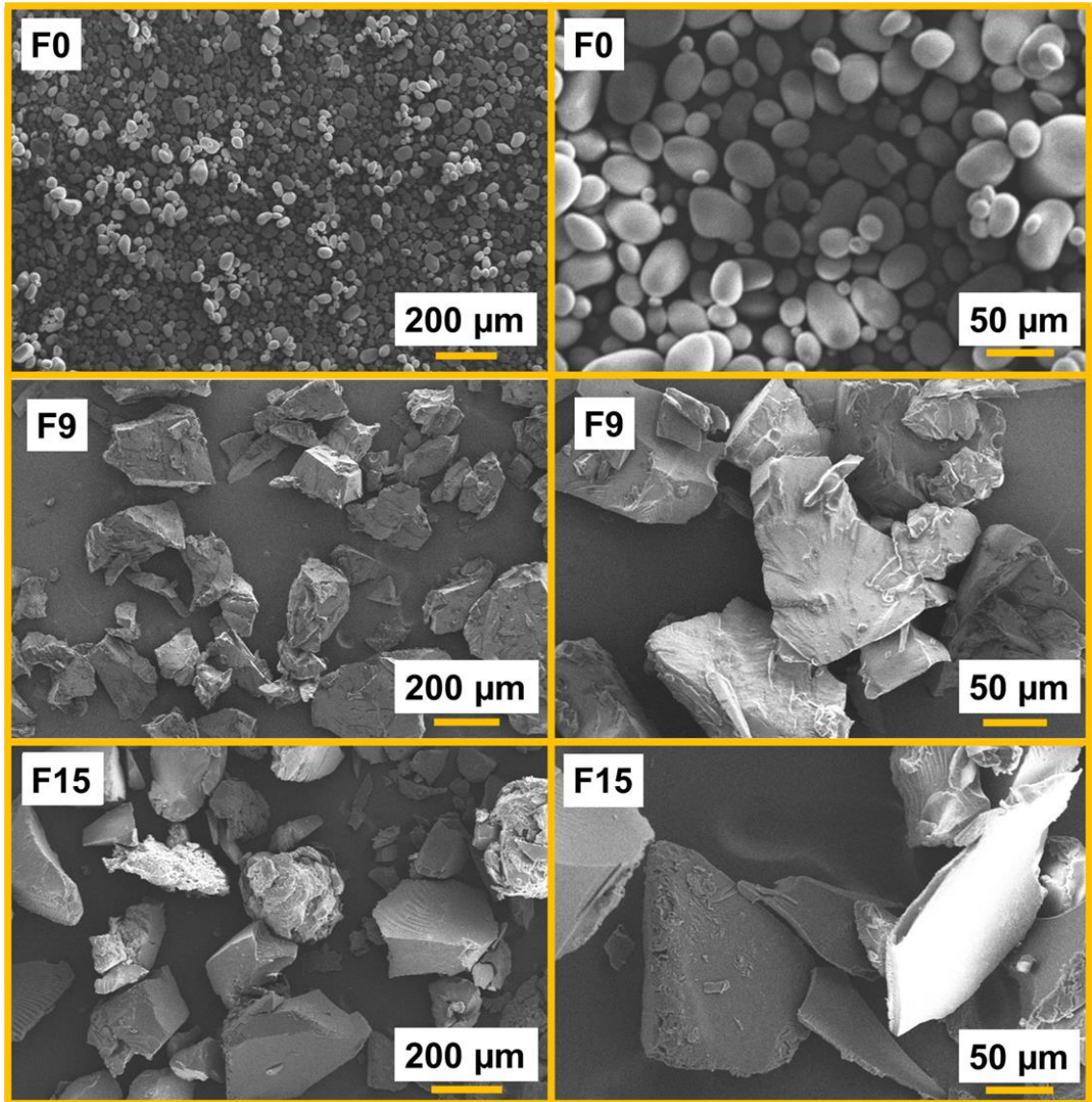
Bununla birlikte TGA/DTA analizleri de bu modifikasyonun varlığını Şekil 4.101'de ifade etmektedir. TGA analizi F0'a kıyasla SiQD₃ ile modifiye edilen F7, F8 ve F9 ile incelendiğinde; bozulmamış nişastada dört farklı adımda ayrışmakta olup %87'lik bir kütle kaybı oluşmuştur. Literatürde mevcut olan çalışmalarda da yaklaşık olarak bu kayıp değerini destekleyen nitelik taşırlar (Liu vd., 2019; Mb vd., 2013; Zuo vd., 2014). Ancak literatürde çoğu çalışma yaklaşık 600 °C'ye kadar ısı verme işlemi gerçekleştirdiği için sıklıkla F0 için üç aşamada bozunmanın olduğu ve 600 °C'de karbon siyahı oluştuğunu ifade etmektedir. F0 için ağırlık kaybının ilk aşaması, sıcaklık yükseldiği anda başlamakta olup yaklaşık 120 °C'ye kadar devam etmiş olan kuruma aşamasıdır ve nem içeriğine göre ağırlık kaybı değişmektedir. Modifiye nişastalarda ise bu ilk aşama ortalama yaklaşık 210 °C'ye kadar devam etmektedir. Bu sürecin uzamasının temel nedeni -OH gruplarının bağlanma şekillerinde meydana gelen deformasyon olmuş olabilir. SiO₂ nanopartiküllerin termal özelliklerinin incelendiği çalışmalarda da adsorbe olmuş suyun buharlaşması için gereken sıcaklık yaklaşık olarak 250 °C'ye kadar devam etmektedir. Bu parametreler göz önüne alındığında ilk aşamanın son bulduğu sıcaklık değerinde artış olması modifiye nişastalardaki SiQD'lardan ötürü gerçekleşmiş olabileceği varsayılabilir. İkinci aşama DTA analizi ile beraber değerlendirilme yapıldığında F0 için 290-300 °C'de maksimum kaybı sağlayarak 345 °C'de son bulmuş olmasına karşın modifiye nişastalar için ortalama 420 °C'de tamamlanan ve ana bozunmanın başladığı ve ağırlık kaybının maksimum olduğu aşamadır. Amiloz ve amilopektinin bozunduğu aşama olarak da kabul edilebilir. Bununla birlikte modifiye nişastalar için üçüncü aşama son aşamayı ifade ederken F0 için dördüncü bir aşama ile termal ağırlık değişimi son bulur. Total kayıp miktarı F0 için %87 iken F7 (1 ml SiQD₃), F8 (2 ml SiQD₃) ve F9 (3 ml SiQD₃) için sırasıyla %68,97, %63,41 ve %64,01 olarak azalmıştır.



Şekil 4.101: Saf nişasta (F0) ve SiQD₃ ile farklı konsantrasyonlarda modifiye edilmiş floresan nişastaların TGA/DTA analizleri

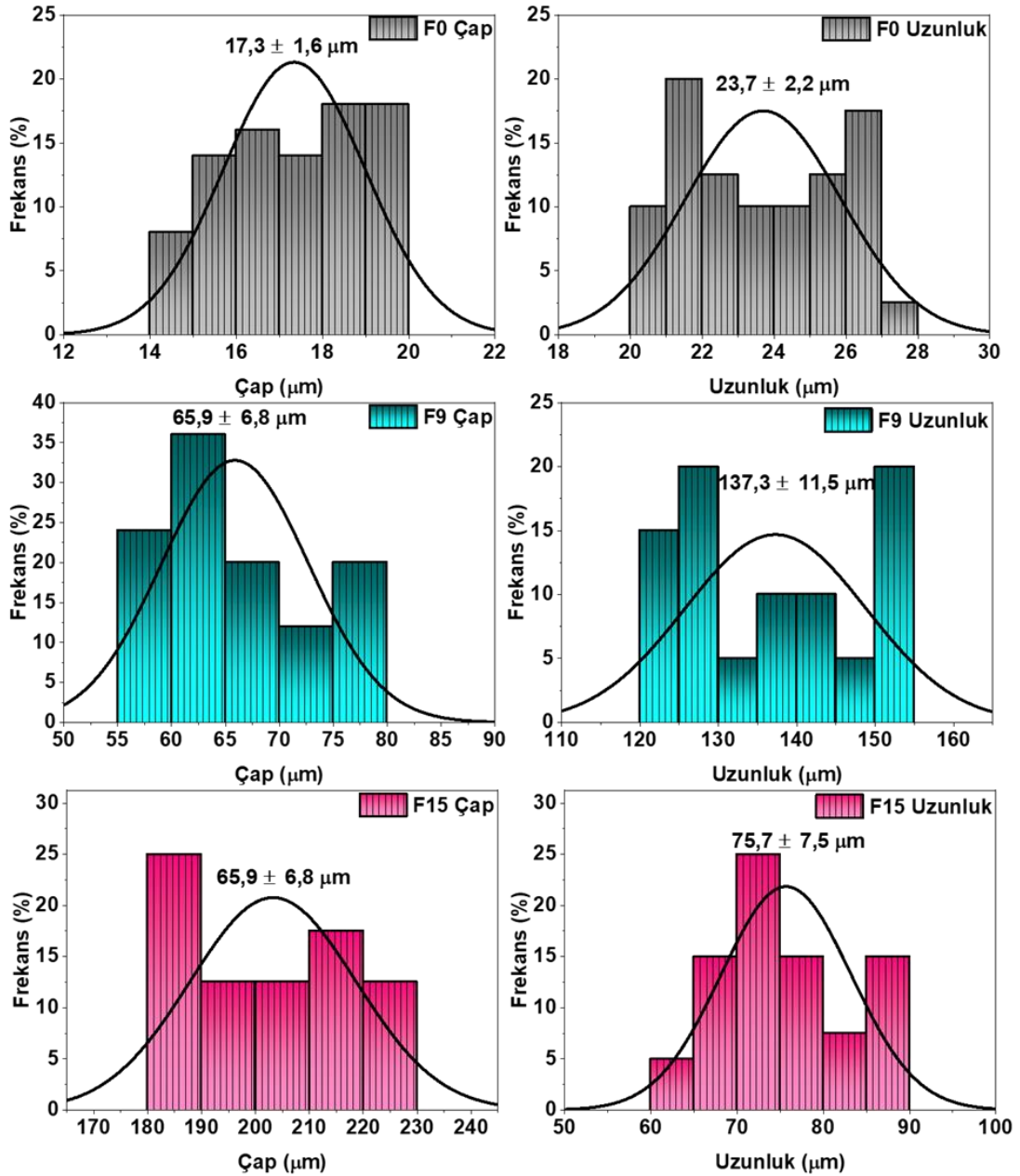
Termal özelliklerdeki bozunma kinetiklerinin değişmesi nişastanın yapısı hakkında önemli bir nitelik olarak kabul edilmektedir. Yapmış olduğumuz bu modifikasyon, saf

nişastanın termal özelliklerini büyük ölçüde değiştirmiş olup SiQD miktarının artması ile kalan miktarın artmasına yani kayıp miktarının azalmasına sebep olmuştur. Yapılan FT-IR analizi ve TG/DTA analizi SiQD ile nişastaların modifiye edildiğini göstermektedir. Bununla birlikte modifiye nişasta üzerindeki SiQD modifikasyonlarının spesifik özelliklerini incelemek için, değişen konsantrasyonlarda SiQD ve koşullara sahip bir dizi modifikasyon tekniği kullanıldı.



Şekil 4.102: Saf nişasta ve modifiye nişastaların SEM analizi görüntüleri ve toz formlarının gün ışığı görünümü

En önemli özellikleri ortaya çıkarmak için, kullanılan farklı konsantrasyonlardaki SiQD'ların floresan nitelik kazanmasının ardından 30 dk daha UV absorpsiyonu yaptığı SiQD'ların kullanıldığı modifiye nişastaların fiziksel ve kimyasal özellikleri araştırıldı ve bu nedenle saf nişasta, F9 ve F15 ile karşılaştırıldı.



Şekil 4.103: F0, F9 ve F15'in partikül boyutu dağılımı

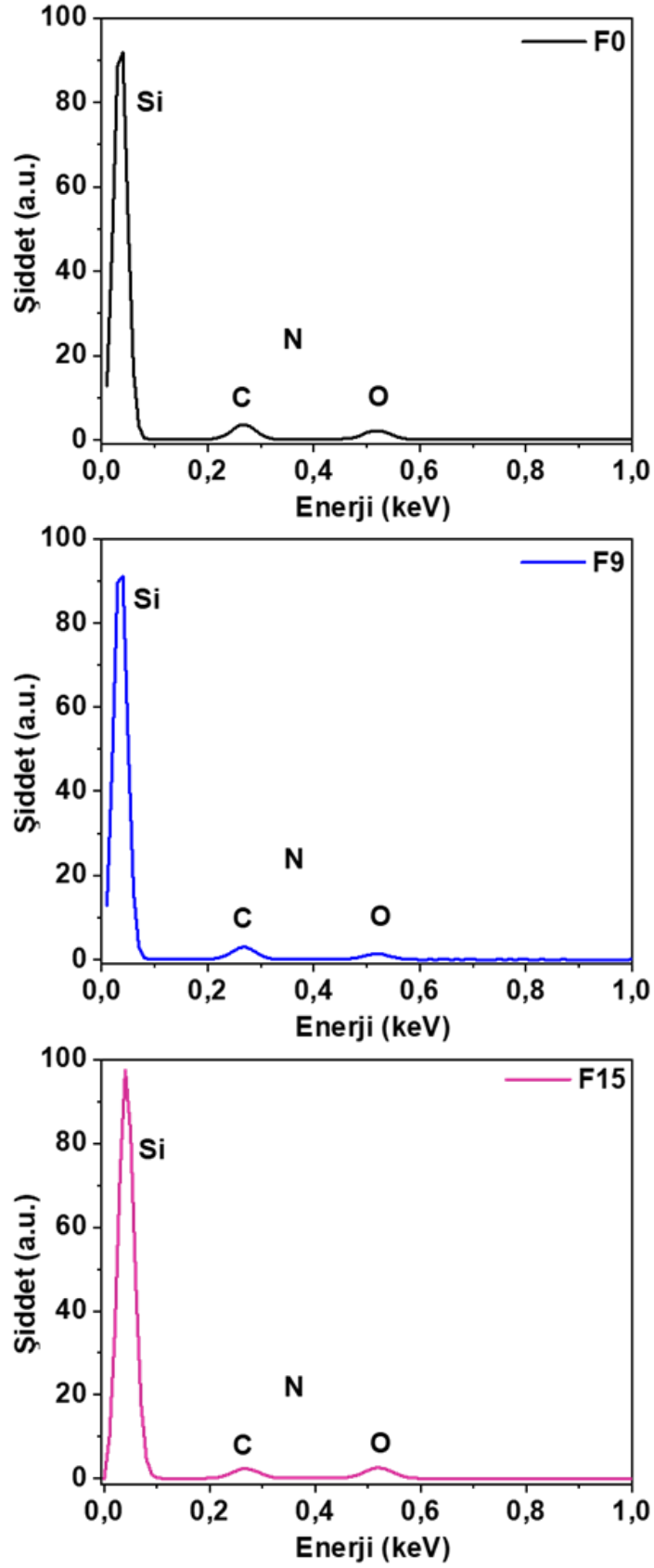
Şekil 102'de F0, F9 ve F15'in SEM analizi ile yüzey özellikleri ve morfolojisi incelenmiştir. Nişasta yüzeyinin modifikasyonu modifiye edilmemiş nişasta ile

modifiye nişasta arasında incelendiğinde büyük değişimlerin olduğu gözlemlenmiştir. Genellikle güçlü bir modifikasyon yoksa, nişasta yapılarının düzgün yüzeylerinde modifikasyon tipine bağlı olarak çatlaklar veya delikler olabilir. Bu tip modifikasyonda nişastanın şekli, düzgünlüğü, boyutu ve spesifik yüzey alanı değişmeyebilir.

Saf nişastanın oval hatta elipsiyal şekilde granüler yapıya sahip olduğu, yüzeyinin düz olduğu ancak şekil ve boyut olarak düzensiz olduğu söylenebilirken modifiye edilmiş nişastalarda yüzeyde gözeneklerin olduğu, granüler yapı değişerek büyük keskin ve farklı açılarda köşeleri olan heterojen yapılara dönüştüğü, yeni kristal yapı ve düzensiz şekillerin olduğu gözlemlendi. Partikül boyutu dağılımı Şekil 103'te incelenmiş ve modifikasyon ile birlikte boyutun arttığı gözlemlenmiştir. F0 ortalama 17,3 µm çapa ve 23,7 µm uzunluğa sahipken F9 65,9 µm çapa ve 137,3 µm uzunluğa, F15 ise 65,9 µm çapa ve 75,7 µm uzunluğa sahiptir. Modifikasyona bağlı olarak partikül boyutunda ciddi bir artış olmuştur. Atomik olarak modifikasyonun gerçekleştiği Şekil 4.104'teki EDX analizi ve Şekil 105'teki XPS analizi ile X ışınlarının topladığı enerjiye göre ölçülmüş olup Si atomunun varlığı EDX analizinde net bir şekilde belirlenmiştir. EDX ve XPS metotları sonucu atomik analizlerin karşılaştırılması Tablo 4.7'de verilmiştir.

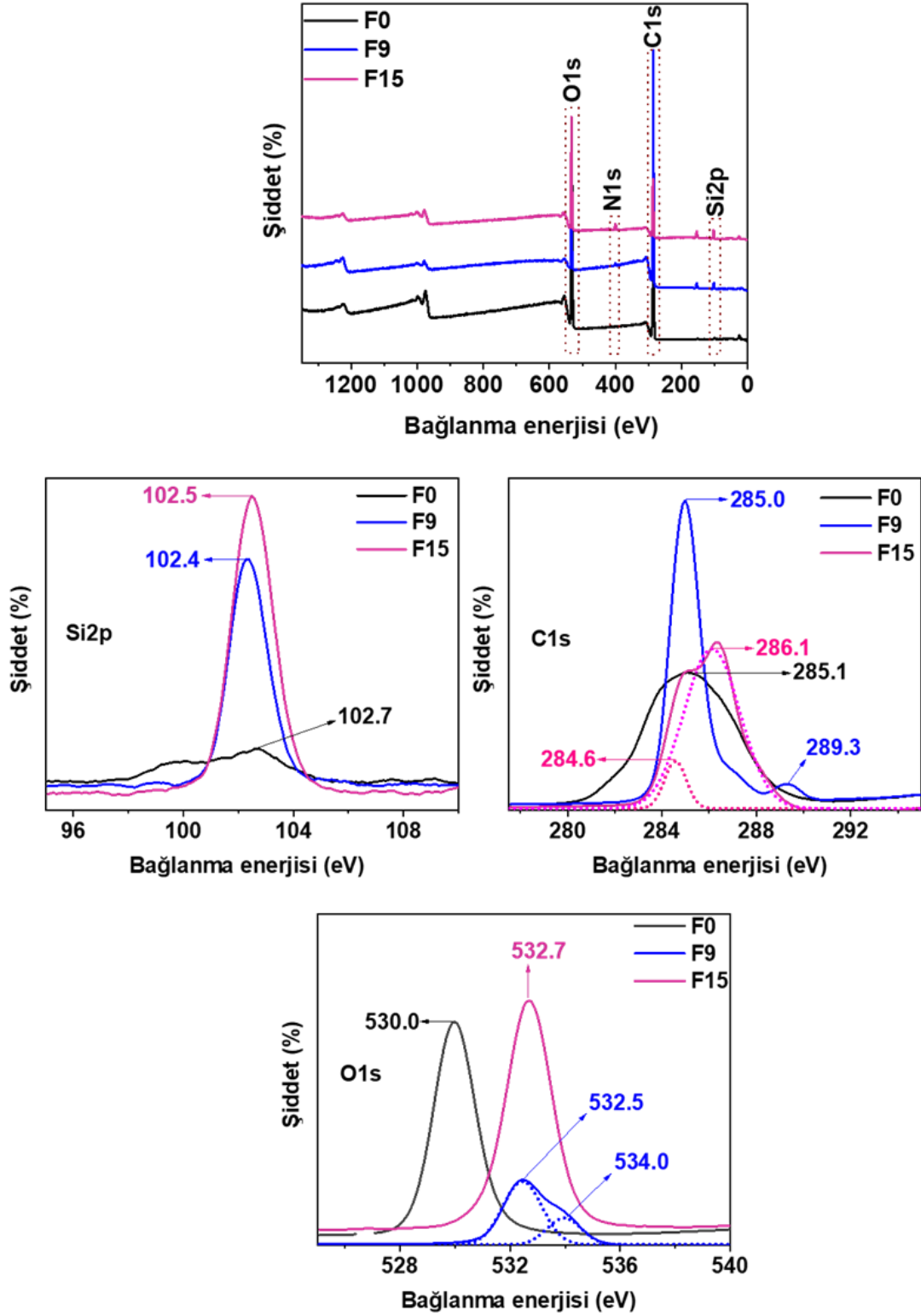
Tablo 4.7: XPS ve EDX yöntemi ile yapılan atom analizlerinin (%) karşılaştırılması

Nişasta Kodu	Elementler	XPS	EDX
F0	C	50.85	50.29
	O	47.33	45.74
	Si	-	-
	N	-	-
F9	C	77.72	51.95
	O	15.01	39.58
	Si	12.08	2.41
	N	3.96	7.82
F15	C	46.63	41.54
	O	37.34	49.87
	Si	5.72	0.64
	N	1.55	6.18



Şekil 4.104: Saf nişasta ve modifiye nişastaların EDX analizi

Buna bağı olarak XPS ve EDX analizinde SiQD'ların atomik olarak da yüzeyde bulunduğu ifade edilebilir. Şekil 4.105'teki XPS analizi incelendiğinde F15'te Si

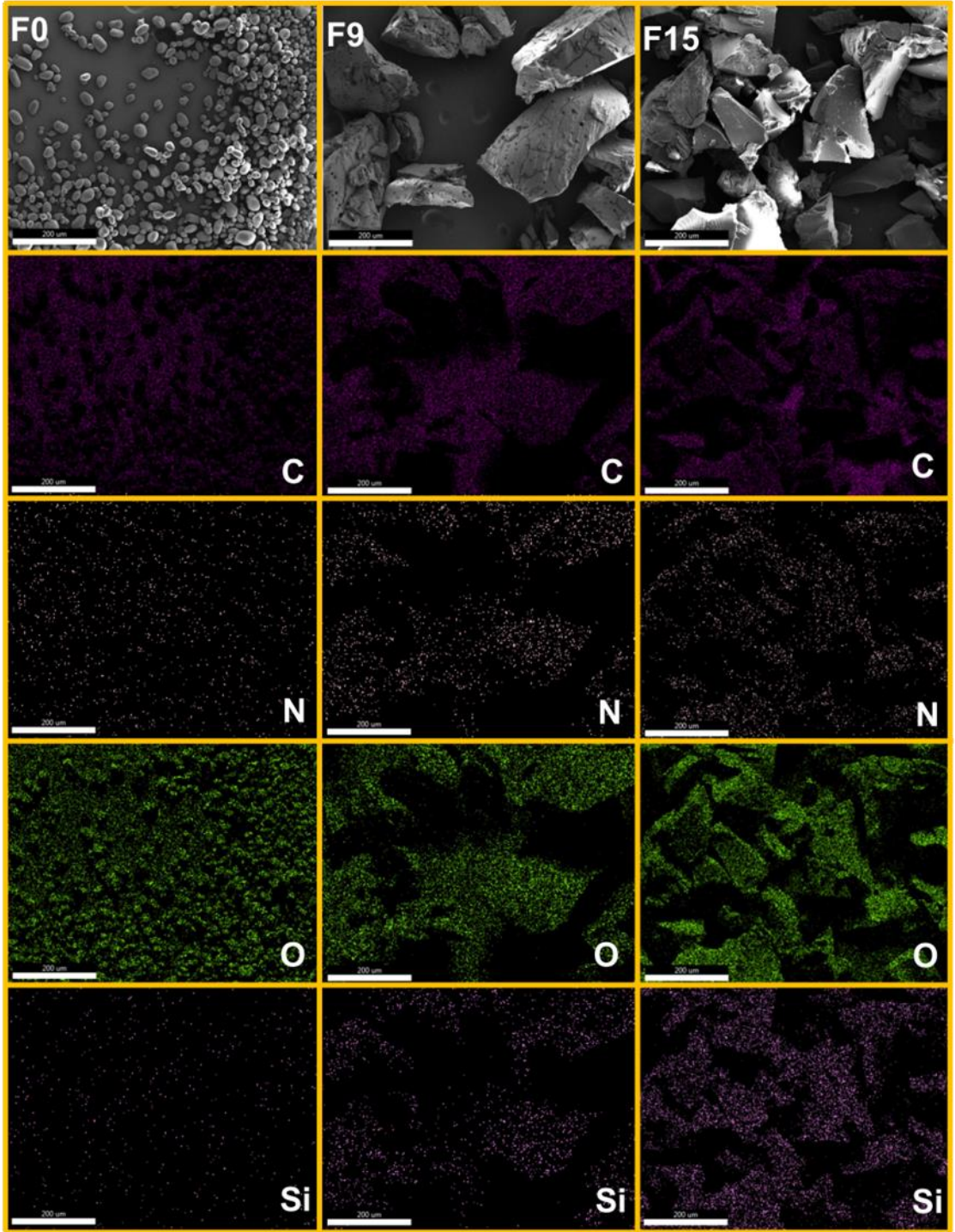


Şekil 4.105: Saf nişasta (F0) ve modifiye nişastaların XPS analizi

atomunun 102,5 eV'daki şiddeti fazladır ve modifiye edilmemiş nişasta da neredeyse hiç yoktur. O atomunun maksimum şiddeti gösterdiği bağlanma enerjisinde F0'a kıyasla F9'da 2,5-4 eV ve F15'te ise 2,7 eV'luk bir artma oluşmuştur, bunun temel nedeni Si-O bağlarındaki O'den kaynaklanabilir. C1s pikleri incelendiğinde F0'da 285,1 eV'da tek bir pik oluşumu gözlemlenirken modifiye nişastalarda iki pik gözlemlenmiştir. Bu iki pik SiQD konsantrasyonu yüksek olan F9'da ayrı bir halde mevcut iken F15'te iç içe girmiştir. F9'daki pikler 285 eV ve 289,3 eV da oluşmuş olmasına karşın F15'teki temelde dekonvolüsyon olmuş iki pik mevcut olup Origin programı ile Shirley metodu temel alınarak piklerin ayrılmış ve ilk pik 284,6 eV, ikinci pik ise 286,1 eV'da oluştuğu Şekil 4.105'te gösterilmiştir. F9'da 4,3 eV, F15'te ise 2,5 eV'luk bağlanma enerjisi kayması ile çıkan ikinci pikler C-Si varlığına atfedilebilir ve Si miktarı arttıkça bant boşluk enerjisi farkı da artabilir. Nişasta yapısı üzerindeki Si QD modifikasyonunun, XPS incelemesi ile açıkça gözlemlenebileceği açıktır ve XPS tarafından tamamlanan yüzey araştırmalarında gerekli atomik etkileşimler açığa çıkartıldı.

Şekil 4.106'da bahsi geçen atomların EDX atomik haritalaması Şekil 4.104'te sunulmuştur. İlk olarak SEM görüntüsünün şablonlanmasının ardından C, N, O ve Si haritalaması yapılmıştır. Bu sonuçlar incelendiğinde C ve O'nin bütün örneklerde normal olarak bulunduğu ancak N ve Si'da farklılıklar gözlemlendi.

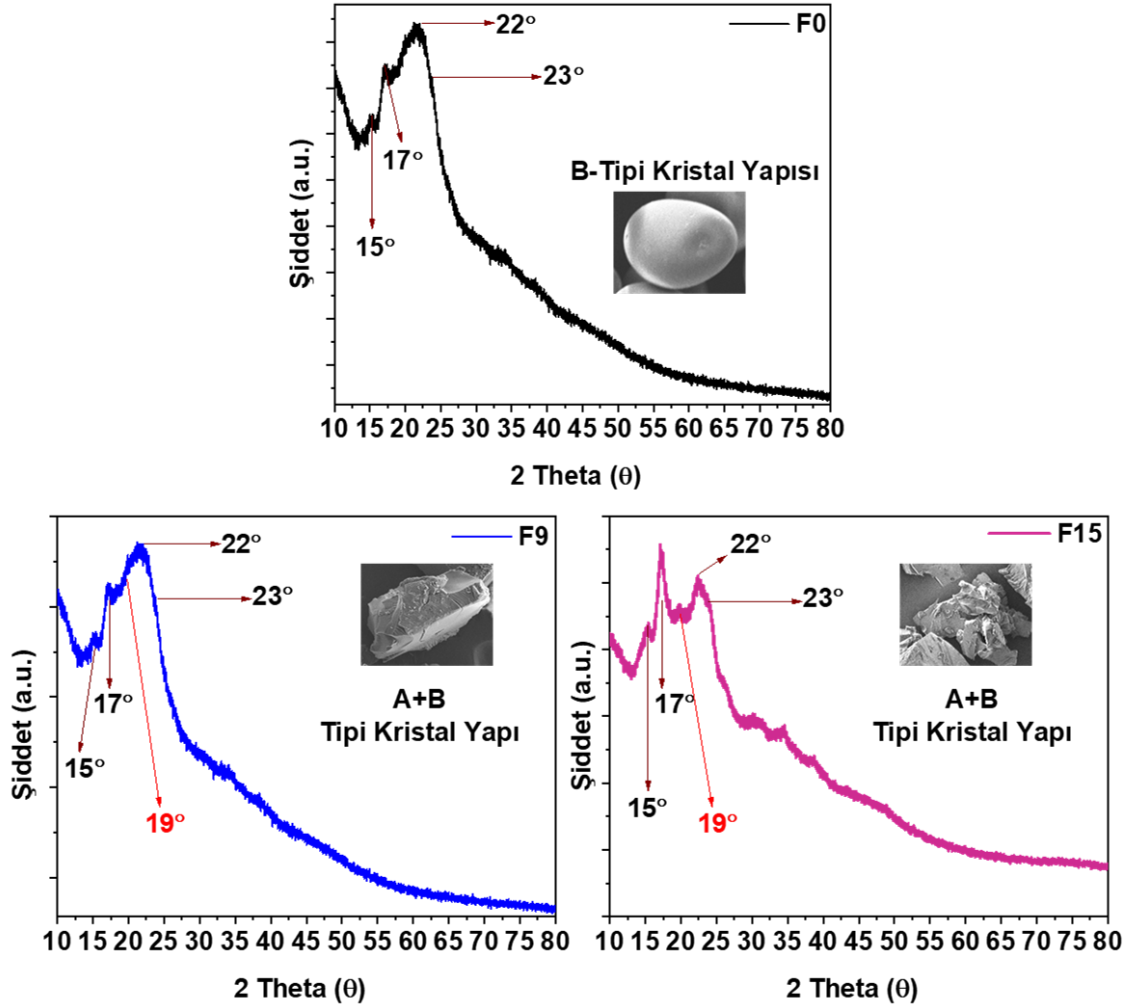
Saf nişastada N ve Si haritalama modeli mevcut değilken F0'a kıyasla modifiye nişastalarda N ve Si haritalaması net bir şekilde gösterilmektedir. N tüm numunelerde nispeten düşük olduğu için, haritalama şablonları parçacık şekillerini neredeyse hiç ortaya çıkarmaz, ancak güvenilir sonuçlar için, sürecin sayım oranı ve haritalama süresi buna göre geliştirildi. Nişastanın kristal yapısı nişastanın fiziksel ve kimyasal aktivite gibi birçok özelliğinde etkin ve önemli bir rol oynar. Yapmış olduğumuz modifikasyon ile şekildeki değişikliği SEM analizi ile görmenin yanı sıra kristal yapısındaki revizyonu Şekil 4.107'de XRD analizi ile gösterildi. XRD sonuçları incelendiğinde patates nişastası ve modifiye nişasta amorf bileşikler için karakteristik olan hale-modeli gözlemlenmiştir ancak kristalize pikler mevcut değildir. Modifiye edilmemiş patates nişastasında 15.23°, 17.26°, 19.97° ve 21.25° yansıma yapmıştır, B-tipi bir kristal yapı sergilemiştir ve bu değerler literatürdeki daha önce yapılmış çalışmalarla da desteklenmektedir (Fonseca vd., 2018; Rodríguez-Pineda vd., 2018; Velásquez-Herrera vd., 2017).



Şekil 4.106: Saf nişasta ve modifiye nişastalarının atomik haritalaması

SiQD'lar ile modifiye edilmiş nişasta 15.22° , 17.14° , 19.75° , 22.36° , 23.77° , 26.33° , 30.84° ve 34.32° kırınım yapmıştır. 22.36° ve 26.33° 'deki yansımalar SiQD'ların

olduğunu desteklemekte ve SiQD'lar ile daha önceki çalışmalarla uyushmaktadır (Al-Agel vd., 2017).

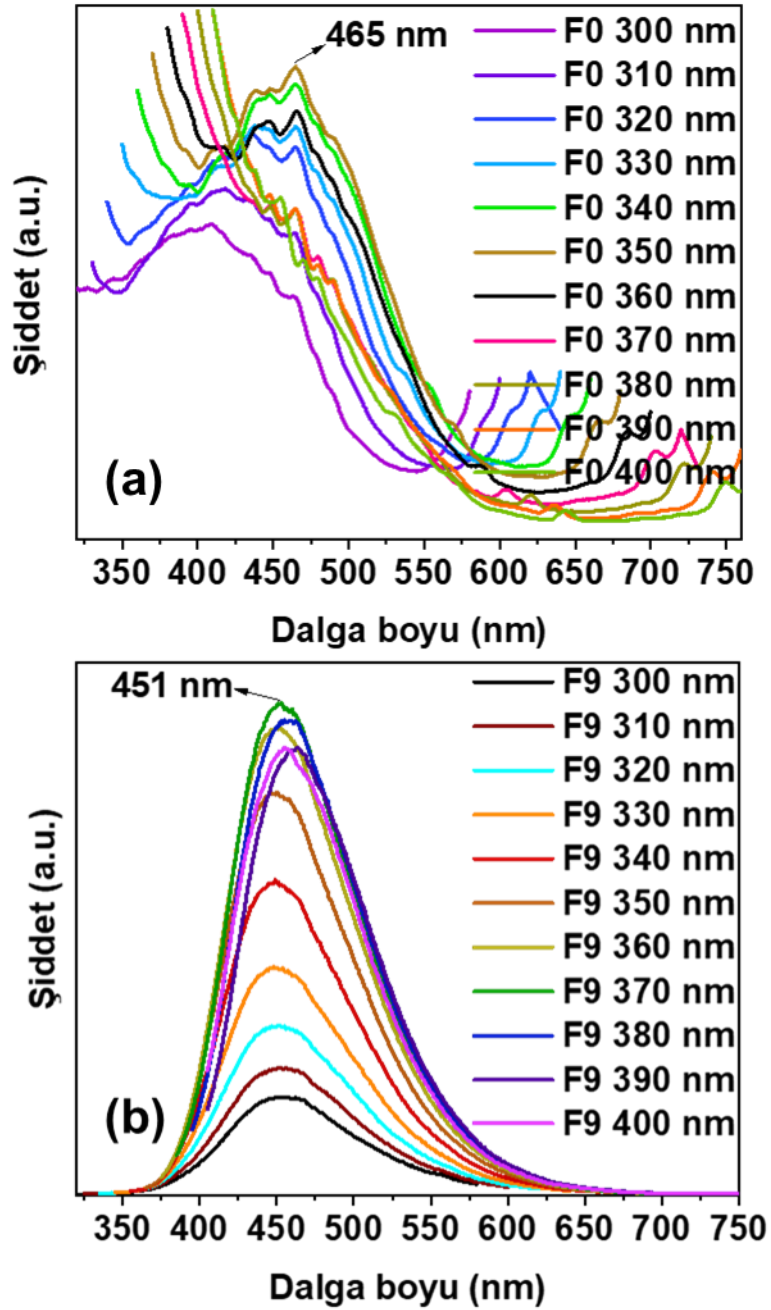


Şekil 4.107: Saf nişasta ve modifiye edilmiş floresan nişastaların XRD analizleri

XRD analizi göstermektedir ki; yarı kristal bir hal oluşumu gerçekleşmiş ve nişasta B kristal yapısından A+B kristal yapısına geçiş sağlamıştır.

Şimdiye kadar yapılan incelemelerde SiQD'lar ile nişasta modifikasyonun gerçekleştiği karakteristik olarak analiz edildi. Barkod niteliği taşımasını sağlayacak olan floresan özelliğinin incelenmesi amacıyla modifiye edilmemiş ve modifiye edilmiş nişastalar, farklı dalga boylarında uyarılmaya tabi tutularak emisyon özellikleri Şekil 4.108'de incelenmiştir. Modifiye edilmemiş nişastanın emisyon yaptığı aralıkta maksimum şiddete sahip olduğu dalga boylarının uyarıldığı dalga boylarına göre çeşitli kaymalar yaşadığı ve bunların homojen bir şekilde gerçekleşmediği

gözlemlendi. Modifiye nişastada ise eşsiz bir homojen dağılım ile floresan emisyonu gerçekleştirmiştir. Bu floresan emisyonda eksitasyon dalga boyuna göre herhangi bir değişim gözlemlenmemiştir.



Şekil 4.108: (a): Saf nişasta ve (b): floresan nişastanın PL analizi ile farklı dalga boylarındaki uyarılmı ile elde edilen emisyon spektrumu

SONUÇ

Bu tez çalışmaları kapsamında nanoyapılar ve polimer yapılar kullanılarak ihtiyaca yönelik nanokompozit yapıların üretilmesi ve polimer yapının modifikasyonu gerçekleştirilmiştir. Bu çalışma mikroplastik kaynaklı çevre kirliliğinin giderilmesi amacıyla miknatıs ile çekilebilen manyetik plastiklerin üretilmesi ile sonuçlanan, plastik malzemelerin üretimi aşamasında yapılabilecek bir çözüm niteliği sunmaktadır. Bu amaçla manyetit nanopartiküllerinin uygun maliyetli ve manyetik alan etkisinde yüksek manyetik momente sahip olacak şekilde sentezlenmesi amaçlandı. Bu nedenle prekürsör madde ve alkali konsantrasyon farklılıklarında birlikte çökeltme yöntemi ile manyetit nanopartikül sentezi gerçekleştirilerek partikül boyutu ve manyetik alan etkisinde maksimum manyetik moment özellikleri incelendi. Bu partiküllerin farklı prekürsörlerdeki manyetik alan etkisinde maksimum manyetik moment özelliğine sahip olan iki nanopartikül seçilerek farklı konsantrasyonlarda selüloz asetat polimerine eklenmesi ve elektroçirime yöntemi kullanılarak nanofiber eldesi gerçekleştirildi. Bu nanofiberler, içeriğindeki partikül ve konsantrasyon parametrelerine göre değerlendirildi. Bu çalışmanın diğer bölümünde ise barkod niteliği taşıyan bir malzemenin üretimi amaçlandı. Bu amaçla floresan SiQD sentezi farklı konsantrasyon ve süre parametrelerinde üretildi. Floresan emisyon yapan bu kuantum partikülleri ile farklı konsantrasyon parametrelerinde nişastanın kimyasal modifikasyonu gerçekleştirildi.

- a. Manyetit nanopartiküllerinin sentezinde birincil amacımız basit ve uygun maliyetli bir üretim metodu ile kontrollü alkali konsantrasyonu ve prekürsör madde değişkenliğine göre manyetik alan etkisinde maksimum manyetik momente sahip olan manyetit nanopartiküllerini elde etmektir.
- b. Bu çalışmada sentezlenen manyetit nanopartikülleri göstermektedir ki alkali konsantrasyonu manyetik alan etkisindeki manyetik momenti doğrudan etkilemektedir.
- c. Alkali konsantrasyonunun farklı prekürsör maddelerde farklı etkiler gösterdiği belirlenmiştir. Prekürsör maddeye bağlı olarak doygunluk noktalarında ve nanopartiküllerin davranışlarında değişimler meydana gelmiştir.
- d. Spesifik olarak Fe^{3+} tuzu olarak $Fe(NO_3)_3 \cdot 9H_2O$ 'ın kullanıldığı nanopartiküllerde düşük miktarlarda alkali ilavesi ile düşük miktarlarda

manyetik moment oluşurken 0,08 mole kadar lineer bir şekilde manyetik momentin arttığı ifade edilebilirken, 0,08-0,09 ve 0,1 mol NaOH ile sentezlenen MNP5, MNP6 ve MNP7 manyetik alan etkisinde yaklaşık olarak 56 emu/g ile $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ 'den sentezlenen nanopartiküller arasında maksimum manyetik moment etkisine sahip olurken konsantrasyonun artması ile manyetik momentin azalabileceği ortaya çıkmıştır.

- e. Fe^{3+} tuzu olarak FeCl_3 'ün kullanıldığı nanopartiküllerde ise bu doygunluk seviyesi 0,01 mol konsantrasyon aralığında belirlenmemiş olup 0,09 mol NaOH ile hazırlanan MNP10 manyetik alan etkisinde FeCl_3 ile sentezlenen nanopartiküller arasında 60,31 emu/g ile maksimum manyetik moment özelliği göstermiştir.
- f. Fe^{3+} tuzu olarak iki farklı prekürsör madde ile hazırlanan nanopartiküller değerlendirilerek maksimum manyetik momentin önplanda olması kaidesiyle etki parametrelerinin de aynı olması amacı ile 0,09 mol NaOH ile sentezlenen nanopartiküller yani MNP6 ve MNP10 nanokompozit yapılara ilave edilmek üzere tercih edilmiştir.
- g. Nanomagnetik plastiklerin üretimi amacıyla öncü bir çalışma niteliği taşıması amacıyla optimize etmiş olduğumuz selüloz asetat nanofiberlerine minimum konsantrasyonlarda manyetit nanopartikülünün ilavesi ile miknatis ile çekilebilir fiberlerin üretilmesi amaçlanmıştır.
- h. Farklı konsantrasyonlarda manyetit ilavesi ile görünümde renksel anlamda değişimler oluşmuş ve konsantrasyon arttıkça fiberlerin rengindeki kahverengileşme de artmıştır.
- i. Fiberlere ilave edilen Fe_3O_4 nanopartikülü miktarı arttıkça FT-IR analizindeki karakteristik Fe-O gerilim bantlarındaki geçirgenliğin konsantrasyona bağlı olarak azaldığı açık bir şekilde gözlemlenmiştir.
- j. Mikroplastiklerin miknatis ile toplanabilmesi amacı ile yapılan nanofiberlerin manyetik momenti VSM analizi ile incelendiğinde konsantrasyon arttıkça manyetik momentin arttığı gözlemlenmiştir.
- k. Nanofiberlerin morfolojik yapıları SEM analizi ile incelenmiş olup MNF0 düzgün yapılı, boncuksuz bir nanofiber yapısı ortaya sunarken partikül katkılı nanofiberlerde boncuk oluşumu gözlemlenmiştir.

- l. Partiküllerden MNP6 ile üretilen MNF5'te, MNP10 ile üretilen MNF10'a kıyasla daha az boncuk oluşumu gözlemlenmiş, boncuk oluşumu ile ters orantılı bir şekilde fiber çaplarında azalmanın meydana geldiği sunulmuştur.
- m. Nanofiberlerin yapısındaki manyetit ilavesi FT-IR, VSM, atomik haritalama, EDX ve XRD analizleri ile doğrulanmıştır.
- n. Genel bir değerlendirme yapılırsa; Fe₃O₄ nanopartikülleri uygun maliyetli ve basit bir yöntemle sentezlendi ve nanofiberlere ilave edildi. Bu nanofiberlerde %3'lük miktarlarda manyetik moment etkisi görülmekte olsa bile %5'lik olanlarının daha işlevsel olabileceği düşünülmektedir.
- o. %5 w/w' lik MNF5 ve MNF10 incelendiğinde manyetik momenti daha yüksek olan MNP10 nanokompozit yapıda daha düşük manyetik moment özelliği göstermiştir. Bu nedenlerden ötürü MNF5 bu öncül çalışma için önemli bir örnek teşkil etmekte ve mikroplastik kirliliği sorununun çevreden toplanması amacıyla olumlu nitelik kazanabilecek bir çalışma olduğu net bir şekilde ifade edilebilir.
- p. SiQD'lar süre ve konsantrasyon açısından farkı parametrelerde incelenmiş olup konsantrasyonu yüksek olan kuantum partiküllerinin süre bazında daha erken floresan özellik gösterdiği belirlenmiştir.
- q. Floresan emisyon göstermesinin ardından 30 dk daha reaksiyona devam edilen iki farklı konsantrasyondaki kuantum partiküllerin UV ışığı altında farklı renklerde görüldüğü konsantrasyonun artmasıyla kuantum partikül boyutunun arttığı, bu nedenle de UV ışığındaki emisyonunun farklı olduğu gösterilmiştir.
- r. Si gıdalarda katkı maddesi olarak kullanılabilen bir yapı olmakla birlikte konsantrasyonlarında sınırlamanın olması nedeni ile farklı konsantrasyonlarda nişastanın modifikasyonu gerçekleştirildi.
- s. Nişastanın modifikasyonu FT-IR, TG/DTA, XRD, SEM, EDX, atomik haritalama ve XPS analizleri ile karakterize edildi.
- t. İlave edilen SiQD miktarına paralel olarak TG/DTA analizi ile kalıntı miktarının doğru orantılı olduğu, XPS, EDX ve atomik haritalama ile yapıdaki Si atomlarının saf patates nişastasına kıyasla var olduğu, XRD analizi ile kristal yapısının değiştiği sunulmuştur.
- u. Modifiye nişastaların gün ışığı görünümü göstermektedir ki nişastanın beyaz ve ince toz yapısı modifikasyon ile değişmiş ve renk olarak sarımtırak bir

renkte daha büyük partikül dağılımına sahip olan yapılar oluşmuştur. Bu yapıların SEM görüntüleri bu değişiklikleri açık ve kesin bir şekilde ortaya sunmuştur.

- v. Modifiye nişasta ile ilk defa SiQD yapıları nişasta moleküllerine tutturularak emisyon yapabilen nişasta elde edilmiştir.

Sonuç olarak, nanopartikül ve kuantum partikülleri kullanılarak çevresel problemlerden mikroplastik kirliliğine bir çözüm önerisi sunulmuş ve ayrıca nişasta ürünlerinin floresan özellikte barkod olarak kullanılabilceği ürünler elde edilmiştir. Nanoteknolojik metotlarla üretilebilen magnetik Fe_3O_4 nanopartiküller vasıtası ile mikroplastik kirliliğine, yeni ve inovatif bir çözüm önerisi sunulmuştur. Çözümde gerçekleştirilen proses kısmen düşük maliyetli, basit bir şekilde uygulanabilen ve plastiklerin çevreden kolay bir şekilde uzaklaştırılabileceği bir yol izlemektedir. Bu çözüm önerisi ile atık plastik/mikroplastiklerin doğadan kolay bir şekilde toplanması ve uzun vadede canlı ekosistemine plastiklerin maruziyeti kısıtlanabilecektir. Ayrıca floresan bir barkod niteliği taşıyabilecek normalde yenilebilir bir gıda malzemesi olan ve birçok endüstride kullanılan nişasta, SiQD'lar ile modifiye edilerek floresan hale yani spesifik bir dalga boyunda görünür bölgede emisyon yapan floresan nişasta haline dönüştürülmüştür.

KAYNAKÇA

- Abbasi, S., Peerzada, M. H., Nizamuddin, S., ve Mubarak, N. M. (2020). Chapter 25— Functionalized nanomaterials for the aerospace, vehicle, and sports industries. In C. Mustansar Hussain (Ed.), *Handbook of Functionalized Nanomaterials for Industrial Applications* (ss. 795–825). Elsevier.
- Abbasi, S., Soltani, N., Keshavarzi, B., Moore, F., Turner, A., ve Hassanaghaei, M. (2018). Microplastics in different tissues of fish and prawn from the Musa Estuary, Persian Gulf. *Chemosphere*, 205: 80–87.
- Agamuthu, P., Mehran, S., Norkhairah, A., ve Norkhairiyah, A. (2019). Marine debris: A review of impacts and global initiatives. *Waste Management ve Research*, 37(10): 987–1002.
- Ahn, Y. C., Park, S. K., Kim, G. T., Hwang, Y. J., Lee, C. G., Shin, H. S., ve Lee, J. K. (2006). Development of high efficiency nanofilters made of nanofibers. *Current Applied Physics*, 6(6): 1030–1035.
- Al-Agel, F. A., Suleiman, J., ve Khan, S. A. (2017). Studies on silicon quantum dots prepared at different working pressure. *Results in Physics*, 7: 1128–1134.
- Al-Ghamdi, A. A., Al-Hazmi, F., Al-Tuwirqi, R. M., Alnowaiser, F., Al-Hartomy, O. A., El-Tantawy, F., ve Yakuphanoglu, F. (2013). Synthesis, magnetic and ethanol gas sensing properties of semiconducting magnetite nanoparticles. *Solid State Sciences*, 19: 111–116.
- Allen, S., Allen, D., Phoenix, V. R., Le Roux, G., Durántez Jiménez, P., Simonneau, A., Binet, S., ve Galop, D. (2019). Atmospheric transport and deposition of microplastics in a remote mountain catchment. *Nature Geoscience*, 12(5): 339–344.
- Amato-Lourenço, L. F., Carvalho-Oliveira, R., Júnior, G. R., dos Santos Galvão, L., Ando, R. A., ve Mauad, T. (2021). Presence of airborne microplastics in human lung tissue. *Journal of Hazardous Materials*, 416: 126124.

- Andra, S., Balu, S. kumar, Jeevanandam, J., ve Muthalagu, M. (2021). Emerging nanomaterials for antibacterial textile fabrication. *Naunyn-Schmiedeberg's Archives of Pharmacology*, 394(7): 1355–1382.
- Andrady, A. L. (Ed.). (2003). *Plastics and the Environment*. John Wiley ve Sons.
- Andrady, A. L. (2008). *Science and Technology of Polymer Nanofibers*. John Wiley ve Sons.
- Andrady, A. L. (2011). Microplastics in the marine environment. *Marine Pollution Bulletin*, 62(8): 1596–1605.
- Anton, F. (1934). *Process and apparatus for preparing artificial threads* (United States Patent No. US1975504A). <https://patents.google.com/patent/US1975504A/en> (Erişim Tarihi: 2 Haziran 2022)
- Anton, F. (1938). *Artificial fiber construction* (United States Patent No. US2109333A). <https://patents.google.com/patent/US2109333A/en> (Erişim Tarihi: 2 Haziran 2022)
- Anton, F. (1939). *Method of producing artificial fibers* (United States Patent No. US2158415A). <https://patents.google.com/patent/US2158415A/en?inventor=Formhals+Anton> (Erişim Tarihi: 2 Haziran 2022)
- Anton, F. (1940). *Artificial thread and method of producing same* (United States Patent No. US2187306A). <https://patents.google.com/patent/US2187306A/en?inventor=Formhals+Anton> (Erişim Tarihi: 2 Haziran 2022)
- Anton, F. (1943). *Production of artificial fibers from fiber forming liquids* (United States Patent No. US2323025A). <https://patents.google.com/patent/US2323025A/en?inventor=Formhals+Anton> (Erişim Tarihi: 2 Haziran 2022)
- Ariza-Tarazona, M. C., Villarreal-Chiu, J. F., Barbieri, V., Siligardi, C., ve Cedillo-González, E. I. (2019). New strategy for microplastic degradation: Green photocatalysis using a protein-based porous N-TiO₂ semiconductor. *Ceramics International*, 45(7): 9618–9624.

- Arslan, O., Arpac, E., ve Sayilkan, H. (2010). Siliconcarbide Embedded Hybrid Nanocomposites as Abrasion Resistant Coating. *Journal of Inorganic and Organometallic Polymers and Materials*, 20(2): 284–292.
- Arslan, O., Aytac, Z., ve Uyar, T. (2016). Superhydrophobic, Hybrid, Electrospun Cellulose Acetate Nanofibrous Mats for Oil/Water Separation by Tailored Surface Modification. *ACS Applied Materials ve Interfaces*, 8(30): 19747–19754.
- Arslan, O., Aytac, Z., ve Uyar, T. (2017). Fluorescent Si QD decoration onto a flexible polymeric electrospun nanofibrous mat for the colorimetric sensing of TNT. *Journal of Materials Chemistry C*, 5(7): 1816–1825.
- Asaro, L., Gratton, M., Seghar, S., ve Aït Hocine, N. (2018). Recycling of rubber wastes by devulcanization. *Resources, Conservation and Recycling*, 133: 250–262.
- Aytac, Z., ve Uyar, T. (2017). Core-shell nanofibers of curcumin/cyclodextrin inclusion complex and polylactic acid: Enhanced water solubility and slow release of curcumin. *International Journal of Pharmaceutics*, 518(1): 177–184.
- Bahadur, A., Saeed, A., Shoaib, M., Iqbal, S., Bashir, M. I., Waqas, M., Hussain, M. N., ve Abbas, N. (2017). Eco-friendly synthesis of magnetite (Fe₃O₄) nanoparticles with tunable size: Dielectric, magnetic, thermal and optical studies. *Materials Chemistry and Physics*, 198: 229–235.
- Ballent, A., Purser, A., de Jesus Mendes, P., Pando, S., ve Thomsen, L. (2012). Physical transport properties of marine microplastic pollution. *Biogeosciences Discussions*, 9(12).
- Barhoum, A., Rasouli, R., Yousefzadeh, M., Rahier, H., ve Bechelany, M. (2019). Nanofiber Technologies: History and Development. In A. Barhoum, M. Bechelany, ve A. S. H. Makhoulouf (Eds.), *Handbook of Nanofibers* (ss. 3–43). Springer International Publishing.
- Basavegowda, N., Mishra, K., ve Lee, Y. R. (2014). Sonochemically synthesized ferromagnetic Fe₃O₄ nanoparticles as a recyclable catalyst for the

- preparation of pyrrolo[3,4-c]quinoline-1,3-dione derivatives. *RSC Advances*, 4(106): 61660–61666.
- Biron, M. (2012). *Thermoplastics and Thermoplastic Composites*. William Andrew.
- Bissen, R., ve Chawchai, S. (2020). Microplastics on beaches along the eastern Gulf of Thailand – A preliminary study. *Marine Pollution Bulletin*, 157: 111345.
- Boberg, J., Granby, K., Svingen, T., ve Vinggaard, A. M. (2018). Environmental Toxicology: Plastics. In M. Skinner (Ed.), *Encyclopedia of Reproduction* (Vol. 1, pp. 619–623). Academic Press.
- Boerger, C. M., Lattin, G. L., Moore, S. L., ve Moore, C. J. (2010). Plastic ingestion by planktivorous fishes in the North Pacific Central Gyre. *Marine Pollution Bulletin*, 60(12): 2275–2278.
- Bonten, C., ve Haberstroh, E. (2012). *Processing of Plastics into Structural Components*: 355–368.
- Boots, B., Russell, C. W., ve Green, D. S. (2019). Effects of Microplastics in Soil Ecosystems: Above and Below Ground. *Environmental Science ve Technology*, 53(19): 11496–11506.
- Börsig, N., Scheinost, A. C., Schild, D., ve Neumann, T. (2021). Mechanisms of selenium removal by partially oxidized magnetite nanoparticles for wastewater remediation. *Applied Geochemistry*, 132: 105062.
- Bragg, W. H. (1915). The Structure of Magnetite and the Spinels. *Nature*, 95(2386): 561–561.
- Brydson, J. A. (1999). *Plastics Materials*. Elsevier.
- Casper, C. L., Stephens, J. S., Tassi, N. G., Chase, D. B., ve Rabolt, J. F. (2004). Controlling Surface Morphology of Electrospun Polystyrene Fibers: Effect of Humidity and Molecular Weight in the Electrospinning Process. *Macromolecules*, 37(2): 573–578.
- Çevik, C., ve Gündoğdu, S. (2018). Quantity and types of microplastics in the tissues of the spiny oysters *Spondylus spinosus* Schreibers, 1793 (Mollusca, Bivalvia) in the Yumurtalık Bight (Iskenderun Bay, The northeastern coast of Levantine Sea). *Marfresh*, 1793(October): 254-258

- Chakrabarty, S., ve Jasuja, K. (2022). Applications of Nanomaterials in the Textile Industry. In L. M. Pandey ve A. Hasan (Eds.), *Nanoscale Engineering of Biomaterials: Properties and Applications* (pp. 567–587). Springer.
- Charitidis, C. A., Georgiou, P., Koklioti, M. A., Trompeta, A.-F., ve Markakis, V. (2014). Manufacturing nanomaterials: From research to industry. *Manufacturing Review, 1*: 11.
- Chausali, N., Saxena, J., ve Prasad, R. (2022). Recent trends in nanotechnology applications of bio-based packaging. *Journal of Agriculture and Food Research, 7*: 100257.
- Chen, Q., Yu, H., Wang, L., Abdin, Z. ul, Chen, Y., Wang, J., Zhou, W., Yang, X., Khan, R. U., Zhang, H., ve Chen, X. (2015). Recent progress in chemical modification of starch and its applications. *RSC Advances, 5*(83): 67459–67474.
- Cheng, X., B. Lowe, S., J. Reece, P., ve Justin Gooding, J. (2014). Colloidal silicon quantum dots: From preparation to the modification of self-assembled monolayers (SAMs) for bio-applications. *Chemical Society Reviews, 43*(8): 2680–2700.
- Christensen, P. R., Scheuermann, A. M., Loeffler, K. E., ve Helms, B. A. (2019). Closed-loop recycling of plastics enabled by dynamic covalent diketoenamine bonds. *Nature Chemistry, 11*(5): 442–448.
- Cole, M., Lindeque, P., Fileman, E., Halsband, C., Goodhead, R., Moger, J., ve Galloway, T. S. (2013). Microplastic Ingestion by Zooplankton. *Environmental Science ve Technology, 47*(12): 6646–6655.
- Cole, M., Lindeque, P., Halsband, C., ve Galloway, T. S. (2011). Microplastics as contaminants in the marine environment: A review. *Marine Pollution Bulletin, 62*(12): 2588–2597.
- Collard, F., Gilbert, B., Compère, P., Eppe, G., Das, K., Jauniaux, T., ve Parmentier, E. (2017). Microplastics in livers of European anchovies (*Engraulis encrasicolus*, L.). *Environmental Pollution, 229*: 1000–1005.

- Conkle, J. L., Báez Del Valle, C. D., ve Turner, J. W. (2018). Are We Underestimating Microplastic Contamination in Aquatic Environments? *Environmental Management*, 61(1): 1–8.
- Cooley, J. F. (1902). *Apparatus for electrically dispersing fluids* (United States Patent No. US692631A). <https://patents.google.com/patent/US692631A/en> (Erişim Tarihi: 2 Haziran 2022)
- Corinaldesi, C., Canensi, S., Dell’Anno, A., Tangherlini, M., Di Capua, I., Varrella, S., Willis, T. J., Cerrano, C., ve Danovaro, R. (2021). Multiple impacts of microplastics can threaten marine habitat-forming species. *Communications Biology*, 4(1): 1–13.
- Cornell, R., ve Schwertmann, U. (2003). The Iron Oxides: Structure, Properties, Reactions, Occurrence and Uses. In *The Iron Oxides: Structure, Properties, Reactions, Occurrence and Uses* (Vol. 2, p. 71). Wiley-vch.
- Corradini, F., Meza, P., Eguiluz, R., Casado, F., Huerta-Lwanga, E., ve Geissen, V. (2019). Evidence of microplastic accumulation in agricultural soils from sewage sludge disposal. *Science of The Total Environment*, 671: 411–420.
- Crawford, C. B., ve Quinn, B. (2017). *The emergence of plastics* (pp. 1–17). Elsevier.
- Crawford, R. J., ve Martin, P. (2020). *Plastics Engineering*. Butterworth-Heinemann.
- Cullity, B. D. (1956). *Elements of X-ray Diffraction*. Addison-Wesley Publishing.
- da Costa, J. P., Santos, P. S. M., Duarte, A. C., ve Rocha-Santos, T. (2016). (Nano)plastics in the environment – Sources, fates and effects. *Science of The Total Environment*, 566–567: 15–26.
- Danopoulos, E., Twiddy, M., ve Rotchell, J. M. (2020). Microplastic contamination of drinking water: A systematic review. *PLOS ONE*, 15(7): e0236838.
- Daou, T. J., Pourroy, G., Bégin-Colin, S., Grenèche, J. M., Ulhaq-Bouillet, C., Legaré, P., Bernhardt, P., Leuvre, C., ve Rogez, G. (2006). Hydrothermal Synthesis of Monodisperse Magnetite Nanoparticles. *Chemistry of Materials*, 18(18): 4399–4404.

- Davidson, M. G., Furlong, R. A., ve McManus, M. C. (2021). Developments in the life cycle assessment of chemical recycling of plastic waste – A review. *Journal of Cleaner Production*, 293: 126163.
- De Falco, F., Di Pace, E., Cocca, M., ve Avella, M. (2019). The contribution of washing processes of synthetic clothes to microplastic pollution. *Scientific Reports*, 9(1): 6633.
- Deitzel, J. M., Kleinmeyer, J., Harris, D., ve Beck Tan, N. C. (2001). The effect of processing variables on the morphology of electrospun nanofibers and textiles. *Polymer*, 42(1): 261–272.
- De-la-Torre, G. E. (2020). Microplastics: An emerging threat to food security and human health. *Journal of Food Science and Technology*, 57(5): 1601–1608.
- De-la-Torre, G. E., Dioses-Salinas, D. C., Castro, J. M., Antay, R., Fernández, N. Y., Espinoza-Morriberón, D., ve Saldaña-Serrano, M. (2020). Abundance and distribution of microplastics on sandy beaches of Lima, Peru. *Marine Pollution Bulletin*, 151: 110877.
- Desforges, J.-P. W., Galbraith, M., Dangerfield, N., ve Ross, P. S. (2014). Widespread distribution of microplastics in subsurface seawater in the NE Pacific Ocean. *Marine Pollution Bulletin*, 79(1): 94–99.
- Desforges, J.-P. W., Galbraith, M., ve Ross, P. S. (2015). Ingestion of Microplastics by Zooplankton in the Northeast Pacific Ocean. *Archives of Environmental Contamination and Toxicology*, 69(3): 320–330.
- Din, Z., Xiong, H., ve Fei, P. (2017). Physical and chemical modification of starches: A review. *Critical Reviews in Food Science and Nutrition*, 57(12): 2691–2705.
- Dobson, J. (2006). Magnetic nanoparticles for drug delivery. *Drug Development Research*, 67(1): 55–60.
- Dodiuk, H. (2021). *Handbook of Thermoset Plastics*. William Andrew.
- Dris, R., Gasperi, J., Saad, M., Mirande, C., ve Tassin, B. (2016). Synthetic fibers in atmospheric fallout: A source of microplastics in the environment? *Marine Pollution Bulletin*, 104(1): 290–293.

- Du, F., Cai, H., Zhang, Q., Chen, Q., ve Shi, H. (2020). Microplastics in take-out food containers. *Journal of Hazardous Materials*, 399: 122969.
- Eerkes-Medrano, D., Thompson, R. C., ve Aldridge, D. C. (2015). Microplastics in freshwater systems: A review of the emerging threats, identification of knowledge gaps and prioritisation of research needs. *Water Research*, 75: 63–82.
- Eltouny, N., ve Ariya, P. A. (2014). Competing reactions of selected atmospheric gases on Fe₃O₄ nanoparticles surfaces. *Physical Chemistry Chemical Physics*, 16(42): 23056–23066.
- Eriksen, M., Lebreton, L. C. M., Carson, H. S., Thiel, M., Moore, C. J., Borerro, J. C., Galgani, F., Ryan, P. G., ve Reisser, J. (2014). Plastic Pollution in the World's Oceans: More than 5 Trillion Plastic Pieces Weighing over 250,000 Tons Afloat at Sea. *PLOS ONE*, 9(12): e111913.
- Fadare, O. O., Wan, B., Guo, L.-H., ve Zhao, L. (2020). Microplastics from consumer plastic food containers: Are we consuming it? *Chemosphere*, 253: 126787.
- Fashandi, H., ve Karimi, M. (2012). Pore formation in polystyrene fiber by superimposing temperature and relative humidity of electrospinning atmosphere. *Polymer*, 53(25): 5832–5849.
- Foekema, E. M., De Gruijter, C., Mergia, M. T., van Franeker, J. A., Murk, A. J., ve Koelmans, A. A. (2013). Plastic in North Sea Fish. *Environmental Science ve Technology*, 47(15): 8818–8824.
- Fonseca, L. M., Henkes, A. K., Bruni, G. P., Viana, L. A. N., de Moura, C. M., Flores, W. H., ve Galio, A. F. (2018). Fabrication and Characterization of Native and Oxidized Potato Starch Biodegradable Films. *Food Biophysics*, 13(2): 163–174.
- Fowler, C. W. (1987). Marine debris and northern fur seals: A case study. *Marine Pollution Bulletin*, 18(6, Supplement B): 326–335.
- Frias, J. P. G. L., ve Nash, R. (2019). Microplastics: Finding a consensus on the definition. *Marine Pollution Bulletin*, 138: 145–147.

- Fu, W., Min, J., Jiang, W., Li, Y., ve Zhang, W. (2020). Separation, characterization and identification of microplastics and nanoplastics in the environment. *Science of The Total Environment*, 721: 137561.
- Fu, X., Cai, J., Zhang, X., Li, W.-D., Ge, H., ve Hu, Y. (2018). Top-down fabrication of shape-controlled, monodisperse nanoparticles for biomedical applications. *Advanced Drug Delivery Reviews*, 132: 169–187.
- GESAMP. (2015). *Sources, fate and effects of microplastics in the marine environment: A global assessment* (GESAMP Reports ve Studies Series No. 90). International Maritime Organization. <http://localhost:8080/xmlui/handle/123456789/735> (Erişim Tarihi: 4 Mart 2022)
- Gotić, M., Jurkin, T., ve Musić, S. (2007). Factors that may influence the micro-emulsion synthesis of nanosize magnetite particles. *Colloid and Polymer Science*, 285(7): 793–800.
- Grubbs, R. B. (2007). Roles of Polymer Ligands in Nanoparticle Stabilization. *Polymer Reviews*, 47(2): 197–215.
- Gündoğdu, S. (2018). Contamination of table salts from Turkey with microplastics. *Food Additives ve Contaminants: Part A*, 35(5): 1006–1014.
- Gündoğdu, S., Çevik, C., ve Ataş, N. T. (2020). Stuffed with microplastics: Microplastic occurrence in traditional stuffed mussels sold in the Turkish market. *Food Bioscience*, 37: 100715.
- Hajdú, A., Illés, E., Tombácz, E., ve Borbáth, I. (2009). Surface charging, polyanionic coating and colloid stability of magnetite nanoparticles. *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, 347(1): 104–108.
- Hale, R. C., Seeley, M. E., La Guardia, M. J., Mai, L., ve Zeng, E. Y. (2020). A Global Perspective on Microplastics. *Journal of Geophysical Research: Oceans*, 125(1): e2018JC014719.
- Hanif, M. A., Ibrahim, N., Dahalan, F. A., Ali, U. F. M., Hasan, M., ve Jalil, A. A. (2022). Microplastics and nanoplastics: Recent literature studies and patents on their removal from aqueous environment. *Science of The Total Environment*, 810: 152115.

- Hartmann, N. B., Hüffer, T., Thompson, R. C., Hassellöv, M., Verschoor, A., Daugaard, A. E., Rist, S., Karlsson, T., Brennholt, N., Cole, M., Herrling, M. P., Hess, M. C., Ivleva, N. P., Lusher, A. L., ve Wagner, M. (2019). Are We Speaking the Same Language? Recommendations for a Definition and Categorization Framework for Plastic Debris. *Environmental Science ve Technology*, 53(3): 1039–1047.
- He, H., Kara, Y., ve Molnar, K. (2019). Effect of needle characteristic on fibrous PEO produced by electrospinning. *Resolution and Discovery*, 4(1): 7–11.
- Herrera, A., Asensio, M., Martínez, I., Santana, A., Packard, T., ve Gómez, M. (2018). Microplastic and tar pollution on three Canary Islands beaches: An annual study. *Marine Pollution Bulletin*, 129(2): 494–502.
- Hnaiein, M., Hassen, W. M., Abdelghani, A., Fournier-Wirth, C., Coste, J., Bessueille, F., Leonard, D., ve Jaffrezic-Renault, N. (2008). A conductometric immunosensor based on functionalized magnetite nanoparticles for E. coli detection. *Electrochemistry Communications*, 10(8): 1152–1154.
- Hoover, R. (2001). Composition, molecular structure, and physicochemical properties of tuber and root starches: A review. *Carbohydrate Polymers*, 45(3): 253–267.
- Hu, A., Yee, G. T., ve Lin, W. (2005). Magnetically Recoverable Chiral Catalysts Immobilized on Magnetite Nanoparticles for Asymmetric Hydrogenation of Aromatic Ketones. *Journal of the American Chemical Society*, 127(36): 12486–12487.
- Hu, X., Su, T., Pan, W., Li, P., ve Wang, Z. (2017). Difference in solid-state properties and enzymatic degradation of three kinds of poly(butylene succinate)/cellulose blends. *RSC Advances*, 7(56): 35496–35503.
- Huang, J., Veksha, A., Chan, W. P., Giannis, A., ve Lisak, G. (2022). Chemical recycling of plastic waste for sustainable material management: A prospective review on catalysts and processes. *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, 154: 111866.

- Huang, Z.-M., Zhang, Y.-Z., Kotaki, M., ve Ramakrishna, S. (2003). A review on polymer nanofibers by electrospinning and their applications in nanocomposites. *Composites Science and Technology*, 63(15): 2223–2253.
- Hwang, J., Choi, D., Han, S., Jung, S. Y., Choi, J., ve Hong, J. (2020). Potential toxicity of polystyrene microplastic particles. *Scientific Reports*, 10(1): 1–12.
- Ibeh, C. C. (2011). *Thermoplastic Materials: Properties, Manufacturing Methods, and Applications*. CRC Press.
- Iida, H., Takayanagi, K., Nakanishi, T., ve Osaka, T. (2007). Synthesis of Fe₃O₄ nanoparticles with various sizes and magnetic properties by controlled hydrolysis. *Journal of Colloid and Interface Science*, 314(1): 274–280.
- Jha, P., Dharmalingam, K., Nishizu, T., Katsuno, N., ve Anandalakshmi, R. (2020). Effect of Amylose–Amylopectin Ratios on Physical, Mechanical, and Thermal Properties of Starch-Based Bionanocomposite Films Incorporated with CMC and Nanoclay. *Starch - Stärke*, 72(1–2): 1900121.
- Jiang, J., Shi, K., Zhang, X., Yu, K., Zhang, H., He, J., Ju, Y., ve Liu, J. (2022). From plastic waste to wealth using chemical recycling: A review. *Journal of Environmental Chemical Engineering*, 10(1): 106867.
- Jiang, R., Lu, G., Yan, Z., Liu, J., Wu, D., ve Wang, Y. (2021). Microplastic degradation by hydroxy-rich bismuth oxychloride. *Journal of Hazardous Materials*, 405: 124247.
- Jiang, X., Chen, H., Liao, Y., Ye, Z., Li, M., ve Klobučar, G. (2019). Ecotoxicity and genotoxicity of polystyrene microplastics on higher plant *Vicia faba*. *Environmental Pollution*, 250: 831–838.
- Karami, A., Golieskardi, A., Ho, Y. B., Larat, V., ve Salamatinia, B. (2017). Microplastics in eviscerated flesh and excised organs of dried fish. *Scientific Reports*, 7(1): 5473.
- Karthik, R., Robin, R. S., Purvaja, R., Ganguly, D., Anandavelu, I., Raghuraman, R., Hariharan, G., Ramakrishna, A., ve Ramesh, R. (2018). Microplastics along the beaches of southeast coast of India. *Science of The Total Environment*, 645: 1388–1399.

- Katz, E. (2019). Synthesis, Properties and Applications of Magnetic Nanoparticles and Nanowires—A Brief Introduction. *Magnetochemistry*, 5(4): 61.
- Kaur, B., Ariffin, F., ve Karim, A. A. (2012). Progress in starch modification in the last decade. *Food Hydrocolloids*, 26(2): 398–404.
- Kedzierski, M., Lechat, B., Sire, O., Le Maguer, G., Le Tilly, V., ve Bruzard, S. (2020). Microplastic contamination of packaged meat: Occurrence and associated risks. *Food Packaging and Shelf Life*, 24: 100489.
- Kim, J., Jeong, J., Hyun, Y., Chung, S. K., ve Lee, J. (2021). Electrostatic Stabilization of Nano Liquid Metals in Doped Nonpolar Liquids. *Small*, 17(45): 2104143.
- Kim, K.-C., Kim, E.-K., Lee, J.-O., ve Kim, Y.-S. (2006). Characterization of magnetic nanoparticles synthesized by sonomechanical method. *2006 IEEE Nanotechnology Materials and Devices Conference*, 1: 600–601.
- Kloxin, C. J., Scott, T. F., Adzima, B. J., ve Bowman, C. N. (2010). Covalent Adaptable Networks (CANs): A Unique Paradigm in Cross-Linked Polymers. *Macromolecules*, 43(6): 2643–2653.
- Kosuth, M., Mason, S. A., ve Wattenberg, E. V. (2018). Anthropogenic contamination of tap water, beer, and sea salt. *PLOS ONE*, 13(4): e0194970.
- Kuniak, L., ve Marchessault, R. H. (1972). Study of the Crosslinking Reaction between Epichlorohydrin and Starch. *Starch- Stärke*, 24(4): 110–116.
- Kutralam-Muniasamy, G., Pérez-Guevara, F., Elizalde-Martínez, I., ve Shruti, V. C. (2020). Branded milks – Are they immune from microplastics contamination? *Science of The Total Environment*, 714: 136823.
- Lack, S., Dulong, V., Picton, L., Le Cerf, D., ve Condamine, E. (2007). High-resolution nuclear magnetic resonance spectroscopy studies of polysaccharides crosslinked by sodium trimetaphosphate: A proposal for the reaction mechanism. *Carbohydrate Research*, 342(7): 943–953.
- LaMer, V. K., ve Dinegar, R. H. (1950). Theory, Production and Mechanism of Formation of Monodispersed Hydrosols. *ACS Publications*, 72(4847–4854).
- Lasheen, M. R., El-Sherif, I. Y., Sabry, D. Y., El-Wakeel, S. T., ve El-Shahat, M. F. (2016). Adsorption of heavy metals from aqueous solution by magnetite

- nanoparticles and magnetite-kaolinite nanocomposite: Equilibrium, isotherm and kinetic study. *Desalination and Water Treatment*, 57(37): 17421–17429.
- Lee, H., Nishino, M., Sohn, D., Lee, J. S., ve Kim, I. S. (2018). Control of the morphology of cellulose acetate nanofibers via electrospinning. *Cellulose*, 25(5): 2829–2837.
- Lee, J., Kwon, E. E., Lam, S. S., Chen, W.-H., Rinklebe, J., ve Park, Y.-K. (2021). Chemical recycling of plastic waste via thermocatalytic routes. *Journal of Cleaner Production*, 321: 128989.
- Lemine, O. M., Omri, K., Zhang, B., El Mir, L., Sajieddine, M., Alyamani, A., ve Bououdina, M. (2012). Sol–gel synthesis of 8nm magnetite (Fe₃O₄) nanoparticles and their magnetic properties. *Superlattices and Microstructures*, 52(4): 793–799.
- Leung, V., ve Ko, F. (2011). Biomedical applications of nanofibers. *Polymers for Advanced Technologies*, 22(3): 350–365.
- Li, D., Shi, Y., Yang, L., Xiao, L., Kehoe, D. K., Gun'ko, Y. K., Boland, J. J., ve Wang, J. J. (2020). Microplastic release from the degradation of polypropylene feeding bottles during infant formula preparation. *Nature Food*, 1(11): 746–754.
- Li, Q., Mahendra, S., Lyon, D. Y., Brunet, L., Liga, M. V., Li, D., ve Alvarez, P. J. J. (2008). Antimicrobial nanomaterials for water disinfection and microbial control: Potential applications and implications. *Water Research*, 42(18): 4591–4602.
- Li, Z., ve Wang, C. (2013). Effects of Working Parameters on Electrospinning. In Z. Li ve C. Wang (Eds.), *One-Dimensional nanostructures: Electrospinning Technique and Unique Nanofibers* (pp. 15–28). Springer.
- Liebezeit, G., ve Liebezeit, E. (2013). Non-pollen particulates in honey and sugar. *Food Additives ve Contaminants: Part A*, 30(12): 2136–2140.
- Lindeque, P. K., Cole, M., Coppock, R. L., Lewis, C. N., Miller, R. Z., Watts, A. J. R., Wilson-McNeal, A., Wright, S. L., ve Galloway, T. S. (2020). Are we underestimating microplastic abundance in the marine environment? A

- comparison of microplastic capture with nets of different mesh-size. *Environmental Pollution*, 265: 114721.
- Liu, C., Hsu, P.-C., Lee, H.-W., Ye, M., Zheng, G., Liu, N., Li, W., ve Cui, Y. (2015). Transparent air filter for high-efficiency PM2.5 capture. *Nature Communications*, 6(1): 6205.
- Liu, Y., Yang, L., Ma, C., ve Zhang, Y. (2019). Thermal Behavior of Sweet Potato Starch by Non-Isothermal Thermogravimetric Analysis. *Materials*, 12(5): 699.
- Lozano, Y. M., ve Rillig, M. C. (2020). Effects of Microplastic Fibers and Drought on Plant Communities. *Environmental Science ve Technology*, 54(10): 6166–6173.
- Luo, Z.-G., ve Shi, Y.-C. (2012). Preparation of Acetylated Waxy, Normal, and High-Amylose Maize Starches with Intermediate Degrees of Substitution in Aqueous Solution and Their Properties. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 60(37): 9468–9475.
- Lusher, A. L., McHugh, M., ve Thompson, R. C. (2013). Occurrence of microplastics in the gastrointestinal tract of pelagic and demersal fish from the English Channel. *Marine Pollution Bulletin*, 67(1): 94–99.
- Majewski, P., ve Thierry, B. (2007). Functionalized Magnetite Nanoparticles—Synthesis, Properties, and Bio-Applications. *Critical Reviews in Solid State and Materials Sciences*.
- Majidi, S., Sehrig, F. Z., Farkhani, S. M., Goloujeh, M. S., ve Akbarzadeh, A. (2014). Current methods for synthesis of magnetic nanoparticles. *Artificial Cells, Nanomedicine, and Biotechnology*., 44(2): 722-734.
- Maniglia, B. C., Castanha, N., Le-Bail, P., Le-Bail, A., ve Augusto, P. E. D. (2021). Starch modification through environmentally friendly alternatives: A review. *Critical Reviews in Food Science and Nutrition*, 61(15): 2482–2505.
- Mashayekhi, M., Ghani, K., Shoja Razavi, R., ve Kiomarsipour, N. (2015). Synthesis of porous magnetite Fe₃O₄ and its application in thermal control coatings as new black pigment. *Journal of Coatings Technology and Research*, 12(6): 1065–1071.

- Masina, N., Choonara, Y. E., Kumar, P., du Toit, L. C., Govender, M., Indermun, S., ve Pillay, V. (2017). A review of the chemical modification techniques of starch. *Carbohydrate Polymers*, 157: 1226–1236.
- Matta Junior, M. D., Castanha, N., dos Anjos, C. B. P., Augusto, P. E. D., ve Sarmiento, S. B. S. (2019). Ozone technology as an alternative to fermentative processes to improve the oven-expansion properties of cassava starch. *Food Research International*, 123: 56–63.
- Mb, M., Mj, Y., Tj, K., Eg, K., USa, I., Mk, Y., ve Dj, W. (2013). Characterization and Thermomechanical Properties of Thermoplastic Potato Starch. *Research ve Reviews: Journal of Engineering and Technology*, 2(4): 9–16.
- Mintenig, S. M., Löder, M. G. J., Primpke, S., ve Gerdts, G. (2019). Low numbers of microplastics detected in drinking water from ground water sources. *Science of The Total Environment*, 648: 631–635.
- Mou, X., Ali, Z., Li, S., ve He, N. (2015). Applications of Magnetic Nanoparticles in Targeted Drug Delivery System. *Journal of Nanoscience and Nanotechnology*, 15(1): 54–62.
- M. Winne, J., Leibler, L., ve Prez, F. E. D. (2019). Dynamic covalent chemistry in polymer networks: A mechanistic perspective. *Polymer Chemistry*, 10(45): 6091–6108.
- Napper, D. H. (1977). Steric stabilization. *Journal of Colloid and Interface Science*, 58(2): 390–407.
- Neouze, M.-A., ve Schubert, U. (2008). Surface Modification and Functionalization of Metal and Metal Oxide Nanoparticles by Organic Ligands. *Monatshefte Für Chemie - Chemical Monthly*, 139(3): 183–195.
- Nohynek, G. J., Lademann, J., Ribaud, C., ve Roberts, M. S. (2007). Grey Goo on the Skin? Nanotechnology, Cosmetic and Sunscreen Safety. *Critical Reviews in Toxicology*, 37(3): 251–277.
- Nurhadini, A. (2009). Structural Properties of Cellulose Acetate from Oil Palm Empty Fruit Bunch Doped with LiClO₄ As Biopolymer Electrolyte. In *IOP Conference Series: Earth and Environmental Science* (Vol. 353). Institute of Physics Publishing.

- Panda, S. K., Aggarwal, I., Kumar, H., Prasad, L., Kumar, A., Sharma, A., Vo, D.-V. N., Van Thuan, D., ve Mishra, V. (2021). Magnetite nanoparticles as sorbents for dye removal: A review. *Environmental Chemistry Letters*, 19(3): 2487–2525.
- Pannetier, P., Morin, B., Le Bihanic, F., Dubreil, L., Clérandeau, C., Chouvellon, F., Van Arkel, K., Danion, M., ve Cachot, J. (2020). Environmental samples of microplastics induce significant toxic effects in fish larvae. *Environment International*, 134: 105047.
- Pérez-Alvelo, K. M., Llegus, E. M., Forestier-Babilonia, J. M., Elías-Arroyo, C. V., Pagán-Malavé, K. N., Bird-Rivera, G. J., ve Rodríguez-Sierra, C. J. (2021). Microplastic pollution on sandy beaches of Puerto Rico. *Marine Pollution Bulletin*, 164: 112010.
- Petcharoen, K., ve Sirivat, A. (2012). Synthesis and characterization of magnetite nanoparticles via the chemical co-precipitation method. *Materials Science and Engineering: B*, 177(5): 421–427.
- Phan, H. T., ve Haes, A. J. (2019). What Does Nanoparticle Stability Mean? *The Journal of Physical Chemistry. C, Nanomaterials and Interfaces*, 123(27): 16495–16507.
- Plastics Europe. (2021). Knowledge hub • Plastics Europe. *Plastics Europe*. <https://plasticseurope.org/knowledge-hub/> (Erişim Tarihi: 5 Temmuz 2022)
- Prata, J. C. (2018). Airborne microplastics: Consequences to human health? *Environmental Pollution*, 234: 115–126.
- Ragaert, K., Delva, L., ve Van Geem, K. (2017). Mechanical and chemical recycling of solid plastic waste. *Waste Management*, 69: 24–58.
- Rahimi, A., ve García, J. M. (2017). Chemical recycling of waste plastics for new materials production. *Nature Reviews Chemistry*, 1(6): 1–11.
- Rajesh, Ahuja, T., ve Kumar, D. (2009). Recent progress in the development of nano-structured conducting polymers/nanocomposites for sensor applications. *Sensors and Actuators B: Chemical*, 136(1): 275–286.
- Ramakrishna, S. (2005). *An Introduction to Electrospinning and Nanofibers*. World Scientific.

- Ranjan, V. P., Joseph, A., ve Goel, S. (2021). Microplastics and other harmful substances released from disposable paper cups into hot water. *Journal of Hazardous Materials*, 404: 124118.
- Reid, A. J., Carlson, A. K., Creed, I. F., Eliason, E. J., Gell, P. A., Johnson, P. T. J., Kidd, K. A., MacCormack, T. J., Olden, J. D., Ormerod, S. J., Smol, J. P., Taylor, W. W., Tockner, K., Vermaire, J. C., Dudgeon, D., ve Cooke, S. J. (2019). Emerging threats and persistent conservation challenges for freshwater biodiversity. *Biological Reviews*, 94(3): 849–873.
- Rhodes, C. J. (2018). Plastic Pollution and Potential Solutions. *Science Progress*, 101(3): 207–260.
- Rillig, M. C. (2012). Microplastic in Terrestrial Ecosystems and the Soil? *Environmental Science ve Technology*, 46(12): 6453–6454.
- Rillig, M. C. (2018). Microplastic Disguising As Soil Carbon Storage. *Environmental Science ve Technology*, 52(11): 6079–6080.
- Rivero, P. J., Urrutia, A., Goicoechea, J., ve Arregui, F. J. (2015). Nanomaterials for Functional Textiles and Fibers. *Nanoscale Research Letters*, 10(1): 501.
- Rizzuti, A., Dassisti, M., Mastroilli, P., Sportelli, M. C., Cioffi, N., Picca, R. A., Agostinelli, E., Varvaro, G., ve Caliandro, R. (2015). Shape-control by microwave-assisted hydrothermal method for the synthesis of magnetite nanoparticles using organic additives. *Journal of Nanoparticle Research*, 17(10): 408.
- Rochman, C. M., Kurobe, T., Flores, I., ve Teh, S. J. (2014). Early warning signs of endocrine disruption in adult fish from the ingestion of polyethylene with and without sorbed chemical pollutants from the marine environment. *Science of The Total Environment*, 493: 656–661.
- Rodríguez-Pineda, L. M., Muñoz-Prieto, E. de J., Rius-Alonso, C. A., Palacios-Alquisira, J., Rodríguez-Pineda, L. M., Muñoz-Prieto, E. de J., Rius-Alonso, C. A., ve Palacios-Alquisira, J. (2018). Preparation and Characterization of Potato Starch Microparticles with Acrylamide by Microwave Radiation. *Ciencia En Desarrollo*, 9(2): 149–159.

- Russel, W. B., Russel, W. B., Saville, D. A., ve Schowalter, W. R. (1991). *Colloidal Dispersions*. Cambridge University Press.
- Sabarish, R., Krishnasamy, S., Siengchin, S., Jasila, K., Vintu, M., Jyothi, M. S., Muthukumar, C., Thiagamani, S. M. K., ve Nagarajan, R. (2020). Plastics in Fabric, Textile and Clothing. In *Reference Module in Materials Science and Materials Engineering*. Elsevier.
- Santos, A. C., Morais, F., Simões, A., Pereira, I., Sequeira, J. A. D., Pereira-Silva, M., Veiga, F., ve Ribeiro, A. (2019). Nanotechnology for the development of new cosmetic formulations. *Expert Opinion on Drug Delivery*, 16(4): 313–330.
- Schwabl, P., Köppel, S., Königshofer, P., Bucsis, T., Trauner, M., Reiberger, T., ve Liebmann, B. (2019). Detection of Various Microplastics in Human Stool. *Annals of Internal Medicine*, 171(7): 453–457.
- Senathirajah, K., Attwood, S., Bhagwat, G., Carbery, M., Wilson, S., ve Palanisami, T. (2021). Estimation of the mass of microplastics ingested – A pivotal first step towards human health risk assessment. *Journal of Hazardous Materials*, 404: 124004.
- Sharma, S., Jaiswal, S., Duffy, B., ve Jaiswal, A. K. (2019). Nanostructured Materials for Food Applications: Spectroscopy, Microscopy and Physical Properties. *Bioengineering*, 6(1): 26.
- Shen, L., Qiao, Y., Guo, Y., ve Tan, J. (2013). Preparation and formation mechanism of nano-iron oxide black pigment from blast furnace flue dust. *Ceramics International*, 39(1): 737–744.
- Shieh, P., Zhang, W., Husted, K. E. L., Kristufek, S. L., Xiong, B., Lundberg, D. J., Lem, J., Veyssset, D., Sun, Y., Nelson, K. A., Plata, D. L., ve Johnson, J. A. (2020). Cleavable comonomers enable degradable, recyclable thermoset plastics. *Nature*, 583(7817): 542–547.
- Shim, W. J., ve Thomposon, R. C. (2015). Microplastics in the Ocean. *Archives of Environmental Contamination and Toxicology*, 69(3): 265–268.
- Shruti, V. C., Pérez-Guevara, F., Elizalde-Martínez, I., ve Kutralam-Muniasamy, G. (2020). First study of its kind on the microplastic contamination of soft drinks,

- cold tea and energy drinks—Future research and environmental considerations. *Science of The Total Environment*, 726: 138580.
- Singh, J., Colussi, R., McCarthy, O. J., ve Kaur, L. (2016). Potato Starch and Its Modification. *Advances in Potato Chemistry and Technology*: 195–247.
- Sudha, P. N., Sangeetha, K., Vijayalakshmi, K., ve Barhoum, A. (2018). Chapter 12—Nanomaterials history, classification, unique properties, production and market. In A. Barhoum ve A. S. H. Makhoul (Eds.), *Emerging Applications of Nanoparticles and Architecture Nanostructures* (pp. 341–384). Elsevier.
- Synytsia, A., Sych, O., Iatsenko, A., Babutina, T., Tomila, T., Bykov, O., Olifan, O., Lobunets, T., Perekos, A., ve Boshytska, N. (2022). Effect of type and parameters of synthesis on the properties of magnetite nanoparticles. *Applied Nanoscience*, 12(4): 929–937.
- Tamargo, A., Molinero, N., Reinoso, J. J., Alcolea-Rodriguez, V., Portela, R., Bañares, M. A., Fernández, J. F., ve Moreno-Arribas, M. V. (2022). PET microplastics affect human gut microbiota communities during simulated gastrointestinal digestion, first evidence of plausible polymer biodegradation during human digestion. *Scientific Reports*, 12(1): 528.
- Taylor, G. I. (1964). Disintegration of water drops in an electric field. *Proceedings of the Royal Society of London. Series A. Mathematical and Physical Sciences*, 280(1382): 383-397.
- Thanh, N. T. K., Maclean, N., ve Mahiddine, S. (2014). Mechanisms of Nucleation and Growth of Nanoparticles in Solution. *Chemical Reviews*, 114(15): 7610–7630.
- Theophile, T. (2012). *Infrared Spectroscopy: Materials Science, Engineering and Technology*. BoD – Books on Demand.
- Thompson, R. C., Olsen, Y., Mitchell, R. P., Davis, A., Rowland, S. J., John, A. W. G., McGonigle, D., ve Russell, A. E. (2004). Lost at Sea: Where Is All the Plastic? *Science*, 304(5672): 838-838.
- Urban-Malinga, B., Zalewski, M., Jakubowska, A., Wodzinowski, T., Malinga, M., Pałys, B., ve Dąbrowska, A. (2020). Microplastics on sandy beaches of the southern Baltic Sea. *Marine Pollution Bulletin*, 155: 111170.

- Velásquez-Herrera, J. D., Lucas-Aguirre, J. C., ve Quintero-Castaño, V. D. (2017). Physical-chemical characteristics determination of potato (*Solanum phureja* Juz. ve Bukasov) starch. *Acta Agronómica*, 66(3): 323–330.
- Verma, V., Ryan, K. M., ve Padrela, L. (2021). Production and isolation of pharmaceutical drug nanoparticles. *International Journal of Pharmaceutics*, 603: 120708.
- Voorhees, P. W. (1985). The theory of Ostwald ripening. *Journal of Statistical Physics*, 38(1): 231–252.
- Walker, T. R., ve McGuinty, E. (2021). Plastics. *The Palgrave Handbook of Global Sustainability*: 1–12.
- Wang, T., Li, B., Zou, X., Wang, Y., Li, Y., Xu, Y., Mao, L., Zhang, C., ve Yu, W. (2019). Emission of primary microplastics in mainland China: Invisible but not negligible. *Water Research*, 162: 214–224.
- Wannatong, L., Sirivat, A., ve Supaphol, P. (2004). Effects of solvents on electrospun polymeric fibers: Preliminary study on polystyrene. *Polymer International*, 53(11): 1851–1859.
- Warner, J. H., Hoshino, A., Yamamoto, K., ve Tilley, Richard. D. (2005). Water-Soluble Photoluminescent Silicon Quantum Dots. *Angewandte Chemie International Edition*, 44(29): 4550–4554.
- Wongsagonsup, R., Pujchakarn, T., Jitrakbumrung, S., Chaiwat, W., Fuongfuchat, A., Varavinit, S., Dangtip, S., ve Suphantharika, M. (2014). Effect of cross-linking on physicochemical properties of tapioca starch and its application in soup product. *Carbohydrate Polymers*, 101: 656–665.
- Wu, W., Wu, Z., Yu, T., Jiang, C., ve Kim, W.-S. (2015). Recent progress on magnetic iron oxide nanoparticles: Synthesis, surface functional strategies and biomedical applications. *Science and Technology of Advanced Materials*, 16(2): 023501.
- Xiong, F., Huang, S., ve Gu, N. (2018). Magnetic nanoparticles: Recent developments in drug delivery system. *Drug Development and Industrial Pharmacy*, 44(5): 697–706.

- Yarin, A. L., Koombhongse, S., ve Reneker, D. H. (2001). Taylor cone and jetting from liquid droplets in electrospinning of nanofibers. *Journal of Applied Physics*, 90(9): 4836–4846.
- Yeap, S. P., Lim, J., Ooi, B. S., ve Ahmad, A. L. (2017). Agglomeration, colloidal stability, and magnetic separation of magnetic nanoparticles: Collective influences on environmental engineering applications. *Journal of Nanoparticle Research*, 19(11): 368.
- Yu, B. Y., ve Kwak, S.-Y. (2010). Assembly of magnetite nanocrystals into spherical mesoporous aggregates with a 3-D wormhole-like pore structure. *Journal of Materials Chemistry*, 20(38): 8320–8328.
- Yuan, X., Zhang, Y., Dong, C., ve Sheng, J. (2004). Morphology of ultrafine polysulfone fibers prepared by electrospinning. *Polymer International*, 53(11): 1704–1710.
- Zhang, C., Li, Y., Wang, P., ve Zhang, H. (2020). Electrospinning of nanofibers: Potentials and perspectives for active food packaging. *Comprehensive Reviews in Food Science and Food Safety*, 19(2): 479–502.
- Zhang, C., Yuan, X., Wu, L., Han, Y., ve Sheng, J. (2005). Study on morphology of electrospun poly(vinyl alcohol) mats. *European Polymer Journal*, 41(3): 423–432.
- Zhang, Y., Xu, S., Luo, Y., Pan, S., Ding, H., ve Li, G. (2011). Synthesis of mesoporous carbon capsules encapsulated with magnetite nanoparticles and their application in wastewater treatment. *Journal of Materials Chemistry*, 21(11): 3664–3671.
- Zheng, L., Su, W., Qi, Z., Xu, Y., Zhou, M., ve Xie, Y. (2011). First-order metal–insulator transition and infrared identification of shape-controlled magnetite nanocrystals. *Nanotechnology*, 22(48): 485706.
- Zimmermann, W. (2021). Degradation of Plastics by Fungi *Encyclopedia of Mycology; Elsevier: Amsterdam, The Netherlands*: 650–661.
- Zuo, Y., Gu, J., Tan, H., Qiao, Z., Xie, Y., ve Zhang, Y. (2014). The characterization of granule structural changes in acid-thinning starches by new methods and

its effect on other properties. *Journal of Adhesion Science and Technology*,
28(5): 479–489.

EKLER

Nanomagnetik nanofiberlerin güçlü mıknatıs ile etkileşiminin görsel olarak video kayıtları linklerde mevcuttur. Toplu halde erişim linki:

<https://openaccess.izu.edu.tr/xmlui/handle/20.500.12436/4169>

FİBER KODU	LİNK
MNF0:	https://openaccess.izu.edu.tr/xmlui/bitstream/handle/20.500.12436/4169/MNF0%20%28Partik%c3%bcl%20ilavesiz%29.mp4?sequence=1&isAllowed=y
MNF1:	https://openaccess.izu.edu.tr/xmlui/bitstream/handle/20.500.12436/4169/MNF1%20%28MNP6%2c%20%251%20w_w%20ilaveli%29%20mp4.mp4?sequence=2&isAllowed=y
MNF2:	https://openaccess.izu.edu.tr/xmlui/bitstream/handle/20.500.12436/4169/MNF2%20%28MNP6%2c%20%252%20w_w%20ilaveli%29.mp4?sequence=3&isAllowed=y
MNF3:	https://openaccess.izu.edu.tr/xmlui/bitstream/handle/20.500.12436/4169/MNF3%20%20%28MNP6%2c%20%253%20w_w%20ilaveli%29.mp4?sequence=4&isAllowed=y
MNF4:	https://openaccess.izu.edu.tr/xmlui/bitstream/handle/20.500.12436/4169/MNF4%20%20%28MNP6%2c%20%254%20w_w%20ilaveli%29.mp4?sequence=5&isAllowed=y
MNF5:	https://openaccess.izu.edu.tr/xmlui/bitstream/handle/20.500.12436/4169/MNF5%20%28MNP6%2c%20%255%20w_w%20ilaveli%29.mp4?sequence=6&isAllowed=y
MNF6:	https://openaccess.izu.edu.tr/xmlui/bitstream/handle/20.500.12436/4169/MNF6%20%20%28MNP10%2c%20%251%20w_w%20ilaveli%29.mp4?sequence=7&isAllowed=y
MNF7:	https://openaccess.izu.edu.tr/xmlui/bitstream/handle/20.500.12436/4169/MNF7%20%20%28MNP10%2c%20%252%20w_w%20ilaveli%29.mp4?sequence=8&isAllowed=y
MNF8:	https://openaccess.izu.edu.tr/xmlui/bitstream/handle/20.500.12436/4169/MNF8%20%20%28MNP10%2c%20%253%20w_w%20ilaveli%29.mp4?sequence=9&isAllowed=y
MNF9:	https://openaccess.izu.edu.tr/xmlui/bitstream/handle/20.500.12436/4169/MNF9%20%20%28MNP10%2c%20%254%20w_w%20ilaveli%29.mp4?sequence=10&isAllowed=y
MNF10:	https://openaccess.izu.edu.tr/xmlui/bitstream/handle/20.500.12436/4169/MNF10%20%20%28MNP10%2c%20%255%20w_w%20ilaveli%29.mp4?sequence=11&isAllowed=y

ÖZGEÇMİŞ

Kişisel Bilgiler

Ad Soyad	Filiz Saman
-----------------	-------------

Öğrenim Bilgileri

Yüksek Lisans	2022, İstanbul Sabahattin Zaim Üniversitesi, Gıda Mühendisliği (tam burslu) Ağırlıklı Genel Not Ortalaması: 3.93 / 4.0
Lisans	2021, İstanbul Sabahattin Zaim Üniversitesi, Beslenme ve Diyetetik (çift anadal/tam burslu) Diploma Numarası: SBF.2021.0028 Ağırlıklı Genel Not Ortalaması: 3.43 / 4.0
Lisans	2020, İstanbul Sabahattin Zaim Üniversitesi, Mühendislik ve Doğa Bilimleri Fakültesi, Gıda Mühendisliği (tam burslu) Diploma Numarası: MDBF.2020.0157 Ağırlıklı Genel Not Ortalaması: 3.92 / 4.0

Ar-Ge Yetkinlik

Bildiriler	E. Al, B. Boylu, F. Saman, O. Arslan ve Y. Abalı, Boyut Kontrollü ZnO Kuantum Partiküllerinin UV Koruyucu Olarak Nanokompozit Kaplamalarda Kullanılması, Poster Sunumu, VIII. Ulusal Anorganik Kimya Kongresi, 02 Eylül 2021, 05 Eylül 2021, 110. E. Al, B. Boylu, F. Saman, O. Arslan ve Y. Abalı, Boyut Kontrollü ZnO Kuantum Partiküllerinin Zeytinyağının Işıktan Korunması Amacı ile Hibrit Kaplamalarda Kullanılması,
-------------------	--

	<p>Sözlü Sunum, VIII. Ulusal Anorganik Kimya Kongresi, 02 Eylül 2021, 05 Eylül 2021.</p>
	<p>B. Boylu, F. Saman, E. Al, O. Arslan ve Y. Abalı, Kontrollü Monodisperse SiO₂ Nanopartikül Üretimi ve SiO₂ Katkılı Nanokompozit Kaplama Karakterizasyonu, Sözlü Sunum, 8. Ulusal Anorganik Kimya Kongresi, 02 Eylül 2021, 05 Eylül 2021, 62.</p>
	<p>M. E. Çelik, E. Al, F. Saman, O. Arslan ve Y. Abalı, Ligant Kontrollü ZnO Kuantum Partiküllerinin Fotokatalizi, Poster Sunumu, VIII. Ulusal Anorganik Kimya Kongresi, 02 Eylül 2021, 05 Eylül 2021.</p>
	<p>B. Boylu, F. Saman, E. Al, O. Arslan ve Y. Abalı, Stöber Metodu ile Hassas Boyut Kontrollü SiO₂ Nanopartiküllerinin Elde Edilmesi, Poster Sunumu, VIII. Ulusal Anorganik Kimya Kongresi, 02 Eylül 2021, 05 Eylül 2021, 1071.</p>
	<p>M. E. Çelik, E. Al, F. Saman, O. Arslan ve Y. Abalı, Uzun ve Kısa Zincirli Ligantların Modifiye Sol-Jel Metodu İle Üretilen ZnO Kuantum Partiküllerinin Fotokatalizine Etkisi, Sözlü Sunum, VIII. Ulusal Anorganik Kimya Kongresi, 02 Eylül 2021, 05 Eylül 2021, 42- 43.</p>
	<p>F. Saman, O. Arslan ve Y. Abalı, Chemical Modification of Starch for Food Nanomaterial Applications, Tam Metin Bildiri, International Conference on Engineering Technologies, 19 Kasım 2020, 21 Kasım 2020, 219- 222.</p>
Makale	<p>Saman, F. ve Tomaş, M. (2022). Vitaminlerin Nanoenkapsülasyonu ve Nanoenkapsüle Edilmiş Vitaminlerin Sağlık Üzerine Etkileri. <i>Akademik Gıda</i>, Kabul Tarihi: 24.4.2022.</p>

Projeler	KURUMSAL (BAP V.B.), PROJE YÜRÜTÜCÜSÜ, Floresans Nişasta, Yürütülen Kuruluş: İstanbul Sabahattin Zaim Üniversitesi, Destek Alınan Kuruluş: İstanbul Sabahattin Zaim Üniversitesi (Yurt İçi) , 01 Haziran 2020, 01 Kasım 2020.
Ödül	Üniversite, Kurum veya Kuruluşların Verdiği Ödüller, Ulusal, Mühendislik ve Doğa Bilimleri Fakülte Birincisi/Gıda Mühendisliği Bölüm Birincisi, Başarı, Ödül Alınan Kurum: İstanbul Sabahattin Zaim Üniversitesi, Türkiye, 24 Haziran 2020.
Burs	Türkiye Bilimsel ve Teknolojik Araştırma Kurumu (TÜBİTAK) Etkinlik Destekleri ve Eğitim Bursları Müdürlüğü, 2210-A Genel Yurt İçi Yüksek Lisans Burs Programı, 2020- 2, 01.10.2020- 30.09.2022.

Kişisel Beceriler

Yabancı Dil	İngilizce, B2
Dijital Beceriler	ChemDraw ChemSketch DaVinci Resolve ImageJ Microsoft Office OriginPro