ÇUKUROVA ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

YÜKSEK LİSANS TEZİ

Mahmut TAŞ

KİTOSAN NANO-MİKRO KÜRELERİN UYGULANDIĞI PAMUKLU KUMAŞLARIN ANTİBAKTERİYEL, OPTİK, MEKANİK VE KONFOR ÖZELLİKLERİNİN ARAŞTIRILMASI

TEKSTİL MÜHENDİSLİĞİ ANABİLİM DALI

ADANA-2018

ÇUKUROVA ÜNİVERSİTESİ

FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

KİTOSAN NANO-MİKRO KÜRELERİN UYGULANDIĞI PAMUKLU KUMAŞLARIN ANTİBAKTERİYEL, OPTİK, MEKANİK VE KONFOR ÖZELLİKLERİNİN ARAŞTIRILMASI

Mahmut TAŞ

YÜKSEK LİSANS TEZİ

TEKSTİL MÜHENDİSLİĞİ ANABİLİM DALI

Bu Tez 25/06/2018 Tarihinde Aşağıdaki Jüri Üyeleri Tarafından Oybirliği/Oyçokluğu ile Kabul Edilmiştir.

……..	……..	……..
Doç. Dr. Emel Ceyhun SABIR	Doç. Dr. Oğuz DEMİRYÜREK	Doç. Dr. Aygül KÜÇÜKGÜLMEZ YANDIM
DANIŞMAN	ÜYE	ÜYE

Bu Tez Enstitümüz Tekstil Mühendisliği Anabilim Dalında hazırlanmıştır.
Kod No:

Prof. Dr. Mustafa GÖK
Enstitü Müdürü

Bu Çalışma Ç. Ü. Araştırma Projeleri Birimi Tarafından Desteklenmiştir.
Proje No: FYL-2017-8615

Not: Bu tezde kullanılan özgün ve başka kaynaktan yapılan bildirişlerin, çizelge ve fotoğrafların kaynak gösterilmeden kullanımı, 5846 sayılı Fikir ve Sanat Eserleri Kanunundaki hükümlere tabidir.

ÖZ

YÜKSEK LİSANS TEZİ

KİTOSAN NANO-MİKRO KÜRELERİN UYGULANDIĞI PAMUKLU KUMAŞLARIN ANTİBAKTERİYEL, OPTİK, MEKANİK VE KONFOR ÖZELLİKLERİNİN ARAŞTIRILMASI

Mahmut TAŞ

ÇUKUROVA ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ
TEKSTİL MÜHENDİSLİĞİ ANABİLİM DALI

Danışman : Doç. Dr. Emel Ceyhun SABIR
Yıl: 2018, Sayfa: 69
Jüri : Doç. Dr. Emel Ceyhun SABIR
: Doç. Dr. Oğuz DEMİRYÜREK
: Doç. Dr. Aygül KÜÇÜKGÜLMEZ YANDIM

Tezin amacı, kitosan biyopolimerinin nano-mikro küre formuna getirilmesi ve pamuklu kumaşa uygulanması, daha sonra kumaşın antimikrobiyal, mekanik, konfor ve optik özelliklerinin araştırılmasıdır. Tez çalışması kapsamında kitosan biyopolimeri, iyonik jelleşme yöntemi kullanılarak nano-mikro küre formuna dönüştürülmüştür. Kitosan nano-mikro kürelerin karakterizasyonu; FT-IR, XRD, SEM, TGA, DSC ve Mastersizer analizleri kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Nano-mikro küre emülsiyonları saf su içerisinde 5 farklı konsantrasyonda hazırlanmış ve konsantrasyonun söz konusu özelliklere etkisi araştırılmıştır. Sonuç olarak; kitosan nano-mikro küre uygulanmış kumaşların gram negatif ve gram pozitif bakterilere karşı antibakteriyel aktivite gösterdiği, konfor özelliklerinden hidrofilite, su buharı geçirgenliği ve hava geçirgenliği değerlerinin azaldığı, mekanik özelliklerden sertliğin arttığı, kopma ve yırtılma mukavemetinde ise anlamlı bir değişiklik olmadığı görülmüştür. Optik analizler sonucunda kumaşın renginde anlamlı bir değişim oluşmadığı fakat 185-400 nm dalga boyu aralığında kumaşın UV geçirgenliğinin düştüğü, dolayısıyla UV koruyucu özellik gösterdiği belirlenmiştir.

Anahtar Kelimeler: Antibakteriyel tekstiller, Kitosan, Nanoküreler, Biyopolimerler, Pamuklu kumaş

ABSTRACT

MSc THESIS

INVESTIGATION OF ANTIBACTERIAL, OPTIC, MECHANICAL AND COMFORT PROPERTIES OF COTTON FABRICS THREATED WITH CHITOSAN NANO-MICROSPHERES

Mahmut TAŞ

ÇUKUROVA UNIVERSITY
INSTITUTE OF NATURAL AND APPLIED SCIENCES
DEPARTMENT OF TEXTILE ENGINEERING

Supervisor : Assoc. Prof. Dr. Emel Ceyhun SABIR
Year: 2018, Pages: 69
Jury : Assoc. Prof. Dr. Emel Ceyhun SABIR
: Assoc. Prof. Dr. Oğuz DEMİRYÜREK
: Assoc. Prof. Dr. Aygül KÜÇÜKGÜLMEZ YANDIM

The aim of the thesis is to convert the chitosan biopolymer into the nano-microsphere form and to apply it to the cotton fabric, then to investigate the antimicrobial, mechanical, comfort and optical properties of the fabric. Within the scope of the thesis, chitosan biopolymer were converted into nano-microsphere form by using ionic gelation method. Fort he characterization of chitosan nano-micro spheres; FT-IR, XRD, SEM, TGA, DSC and Mastersizer analyzes was carried out. Nano-microsphere emulsions were prepared at 5 different concentrations in distilled water and the effect of concentration was investigated. As a result; it was observed that fabrics applied with chitosan nano-microsphere exhibited antibacterial activity against gram-negative and gram-positive bacterias and comfort properties as, hydrophilicity, water vapor permeability and air permeability values have decreased, there are no meaningful change on the mechanical properties, stiffness and tensile and tear strength. Optical analysis revealed no significant change in the color of the fabric but it was determined that the UV permeability of the fabric fell in the range of 185-400 nm wavelength and therefore showed UV protection properties.

Key Words: Antibacterial fabrics, Chitosan, Nanospheres, Cotton Fabrics, Biopolymers

GENİŞLETİLMİŞ ÖZET

Antibakteriyel tekstiller ülkemizde ve dünyada teknik tekstil üretiminin önemli bir kısmını oluşturmaktadır. Bu özel tekstil ürünlerinin üretimi doğrudan antibakteriyel aktivite gösteren hammaddelerden yapılabileceği gibi, bu etkiyi göstermeyen hammaddelerden üretilmiş kumaşlara farklı metotlar kullanılarak antibakteriyel aktivite özelliği kazandırılabilir.

Literatürde yapılan uygulamalar incelendiğinde temel olarak 3 yöntem öne çıkmaktadır. Bunlardan ilki eriyikten çekilebilen polimerlere ekstruderde antibakteriyel ajanı eklemektir. Polimer, içerdiği antibakteriyel ajanla birlikte lif formuna gelir ve ajanın özelliğine göre kalıcı veya süreli antibakteriyel etkiye sahip olur. Bu yöntemin dezavantajı uygulanabilecek hammadde sayısının sınırlı olmasıdır. Diğer bir yöntem ise iplik veya kumaş yapısına eklenen metal lifleridir. Bakır, gümüş, bazı özel alaşım çelik lifleri ve daha bir çok metal lifi antibakteriyel özellik göstermektedir. Kumaş yapısına katılan bu filamentler kendileri antibakteriyel olduğu gibi, yapısına katıldığı kumaşları da antibakteriyel hale getirebilirler. Çoğunlukla bu yöntemle üretilen tekstiller kalıcı antibakteriyel etki gösterir fakat metal liflerin varlığı kumaşın tuşe-tutumuna olumsuz etki gösterebilir. Bitim işlemi ile antibakteriyel tekstil üretimi günümüzde en fazla kullanılan yöntemdir. Bu yöntemde kumaşa, antibakteriyel ajan bulunan bir banyo emdirme ya da çektirme yöntemleri ile uygulanır. Burada kullanılan ajanlar metal tuzları ya da kimyasal bileşikler olabilir. Bu yöntemin en büyük dezavantajları ise kullanılan antibakteriyel ajanın alerjik ya da toksik olması, kumaş tuşe yada tutumunu bozması ve kalıcı bir etki sağlamaması olarak sıralanabilir.

Bu tez çalışmasında, %100 pamuklu bezayağı dokuma kumaşa uygulanmak üzere, antibakteriyel etki sağlayacak ajanlar üretmek amacıyla kitosan nano ve mikro küreler iyonik jelleşme metodu ile üretilmiştir. Üretim için %0,5 konsantrasyonda kitosan çözeltisi kullanılmış ardından Ph seviyesi 4,5-4,8 aralığına 10 N sodyum hidroksit kullanılarak ayarlanmıştır. Daha sonra çözeltiye

1mg/ml konsantrasyonda sodyum tripolifosfat içeren çözelti, 3:1 kitosan:sodyum tripolifosfat oranı sağlayıncaya kadar ilave edilmiştir.

Üretilen nano-mikro kürelerinin morfoloji, boyut, element kompozisyonu, termal kararlılığı ve amorfluk/kristalinite gibi temel özellikleri karakterize edilmiştir. Kumaş uygulaması için üetilen nano-mikro kürelerden 5 farklı konsantrasyonda (0,1%,0,25%,0,50%,0,25%,1%) çözeltiler hazırlanmış ve alınan çözelti oranı %80-85 olacak şekilde fulard ile pamuklu kumaşa uygulanmıştır. Uygulama sonrası 80°C sıcaklıkta 15 dakika kuru fiksaj gerçekleştirilmiştir. Bu kumaşların antibakteriyel ve antifungal özellikleri ilgili standartlar ile araştırılmış ve kumaşların hem gram negatif, hem de gram pozitif bakterilere karşı antibakteriyel etki gösterdiği görülmüştür. Kitosan nano-mikro küre uygulanmış kumaşlarda kitosan varlığından kaynaklanan antimantar etki tespit edilememiştir.

Uygulamanın kumaşın mukavemet, hidrofilite, temas açısı, renk, hava geçirgenliği, su buharı geçirgenliği gibi özelliklerine etkisinin araştırılması için ilgili standartlar kullanılarak analizler gerçekleştirilmiştir. Kitosan uygulamasının kumaşın mukavemetinin anlamlı bir yükselişe veya düşüşe neden olmadığı görülmüştür. Aynı zamanda farklı konsatrasyonlarda gerçekleştirilen uygulama, optik beyaz kumaşın rengine de anlamlı düzeyde bir etki göstermemiştir. Ancak hidrofilite, su buharı geçirgenliği, dikey su yükselmesi, temas açısı özelliklerinde istatistiksel olarak anlamlı değişimler gözlemlenmiştir.

Üretilen antibakteriyel kumaşların hastane, otel gibi değişken nüfusa sahip alanlarda yatak çarşafı olarak, konfeksiyon sektöründe iç giyim, gömlek gibi ürünlerde veya antibakteriyel özellik gerektiren diğer kullanım alanlarında kullanılabileceği öngörülmektedir.

TEŞEKKÜR

Tez çalışmam boyunca tecrübesi ve bilgi birikimi ile yol gösterici davranan, motive eden, destek olan, yoğun temposuna rağmen vakit ayıran değerli danışman hocam Doç.Dr. Emel Ceyhun SABIR'a en içten duygularımla teşekkürlerimi bildiririm.

Çalışmamızın başından sonuna bize laboratuvarlarını açan, her aşamada destek olan, özverili davranan ve çalışmanın şekillenmesinde emeği olan Su Ürünleri Fakültesi öğretim üyesi Doç.Dr. Aygül KÜÇÜKGÜLMEZ YANDIM'a ve Doç.Dr. Osman GÜLNAZ'a

Jüri üyeliğimi kabul ederek beni onurlandıran değerli hocalarım Doç.Dr. Aygül KÜÇÜKGÜLMEZ YANDIM ve Doç. Dr. Oğuz DEMİRYÜREK'e

Tekstil Mühendisliği Bölümü Anabilimdalı Başkanımız Sayın Prof.Dr. R.Tuğrul OĞULATA başta olmak üzere bütün Tekstil Mühendisliği Bölümü öğretim üyesi hocalarıma ve araştırma görevlisi arkadaşlarıma,

Nano-mikro küre üretimlerinde, uygulama aşamasında, karakterizasyon çalışmalarında destek aldığımız Su Ürünleri Fakültesi, Biyoloji Laboratuvarı,, Biyoteknoloji Enstitüsü Moleküler Biyoloji ve Genetik Laboratuvarı ve Türk Tekstil Vakfı Mesleki ve Teknik Anadolu lisesine,

Her zaman destekçim olan kıymetli annem Nazire TAŞ ve değerli babam Levent TAŞ'a,

Aramızdaki uzun mesafelere rağmen varlığını ve desteğini her daim yanıbaşımda hissettiğim, umutsuzluğa düşmeme izin vermeyen, her zaman motive kalmamı sağlayan Kimya Mühendisi Müge MARAŞ'a

Çalışma boyunca benden desteğini fikirlerini, yardımlarını, dualarını esirgemeyen herkese teşekkürlerimi sunarım.

İÇİNDEKİLER **SAYFA**

ÖZ I
ABSTRACT II
GENİŞLETİLMİŞ ÖZET III
TEŞEKKÜR V
İÇİNDEKİLER VI
ÇİZELGELER DİZİNİ VIII
ŞEKİLLER DİZİNİ IX
SİMGELER VE KISALTMALAR XI
1. GİRİŞ 1
1.1. Kitosan Biyopolimerinin Fiziksel Formları 4
1.1.1. Lif veya Nanolif Formu 4
1.1.2. Film veya Membran Formu 5
1.1.3. Hidrojel Formu 6
1.1.4. Nano ve Mikro Parçacık Formu 7
1.2. Kitosan Nano ve Mikro parçacıkların Üretim Yöntemleri 8
1.2.1. İyonik Jelleşme Yöntemi 8
1.2.2. Püskürtme-Kurutma Yöntemi 10
1.2.3. Mikroakış Yöntemi 11
1.2.4. Emülsiyon Çapraz bağlama yöntemi 12
1.3. Çalışmanın Amacı ve Kapsamı 13
2. ÖNCEKİ ÇALIŞMALAR 15
3. MATERYAL ve METOD 19
3.1. Materyal 19
3.2. Metod 21
3.2.1. Kitosan nano-mikro kürelerin üretimi 21
3.2.3. Kitosan Nanoküre Uygulanmış Pamuklu Kumaşların Analizi 24

3.2.3.1. Kitosan Nano-Mikro Kürelerin Karakterizasyonu 26
3.2.3.2. Antimikrobiyal Aktivite Testleri 27
3.2.3.3. Optik Analizler 30
3.2.3.4. Mekanik Testler 31
3.2.3.5. Konfor Testleri 31
3.2.4. İstatistiksel Analizler 32
4. BULGULAR VE TARTIŞMA 35
4.1. Kitosan Nano-Mikro Kürelerin Karakterizasyonu 35
4.2. Kitosan nano-mikro küre uygulanmış pamuklu kumaşın karakterizasyonu 41
4.2.1. SEM ile Yüzey Görüntü Analizi 41
4.2.2. Antimikrobiyal Aktivite Testleri 42
4.2.3. Optik Analizler 45
4.2.5. Mekanik Testler 47
4.2.5.1. Yırtılma Mukavemeti Sonuçları 47
4.2.5.2. Kopma Mukavemeti Sonuçları 48
4.2.5.3. Dairesel Eğme Testi Sonuçları 50
4.2.4. Konfor Testleri 52
4.2.4.1. Dikey Su İletimi Testi Sonuçları 52
4.2.4.2. Su Buharı Geçirgenliği Analizi Sonuçları 53
4.2.4.3. Hava Geçirgenliği Analizi Sonuçları 54
4.2.4.4. Temas Açısı Ölçüm Analizi Sonuçları 56
4. SONUÇLAR VE ÖNERİLER 59
4.1. Sonuçlar 59
4.1. Öneriler 62
KAYNAKLAR 63
ÖZGEÇMİŞ 69

ÇİZELGELER DİZİNİ **SAYFA**

Çizelge 3.1. Kullanılan pamuklu kumaşın bazı özellikleri 19
Çizelge 3.2. Kullanılan kitosan biyopolimerine ait temel özellikler 20
Çizelge 4.1. Nano-mikro kitosanın yüzdesel elementel kompozisyonu 38
Çizelge 4.2. Numune kumaşlara ait antimantar testi sonuçları 42
Çizelge 4.3. Antibakteriyel aktivite testi sonuçları 44
Çizelge 4.4. Farklı konsantrasyonlardaki nano-mikro kitosan çözeltisinin kumaşların ΔE değerine etkisi 45
Çizelge 4.5. Renk ölçüm sonuçları 46
Çizelge 4.6. Numune kumaşların CIELab Kıyaslamaları 46
Çizelge 4.7. Atkı ve çözgü mukavemetleri için Tukey çoklu karşılaştırma testi sonuçları 50
Çizelge 4.8. Tukey çoklu karşılaştırma testi sonuçları 51
Çizelge 4.9. Tukey çoklu karşılaştırma testi sonuçları 56

ŞEKİLLER DİZİNİ **SAYFA**

Şekil 1.1. Selüloz (A), kitin (B) ve kitosanın(C) ait kimyasal yapıları 4
Şekil 1.2. Elektroçekim yönteminin temel prensibi 5
Şekil 1.3. Film döküm yöntemi ile üretilmiş kitosan filmin görünümü 6
Şekil 1.4. Suya bırakıldıktan önce ve sonra hidrojellerin görünümü 7
Şekil 1.5. Kitosan nano ve mikro kürelerin SEM altında görüntüsü.....8
Şekil 1.6. İyonik jelleşme yönteminin şematik gösterimi 9
Şekil 1.7. Püskürtme-kurutma yöntemine ait şematik gösterim 10
Şekil 1.8. Mikroakış sistemi ile nanodamlacıklar üretimi.....11
Şekil 1.9. Kitosan nanopartikül hazırlanması için emülsiyon çapraz bağlama metodu 12
Şekil 3.1. Kitosana ait görünüm ve deasetilasyon işleminin kitin polimer yapısına etkisi.....20
Şekil 3.2. İyonik jelleşme yöntemine ait şematik görüntü 21
Şekil 3.3. Kitosan nanokürelerin üretim düzeneği 22
Şekil 3.4. Kullanılan santrifüj cihazı ve ayrılan katı malzeme.....23
Şekil 3.5. Emdirme için kullanılan Pad-Batch cihazı.....24
Şekil 3.6. FT-IR analizi cihazı 26
Şekil 3.7. Zeta potansiyeli ve parçacık boyutu ölçüm cihazı 27
Şekil 3.8. AATCC-100 testi işlem akışı.....29
Şekil 3.9. Spektrofotometre (a) ve UV geçirgenlik cihazı (b) görünümleri.....30
Şekil 3.9. Dikey su iletimi testi işlem görüntüsü.....32
Şekil 4.1. Kitosan ve nano-mikro kitosana ait FT-IR spektrumları 36
Şekil 4.2. Kitosan ve nano-mikro kitosana ait XRD sonuçları 36
Şekil 4.3. Kitosan ve nano-mikro kitosana ait TGA analizi sonuçları.....37
Şekil 4.4. Nano-mikro kitosanın EDX spektrumu 38
Şekil 4.5. Kitosan nano-mikro kürelerin SEM cihazı görünümleri.....39

Şekil 4.6. Zeta potansiyeli ve parçacık boyutu dağılımı analiz sonuçları 40
Şekil 4.7. Farklı konsantrasyonlarda kitosan nano-mikto küre uygulanmış kumaşların SEM görüntüleri.....41
Şekil 4.8. Antifungal testi sonrası elde edilen petri görüntüsü.....43
Şekil 4.9. Klebsiella pneumoniae bakterisinin t=0 ve t=24 saat sonraki petri görünümleri 44
Şekil 4.10. UV bölgede geçirgenlik analizi sonuçları.....47
Şekil 4.11. Atkı ve çözgü yönünde yırtılma mukavemeti sonuçları 48
Şekil 4.12. Referans ve işlem görmüş kumaşların atkı ve çözgü yönü mukavemet değerleri.....49
Şekil 4.13. Dairesel eğme testi sonuçları 51
Şekil 4.14. (a) Çözgü ve (b) atkı yönü için dikey su yükselmesi analizi sonuçları.....53
Şekil 4.15. Su buharı geçirgenliği analizi sonuçları.....54
Şekil 4.16. Hava geçirgenliği testi sonuçları.....55
Şekil 4.17. Referans (a), %0,1 (b), %0,25 (c), %0,50 (d) ve %1 konsantrasyonda kitosan nano-mikro küre uygulanmış kumaşların ilk temas anı görüntüleri.....57
Şekil 4.18. Kumaşlara ait ilk temas açısı ve damlacık emilim süreleri.....58

SİMGELER VE KISALTMALAR

Referans : İşlem görmemiş pamuklu kumaş

0,10% : %0,10 konsantrasyonda kitosan nano-mikro küre çözeltisi ile muamele edilmiş pamuklu kumaş

0,25% : %0,25 konsantrasyonda kitosan nano-mikro küre çözeltisi ile muamele edilmiş pamuklu kumaş

0,50% : %0,50 konsantrasyonda kitosan nano-mikro küre çözeltisi ile muamele edilmiş pamuklu kumaş

0,75% : %0,75 konsantrasyonda kitosan nano-mikro küre çözeltisi ile muamele edilmiş pamuklu kumaş

1% : %1 konsantrasyonda kitosan nano-mikro küre çözeltisi ile muamele edilmiş pamuklu kumaş

SEM : Taramalı elektron mikroskobu

EDX : Enerji yayılımlı X-Işını Analizi

XRD : X-Işını Kırınım yöntemi

TGA : Termogravimetrik analiz

TPP : Sodyum tripolifosfat

FT-IR : Fourier Dönüşümlü Infrared Spektrofotometre

L : açık ile (L=100) koyu (L=0) renk arasındaki farkı tanımlar.

a : yeşil ile (-a) kırmızı (+a) renk arasındaki farkı tanımlar.

b : mavi ile (-b) sarı (+b) renk arasındaki farkı tanımlar.

C : kroma (renk doygunluğu)

h : renk açısı (ton açısı)

ΔE : renk farklılığı

1. GİRİŞ

Tekstil ürün yelpazesi var olan veya daha sonra ortaya çıkan gereksinimlere göre sürekli genişlemektedir. İlk kullanım amacı örtünme ve süslenme olarak bilinen tekstil yapıları bugün artık elektromanyetik dalgaları engelleme, uçak konstrüksiyonunu hafifletme, bıçak veya ateşli silahlar ile gerçekleştirilebilecek saldırılara karşı koruma gibi yeni bir çok işlev kazanmıştır (Sariisik, 2016). Bu işlevlerden biri antimikrobiyallik yani mikroorganizmaları inhibe etme ve çoğalmalarını engelleme işlevidir.

Tekstil ürünleri günlük kullanım sırasında nem ve ısı içeren ortamlarda bulunurlar. Bu ortamlar aynı zamanda bakteri ve mantar gibi mikroorganizmalar için elverişlidir. Üreyen ve çoğalan bakteriler başta sağlık sorunlarına neden olabileceği gibi; koku, renk gibi tekstil ürünlerinde istenmeyen bazı olumsuz neticelerde doğurur. Diğer bir taraftan günlük kullanım dışında hastaneler ve oteller gibi bakteri-mantar gibi mikroorganizmaların bulaşma, dolayısıyla enfeksiyon oluşturma riskinin daha yüksek olduğu yerlerde antimikrobiyal tekstiller kritik öneme sahiptirler. Bütün bu sorunların önüne geçmek ve ihtiyaç duyulan özelliklerde tekstil ürünlerini tasarlayıp üretmek amacıyla son yıllarda bu konu üzerine bir çok çalışma yapılmaktadır (Morais ve ark., 2016). Literatürdeki bu çalışmaların temel amacı, tekstil ürünlerine antimkrobiyallik kazandıran etken madde üretmek ve bu maddelerin kalıcı şekilde tekstil yapısına uygulanmasıdır.

Genel olarak antimikrobiyal etken maddeler

- mikro organizmaların hücre duvarlarına zarar vererek,
- hücre duvarı sentezine engel olarak,
- hücre duvarının kalıcı olarak tahrip ederek,
- protein ve nükleik asit sentezlerinin engelleyerek
- enzim hareketlerini engelleyerek işlev göstermektedirler (Palamutcu, 2009).

Tekstil ürünlerine antimikrobiyal özellik kazandırmak için bir çok yöntem bulunmakla birlikte en fazla kullanılan yöntemlerden özellikle metal tuzları, antibakteriyel apre gibi yöntemler insan vücudu ile alerjen reaksiyonlar verebilmektedir. Bu nedenle insan tenine temas eden ve bu yöntemle üretilmiş antibakteriyel tekstil yapılarının alerjen özellikleri uzun süreli izlenmelidir. Aynı zamanda bu maddelerin üretimi ve kullanımı sırasında ortaya çıkan çevre yükü azımsanmayacak seviyelerdedir (Palamutcu, 2009).

Soya lifi, bambu lifi gibi doğal antibakteriyel hammadde kullanımı ve yine bitkilerden alınan bazı ekstrakların tekstil yüzeylerine uygulanması ise bütün yöntemler arasında en masum olanlar olarak belirtilebilir. Fakat bu maddelerin antimikrobiyal etkinlikleri genel olarak sınırlıdır. Ayrıca tekstil yüzeyine daha sonra uygulanan özütler, kalıcı olarak antimikrobiyal özellik sağlamayabilir (Simoncic ve Tomsic, 2010).

Metal ve metalize filamentler de antibakteriyel tekstil yapısı üretiminde sıklıkla kullanılmaktadır (Simoncic ve Tomsic, 2010). Bu ürünlerin genel olarak yüksek ve kalıcı antibakteriyel etki sağladığı bilinmektedir. Bu yöntemin dezavantajı olarak ise metal filamentlerin işlenmelerindeki güçlük ve tekstil yüzeyine verdiği olumsuz tuşe-tutum özellikleri olarak sıralanabilir.

Bütün bu yöntemlerin dışında, son yıllarda kitosan biyopolimerinin farklı fiziksel formlarda antibakteriyel tekstil yapıları üretimi için kullanımı öne çıkmaktadır. Kitosan, kitin biyopolimerinin deasetillenmesiyle üretilen ve doğada deniz kabuklulları, böcek iskeletleri, bazı bitkiler başta olmak üzere bir çok kaynaktan üretilebilen bir polimerdir (Hajji ve ark., 2014). Kitin ilk olarak 1811 yılında mantar hücre duvarından üretilmiş, daha sonra 1843 yılında yapısında ki azotun varlığının keşfi ile kimyasal yapısı çözümlenmiştir. Kelime anlamı ‘zırh, kılıf’ olan kitin, kitosanın üretimi için hammadde niteliği taşımaktadır. Kitosanın

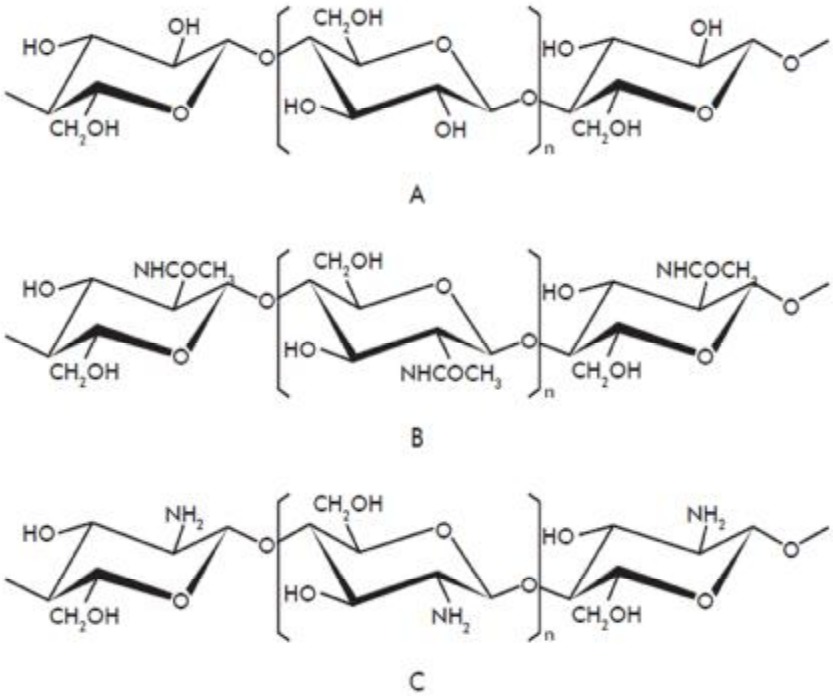
ilk üretimi 1859 yılında derişik potasyum hidroksit ile kitini kaynatan ve asetil gruplarının parçalanmasını sağlayan Rouget tarafından gerçekleştirilmiştir. Bu çalışma sonrası Rouget normal şartlarda çözündürülmesi oldukça güç olan

malzemenin (kitin) artık kolayca çözünebilen bir malzemeye (kitosan) dönüştüğünü gözlemlemiştir. Gerçekleştirilen bu temel çalışmaların ardından kitinin doğada bir çok kaynakta bulunduğu ve kitosana dönüştürülmesi ile ilgili birçok yayın yapılmıştır. Sahip olduğu üstün özellikler keşfedildikçe bu çalışmaların sayısı artmış ve bugün halen üzerine en çok çalışılan biyopolimerlerden biri konumundadır (Kurita, 2006).

Kitosanı öne çıkaran bazı özellikler,

- Antimikrobiyallik
- Farklı fiziksel formlara getirilebilme
- Biyouyumluluk
- Biyobozunurluk
- Film oluşturma yeteneği
- Yüksek yağ bağlama kapasitesi olarak sayılabilir (Islam, ve ark., 2017).

Kitosanın kimyasal yapısı selüloza oldukça benzerdir. Tek farklılık selüloz yapısında bulunan hidroksil gruplarından birini amin grubunun almasıdır. Kitinde ise bu amin grubu yerine deasetil grubu bağlıdır. Selüloz, kitin ve kitosana ait kimyasal yapıların gösterimi Şekil 1.1’de verilmiştir.



Şekil 1.1. Selüloz (A) kitin (B) ve kitosana (C) ait kimyasal yapıları (Li ve ark., 2012)

1.1. Kitosan Biyopolimerinin Fiziksel Formları

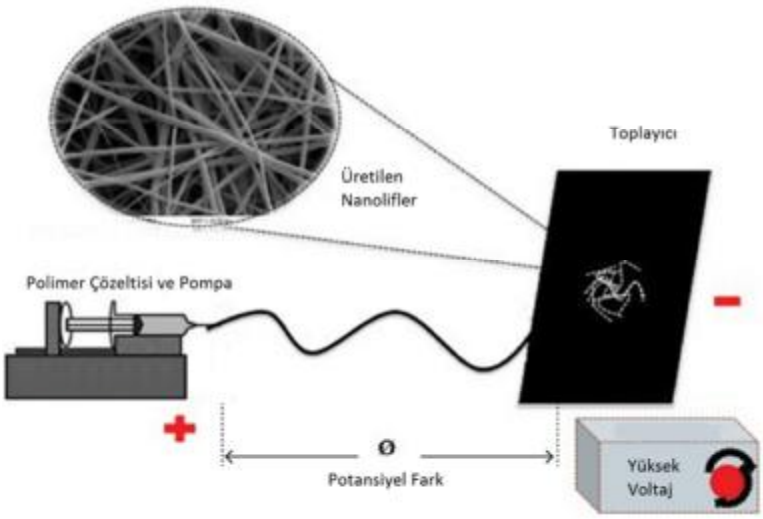
Kitosan Kullanım amacına göre farklı fiziksel formlarda üretilebilir. Örnek olarak ilaç salınım sistemlerinde nano veya mikro parçacık formunda kullanılırken tekstilde lif veya nanolif formunda kullanımı yaygındır. Kitosan biyopolimerini fiziksel olarak farklı formlarda üretmek için farklı üretim metodları kullanılmaktadır (Shah ve ark., 2013).

1.1.1. Lif veya Nanolif Formu

Kitosanın ticari lif olarak üretimi ıslak çekim metodu ile gerçekleştirilebilmektedir. Üretilen lifler yüksek mukavemete ve üstün özelliklere sahip olsalar da üretim maliyetleri kitosan liflerinin kullanımını kısıtlamaktadır. Bu nedenle kitosan lifleri tek başlarına kullanılmaları yerine diğer polimerler ile

karışım olarak üretilebilmektedirler. Kitosan biyopolimerinin diğer biyopolimerler ile tekstilde kullanılan bazı sentetik polimerler ile birlikte kullanıldığı literatürde görülmektedir (Ravikumar, 1999).

Nanolif formunda kitosan üretimi ise genel olarak elektroçekim yöntemiyle asetik asit içerisinden gerçekleştirilebilmektedir. Üretilen liflerin çapı çözelti konsantrasyonu, voltaj, toplayıcı mesafesi gibi değişkenlerden etkilenmektedir. Bu yöntem ile üretilen nanolifli yapılar biyomedikal uygulamalarda ve membran olarak kullanılabilmektedir. Elektroçekim yöntemi esası Şekil 1.2'de verilmiştir.



Şekil 1.2. Elektroçekim yönteminin temel prensibi (Salles ve ark., 2015)

1.1.2. Film veya Membran Formu

Kitosanın önemli özelliklerinden birisi de film oluşturabilme kapasitesidir. Oluşturulan filmlerin esnek, homojen, mukavemetli ve şeffaf oldukları ve bu özellikleri yanında içerdiği kitosana ait üstün özellikler nedeniyle medikal, kozmetik, seperasyon gibi amaçlarla kullanılabildiği bilinmektedir (Elsabee ve Abdou, 2013).

Kitosan film ve membranlar film casting (döküm) yöntemiyle de üretilebilmektedirler. Bu filmlerin özellikleri yüzey morfolojilerinden doğrudan

etkilenir. Yüzey morfolojileri ise kullanılan film üretme tekniği kitosan çözeltisinin konsantrasyonu, kitosanın moleküler ağırlığı, kullanılan solvent, kitosan kaynağı, deasetilasyon derecesi gibi değişkenlerden etkilenmektedir. Literatür incelendiğinde kitosan film ve membranların özelliklerini geliştirmek ve maliyetlerini düşürmek amacıyla farklı polimerler ile kompozit halinde kullanıldığı da görülmektedir (Elsabee ve Abdou, 2013). Şekil 1.3'de film döküm yöntemi ile üretilmiş kitosan filme ait görünüm verilmiştir.

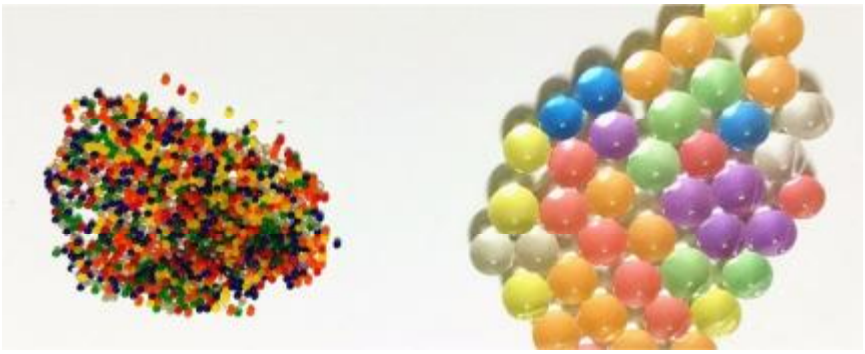


Şekil 1. 3. Film döküm yöntemi ile üretilmiş kitosan filmin görünümü

1.1.3. Hidrojel Formu

Hidrojeller içerisinde çözünmeksizin yüksek oranda su tutabilen önemli ve üstün özelliklere sahip polimerik malzemelerdir (Laftah ve ark., 2011). Kitosan hidrojeller kimyasal çapraz bağlama, fiziksel çapraz bağlama, hem fiziksel hem kimyasal çapraz bağlama gibi yöntemler ile üretilebilmektedir. Çevre, medikal, tekstil, doku mühendisliği gibi uygulamalara sahip olan bu malzemeler yüksek su tutma ve şişme özellikleri ile tanınmaktadır. Kitosan hidrojellerin biyobozunur formda olması ve su tutabilen gruplar taşıması nedeniyle avantaj elde etmektedirler

(Rani ve ark., 2010). Su tuttuktan sonra ve önce hidrojel görünümleri Şekil 1.4'de verilmiştir.



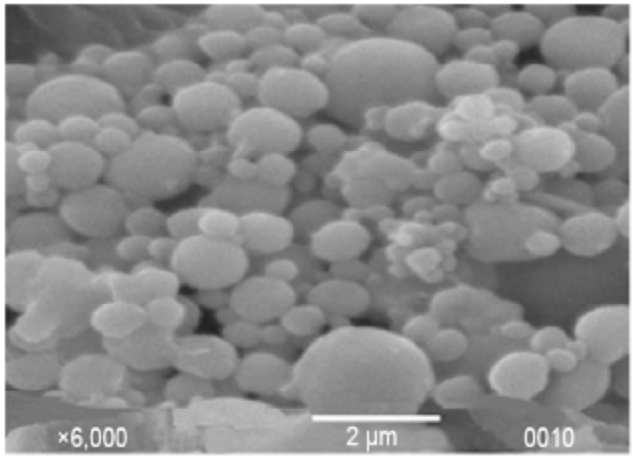
Şekil 1. 4. Suya bırakıldıktan önce ve sonra hidrojellerin görünümü

Özellikle son yıllarda gerçekleştirilen çalışmalarda kitosan ve modifiye edilmiş kitosan biyopolimerleri diğer polimerik yapılar ile birlikte kullanılarak şişme kapasitelerinde artış sağlanırken aynı zamanda hidrojel stabilitelerini de yükseltilmiştir.

1.1.4. Nano ve Mikro Parçacık Formu

Nano ve mikro parçacıklar kitosan biyopolimerinin en fazla kullanılan formlarından biridir. Buna sebep olarak yapılan birçok çalışmada kitosan biyopolimerinin nanoparçacık formunda iken çok daha yüksek antibakteriyel özellik gösterdiğinin kanıtlanması ve artan yüzey alanı ile birlikte materyalin vucuda ilaç salınımı amacıyla verildiğinde veya doğaya karıştığında çok daha kısa sürelerde parçalanarak toksik olmayan bileşiklere dönüşmesi gösterilebilir (Grenha, 2012). Kitosan nanoparçacıklar özellikle medikal alanda ilaç salınımı amacıyla kullanılmaktadır (Wu ve ark., 2015). Bir diğer önemli husus ise kitosan nanoparçacıkların üretimi için kullanılan yöntemin üretilen nanoparçacıkların özellikleri üzerine doğrudan etki etmesidir. İyonik ve kovalent çapraz bağlanma yöntemleri nano ve mikroparçacıklar üretmek için en fazla tercih edilen yöntemler

olsa da bu parçacıkların özelliklerini geliştirmek, belli bir kullanım alanına yönetmek, boyut stabilitesi sağlamak gibi amaçlarla birçok yöntem geliştirilmekte ve kullanılmaktadır. Kitosan nano ve mikro kürelerinin taramalı elektron mikroskobundaki görünümleri Şekil 1.5'de verilmiştir.



Şekil 1. 5. Kitosan nano ve mikro kürelerin SEM altında görüntüsü

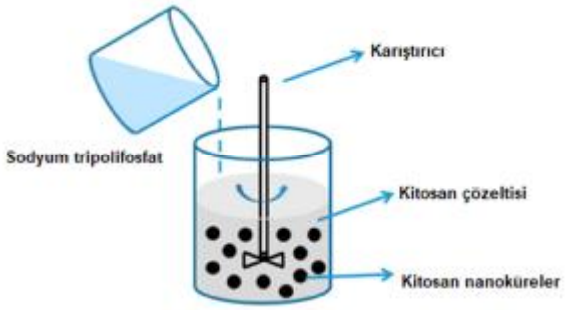
1.2. Kitosan Nano ve Mikro Parçacıkların Üretim Yöntemleri

Kitosan nanoparçacıkların üretimi için kullanılan yöntemin üretilen nanoparçacıkların özellikleri üzerine doğrudan etki ettiği bilinmektedir. İyonik ve kovalent çapraz bağlanma yöntemleri nano ve mikroparçacıklar üretmek için en fazla tercih edilen yöntemler olsa da bu parçacıkların özelliklerini geliştirmek, belli bir kullanım alanına yönetmek, boyut stabilitesi sağlamak gibi amaçlarla birçok yöntem geliştirilmekte ve kullanılmaktadır.

1.2.1. İyonik Jelleşme Yöntemi

İyonotropik jelleşme tekniği ile kitosan kürecikleri üretimi ilk olarak Bodmeier ve arkadaşları tarafından rapor edilmiştir (Bodmeier ve ark., 1989), daha sonra Calvo ve arkadaşları kitosan nanopartikülleri üretmiştir (Calvo ve ark., 1997). Bu üretim yöntemi kitosanın katyonik özelliğini kanıtlamıştır ve

kitosanın pozitif yüklü amino grupları ile sodyum tripolifosfat gibi bir polianyonun negatif uçları arasındaki etkileşimi esas alan bir yöntemdir. Bu yöntem aynı zamanda iyonik çapraz bağlama yöntemi olarak da tanınmaktadır. Genel olarak bu üretim yöntemi basit bir proses olmakla birlikte herhangi bir toksik madde ve solvent kullanımı da gerektirmez, bu nedenle öne çıkan bir yöntemdir. Üretim için yüksek deasetilasyon derecesine ve düşük moleküler ağırlığa sahip kitosan polimerleri tercih edilir. Yöntemin olumsuz tarafı olarak ise oluşturulan nanoparçacıkların boyut dağılımının geniş bir aralığa yayılması ve düşük stabilitesi olarak değerlendirilebilir.

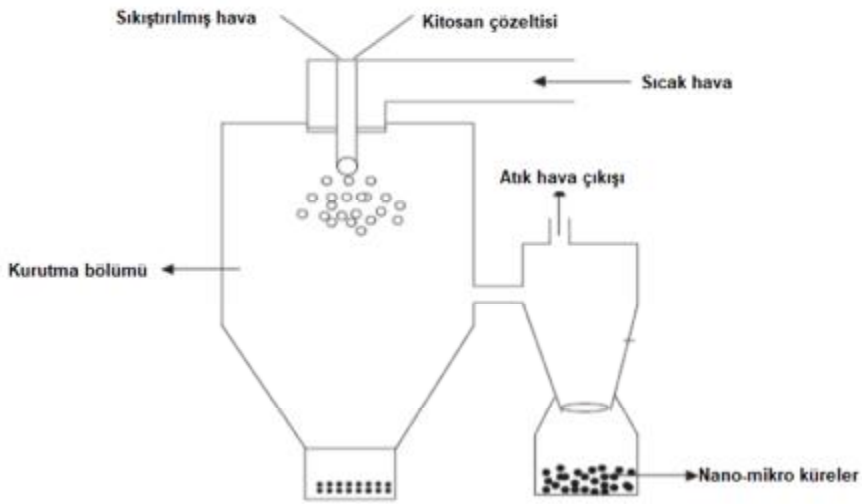


Şekil 1. 6. İyonik jelleşme Yönteminin Şematik Gösterimi (Wang, ve ark.,2016)

Yöntem temel olarak distile su içerisinde hazırlanan sodyumtripolifosfat çözeltisinin, asetik asit içerisinde hazırlanan kitosan çözeltisine sabit hızlı karıştırma altında eklenmesi esasına dayanmaktadır. Oluşan kitosan nanoparçacıkların boyutları ve fiziksel özellikleri pH, karıştırma hızı, kitosan ve Sodyumtripolifosfatın konsantrasyonları gibi değişkenlere bağlıdır. Yönteme ait şematik gösterim Şekil 1.6'da verilmiştir 2009 yılında Nasti ve arkadaşları tarafından kitosan/tripolifosfat (TPP) nanopartiküllerinin hazırlanmasında pH, konsantrasyon, bileşenlerin oranları, karıştırma metodu faktörlerinin etkisi çalışılmıştır (Nasri ve ark., 2009).

1.2.2. Püskürtme-Kurutma Yöntemi

Kitosan parçacıklarının püskürtme-kuruma yöntemi ile üretimi ilk olarak He ve ark. (1999) tarafından gerçekleştirilmiştir. He ve arkadaşları geliştirdikleri çalışmada 2-10 mikrometre çaplarında mikropartiküller elde etmişlerdir. İlk olarak mikropartiküller üretmekte kullanılan bu yöntem daha sonra nanopartikül üretmek içinde kullanılmaya başlanmıştır. Yöntem esası belirli bir konsantrasyonda hazırlanmış kitosan çözeltisinin püskürtmeli kurutucu cihazı yardımıyla püskürtme kanalına püskürtülmesi ve solventin uzaklaştırılması ile mikro-nano partiküllerin üretilmesine dayanmaktadır (Şekil 1.7).



Şekil 1. 7. Püskürtme-kurutma yöntemine ait şematik gösterim (Agnihotri ve ark, 2004)

Bu metotta kitosan asetik asit çözeltisinde çözünür. İlaç salınım sistemi üretiliyorsa kullanılacak olan ilaç da çözeltide çözülür veya dağıtılır ve uygun bir çapraz bağlayıcı ajan eklenir. Bu çözelti sıcak hava akımında atomize edilir. Atomizasyon küçük damlacıkların oluşmasını ve solventin buharlaşması serbest partiküllerin oluşmasını sağlar. Bu yöntemde çapraz bağlayıcı kullanmadan da üretim yapılabilmekte fakat zeta potansiyeli yüksek partiküller üretildiği için

aglomerasyon problemi ile karşılaşılabilmektedir. Çapraz bağlayıcı eklenmesi ile partikül boyutlarında da azalma gerçekleşmektedir (Agnihotri ve ark., 2004). Homojen partikül dağılımına sahip nanopartiküller küresel şekilde üretilebilmektedir. Partikül boyutu püskürtme akış hızına, nozül çapına, atomizasyon basıncı, giriş sıcaklığına ve çapraz bağlama derecesine bağlıdır (He ve ark., 1999). Çapraz bağlı kitosan nanopartiküller glutaraldehit, formaldehit gibi çapraz bağlayıcılar kullanılarak üretilebilmektedir. Püskürtme kurutma yöntemi diğer yöntemlerle karşılaştırıldığında daha düşük maliyetli teknolojiye sahip olması ve hızlı olması nedeniyle, gıda ve ilaç endüstrisinde geniş ölçüde kullanılmaktadır.

1.2.3. Mikroakış Yöntemi

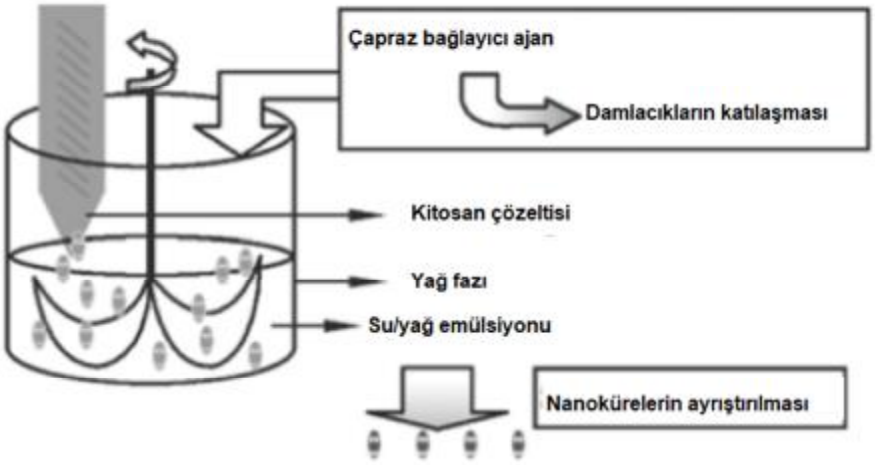
Kitosan nanopartiküllerin özellikle ilaç salınımında ilaç ile birlikte kapsüllenerek kullanımı amacıyla geliştirilen bu yöntem çok daha monodispers kitosan nanopartikülleri üretmek için en uygun yöntemlerden biridir (Zhao ve ark., 2013). Nanopartikül boyutlarının istenilen ölçüde ayarlanabilmesi ve tekrarlanabilir üretim sunması nedeniyle bu yöntem ilgi çekmektedir. Mikrokanallar içeren genel olarak polimerik tabakaların kullanıldığı bu yöntemde Şekil 1.8'de görüldüğü gibi T şeklinde 3 girişe ve tek bir çıkışa sahip tasarımlar ile birden fazla malzeme beslemek ve bunları kapsül haline getirmek mümkün olabilmektedir. İstenilen boyutta üretim için akış oranı ve nanopartiküllerin monodispers olması için akış stabilitesi bu sistemlerin en önemli değişkenleridir.



Şekil 1. 8. Mikroakış sistemi ile nanodamlacıklar üretimi

1.2.4. Emülsiyon Çapraz Bağlama Yöntemi

Bu metot, kitosanın fonksiyonel amin gruplarını çapraz bağlayıcı ajanın aldehit gruplarıyla çapraz bağlanması esasına dayanmaktadır. Yöntemde ilk olarak, kitosan çözeltisi yağ fazda emülsiye edilerek homojen bir emülsiyon hazırlanır. Sulu damlacıklar yüzey aktif madde kullanılarak kararlılaştırılır. Glutaraldehit gibi uygun çapraz bağlayıcı ajanlar partikülleri katılaştırmak için kullanılır. Daha sonra nanopartiküller çeşitli solvent ve alkollerle yıkanır ve kurutulur. Sulu damlacıkların boyutu kontrol edilerek partiküllerin boyutu kontrol edilebilir(Paulraj ve ark., 2017). Ayrıca emülsiyon oluşumu boyunca karıştırma hızı da partikül boyutuna etki eder. Bu metodun en büyük zorluklarından biri kullanılan çapraz bağlayıcıların aktif ajanlarla kimyasal reaksiyona girme olasılığıdır. Reaksiyona girmeyen, genelde toksik olan çapraz bağlayıcıyı tamamen ortadan kaldırmak zordur. Ayrıca, nanopartiküllerle çapraz bağlanan glutaraldehit hücre yaşanabilirliği üzerinde kötü etkilere neden olabileceği için bu yöntemle üretilen nanoparçacıkların doku mühendisliğinde kullanımı sınırlıdır (Paulraj ve ark., 2017).



Şekil 1.9. Kitosan nanopartikül hazırlanması için emülsiyon çapraz bağlama metodu

1.3. Çalışmanın Amacı ve Kapsamı

Çalışmanın temel amacı kitosan biyopolimerinin nano-mikro form haline getirilmesi ve dokunmuş pamuklu kumaşa antibakteriyellik kazandırmak amacıyla uygulanmasıdır.

Çalışmanın kapsamı kitosan biyopolimerinin iyonik jelleşme metodu ile nano-mikro küre formuna getirilmesi, üretilen nano-mikro kürelerin elementel, termal, morfolojik karakterizasyonlarının gerçekleştirilmesi, farklı konsantrasyonlarda nano-mikro küre çözeltilerinin hazırlanması, hazırlanan çözeltilerin pamuklu kumaşlara emdirme metodu ile uygulanması, üretilen işlem görmüş kumaşların antibakteriyel, optik, mekanik ve konfor özelliklerinin gerçekleştirilmesi, kitosan nano-mikro küre çözelti konsantrasyonunun bahsedilen özelliklere etkisinin istatistiksel olarak değerlendirilmesi aşamaları içermektedir.

2. ÖNCEKİ ÇALIŞMALAR

Zhang ve ark. (2003), gerçekleştirdikleri çalışmada kitosan pamuklu kumaşlara emdirilmiş ve sonuç olarak çok düşük konsantrasyonlarda uygulanan kitosanın pamuklu kumaşı E. coli bakterisi için %90 dolaylarında antibakteryel hale getirdiği görülmüştür. Elde eden etkiyi kalıcı kılmak amacıyla glutaraldehit kullanılmış ve ürünün yıkama haslığında gelişme gözlenmiştir.

Tülin (2003) tarafından yapılan çalışmada pamuk ve %50 pamuk %50 polyester dokunmuş kumaşa kitosan uygulanmıştır. Çalışma kapsamında aynı zamanda pamuk ve pamuk/polyester kumaşa uygulanığında arada bir fark oluşup oluşmadığı araştırılmış ve aynı antibakteriyellik seviyelerinin yakalandığı görülmüştür. Üretilen numunelerin 10 yıkamaya kadar da antibakteriyel etkinliklerini koruduğu da tespit edilmiştir.

Rinaudo (2006), kitosanın özelliklerini ve potansiyel uygulama alanları ortaya koymuştur. Rinaudo araştırmasında kitosanın antibakteriyellik özelliği Tekstil perspektifinden incelendiğinde ise daha çok lif, nanolif ve nanoparçacık olarak kullanıldığı, bunların yanısıra polimer çözeltisi olarak tekstillere bitim işlemi maddesi olarak uygulandığı da görülmektedir.

Tavaria ve ark. (2012), S. Aureus bakterisinin cilt üzerinde yok edilmesi için mikrobiyal üremeyi kontrol edici özellikte kitosan emdirilmiş pamuklu kumaş kullanımı konusunda çalışmış ve başarılı sonuç elde etmişlerdir.

Yang ve ark. (2010), yünlü kumaşlara antibakteriyel özellik kazandırmak için kitosan nanoparçacıkları kullanmışlardır. Çalışmada kitosan nanopartikül ile bitim işlemi görmüş yün kumaşın antibakteriyel ve yıkama sonrası boyut değişimi özelliklerinde iyileşme gözlenmiştir.

Gouda ve Hebeish (2010) gerçekleştirdikleri bir çalışmada kitosan nanoparçacıklara bakır iyonları yüklemiş ve bu nanoparçacıkları antibakteriyel bitim işlemi malzemesi olarak pamuklu kumaşlara uygulamışlardır. Yapılan

çalışma ile bakır oksitin antibakteriyel etkinliği artırdığı ortaya konmuştur. Yapılan çalışma yıkama ile bu etkinin kalıcılığı da incelenmiş ve 30 yıkama sonrasında bile S.aureus ve E.coli bakterilerine karşı antibakteriyel etkinin %70'in üzerinde devam ettiği görülmüştür.

Hu ve ark. (2011) kitosan nanoparçacıkları iyonik jelleşme yöntemiyle üretmiş ve hoş koku salınımı yapmaları amacıyla reaksiyona çiçek aromaları eklemişlerdir. Üretilen malzeme doğrudan pamuklu kumaşa uygulanmış ve hoş koku salınımı konusunda daha dengeli, uzun süreli ve yıkamaya dayanıklı bir tekstil yapısı ürettiklerini belirtmişlerdir.

Thomas ve ark. (2011) gerçekleştirdikleri çalışmada pamuklu kumaşa ilk olarak kitosan biyopolimerini kimyasal olarak bağlamışlar, ardından gümüş nanoparçacıkları da kumaşa aplike ederek E. coli bakterisine karşı yüksek antibakteriyel etki elde etmişlerdir.

Hu ve ark. (2012) kitosan nanoparçacıkları iyonik jelleşme metodu ile üretmişler ve üretim esnasında bu nanoparçacıklara gül kokusunu ilave edip reçine kullanmadan pamuklu kumaşa uygulamışlardır. Üretilen bu hoş kokulu nanoparçacıklar pamuklu kumaşa uygulanarak hoş koku salınımı yapan inovatif tekstiller üretilmiştir.

Ali ve ark. (2011) iyonik jelleşme metodu ile ürettikleri kitosan nanoparçacıkları ve bunun gümüş eklenmiş hali olan gümüş/kitosan nanoparçacıkları polyester kumaşa uygulamış ve etkinliklerini kıyaslamıştır. Gümüş yüklemesinden sonra nanoparçacıkların boyutları 115 nm'den 165 nm ye çıktığı görülmektedir. Gümüş takviyeli kitosan nanoparçacıkların %100'e yakın antibakteriyel aktivite gösterdiği ortaya konulmuştur..

Abdel-Mohsen ve ark. (2012) gümüş partiküllerini kitosan-o-metoksi polietilen glikol ile kapsüllemiş ve pamuklu kumaşa konvansiyonel daldırma-kurutma yöntemiyle uygulamışlardır. Kumaşın bu uygulamayla E. Coli ve S.Aureus bakterilerine karşı yüksek antibakteriyel aktivite gösterdiğini ve bu etkinin 20 yıkama sonrasında da devam ettiğini tespit etmişlerdir.

Abdelhady (2012) kitosan/çinkooksit nanoparçacıkları sentezlemiş ve elde ettikleri hibrid nanoparçacıkları pamuklu kumaş üzerine aplike ederek antibakteriyel ve UV koruyucu tekstil yapıları üretmişlerdir. Kumaşın söz konusu özelliklerinin artan konsantrasyon ile birlikte iyileştiği görülmüştür.

Di ve ark. (2012) gümüş nanoparçacıklar ve kitosanı birlikte kullanarak tensel/pamuk dokusuz yüzey tekstillere uygulamışlardır. Üretilen işlem görmüş kumaşların çok iyi su alma kapasitesine ulaştığı, hava geçirgenlik özelliğine sahip olduğu ve E.Coli bakterisine karşı antibakteriyel aktivite gösterdiği görülmüştür.

Zhang ve ark. (2012) gümüş nanoparçacıkları pamuklu kumaşa uygulamış pamuklu kumaşın renginde hafif bir değişme olduğunu göstermişlerdir. Üretilen kumaşın aynı zamanda antibakteriyel özellik kazandırabildiklerini belirtmişlerdir.

Hebeish ve ark. (2013) gerçekleştirdikleri çalışmada kitosan biyopolimeri metakrilik asit varlığında nanoparçacık formuna getirilmiş ve sonuç olarak polimetil metakrilat/kitosan nanoparçacıkları üretilmiştir. Daha sonra üretilen bu nanoparçacıklar pamuk kumaşa multifonksiyonel özellik kazandırmak amacıyla uygulanmıştır. Uygulama sonucunda üretilen pamuklu kumaşların antibakteriyellik yanısıra boya alımı, ve bakır sülfat ilavesi ile de UV koruyuculuk gibi özelliklerinin oluştuğu/geliştiği görülmüştür.

Dhineshbabu ve Rajendran (2016) kitosan/bakıroksit nanoparçacıkları pamuklu kumaşa uygulamışlardır. Bu uygulama için pad-dry metodunu kullanmışlardır. Sonuç olarak üretilen numuneler analiz edildiğinde bakıroksit takviyeli kitosan uygulanmış pamuklu kumaşların S.aureus ve E.coli bakterilerine karşı çok daha yüksek antibakteriyel etki oluşturduğu belirlenmiştir.

Petkova ve ark. (2014) Çinko oksit ve kitosan nanoparçacıkları sonokimyasal yöntem kullanarak pamuklu tekstil yüzeylere aplike etmişlerdir. Bulgular incelendiğinde iki bakteriye karşı yüksek oranda antibakteriyel aktivite elde edildiği gösterilmiştir.

Arif ve ark. (2015) kitosan-gümüş nanoparçacıklarını pamuklu kumaşa uygulamış ve gümüş eklemenin kitosanın antibakteriyel etkisini çarpıcı bir şekilde artırdığını dört farklı bakteri üzerinde tespit etmişlerdir.

Busila ve ark. (2015) gümüş ve çinko nanoparçacıkları kitosan çözeltisi ile birlikte kullanarak antibakteriyel bitim işlemi için alternatif bir hibrid karışım ortaya çıkarmışlardır. Çalışmada pamuk ve %50 pamuk %50 polyester karışım kumaşlar kullanılmıştır. Uygulama için pad-dry metodu kullanılmış, bu malzemeleri ayrı ayrı uyguladıkları gibi birlikte kombinleyerek de uygulamış ve sonuçlar incelendiğinde kitosan ile birlikte çinko ve gümüş parçacıkları kullanmanın antibakteriyel aktiviteyi artırdığı ortaya konmuştur.

Sahan ve ark. (2016) iyonik jelleşme metodu ile ürettikleri kitosan nanoparçacıkları daha önce plasma işlemi uyguladıkları yün kumaşlara aplike etmişlerdir. Bu kumaşların hidrofilite, boyanabilme, renk haslıkları, sürtünme katsayısı, keçeleşme gibi özelliklerini araştırmışlardır. Elde edilen bulgular incelendiğinde %0,2 nano kitosan uygulanan kumaşın hidrofilitesinin yüksek oranda geliştiği, sürtünme haslıklarının 3-4'den 5 değerine çıktığı, mukavemetin %10 dolaylarında arttığı tespit edilmiştir.

3. MATERYAL VE METOD

3.1. Materyal

%100 pamuklu ağartılmış dokuma kumaş yerel bir tedarikçiden temin edilmiştir. Kumaş kullanılmadan önce ara kurutmalı 5 yıkamadan geçirilmiş ve üzerinde safsızlık kalmaması sağlanmıştır. Temin edilen kumaşın bazı özellikleri Çizelge 3.1'de verilmiştir.

Çizelge 3.1. Kullanılan pamuklu kumaşın bazı özellikleri

	Atkı Özellikleri	**Çözgü Özellikleri**	**Kumaş Özelikleri**
Sıklık (tel / cm)	20	22	/
Numara (Nm)	55 (Çift Kat)	50 (Çift Kat)	/
Büküm (tur/m)	230	250	/
m^2 Ağırlığı (gr/ m^2)	/	/	108
Örgü	/	/	Bezayağı
Nem İçeriği (%)	/	/	7-9

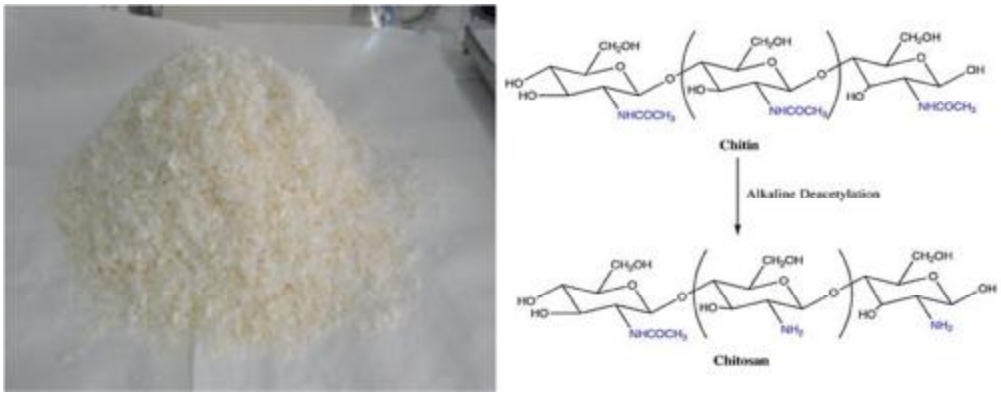
Çalışmada, Çukurova Üniversitesi Su Ürünleri Fakültesinde Küçükgülmez ve ark. (2012) elde ettikleri ve karakterize ettikleri kitosan kullanılmıştır. Araştırmacılar kitosan biyopolimerini karides kabuklarından 4 aşamada (deproteinizasyon, demineralizasyon, dekolorizasyon ve deasetilasyon) üretmiştir.

Temin edilen kitosana ait sonuçlar Çizelge 3.2'de verilmiştir. Bu sonuçlar arasında antibakteriyel etki ve çözünebilirlik açısından en önemli veri deasetilasyon derecesidir. Deasetilasyon derecesi kitin yapısındaki asetil gruplarının yüzde kaçının amin grubuna dönüştürülebildiğini nitelemektedir. Kullanılan kitosanın deasetilasyon derecesi %86,92 olarak bildirilmiştir.

Çizelge 3.2. Kullanılan kitosan biyopolimerine ait temel özellikler

Karakterize edilen özellik	Tespit edilen sonuç
Nem oranı (%)	1,07
Kül miktarı (%)	0,59
Deasetilasyon Derecesi (%)	86,92
Su taşıma kapasitesi(%)	492
Yağ taşıma kapasitesi (%)	382
Molekül Ağırlığı (kDa)	2,15
Vizkozite (Cp)	150

Molekül ağırlığı kitosanın gösterdiği antibakteriyel özellik başta olmak üzere bir çok diğer özelliğini de etkileyen parametrelerden biridir. Molekül ağırlığı düştükçe antibakteriyel etkinin arttığı bir çok araştırmada kanıtlanmıştır. Çalışma kapsamında kullanılan biyopolimerin molekül ağırlığı 2,15 kDa olarak bildirilmiştir. Kullanılan kitosanın ve deasetilasyon işleminin kitosanın kimyasal yapısında gerçekleştirdiği değişimin görünümleri Şekil 3.1'de verilmiştir.

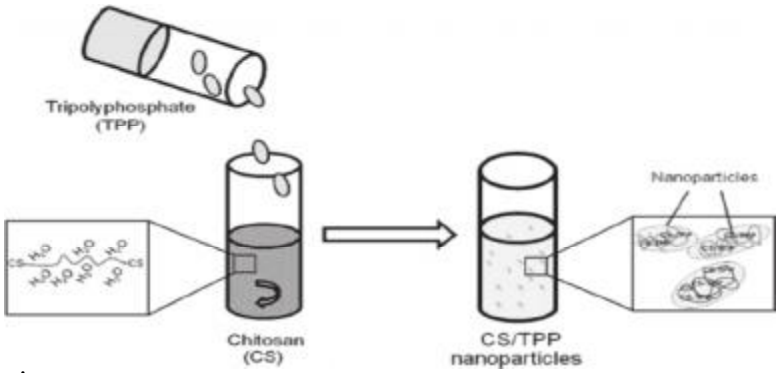


Şekil 3.1. Kitosana ait görünüm ve deasetilasyon işleminin kitin polimer yapısına etkisi

3.2. Metod

3.2.1. Kitosan Nano-Mikro Kürelerin Üretimi

Çalışma kapsamında temin edilen kitosan, nanoküre formuna iyonik jelleşme yöntemi ile getirilmiştir. Bu yöntem tripolifosfatın (TPP) anyonik grupları ile kitosanda bulunan amino grupları arasında gerçekleşen iyonik çapraz bağlanmaları kullanır. Üretilen kitosan %1'lik asetik asit içerisinde %1 konsantrasyonda çözündürülmüştür. Çözünen kitosan çözeltisinin mümkün olduğunca homojen olması ve henüz çözünmemiş katı partikül barındırmaması açısından karıştırma işlemi 12-18 saat arasında devam ettirilmiştir. Kitosanın katyonik forma getirilmesi için pH seviyesinin 6'dan düşük olması gerekmektedir fakat çok düşük pH seviyelerinde (pH 3 ve altı gibi) reaksiyon çok hızlı gerçekleşeği için kontrol altında tutmak mümkün değildir. Bu nedenlerle hazırlanan kitosan çözeltisinin pH değeri, literatür göz önünde bulundurularak, 4,6-4,8 seviyesine, 10 N sodyum hidroksit çözeltisi kullanılarak ayarlanmıştır. Daha sonra 2mg/ml konsantrasyonundaki sodyum tripolifosfat tuzu 20 ml/dk hızda, damlalar halinde çözeltiye kontrollü olarak eklenmiştir. Yönteme ait şematik gösterim Şekil 3.2 de verilmiştir.



Şekil 3.2. İyonik jelleşme yöntemine ait şematik görüntü

Çapraz bağlayıcının polimer çözeltisine katılma hızı oluşacak partiküllerin boyutunu ve yüzey morfolojisini etkileyen önemli bir husustur. Stabil çapraz bağlayıcı akışını sağlamak için büret sistemi kullanılmıştır. Büret vanasının açıklığı her bir reaksiyondan önce denenmiş ve 20 ml/dk değerinde sabitlenmiştir. Kitosan miktarı ile çapraz bağlayıcı miktarı ağırlıkça 3:1 oranına geldiğinde reaksiyon sonlandırılmıştır. İşlem sırasında kitosan çözeltisi 750 RPM hızda balık yardımı ile sürekli olarak karıştırılmış ve işlem laboratuvar sıcaklığında gerçekleştirilmiş, herhangi bir sıcaklık uygulanmamamıştır. Reaksiyon sonunda bulanık bir nano-mikro küre çözeltisi elde edilmiştir. Büret ve reaksiyon düzeneği ile reaksiyon sonunda elde edilen çözelti Şekil 3.3'de sunulmuştur.



Şekil 3.3. Kitosan nanokürelerin üretim düzeneği

Üretim sırasında kullanılan çapraz bağlayıcı ve pH ayarlamak için kullanılan sodyum hidroksitin bir kısmı reaksiyonlara dahil olamadan çözelti içinde bulunabilirler. Bu durumda ortamdaki fazla tuzu ve sodyum hidroksiti uzaklaştırmak amacıyla santrifüjleme işlemi kullanılmıştır. Kullanılan santrifüj 14.000 RPM, 4 derece sıcaklık ve 30 dakika ayarında çalıştırılmıştır. Santrifüj sonrası çöken kısım alınmış supernatant dökülmüştür. Alınan kısımlar daha sonra bir beherde toplanmış ve homojen oluncaya kadar, yaklaşık bir hafta sabit hızda balık yardımıyla karıştırılmıştır. Bu işlem sırasında da herhangi bir sıcaklık uygulanmamış, laboratuvar ortamı sıcaklığında karıştırma işlemi tamamlanmıştır. Kullanılan santrifüj cihazı ve çöken kısım Şekil 3.4'de verilmiştir.



Şekil 3.4. Kullanılan santrifüj cihazı ve ayrılan katı malzeme

Üretilen nanokürelerin temin edilen dokunmuş kumaşa uygulanması için ilk olarak 5 farklı konsantrasyonda nanoküre çözeltileri hazırlanmıştır. Çözeltilerin hazırlanması için saf su kullanılmış ve konsantrasyonlar %0,10, %0,25, %0,50 ve %1 olarak belirlenmiştir.

Hazırlanan çözeltiler pamuklu kumaşa Pad-Batch metodu ile emdirilmiştir. Emdirme sırasında kumaş geçiş hızı 1,5 m/dk ve silindir basıncı 2 bar olarak

uygulanmıştır. İşlem sonunda yapılan analiz ile kumaşa alınan flotte miktarının %90 dolaylarında olduğu görülmüştür. Uygulama için kullanılan Türk Tekstil Vakfı Mesleki ve Teknik Anadolu Lisesi laboratuvarlarında bulunan fulard Şekil 3.5'de verilmiştir.



Şekil 3.5. Emdirme için kullanılan Pad-Batch cihazı

3.2.3. Kitosan Nanoküre Uygulanmış Pamuklu Kumaşların Analizi

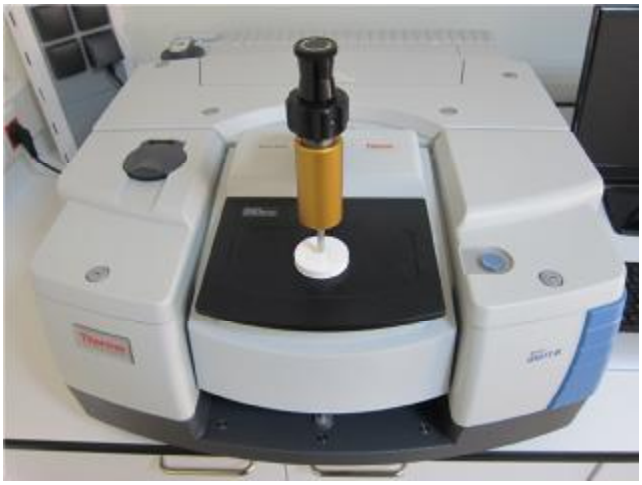
Kitosan nano-mikro küre uygulanmış pamuklu kumaşlara uygulanan analizler için Çukurova Üniversitesi Tekstil Mühendisliği Bölümü Laboratuvarları, Çukurova Üniversitesi Su Ürünleri Laboratuvarları, Çukurova Üniversitesi Eğitim Fakültesi Biyoloji Laboratuvarı, Çukurova Üniversitesi Merkezi Laboratuvarı, Orta Doğu Teknik Üniversitesi Merkezi Laboratuvarı Dokuz Eylül Üniversitesi Tekstil Mühendisliği Bölümü Test Laboratuvarı ve Bursa Teknik Üniversitesi Lif ve Polimer Mühendisliği Laboratuvarının imkanlarından yararlanılmıştır.

Çizelge 3.3. Kullanılan analiz metodları

	Test edilen özellik	Kullanılan standart	Cihaz
Yüzey Analizi	Yüzey görüntüsü	--	FEI Quanta 650 Field Emission SEM
Antimikrobiyal Aktivite Testleri	Antimantar aktivite testi	AATCC-30	Steril kabin, inkübatör
	Antibakteriyel aktivite testi (*Staphylococcus aureus*)	AATCC-100	
	Antibakteriyel aktivite testi (*Klebsiella pneumoniae*)	AATCC-100	
Optik Analizler	Spektrofotometrik renk analizleri	--	Minolta spektrofotometre
	UV-Geçirgenlik analizi	--	Shimadzu 3600 UV-Vis NIR
Mekanik Testler	Balistik sarkaç metodu ile yırtılma dayanımı tayini	TS EN ISO 13937-1:2000	James-Heal
	En büyük kuvvetin ve en büyük kuvvet altında boyca uzamanın tayini- Şerit metodu	TS EN ISO 13934-1:2013	Titan Universal Mukavemet Cihazı
	Dairesel eğme metodu ile sertlik tayini	ASTM D 4032 – 94	A&T OTexlab
Konfor Testleri	Dikey su iletimi analizi	DIN 53924	--
	Su buharı geçirgenliği analizi	BS 7209	--
	Hava geçirgenliği analizi	TS 391	Atlas hava geçirgenlik cihazı
	Temas açısı analizi	--	Gonyometre

3.2.3.1. Kitosan Nano-Mikro Kürelerinin Karakterizasyonu

Kitosan ve nano-mikro kitosan yapılarının element kompozisyonunu belirlemek amacıyla FT-IR analizleri gerçekleştirilmiştir Bu analizler FT-IR ATR cihazında 400-4000 dalga sayısı aralığında toz formunda gerçekleştirilmiştir. Kullanılan FT-IR cihazına ait görüntü Şekil 3.6'da sunulmuştur.



Şekil 3.6. FT-IR analizi cihazı

XRD X-ışını difraksiyonu, malzemelerin kristallografik özelliklerinin ve içerdikleri fazların belirlenmesini sağlayan hasarsız analiz yöntemidir. Tez çalışması kapsamında nano-mikro küre üretiminin kitosanın içerdiği fazlara etkisini araştırmak için 10-90 derece aralığında XRD ölçümleri PANalytical EMPYREAN XRD cihazı kullanılarak gerçekleştirilmiştir.

TGA analizleri kalıntı miktarı ve bozunma sıcaklığının belirlenmesi amacıyla, 10-500 derece aralığında nitrojen ortamında 10°/dk ısıtma hızında gerçekleştirilmiştir.

Zeta potansiyeli ölçümü üretilen nano-mikro küre süspansiyonunun aglomerasyon eğiliminin tahminlenmesi amacıyla gerçekleştirilmiştir. Zeta potansiyeli ve parçacık boyutu dağılımı analizleri Orta Doğu Teknik Üniversitesi

merkezi laboratuvarında yapılmıştır. Analizler yaş halde gerçekleştirilmiş ve Malvern marka ZetaSizer 2400 cihazı kullanılmıştır. Kullanılan cihazın görüntüsü Şekil 3.7'de verilmiştir.

SEM ve EDX analizleri Çukurova Üniversitesi Merkezi Laboratuvarında gerçekleştirilmiştir. Analiz için FEI Quanta 650 Field Emission SEM cihazı kullanılmıştır. Numuneler yalıtkan karakter gösterdiğinden cihaza yüklenmeden önce 45 saniye altın kaplama işlemine maruz bırakılmışlardır. Analiz sırasında farklı büyütmelerde ve farklı bölgelerden görüntüler alınmıştır.



Şekil 3. 7. Zeta potansiyeli ve parçacık boyutu ölçüm cihazı

3.2.3.2. Antimikrobiyal Aktivite Testleri

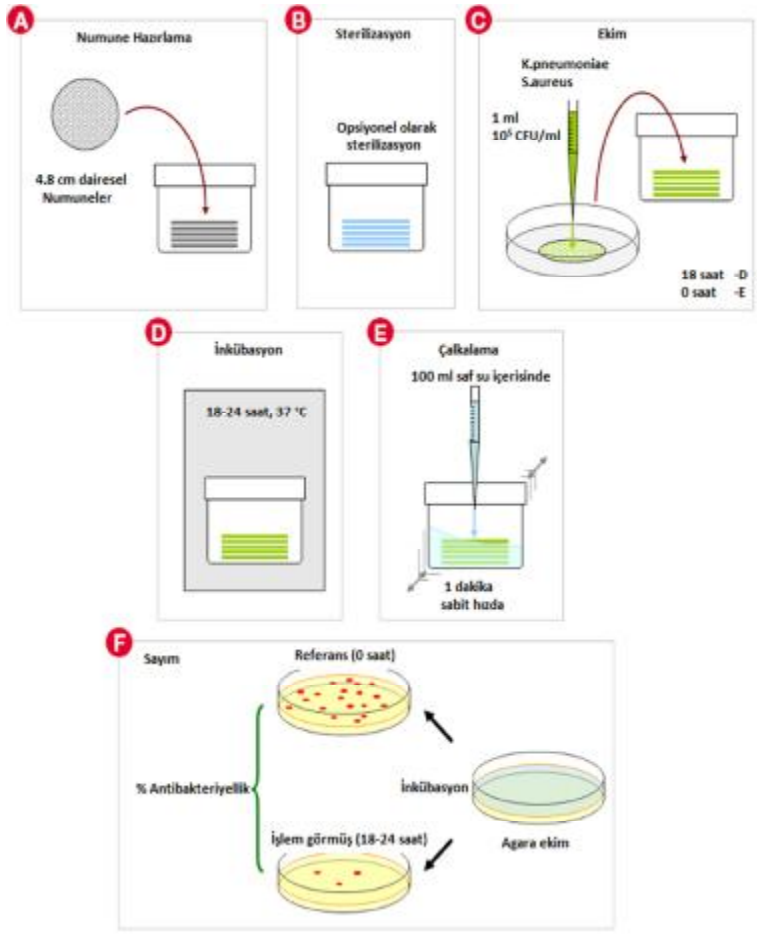
Üretilen nano-mikro küre uygulanmış kumaşların antibakteriyel ve antimantar aktiviteleri test edilmiştir. Antibakteriyel aktivite değerlendirmesi için AATCC-100 standardı kullanılmıştır. Bakteri olarak standardın da içerdiği üzere *Klebsiella pneumoniae* ve *Staphylococcus aureus* bakterileri kullanılmıştır. Bu bakteriler özellikle hastane enfeksiyonlarına sebep olan bakterilerdir. *Klebsiella pneumoniae* akciğer iltihabına (zatürre) neden olan gram negatif bakteri çeşididir

ve bir çok antibiyotiğe karşı dirençli olabilir. *Staphylococcus aureus* bakterisi ise nozokomiyal enfeksiyonların başlıca kaynaklarından olup deri altı iltihaplanmaları, yatak yaraları gibi problemlere neden olmaktadır. Üretilen kitosan nano-mikro küre uygulanmış kumaşların bu iki bakteriye karşı antibakteriyel etkinliğinin bu çalışma ile ortaya konmasının, kumaşların kullanım alanını büyük ölçüde belirleyeceği düşünülmektedir.

Antibakteriyel aktivite testi için sıvı besi yeri olarak Nutrient broth çözeltisi 13 gr/litre konsantrasyonunda hazırlanmış ardından 100 ml'lik şişelere ayrılarak otoklavdan geçirilmiştir. Katı besi olarak ise Nutrient agar 22 gr/litre konsantrasyonunda hazırlanmıştır. hazırlanan çözelti otoklavlandıktan sonra petri kaplara 20'şer ml olarak dökülmüş ve donmaya bırakılmıştır. Bakteriler hazırlanan sıvı besi yerine ekilmiş ve ortalama 10^5 CFU konsantrasyona ulaşıncaya dek çoğalmaları beklenmiştir.

Antibakteriyellik testi yapılacak numuneler standardın gerektirdiği şekilde 4.8 cm çaplı dairesel parçalar olarak hazırlanmıştır. Opsiyonel olan sterilizasyon aşaması uygulanan kitosan nano-mikro kürelerin basınç ve sıcaklık etkisiyle kimyasal yapısının değişime uğrayabileceği düşünülerek kumaşlara uygulanmamıştır.

Ön hazırlıklar tamamlandığında antibakteriyellik test aşamasına geçilmiştir. Antibakteriyel etkinliğin tespiti İçin her numuneden iki adet alınmış, bunların ilki sıfır zamanında yani bakteri ekiminden sonrası hemen, diğeri ise bakteri ekimi sonrası kondisyonlu ortamda 24 saat bekledikten sonra kumaş üzerindeki bakteri durumu araştırılmıştır. AATCC 100 standardının uygulanma aşamalarını içeren şematik görünüm Şekil 3.8'de verilmiştir.



Şekil 3.8. AATCC-100 testi işlem akışı

Antimantarlık testi AATCC-30 standardı esas alınarak gerçekleştirilmiştir. Test için standardın gerektirdiği şekilde *Aspergillus niger* mantarı kullanılmıştır. Bu mantar solunum yoluyla bulaştığında özellikle çocuklarda astım gibi ciddi rahatsızlaklara neden olabilmektedir. Test için PDA (Potato Dextrose Agar) yetiştirme ortamı olarak kullanılmıştır. Üretilen sporlar bu ortama 100 mikrolitre olarak ekilmiş ardından standarda göre 1,5 inç çapında kesilen dairesel numuneler, petrilerin ortasına yerleştirlmiştir. Yetiştirme sıcaklığı 30 derece, süresi ise 3 gündür.

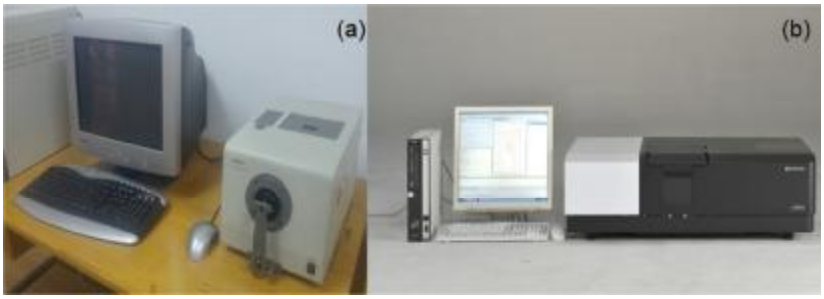
3.2.3.3. Optik Analizler

Spektrofotometrik renk analizleri bölümümüzde bulunan Minolta marka spektrofotometre ile gerçekleştirilmiştir. Farklı konsantrasyonlarda uygulanan nano-mikroküre lerin kumaşın rengi üzerine etkisinin değerlendirilmesi için kumaşların açıklık-koyuluk (L) kırmızılık-yeşillik (a) sarılık-mavilik (b) özellikleri ile ΔE renk farklılığı değerleri analiz edilmiştir.

L: açık ile (L=100) koyu (L=0) renk arasındaki farkı tanımlar.
a: yeşil ile (-a) kırmızı (+a) renk arasındaki farkı tanımlar.
b: mavi ile (-b) sarı (+b) renk arasındaki farkı tanımlar.
C: kroma (renk doygunluğu)
h: renk açısı (ton açısı)

ΔE: renk farklılığı; tekstilde iki numune arasındaki renk değişiminin ölçüsüdür. ΔE'nin 0-1 arasındaki değerleri anlamlı bir renk farklılığı oluşmadığını gösterirken 1'den büyük değer alması karşılaştırılan numuneler arasında renk farklılığının olduğunu gösterir.

Kumaşın UV-koruyuculuk özelliğinin tespiti için 190-400 nm arasında ışık geçirgenliği özelliği Shimadzu UV-Vis-NIR 3600 cihazı ile analizler gerçekleştirilmiştir.



Şekil 3.9 Spektrofotometre (a) ve UV geçirgenlik cihazı (b) görünümleri

3.2.3.4. Mekanik Testler

Kopma mukavemeti ve kopma anındaki yüzde uzama değerleri Titan tester ile TS EN ISO 13934-1:2013 'En büyük kuvvetin ve en büyük kuvvet altında boyca uzamanın şerit yöntemiyle tayini' standardına göre gerçekleştirilmiştir. Bu testin gerçekleştirilme amacı nano-mikro küre uygulanmış kumaşlardaki kopma mukavemeti ve uzamasındaki değişimleri saptamaktır. Test standardın gerektirdiği şekilde; çene aralığı 20 cm, çekme hızı 20 mm/dk ayarlanarak gerçekleştirilmiştir. Atkı ve çözgü yönünde beşer tekrarlı analizler gerçekleştirilmiştir.

Yırtılma mukavemeti tayini TS EN ISO 13937-1 'Balistik sarkaç metodu ile yırtılma kuvvetinin tayini' standardı esas alınarak gerçekleştirilmiştir. Atkı ve çözgü yönünde beşer tekrar gerçekleştirilmiş ve ortalamaları hesaplanmıştır. Test için C (orta ağır) pendulum kullanılmıştır.

Kumaş sertliğinin tayini testi ASTM D4032–94 standardına göre gerçekleştirilmiştir. Dairesel eğme testi kumaş sertliğinde bir değişim olup olmadığının tespiti için gerçekleştirilmiştir. Numuneler 4 x 8 inç boyutlarında dikdörtgen şeklinde hazırlanmış ve kare formuna katlanarak dairesel eğme cihazına yerleştirilmiştir.

3.2.3.5. Konfor Testleri

Üretilen kumaşların hidrofilite özelliklerindeki değişimi analiz etmek için ilk olarak 'TS 866- Kasarlı pamuklu tekstil mamullerinin su emme özelliğinin tayini' standardı ile denemeler gerçekleştirilmiştir. Elde edilen sonuçlar yorumlanabilir olmadığından dolayı farklı bir metod arayışına girilmiş ve DIN 53924 Testing of textiles - Velocity of soaking water of textile fabrics (Dikey su iletimi analizi) yönteminin kullanılmasına karar verilmiştir. Bu yönteme göre ilk olarak 1 litre %1 potasyum dikromat çözeltis hazırlanmış ardından 25 cm boyunda 3 cm genişliğinde hazırlanan numune, çözeltiye 1 cm daldırılacak şekilde yerleştirilmiştir. Daha sonra 15, 30 ve 60 ve 300 saniyede suyun dikey yönde ne kadar ıslandığı not edilmiştir. Yönteme ait gösterim Şekil 3.10'da verilmiştir.

Kumaşların gözenek durumları ve hava geçirgenlik özelliğindeki değişimlerin anlaşılması için hava geçirgenlik testi TS EN ISO 124124 standardına göre gerçekleştirilmiştir. Hava geçirgenlik testi SDL Atlas marka cihaz ile 20 cm^2 alandan, 100 kPa basınçtaki 40 dm^3 hava hacmi ile gerçekleştirilmiştir.

Su buharı geçirgenliği analizi BS 7209 standardına göre Dokuz Eylül Üniversitesi Tekstil Mühendisliği Laboratuvarlarında gerçekleştirilmiş ve sonuçlar gün/gr/m^2 olarak alınmıştır.



Şekil 3.10. Dikey su iletimi testi işlem görüntüsü

Temas açısı analizi, dikey su iletimi analizi ile birlikte hidrofilite durumlarının araştırılması amacıyla ODTÜ merkez laboratuvarına yaptırılmıştır. İşlem statik modda, Attension Theta cihazında gerçekleştirilmiştir.

3.2.4. İstatistiksel Analizler

Kumaş grupları arasındaki farkların anlamlılık düzeyi SPSS™ paket programı ile belirlenmiştir. Veri gruplarının normal dağılıma uyup uymadığı Kolmogorov-Smigrov testi ile belirlenmiştir. Uymayan gruplar için veri dönüşümleri uygulanmıştır. Gruplar arasındaki farklılıkların tespiti için Varyans

Analizi yapılmıştır. Gruplar arasında varyanslarının eşit olup olmadığı Levene Homojenlik Testi ile incelenmiştir. Gruplar arasında varyans eşitliği durumunda "Tukey HSD" yöntemi, varyans eşitliği olmadığı durumlarda ise "Tamhane's T2" yöntemi tercih edilmiş ve % 95 güven aralığında çalışılmıştır. Varyans analiz sonuçlarının karşılaştırılmasında anlamlılık seviyeleri p=0,05 ve üzeri olduğu durumlarda fark anlamlı bulunmamıştır.

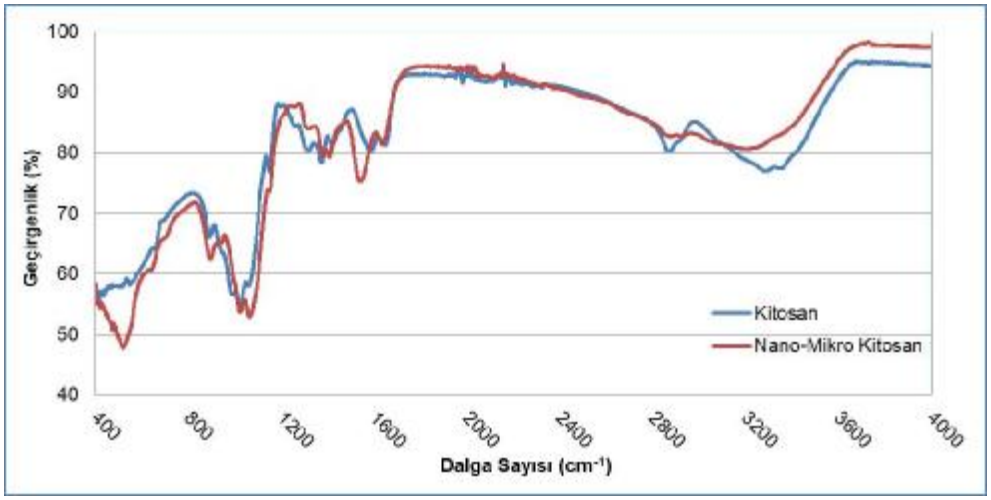
4. BULGULAR VE TARTIŞMA

Bulgular, kitosan nano-mikro kürelerin karakterizasyonu ve işlem görmüş kumaşların karakterizasyonu olarak iki başlık altında incelenmiştir. Üretilen kitosan nano-mikro küreler için karakterizasyon çalışmaları; kullanılan çapraz bağlayıcının varlığını ve yapıya etkisini gösteren element analizi, kitosanın kristal yapıdan nano-mikro küre formuna geldiğindeki amorf yapıya dönüşümünü gösteren analiz, termal kararlılığını gösteren analiz ve küre formunu gösteren görünüm analizleri şeklinde verilmiştir. İşlem görmüş kumaşların karakterizasyonunda ise; seçilmiş bakteriler ve mantar için antimikrobiyal aktivite test sonuçları, seçilmiş mekanik test sonuçları, optik test sonuçları ve seçilmiş konfor özellikleri incelenmiştir.

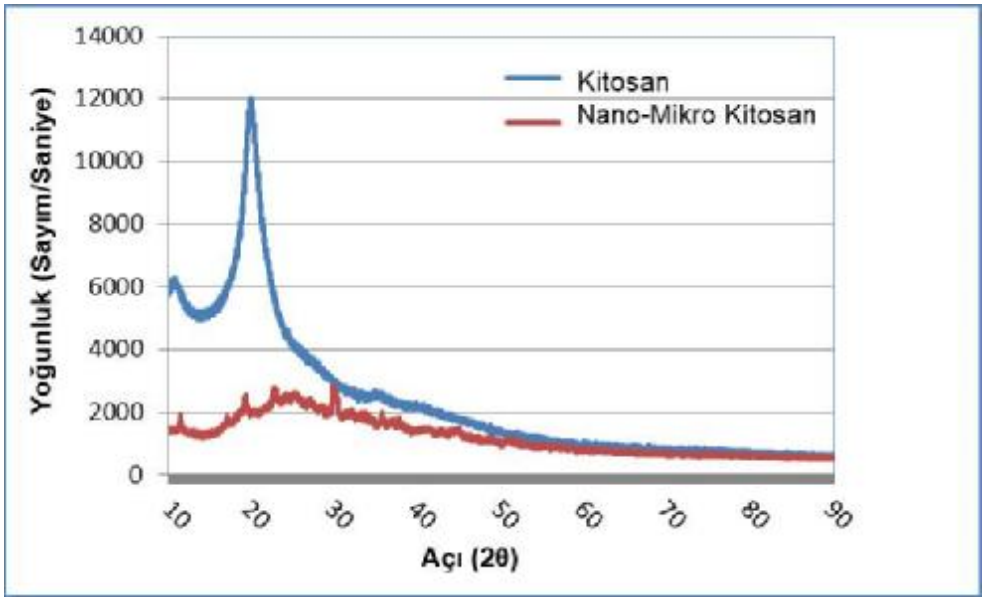
4.1. Kitosan Nano-Mikro Kürelerin Karakterizasyonu

Kitosan ve nano-mikro kitosana ait FT-IR spektrumları Şekil 4.1'de verilmiştir. Nano-mikro kitosan spektrumu incelendiğinde 2800 dolaylarındaki pikin yoğunluğunun azaldığı görülmektedir. Bunun nedeni tripolifosfat ile gerçekleşen reaksiyon sonrası NH_2 gruplarının bir bölümünün bir hidrojen vererek fosfata iyonik bağlanması olduğu düşünülmektedir. Ayrıca parmak izi bölgesinde bu reaksiyona bağlı olarak bazı yeni pikler oluşmuş ya da yoğunlukları değişmiştir.

Kitosanın kolayca kristalize olabilen bir polimer olduğu bilinmektedir. Şekil 4.2'de verilen XRD spektrumunda bu durum net bir şekilde anlaşılmaktadır. Kitosan 2θ 20 derece bölgesinde oldukça yoğun bir pik vermiştir. Bunun nedeni sahip olduğu kristal bölgelerin fazlalığı olarak açıklanabilir. Nano-mikro kitosandan alınan XRD spektrumunda bu pikin olmaması bu açıklamayı doğrular niteliktedir. Çünkü kullanılan yönteme göre polimer kendi üzerine çapraz bağlanır ve polimer yapısının kristallenmesi önlenir. Üretilen küreler yüksek oranda amorf yapı içermektedir. Bu nedenle XRD spektrumu keskin pikler vermemiştir.



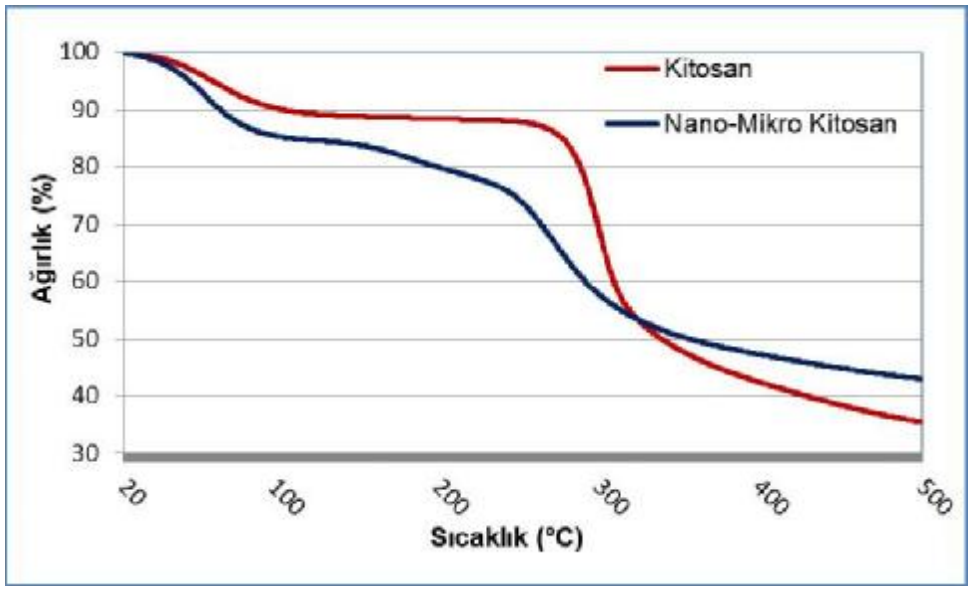
Şekil 4.1. Kitosan ve nano-mikro kitosana ait FT-IR spektrumu



Şekil 4.2. Kitosan ve nano-mikro kitosana ait XRD sonuçları

Kitosan ve nano-mikro kitosana ait TGA analizi sonuçları Şekil 4.3'de görülmektedir. Genel olarak kitosanın termal olarak daha kararlı olduğu görülmektedir. 100°C sıcaklığa kadar olan kayıp yapıdaki suyun buharlaşması

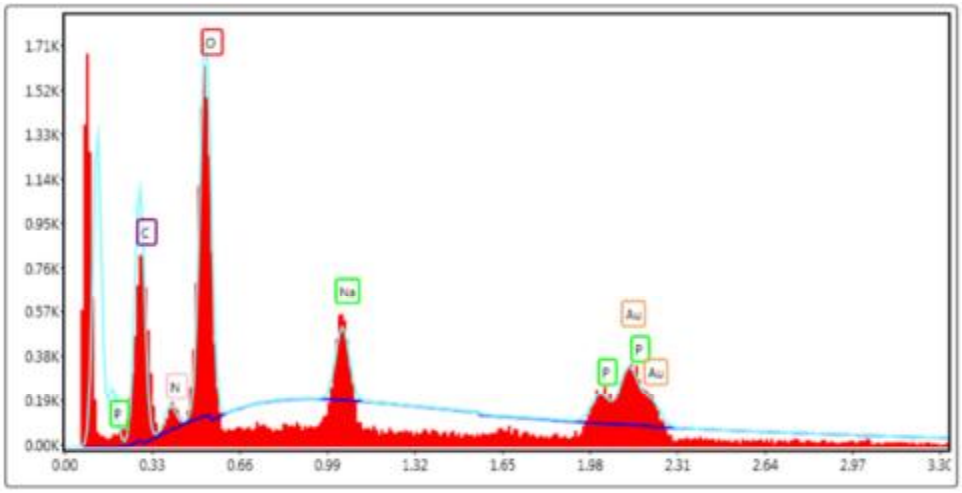
olarak değerlendirilmiştir. Bu durumda nano-mikro kitosanın daha yüksek nem bağlama kapasitesi olduğu sonucuna ulaşılmaktadır. Bunun nedeni yapıdaki amorf bölgelerin fazlalığı ve çapraz bağlayıcı ajanın nem bağlama yeteneğinin fazla olması olarak açıklanabilir. 500°C sıcaklıkta kitosanın ve nano-mikro kitosanın bıraktığı kül miktarı incelendiğinde nano-mikro kitosanın yaklaşık %10 daha fazla kül bıraktığı görülmüştür. Bu durumun nedeni de çapraz bağlayıcının termal olarak kararlı olması olarak düşünülmektedir.



Şekil 4.3. Kitosan ve nano-mikro kitosana ait TGA analizi sonuçları

Element kompozisyonu belirlemek amacıyla gerçekleştirilen SEM-EDX analizine ait spektrum Şekil 4.4'de verilmiştir. EDX analizi ile yapıdaki karbon, oksijen, nitrojen ve gerçekleştirilen kaplama nedeniyle altının varlığı net olarak görülmektedir. Bu sonuçlar kitosanın yapısında bulunan elementleri ve çapraz bağlayıcının küre yapısındaki varlığını göstermektedir. Elementlerin oransal komposizyonları ise Çizelge 4.1'de verilmiştir. Üretilen nano-mikro kürelerin

element kompozisyonları incelendiğinde ağırlıkça %35 karbon ve %40 oksijen varlığı öne çıkmaktadır. Karbon varlığının tamamının kitosandan kaynaklandığı düşünülmektedir. %40 olan oksijenin kaynağı ise daha çok çapraz bağlayıcı olarak kullanılan sodyumtripolifosfattan kaynaklanmaktadır. Çünkü her bir TPP molekülü 10 adet oksijen içermektedir. Diğer bir deyişle TPP molekülü atom sayısı olarak %70 oksijen içermektedir. Yapıdaki sodyum ve fosfat varlığının ise tamamı TPP'den kaynaklanmaktadır.



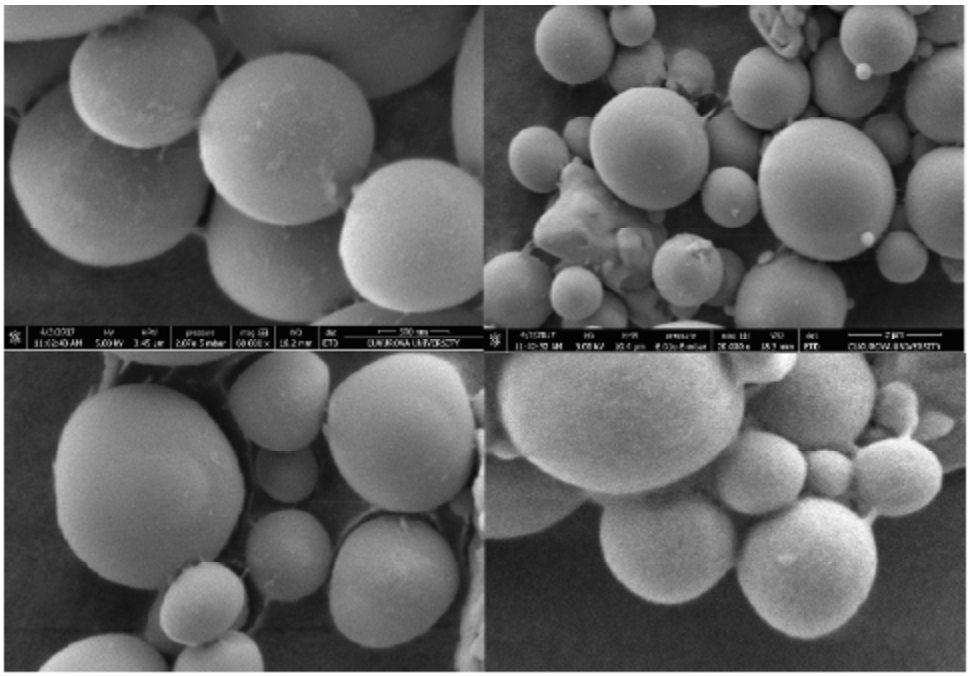
Şekil 4.4. Nano-mikro kitosanın EDX spektrumu

Çizelge 4.1. Nano-mikro kitosanın element kompozisyonu

Element	**Ağırlıkça %**	**Atomik %**
Karbon (C)	16,26	34,6
Azot (N)	2,08	3,9
Oksijen (O)	25,61	40,8
Sodyum (Na)	7,72	8,6
Fosfat (P)	8,45	7,0
Altın (Au)	39,80	5,2

Nano-mikro taneciklerin SEM görüntüsünün alınabilmesi için dondurarak kurutma tekniği (Liyofilizasyon tekniği), kullanılmıştır. Bu teknikte ortamdaki su uzaklaştırılır ve örnek boyutları kararlı hale getirilmiş olur. Örnekte kalite kaybı

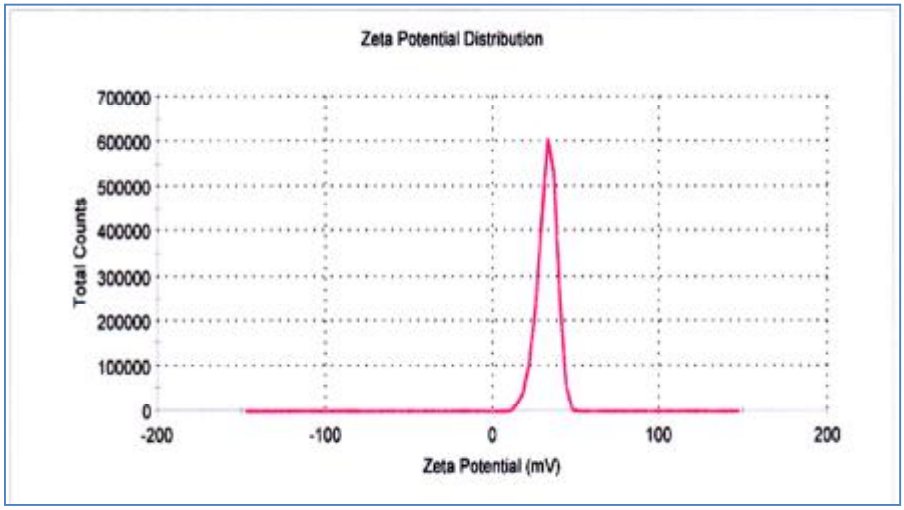
yaşanmaz. Laboratuvar koşullarında bu teknikle hazırlanan nano-mikro taneciklerin SEM analizi görüntüleri Şekil 4.5'de verilmiştir. Şekilden, SEM altında incelenen malzemenin küre formuna ulaştığı görülmektedir. Kürelerin büyük çoğunluğunun 2,5 mikron çaplarında olduğu tespit edilmiştir. Buna rağmen nano boyutta tanecik sayısı önemli düzeydedir.



Şekil 4.5 Kitosan nano-mikro kürelerin SEM cihazı görünümleri (5k, 15 kV)

Detaylı boyut dağılımı almak amacıyla Mastersizer cihazı ile tanecik boyutu dağılımı analizi gerçekleştirilmiş ve Şekil 4.6'da verilmiştir. Analiz sonrası alınan spektrumda iki farklı pik dikkat çekmektedir. Bunlardan ilki nano bölgede, diğeri ise mikro bölgededir. İlk pik malzemenin hacimsel olarak yaklaşık %5'inin ortalama boyutunun 339,9 nm çapında olduğunu nitelemektedir. Mikro bölgede alınan pik ise kalan malzemenin (hacimce %95) ortalama boyutlarının 2568 nm (2,568 mikrometre) olduğunu göstermektedir. Aynı analiz cihazı ile zeta

potansiyeli spektrumu da alınmıştır. Alınan spektruma göre süspansiyon içerisinde bulunan tanecikler pozitif yönde düşük kuvvetler ile birbirini çekmeye meyillidir. Fakat çekim kuvvetinin çok düşük olması aglomerasyonun önüne geçmektedir. Süspansiyon kararlı olarak uzun süre çökelme gerçekleştirmeden durabilmektedir.



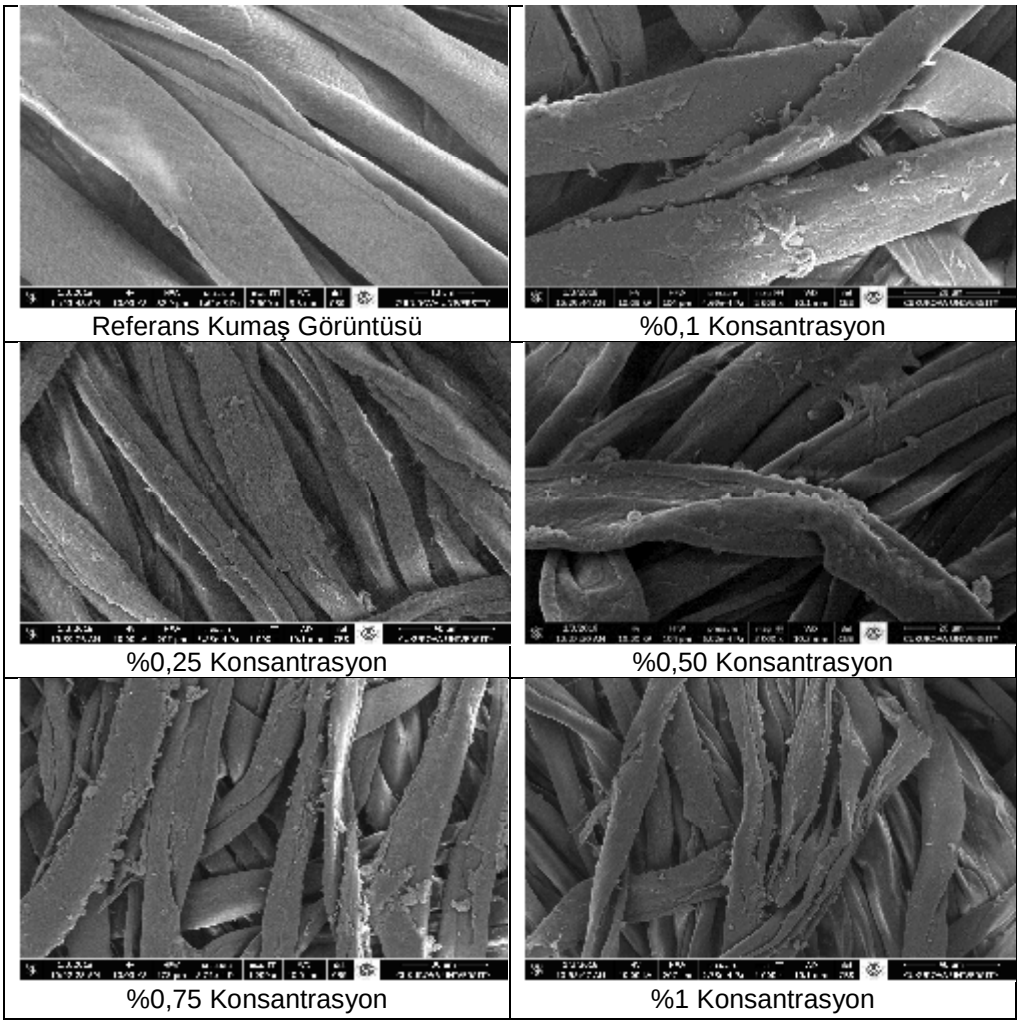


Şekil 4.6. Zeta potansiyeli (üstte) ve parçacık boyutu dağılımı analiz sonuçları

4.2. Kitosan Nano-Mikro Küre Uygulanmış Pamuklu Kumaşın Sonuçları

4.2.1. SEM ile Yüzey Görüntü Analizi

Referans ve işlem görmüş kumaşların morfolojik görünümlerinin tespiti için kullanılan taramalı elektron mikroskobu analizi sonuçları Şekil 4.7'de verilmiştir.



Şekil 4.7. Farklı konsantrasyonlarda kitosan nano-mikro küre uygulanmış kumaşların SEM görüntüleri (2k, 15 kV)

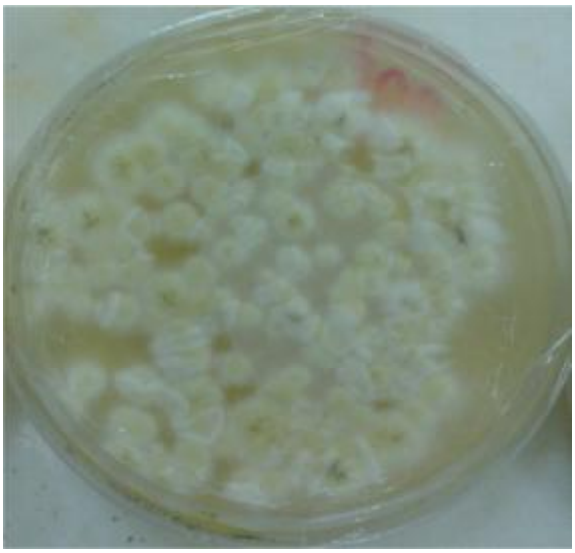
Şekil 4.7'den referans kumaşa ait görünümde pamuk liflerinin oldukça düz ve yüzeyinin nispeten pürüzsüz olduğu görülürken işlem görmüş bütün kumaşlarda yüzey görünümünün değiştiği net bir şekilde anlaşılmaktadır. Resimler incelendiğinde; lifler arası boşlukların kitosan uygulanması işlemi ile kapanmadığı görülmektedir. Bu durum, gerçekleştirilen işlemin kumaşın hava geçirgenlik ve su buharı geçirgenliği gibi konfor özelliklerine olumsuz yönde etki etmeyeceğini düşündürmektedir. Yüzeyde küresel yapıların net olarak görünmemesinin sebebi, Şekil 4.5'den de fark edileceği gibi nano-mikro formda olsa bile, küreciklerin yakın temas mesafesinde olmasıdır. Bu nedenle lif üzerinde tıpkı bir yüzey formundaymış gibi yayılmış görünüm vermekte olduğu düşünülmüştür. Ayrıca, bir nedenin de iyonik jelleşme yönteminde kullanılan solventin bilindik uçurma teknikleri ile uzaklaştırılması sonrasında kürelerin life tutunması, lif tarafından emilimi ile formunu kaybetmesi olarak belirtilebilir.

4.2.2. Antimikrobiyal Aktivite Testleri

Numune kumaşların antimantar test sonuçları Çizelge 4.2'de verilmiştir. Bu çalışmada kullanılan *Aspergillus niger* mantarı, petride ve kumaş yüzeyinde üremiştir (Şekil 4.8). Üretilen kitosan nano-mikro küre uygulanmış kumaşlarda seçilmiş bu mantar için antimantar özellik elde edilememiştir. Sajomsang ve arkadaşları, gerçekleştirdikleri çalışmada modifiye edilmemiş kitosanın antimantar özelliğinin çok zayıf olduğunu belirtmiş ve daha yüksek antimantar özellik için kitosanın kuaternize edilmesini tavsiye etmişlerdir (Sajomsang ve ark. 2012).

Çizelge 4.2. Numune kumaşlara ait antimantar testi sonuçları

Numune	**Mantar üreme durumu**
Referans	Üredi
0,1%	Üredi
0,25%	Üredi
0,50%	Üredi
0,75%	Üredi
1%	Üredi



Şekil 4.8. Antimantar testi sonrası elde edilen petri görüntüsü

Üretilen beş farklı konsantrasyonda kitosan nano-mikro küre uygulanmış ve referans kumaşa ait antibakteriyel aktivite sonuçları Çizelge 4.3'de verilmiştir. Antibakteriyel aktivite testleri iki farklı bakteri ile gerçekleştirilmiştir. Bunlardan ilki, *Staphylococcus aureus*, hastane kaynaklı enfeksiyonların en önemli sebeplerindendir. Deri altı apseleri, yatak yaraları, halk arasında kıl dönmesi olarak bilinen enfeksiyonların sebebidir. İkinci bakteri olan *Klebsiella pneumoniae* ise özellikle solunum ile alındığında akciğerler için yıkıcı etkiye neden olabilmektedir. Gram negatif bir bakteridir ve bazı suşları bir çok antibiyotiğe dirençlidir.

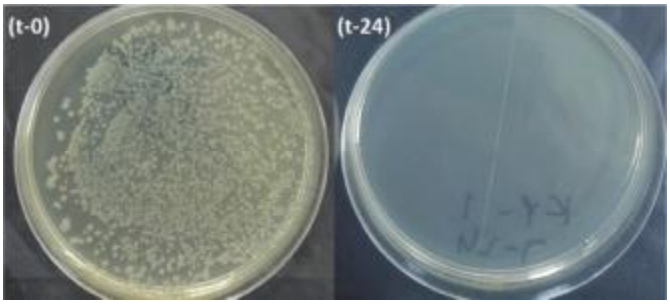
Gram negatif bir bakteri olan *Staphylococcus aureus* bakterisine karşı antibakteriyel aktivite, gram pozitif bir bakteri olan *Klebsiella pneumoniae* bakterisi ile kıyaslandığında beklenildiği gibi daha düşük olmuştur. Fakat her iki bakteri çeşidi için de uygulanan konsantrasyon %0,75 ve üzerine çıktığında aktivite %99 üzerinde görülmüştür. Alınan sonuçların literatür ile örtüştüğü görülmektedir. Gouda ve arkadaşları gerçekleştirdikleri çalışmada bu çalışmaya benzer şekilde kitosan nano küre uygulanan kumaşların uzun süreli antibakteriyel etkiye sahip olduğunu ortaya koymuşlardır (Gouda ve ark., 2010). Tavaria ve arkadaşları da

benzer şekilde gram negatif ve gram pozitif bakterilerin kitosan emdirilmiş pamuklu kumaşlar ile inhibe edilebileceğini göstermişlerdir (Tavaria ve ark., 2012).

Çizelge 4.3 Antibakteriyel aktivite test sonuçları

	Antibakteriyel Aktivite	
Konsantrasyon	***Staphylococcus aureus***	***Klebsiella Pneumoniae***
Referans	-	-
%0,1	%52	%34
%0,25	%65	%42
%0,50	%99	%75
%0,75	%99	%99
%1	%99	%99

Örnek olarak t=0 ve t=24 sa sonunda *Klebsiella pneumoniae* bakterisinin ekildiği petri görünümü Şekil 4.9'da sunulmuştur. Antibakteriyel aktivite yüzdesi t=0 sa anındaki bakteri sayısı ile t=24 sa anındaki bakteri sayısının arasındaki yüzdesel azalmayı ifade etmektedir.



Şekil 4.9. *Klebsiella pneumoniae* bakterisinin t=0 ve t=24 saat sonraki petri görünümü

4.2.3. Optik Analizler

Gerçekleştirilen nano-mikro küre uygulamasının kumaş rengine etkisini değerlendirmek amacıyla spektrofotometrik analiz yapılmış olup, D65 gün ışığı kullanılarak CIELab değerleri elde edilmiştir. Numune kıyaslamaları açısından önem arz eden ortalama ΔE değerleri Çizelge 4.4'de sunulmuştur. Veri seti incelendiğinde en yüksek ΔE değerinin referans kumaş ile %0,5 konsantrasyonunda kitosan nano-mikro uygulanmış kumaş arasında 1,01 olarak saptandığı görülmektedir. Diğer kıyaslamalarda ΔE değeri 1'in altındadır ve "renk farkı yok" olarak nitelendirilmektedir.

Çizelge 4. 4. Farklı konsantrasyonlardaki nanokitosan çözeltisinin kumaşların ΔE değerine etkisi

	Referans	**0,10%**	**0,25%**	**0,50%**	**0,75%**	**1%**
Referans	/	0,67	0,94	1,01	0,47	0,35
0,10%	0,67	/	0,57	1	0,63	0,55
0,25%	0,94	0,57	/	0,56	0,57	0,68
0,50%	1,01	1	0,56	/	0,54	0,68
0,75%	0,47	0,63	0,57	0,54	/	0,14
1%	0,35	0,55	0,62	0,68	0,14	/

Renk ölçüm sonuçları Çizelge 4.5'da sunulmuştur. Çalışmada L (Açıklık-Koyuluk) a (Kırmızılık-Yeşillik) b (Sarılık-mavilik) C (renk doygunluğu) ve h (ton açısı) değerleri ölçülmüştür. Referans kumaşın değerleri göz önünde bulundurulduğunda gerçekleştirilen uygulamanın L, a, b, C ve h değerleri için kayda değer bir değişim oluşturmadığı görülmektedir. Üretilen nano-mikro küre uygulanmış kumaşların CIELab değerlerinin kıyaslamaları Çizelge 4.6'de verilmiştir. Sonuçlar diğer spektrofotometrik analizleri doğrular niteliktedir.

Çizelge 4.5. Renk ölçüm sonuçları

	L	a	b	C	h
Referans	86,19	3,09	-11,38	11,79	285,21
0,10%	86,3	3,03	-10,72	11,14	285,79
0,25%	86,87	2,97	-10,74	11,14	285,45
0,50%	87,18	3,07	-11,19	11,61	285,33
0,75%	86,64	3,08	-11,25	11,66	285,32
1%	86,5	3,06	-11,24	11,65	285,21

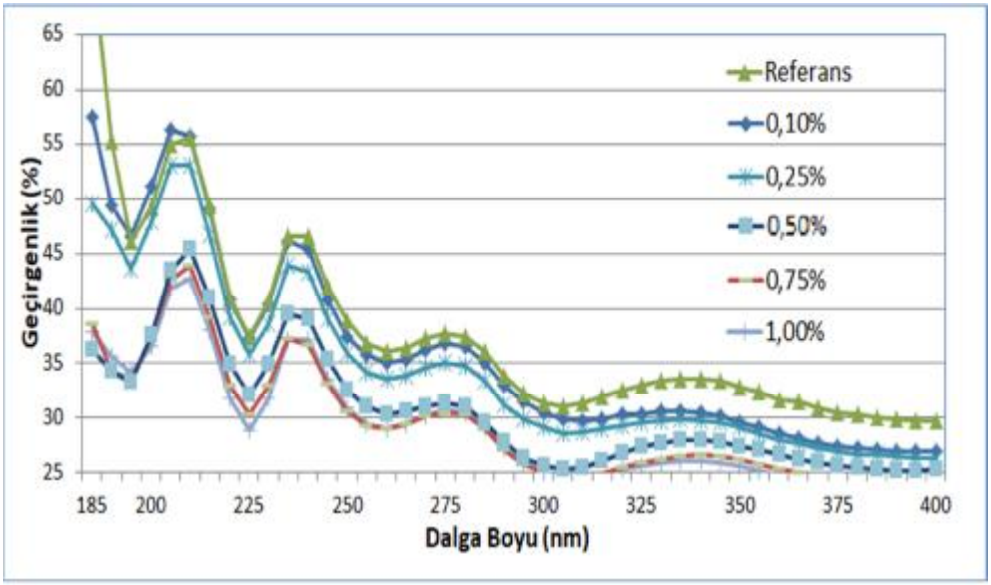
Çizelge 4.6. Numune kumaşların CIELab Kıyaslamaları

	ΔE	ΔL	Δa	Δb	ΔC	Δh
Referans - 0,10%	0,67	0,113	-0,062	0,66	-0,652	0,117
Referans - 0,25%	0,94	0,68	-0,124	0,639	-0,649	0,049
Referans - 0,50%	1,01	0,99	-0,026	0,188	-0,188	0,025
Referans - 0,75%	0,47	0,449	-0,011	0,134	-0,133	0,024
Referans - 1%	0,35	0,313	-0,038	0,143	-0,148	0,001

Üretilen kumaşların UV bölgedeki geçirgenlik değerleri Şekil 4.10'da verilmiştir. Gerçekleştirilen uygulamanın kumaşların UV bölgedeki geçirgenliğini bir miktar düşürdüğü fakat bunun 225 nm'ye kadar olan bölgede %7 olarak sınırlı kaldığı görülmektedir. Bu dalga boyundan sonra geçirgenlik düzeyi konsantrasyon arttıkça daha fazla düşmüş ve 200 nm için düşüş miktarı %12 seviyesine ulaşmıştır.

UV geçirgenlik oranının azalması, UV koruyuculuk düzeyinin arttığı şeklinde yorumlanır. Bulgularda, nano-mikro kitosan uygulamasının UV koruyuculuğu arttırdığı söylenebilir. Literatürde tek başına kitosanın uygulanıp UV koruyucu özelliğinin tartışıldığı tekstil alanında bir çalışmaya rastlanmamıştır. Bu amaçla gerçekleştirilen uygulamalar genel olarak çinko ve/veya bakır oksit ile birlikte gerçekleştirilmektedir. Abdelhady yaptığı çalışmada; kitosan/çinkooksit nanoparçacıkları sentezlemiş, elde ettiği hibrid nano parçacıkları pamuklu kumaş üzerine aplike etmiş ve yüksek UV koruyuculuk özelliği elde etmiştir (Abdelhady,

2012). Bu çalışma kapsamında UV koruculuğunun düşük düzeyle elde edilmesi, uygulanan kitosanın nano-mikro küre formunda olması daha açıkça kumaş yüzeyine bir film tabakası şeklinde uygulanmaması ile açıklanabilir.



Şekil 4.10. UV bölgede geçirgenlik analizi

4.2.4. Mekanik Testler

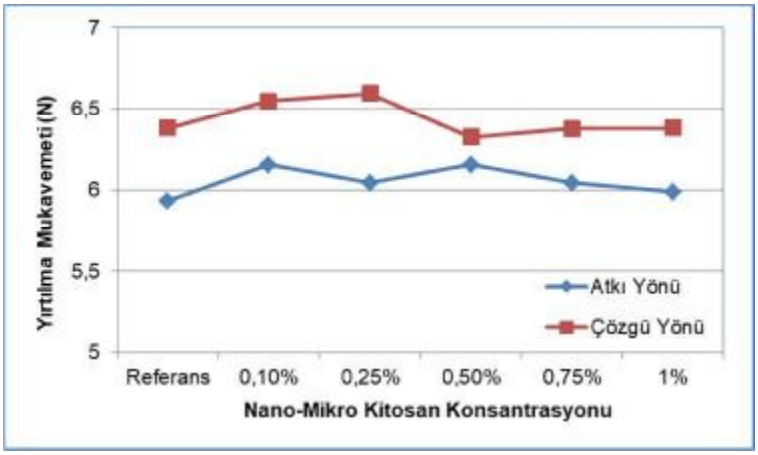
4.2.4.1. Yırtılma Mukavemeti Testi Sonuçları

Gerçekleştirilen nano-mikro küre emdirme uygulamasının kumaşın ani kuvvetler altında yırtılma davranışına etkisini incelemek amacıyla balistik sarkaç metoduyla yırtılma mukavemeti testi gerçekleştirilmiştir. Şekil 4.11, nano-mikro kitosan konsantrasyonunun yırtılma mukavemetine etkisini göstermektedir.

Elde edilen sonuçların istatistiksel olarak anlamlı olup olmadığı SPSS istatistik paket programı ile araştırılmıştır. Levene istatistiğine göre varyanslar atkı ve çözgü yönünde homojendir (atkı yönü Sig. 0,577 çözgü yönü Sig. 0,751) ANOVA testine göre gruplar arasında anlamlı bir fark tespit edilememiştir (atkı

yönü Sig. 0,406 çözgü yönü Sig. 0,441). Bu nedenle çoklu karşılaştırma testine gerek duyulmamıştır. Nano-mikro kitosan uygulamasının pamuklu kumaşın yırtılma mukavemetine olumsuz bir etki yapmadığı söylenebilmektedir.

Anlamlı bir etkiye rastlanmamasının temel sebebi kitosan nano-mikro kürelerin polimer çözeltisi gibi davranmayıp film oluşturma eğiliminde olmamasıdır. Sabır ve arkadaşları, gerçekleştirdikleri çalışmada kitosanı polimer çözeltisi olarak yünlü kumaşa uygulamış ve mukavemette artışlar gözlemlemişlerdir. Sabır ve arkadaşları bu durumu polimer çözeltisinin lifler üzerinde film tabakası oluşturarak lifin mukavemetine destek ikinci bir tabaka oluşturması şeklinde açıklamışlardır (Sabır ve ark., 2016). Parçacık süspansiyonları genel olarak film oluşturmak yerine lifin içerisine hareketlenme eğilimindedirler.

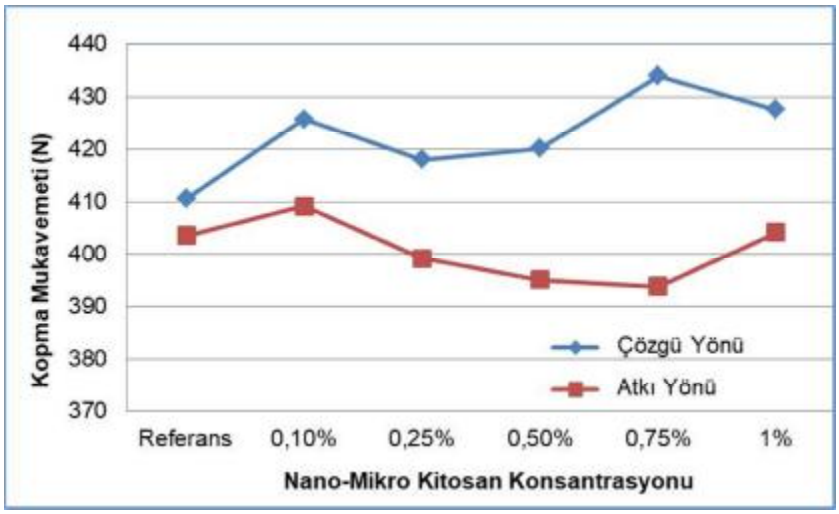


Şekil 4.11. Atkı ve çözgü yönünde yırtılma mukavemeti sonuçları

4.2.4.2. Kopma Mukavemeti Sonuçları

Şekil 4.12, atkı ve çözgü yönü kopma mukavemeti test sonuçlarını göstermektedir. Referans kumaşın çözgü yönünde mukavemeti yaklaşık 410 N olarak belirlenirken bu değerin kitosan nano-mikro küre uygulanmış kumaşlar arasında en yüksek 434 N olarak tespit edilmiştir Atkı yönü irdelendiğinde ise

referans kumaşın sahip olduğu 403 N değerindeki mukavemetin en düşük 394 N seviyelerinde olduğu görülmüştür.



Şekil 4.12. Referans ve işlem görmüş kumaşların atkı ve çözgü yönü mukavemet değerleri

Aradaki düşüş ve yükselişlerin anlamlı olup olmadığının tespiti için SPSS paket programı ile analizler gerçekleştirilmiştir. Verilerin normal dağılıma uyduğu Kolmogorov-Smirnov testi ile tespit edilmiştir (Çözgü yönü: Sig. 0,820 Atkı yönü: Sig. 0,992). Daha sonra levene istatistiği ile varyansların homojen olduğu belirlenmiştir (Çözgü yönü: Sig. 0,193 Atkı yönü: Sig. 0,157). ANOVA Varyans analizinde atkı ve çözgü yönünde gruplar arasında anlamlı fark olduğu görülmüştür [Çözgü yönü F(5,29):5,666 Sig.0,01 atkı yönü F(5,29):3,232 Sig. 0,023] Tukey yöntemi ile çoklu karşılaştırma testleri yapılmış ve sonuçlar Çizelge 4.7'de verilmiştir. Atkı mukavemetleri arasındaki farklılıklar kıyaslandığında yalnızca %0,1 ve %0,75 konsantrasyonlarda kitosan nano-mikro küre emdirilmiş kumaşlar arasında anlamlı bir fark tespit edilmiştir (Sig. 0,029). Atkı yönündeki diğer bütün kopma mukavemeti farklılıklar istatistiksel açıdan anlamlı değildir. Çözgü yönü incelendiğinde ise referans ile en yüksek iki konsantrasyon olan %0,75 ve % 1

konsantrasyonda kitosan nano-mikro küre uygulanmış kumaşlar arasındaki fark anlamlıdır (Sırasıyla Sig.0,001 ve 0,020). Bunların yanısıra %0,25 ve%0,75 konsantrasyonları arasındaki fark da istatistiksel açıdan anlamlı bulunmuştur (Sig.0,032). Pamuklu kumaşa nano-mikro kitosan uygulamanın çözgü yönünde kumaşın kopma mukavemetini bir miktar artırdığı söylenebilir.

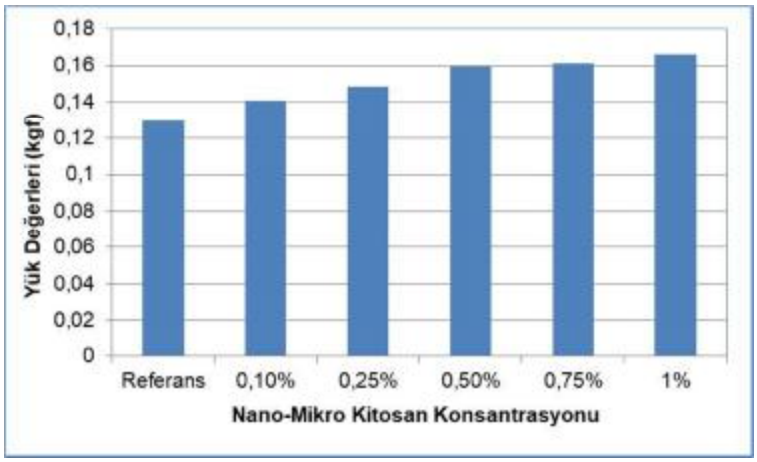
Çizelge 4. 7. Atkı ve çözgü mukavemetleri için Tukey çoklu karşılaştırma testi sonuçları

Atkı Yönü						
	Referans	**0,10%**	**0,25%**	**0,50%**	**0,75%**	**1%**
Referans	/	0,825	0,927	0,445	0,327	1
0,10%	0,825	/	0,287	0,051	0,029*	0,825
0,25%	0,927	0,287	/	0,94	0,845	0,927
0,50%	0,454	0,051	0,94	/	1	0,445
0,75%	0,307	0,029	0,845	1	/	0,307
1%	1	0,825	0,927	0,445	0,307	/
Çözgü Yönü						
	Referans	**0,10%**	**0,25%**	**0,50%**	**0,75%**	**1%**
Referans	/	0,51	0,654	0,385	0,001*	0,02*
0,10%	0,051	/	0,629	0,872	0,528	0,998
0,25%	0,654	0,629	/	0,997	0,032*	0,385
0,50%	0,385	0,872	0,997	/	0,085	0,654
0,75%	0,001*	0,528	0,032*	0,085	/	0,773
1%	0,02*	0,998	0,385	0,654	0,773	/

*p<0,05 istatistiksel anlamlı farkları göstermektedir.

4.2.4.3 Dairesel Eğme Testi Sonuçları

Üretilen kumaşlara ASTM-D 4032-94 standardına göre gerçekleştirilen dairesel eğme testi sonuçları Şekil 4.13' de verilmiştir. Sonuçlar incelendiğinde uygulanan nano-mikro kitosan konsantrasyonu arttıkça kumaş sertliğinin de arttığı tespit edilmiştir.



Şekil 4. 13. Dairesel eğme testi sonuçları

Elde edilen sonuçların istatistiksel olarak anlamlı olup olmadığı SPSS paket programı ile incelenmiştir. Veri setinin normal olup olmadığı Kolmogorov Smirnov testi ile araştırılmış ve anlamlılık değeri 0,832 olarak tespit edilmiştir. Böylece elde edilen verilerin normal dağılıma sahip olduğu anlaşılmıştır. Daha sonra varyansların homojenliği için Levene testi uygulanmış ve grupların varyanları arasında anlamlı bir fark olmadığı (Sig. 0,345) dolayısıyla varyansların homojen olduğu görülmüştür. ANOVA testinden alınan sonuçlar da gruplar arasında anlamlı fark olduğunu göstermektedir [F(5,29):7,079 sig. 0,0]. Tukey testi ile çoklu karşılaştırmalar gerçekleştirilmiş ve sonuçlar Çizelge 4.8'da sunulmuştur.

Çizelge 4.8. Dairesel eğme testi verilerinin Tukey çoklu karşılaştırma testi sonuçları

	Referans	**0,10%**	**0,25%**	**0,50%**	**0,75%**	**1%**
Referans	/	0,689	0,157	0,006*	0,004*	0,001*
0,10%	0,689	/	0,893	0,157	0,098	0,021*
0,25%	0,157	0,893	/	0,689	0,54	0,191
0,50%	0,006*	0,157	0,689	/	1	0,929
0,75%	0,004*	0,098	0,54	1	/	0,98
1%	0,001*	0,021*	0,191	0,929	0,98	/

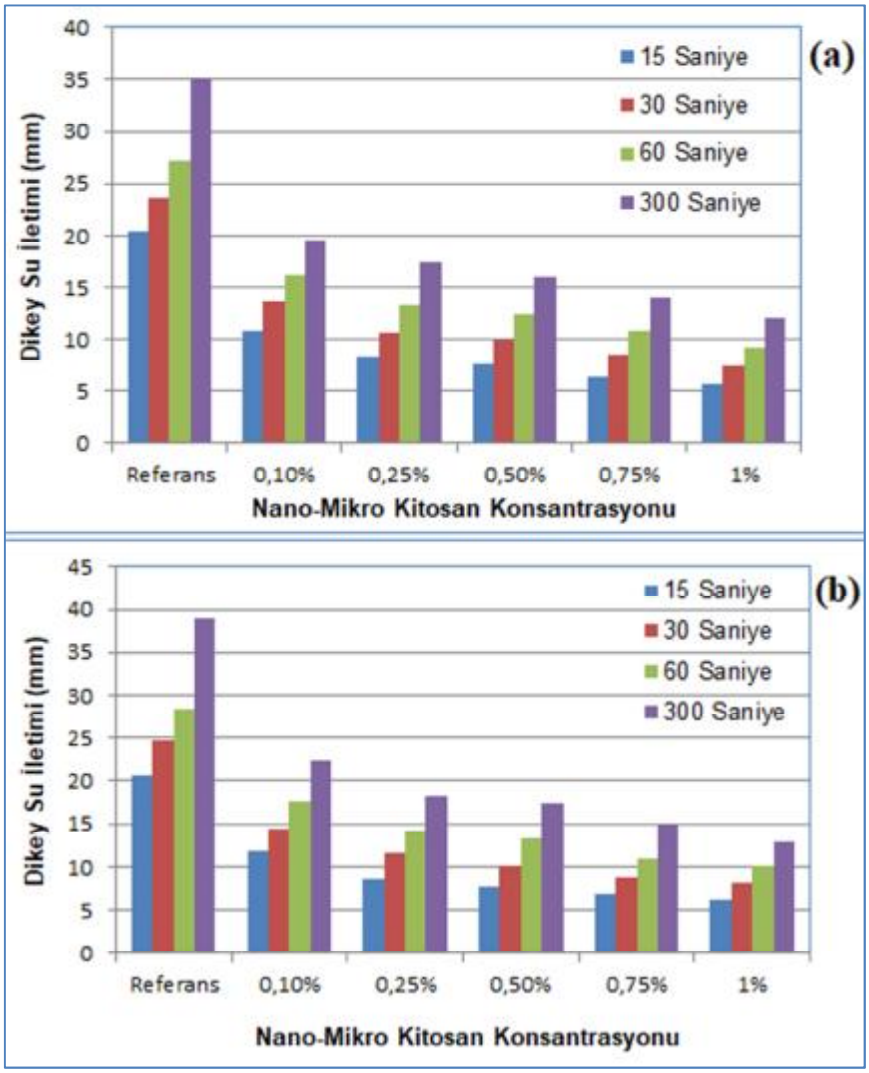
*p<0,05 istatistiksel anlamlı farkları göstermektedir.

Çoklu karşılaştırma testi sonuçlarına göre referans kumaş ile %0,5, %0,75 ve %1 konsantrasyonda kitosan nano-mikro küre uygulanmış kumaşlar arasındaki sertlik farkı istatistiksel olarak anlamlı bulunmuştur. Bunun dışında %0,1 ile %1 konsantrasyonlarda gerçekleştirilen uygulamalar arasında oluşan farklılık da istatistiksel olarak anlamlıdır. Diğer bütün karşılaştırmalardan elde edilen farklılıkların istatistiksel olarak anlamlı olmadığı tespit edilmiştir. Kumaşın sertlik özelliğinin özellikle %0,5 konsantrasyona kadar anlamlı olarak değişmediği analiz sonuçlarından anlaşılmaktadır.

4.2.5. Konfor Testleri

4.2.5.1. Dikey Su İletimi Testi

Dikey su iletimi hidrofilite hakkında fikir vermede önemli analizlerdendir. Hidrofil lifler kapiler etkiyi de kullanarak suyu yerçekimine karşı yönde daha fazla taşıyabilirler. Hidrofil olmayan liflerde ise tersi bir durum vardır. Dikey su iletimi testi sonuçları Şekil 4.14'de verilmiştir. Referans kumaşın çözgü yönü dikkate alındığında ilk 15 saniye boyunca yaklaşık ortalama 1,35 mm/sn hızla yükselirken %0,10 konsantrasyonda kitosan nano-mikro küre uygulanmış kumaşta bu değer 0,72 mm/sn dolaylarındadır. En yüksek konsantrasyon olan %1 kitosan nano-mikro küre uygulanmış kumaşta ise bu değer 0,6 mm/sn olarak ölçülmüştür. 60 saniye sonundaki maksimum yükselme değerleri referans kumaşta 28,4 mm iken, en düşük konsantrasyondan en yüksek konsantrasyonu doğru sırasıyla 17, 14, 13,11 ve 10 mm şeklinde ölçülmüştür. Kumaşın atkı yönünün dikey su iletimi test sonuçları çözgü yönünden alınan sonuçla uyumludur. Temas açısı ölçümlerine göre üretilen kumaşlarda nano-mikro kitosan konsantrasyonuyla doğru orantılı olarak hidrofob özelliğinin arttığı görülmüştü. Dikey su iletimi analizi sonuçları da bu durumu destekler niteliktedir. Konfor özelliği açısından nano-mikro kitosan uygulamasının pamuklu kumaşı olumsuz etkilediği söylenebilir.

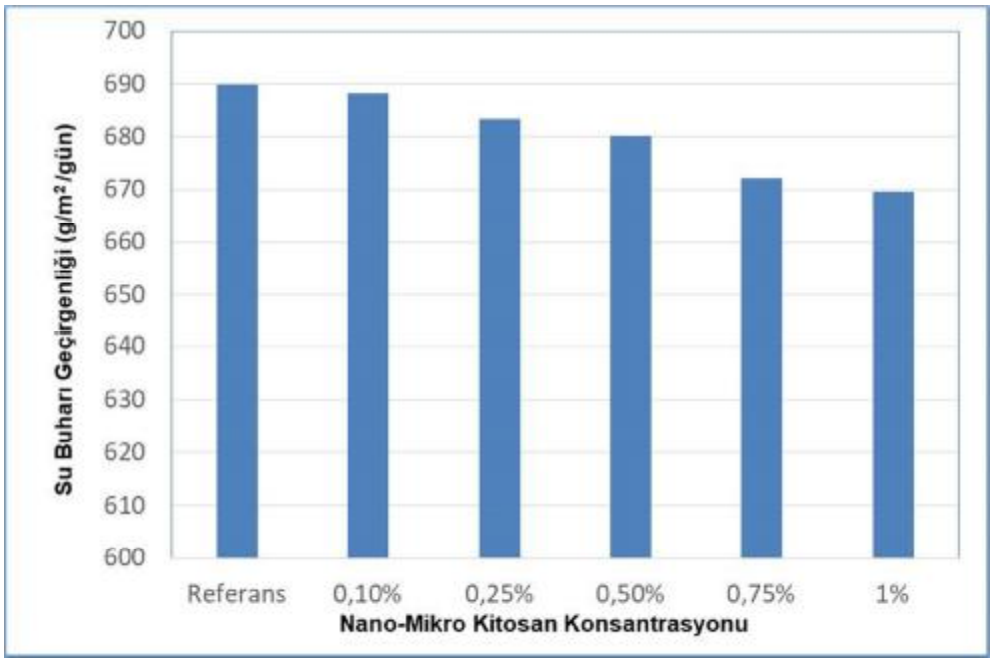


Şekil 4.14. (a) çözgü ve (b) atkı yönü için dikey su iletimi analizi sonuçları

4.2.5.2. Su Buharı Geçirgenliği Analiz Sonuçları

Su buharı geçirgenliği üretilen kumaşların kullanım alanını belirleyen en önemli özelliklerdendir ve temel konfor testleri arasında yer alır. Bu test ile alınan sonuçlar analizi sonuçları g/m^2/gün olarak Şekil 4.15'de sunulmuştur. Buna göre uygulanan çözelti konsantrasyonu arttıkça su buharı geçirgenliğinin de oldukça

sınırlı şekilde azaldığı görülmüştür. En düşük değere sahip olan %1 konsantrasyonda çözelti uygulanmış kumaş ile referans kumaş arasındaki fark yalnızca %3 seviyelerindedir. Bu değer diğer kumaşlar için %3'ün altındadır. Hava geçirgenliği özelliğinde yaşanan düşüşün su buharı geçirgenliğinde gerçekleşmemesinin nedeni uygulanan kitosan nano-mikro kürelerin amorf yapısı ve su buharının amorf yapıdan transfer olabilme yeteneği ile açıklanabilir. Pamuklu kumaşa nano-mikro kitosan uygulanmasının, kumaşın su buharı geçirgenliğini olumsuz etkilemediği söylenebilmektedir.

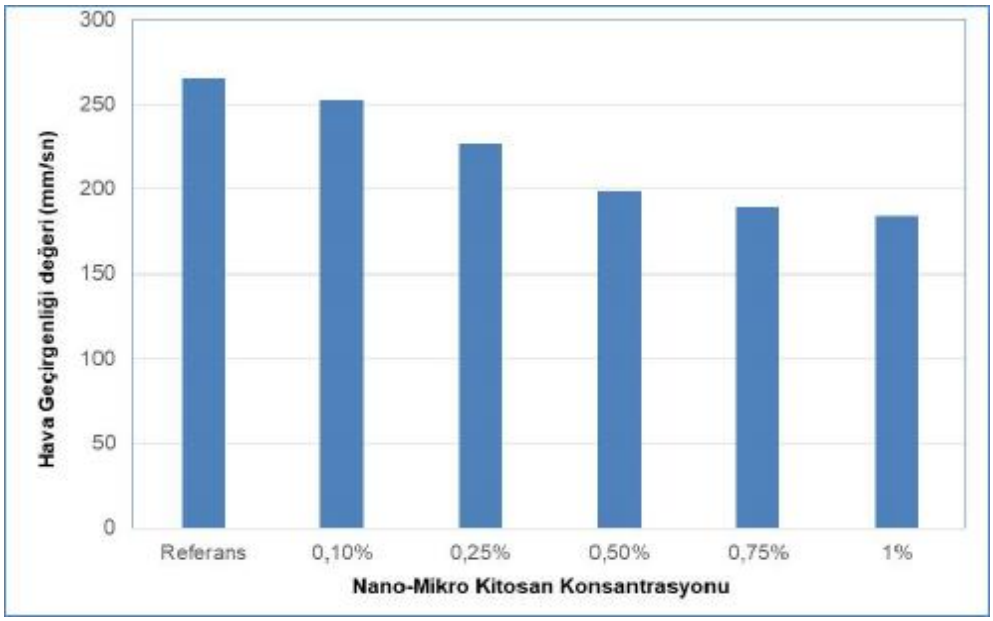


Şekil 4.15. Su buharı geçirgenliği analizi sonuçları

4.2.5.3. Hava Geçirgenliği Analizi Sonuçları

Hava geçirgenliği tekstil ürünlerinin kullanım alanına göre oldukça önem arz eden bir özelliktir ve en fazla kumaş gözenekliliğinden etkilenmektedir. Yapılan uygulama sonucu gözenekliliğin azalması, liflerin kalınlaşması gibi ihtimaller bulunduğundan ve bunun sonucu olarak hava geçirgenlik özellikleri

değişebileceğinden dolayı bu analiz gerçekleştirilmiştir. Alınan sonuçlar Şekil 4.16'de verilmiştir. Genel olarak uygulanan malzeme miktarı arttıkça, hava geçirgenliğinin de düştüğü görülmüştür. En yüksek düşüş %1 konsantrasyonlu uygulamada yaklaşık %30 olarak gerçekleştirilmiştir. Uygulanan ilk iki konsantrasyonun (0,1%, 0,25%) hava geçirgenliğine etkisi %15'in altındadır. Uygulamanın hava geçirgenliğine etkisi, konsantrasyon %0,50 ve üzerine çıktığında ise çarpıcı bir hale gelmektedir. Analizlerden alınan veri setine Kolmogorov-Smirnov normallik testi uygulanmış anlamlılık değeri 0,2 olarak tespit edilmiştir. Böylece veri setinin normal dağılıma uyduğu görülmüştür.



Şekil 4.16. Hava geçirgenliği testi sonuçları

Verilerin normal dağılıma uyduğunun belirlenmesinden ardından Levene istatistiği metodu ile Varyansların homojenliği test edilmiş ve varyanslar arasında anlamlı fark olmadığı (Sig. 0,608) dolayısıyla varyansların homojen olduğu görülmüştür. Ayrıca ANOVA varyans analizi testinde de gruplar arasında anlamlı fark tespit edilmiştir [F(5, 59): 223,081; Sig. 0.0]. Çoklu karşılaştırma için veri

setine Tukey testi uygulanmıştır. Alınan sonuçlara göre %0,5 ile %0,75 (Sig. 0,061) ve %0,75 ile %1 (Sig. 0,624) arasındaki hava geçirgenliği farkı istatistiksel olarak anlamlı bulunmamıştır. Diğer bütün gruplar arasındaki farklılıklar anlamlıdır. Çoklu karşılaştırma sonuçları Çizelge 4.9'da paylaşılmıştır. Test sonuçları ve istatistiksel analizler sonucunda hava geçirgenlik değerinin %0,75 ve üzeri nano-mikro kitosan uygulamalarında benzer sonuçlar verdiği görülmektedir.

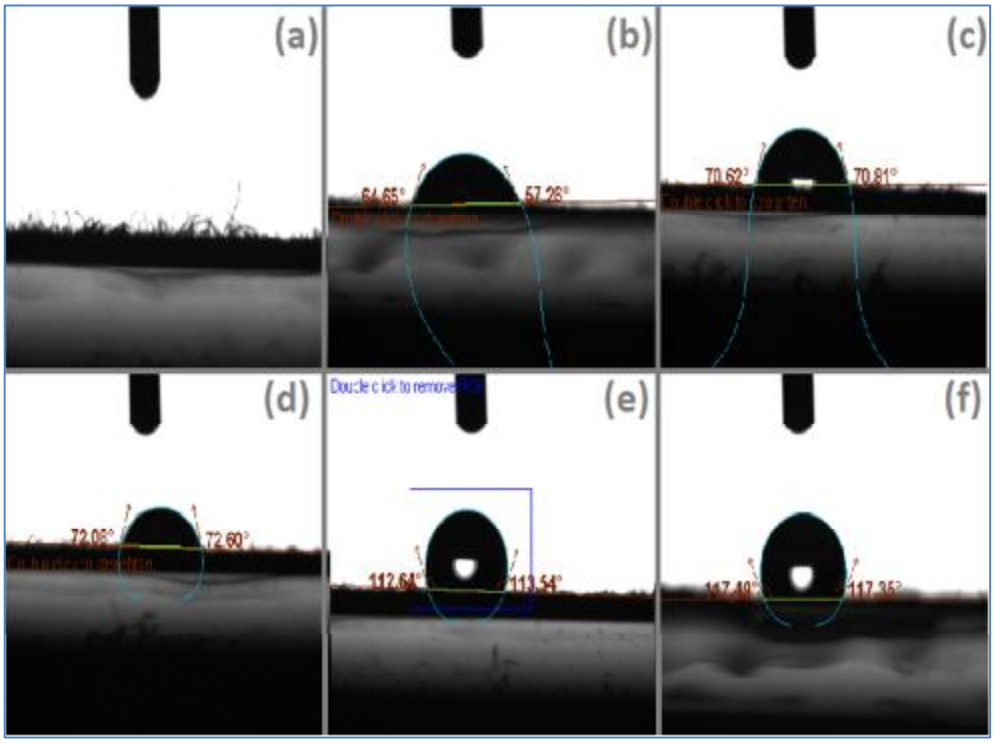
Çizelge 4.9. Tukey çoklu karşılaştırma testi sonuçları

	Referans	**0,10%**	**0,25%**	**0,50%**	**0,75%**	**1%**
Referans	/	0,002*	0*	0*	0*	0*
0,10%	0,002*	/	0*	0*	0*	0*
0,25%	0*	0*	/	0	0	0
0,50%	0*	0*	0*	/	0,061	0,001*
0,75%	0*	0*	0*	0,061	/	0,624
1%	0*	0*	0*	0,01*	0,624	/

*p<0,05 istatistiksel anlamlı farkları göstermektedir.

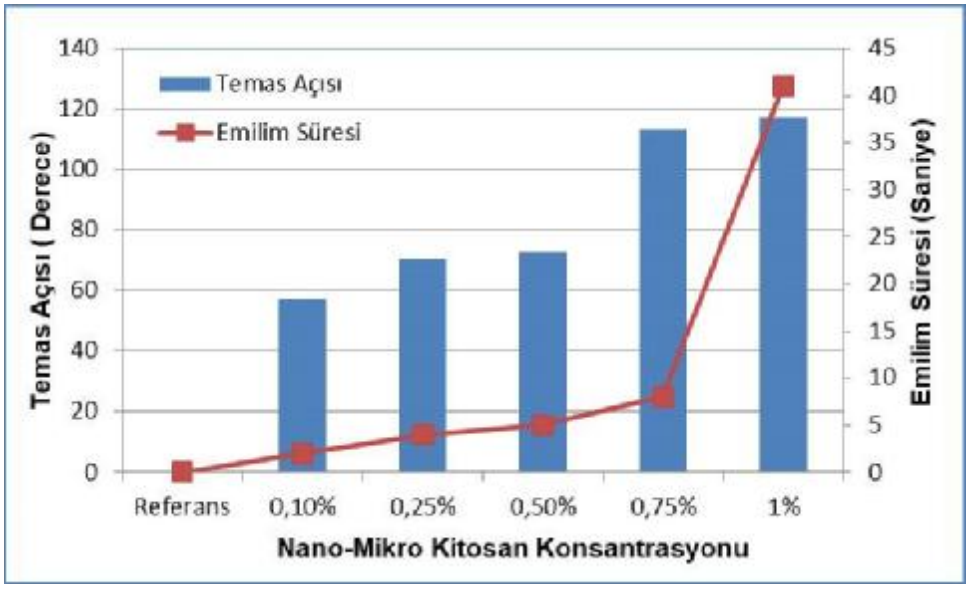
4.2.5.4. Temas Açısı Ölçüm Analizi Sonuçları

Katı yüzey ile temas eden bir sıvı belli miktarda bir açı oluşturur. Bu açı temas edilen katının ne olduğuna, temas eden sıvının ne olduğuna bağlı değişir. Temas açısı ıslanabilirlik derecesini ifade eder. Tekstil malzemelerinin ıslanabilirlikleri kullanım alanı açısından önemlidir. Çadır bezi, yağmurluk yada ıslanma istenmeyen teknik bir alanda temas açısı mümkün olduğunca yüksek istenirken, kolay ıslanabilir olması istenen yüzeylerde temas açısının mümkün olduğunca düşük olması beklenir. Nano-mikro küre uygulanmış kumaşların ıslanabilirliğinin tespiti için temas açıları ölçülmüş ve sonuçlar Şekil 4.17'de paylaşılmıştır. Damlanın ilk anda oluşturduğu açı kadar, emilim süresi de önem arz etmektedir. Bu nedenle damlacıkların yüzey tarafından emilim süreleri de aynı analiz kapsamında tayin edilmiştir.



Şekil 4.17. Referans (a), %0,1 (b), %0,25 (c), %0,50 (d) %0,75 (e) ve %1 (f) konsantrasyonda kitosan nano-mikro küre uygulanmış kumaşların ilk temas anı görüntüleri

Minimum konsantrasyonla uygulamaya tabi tutulan kumaş (%0,1) yaklaşık 57 derece açı oluşturmuş ve damlanın yüzey tarafından tamamen emilimi yaklaşık 3 saniye sürmüştür. Uygulanan konsantrasyon arttıkça açı yükselmiş ve emilim süresi de artmıştır. Konfor özelliği olarak düşünüldüğünde uygulanan nano-mikro kitosan konsantrasyonunun %0,75'in üzerine çıkmamasının daha uygun olacağı söylenebilir. Şekil 4.18, emilim süresi ve temas açısının nano-mikro kitosan konsantrasyonu ile ilişkisini göstermektedir.



Şekil 4.18. Kumaşlara ait ilk temas açısı ve damlacık emilim süreleri

5. SONUÇLAR VE ÖNERİLER

5.1. Sonuçlar

Tez çalışması kapsamında kitosan biyopolimeri iyonik jelleşme metodu kullanılarak nano-mikro küre formuna getirilmiş ve daha sonra 5 farklı konsantrasyonda hazırlanarak pamuklu kumaşa emdirme metodu ile uygulanmıştır.

Üretilen kitosan nano-mikro kürelerin analizlerinden elde edilen sonuçlara göre,

- Nano-mikro küre üretiminin başarılı şekilde gerçekleştirildiği SEM analizi sonuçlarından görülmektedir.
- EDX analizine göre yapıya çapraz bağlanma reaksiyonu ile katılan fosfat ve sodyum varlığı tespit edilmiştir.
- FT-IR analizi çapraz bağlanma reaksiyonu sonunda gerçekleşen değişimleri göstermiştir.
- Üretilen nano-mikro küre süspansiyonların boyut dağılımı analizinden iki farklı pik elde edilmiştir. İlk pikin boyut ortalaması 687,5 nm iken ikinci pikte alınan boyut ortalaması 2568 nm dolaylarındadır.
- Üretilen nano-mikro kürelerin zeta potansiyel değerleri 10-55 mV arasındadır. Bu değerler süspansiyonun kararlı şekilde kalmasını sağlayacak seviyededir.
- XRD analizinde herhangi bir keskin pik alınamamıştır. Bu durum çapraz bağlayıcı ile polimer reaksiyonunun doğru şekilde, yüksek oranda amorf bölgeler oluşturacak şekilde, gerçekleştiğini göstermektedir.
- TGA analizi sonucunda amorf yapısı nedeniyle kitosan nano-mikro kürelerin termal olarak daha az kararlı oldukları fakat çapraz bağlayıcının yüksek sıcaklıklara dayanabilmesi nedeniyle de daha fazla artık (kül) bıraktığı görülmektedir.

Nano-mikro küre uygulanmış pamuklu kumaşın analizlerinden elde edilen sonuçlara göre,

- Uygulama sonrası yüzeyde kumaş yüzeyinde biriken kitosan nano-mikro küreler SEM analizi ile tespit edilmiştir. Bu durum üretilen nano-mikro küre formunda biyopolimerin pamuklu kumaşa başarılı şekilde uygulandığını göstermektedir. Bu işlem, bir tekstil prosesi olarak, kolay ve maliyet gerektirmeyen bir işlem olarak gerçekleşmiştir.
- Pamuklu kumaşlara nano-mikro küre kitosan uygulaması, seçilen mantar için, herhangi bir antimantar etki sağlamamıştır.
- Kitosan nano-mikro küreler kullanılarak antibakteriyel tekstil üretimi başarılı şekilde gerçekleştirilmiştir. Üretilen tekstil ürünlerinin, seçilen bakteriler için antibakteriyel etkiye ihtiyaç duyulan alanlardaki uygulamalarda kullanılabileceği ortaya konmuştur.
- Gram negatif ve gram pozitif bakterilere karşı antibakteriyel etki sağlanmış olup özellikle %0,50 ve üzeri konsantrasyonda çarpıcı şekilde görülmüştür. %0-%1 aralığında seçilen konsantrasyonlarda optimum antibakteriyel etki için %0,75 oranı yeterli olacaktır.
- Kumaşın renginde, kitosan uygulamak ile uygulanmaması arasında kayda değer bir değişime rastlanmamıştır. ΔE değerleri çok yönlü karşılaştırılmış ve sonuçlar 1'in altında veya 1'e çok yakın olarak belirlenmiştir. %0-%1 aralığında seçilen konsantrasyonlarda pamuklu kumaşta renk değişimi problemi yaşanmayacağı söylenebilir.
- UV koruyuculuk özelliği açısından, kitosan konsantrasyonun artışının koruyuculuğu artırdığı tespit edilmiştir. Bu durum özellikle 185-250 nm arasında önemli düzeydedir.

Gerçekleştirilen kitosan uygulamasının kumaşın bu çalışmada seçilen konfor özellikleri üzerine etki ettiği görülmüştür. Bu etkiler kullanım alanına göre avantaj veya dezavantaj olarak değerlendirilebilir.

- Gerçekleştirilen kitosan uygulamasının kumaşta hava geçirgenlik özelliğini düşürücü bir etkiye sahip olduğu görülmüştür. Ancak bu düşüş, en yüksek konsantrasyon için %30 seviyelerine ulaşmaktadır. Kumaşın halen hava geçirgenliği özelliğinin devam etmekte olduğu söylenebilir. Çalışmada kullanılan kumaşlar hava geçirgenliği en düşük olan bezayağı yapıdadır. Bu durum farklı dokularda daha farklı sonuçlar verebilecektir.
- Kumaşın su buharı geçirgenliği özelliği de kitosan uygulamasından çok fazla etkilenmemiştir. En yüksek konsantrasyon için bile değişim %3 ile sınırlıdır.
- Kitosan konsantrasyonu arttıkça kumaşın sıvı ile temas açılarının da arttığı, başka bir deyişle hidrofilite özelliğinin kötüleştiği görülmüştür. Bu konuda kritik konsantrasyon %0,5'dir. Hidrofilitenin beklendiği durumlarda %0,5'nin altında bir kitosan konsantrasyonu kullanılmalıdır.
- Numunelerin dikey su iletimi kapasiteleri artan kitosan konsantrasyonu ile birlikte çarpıcı şekilde düşmüştür. Atkı ve çözgü yönünde birbirine yakın sonuçlar alınmasının nedeninin atkı ve çözgü yönü konstrüksüyonunun birbirine oldukça yakın olmasıdır.
- Gerçekleştirilen uygulama ile kumaşın atkı ve çözgü yönü kopma ve yırtılma mukavemetinde anlamlı bir değişime neden olmadığı görülmüştür. Uygulamanın kumaş dayanımına olumsuz etki etmediği söylenebilir.
- Dairesel eğme kuvvetinin (kumaş sertliğinin) artan konsantrasyon ile birlikte bir miktar arttığı fakat %0,25 konsantrasyondan sonra anlamlı bir değişiklik gözlenmemiştir. Kumaş sertliğine dikkate değer bir etki etmediği görülmüştür.

5.2. Öneriler

Çalışmanın devamı niteliğinde olabilecek öneriler aşağıdaki gibi sıralanmıştır.

- Üretilen kitosan nano-mikro kürelerin farklı boyut aralıklarında üretimlerinin gerçekleştirilmesi ve uygulama sonrası kumaş özelliklerinin boyut dağılımından etkilenme durumunun tespiti,
- Kuaternizasyon gibi yöntemlerle kitosanın yapısının modifiye edilerek antimantarlık başta olmak üzere farklı özellikler kazandırılma çalışmalarının gerçekleştirilmesi,
- Farklı hammaddelerden üretilmiş dokunmuş, örülmüş kumaşlara veya dokusuz yüzeylere uygulamanın gerçekleştirilerek hammadde/üretim tipinin etkilerinin araştırılması,
- Işık, sürtünme, yıkama gibi etkilere karşı kumaşın antibakteriyel özelliğinin ve diğer bazı özelliklerdeki değişiminin araştırılması,
- Uygulama sonrası kumaşların boyanması ile ortaya çıkan haslık farklılıklarının araştırılması önerilmektedir.

KAYNAKLAR

Abdel-Mohsen, A. M., Abdel-Rahman, R. M., Hrdina, R., Imramovsky, A., Burgert, L., ve Aly, A. S. (2012). Antibacterial cotton fabrics treated with core-shell nanoparticles. *International Journal of Biological Macromolecules, 50*(5), 1245-1253.

Abdelhady, M. M. (2012). Preparation and Characterization of Chitosan/Zinc Oxide Nanoparticles for Imparting Antimicrobial and UV Protection to Cotton Fabric. *International Journal of Carbohydrate Chemistry, 2012*, 6. doi: 10.1155/2012/840591

Agnihotri, S. A., Mallikarjuna, N. N., ve Aminabhavi, T. M. (2004). Recent advances on chitosan-based micro- and nanoparticles in drug delivery. *Journal of Controlled Release, 100*(1), 5-28.

Ali, S. W., Rajendran, S., ve Joshi, M. (2011). Synthesis and characterization of chitosan and silver loaded chitosan nanoparticles for bioactive polyester. *Carbohydrate Polymers, 83*(2), 438-446. doi: https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2010.08.004

Arif, D., Niazi, M. B. K., Ul-Haq, N., Anwar, M. N., ve Hashmi, E. (2015). Preparation of antibacterial cotton fabric using chitosan-silver nanoparticles. *Fibers and Polymers, 16*(7), 1519-1526.

Bodmeier, R., Oh, K. H., ve Pramar, Y. (1989). Preparation and Evaluation of Drug-Containing Chitosan Beads. *Drug Development and Industrial Pharmacy, 15*(9), 1475-1494. doi: Doi 10.3109/03639048909062758

Busila, M., Musat, V., Textor, T., ve Mahltig, B. (2015). Synthesis and characterization of antimicrobial textile finishing based on Ag:ZnO nanoparticles/chitosan biocomposites. *Rsc Advances, 5*(28), 21562-21571.

Calvo, P., RemunanLopez, C., VilaJato, J. L., ve Alonso, M. J. (1997). Novel hydrophilic chitosan-polyethylene oxide nanoparticles as protein carriers. *Journal of Applied Polymer Science, 63*(1), 125-132. doi: Doi 10.1002/(Sici)1097-4628(19970103)63:1<125::Aid-App13>3.0.Co;2-4

Dhineshbabu, N. R., ve Rajendran, V. (2016). Antibacterial activity of hybrid chitosan-cupric oxide nanoparticles on cotton fabric. *Iet Nanobiotechnology, 10*(1), 13-19.

Elsabee, M. Z., ve Abdou, E. S. (2013). Chitosan based edible films and coatings: A review. *Materials Science ve Engineering C-Materials for Biological Applications, 33*(4), 1819-1841.

Gouda, M., ve Hebeish, A. (2010). Preparation and Evaluation of CuO/Chitosan Nanocomposite for Antibacterial Finishing Cotton Fabric. *Journal of Industrial Textiles, 39*(3), 203-214.

Grenha, A. (2012). Chitosan nanoparticles: a survey of preparation methods. *Journal of Drug Targeting, 20*(4), 291-300. doi: 10.3109/1061186x.2011.654121

Hajji, S., Younes, I., Ghorbel-Bellaaj, O., Hajji, R., Rinaudo, M., Nasri, M., ve Jellouli, K. (2014). Structural differences between chitin and chitosan extracted from three different marine sources. *International Journal of Biological Macromolecules, 65*, 298-306.

He, P., Davis, S. S., ve Illum, L. (1999). Chitosan microspheres prepared by spray drying. *International Journal of Pharmaceutics, 187*(1), 53-65.

Hebeish, A., Sharaf, S., ve Farouk, A. (2013). Utilization of chitosan nanoparticles as a green finish in multifunctionalization of cotton textile. *International Journal of Biological Macromolecules, 60*, 10-17.

Hu, J., Xiao, Z. B., Ma, S. S., Zhou, R. J., Wang, M. X., ve Li, Z. (2012). Properties of osmanthus fragrance-loaded chitosan-sodium tripolyphosphate nanoparticles delivered through cotton fabrics. *Journal of Applied Polymer Science, 123*(6), 3748-3754.

Hu, J., Xiao, Z. B., Zhou, R. J., Ma, S. S., Li, Z., ve Wang, M. X. (2011). Comparison of compounded fragrance and chitosan nanoparticles loaded with fragrance applied in cotton fabrics. *Textile Research Journal, 81*(19), 2056-2064.

Islam, S., Bhuiyan, M. A. R., ve Islam, M. N. (2017). Chitin and Chitosan: Structure, Properties and Applications in Biomedical Engineering. *Journal* of Polymers and the Environment, 25(3), 854-866.

Kurita, K. (2006). Chitin and chitosan: Functional biopolymers from marine crustaceans. *Marine Biotechnology, 8*(3), 203-226.

Kucukgulmez, A., Celik, M., Yanar, Y., Sen, D., Polat, H., & Kadak, A. E. (2011). Physicochemical characterization of chitosan extracted from Metapenaeus stebbingi shells. Food Chemistry, 126(3), 1144-1148. doi: https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2010.11.148

Laftah, W. A., Hashim, S., ve Ibrahim, A. N. (2011). Polymer Hydrogels: A Review. *Polymer-Plastics Technology and Engineering, 50*(14), 1475-1486.

Li, L., Yuan, B., Liu, S. W., Yu, S. T., Xie, C. X., Liu, F. S., . . . Zhang, B. Q. (2012). Preparation of high strength chitosan fibers by using ionic liquid as spinning solution. *Journal of Materials Chemistry, 22*(17), 8585-8593.

Morais, D. S., Guedes, R. M., ve Lopes, M. A. (2016). Antimicrobial Approaches for Textiles: From Research to Market. *Materials, 9*(6). doi: ARTN 498 10.3390/ma9060498

Oktem, T. (2003). Surface treatment of cotton fabrics with chitosan. *Coloration Technology, 119*(4), 241-246.

Palamutcu, S., Keskin, R., Devrent, N., Sengül, M., Hasçelik B. . (2009). Fonksiyonel Tekstiller II : Antimikrobiyal Tekstiller. *Tekstil Teknolojileri Elektronik Dergisi, 3*(3), 95-108.

Paulraj, M. G., Ignacimuthu, S., Gandhi, M. R., Shajahan, A., Ganesan, P., Packiam, S. M., ve Al-Dhabi, N. A. (2017). Comparative studies of tripolyphosphate and glutaraldehyde cross-linked chitosan-botanical pesticide nanoparticles and their agricultural applications. *International Journal of Biological Macromolecules, 104*, 1813-1819.

Petkova, P., Francesko, A., Fernandes, M. M., Mendoza, E., Perelshtein, I., Gedanken, A., ve Tzanov, T. (2014). Sonochemical Coating of Textiles with Hybrid ZnO/Chitosan Antimicrobial Nanoparticles. *Acs Applied Materials ve Interfaces, 6*(2), 1164-1172.

Rani, M., Agarwal, A., ve Negi, Y. S. (2010). Review: Chitosan Based Hydrogel Polymeric Beads - as Drug Delivery System. *Bioresources, 5*(4), 2765-2807.

Ravikumar, M. N. V. (1999). Chitin and chitosan fibres: A review. *Bulletin of Materials Science, 22*(5), 905-915. doi: Doi 10.1007/Bf02745552

Rinaudo, M. (2006). Chitin and chitosan: Properties and applications. *Progress in Polymer Science, 31*(7), 603-632. doi: 10.1016/j.progpolymsci.2006.06.001

Sahan, G., Demir, A., ve Gokce, Y. (2016). Improving certain properties of wool fibers by applying chitosan nanoparticles and atmospheric plasma treatment. *Fibers and Polymers, 17*(7), 1007-1012.

Sajomsang, W., Gonil, P., Saesoo, S., ve Ovatlarnporn, C. (2012). Antifungal property of quaternized chitosan and its derivatives. *International Journal of Biological Macromolecules, 50*(1), 263-269.

Salles, T. H. C., Lombello, C. B., ve d'Avila, M. A. (2015). Electrospinning of Gelatin/Poly (Vinyl Pyrrolidone) Blends from Water/Acetic Acid Solutions. *Materials Research-Ibero-American Journal of Materials, 18*(3), 509-518. doi: 10.1590/1516-1439.310114

Sariisik, M. (2016). Technical textiles. *International Journal of Clothing Science and Technology, 28*(3), 282-282. doi: 10.1108/Ijcst-04-2016-0041

Shah, N., Mewada, R. K., ve Mehta, T. (2013). Chitosan: Development of Nanoparticles, Other Physical Forms and Solubility with Acids. *Journal of Nano Research, 24*, 107-122. doi: 10.4028/www.scientific.net/JNanoR.24.107

Simoncic, B., ve Tomsic, B. (2010). Structures of Novel Antimicrobial Agents for Textiles - A Review. *Textile Research Journal, 80*(16), 1721-1737.

Tavaria, F. K., Soares, J. C., Reis, I. L., Paulo, M. H., Malcata, F. X., ve Pintado, M. E. (2012). Chitosan: antimicrobial action upon staphylococci after impregnation onto cotton fabric. *Journal of Applied Microbiology, 112*(5), 1034-1041. doi: 10.1111/j.1365-2672.2012.05274.x

Thomas, V., Bajpai, M., ve Bajpai, S. K. (2011). In Situ Formation of Silver Nanoparticles within Chitosan-attached Cotton Fabric for Antibacterial Property. *Journal of Industrial Textiles, 40*(3), 229-245.

Wang, Y. C., Li, P. W., Tran, T. T. D., Zhang, J., ve Kong, L. X. (2016). Manufacturing Techniques and Surface Engineering of Polymer Based Nanoparticles for Targeted Drug Delivery to Cancer. *Nanomaterials, 6*(2).

Wu, J. W., Song, X. F., Sun, H. W., Zhang, Y. C., Gu, X. L., Dong, P. X., . . . Fu, C. H. (2015). Chitosan Nano Carriers Loading Anti-tumor Drugs. *Journal of Nano Research, 32*, 113-U159.

Yang, H. C., Wang, W. H., Huang, K. S., ve Hon, M. H. (2010). Preparation and application of nanochitosan to finishing treatment with anti-microbial and anti-shrinking properties. *Carbohydrate Polymers, 79*(1), 176-179. doi: 10.1016/j.carbpol.2009.07.045

Zhang, H. Y., Li, R. P., ve Liu, W. M. (2011). Effects of Chitin and Its Derivative Chitosan on Postharvest Decay of Fruits: A Review. *International Journal of Molecular Sciences, 12*(2), 917-934.

Zhang, Y. F., Li, Y. L., ve Hu, Q. L. (2012). Colorless antibacterial cotton fabrics based on silver nanoparticles and chitosan complexes. *International Journal of Clothing Science and Technology, 24*(2-3), 118-128.

Zhang, Z. T., Chen, L., Ji, J. M., Huang, Y. L., ve Chen, D. H. (2003). Antibacterial properties of cotton fabrics treated with chitosan. *Textile Research Journal, 73*(12), 1103-1106.

Zhao, H., Xu, J. H., Dong, P. F., ve Luo, G. S. (2013). A novel microfluidic approach for monodispersed chitosan microspheres with enhanced autofluorescence. *Chemical Engineering Journal, 215*, 784-790.

ÖZGEÇMİŞ

Mahmut TAŞ 1990 yılında Bursa'da doğdu. İlk ve orta öğretimini burada tamamladı. Daha sonra yatay geçiş hakkını kullanarak Uludağ Üniversitesi İnegöl Meslek Yüksekokulu Tekstil Programına kaydoldu. 2009 yılında onur derecesiyle mezun oldu. 2010 yılında girdiği dikey geçiş sınavı neticesinde Süleyman Demirel Üniversitesi Tekstil Mühendisliği Bölümüne girmeye hak kazandı. 2014 yılının haziran ayında derece ile mezun olarak Bursa'ya döndü ve burada Bursa Teknik Üniversitesi Lif ve Polimer Mühendisliği bölümde TÜBİTAK projesi bursiyeri olarak yüksek lisans eğitimine başladı. Eğitiminin ikinci yılında Çukurova Üniversitesi Tekstil Mühendisliği Anabilim dalında açılan araştırma görevlisi kadrosunu almaya hak hazandı. Halen Çukurova Üniversitesi Tekstil Mühendisliği bölümünde araştırma görevlisi olarak görev yapmakta ve lisansüstü eğitimine devam etmektedir.