

**ANADOLU ÜNİVERSİTESİ**



**BİLECİK ŞEYH EDEBALI  
ÜNİVERSİTESİ**

**Fen Bilimleri Enstitüsü  
Kimya Mühendisliği Anabilim Dalı**

**DENİZ KABUKLULARI ATIĞINDAN ULTRASONİK  
REAKTÖRDE KİTOSAN ÜRETİMİ**

**Tevhide Derya ÇARIKÇI  
Yüksek Lisans**

**Tez Danışmanı  
Yrd. Doç. Dr. Selçuk ÖZCAN**

**BİLECİK, 2015**

**Ref.No: 10063523**



**ANADOLU ÜNİVERSİTESİ**



**BİLECİK ŞEYH EDEBALI  
ÜNİVERSİTESİ**

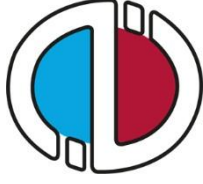
**Fen Bilimleri Enstitüsü  
Kimya Mühendisliği Anabilim Dalı**

**DENİZ KABUKLULARI ATIĞINDAN ULTRASONİK  
REAKTÖRDE KİTOSAN ÜRETİMİ**

**Tevhide Derya ÇARIKÇI  
Yüksek Lisans**

**Tez Danışmanı  
Yrd. Doç. Dr. Selçuk ÖZCAN**

**BİLECİK, 2015**



**ANADOLU UNIVERSITY**



**BILECIK SEYH EDEBALI  
UNIVERSITY**

**Graduate School of Sciences  
Department of Chemical Engineering**

**PRODUCTION OF CHITOSAN FROM SHELLFISH  
WASTE IN ULTRASONIC REACTOR**

**Tevhide Derya ÇARIKÇI  
Master' s Thesis**

**Thesis Advisor  
Assoc. Prof. Dr. Selçuk ÖZCAN**

**BILECIK, 2015**



**BİLECİK ŞEYH EDEBALI ÜNİVERSİTESİ**

**FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ**

**YÜKSEK LİSANS  
JÜRİ ONAY FORMU**

Bilecik Şeyh Edebali Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Yönetim Kurulunun 15.12.2014 tarih ve 31522451.302.14.05/610 sayılı kararıyla oluşturulan jüri tarafından 16.01.2015 tarihinde tez savunma sınavı yapılan Tevhide Derya ÇARIKÇI' nın "Deniz Kabukluları Atığından Ultrasonik Reaktörde Kitosan Üretimi" başlıklı tez çalışması Kimya Mühendisliği Anabilim Dalında YÜKSEK LİSANS tezi olarak oy birliği/~~oy~~ çoğunluğu ile kabul edilmiştir.

**JÜRİ**

**ÜYE**

(TEZ DANIŞMANI) : Yrd. Doç. Dr. Selçuk ÖZCAN

ÜYE : Prof. Dr. Mehmet Rıza ALTIOKKA

ÜYE : Prof. Dr. Osman Sermet KABASAKAL

**KİMYA MÜHENDİSLİĞİ ANABİLİM DALI BAŞKANI:**

Yrd. Doç. Dr. Selçuk ÖZCAN

**ONAY**

Bilecik Şeyh Edebali Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Yönetim Kurulunun  
...../...../..... tarih ve ...../...../..... sayılı kararı.

## TEŞEKKÜR

Yüksek lisans eğitimimin her döneminde bilgisiyle, tecrübesiyle, fikirleriyle yoluma ışık tutan, manevi desteğiyle sürekli yanımda olan, değerli hocam Sayın Yrd. Doç. Dr. Selçuk ÖZCAN' a,

Sadece eğitimime değil hayatıma da kattıkları her şey için Doç. Dr. Çağlayan AÇIKGÖZ' e, Yrd. Doç. Dr. Alev AKPINAR BORAZAN' a, Doç. Dr. Nurcan ÇALIŞ AÇIKBAŞ' a,

Çalışmalarım süresince fikirlerini ve yardımlarını hiçbir zaman esirgemeyen, hocadan öte arkadaşlarım Arş. Gör. Rahmiye Zerrin YARBAY ŞAHİN ve Arş. Gör. Adife Şeyda YARGIÇ' a, Arş. Gör. Ecem Müge ANDOĞLU' na

Yüksek lisans eğitimimin bana kazandırdığı kıymetli dostlarım Banu YOKUŞ' a, Pınar ÖZEN' e, Onur KAVUŞTU' ya,

Eğitim sürecimde daima yanımda olan, büyük destekçim 404 KİMYA' ya,

Hayatı kolay, güzel ve yaşanabilir kılan dostlarım Burçin ALTAN' a, Tuğçe Gizem GÜRLEROĞLU' na, Aliye Deniz ŞAMER' e, Nilay VAROL' a, Tuba Oklap ÖZGİN' e,

Kaderin karşıma iyi ki çıkardığı güzel ve sevgili YAVUZ ailesinin her bir bireyine,

Varlığına şükrettiğim sevgili aileme, en büyük şansım annem Emine ÇARIKÇI' ya, huzurum Sena Tuana ERENŞOY' a, bıkmaz destekçim ablam Belma ÇARIKÇI' ya, bıkmayıp bıktıran ablam Tuğba ÇARIKÇI' ya, dualarını hiç eksik etmeyen babaannem Hatice KARAMAN' a,

Hayatta başıma gelen en güzel şeye, tüm yaşantımı şekillendiren adama, attığım her adımda varlığını yanımda hissettiğim, evladı olmaktan sonsuz gurur duyduğum, en çok sevdiğim insana, gözüm, nefesim, canım BABAMA, Sadık ÇARIKÇI' ya,

Sonsuz minnet ve teşekkürlerimi sunarım.

## ÖZET

Deniz kabuklularının atıkları kitin olarak bilinen ve doğada kendiliğinden oluşan biyopolimerin en önemli kaynağını oluşturmaktadır. Kitosan kitinde bulunan asetil gruplarının uzaklaştırılması ile elde edilen bir glikozamin biyopolimeridir. Kitosanın kitine kıyasla ilgi çekici materyal olma özelliği ticari olarak elde edilebilirliği ve birçok formda kullanılabilirliğidir. Kitosan üretimi için çeşitli kitin kaynakları kullanılmakla birlikte bunlar içerisinde en verimli olanları deniz kabuklularıdır.

Deniz kabuklularından kitin izolasyonu, kabuklardaki mineral, protein ve pigmentler uzaklaştırılarak gerçekleştirilir. Kitindeki asetil gruplarının deasetilasyon işlemi ile uzaklaştırılmasıyla da kitosan üretimi gerçekleştirilir.

Kitin izolasyonu ve deasetilasyon ve reaksiyonları için sıcaklık, derişim, ultrason etkisi ve reaksiyon sürelerinin kitin/kitosan üretim verimi üzerine etkileri parametrik olarak incelenmiştir.

Sıcaklık, derişim ve reaksiyon süresi arttıkça kitosan veriminin arttığı, ultrason ortamında artış oranının daha fazla olduğu görülmüştür. HPLC ve FTIR analizleri sonuçları kantitatif olarak incelenmiş ve kitosan verimleriyle kitosana ait deasetilasyon derecelerine ulaşılmıştır.

Yüksek sıcaklık ve çözelti derişiminde, reaksiyon süresi arttıkça verim artışından sonraki azalma, ultrasonun da hızlandırıcı etkisiyle kitosanın monomerlerine parçalanarak verimi düşürdüğü göstermektedir. 60°C’ de, 120 dk reaksiyon süresinde, 3M çözelti kullanılarak, ultrasonlu ortamda elde edilen kitosan da %34 verim elde edilirken, deasetilasyon derecesinde %9’ luk artış sağlanmaktadır.

**Anahtar kelimeler:** Kitosan, kitin, ultrason, verim, deaseilasyon derecesi

## ABSTRACT

Shellfish wastes have been the primary source of a naturally occurring biopolymer known as chitin. Chitosan is a glucoseamine biopolymer which is obtained by removing of acetyl groups found in chitin. The more interesting material property of chitosan compared to chitin, is due to the large variety of useful forms and commercially availability. Although there are various chitin sources for chitosan production, shellfish is the most efficient one.

Isolation of chitin from shellfish wastes carried out by removing the minerals, proteins and pigments. Then chitosan production was achieved by removing of the acetyl groups in chitin via deacetylation.

The effects of temperature, concentration, ultrasound intensity and reaction times on the chitin/chitosan production yield during the chitin isolation and deacetylation operations and reactions, were parametrically examined.

Chitosan yield increases with the increasing of temperature, concentration and reaction time and also the effect of ultrasound. HPLC and FTIR analysis results have been achieved with the degree of deacetylation of chitosan and chitosan yield quantitatively examined.

The reduction of yield after the increase shows that the accelerator effect of ultrasound, high temperature and solution concentration, the chitosan monomers are broken by these parameters. At 60°C, 120 min reaction time, 3M solution concentration with ultrasound assistance, the chitosan was obtained in 34% yield and deacetylation degree of 9% increase is achieved.

**Key words:** Chitosan, chitin, ultrasound, yield, deacetylation degree

## İÇİNDEKİLER

Sayfa No

<b>JÜRİ ONAY SAYFASI</b>	
<b>TEŞEKKÜR</b>	
<b>ÖZET.....</b>	<b>I</b>
<b>ABSTRACT .....</b>	<b>II</b>
<b>İÇİNDEKİLER .....</b>	<b>III</b>
<b>SİMGELER VE KISALTMALAR .....</b>	<b>X</b>
<b>ÇİZELGELER DİZİNİ .....</b>	<b>XI</b>
<b>ŞEKİLLER DİZİNİ .....</b>	<b>XII</b>
<b>1. GİRİŞ .....</b>	<b>1</b>
<b>2. KİTİN VE KİTOSAN .....</b>	<b>3</b>
2.1. Kitosanın Tarihçesi ve Dünya Endüstrisinde Kullanımı .....	3
2.2. Kitin ve Kitosanın Moleküler Yapısı ve Fiziksel Özellikleri.....	4
2.2.1. Deasetilasyon derecesi .....	8
2.2.2. Molekül ağırlığı.....	9
2.2.3. Viskozite.....	9
2.2.4. Yoğunluk .....	10
2.2.5. Çözünürlük .....	10
2.2.6. Azot içeriği .....	10
2.2.7. Su bağlama kapasitesi .....	11
2.2.8. Yağ bağlama kapasitesi .....	12
2.2.9. Renk .....	12
2.2.10. İyon değiştirici, asit ve nötral ph davranışı .....	12
2.2.11. Jelleşme özelliği .....	12
2.2.12. Pıhtılaştırma özelliği .....	13
2.2.13. Enzimlerin adsorbsiyonu ve immobilizasyonu özelliği .....	13
2.2.14. Film ve membran oluşturma özelliği .....	13
2.2.15. Kitosanın antimikrobiyal özellikleri.....	13
2.3. Kitin ve Kitosan Üretimi İçin Hammadde Kaynakları .....	14
2.3.1. Türkiye’ de deniz kabuklusu endüstrisi .....	16
2.4. Kitin ve Kitosanın Üretim Süreçleri.....	17

2.4.1. Kitin izolasyonu .....	18
2.4.1.1. Demineralizasyon .....	19
2.4.1.2. Deproteinizasyon .....	20
2.4.1.3. Renk Giderimi .....	20
2.4.2. Kitinden kitosan eldesi .....	21
2.5. Kitin ve Kitosanın Kullanım Alanları .....	22
2.6. Ultrason Yardımı ile Reaksiyon .....	27
2.7. Kitin ve Kitosanın Karakterizasyon Yöntemleri .....	30
2.7.1. FTIR yöntemiyle karakterizasyonu .....	30
2.7.2. HPLC yöntemiyle karakterizasyonu .....	32
<b>3. LİTERATÜR ÖZETİ .....</b>	<b>34</b>
<b>4. MALZEME VE METODLAR .....</b>	<b>37</b>
4.1. Kullanılan Cihazlar .....	37
4.2. Kullanılan Kimyasallar .....	37
4.3. Kullanılan Hammadde .....	37
4.4. Kullanılan Metodlar .....	37
4.4.1. Demineralizasyon işlemi .....	37
4.4.2. Deproteinizasyon işlemi .....	38
4.4.3. Renk giderimi işlemi .....	38
4.4.4. Deasetilasyon işlemi .....	38
4.4.5. FTIR analizi .....	39
4.4.6. HPLC analizi .....	39
<b>5. BULGULAR VE TARTIŞMA .....</b>	<b>40</b>
<b>6. SONUÇLAR .....</b>	<b>73</b>
<b>KAYNAKLAR .....</b>	<b>74</b>
<b>EK – 1: Konsantrasyonu %50 olan kitosana ait HPLC analizi .....</b>	<b>83</b>
<b>EK – 2: Konsantrasyonu %25 olan kitosana ait HPLC analizi .....</b>	<b>84</b>
<b>EK – 3: Konsantrasyonu %12,5 olan kitosana ait HPLC analizi .....</b>	<b>85</b>
<b>EK – 4: Ultrasonlu ortamda, 3M çözelti kullanılarak, 60°C’ de 120 dk elde edilen kitosana ait HPLC analizi .....</b>	<b>86</b>
<b>EK – 5: Ultrasonlu ortamda, 3M çözelti kullanılarak, 60°C’ de 120 dk elde edilen kitosana ait HPLC analizi .....</b>	<b>87</b>

<b>EK – 6:</b> Ultrasonlu ortamda, 1M çözelti kullanılarak, 60°C’ de 120 dk elde edilen kitosana ait HPLC analizi .....	<b>88</b>
<b>EK – 7:</b> Ultrasonsuz ortamda, 1M çözelti kullanılarak, 60°C’ de 120 dk elde edilen kitosana ait HPLC analizi .....	<b>89</b>
<b>EK – 8:</b> Ultrasonlu ortamda, 3M çözelti kullanılarak, 60°C’ de 60 dk elde edilen kitosana ait HPLC analizi .....	<b>90</b>
<b>EK – 9:</b> Ultrasonsuz ortamda, 3M çözelti kullanılarak, 60°C’ de 60 dk elde edilen kitosana ait HPLC analizi .....	<b>91</b>
<b>EK – 10:</b> Ultrasonlu ortamda, 1M çözelti kullanılarak, 60°C’ de 60 dk elde edilen kitosana ait HPLC analizi .....	<b>92</b>
<b>EK – 11:</b> Ultrasonsuz ortamda, 1M çözelti kullanılarak, 60°C’ de 60 dk elde edilen kitosana ait HPLC analizi .....	<b>93</b>
<b>EK – 12:</b> Ultrasonlu ortamda, 3M çözelti kullanılarak, 60°C’ de 30 dk elde edilen kitosana ait HPLC analizi .....	<b>94</b>
<b>EK – 13:</b> Ultrasonsuz ortamda, 3M çözelti kullanılarak, 60°C’ de 30 dk elde edilen kitosana ait HPLC analizi .....	<b>95</b>
<b>EK – 14:</b> Ultrasonlu ortamda, 1M çözelti kullanılarak, 60°C’ de 30 dk elde edilen kitosana ait HPLC analizi .....	<b>96</b>
<b>EK – 15:</b> Ultrasonsuz ortamda, 1M çözelti kullanılarak, 60°C’ de 30 dk elde edilen kitosana ait HPLC analizi .....	<b>97</b>
<b>EK – 16:</b> Ultrasonlu ortamda, 3M çözelti kullanılarak, 40°C’ de 120 dk elde edilen kitosana ait HPLC analizi .....	<b>98</b>
<b>EK – 17:</b> Ultrasonsuz ortamda, 3M çözelti kullanılarak, 40°C’ de 120 dk elde edilen kitosana ait HPLC analizi .....	<b>99</b>
<b>EK – 18:</b> Ultrasonlu ortamda, 1M çözelti kullanılarak, 40°C’ de 120 dk elde edilen kitosana ait HPLC analizi .....	<b>100</b>
<b>EK – 19:</b> Ultrasonsuz ortamda, 1M çözelti kullanılarak, 40°C’ de 120 dk elde edilen kitosana ait HPLC analizi .....	<b>101</b>
<b>EK – 20:</b> Ultrasonlu ortamda, 3M çözelti kullanılarak, 40°C’ de 60 dk elde edilen kitosana ait HPLC analizi .....	<b>102</b>
<b>EK – 21:</b> Ultrasonsuz ortamda, 3M çözelti kullanılarak, 40°C’ de 60 dk elde edilen kitosana ait HPLC analizi .....	<b>103</b>

<b>EK – 22:</b> Ultrasonlu ortamda, 1M çözelti kullanılarak, 40°C’ de 60 dk elde edilen kitosana ait HPLC analizi .....	<b>104</b>
<b>EK – 23:</b> Ultrasonsuz ortamda, 1M çözelti kullanılarak, 40°C’ de 60 dk elde edilen kitosana ait HPLC analizi .....	<b>105</b>
<b>EK – 24:</b> Ultrasonlu ortamda, 3M çözelti kullanılarak, 40°C’ de 30 dk elde edilen kitosana ait HPLC analizi .....	<b>106</b>
<b>EK – 25:</b> Ultrasonsuz ortamda, 3M çözelti kullanılarak, 40°C’ de 30 dk elde edilen kitosana ait HPLC analizi .....	<b>107</b>
<b>EK – 26:</b> Ultrasonlu ortamda, 1M çözelti kullanılarak, 40°C’ de 30 dk elde edilen kitosana ait HPLC analizi .....	<b>108</b>
<b>EK – 27:</b> Ultrasonsuz ortamda, 1M çözelti kullanılarak, 40°C’ de 30 dk elde edilen kitosana ait HPLC analizi .....	<b>109</b>
<b>EK – 28:</b> Ultrasonlu ortamda, 3M çözelti kullanılarak, 20°C’ de 120 dk elde edilen kitosana ait HPLC analizi .....	<b>110</b>
<b>EK – 29:</b> Ultrasonsuz ortamda, 3M çözelti kullanılarak, 20°C’ de 120 dk elde edilen kitosana ait HPLC analizi .....	<b>111</b>
<b>EK – 30:</b> Ultrasonlu ortamda, 1M çözelti kullanılarak, 20°C’ de 120 dk elde edilen kitosana ait HPLC analizi .....	<b>112</b>
<b>EK – 31:</b> Ultrasonsuz ortamda, 1M çözelti kullanılarak, 20°C’ de 120 dk elde edilen kitosana ait HPLC analizi .....	<b>113</b>
<b>EK – 32:</b> Ultrasonlu ortamda, 3M çözelti kullanılarak, 20°C’ de 60 dk elde edilen kitosana ait HPLC analizi .....	<b>114</b>
<b>EK – 33:</b> Ultrasonsuz ortamda, 3M çözelti kullanılarak, 20°C’ de 60 dk elde edilen kitosana ait HPLC analizi .....	<b>115</b>
<b>EK – 34:</b> Ultrasonlu ortamda, 1M çözelti kullanılarak, 20°C’ de 60 dk elde edilen kitosana ait HPLC analizi .....	<b>116</b>
<b>EK – 35:</b> Ultrasonsuz ortamda, 1M çözelti kullanılarak, 20°C’ de 60 dk elde edilen kitosana ait HPLC analizi .....	<b>117</b>
<b>EK – 36:</b> Ultrasonlu ortamda, 3M çözelti kullanılarak, 20°C’ de 30 dk elde edilen kitosana ait HPLC analizi .....	<b>118</b>
<b>EK – 37:</b> Ultrasonsuz ortamda, 3M çözelti kullanılarak, 20°C’ de 30 dk elde edilen kitosana ait HPLC analizi .....	<b>119</b>

<b>EK – 38:</b> Ultrasonlu ortamda, 1M çözelti kullanılarak, 20°C’ de 30 dk elde edilen kitosana ait HPLC analizi .....	<b>120</b>
<b>EK – 39:</b> Ultrasonsuz ortamda, 1M çözelti kullanılarak, 20°C’ de 30 dk elde edilen kitosana ait HPLC analizi .....	<b>121</b>
<b>EK – 40:</b> Ultrasonlu ortamda, 3M çözelti kullanılarak, 60°C’ de 120 dk elde edilen kitosana ait FTIR analizi .....	<b>122</b>
<b>EK – 41:</b> Ultrasonsuz ortamda, 3M çözelti kullanılarak, 60°C’ de 120 dk elde edilen kitosana ait FTIR analizi .....	<b>123</b>
<b>EK – 42:</b> Ultrasonlu ortamda, 1M çözelti kullanılarak, 60°C’ de 120 dk elde edilen kitosana ait FTIR analizi .....	<b>124</b>
<b>EK – 43:</b> Ultrasonsuz ortamda, 1M çözelti kullanılarak, 60°C’ de 120 dk elde edilen kitosana ait FTIR analizi .....	<b>125</b>
<b>EK – 44:</b> Ultrasonlu ortamda, 3M çözelti kullanılarak, 60°C’ de 60 dk elde edilen kitosana ait FTIR analizi .....	<b>126</b>
<b>EK – 45:</b> Ultrasonsuz ortamda, 3M çözelti kullanılarak, 60°C’ de 60 dk elde edilen kitosana ait FTIR analizi .....	<b>127</b>
<b>EK – 46:</b> Ultrasonlu ortamda, 1M çözelti kullanılarak, 60°C’ de 60 dk elde edilen kitosana ait FTIR analizi .....	<b>128</b>
<b>EK – 47:</b> Ultrasonsuz ortamda, 1M çözelti kullanılarak, 60°C’ de 60 dk elde edilen kitosana ait FTIR analizi .....	<b>129</b>
<b>EK – 48:</b> Ultrasonlu ortamda, 3M çözelti kullanılarak, 60°C’ de 30 dk elde edilen kitosana ait FTIR analizi .....	<b>130</b>
<b>EK – 49:</b> Ultrasonsuz ortamda, 3M çözelti kullanılarak, 60°C’ de 30 dk elde edilen kitosana ait FTIR analizi .....	<b>131</b>
<b>EK – 50:</b> Ultrasonlu ortamda, 1M çözelti kullanılarak, 60°C’ de 30 dk elde edilen kitosana ait FTIR analizi .....	<b>132</b>
<b>EK – 51:</b> Ultrasonsuz ortamda, 1M çözelti kullanılarak, 60°C’ de 30 dk elde edilen kitosana ait FTIR analizi .....	<b>133</b>
<b>EK – 52:</b> Ultrasonlu ortamda, 3M çözelti kullanılarak, 40°C’ de 120 dk elde edilen kitosana ait FTIR analizi .....	<b>134</b>
<b>EK – 53:</b> Ultrasonsuz ortamda, 3M çözelti kullanılarak, 40°C’ de 120 dk elde edilen kitosana ait FTIR analizi .....	<b>135</b>

<b>EK – 54:</b> Ultrasonlu ortamda, 1M çözelti kullanılarak, 40°C’ de 120 dk elde edilen kitosana ait FTIR analizi .....	<b>136</b>
<b>EK – 55:</b> Ultrasonsuz ortamda, 1M çözelti kullanılarak, 40°C’ de 120 dk elde edilen kitosana ait FTIR analizi .....	<b>137</b>
<b>EK – 56:</b> Ultrasonlu ortamda, 3M çözelti kullanılarak, 40°C’ de 60 dk elde edilen kitosana ait FTIR analizi .....	<b>138</b>
<b>EK – 57:</b> Ultrasonsuz ortamda, 3M çözelti kullanılarak, 40°C’ de 60 dk elde edilen kitosana ait FTIR analizi .....	<b>139</b>
<b>EK – 58:</b> Ultrasonlu ortamda, 1M çözelti kullanılarak, 40°C’ de 60 dk elde edilen kitosana ait FTIR analizi .....	<b>140</b>
<b>EK – 59:</b> Ultrasonsuz ortamda, 1M çözelti kullanılarak, 40°C’ de 60 dk elde edilen kitosana ait FTIR analizi .....	<b>141</b>
<b>EK – 60:</b> Ultrasonlu ortamda, 3M çözelti kullanılarak, 40°C’ de 30 dk elde edilen kitosana ait FTIR analizi .....	<b>142</b>
<b>EK – 61:</b> Ultrasonsuz ortamda, 3M çözelti kullanılarak, 40°C’ de 30 dk elde edilen kitosana ait FTIR analizi .....	<b>143</b>
<b>EK – 62:</b> Ultrasonlu ortamda, 1M çözelti kullanılarak, 40°C’ de 30 dk elde edilen kitosana ait FTIR analizi .....	<b>144</b>
<b>EK – 63:</b> Ultrasonsuz ortamda, 1M çözelti kullanılarak, 40°C’ de 30 dk elde edilen kitosana ait FTIR analizi .....	<b>145</b>
<b>EK – 64:</b> Ultrasonlu ortamda, 3M çözelti kullanılarak, 20°C’ de 120 dk elde edilen kitosana ait FTIR analizi .....	<b>146</b>
<b>EK – 65:</b> Ultrasonsuz ortamda, 3M çözelti kullanılarak, 20°C’ de 120 dk elde edilen kitosana ait FTIR analizi .....	<b>147</b>
<b>EK – 66:</b> Ultrasonlu ortamda, 1M çözelti kullanılarak, 20°C’ de 120 dk elde edilen kitosana ait FTIR analizi .....	<b>148</b>
<b>EK – 67:</b> Ultrasonsuz ortamda, 1M çözelti kullanılarak, 20°C’ de 120 dk elde edilen kitosana ait FTIR analizi .....	<b>149</b>
<b>EK – 68:</b> Ultrasonlu ortamda, 3M çözelti kullanılarak, 20°C’ de 60 dk elde edilen kitosana ait FTIR analizi .....	<b>150</b>
<b>EK – 69:</b> Ultrasonsuz ortamda, 3M çözelti kullanılarak, 20°C’ de 60 dk elde edilen kitosana ait FTIR analizi .....	<b>151</b>

<b>EK – 70:</b> Ultrasonlu ortamda, 1M çözelti kullanılarak, 20°C’ de 60 dk elde edilen kitosana ait FTIR analizi .....	<b>152</b>
<b>EK – 71:</b> Ultrasonuz ortamda, 1M çözelti kullanılarak, 20°C’ de 60 dk elde edilen kitosana ait FTIR analizi .....	<b>153</b>
<b>EK – 72:</b> Ultrasonlu ortamda, 3M çözelti kullanılarak, 20°C’ de 30 dk elde edilen kitosana ait FTIR analizi .....	<b>154</b>
<b>EK – 73:</b> Ultrasonuz ortamda, 3M çözelti kullanılarak, 20°C’ de 30 dk elde edilen kitosana ait FTIR analizi .....	<b>155</b>
<b>EK – 74:</b> Ultrasonlu ortamda, 1M çözelti kullanılarak, 20°C’ de 30 dk elde edilen kitosana ait FTIR analizi .....	<b>156</b>
<b>EK – 75:</b> Ultrasonuz ortamda, 1M çözelti kullanılarak, 20°C’ de 30 dk elde edilen kitosana ait FTIR analizi .....	<b>157</b>

## **ÖZGEÇMİŞ**

## SİMGELER VE KISALTMALAR

### Simgeler

A	: Absorbans
cm <sup>-1</sup>	: Dalga Sayısı
cm <sup>3</sup>	: Hacim (Santimetreküp)
cP	: Viskozite (Santipoise)
dk	: Zaman (Dakika)
g	: Ağırlık (Gram)
kDa	: Molekül Ağırlığı (Kilodalton)
M	: Molarite
µl	: Hacim (Mikrolitre)
ml	: Hacim (Mililitre)
nm <sup>2</sup>	: Alan (Nanometrekare)
pH	: Asitlik/Bazlık Derecesi
t	: Zaman
%T	: Geçirgenlik
°C	: Sıcaklık (Derece Celcius)

### Kısaltmalar

CO <sub>2</sub>	: Karbondioksit
FTIR	: Fourier Transform Infrared Spectroscopy
HCl	: Hidroklorik Asit
HPLC	: High Performance Liquid Chromatography
NaOH	: Sodyum Hidroksit
NMR	: Nükleer Manyetik Rezonans
UV	: Ultraviyole
vd	: Ve Diğerleri

**ÇİZELGELER DİZİNİ**

	<b>Sayfa No</b>
<b>Çizelge 2.1:</b> Kitosanın bazı fiziksel özellikleri .....	7
<b>Çizelge 2.2:</b> Kitosanın çeşitli organik asitler içinde çözünebilirlik durumu .....	10
<b>Çizelge 2.3:</b> Çeşitli deniz kabuklularından üretilen kitosanın azot içeriği .....	11
<b>Çizelge 2.4:</b> Çeşitli organizmalardaki kitin içerikleri.....	15
<b>Çizelge 2.5:</b> 2011 Yılında Türkiye’ de Avlanan Kabuklu Su Ürünleri Miktarı .....	16
<b>Çizelge 2.6:</b> İşlem Sırasının Son Üründeki Etkisi .....	19
<b>Çizelge 2.7:</b> Kitin ve Türevlerinin Kullanım Alanları.....	23
<b>Çizelge 2.8:</b> Kitin/Kitosan Esaslı Ticari Ürünler.....	26
<b>Çizelge 2.9:</b> Kitin ve kitosan biyopolimerlerinin FTIR spektrumunda gözlenen fonksiyonel gruplar ve bunların karakteristik absorbanans dalga boyları .....	31

## ŞEKİLLER DİZİNİ

	<b>Sayfa No</b>
<b>Şekil 2.1:</b> Selüloz, kitin ve kitosanın kimyasal yapıları .....	4
<b>Şekil 2.2:</b> Kitosanın sudaki formu .....	5
<b>Şekil 2.3:</b> Eklembacaklı kabuklarında kitinin durumu .....	6
<b>Şekil 2.4:</b> Kitin ve kitosanın bazı türevleri .....	7
<b>Şekil 2.5:</b> 2011 Yılında Deniz Ürünlerinin Türlerine Göre Dağılımı.....	17
<b>Şekil 2.6:</b> Kabuklu deniz canlılarının kabuklarından kitosan üretimi prosesi.....	18
<b>Şekil 2.7:</b> Kitinden deasetilasyon ile kitosan üretilmesi.....	22
<b>Şekil 2.8:</b> Öğütülmüş %80 istiridye+%20 ıstakoz kabuklarına ait FTIR spektrumu .....	30
<b>Şekil 2.9:</b> Kitosanın asit hidrolizi ve glukozamin türevleri .....	32
<b>Şekil 5.1:</b> Farklı konsantrasyonlardaki ticari kitosanın HPLC analizinin sonucu .....	40
<b>Şekil 5.2:</b> Çözelti derişimin fonksiyonu olarak, 60°C sıcaklıkta, 120 dk reaksiyon süresinde, ultrasonlu ve ultrasonuz ortamda elde edilen kitosan verimi .....	41
<b>Şekil 5.3:</b> Çözelti derişimin fonksiyonu olarak, 60°C sıcaklıkta, 120 dk reaksiyon süresinde, ultrasonlu ve ultrasonuz ortamda elde edilen kitosanın deasetilasyon derecesi.....	42
<b>Şekil 5.4:</b> Çözelti derişimin fonksiyonu olarak, 60°C sıcaklıkta, 60 dk reaksiyon süresinde, ultrasonlu ve ultrasonuz ortamda elde edilen kitosan verimi. ....	43
<b>Şekil 5.5:</b> Çözelti derişimin fonksiyonu olarak, 60°C sıcaklıkta, 60 dk reaksiyon süresinde, ultrasonlu ve ultrasonuz ortamda elde edilen kitosanın deasetilasyon derecesi.....	44
<b>Şekil 5.6:</b> Çözelti derişimin fonksiyonu olarak, 60°C sıcaklıkta, 30 dk reaksiyon süresinde, ultrasonlu ve ultrasonuz ortamda elde edilen kitosan verimi. ....	45
<b>Şekil 5.7:</b> Çözelti derişimin fonksiyonu olarak, 60°C sıcaklıkta, 30 dk reaksiyon süresinde, ultrasonlu ve ultrasonuz ortamda elde edilen kitosanın deasetilasyon derecesi.....	46
<b>Şekil 5.8:</b> Çözelti derişimin fonksiyonu olarak, 40°C sıcaklıkta, 120 dk reaksiyon süresinde, ultrasonlu ve ultrasonuz ortamda elde edilen kitosan verimi. ....	47

<b>Şekil 5.9:</b> Çözelti derişimin fonksiyonu olarak, 40°C sıcaklıkta, 120 dk reaksiyon süresinde, ultrasonlu ve ultrasonuz ortamda elde edilen kitosanın deasetilasyon derecesi.....	48
<b>Şekil 5.10:</b> Çözelti derişimin fonksiyonu olarak, 40°C sıcaklıkta, 60 dk reaksiyon süresinde, ultrasonlu ve ultrasonuz ortamda elde edilen kitosan verimi .....	49
<b>Şekil 5.11:</b> Çözelti derişimin fonksiyonu olarak, 40°C sıcaklıkta, 60 dk reaksiyon süresinde, ultrasonlu ve ultrasonuz ortamda elde edilen kitosanın deasetilasyon derecesi.....	50
<b>Şekil 5.12:</b> Çözelti derişimin fonksiyonu olarak, 40°C sıcaklıkta, 30 dk reaksiyon süresinde, ultrasonlu ve ultrasonuz ortamda elde edilen kitosan verimi. ....	51
<b>Şekil 5.13:</b> Çözelti derişimin fonksiyonu olarak, 40°C sıcaklıkta, 30 dk reaksiyon süresinde, ultrasonlu ve ultrasonuz ortamda elde edilen kitosanın deasetilasyon derecesi.....	52
<b>Şekil 5.14:</b> Çözelti derişimin fonksiyonu olarak, 20°C sıcaklıkta, 120 dk reaksiyon süresinde, ultrasonlu ve ultrasonuz ortamda elde edilen kitosan verimi. ....	53
<b>Şekil 5.15:</b> Çözelti derişimin fonksiyonu olarak, 20°C sıcaklıkta, 120 dk reaksiyon süresinde, ultrasonlu ve ultrasonuz ortamda elde edilen kitosanın deasetilasyon derecesi.....	54
<b>Şekil 5.16:</b> Çözelti derişimin fonksiyonu olarak, 20°C sıcaklıkta, 60 dk reaksiyon süresinde, ultrasonlu ve ultrasonuz ortamda elde edilen kitosan verimi .....	55
<b>Şekil 5.17:</b> Çözelti derişimin fonksiyonu olarak, 20°C sıcaklıkta, 60 dk reaksiyon süresinde, ultrasonlu ve ultrasonuz ortamda elde edilen kitosanın deasetilasyon derecesi.....	56
<b>Şekil 5.18:</b> Çözelti derişimin fonksiyonu olarak, 20°C sıcaklıkta, 30 dk reaksiyon süresinde, ultrasonlu ve ultrasonuz ortamda elde edilen kitosan verimi. ....	57
<b>Şekil 5.19:</b> Çözelti derişimin fonksiyonu olarak, 20°C sıcaklıkta, 30 dk reaksiyon süresinde, ultrasonlu ve ultrasonuz ortamda elde edilen kitosanın deasetilasyon derecesi .....	58
<b>Şekil 5.20:</b> Ultrasonlu ortamın fonksiyonu olarak, 60°C sıcaklıkta, 3M ve 1M çözelti kullanılarak 30, 60, 120 dakikada gerçekleşen reaksiyon sonrasında elde edilen kitosanın verimi .....	59

- Şekil 5.21:** Ultrasonuz ortamın fonksiyonu olarak, 60°C sıcaklıkta, 3M ve 1M çözelti kullanılarak 30, 60, 120 dakikada gerçekleşen reaksiyon sonrasında elde edilen kitosanın verimi ..... 60
- Şekil 5.22:** Ultrasonlu ortamın fonksiyonu olarak, 40°C sıcaklıkta, 3M ve 1M çözelti kullanılarak 30, 60, 120 dakikada gerçekleşen reaksiyon sonrasında elde edilen kitosanın verimi..... 61
- Şekil 5.23:** Ultrasonuz ortamın fonksiyonu olarak, 40°C sıcaklıkta, 3M ve 1M çözelti kullanılarak 30, 60, 120 dakikada gerçekleşen reaksiyon sonrasında elde edilen kitosanın verimi..... 62
- Şekil 5.24:**Ultrasonlu ortamın fonksiyonu olarak, 20°C sıcaklıkta, 3M ve 1M çözelti kullanılarak 30, 60, 120 dakikada gerçekleşen reaksiyon sonrasında elde edilen kitosanın verimi..... 63
- Şekil 5.25:** Ultrasonuz ortamın fonksiyonu olarak, 40°C sıcaklıkta, 3M ve 1M çözelti kullanılarak 30, 60, 120 dakikada gerçekleşen reaksiyon sonrasında elde edilen kitosanın verimi..... 64
- Şekil 5.26:** 3M çözelti kullanılan ultrasonlu ortamda, 120-60-30 dakikada elde edilen kitosan veriminin sıcaklığa bağlı olarak değişimi ..... 65
- Şekil 5.27:** 3M çözelti kullanılan ultrasonuz ortamda, 120-60-30 dakikada elde edilen kitosan veriminin sıcaklığa bağlı olarak değişimi..... 66
- Şekil 5.28:** 1M çözelti kullanılan ultrasonlu ortamda, 120-60-30 dakikada elde edilen kitosan veriminin reaksiyon süresine bağlı olarak değişimi. .... 67
- Şekil 5.29:** 1M çözelti kullanılan ultrasonuz ortamda, 120-60-30 dakikada elde edilen kitosan veriminin reaksiyon süresine bağlı olarak değişimi ..... 68

## 1. GİRİŞ

Tüm dünyada, deniz ürünleri üreticisi şirketler tarafından büyük miktarlardaki yengeç ve karides kabuğu değerlendirilmeden çevreye atılmaktadır. Özellikle son yıllarda atıkların yeniden değerlendirilmelerinin gündeme gelmesiyle birlikte atık halindeki kabuklu su ürünleri çürümeye bırakılmak yerine, kimyasal ya da biyolojik yöntemlerle yeniden değerlendirilmekte ve atıklardan yeni ürünler elde edilmektedir. Atıkların değerlendirilmesi sonucu elde edilen ürünlerin başında kitin ve başlıca türevi olan kitosan gelmektedir (Demir, 2009).

Son yıllarda beslenme alışkanlıklarındaki değişiklik ve yeni ürünlerin tüketiciye sunulması çabası sonucu deniz kabuklusu sanayisinde önemli gelişmeler yaşanmıştır. Dondurulmuş ve konserve gıda sanayisinin yükselişi ve deniz kabuklularının yüksek miktarlarda elde edilip toplama alanlarında biriktirilmesi gibi sebeplerden; deniz kabuklularından kimyasal olarak faydalanma yolları aranmıştır. Bu şekilde edilen ürünlerin başında kitin ve başlıca türevi olan kitosan gelmektedir (Simpson, vd, 1994).

Özellikle son 50 yıldır araştırmacılar için, doğal bir biyopolimer olan kitosan, kullanım alanları açısından ilginç bir materyal olarak yerini korumaktadır. Türevi olduğu kitine göre fazladan birçok avantaja sahip olan kitosan başta gıda, ziraat, tıp, kağıt, kozmetik ve tekstil olmak üzere birçok endüstri dalında kullanılmaktadır. Kitosanı bu denli değerli kılan başlıca sebepler doğada bulunan kaynaklardan bol miktarda elde edilebilmesi, atık kabul edilen kabukların temel yapı maddesi olması, canlılara karşı toksik özelliğinin olmaması, biyolojik olarak parçalanabilirliği, biyoyuumluluğu, kimyasal ve fiziksel özellikleri bakımından diğer biyopolimerlere göre üstün özellikler göstermesidir (Guang, 2002; Dutta, 2002).

Bu çalışmanın amacı, yapısında %20-30 oranında kitin bulunan, kabuklu deniz ürünü atıklarından, poly-(164)-N-asetil-D-glukozamin yapısında selüloz benzeri bir biyopolimer olan kitin ve kitinin deasetilasyonu ile elde edilebilen kitosanın ultrasonkullanılarak yüksek verimlerde ve reaksiyon hızlarında üretimi ve bu üretimler için düşük hacim ve dolayısıyla düşük sabit yatırımla gerçekleştirilecek reaksiyon parametrelerinin sınırlarını belirleyip optimize etmektir.

Çalışma laboratuvar ölçeğinde atık deniz kabuklularından asidik çözeltiler ile mineral ( $\text{CaCO}_3$ ,  $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$ ) giderme, alkali çözeltiler ile protein giderme, oksitleyiciler ile renk giderme işlem basamakları ile kitinin izolasyonunda ve kitinin bazik çözeltiler

ile deasetilasyonu, asidik çözücülerde çözme, filtrasyon, yeniden kristallendirme ve kurutma işlemleri sonucu kitosan üretimi için kullanılan fiziksel dönüşüm ve kimyasal reaksiyonlarda, çözelti derişimleri, reaksiyon sıcaklıkları, reaksiyon basamak sırası, ultrasonik reaktörde ses (ultrasound) şiddeti ve zamana bağılı şiddet fonksiyonu ve reaksiyon süresinin, kitin ve kitosan üretim verimi üzerindeki etkilerinin tespitini kapsar. Bu parametrelerin kitin ve kitosan üretim verimleri üzerindeki etkileri, elde edilen ürünün FTIR ve HPLC yöntemleri ile karakterizasyonu ve reaktörde kütle denklığı ile belirlenir.

## 2. KİTİN VE KİTOSAN

### 2.1. Kitosanın Tarihçesi ve Dünya Endüstrisinde Kullanımı

Kitin, selüloza benzeyen ve selülozdan sonra doğada en çok bulunan ikinci biyopolimerdir (Shahidi, vd, 1999). Kitin yengeç, karides gibi kabuklu su ürünlerinin ana bileşenidir, böceklerin iskeletinde, maya ve mantarların hücre duvarlarının yapısında da bulunmaktadır. Dünyada yıllık kitin üretiminin yaklaşık  $150 \times 10^3$  ton civarında olduğu belirtilmektedir. Bunun  $56 \times 10^3$  tonu karidesten,  $39 \times 10^3$  tonu çeşitli deniz kabuklularından,  $32 \times 10^3$  tonu mantarlardan ve  $23 \times 10^3$  tonu istiridyelerden elde edilmektedir (Guang, 2002). Böcek kabuklarında yaklaşık %23,5 oranında kitin bulunurken bu oran yengeç ve karideste sırasıyla %17 ile %32 arasında değişim göstermektedir.

Kitinin birçok türevi bulunmasına rağmen, en önemlisi kitosandır. Kitosanın ilk keşfi, 1811 yılında Nancy, Fransa’ daki bir botanik bahçesinin müdürü olan Profesör Henri Braconnot’ un mantar hücre duvarlarından kitini izole etmesine dayanmaktadır.. Selülozun izolasyonundan 30 yıl kadar önce, Odier tarafından 1823 yılında böcekler üzerinde yapılan bir çalışmada aynı yapının bitkilerin yapılarında olduğu gibi böceklerde de olduğunu görülmüştür (Beaulieu, 2005). 1894’ de Hoppe-Seyler, kitini potasyum hidroksit içerisinde  $180^{\circ}\text{C}$ ’ de işleme sokmuş (deasetilasyon) ve işlem sonrasında asetil içeriği azaltılmış bir ürün olan kitosanı elde etmiştir. 1934 yılında konusu kitosandan film üretimi ve lif eldesi olmak üzere iki patent alınmıştır. Aynı yıl, Clark ve Smith tarafından kitosan lifi üretimi de başarıyla gerçekleştirilmiştir (Guang, 2002).

Kitin ve kitosan hakkındaki ilk kapsamlı yayın, 1977 yılında Muzarelli tarafından yapılmıştır. Sonrasında bu konuda çeşitli uluslararası sempozyumlar ve araştırmalar eşliğindeki incelemeler günümüze kadar gelmiştir. Bu çok yönlü , uygulaması çok geniş polimerlerin yeni uygulama alanlarını bulmaya ve uygulamaya yönelik akademik ve endüstriyel araştırmalar günümüzde hala kapsamlı ve yoğun bir şekilde devam etmektedir (El-Tahlawy, vd, 2005).

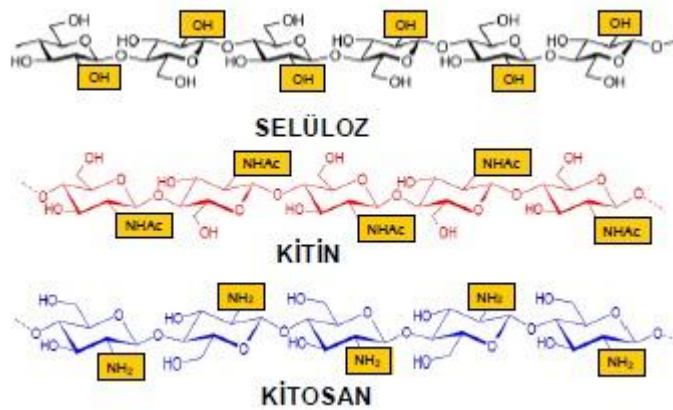
Kitin ve kitosan üretimi günümüzde özellikle Oregon, Washington, Virginia, Japonya ve Antartika’ daki kabuklu deniz hayvanlarından üretilen konserve endüstrisine yan kolu olarak gerçekleştirilmektedir. Bu konu üzerinde özellikle Norveç, Meksika ve Şili gibi ülkeler de çalışmalarını yürütmektedir. Örneğin “Flonac” ticari adıyla yengeç

kabuklarından üretilen kitosan polimerinin 2000 yılı üretimi 1250 ton/yıl civarında olmuştur. Bir kilogramının üretim maliyeti ürün kalitesine ve üretim prosesine bağlı olarak 6 ile 32 USD arasında değişmektedir (El-Tahlawy, vd, 2005; Ayhan, 2002; Çalkı ve Kılınç, 2004).

Kabuklu su ürünleri artıklarının başta kitin olmak üzere çeşitli ürünlerin eldesi olarak değerlendirilmesiyle hem ekonomik açıdan kazanç hem de çevre açısından oldukça büyük yarar sağlanmış olmaktadır (Demir, 2009).

## 2.2. Kitin ve Kitosanın Moleküler Yapısı ve Fiziksel Özellikleri

Bir biyopolimer olan kitin, poli-[ $\beta$ -(1,4)-2-asetamid-2-deoksi- $\beta$ -D-glukopiranoz] yapısındadır ve yapısında az miktarda 2-amino-2-deoksi- $\beta$ -glukopiranoz monomerlerini de içermektedir (Lim, 2002). Kitosanın kimyasal yapısı ise poli-[ $\beta$ -(1,4)-2-amino-2-deoksi- $\beta$ -D-glukopiranoz] şeklindedir. Kitin ve kitosan polisakkaridleri, kimyasal olarak selüloza benzemekle birlikte aralarında fonksiyonel gruplardan kaynaklanan farklılıklar vardır. Selülozda, ikinci karbon atomuna hidroksil (-OH) grubu bağlıyken, kitinde asetamid (-NHCOCH<sub>3</sub>), kitosanda ise amin (-NH<sub>2</sub>) grubu bağlanmaktadır (Demir, 2009).



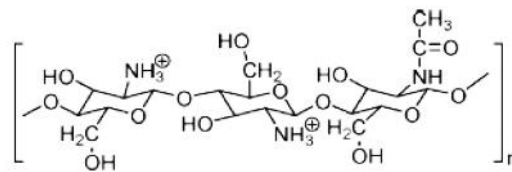
**Şekil 2.1.** Selüloz, kitin ve kitosanın kimyasal yapıları (Gökçe, 2008).

Kitinin mevcut alfa, beta ve gama formları, kitin mikrofibrillerinin farklı yapılarıdır. En sık rastlanan formu  $\alpha$ -kitindir ve antiparalel zincir yapısı vardır (Zhang, vd, 2000).  $\alpha$ -kitin, yengeç ve ıstakoz kabukları ve tendonlarında, karideslerin kabuklarında, mantar ve maya hücre duvarlarında, böceklerin kütikula tabakasında bulunur (Rinaudo, 2006). Ayrıca  $\alpha$ -kitin, denizde yaşayan çeşitli canlı organizmalarda, deniz yosunlarında da

bulunur (Atkins, vd, 1979; Chanzy, vd, 1998; Chretiennot-Ninet, vd, 1997). Doğal kitine ek olarak, in vitro biyosentez yoluyla ve de enzimatik polimerizasyon yoluyla da  $\alpha$ -kitin elde edilebilmektedir (Bartnicki-Garcia, vd, 1994; Sakamoto, vd, 2000). Doğada  $\beta$ -kitin,  $\alpha$ -kitine göre daha nadir bulunöaktadır. Paralel zincir yapısı bulunan  $\beta$ -Kitin bazı solucanlarda, mürekkep balığının kollarında, bazı deniz yosunlarının veya protozoaların dış kabuğunda bulunmaktadır (Blackwell, vd, 1965; Gaill, vd, 1992; Herth, vd, 1977; Muzarelli, vd, 1986).  $\beta$ -kitinin bugüne kadar in-vitro biyosentezi gerçekleştirilememiştir.  $\gamma$ -kitin ise paralel ve antiparalel yapıların karışımı olan böceklerin kozalarında görölmektedir. (Zhang, vd, 2000).

Kitin ile kitosan arasındaki esas fark deasetilasyon derecesinden kaynaklanmaktadır. Asetil gruplarının uzaklaştırılmasıyla kitosanın yapısında reaktif amin ( $-\text{NH}_2$ ) grupları ortaya çıkar. Bu serbest amin grupları kitosanın fiziksel ve kimyasal özelliklerinin belirlemektedir (Gagne, 1993).

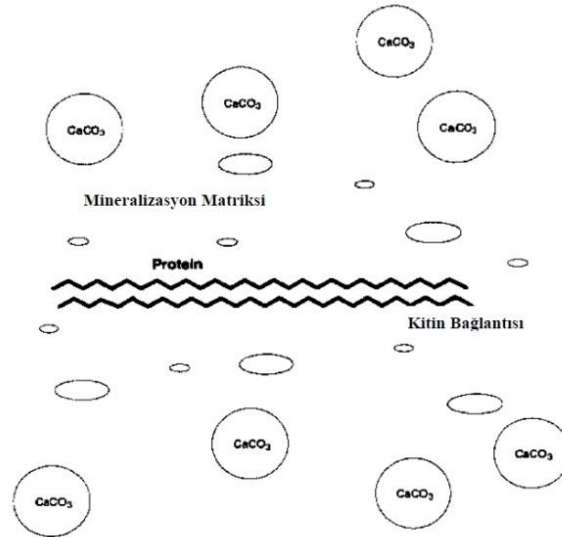
Kitosan, her tekrarlayan birimdeki primer (C-6), ve sekonder (C-3) hidroksil grupları ile amin (C-2) grubu olmak üzere toplam üç tane reaktif gruba sahiptir. Bu reaktif gruplar kolayca kimyasal modifikasyona uğrayabilmekte ve kitosanın mekaniksel, fiziksel özelliklerinin yanısıra çözünürlüğünü de deęiştirmektedir (Demir, 2009).



**Şekil 2.2.**Kitosanın sudaki formu (Demir, 2009).

Eklembacaklı kabuklarında bulunan kitin, proteinlerle sıkı bir birliktelikle biyoyapıştırıcı olarak rol oynar ve katmanın fiber yatakları arasındaki baęlılığın sağlanmasından görev alır (Muzzarelli, vd, 1986). Eklembacaklıların bu kompozit kabuk yapısı mekanik dayanıklılık gösterir. Yumuşakça kabuklarındaki matriks, iki yapısal üniteden meydana gelmektedir. Birinci ünite kalsiyuma karşı bir afiniteye sahip olmayan, yapraklar ve tabaklar halinde düzenlenmiş yüksek molekül ağırlıklı kitinoproteik komplekstir. İkinci ünite ise kalsiyuma karşı güçlü bir afiniteye sahip

mineralizasyon matrisi yapısındaki, HCl gibi dekalsifiye edici ajanlar içerisinde kalsiyumu tamamen çözümler yapar. Çevrede oluşan  $\text{CaCO}_3$ 'ün çökmesiyle kitin mineralizasyon matrisleri arasında sert bir kabuk oluşturmak için sıkıştırılır (Bough, vd, 1978). Şekilde kabuk yapısı görülmektedir (Bkz. Şekil 2.3).



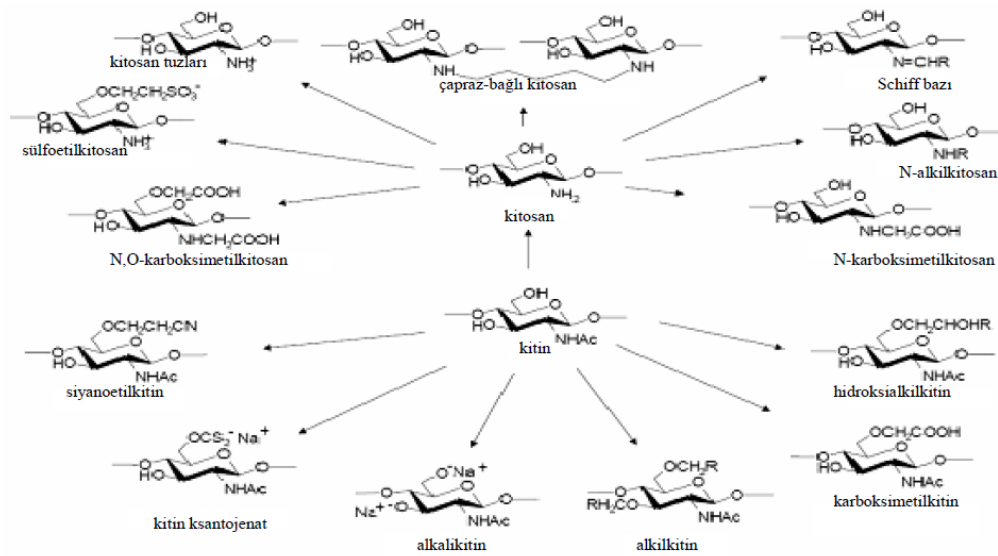
**Şekil 2.3.**Eklem bacaklı kabuklarında kitinin durumu.

Kitosan ile kıyaslandığında kitinin uygulama alanları oldukça sınırlıdır. Çünkü yapı olarak selüloza benzese de kimyasal olarak inerttir (Agnihotri, vd, 2004). Kitin suda ve asitte çözünmezken kitosan asitte çözünür ancak suda az çözünmektedir (Koide, 1998). Kitinin çözünürlüğü oldukça sınırlıdır. LiCl, hekzafloroaseton, hekzafloro-2-propanol ve dimetilasetamid gibi toksik özelliği yüksek çözücülerde çözünür. Bu kitinin endüstriyel uygulamalarda kullanımını kısıtlayan en önemli faktördür.

**Çizelge 2.1.** Kitosanın bazı fiziksel özellikleri (Gökçe, 2008).

Özellik	Değer
Molekül Ağırlığı	50-2000 kDa
Deasetilasyon Derecesi	% 40-100
Viskozite	< 2000 cP
Su Bağlama Kapasitesi	% 450-1150
Yağbağlama Kapasitesi	% 314-535
Yığın Yoğunluğu	0.06-0.39 g/cm <sup>3</sup>
Renk	Donuk sarı-beyaz
Çözünürlük (suda)	pH<6,5

Kitin ve kitosanın yanı sıra her ikisinin de türevleri, biyolojik olarak aktiftir. Türevler, hayvan ve bitki hücreleriyle ve hücre dokularıyla etkileşebilir. Şekil 2.4' te bazı kitin ve kitosan türevleri gösterilmiştir (Gökçe, 2008).



**Şekil 2.4.** Kitin ve kitosanın bazı türevleri (Gökçe, 2008).

### 2.2.1. Deasetilasyon derecesi

Deasetilasyon derecesi D-glikozamin ünitelerinin ortalama sayısıdır, her 100 monomer bir yüzde olarak tanımlanmıştır (Howling, vd, 2001). Kitosanın çeşitli alanlardaki kullanımı temel olarak fiziksel, kimyasal ve biyolojik özelliklerinden kaynaklanmaktadır. Bu uygulamaların pek çoğunda polimerin çözünürlüğü gereklidir ve bu da deasetilasyonu derecesi tarafından belirlenmektedir. Konsantre asetik asit solüsyonları yüksek sıcaklıklarda kitosanın depolimerizasyonuna neden olabilir (Roberts ve Domszy, 1982). Dondurulup kurutulan kitosan tuzları suda nötral ve bazik solüsyonlarda çözünme avantajı sağlarlar.

Kitosan reaktif amino ve hidroksil gruplarının ikisine de sahiptir. pH 6.5' ten az olduğunda çözelti halindeki kitosan yapısında pozitif bir yük taşır, böylece pek çok biyomedikal uygulamalar için imkan sağlar. Katyonik özelliği ile de negatif şarjlı dokular, deri, kemik ve saç ile bağlanabilir veya etkileşimde bulunabilir.

Deasetilasyon derecesi polimerin nasıl uygulanacağını belirlediğinden kitosanın önemli bir özelliktir (Tan, vd, 1998). Deasetilasyon derecesi ile kitosanın fiziksel ve kimyasal özellikleri ile biyolojik aktiviteleri belirlenmektedir (Illanes, vd, 1992). Deasetilasyon derecesini belirlemek için birçok yöntem kullanılmaktadır. Nükleer Manyetik Rezonans (NMR), Linear Potentiometrik Titrasyon (LPT), ninhidrin testi, Fourier Transform Infrared (FTIR) Spektroskopisi ve birinci türevsel UV Spektrofotometri bunlardan bazılarıdır (Sabnis ve Block, 1997; Tereyama, 1952; Toei ve Kohara, 1976; Baxter, vd, 1992).

Titrimetrik metotlarda, kitosan numunelerinin deasetilasyon derecelerini tahmin etmek için iki yöntem kullanılmaktadır. Bunlardan ilki, asit amit gurubunun asidik hidrolizi diğeri ise amino gurubunun asidimetrisidir. Bu prosedürler kompleks ve zaman alıcı olmalarına rağmen doğruluk değerleri yüksektir. Bu metotlar kitosanın uygun sulu bir solventte çözülmesi halinde kullanılabilirler (Sannan, vd, 1978).

IR spektroskopisi ilk olarak Moore ve Roberts tarafından (1980) kullanılmış ve hızlı olduğu ve diğeri titrimetrik, spektroskopik metotlardaki gibi numunenin saflığına gerek olmadığı gibi avantajlara sahip olduğu bildirilmiştir (Domard, 1987).

### 2.2.2. Molekül ağırlığı

Kitinin moleküler ağırlığı hammadde kaynağına ve kullanılan metoda göre değişiklik gösterir. En uzun depolimerizasyon yapısı HCl kullanıldığında elde edilir ve bunu asetik asit ve sülfürik asit takip eder. Ticari kitosan ürünlerinin moleküler ağırlıkları 50,000 ile 1,200,000 Dalton arasında değişirken doğal kitinin moleküler ağırlığının genellikle 1 milyon Daltondan daha fazla olduğu görülmüştür (Li, vd, 1992). Genelde yüksek sıcaklık, çözülmüş oksijen ve makaslama gerilimi kitosanın bozulmasına neden olur. 280°C' nin üzerindeki sıcaklıkta kitosanın termal bozunması gerçekleşmektedir ve polimer zinciri hızlı bir şekilde kırılır. Kitosanın moleküler ağırlığı kromatografi (Bough, vd, 1978), ışık dağılması (Muzzarelli, 1977) ve viskozimetri (Maghami ve Roberts, 1988) gibi çeşitli metotlar ile belirlenebilir.

### 2.2.3. Viskozite

Çözülmüş kitosanın viskozitesi; deasetilasyon derecesi, moleküler ağırlık, iyonik kuvvet, konsantrasyon, pH ve sıcaklık tarafından belirlenmektedir. Sıcaklıktaki artış viskozitede azalmaya neden olmaktadır. Hem deasetilasyon derecesi hem moleküler ağırlık çözülmüş kitosanın viskozitesini etkiler (Samuels, 1981). Kitosanın asetik asitteki viskozitesi pH'ın azalması ile artar ancak HCl' de pH'ın azalması ile azalır. Kitosanın viskozitesi iyonizasyon derecesinin bir fonksiyonudur. No ve Meyers (1999) kitosanın viskozitesine fiziksel (delme, ısıtma, dondurma, otoklavlama, ultrasonifikasyon) muamelelerin ve ozon muamelesinin etkisini araştırmışlardır. Kitosanın viskozitesi, fizikokimyasal olan tüm muamelelerden etkilenmektedir. Tepkime süresi ve sıcaklıktaki artma ile viskozite azalmaktadır. 4°C' de saklanan çözülmüş kitosan viskozite açısından stabildir (No ve Meyers, 1999). Viskozite kitosanın moleküler ağırlığının hesaplanmasında yardımcı olan önemli bir faktördür.

### 2.2.4. Yoğunluk

Karides ve yengeçten elde edilen kitinin hacim yoğunluğu 0.06 ve 0.17 g/cm<sup>3</sup> tür (Shahidi ve Synowiecki, 1991). Karides kitini yengeç kitinine göre daha porlu bir yapıya sahiptir. Kril kitininin ise yengeç kitinine göre 2.6 kat daha porlu olduğu görülmüştür (Anderson, vd, 1978). Yengeç ve kerevit kitinleri arasında yengeç kitini 0.18 g/cm<sup>3</sup> ile en yüksek hacim yoğunluğuna sahiptir. Kitin ve kitosan için başlangıç

materyali olarak kerevit kabuklarının  $0.39 \text{ g/cm}^3$  ile en yüksek hacim yoğunluğuna sahip olduğu bulunmuştur. Bu materyalin muameleden önceki porluluğundan kaynaklanabilmektedir. Ancak bir kez kerevit kabukları deproteinize veya demineralize edilince üretilen kitin ve kitosanın hacim yoğunluğu arasında küçük farklılıklar bulunmaktadır. Deasetilasyon derecesindeki artış ile hacim yoğunluğunda bir azalma görülmüştür (Rout, 2001).

### 2.2.5. Çözünürlük

Kitin suda, seyreltik sulu tuz solüsyonlarında ve birçok organik solventte çözünmez. Kitosanın çözündüğü asitler arasında; formik, asetik, propiyonik, oksalik, malonik, süksinik, adipik, laktik, pirüvik, malik, tartarik ve sitrik asit yer almaktadır. Kitosan ayrıca seyreltik nitrik ve hidroklorik asitte ve çok az miktarda fosforik asitte çözünür. Sülfürik asitte ise oda sıcaklığında, hiçbir konsantrasyonda çözünmemektedir. Hem deasetilasyon derecesinin hem de molekül ağırlığının çözünürlük üzerine etki vardır (Rout, 2001).

**Çizelge 2.2.** Kitosanın çeşitli organik asitler içinde çözünebilirlik durumu (Berger, vd, 2004). (+): çözünebilir, (-) çözünemez

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

### 2.2.6. Azot içeriği

Çeşitli deniz kabuğu türlerinden elde edilen kitosanın sahip olduğu azot içerikleri tabloda gösterilmektedir (Çizelge 2.3). Doğal ortamda kitin, protein ile birlikte bulunur. Deniz kabuklarında kitin ile proteinler arasındaki kovalent bağ çok

kuvvetlidir. Bu yüzden bazı protein kalıntıları olmadan saf bir kitin elde etmek imkansız olmaktadır. Azot değerinin %6.9 olan teorik değerden fazla olması ya deasetilasyonun işleminin tam gerçekleşmemesinden ya da proteinlerin tam olarak uzaklaştırılmamış olmasından kaynaklanmaktadır. Daha düşük değerlerde olması ise hidrolitik deaminasyonun veya ürünün kontamine olduğunun göstergesidir (Rout, 2001).

**Çizelge 2.3.** Çeşitli deniz kabuklularından üretilen kitosanın azot içeriği (Rout, 2001).

<b>Kaynak</b>	<b>Azot (%)</b>	<b>Referans</b>
Kalamar Kitosanı	7.5	Shepherd, vd (1997)
Yengeç Kitosanı	7.2	Shepherd, vd(1997)
Karides Kitosanı	7.0	Cho, vd(1998)
Kerevit Kitosanı	7.3	Rout, vd(2001)

### **2.2.7. Su bağlama kapasitesi**

Kitosan pek çok alanda kullanımına avantaj sağlayan su tutma kapasitesine sahiptir. Örneğin kitosan fiberlerinden yapılmış olan spor kıyafet yapımında kullanılmaktadır (Tsugita, 1993). Muzarelli (1977) kitinin su tutma kapasitesinin merserize selüloza yakın, rami fiberlerinden ise oldukça yüksek olduğunu ancak kitin yüzeyinin selüloza göre daha az aktif ve suya karşı daha az geçirgen olduğunu belirtmiştir. Kitinin su tutma kapasitesi %423-648 arasında değişirken bu oran kitosanda %581-1150 arasındadır. Bu oranlardan deasetilasyon işleminin su tutma kapasitesinin önemli miktarda arttırdığı açıkça görülmektedir. Ayrıca kitin üretimi esnasında deproteinizasyon işleminin demineralizasyondan önce yapılması da su tutma kapasitesine artışa neden olmaktadır. Kabuklardaki pigmentleri uzaklaştırmak için yapılan dekolorasyon işlemi ise üretilen kitin ve kitosanın su tutma kapasitesini azaltmaktadır. Deasetilasyon işlemi sırasında kitindeki asetil gruplarının uzaklaştırılması sonucu  $-NH_2$  gruplarının oluşmaktadır. Kitosanın kitine kıyasla su tutma kapasitesindeki artışın da polimerin yapısında meydana gelen bu değişiklikten kaynaklandığı söylenebilir. Bunun yanında kitin ile kitosan arasındaki bu farkın kristallikteki ve tuz oluşturan grupların miktarı ile üründeki artık protein içeriğindeki farklılıktan da kaynaklanmaktadır (Knorr, 1982).

### 2.2.8. Yağ bağlama kapasitesi

Kitosanın yüksek bir yağ tutma kapasitesine sahip olduğu bilinmektedir. Yapılan bir çalışmada kerevitten elde edilen kitosanın yağ tutma kapasitesi %706 iken selülozun %314 civarında olduğu görülmüştür (Rout, 2001). Kitosan üretimi esnasında dekolorasyon işleminin uygulanmasının su tutma kapasitesinde olduğu gibi yağ tutma kapasitesinde de azalmaya sebep olduğu görülmüştür (Moorjan, vd, 1975).

### 2.2.9. Renk

Kabuklu deniz hayvanlarının yapısındaki pigment, kitin ile kompleks oluşturmaktadır (4-keto ve 3,4,4- diketo- $\beta$ -keroten türevleri). Toz halindeki kitosan oldukça yumuşaktır ve rengi açık sarıdan beyaza kadar çeşitli tonlarda değişebilmektedir. Yapılan çeşitli çalışmalarda, renk giderme işlemi için aseton dışında  $KMnO_4$ ,  $NaHSO_3$ ,  $Na_2S_2O_4$  veya  $H_2O_2$  gibi kimyasalların da kullanılabileceği ifade edilmektedir (Demir, 2009).

### 2.2.10. İyon değiştirici, asit ve nötral pH davranışı

Kitosan, primer amino gruplarının düşük pH' larda kolayca kuaterner azot tuzları oluşturmalarından dolayı, kuvvetli bir baz olarak değerlendirilebilir. Bu yüzden, kitosan asidik solüsyonlarda yüksek anyon kapasitesine sahiptir. Primer amino grupları protonlanmaz, anyonlarla etkileşimde bulunmaz ve nötral tuzları ayırılmazlar, bundan dolayı da yüksek pH değerlerinde ise zayıf bir bazdır. Örneğin sodyum kloritin nötral solüsyonlarından kloru tutamazlar. Bu kitosana özgü bir özelliktir, öyle ki kitosan nötral tuzlar için ayırma kapasitesine sahip olmadan güçlü bir anyon değiştirici olarak da sınıflandırılabilir. Kitosanın kompleks oluşturma yeteneği amino gruplarının baz gücünün direkt bir sonucudur ve en fazla etkisi amonyak ile kompleksler oluşturan bakır, çinko ve civa gibi metaller üzerine olmaktadır (Muzzarelli, 1993).

### 2.2.11. Jelleşme özelliği

Kitosan sulu organik asit solüsyonları içerisinde aldehit ve karboksilik asitlerle çeşitli jeller oluşturmak üzere reaksiyona girer (Hirano, 1991).

### **2.2.12. Pıhtılaştırma özelliği**

Kitosan atık su işlemleri için doğal bir pıhtılaştırıcıdır. Katyonik kitosan anyonik polimerlerle polielektrolit kompleksler oluşturmak üzere reaksiyona girer. Kitosanın özellikle gıda atıklarından proteinin koagülasyonunda etkili olduğu görülmüştür. Örnek olarak kümes hayvanları işletmesinin atıklarında atık litre başına 6,0 mg kitosan pH 6.7' de askıdaki maddeleri %75 azaltmış ve kimyasal oksijen ihtiyacında %62 azalmaya sebep olmuştur (Muzzarelli, 1977).

### **2.2.13. Enzimlerin adsorpsiyonu ve immobilizasyonu özelliği**

Kitosanın N-arylidene ve alkyidene türevleri özellikle hücre ve enzim immobilizasyonunda kullanılabilir jelleşme özelliğine sahiptir.

Kitosan boncuklarının yapımı kolaydır, ayrıca istenilen uygulamaya göre por büyüklüğü ayarlanabilir. Bunlar fosfat bufferlara, sodyum ( $\text{Na}^+$ ) ve potasyum ( $\text{K}^+$ ) iyonlarına stabildir ve yüksek hücre yükleme kapasitesine sahiptir. Masri ve arkadaşları tarafından (1978) laktaz ve invertaz gibi bazı enzimlerin kitosan matrisleri üzerinde sabitlendiği tespit edilmiştir. Bu işlem için çeşitli prosesler bulunmaktadır (Gagne, 1993).

### **2.2.14. Film ve membran oluşturma özelliği**

Gıdaların paketlenmesi için biyobozunur polimerlerin kullanılması çevresel ve fonksiyonel katkılarından dolayı gittikçe artmaktadır. Bu amaçla kitosan yaklaşık %2 asetik veya formik asit içerisinde çözülür ve düz bir zemin üzerine dökülerek film oluşumu sağlanır. Kitosandan hazırlanan filmlerin önemli bir özelliği oksijene geçirgenliğidir. Bu nedenle özellikle yara iyileştirme tedavisi gibi çeşitli biyolojik uygulamalarda kullanılabilir. Ayrıca kitosan yenibilir olmasından dolayı üretilen gıdalara, kapsülleme malzemelerine veya paketleme materyallerine rahatça uygulanabilir (Gagne, 1993).

### **2.2.15. Kitosanın antimikrobiyal özellikleri**

Polikatyonlar, antimikrobiyal özellik gösterirler. Polikatyonlar mikroorganizmaların hücre duvarlarının yapısında bozunmaya sebep olurlar. Sudarshan tarafından yapılan mikroskobik deneylerde kitosanın pH 5.8' de hücre aglütinasyonuna

neden olduđu görülmüştür (Sudarshan, vd, 1992). Kitosan ayrıca doğal antibakteriyal ajan olarak kullanılmaktadır (Tsugita, 1993). Örnek olarak kültür ortamı içerisinde %0.02 kitosan bulunması Escherichia coli bakterisinin gelişimini inhibe etmiştir. Aynı zamanda çeşitli bitki patojenlerinin gelişimi de kitosan varlığında durdurulmuştur.

### **2.3. Kitin ve Kitosan Üretimi İçin Hammadde Kaynakları**

Kitin hayvanlar aleminin birçok grubu ile mantarların büyük bir kısmında temel yapı elemanı olarak yer almaktadır. Kitin hayvanlar aleminde özellikle omurgasızlarda bulunmaktadır. Eklem bacaklılar en bilinen ve en önemli kitin üreten hayvan grubudur. Kütikulalarındaki kitin miktarı %80' e kadar ulaşabilmektedir. Eklem bacaklıların dışında kitin önemli miktarlarda halkalı solucanların epidermis tabakasında (kuru ağırlığının %28-30' u kadar), halkalı kolonilerinin iskeletinde ve birçok yumuşakça türünün kabuklarında ve çene, diş gibi diğer yapılarında bulunmaktadır (Karındanbacaklılarda ve çift kabuklu yumuşakça kabuklarında kuru organik maddenin %7' si, kafadan bacaklılarında ise %26' sı kadar bulunabilir) (Gagne, 1993, Kamil, 2000).

**Çizelge 2.4.** Çeşitli organizmalardaki kitin içerikleri (Kamil, 2000).<sup>a</sup>: Islak vücut ağırlığı, <sup>b</sup>: kuru vücut ağırlığı, <sup>c</sup>:kütikulanın organik ağırlığı, <sup>d</sup>:kütikulanın toplam kuru ağırlığı.

Organizma	Kitin İçeriği (%)	Organizma	Kitin İçeriği (%)
<b>Eklembacaklılar</b>		<b>Böcekler</b>	
Cancer(Yengeç)	72.1 <sup>c</sup>	Periplaneta (Hamamböceği)	2.0 <sup>b</sup>
Carcinus(Yengeç)	0.4-3.3 <sup>a</sup>		18.4 <sup>c</sup>
	8.29 <sup>b</sup>	Blatella (Hamamböceği)	10 <sup>b</sup>
Paralithodes (Kral Yengeç)	35 <sup>b</sup>		35 <sup>c</sup>
Callinectes (Mavi Yengeç)	14 <sup>a</sup>	Coleoptera (Kanatlı Böcek)	5-15 <sup>b</sup>
	14.9 <sup>d</sup>	Tenebrio (Kanatlı Böcek)	2.1 <sup>a</sup>
Chionoectes (Kar Yengeci)	29-40 <sup>b</sup>		4.9 <sup>b</sup>
Pleuroncodes (Kırmızı Yengeç)	1.3-1.8 <sup>b</sup>		31.3 <sup>c</sup>
	27.6 <sup>d</sup>	Mayıs Böceği	16 <sup>b</sup>
Pandanus (Pembe Yengeç)	40- 41 <sup>b</sup>	Diptera(Sinek)	54.8 <sup>c</sup>
Crangon (Karides)	5.8 <sup>b</sup>	Pieris (Sülfür Kelebeği)	64 <sup>c</sup>
	69.1 <sup>c</sup>	Çekirge	2-4 <sup>a</sup> , 20 <sup>c</sup>
Tuzlusu Karidesi	27.2 <sup>d</sup>	Bombyx(İpekböceği)	44.2 <sup>c</sup>
Alaska Karidesi	28 <sup>d</sup>	Calleria	33.7 <sup>c</sup>
Nephrops (İstakoz)	69.8 <sup>c</sup>		
	6.7 <sup>b</sup>	<b>Yumuşakçalar</b>	
Metanephrops (İstakoz)	15.7 <sup>d</sup>	Deniztarağı Kabuğu	6.1
Dhomarus (İstakoz)	60.8-77 <sup>c</sup>	İstiridye Kabuğu	3.6
Lepas (Barnacle)	58.3 <sup>c</sup>	Kalamar (İskelet)	41
Taş Yengeci	18.1 <sup>d</sup>	Krill (Deproteinize Kabuk)	40.2
Atnalı Yengeci	26.4 <sup>d</sup>		
Kerevit	23.5 <sup>d</sup> , 27-35 <sup>c</sup>		

İplik solucanı ve çok hücreli su hayvanı gibi bazı grupların ise sadece yumurta örtülerinde kitin bulunmaktadır. Endüstriyel olarak kitin ve kitosan üretilen kaynaklar eklembacaklılar, böcekler, yumuşakçalar ve mantar gruplarıdır. Eklembacaklı grubundan yengeç, karides ve istakoz kabukları kitin açısından en zengin kaynaklardır ve

ticari kitin ve kitosan endüstrisinin hammadde ihtiyacını büyük oranda karşılamaktadırlar (Johnson ve Peninston 1982). Deniz ürünlerinin yan ürünü olarak dünyada yıllık toplam  $1.2 \times 10^5$  metrik ton kitin üretilebilir (Knorr, 1991).

Kitin ayrıca pek çok mantar türünün hücre duvarının fibriler polimeri olarak bulunmaktadır. Temel görevi hücre duvarının şekil ve sertliğini sağlamaktır (Herrera, 1978). Mantarlardan ticari olarak faydalanılması ve kitin ekstraksiyonu laboratuvar şartlarında sağlanmış ve mantarlardan yaklaşık olarak yıllık  $3.2 \times 10^4$  metrik ton kitin elde edilebileceği sonucuna varılmıştır (Brine, 1984).

### 2.3.1. Türkiye’ de deniz kabuklusu endüstrisi

Ticari olarak en fazla toplanan kabuklu türleri yengeç, karides, kerevit ve türleridir. Kabuklu yemek sanayisinde, atık materyal olan miktar işlenenin neredeyse %80’i kadardır. Fakat sanayi işletmeleri çalışmalarını çevresel koruma ya da yan ürün ıslahı gibi faktörleri dikkate almadan sürdürmektedirler. Kabuklunun içeriği, %25’i katı, %20–25’i yenebilir kısım ve % 50 – 60’ı da işlenebilir atıktan oluşmaktadır (Shahidi ve Abuzaytoun, 2005).

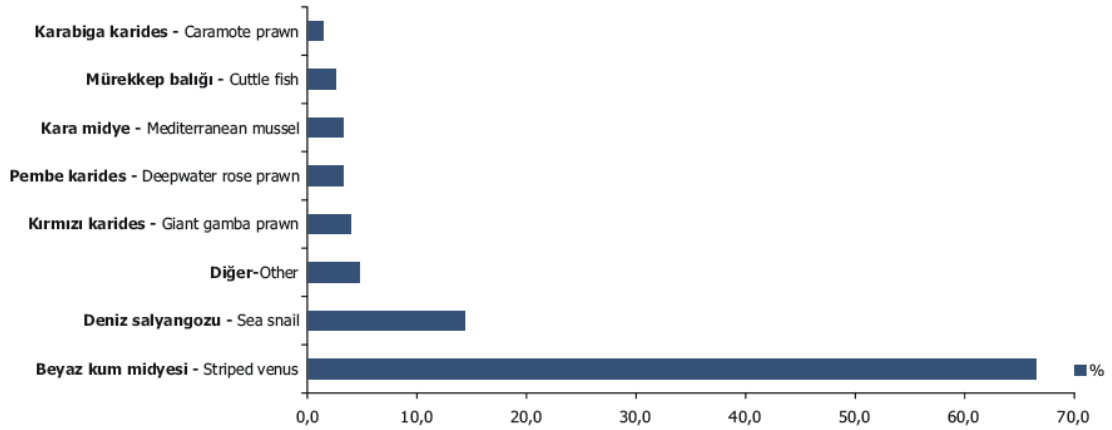
2011 yılı için Türkiye İstatistik Kurumu verilerine göre Türkiye’ de avlanan kabuklu su ürünleri ton olarak Çizelge 2.5’ te verilmiştir. Raporda atıkların miktarı ve değerlendirilmesine ilişkin herhangi bir veriye rastlanmamaktadır (TÜİK, 2011).

**Çizelge 2.5.** 2011 yılında Türkiye’de avlanan kabuklu su ürünleri miktarı (ton).

Avlanan deniz ürünleri miktarı (kabuklu ve yumuşakça)	2007	2008	2009	2010	2011
<b>Beyaz kum midyesi</b>	47 215.0	36 896.0	24 574.0	26 931.0	30 175.6
<b>Deniz salyangozu</b>	13 791.0	11 442.0	6 085.0	8 437.0	6 533.8
<b>Kara-kıllı midye</b>	1 493.0	342.0	6 261.0	981.0	1 806.0
<b>Akivades (kum midyesi)</b>	1 334.0	1 255.0	68.0	56.0	26.7
<b>Karides</b>	3 917.0	4 668.0	4 614.0	4 705.0	4 769.9
<b>Kalamerya</b>	844.0	537.0	576.0	528.0	394.1

Avlanan kabuklu ve yumuşakça deniz ürünlerinin türlere göre dağılımı incelendiğinde, en yüksek avlanandaniz ürünleri olarak %66.4 ile beyaz kum

midyesidir. Bundan sonra sırasıyla %14.4 ile deniz salyangozu, %4 ile kırmızı karides, %3.3 ile pembekarides (çimçim), %3.2 ile kara midye, %2.6 ile mürekkep balığı %1.4 ile karabigakarides izlemektedir. Geriye kalan kısmın toplam diğer deniz ürünleri içindeki payı ise % 4.7' dir.

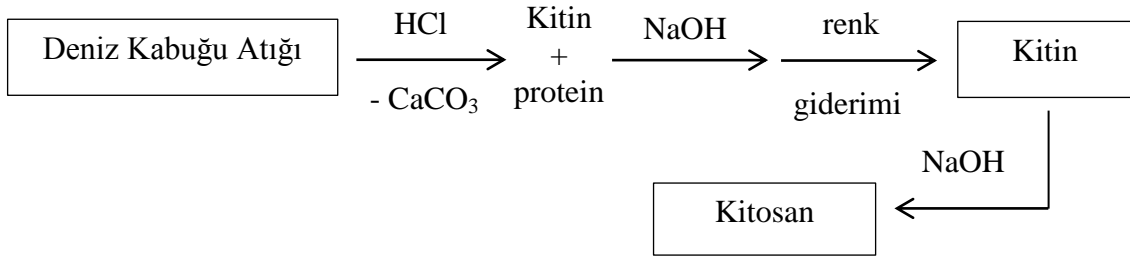


**Şekil 2.5.** 2011 yılında deniz ürünlerinin türlerine göre dağılımı (TÜİK, 2011).

Kabuklu deniz ürünleri atıklarında Türkiye’de faydanılmamasına rağmen, çeşitli ülkelerde bu atıklardan çeşitli endüstriyel ürünler elde edilmekte ve bu ürünlerden de farklı sektörlerde yararlanılmaktadır. Kitin ve kitosanın ticari olarak üretimi, Hindistan, Japonya, Polonya, Norveç ve Avustralya’da yapılmaktadır. Sigma-Aldrich’ nin fiyat listesine göre (düşük miktarlardaki) kitosanın dünya piyasasındaki bedeli 7.5\$/10g’ dir (Kumar, 2000). Dolayısıyla bu çalışmada Türkiye’de belli bir potansiyeli olan bu katı atıkların değerlendirilmesi, çalışmanın ana hedefini oluşturmaktadır.

#### 2.4. Kitin ve Kitosanın Üretim Süreçleri

Kitosan üretimi iki basamakta gerçekleştirilmektedir. Birinci basamak kabuklardan kitininin izolasyonunu, ikinci basamak kitinin, asetil gruplarının uzaklaştırılması ile kitosana dönüşümünü içermektedir.



**Şekil 2.6.** Kabuklu deniz canlılarının kabuklarından kitosan üretimi prosesi.

#### 2.4.1. Kitin izolasyonu

Kitin izolasyonu kabukta bulunan kitin dışındaki bileşenlerin uzaklaştırılması ile gerçekleştirilmektedir. Genel olarak bakıldığında, yengeç, ıstakoz ve karides gibi deniz hayvanlarının kabuk kısmı % 30-40 protein, % 30-50 mineral ile % 20-30 kitinden oluşmaktadır. Kabuklu deniz hayvanlarının yapısındaki protein bazı insanlarda alerjiye sebep olabilmektedir. Dolayısıyla, proteinin tamamen uzaklaştırılması özellikle kitosanın biyomedikal uygulamalarda kullanımı açısından son derece önemlidir. Protein çoğunlukla etin atıklarına tutunur ve dokuların arasında kitin ve mineral tuzlarla kompleks yapılar oluşturarak deniz kabukluların dışiskeletini oluşturur. Mineral tuzlar, hayvanların çoğalma dönemlerine ve yaşlarına bağlı olarak, kabuğun dayanıklılığını ve geçirgenliğini etkiler. Yaşlı örneklerin dış iskeletinde kalsiyum içeriğinin daha fazla olduğu ve buna bağlı olarak kitin içeriğinin daha düşük olduğu gözlenmiştir. Kabuktaki mineral oranı çoğunlukla kalsiyum ve magnezyumun fosfatları ve karbonatlarıdır (Shahidi, 2005; Simpson, 1994). Ayrıca kabuklarda az miktarda Na, P, Mg, K gibi diğer mineraller ve kabuklara rengini veren pigmentler bulunmaktadır (Tolaimate, 2003). Kitin izolasyonu yapılan işlemler dört ana basamak altında toplanabilir:

- 1- Kabukların hazırlanması
- 2- Demineralizasyon (minerallerin uzaklaştırılması)
- 3- Deproteinizasyon (proteinlerin uzaklaştırılması)
- 4- Renk Giderimi (pigmentlerin uzaklaştırılması).

Proteinlerin uzaklaştırılması için genel olarak düşük derişimde sodyum hidroksit (NaOH) gibi alkali solüsyonlar kullanılır. Kalsiyum karbonat başta olmak üzere diğer

minerallerin uzaklaştırılmasında ise sulu asit solüsyonlarından yararlanılmaktadır. Hidroklorik asit (HCl) bunlardan en çok kullanılanıdır, ancak diğer asitler de kullanılabilir. Kullanılan alkali ve asidik solüsyonların derişimleri, reaksiyon süresi ve sıcaklıkları kullanılan metoda göre farklılık göstermektedir. Ayrıca demineralizasyon ve deproteinizasyon basamakları uygulama sırası prosese göre yer değiştirebilir. Fakat demineralizasyonun ilk basamak olduğu durumda ekstraksiyon veriminin daha yüksek olduğu görülmüştür. Bunun nedeni olarak, kalsiyum ve magnezyumun protein bileşikleri etrafında yerleşerek uzun protein zincirlerinin peptit bağlarının kopartılmasını güçleştirmesi gösterilmiştir. Proses verimlerine bakıldığında önce mineral gideriminin yapıldığı durumda proses verimi %88 olurken; önce protein gideriminin yapıldığı durumda proses veriminin %75 olduğu görülmüştür. Ayrıca koku ve renk özelliklerine bakıldığında yine demineralizasyonun önce uygulandığı proses sonucu elde edilen kitinin daha iyi kalitede olduğu sonucuna varılmıştır (Aytekin, 2007).

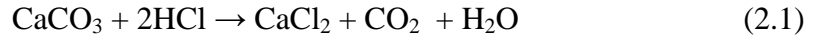
**Çizelge 2.6.** İşlem sırasının son üründeki etkisi (Aytekin, 2007).

	<b>Karides Kabuğu</b>	<b>DM → DP</b>	<b>DP →DM</b>
Kitin/Kitosan	% 30	% 88	% 75
Protein	%35	% 1	% 15
Mineral	%30	% 2.5	% 1.5
Nem	%5	% 6	% 4
Renk	Kahverengi	Pembe/Kırmızı	Açık kahverengi

#### **2.4.1.1. Demineralizasyon**

Demineralizasyon, karides kabuklarında kitinle birlikte en fazla miktarda bulunan mineral maddelerin ve özellikle de kalsiyum karbonatın uzaklaştırılması için gerçekleştirilmektedir. Bu işlem için en yaygın olarak hidroklorik asit kullanılmaktadır. Yürütülen kitosan üretim prosesine göre kullanılan hidroklorik asit derişimi ve reaksiyon şartları değişiklik gösterebilmektedir. Ancak kabuklardaki kitinin yapısının bozulmaması için seyreltik HCl solüsyonları tercih edilmelidir (Şenol, 2005). Minerallerin uzaklaştırılması için mineraller suda çözünür formları haline getirilerek, filtrasyon ya da santrifüj işlemi yapılmaktadır (Aytekin, 2007). Demineralizasyon

prosesi sırasında  $\text{CO}_{2(g)}$  çıkışından dolayı istenmeyen köpük oluşumu ile karşılaşılır (Gökçe, 2008).



#### **2.4.1.2. Deproteinizasyon**

Kabuklarda minerallerin yanı sıra çeşitli protein kaynağı doku kalıntıları bulunmaktadır. Kimyasal yolla aminoasitlerin oluşturduğu kompleks protein yapılarının uzaklaştırılması için, proteinler parçalanıp aminoasitlerine ya da polipeptitlerine dönüştürülerek, yine filtrasyon ya da santrifüj işlemi gerçekleştirilir (Shahidi, 1991). Deproteinizasyon işlemi için NaOH,  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ ,  $\text{NaHCO}_3$ , KOH,  $\text{K}_2\text{CO}_3$ ,  $\text{Ca}(\text{OH})_2$ ,  $\text{Na}_2\text{SO}_3$ ,  $\text{NaHSO}_3$ ,  $\text{Ca}(\text{HSO}_3)_2$ ,  $\text{Na}_3\text{PO}_4$  ve  $\text{Na}_2\text{S}$  gibi çeşitli kimyasal maddeler denenmiştir. Ancak yapılan araştırmalar sonucunda işlem için en uygun olan kimyasalın NaOH olduğu görülmüştür (Lim, 2002; Fouda, 2005).

Deproteinizasyon işleminde solüsyonun derişimi, reaksiyon süresi ve sıcaklığı kullanılan yöntemle göre değişiklik gösterebilmektedir. Bu değişiklik kullanılan deniz kabuğu türüne, kabuklardaki kitin ve proteinin durumuna ve elde edilen kitindeki kabul edilebilir protein miktarına bağlı olarak çeşitlilik göstermektedir (Şenol, 2005). İşlem herhangi bir sorun olmaksızın yerine getirildiği kitinin protein içeriği %1 civarında kalmaktadır.

#### **2.4.1.3. Renk Giderimi**

Kabuklardaki mineral ve proteinlerden ayrı olarak uzaklaştırılması gereken bir diğer madde de kabuklara rengini veren pigmentlerdir. Saf kitin eldesi için bu pigmentlerin uzaklaştırılması gerekmektedir. Deniz kabuklarında pigment kitin ile kompleksler oluşturmaktadır. Kitin ile pigment arasındaki bu kompleks yapılar türlere göre değişiklik gösterir. Renk giderimi esnasında kullanılan kimyasalların kitin ve kitosanın fizikokimyasal ve fonksiyonel özelliklerini etkilememesine dikkat edilmelidir. Genellikle aseton ile ekstraksiyon yapılarak beyaz kitin tozları elde edilir ya da elde edilen renkli kitin beyazlaşana kadar  $\text{H}_2\text{O}_2/\text{HCl}$  karışımı ile muamele edilir (Şenol, 2005).

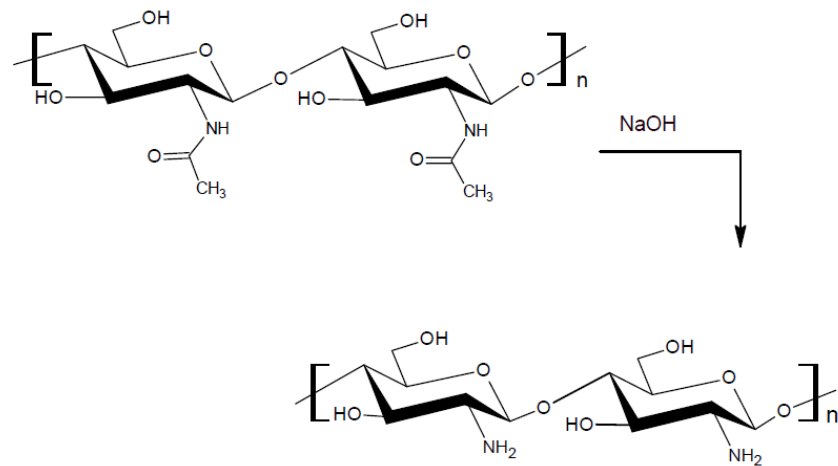
### 2.4.2. Kitinden Kitosan Eldesi

Kitinden kitosan elde etmek için, kitindeki asetil gruplarının bir kısmının veya tamamı uzaklaştırılmalıdır. Genellikle alkali solüsyonlarla gerçekleştirilen bu işleme deasetilasyon denmektedir. Prensip olarak amid gruplarının hidrolizi için asidik ve bazik ortamların ikisi birden kullanılabilir (Roberts, 1982).

Deasetilasyonun amacı indirgenmemiş ve seyreltik asetik asit içerisinde en kısa sürede çözünebilen kitosan elde etmektir. Sıcaklık, deasetilasyon süresi, alkali konsantrasyonu, kitin izolasyon işlemleri, atmosfer (hava veya azot), kitin-alkali solüsyon oranı ve partikül büyüklüğü gibi çok sayıda önemli etken kitosanın çözünürlüğüne etki etmektedir (Bough, vd, 1978). Diğer reaksiyon şartları gibi reaksiyon süresi de seçilen yöntemle göre değişiklik gösterebilmektedir. Kullanılan yöntem ve reaksiyon şartları üretilmek istenen kitosanın deasetilasyon derecesine göre değişiklik göstermektedir. Örneğin düşük deasetilasyon derecesine sahip kitosan üretmek için daha düşük konsantrasyon, sıcaklık ve süre yeterli olurken daha yüksek deasetilasyon dereceli kitosan için daha yüksek reaksiyon şartları gerekmektedir. Burada asıl hedef parametre arzu edilende asetilasyon derecesine ulaşmaktır. Deasetilasyon işlemi için NaOH' in yanı sıra potasyum hidroksit de çeşitli çalışmalarda kullanılmıştır. Lityumhidroksit, kalsiyum hidroksit ve sodyum fosfat gibi kimyasalların da deasetilasyon işlemi için uygun olabileceği yapılan bazı çalışmalarda görülmüştür (Roberts, 1982).

Ancak yapılan araştırmalar deasetilasyon işlemi için en uygun olan maddenin NaOH olduğunu göstermiştir. NaOH, kitinin kısmen deasetillenmesine ve biyopolimerin hidrolize olması sonucu molekül ağırlığının azalmasına neden olmaktadır (Lim, 2002; Fouda, 2005).

Deasetilasyon işlemlerinde reaksiyon parametrelerinin biyopolimerin hidrolizini minimize edecek şekilde optimize edilmesi gerekmektedir. Reaksiyonlar sırasında polimer zincir bozunmasına sebep olabilecek çözelti, viskozitede önemli ölçüde azalmaya neden olabilir. Zincir bozunmasını önlemek için literatürde reaktant baz derişiminin azaltılması denenmiştir (Bough, vd, 1978). Deasetilasyon sonrasında kitosan, asetik asit çözeltisi ile ekstrakte edilip safsızlıklar filtrasyon ile ayrılmakta ve destile suda kristalize edilip kurutulmaktadır (Brine, 1984; Tolaimate, vd, 2003).



**Şekil 2.7.** Kitinden deasetilasyon ile kitosan üretilmesi (Şahin, 2007).

## 2.5. Kitin ve Kitosanın Kullanım Alanları

1990'ların başına kadar endüstride kitosan kullanımı, bitkilerin büyümesi ve su arıtımı gibi alanlarla sınırlı kalmışken, ilerleyen yıllarda kitosan üzerine yapılan çalışmaların artması ve sonuç olarak kitosanın sahip olduğu yenilenebilirlik, toksik olmama, biyobozunurluk, biyoyuyluluk, antibakteriyel, antimikrobiyel, antitümör etki vs. gibi çok önemli özelliklerinin keşfedilmesi, kullanım alanı genişliği ile kitosan birçok alanda umut vaat eden bir polimer haline gelmiştir. Yapısındaki fonksiyonel gruplar, katyonik polimer olma avantajı ve nanoboyutta kitosan parçacıklarının hazırlanabilmesi özellikle; biyomedikal, kozmetik, gıda, farmasötik sektöründe oldukça ilgi uyandırmıştır (Gökçe, 2008).

Çizelge 2.7. Kitin ve türevlerinin kullanım alanları (Rinaudo,2006).

<b>Uygulama Alanı</b>	<b>Kullanımları</b>
<b>Su arıtma ve Atık İyileştirme</b>	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Protein, boya, aminoasit, organik bileşikler tutulması</li> <li>- Suların koagülasyon ve flokülasyonu</li> <li>- Metal iyonlarının uzaklaştırılması ve geri kazanımı</li> <li>- Koku giderilmesi</li> </ul>
<b>Çevresel Temizleme</b>	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Radyoaktif atıkların uzaklaştırılması</li> </ul>
<b>Tarım</b>	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Tohum kaplama</li> <li>- Gübre yapımı</li> <li>- Kontrollü toprak kimyasalı salınım</li> <li>- Böcek, parazit öldürücüler</li> <li>- Bitki katkı maddesi</li> <li>- Antimikrobiyal madde</li> </ul>
<b>Kağıt-Kağıt Hamuru</b>	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Yüzey iyileştirme</li> <li>- Fotoğrafik kağıt</li> <li>- Kaplama ve fiber</li> </ul>
<b>Gıda Endüstrisi</b>	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Besleyici ilaçlar</li> <li>- İçeceklerin temizlenmesi</li> <li>- Asitsizleştirme</li> <li>- Koku ve tat, besin, renk dengesi</li> <li>- Yiyecek katkısı, koruyucusu</li> <li>- Besin zar dokusu yapısı</li> <li>- Doğal kıvamlaştırıcı</li> <li>- Filtreleme ve temizleme</li> <li>- Emülsifiye edici ajan</li> <li>- Zayıflama maddesi</li> </ul>
<b>Biyoteknoloji</b>	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Enzimin immobilizasyonu</li> <li>- Protein ayrılması</li> <li>- Hücre geri kazanımı</li> <li>- Kromatografi</li> <li>- Hücre immobilizasyonu</li> </ul>
<b>Kozmetik</b>	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Nemlendirici</li> <li>- Cilt, saç ve ağız bakımı</li> <li>- Banyo ve vücut losyonu</li> </ul>
<b>Membran</b>	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Geçirgenlik kontrolü</li> <li>- Ters osmoz</li> </ul>
<b>Ürün Ayırımı ve Geri Kazanımı</b>	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Membran ayırımı</li> <li>- Koagülasyon</li> <li>- Kromatografik kolonlar</li> <li>- Kapsülleme adsorbentleri</li> </ul>
<b>Biyomedikal</b>	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Yara, yanık tedavisi</li> <li>- Antikanser tedavi uygulamaları</li> <li>- Kemik iyileştirici</li> <li>- Cerrahi dikişler</li> <li>- Diş uygulamaları</li> <li>- İlaç salım sistemleri</li> <li>- Göziçi ve kontakt lensler</li> <li>- Pıhtılaşma etkeni</li> <li>- Sargı bezi, yara bandı yapımı</li> <li>- Hidrojel yapımı</li> </ul>

Kitosan, medikal tekstiller alanında oldukça büyük öneme sahiptir. 1960' ların ortalarından beri Japonya başta olmak üzere birçok Asya ülkesinde bu konuda çalışmalar yapılmaktadır. Özellikle yara tedavisinde doku sağlanması için kitosan oldukça yaygın bir şekilde kullanılmaktadır. Ayrıca kitosanın kullanıma örnek olarak, medikal yapay deri, cerrahi dikiş iplikleri, yapay kan damarları, kontrollü ilaç salımı, kontakt lens yapımı, yara bandı, sargı bezi, kolesterol kontrolü (yağ bağlayıcı), tümör inhibitörü, antifungal, antibakteriyel ve hemostatik etki göstermesi sayılabilir (Montazer ve Afjeh, 2007).

In-vivo testler, kitosanın insan vücuduna herhangi bir yan etkisi bulunmadığını göstermiştir. Kitosan, tablet olarak kullanılması halinde tükürük veya midede bulunan lipaz enzimi tarafından parçalanabilmektedir. Kitosanın parçalanması sonucunda amin şekerleri gibi toksik özellikte olmayan ürünler açığa çıkmaktadır (Demir, 2009).

Ayrıca kitosan kolesterol düşürücü etkiye de sahiptir. Polikatyonik yapısı nedeniyle negatif yüklü lipitler ile etkileşime girerek kolesterol düşüşünü sağlamaktadır (Berger, vd, 2004).

Biyomedikal uygulamalarda kitosan hidrojenlerinin kullanılabilirliğini konusunda yapılan araştırmalarda kitosanın, hidrojel yapımında en fazla kullanılan çapraz bağlayıcılar, glioksal ve glutraldehit olduğu görülmüştür. Glutraldehit, kitosanın amin gruplarına imin grubu üzerinden bağlanmaktadır. Bu tip dialdehitler herhangi bir aditif olmadan doğrudan reaksiyon gerçekleştirebilmektedir. Ayrıca, çapraz bağlayıcı olarak; dietil squarat, oksalik asit veya genipin de kullanılabilir. Kovalent bağlı hidrojenler, implantlar veya bandaj yapımında kullanılabilirken, iyonik bağlı hidrojenler özellikle ilaç salınım sistemlerinde kullanımı uygundur. Kitosanın toksik özellikte olmaması, çevreye zarar vermeden biyolojik olarak parçalanabilir özellikte olması ve vücut içerisinde, tamamen zararsız ürünlerin parçalanmasından dolayı herhangi bir yan etkisi de bulunmamaktadır (Berger, vd, 2004).

Kitosan, yara iyileşmesini hızlandırmada da oldukça etkilidir. Başta diyabet hastaları olmak üzere vücuttaki yaraların iyileşme hızı hastalar için büyük önem taşımaktadır. Kitin ve kitosanın yara iyileştirme özellikleri uzun süre araştırılmış ve olumlu sonuçlar alınmıştır. Kitosan, kanın pıhtılaşmasını önleyen(antikoagülan) bir polisakkarit olan heparin (- yüklü) ile polielektrolit kompleks oluşturma özelliği sayesinde yara tedavisine etkin rol oynamaktadır. Oluşan bu kompleks ve beraberinde

hücre büyüme faktörünün de artmasıyla doku gelişimini desteklemektedir. Suda çözünebilir kitosanın tavşanların yaralı sırtına yapıştırılmasıyla yapılan bir çalışmada yaranın hızla iyileşme görülmüştür (Cho, vd, 1999).

Son yıllarda, kitosandan elde edilen bandajlar özellikle Irak Savaşı sırasında kullanım alanı bulmuştur. Z. Medica firması tarafından üretilen bu bandajlar sayesinde kanın akışının durduğu, yaraların hızla iyileştiği ve birçok askerin yaşamının kurtarıldığı ifade edilmiştir. Bu ürünlerin, kanamayı durdurma hızının yaklaşık 60 ml/dk olduğu ve bandajların, karides yengeç gibi deniz canlılarına karşı alerjik reaksiyon gösteren askerler üzerinde dahi herhangi bir alerjik reaksiyon yaratmadığı literatürde belirtilmiştir (Shahidi, vd, 1999).

Kitosan, hemostatik özellikte bir polimerdir. Hemostatik mekanizması klasik pıhtılaşmadan bağımsız olup eritrosit hücre membranı ile kitosan arasındaki etkileşmeye bağlıdır. Tavşanların dillerinde yapılan kesiklerde kitosan uygulanan grupta, kitosan içermeyen çözelti uygulanan gruba göre kanama zamanında azalma olduğu görülmüştür. Kitosan sülfat ve karboksil grupları eklenmiş kitosan türevlerinin heparine benzer yapı göstermeleri nedeniyle koagülant özellikte olan kitosanın aksine antikoagülant etkisi bulunmaktadır (Duman ve Senel, 2004; Wollinaa, vd, 2003).

**Çizelge 2.8.** Kitin/Kitosan esaslı ticari ürünler (Dinesh, vd, 2000).

Ürün	Uygulama Alanı	Üretici Firma
Evalson R	Kişisel bakım	Chito-Boss, Ancona, İtalya
Depolimerize kitosan	Saç bakımı	Wella, Almanya
Kitosan içeren makarna	Diyet ürünlerde (hipokolestrol maddesi)	NihonKayaku, Inc., Tokyo, Japonya
Kitosan sıvı (CM- kitin)	Cilt bakımı	Ichimarn, Farukosu, Gifu, Japonya
Nonwoven kitin kumaş	Yanık tedavisi	Yunichika, Inc., Kyoto, Japonya
Kitin lifi	Biyolojik olarak parçalanabilir ameliyat ipliği	Yunichika, Inc., Kyoto, Japonya
Kitosan-kollajen kompozit	Yapay deri	Katakurachikkarin, Inc., Tokyo, Japonya

İlaçların kontrollü salımı, son derece önemlidir. Biyolojik açıdan uyum gösteren kitosan, çeşitli ilaç formülasyonlarında uygun bir matris yapısına sahiptir. Çeşitli ilaçlar, kitosan matrisi içerisine (film, mikrokapsül, kaplanmış tablet vb.) yerleştirilmekle birlikte farklı şekillerde kitosan içerisine hapsedilmiş ilaçlar da bulunmaktadır. Kitosanın serbest amin grubu, katyonik özellik kazandırması nedeniyle negatif yüklü ilaçlarla, polimerlerle ve biyoaktif moleküllerle etkileşimini sağlamaktadır. Jel oluşturabilmesi, kopolimer gibi çok çeşitli formlarda bulunması ilaç salım sistemlerinde büyük avantajdır. Midede tahrişi engelleyen antasit ve antiülser aktivitelere sahip olması da kitosanı ideal materyal haline getirmektedir (Queen, 2006; Şahin ve Gürsoy, 2005).

Kitosanın fonksiyonel grupları, kalsiyum esaslı birçok materyal ile kompozit oluşturabilmesi sayesinde ortopedik ve periodontal uygulamalarda kullanım alanı bulunmasıyla bu şekilde oluşturulan polimer matris kalsiyum esaslı bileşik sistemlerinin, sert doku yerine kullanılabilirlikleri üzerine araştırmalar yapılmaya başlanmıştır. Bu kompozitlerin avantajı, polimerin hidroksapatit ile kombinasyonunun matris emildikçe

implantta kemiksi gelişim sağladığı gösterilmiştir. Kalsiyum-kitosan esaslı kompozitler, kemik protezlerinde kaplama yapılarak vücuda implante edilerek kemik hücrelerini güçlendirmektedir. Bu şekilde kalsiyum bileşiklerinin migrasyonu da polimer matrisine bağlanması nedeniyle engellenmektedir. Kitosanın diğer bir kullanım alanı ise direkt kemik veya sert doku ile yer değiştirmesi, kemikte zamanla aşınma sonucu meydana gelen boşlukları doldurabilmesidir (Queen, 2006).

Kitosan ve kitosan/alginate filmlerinin doku iskeleti olarak kullanım olanakları incelendiğinde kitosanın deasetilasyon derecesindeki artışla birlikte hücre tutunmasının ve çoğalmasının da arttığı görülmüştür. Bu da hücre çoğalması ve tutunmasının deasetilasyon derecesiyle doğrudan ilişkili olduğunu ortaya çıkarmıştır. Öte yandan, molekül ağırlığının önemli bir katkı sağlamadığı sonuçlardan açık bir şekilde görülmüştür. Kitosan/alginate filmlerde saf kitosana göre fibroblast tutunmasının belirgin şekilde artış meydana getirdiği ve kitosanın alginate sayesinde filme tutunabildiği görülmüştür. Kitosanın polikatyonik yapısındaki iki  $-NH_3^+$  grubu hücrenin tutunmasına ek katkı sağlanmaktadır. Benzer şekilde kitosanın hidrofiliğe de olumlu etkisi olduğu, oluşan kompleksin temas açısının düşmesiyle homojen bir dağılım gerçekleştiği, hücre tutunmasına kolaylık sağladığı ve böylece doku iskelesi olarak kullanımının son derece uygun olabileceği belirtilmiştir (Hwang, vd, 1998).

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

## 2.6. Ultrason Yardımı ile Reaksiyon

Çok sayıdaki kimyasal ve endüstriyel proseslerde, ultrason enerjisi büyük bir uygulama alanına ve avantaja sahip olduğu uzun yıllardır bilinmektedir. Bu uygulama; temizleme, sterilizasyon, flotasyon, kurutma, gazlaştırma, köpüksüzleştirme, lehimleme, plastik kaynakçılık, matkapla delme, filtrasyon, homojenlendirme, çözündürme, biyolojik hücre bölünmesi, ekstraksiyon, kristalizasyon ve kimyasal reaksiyon uyarıcıları alanlarında kullanılmaktadır (Şayan, 2002).

Ultrasonik frekansları üretmek bir titreşim hareketi üretmek ve algılamak titreşim enerjisini elektrik enerjisine dönüştürmektir. Ultrason dalgaları sıkışıp

seyrelmeler şeklinde maddesel ortamlarda yayılan titreşim enerjisidir. Ultrases dalgalarının bu sıkışıp seyrelme şeklindeki belirgin özelliği ultrasonla temizlemeye neden olan kavitasyonu sağlar. Kaviteasyon bir sıvının içinde boşlukların oluşumu ve bunu takiben de patlamasıdır. Kaviteasyon genellikle sıvılar içinde herhangi küçük bir basınçta oluşmaktadır. Kaviteasyon olayında öncelikle ultrason dalgalarının seyrelme fazında boşluk biçiminde bir kesilme olur. Bu boşluk ultrason verilen sıvının doymuş buharı ile doludur. Sıkıştırma fazında buhar yoğunlaşır ve boşluk, çeperlerin üst yüzey geriliminin, artan basıncın etkisiyle düşmesi sonucu bozunur. Sıkışma sonlandığında ortamda hızla buharlaşan etrafı çevrili sıvı içinde, saniyelik şok dalgaları oluşur. Kaviteasyon sonucunda 1000 atm'nin üzerinde bir basınç ve büyük bir enerji açığa çıkar. Bu enerji, kabarcıkların bulunduğu bölgeyi ısıtır ve kimyasal reaksiyonları tetikler. İşte ultrasoniğin temel prensibi de açığa çıkan bu yüksek ısı ve enerjinin kullanılabilirliğine dayanmaktadır (Büyüktanır, 2010).

Ultrasonun kimyasal reaksiyonlara etkisi ilk olarak 1927'de Richards ve Romire tarafından araştırılıp yayınlanmıştır. Bu yayın sonrası bilim dünyası ultrasonun kimyasal reaksiyonlar üzerindeki etkilerini araştırmaya başlamış ve diğer konvansiyonel yöntemler ile ultrasonun kullanılabilirliği araştırılmıştır (Mason,2007).

Son yirmi yıl içerisinde ultrasonun fiziksel, kimyasal ve radikal etkileri anlaşılmış ve organik, inorganik, organometalik sentezlerde ultrasonun özel kullanımı için sonokimyasal çalışma alanı ortaya çıkmıştır (Mason, 2007). Ultrason prosesi; ses ile desteklenen ve geliştirilen bir kimyasal oksidasyon yöntemidir. Son yıllarda önem kazanan ve çalışılan bir yöntem olan ses ile kimyasal oksidasyon yöntemi, güçlü ses kullanımı sonucu oluşan kimyasal reaksiyonların etkileridir. Bu yöntemde kimyasal reaksiyonların uygun basınç ve sıcaklık koşulları altında hızlandırılması amaçlanmaktadır. Sesin sıvıdaki hızı yaklaşık  $1500 \text{ m/s}^{-1}$  dir ve ultrason yaklaşık olarak 7.50-0.015 cm arasında bir akustik dalga boyuna sahiptir. Buna karşılık ultrason frekans aralığı 20kHz-10MHz arasında değişim göstermektedir (Mason, 2007).

Ultrason prosesindeki ses dalgaları elektromanyetik dalgalar ile karıştırılmamalıdır. Çünkü ultrason dalgaları organik madde tarafından adsorplanamamakta, organik madde kaviteasyon mekanizmasının etkisiyle başka bir kimyasal maddeye dönüştürülmektedir (Kardos ve Lache, 2001).

Ultrasonun amacı; sıvıların, özellikle de suyun, yüksek frekansta çok iyi bir karıştırma yapmak ve çok kuvvetli kimyasal reaksiyonlar üretmek ve fiziksel işlemleri gerçekleştirmek için çok şiddetli bir sesle tahrip edilmesidir. Kativasyon soğuk kaynamanın kısaltılmışıdır ve sıvı içindeki milyarlarca mikroskobik kabarcığın çökmesinin bir sonucu olarak oluşur (Mason, 2007).

Bazı ses dalgalarına benzer olarak ultrason da dalgalar yolu ile iletilirler. Sırası ile önce baskı ve ortamdaki molekül yapılarının geçtiği yöne doğru gerilme gerçekleşir. Böylece sıvıdaki moleküller arasındaki ortalama uzaklık, moleküllerin normal durumlarından salınmasıyla çeşitlilik gösterir. Sıvıya yeterli büyüklükte negatif basınç uygulandığında moleküller arasındaki uzaklık sıvıyı kaldırmak için gerekli kritik moleküller uzaklığı aşar, sıvı bozulur ve boşluklar oluşur.

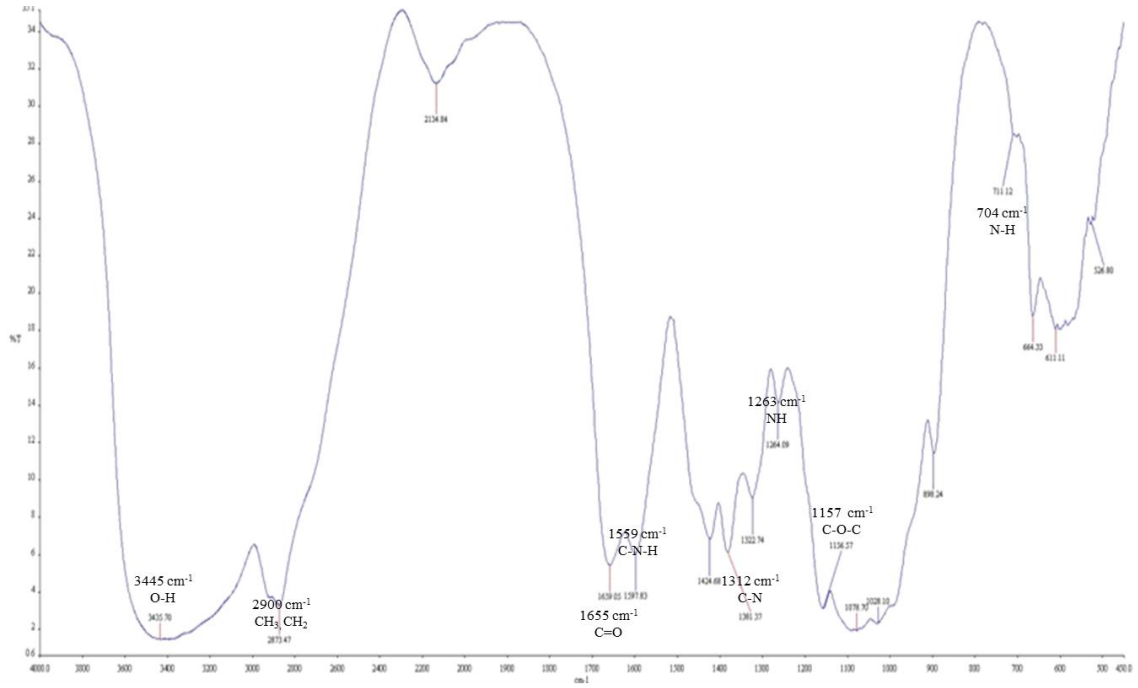
Genel olarak ultrason enerjisinin, kimyasal reaksiyonlar üzerinde kullanılmasının birçok yararlı etkisi bulunmaktadır. Sonikasyonun kimyasal reaktivite üzerine olan yararlı etkilerini şu şekilde özetlenebilir:

- Reaksiyonu hızlandırır.
- Düşük basınç şartlarında tepkimenin gerçekleşmesine sebep olur.
- Ham reaktiflerin herhangi bir önışleme gerek kalmadan direk kullanımını kolaylaştırarak prosesi daha ekonomik yapar.
- Eski reaktanların reaktivitesini artırarak kullanılmayan sentez tekniklerini yeniden canlandırır.
- Reaksiyonlar için gereken basamak sayısını azaltarak, tek bir reaktör kullanılmasını sağlar.
- İstenilen üretim periyodunu azaltır.
- Radikal reaksiyonları artırır.
- Katalizör verimini artırır.
- Zor reaksiyonları başlatır (Büyüktanır, 2010).

## 2.7. Kitin ve Kitosanın Karakterizasyon Yöntemleri

### 2.7.1. FTIR (fourier transform infrared) yöntemiyle karakterizasyonu

Kitin biyopolimerinin FTIR spektrumu ve sahip olduğu bazı önemli fonksiyonel gruplar ve bunların karakteristik dalgasayıları Şekil 2.8’ de gösterilmiş ve spektrumun dalga boyları Çizelge 2.9’ da verilmiştir.



Şekil 2.8. Öğütülmüş %80 istiridye+%20 ıstakoz kabuklarına ait FTIR spektrumu.

**Çizelge 2.9.** Kitin ve kitosan biyopolimerlerinin FTIR spektrumunda gözlenen fonksiyonel gruplar ve bunların karakteristik absorbands dalga boyları (Polat' tan, 2008).

Dalga Sayısı (cm <sup>-1</sup> )	Fonksiyonel Grup
3445	ν OH
3267	ν NH (asimetrik)
3109	ν NH (simetrik)
2968	ν CH <sub>2</sub> (asimetrik)
2928	ν CH <sub>2</sub> (simetrik)
2889	ν CH <sub>3</sub> (asimetrik)
1626	ν C=O (Amid I)
1559	ν C-N (C-N-H) + δ NH (Amid II)
1417	δ CH <sub>2</sub>
1380	δ CH+ δ C-CH <sub>3</sub>
1312	ν C-N + δ NH (Amid III)
1263	δ NH
1157	ν C-O-C (halka)
1116	ν C-O
1026	γ C-O
948	γ CH <sub>3</sub>
896	γ CH(C <sub>1</sub> aksiyel) (β bağı)
749	ρ CH <sub>2</sub>
704	γ NH (Amid V)
569	γ C-C

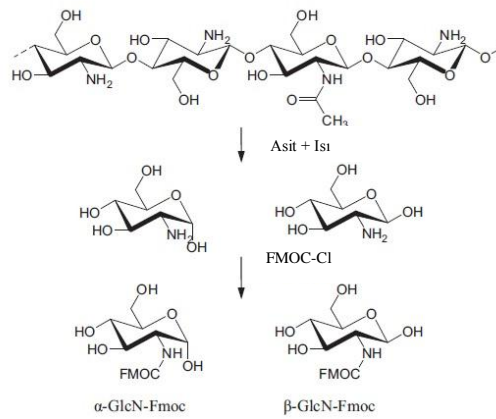
Deasetilasyon derecesikitosan için önemli bir parametre olup kitosan biyopolimerinin bazı solventler içerisindeki çözünürlüğü, reaktivitesi, metalleri adsorplama kapasitesi gibi birçok kimyasal özelliğini etkileyen önemli bir parametredir. Genellikle kitinin % 50-60' tan fazla deasetilasyonu sonucunda oluşan biyopolimer oluşan biyopolimer kitosan olarak adlandırılır. Kitosan biyopolimerinin deasetilasyon derecesi FTIR yöntemiyle aşağıdaki eşitlik (Roberts ve Domszy, 1982)kullanılarak kolaylıkla hesaplanabilir:

$$DD = 100 - [(A_{1655} / A_{3450}) \times 100 / 1.33] \quad (2.2)$$

Eşitlikte verilen  $A_{1655}$  değeri  $1655 \text{ cm}^{-1}$ ' deki amid-I bandının,  $A_{3450}$  değeri de hidroksil bandının absorpsiyon değeridir.

### 2.7.2. HPLC yöntemiyle karakterizasyon

Kitosan polimerinin yapısında iki muhtemel glukozamin yapısı mevcuttur. HCl- $\text{H}_3\text{PO}_4$  karışımıyla gerçekleştirilen asit hidroliziyle elde edilen çözelti HPLC ile analiz edildiğinde  $\alpha$ - ve  $\beta$ -glukozamin yapılarına ait iki adet pik kitosan için spesifik özellik taşımaktadır. Kitosanın asit hidrolizi ve glukozamin türevleri Şekil 2.9' da gösterilmektedir.



Şekil 2.9. Kitosanın asit hidrolizi ve glukozamin türevleri (Li, 2013).

İncelenen numunedeki kitosan miktarı şu formül ile hesaplanmaktadır:

$$C (\%) = \frac{m_g}{215.7 \times m_0} [ 161.2 + DD (\%) \times 42 + (1 - DD(\%)) \times M_A ] \times 100 \quad (2.3)$$

Burada;

C: % kitosan miktarı

$m_g$ : HPLC analizi yapılan glukozamin miktarı (mg)

215.7: glukozaminin molekülağırlığı

$m_0$ : analiz numunesinin miktarı (mg)

161.2: kitosanda tekrarlanan glukozamin yapısının molekül ağırlığı

DD: kitosanın deasetilasyon derecesi

42: asetil grubunun molekül ağırlığı

$M_A$ : kitosanın yapısındaki asidin molekül ağırlığı

### 3. LİTERATÜR ÖZETİ

Kitin, doğada ikinci en yaygın amino polisakkarid olup, yıllık üretiminin selüloza çok yakın olması tahmin edilmektedir. Kitin, çeşitli alanlarda yüksek kullanım potansiyeline sahip yeni bir fonksiyonel materyaldir. Günümüzdeki araştırmalar ve mevcut ürünlere dayanarak, bu alanda bazı yeni ve gelecek vadeden yaklaşımlar kapsamlı bir şekilde tartışılmaktadır. Kitin başlıca karides kabuklarından elde edilmekte ve deasetilasyonu sonucu başlıca türevi olan kitosan elde edilmektedir. Kitosanın kitine kıyasla ilgi çekici materyal olma özelliği ticari olarak elde edilebilirliği ve birçok formda kullanılabilirliğidir. Kitosanın uygulama alanları, eczacılık, medikal, atık su arıtma, biyoteknoloji, kozmetik, gıda, tekstil ve ziraat şeklinde sıralanmaktadır (Demir ve Seventekin, 2009).

Deniz balıkçılığı, dünyadaki toplam balıkçılığın yarısından fazlasına ve %70'inden fazla bir oranda da bunların işlenip kullanılmasına katkı sağlar. Sonuçta, her yıl önemli miktarlarda işleme atıkları çıkar ki bunlar, yüzgeçler, baş, deri ve iç organlardır. Buna ek olarak, deniz ürünleri işleme tesislerinden gelen deniz kabuklularının ve kabuklu deniz hayvanlarının atıkları da büyük miktarlarda birirmektedir. Son tahminlere göre dünyada deniz balıkçılığının yaklaşık % 25'i kadar yani 20 milyon ton balıkçılık atığı çıkmaktadır. Bu yüzden, deniz ürünü atıklarının biyoproses sanayisi kullanarak biyodönüşüme uğratılması büyük bir potansiyel oluşturmaktadır. Bu biyoaktif bileşikler arasında kitin ve kitosan önemli bir yer tutmaktadır (Simpson, vd, 1994).

Deniz kabuklusundan her yıl yaklaşık 3.5 milyon ton değerinde katı atık, deniz ürünleri işleme endüstrisi tarafından yeryüzüne bırakılmakta ve gittikçe artan bu miktar bu atıkları bir şekilde bertaraf etme gereğini ortaya çıkarmaktadır (Kırubagaran, 2005).

Balıkçılığın yan ürünleri temel olarak balık yağı üretimi, balık eti, gübre, hayvan yemi ve balık silajıdır. Ancak, bunların birçoğunun geri dönüşümü ekonomik bir değer teşkil etmemektedir. Son çalışmalar balık kas proteinleri, kolajen ve jelatin, balık yağı, balık kemiği, iç organlar ve deniz kabuklusu ile kabuklu deniz hayvanlarının kabuklarından biyoaktif bileşiklerin elde edilebileceği göstermiştir. Bu biyoaktif bileşikler, biyoteknolojik ve farmasötikal uygulamalarda kullanılacak olan basitten karmaşığa kadar çok çeşitli bileşikler olarak; peptitler, oligosakkaritler, yağ asitleri, enzimler, suda çözünen mineraller ve biyopolimerler olarak söylenebilir. Bundan başka,

bu biyoaktif bileşiklerden bazıları nütrisotikal potansiyele ve insan sağlığını destekleyici yararları da mevcuttur. Günümüzün deniz mahsulleri sanayisinde, deniz ürünleri işleme sanayisinin yan ürünleri içerisinde değerli biyoaktif bileşiklerin araştırılması ve bulunması önemli bir konudur (Kim ve Mendis, 2006; Rinaudo, 2006).

Kitin ve kitosanın en büyük avantajı yenilenebilir bir kaynak olmasıdır. Çevre dostu, doğal bir biyopolimer olan kitosan, özellikle son 50 yıldır araştırmacılar için ilginç bir materyal olarak yerini korumaktadır. Kitine göre birçok avantaja da sahip olan kitosan yapay deri ve yara iyileştirme elbiseleri, ilaç taşınım sistemleri, ziraat, kozmetik, beslenme ve diyet ürünleri, enzim immobilizasyonu, ağır metal giderimi, tekstil boyalarının giderimi, kağıt üretimi, agronomik uygulamalar, oftalmoloji, fotoğrafçılık gibi çeşitli alanlarda kullanım yeri bulmuştur (Synowiecki, vd, 2003; Shahidi ve Abuzaytoun, 2005; Rinaudo, 2006).

Kitin ve bunun türevleri olan kitosan, glukozamin ve N-asetilglukozamin; yapay deri ve yara iyileştirme elbiseleri, ilaç taşınım sistemleri, kozmetik, beslenme ve diyet ürünleri, enzim immobilizasyonu, ağır metal giderimi, tekstil boyalarının giderimi, kağıt üretimi, agronomik uygulamalar, oftalmoloji, fotoğrafçılık gibi çeşitli alanlarda kullanım yeri bulmuştur (Shahidi ve Abuzaytoun, 2005; Rinaudo, 2006).

Kitinin klasik üretim yöntemi, deniz kabuklusu atıklarından kuvvetli asit ve baz uygulamalarına dayanan kimyasal yöntemdir. Kimyasal yöntemde en fazla kullanılan asit HCl ve baz da NaOH' dir (Simpson, vd, 1994; Synowiecki, vd, 2003).

Kimyasal koruyucu madde içermeyen gıda maddelerine olan talep yeni doğal katkı maddelerinin araştırılmasını teşvik etmiştir. Bunlardan birisi olan kitosan, çok geniş bir uygulama alanı olması nedeniyle son zamanlarda ilgi odağı haline gelmiştir. Kitosan, kitinden deasetilasyon yoluyla elde edilir. Bir aminopolisakkarit olan kitin ise kabuklu deniz ürünlerinin kabuklarında bulunur. Kitosan sindirim yoluyla alındığında bitkisel diyetetik lifler gibi işlev görebilir. Gıda endüstrisinde ise başta gıda maddelerinin kalitesinin ve raf ömrünün artırılması olmak üzere çeşitli uygulama alanlarına sahiptir. Gıda maddelerinin raf ömrünün uzatılmasında kitosanın antimikrobiyal etkisinin önemli bir rolü vardır. Yapılan çalışmalarda kitosanın çoğu mikroorganizmanın gelişimini inhibe ettiği ortaya konmuştur (Bostan, vd, 2007).

Kitosan kitinde bulunan asetil gruplarının uzaklaştırılması ile elde edilen bir glukozamin biyopolimeridir. Eşsiz özellikleri sayesinde çok çeşitli konularda oldukça

geniř bir uygulama ve kullanım alanına sahiptir. Kitosan üretimi için çeřitli kitin kaynakları kullanılmakla birlikte bunlar içerisinde en verimli olanları Crustacea kabuklarıdır. Çeřitli işletmelerden elde edilen karides kabukları kitosan üretimi için kaynak olmuřtur. Üretilen kitosandan hazırlanan jeller ile peynir (altı) suyu içerisindeki askıdaki katı maddeler, proteinler ve mineraller gibi yüksek saflıkta uzaklařtırılması amacıyla kullanılmıřtır (Őenol, 2005).

## 4. MALZEME VE METODLAR

### 4.1. Kullanılan Cihazlar

- Analitik hassas terazi (Sartorius – CPA 1003S)
- Elek Makinesi (Octagon Endecotts)
- Manyetik karıştırıcı ve ısıtıcı (IKA C-MAG HS-7)
- Santrifüj (NÜVE NF-400)
- Etüv (NÜVE FN-500)
- Ultrasonikbanyosu (BANDELİN SONOREX)
- Buzdolabı (SIEMENS NOFROST)
- FTIR Spektrofotometre (Perkin Elmer – Spectrum 100)
- HPLC (Shimadzu – UFLCXR)

### 4.2. Kullanılan Kimyasallar

- Hidroklorik Asit Çözeltisi
- Sodyum Hidroksit Çözeltisi
- Aseton
- Hidroklorik Asit – Fosforik Asit Çözeltisi
- Asetonitril Çözeltisi

### 4.3. Kullanılan Hammadde

Hammadde olarak öğütülmüş olarak %80 istiridy + %20 ıstakoz karışımı kullanılmıştır. Karışım elek makinesinde, 1.0 – 0.850 – 0.600 – 0.425 – 0.250 elek setinde 5dk. elenmiş, elde edilen elek altı hammadde olarak kullanılmıştır.

### 4.4. Kullanılan Metodlar

#### 4.4.1. Demineralizasyon işlemi

600 ml. ölçülü behere koyulan 10 g. hammadde üzerine 250 ml. 1 M HCl çözeltisi eklenmiş ve 120 – 60 – 30 dk boyunca 60 – 40 – 20°C sıcaklıkta, ultrasonlu ve ultrasonuz ortamlarda muamele edilmiştir. Ultrasonuz ortamlarda yapılan deneylerde ısıtıcı ve karıştırıcı olarak manyetik ısıtıcı-karıştırıcı kullanılmıştır. Ultrasonlu ortamda yapılan deneyler karıştırma gerektirmemektedir, sıcaklık kontrollü şekilde sabit tutulmuştur. Karışım, CO<sub>2(g)</sub> çıkışından dolayı oluşan köpüklerintaşmaması için, bagetle karıştırılmıştır.

Katı, işlem sonrasında yıkanıp santrifüj edilerek mineral yapılardan uzaklaştırılmıştır.

#### **4.4.2. Deproteinizasyon işlemi**

Minerali giderilen katı 600 ml. ölçülü behere alınmıştır. Protein yapılarını gidermek için madde üzerine 250 ml. 1 M NaOH çözeltisi eklenmiş ve 120 – 60 – 30 dk boyunca 60 – 40 – 20°C sıcaklıkta, ultrasonlu ve ultrasonuz ortamlarda muamele edilmiştir. Ultrasonuz ortamlarda yapılan deneylerde ısıtıcı ve karıştırıcı olarak manyetik ısıtıcı-karıştırıcı kullanılmıştır. Ultrasonlu ortamda yapılan deneyler karıştırma gerektirmemektedir, sıcaklık kontrollü şekilde sabit tutulmuştur.

Katı işlem sonrasında yıkanıp santrifüj edilerek protein yapılardan uzaklaştırılmıştır ve renkli kitin elde edilmiştir.

#### **4.4.3. Renk giderimi işlemi**

Elde edilen katı, kabuklara rengini veren pigmentlerden dolayı pembe renklidir. Renk giderimi için kitine 100 ml. aseton eklenmiş ve işlem tamamlanana kadar manyetik karıştırıcıda karıştırılmıştır.

Katı işlem sonrasında yıkanıp santrifüj edilmiş, kitinin izolasyon işlemi tamamlanmıştır.

#### **4.4.4. Deasetilasyon işlemi**

Elde edilen kitin 600 ml. ölçülü behere alınmıştır. Kitinden asetilasyon yoluyla kitosan eldesi için madde üzerine 250 ml. 1 – 3 M NaOH çözeltisi eklenmiş ve 120 – 60 – 30 dk boyunca 60 – 40 – 20°C sıcaklıkta, ultrasonlu ve ultrasonuz ortamlarda muamele edilmiştir. Ultrasonuz ortamlarda yapılan deneylerde ısıtıcı ve karıştırıcı olarak manyetik ısıtıcı-karıştırıcı kullanılmıştır. Ultrasonlu ortamda yapılan deneyler karıştırma gerektirmemektedir, sıcaklık kontrollü şekilde sabit tutulmuştur.

Katı işlem sonrasında yıkanıp santrifüj edilmiştir. Oluşan kitosan daha sonrasında analiz işlemlerinde kullanılmak üzere kurutulmuş oda koşullarında muhafaza edilmiştir.

#### 4.4.5. FTIR analizi

Elde edilen kitosanın tane boyutu küçültülmüş, KBr ile seyreltilerek pelet haline getirilmiş ve  $400 - 4000 \text{ cm}^{-1}$  dalga sayısı aralığında IR spektrumu alınmıştır.

#### 4.4.6. HPLC Analizi

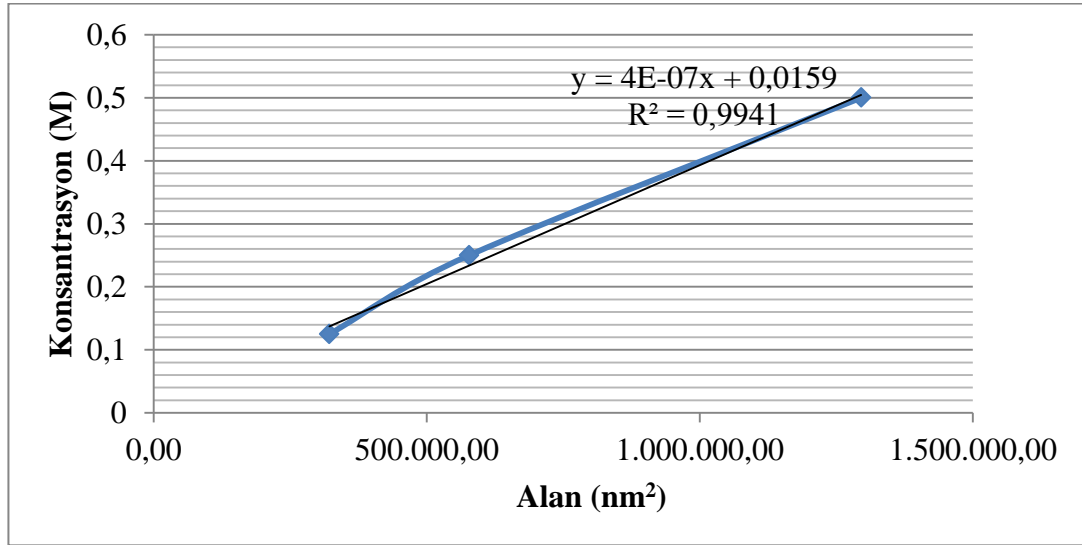
4.5 M HCl çözeltisi ile 1.5 M  $\text{H}_3\text{PO}_4$  çözeltisi hacimce 3:1 oranında karıştırılarak asit çözeltisi hazırlanmıştır. 10 mg. kitosan tüpe koyulmuş ve üzerine 5 ml. asit çözeltisi ve 5 ml. su eklenmiştir. Karışım  $100^\circ\text{C}$ ' de 24 saat bekletilerek asit hidrolizi gerçekleştirilmiştir. Tüp soğuduktan sonra  $4^\circ\text{C}$ ' de saklanmıştır.

HPLC analizinin mobil fazı olarak hacimsel %70' lik asetonitril çözeltisi hazırlanmış, vial hidroliz sonucu elde edilen karışımından 2  $\mu\text{l}$ . madde alınmıştır. 254 nm dalga boyunda, 0.8 ml/dk akış hızında, 15 dk süresince HPLC analizi gerçekleştirilmiştir.

## 5. BULGULAR VE TARTIŞMA

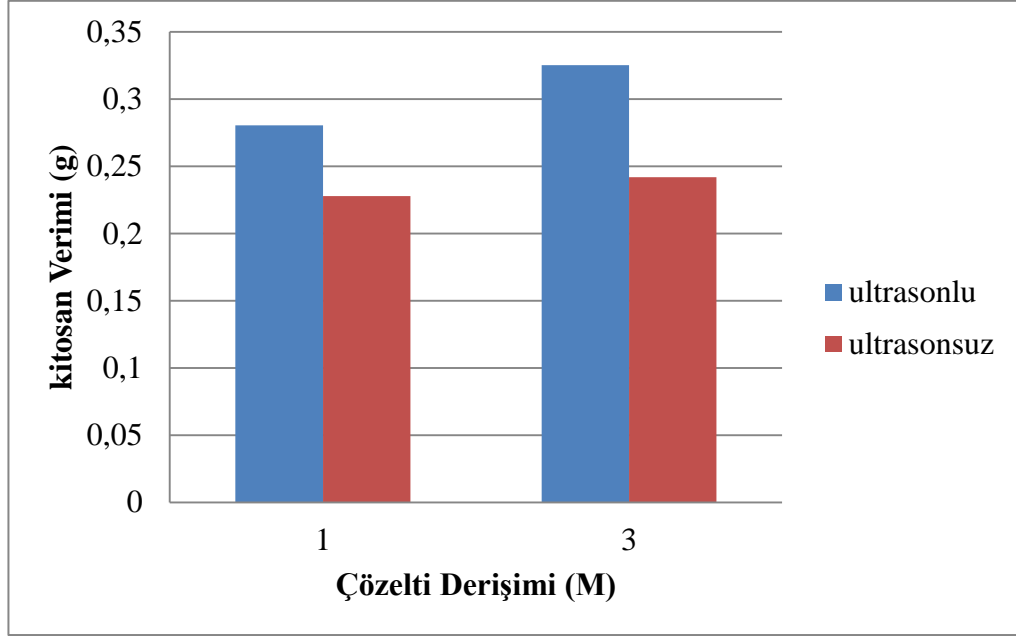
Bu çalışmanın amacı, ultrason yardımı ile deniz kabukları atıklarından kitinin izolasyonu ve kitosana dönüştürülmesidir. Ultrasonik ortamda demineralizasyon, deproteinizasyon ve deasetilasyon basamaklarındaki verim, ultrason yardımı olmadan yürütülen reaksiyonlarla kıyaslanmaktadır. Kitin izolasyonu ve deasetilasyonu işlem ve reaksiyonları için sıcaklık, derişim, ultrason etkisi ve reaksiyon sürelerinin kitin/kitosan üretim verimi üzerine etkileri parametrik olarak incelenmiştir. FTIR analizi sonuçlarından, eşitlik 2.2 kullanılarak deasetilasyon dereceleri belirlenmiş, HPLC analizinden kitin ve kitosan miktarına ulaşılmıştır.

Şekil 5.1’ de farklı konsantrasyonlardaki ticari kitosanın HPLC analizi sonucu (Ek 1-3) elde edilen pik alanı karşı konsantrasyona ait kalibrasyon eğrisi görülmektedir. Standart eğriden yararlanılarak elde edilen kitosan verimleri saptanmaktadır.



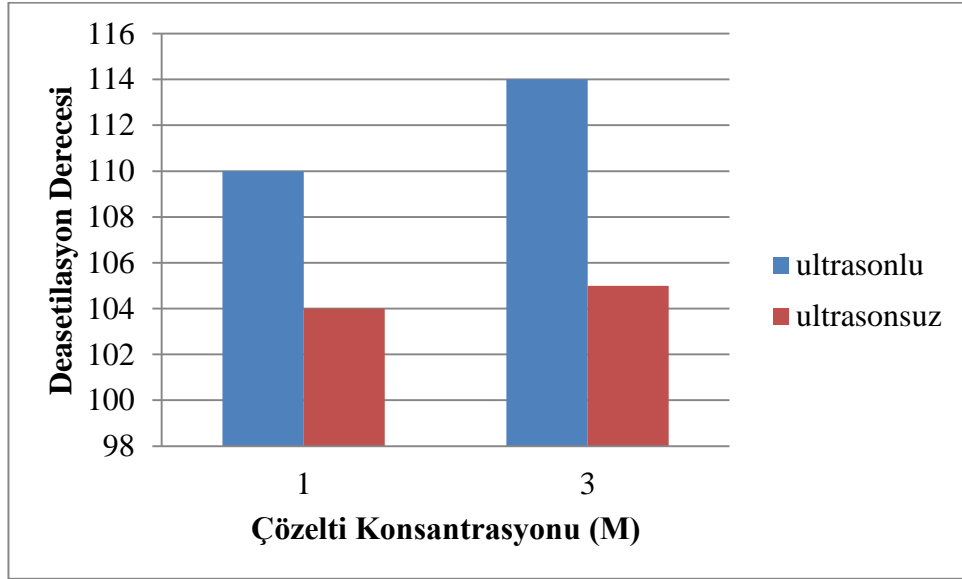
Şekil 5.1.Farklı konsantrasyonlardaki ticari kitosanın HPLC analizinin sonucu.

HPLC analizi sonuçlarından (EK4-7) faydalanarak, Şekil 5.2’ de çözelti derişiminin fonksiyonu olarak, 60°C’ de ve 120 dk reaksiyon süresinde ultrasonlu ve ultrasonsuz ortamlarında kitosan veriminleri karşılaştırılmıştır. Belirtilen koşullarda kitosan verimi, ultrasonlu ortamda ultrasonsuz ortama göre, 3M çözelti kullanıldığında %34, 1M çözelti kullanıldığında %23 artmıştır.



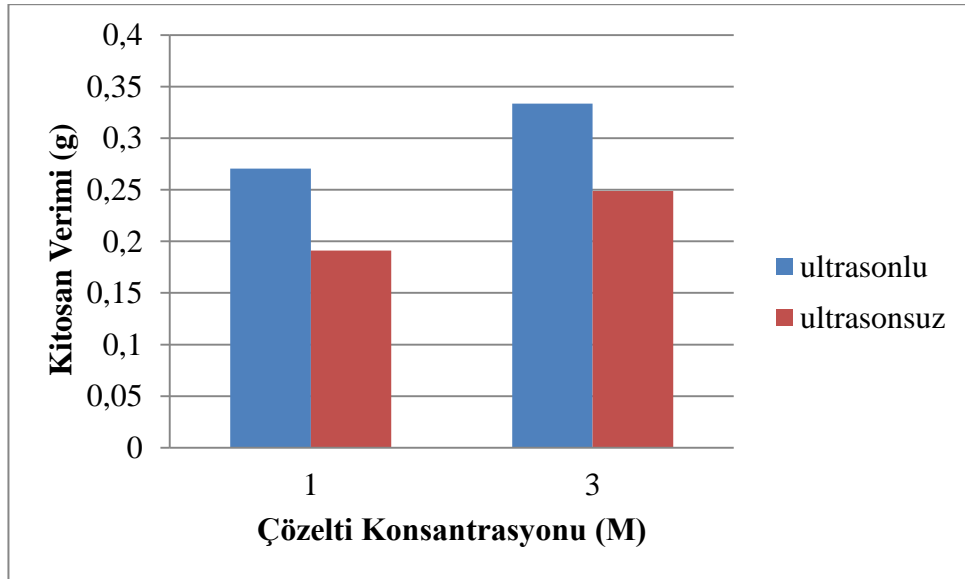
**Şekil 5.2.** Çözelti derişimin fonksiyonu olarak, 60°C sıcaklıkta, 120 dk reaksiyon süresinde, ultrasonlu ve ultrasonsuz ortamda elde edilen kitosan verimi.

FTIR analizi sonuçlarından (Ek 40-43), Denklem 2.2' den faydalanarak, çözelti derişiminin fonksiyonu 60°C' de, 120 dk reaksiyon süresinde ultrasonlu ve ultrasonuz ortamda elde edilen kitosanın deasetilasyon derecesi incelenmiştir (Şekil 5.3). Ultrasonlu ortamda, ultrasonuz ortama göre artış olduğu ve bu değerin 3M çözelti kullanıldığında %8.6, 1M çözelti kullanıldığında %5.8 olduğu sonucuna varılmıştır.



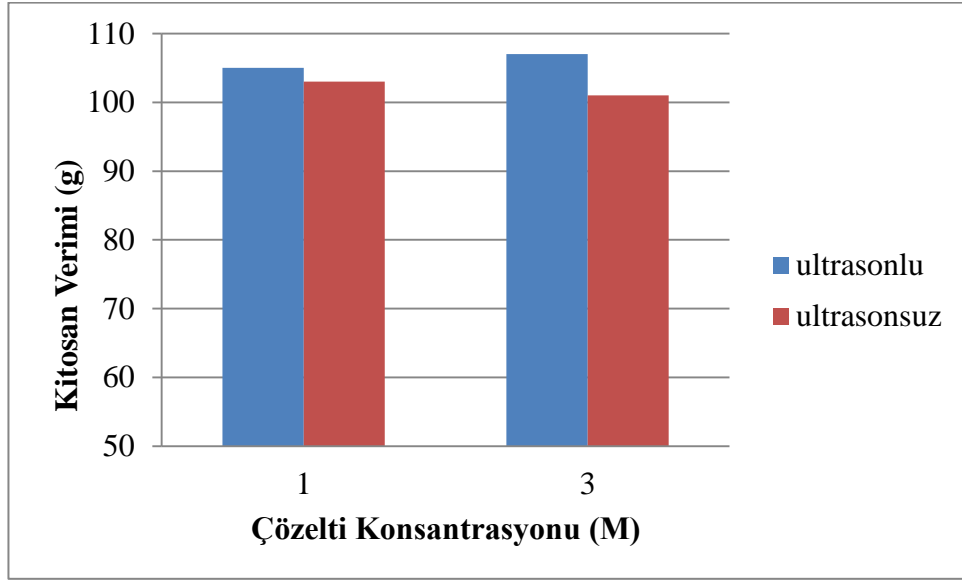
**Şekil 5.3.** Çözelti derişimin fonksiyonu olarak, 60°C sıcaklıkta, 120 dk reaksiyon süresinde, ultrasonlu ve ultrasonuz ortamda elde edilen kitosanın deasetilasyon derecesi.

HPLC analizi sonuçlarından (EK 8-11) faydalanarak, Şekil 5.4' te çözelti derişiminin fonksiyonu olarak, 60°C' de ve 60 dk reaksiyon süresinde ultrasonlu ve ultrasonuz ortamlarında kitosan veriminin deęişimi gösterilmiştir. Belirtilen kořullarda kitosan verimi, ultrasonuz ortamda ultrasonlu ortama göre, 3M çözelti kullanıldığında %34, 1M çözelti kullanıldığında %41 artmıştır.



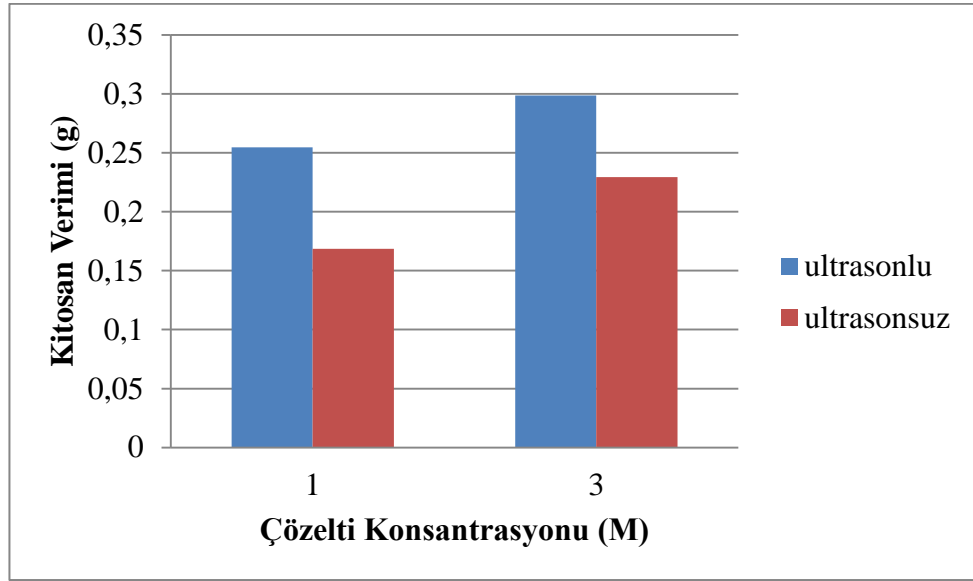
**Şekil 5.4.** Çözelti derişimin fonksiyonu olarak, 60°C sıcaklıkta, 60 dk reaksiyon süresinde, ultrasonlu ve ultrasonuz ortamda elde edilen kitosan verimi.

FTIR analizi sonuçlarından (Ek 44-47), Denklem 2.2' den faydalanarak, çözelti derişiminin fonksiyonu 60°C' de, 60 dk reaksiyon süresinde ultrasonlu ve ultrasonuz ortamda elde edilen kitosanın deasetilasyon derecesi incelenmiştir (Şekil 5.5). 3M çözelti kullanılan ultrasonlu ortamdaki deasetilasyon derecesinin ultrasonuz ortama göre artışının %6, 1M çözelti kullanıldığında %2 olduğu görölmektedir.



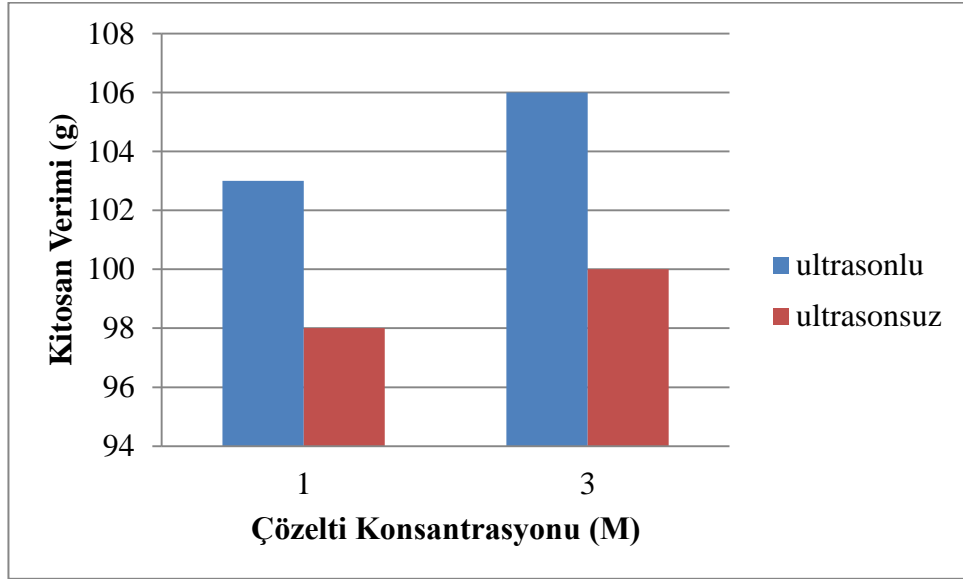
**Şekil 5.5.** Çözelti derişimin fonksiyonu olarak, 60°C sıcaklıkta, 60 dk reaksiyon süresinde, ultrasonlu ve ultrasonuz ortamda elde edilen kitosanın deasetilasyon derecesi.

HPLC analizi sonuçlarından (EK 12-15) faydalanarak, çözelti derişiminin fonksiyonu olarak 60°C' de, 30 dk reaksiyon süresinde, ultrasonlu ve ultrasonuz ortamda elde edilen kitosan verimleri incelendiğinde, 3M çözelti kullanılan ultrasonlu ortamda elde edilen kitosanın veriminin ultrasonuz ortama göre %30 oranında, 1M çözelti kullanılan ultrasonlu ortamda elde edilen verimin ultrasonuz ortama göre %51 oranında arttığı görülmüştür (Şekil 5.6).



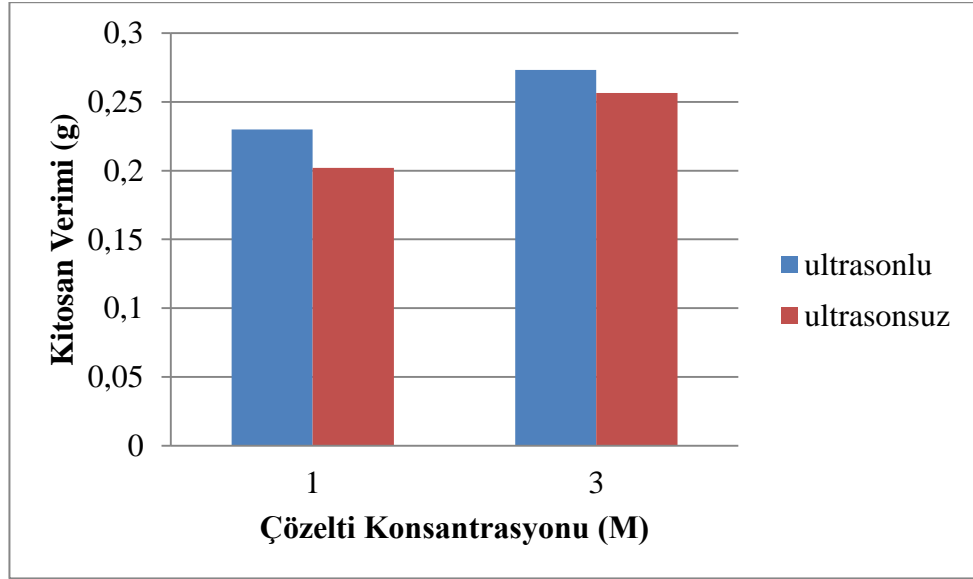
**Şekil 5.6.** Çözelti derişimin fonksiyonu olarak, 60°C sıcaklıkta, 30 dk reaksiyon süresinde, ultrasonlu ve ultrasonuz ortamda elde edilen kitosan verimi.

FTIR analizi sonuçlarından (Ek 48-51), Denklem 2.2' den faydalanarak, çözelti derişiminin fonksiyonu 60°C' de, 30 dk reaksiyon süresinde ultrasonlu ve ultrasonuz ortamda elde edilen kitosanın deasetilasyon derecesi incelenmiştir (Şekil 5.7). Ultrasonlu ortamda, ultrasonuz ortama göre artış olduđu ve bu değerin 3M çözelti kullanıldığında %6, 1M çözelti kullanıldığında %5.1 olduđu sonucuna varılmıştır.



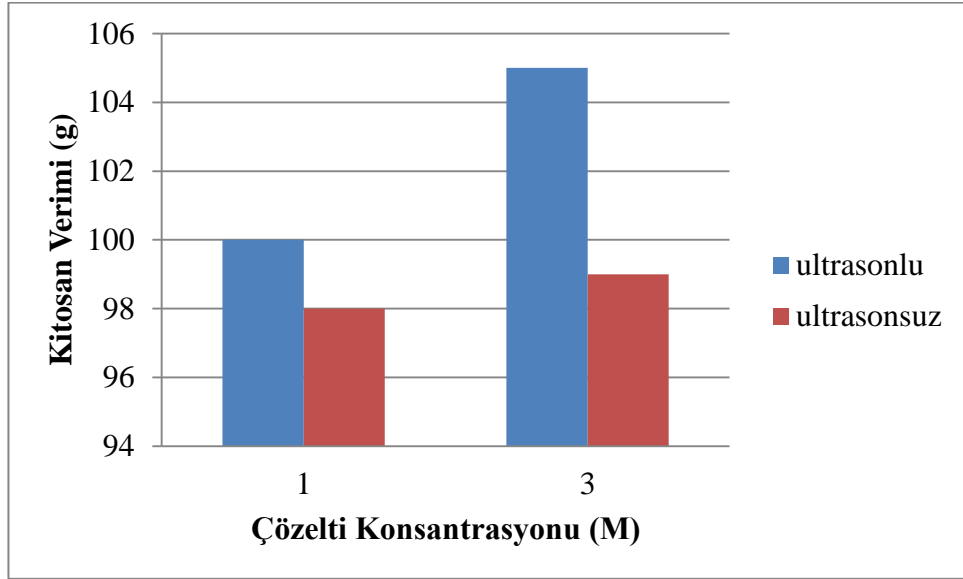
**Şekil 5.7.** Çözelti derişimin fonksiyonu olarak, 60°C sıcaklıkta, 30 dk reaksiyon süresinde, ultrasonlu ve ultrasonuz ortamda elde edilen kitosanın deasetilasyon derecesi.

HPLC analizi sonuçlarından (EK 16-19) faydalanarak, Şekil5.8’ de çözelti derişiminin fonksiyonu olarak, 40°C’ de ve 120 dk reaksiyon süresinde ultrasonlu ve ultrasonsuz ortamlarda kitosan veriminin deęişimi gösterilmiştir. Belirtilen koşullarda kitosan verimi, ultrasonlu ortamda ultrasonsuz ortama göre, 3M çözelti kullanıldığında %6.6, 1M çözelti kullanıldığında %12.1 artmıştır.



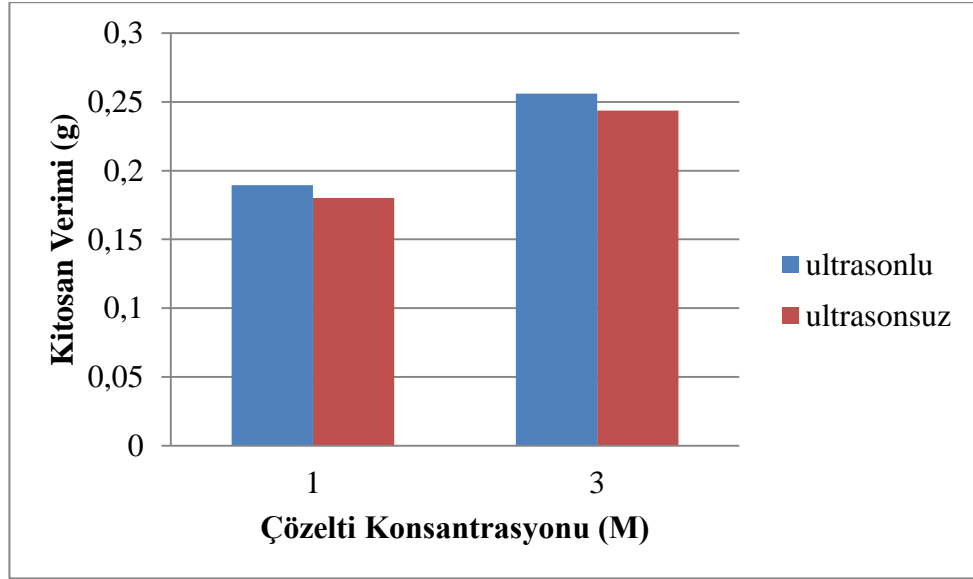
**Şekil 5.8.** Çözelti derişimin fonksiyonu olarak, 40°C sıcaklıkta, 120 dk reaksiyon süresinde, ultrasonlu ve ultrasonsuz ortamda elde edilen kitosan verimi.

FTIR analizi sonuçlarından (Ek 52-55), Denklem 2.2' den faydalanarak, çözelti derişiminin fonksiyonu 40°C' de, 120 dk reaksiyon süresinde ultrasonlu ve ultrasonuz ortamda elde edilen kitosanın deasetilasyon derecesi incelenmiştir (Şekil 5.9). Ultrasonlu ortamda, ultrasonuz ortama göre artış olduđu ve bu değerin 3M çözelti kullanıldığında %6, 1M çözelti kullanıldığında %2 olduđu sonucuna varılmıştır.



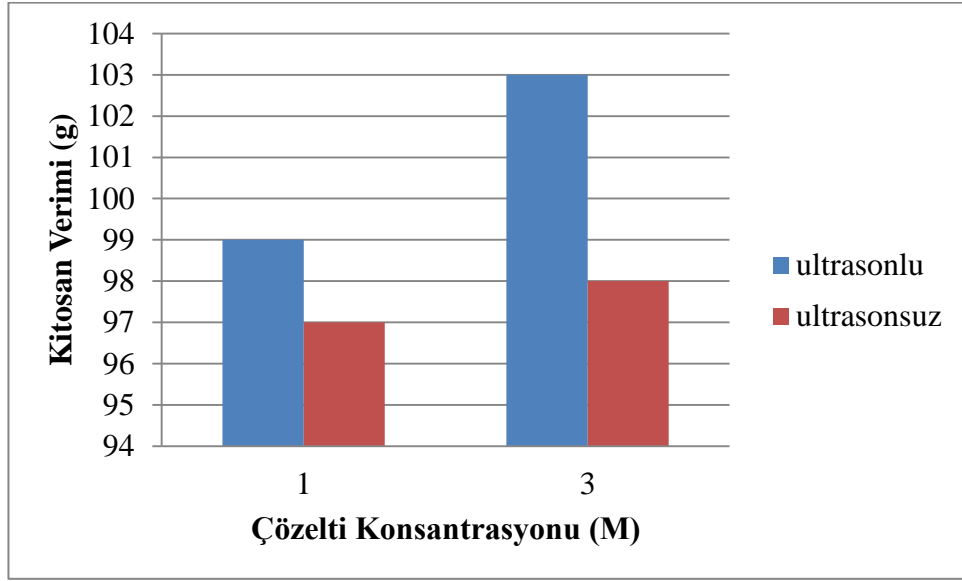
**Şekil 5.9.** Çözelti derişimin fonksiyonu olarak, 40°C sıcaklıkta, 120 dk reaksiyon süresinde, ultrasonlu ve ultrasonuz ortamda elde edilen kitosanın deasetilasyon derecesi.

HPLC analizi sonuçlarından (EK 20-23) faydalanarak, Şekil 5.10' da çözelti derişiminin fonksiyonu olarak, 40°C' de ve 60 dk reaksiyon süresinde ultrasonlu ve ultrasonuz ortamlarda kitosan veriminin deęişimi gösterilmiştir. Belirtilen kořullarda kitosan verimi, ultrasonlu ortamda ultrasonuz ortama göre, 3M çözelti kullanıldığında %5.1, 1M çözelti kullanıldığında %5.2 artmıştır.



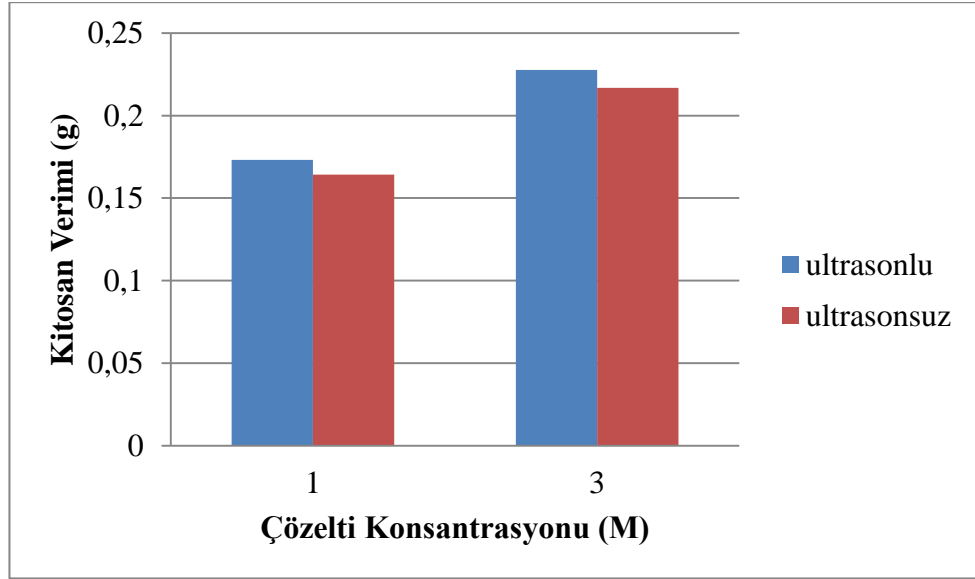
**Şekil 5.10.**Çözelti derişimin fonksiyonu olarak, 40°C sıcaklıkta, 60 dk reaksiyon süresinde, ultrasonlu ve ultrasonuz ortamda elde edilen kitosan verimi.

FTIR analizi sonuçlarından (Ek 56-59), Denklem 2.2' den faydalanarak, çözelti derişiminin fonksiyonu 40°C' de, 60 dk reaksiyon süresinde ultrasonlu ve ultrasonuz ortamda elde edilen kitosanın deasetilasyon derecesi incelenmiştir (Şekil 5.11). Ultrasonlu ortamda, ultrasonuz ortama göre artış olduđu ve bu değerin 3M çözelti kullanıldığında %5.1, 1M çözelti kullanıldığında %2 olduđu sonucuna varılmıştır.



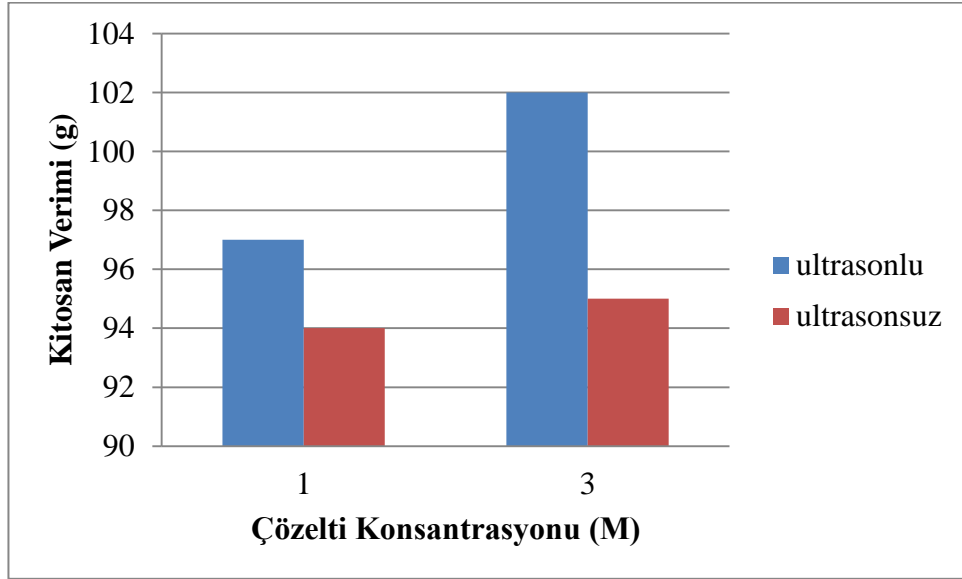
**Şekil 5.11.** Çözelti derişimin fonksiyonu olarak, 40°C sıcaklıkta, 60 dk reaksiyon süresinde, ultrasonlu ve ultrasonuz ortamda elde edilen kitosanın deasetilasyon derecesi.

HPLC analizi sonuçlarından (EK 24-27) faydalanarak, Şekil 5.12’ de çözelti derişiminin fonksiyonu olarak, 40°C’ de ve 30 dk reaksiyon süresinde ultrasonlu ve ultrasonuz ortamlarda kitosan veriminin deęişimi gösterilmiştir. Belirtilen kořullarda kitosan verimi, ultrasonlu ortamda ultrasonuz ortama göre, 3M çözelti kullanıldığında %5, 1M çözelti kullanıldığında %5.4 artmıştır.



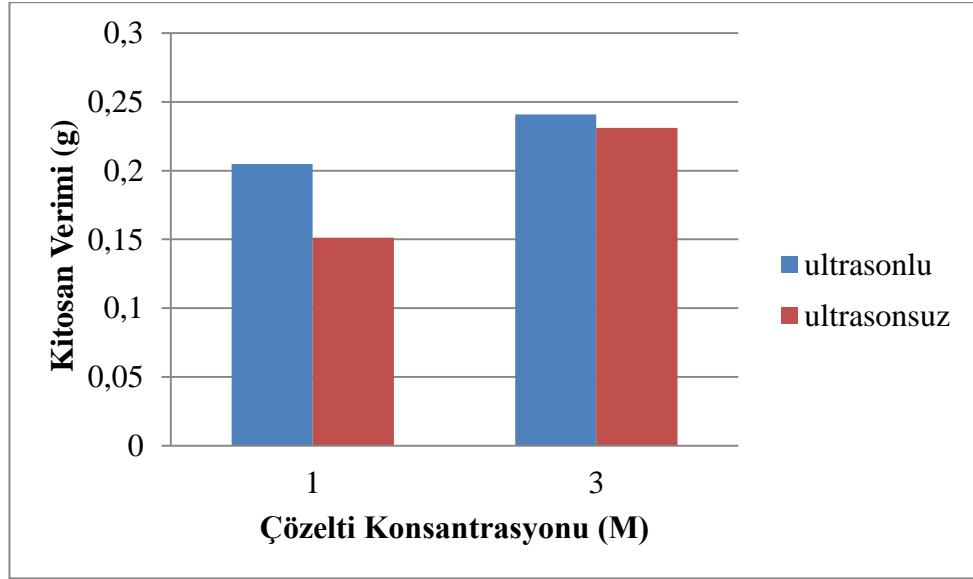
**Şekil 5.12.** Çözelti derişimin fonksiyonu olarak, 40°C sıcaklıkta, 30 dk reaksiyon süresinde, ultrasonlu ve ultrasonuz ortamda elde edilen kitosan verimi.

FTIR analizi sonuçlarından (Ek 60-63), Denklem 2.2' den faydalanarak, çözelti derişiminin fonksiyonu 40°C' de, 30 dk reaksiyon süresinde ultrasonlu ve ultrasonuz ortamda elde edilen kitosanın deasetilasyon derecesi incelenmiştir (Şekil 5.13). Ultrasonlu ortamda, ultrasonuz ortama göre artış olduđu ve bu değerin 3M çözelti kullanıldığında %7.4, 1M çözelti kullanıldığında %3.2 olduđu sonucuna varılmıştır.



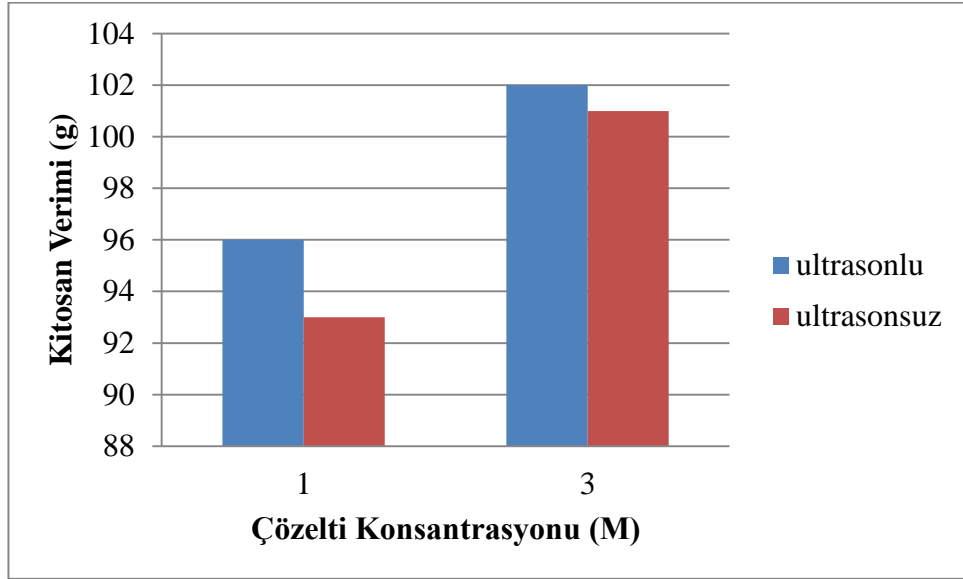
**Şekil 5.13.** Çözelti derişimin fonksiyonu olarak, 40°C sıcaklıkta, 30 dk reaksiyon süresinde, ultrasonlu ve ultrasonuz ortamda elde edilen kitosanın deasetilasyon derecesi.

HPLC analizi sonuçlarından (EK 28-31) faydalanarak, Şekil 5.14' te çözelti derişiminin fonksiyonu olarak, 20°C' de ve 120 dk reaksiyon süresinde ultrasonlu ve ultrasonuz ortamlarda kitosan veriminin deęişimi gösterilmiştir. Belirtilen kořullarda kitosan verimi, ultrasonlu ortamda ultrasonuz ortama göre, 3M çözelti kullanıldığında %4.1, 1M çözelti kullanıldığında %35.3 artmıştır.



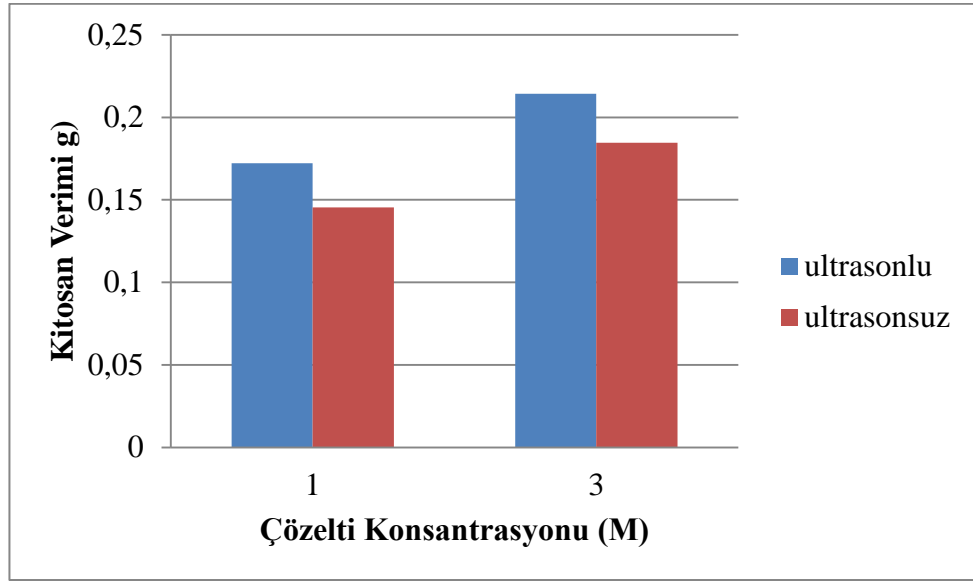
**Şekil 5.14.** Çözelti derişimin fonksiyonu olarak, 20°C sıcaklıkta, 120 dk reaksiyon süresinde, ultrasonlu ve ultrasonuz ortamda elde edilen kitosan verimi.

FTIR analizi sonuçlarından (Ek 64-67), Denklem 2.2' den faydalanarak, çözelti derişiminin fonksiyonu 20°C' de, 120 dk reaksiyon süresinde ultrasonlu ve ultrasonuz ortamda elde edilen kitosanın deasetilasyon derecesi incelenmiştir (Şekil 5.15). Ultrasonlu ortamda, ultrasonuz ortama göre artış olduđu ve bu değerin 3M çözelti kullanıldığında %1, 1M çözelti kullanıldığında %3.2 olduđu sonucuna varılmıştır.



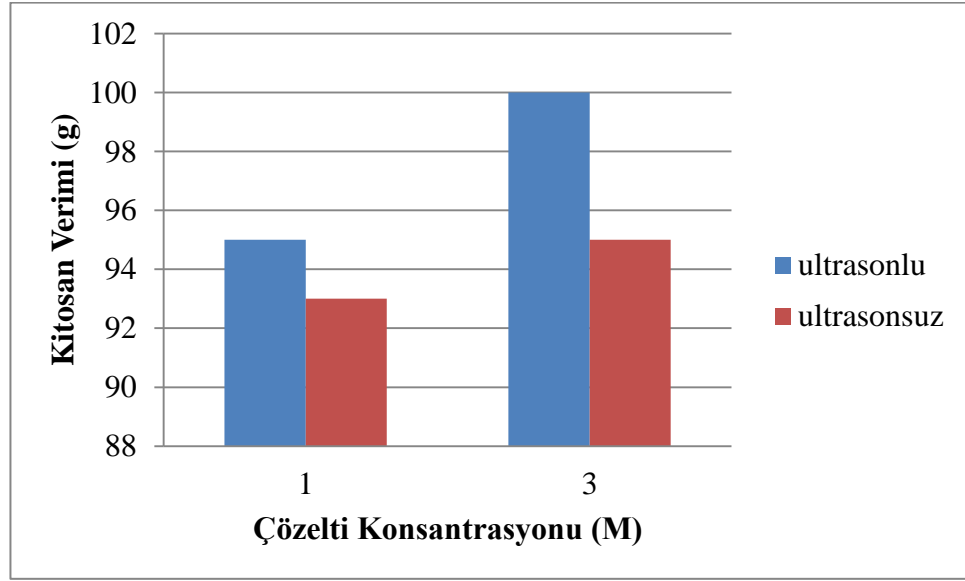
**Şekil 5.15.** Çözelti derişimin fonksiyonu olarak, 20°C sıcaklıkta, 120 dk reaksiyon süresinde, ultrasonlu ve ultrasonuz ortamda elde edilen kitosanın deasetilasyon derecesi.

HPLC analizi sonuçlarından (EK 32-35) faydalanarak, Şekil 5.16’ da çözelti derişiminin fonksiyonu olarak, 20°C’ de ve 60 dk reaksiyon süresinde ultrasonlu ve ultrasonuz ortamlarda kitosan veriminin deęişimi gösterilmiştir. Belirtilen koşullarda kitosan verimi, ultrasonlu ortamda ultrasonuz ortama göre, 3M çözelti kullanıldığında %16.1, 1M çözelti kullanıldığında %18.3 artmıştır.



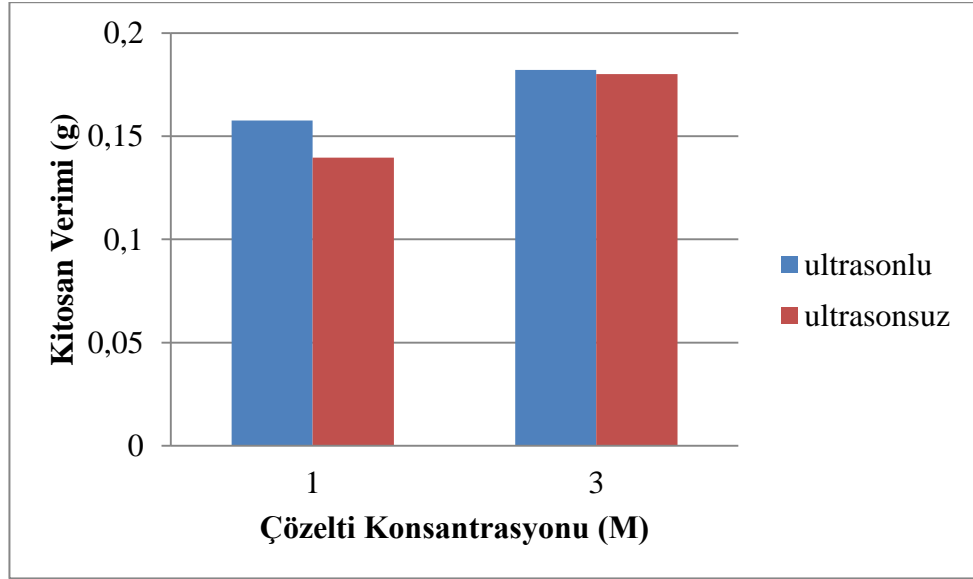
**Şekil 5.16.** Çözelti derişimin fonksiyonu olarak, 20°C sıcaklıkta, 60 dk reaksiyon süresinde, ultrasonlu ve ultrasonuz ortamda elde edilen kitosan verimi.

FTIR analizi sonuçlarından (Ek 68-71), Denklem 2.2' den faydalanarak, çözelti derişiminin fonksiyonu 20°C' de, 60 dk reaksiyon süresinde ultrasonlu ve ultrasonuz ortamda elde edilen kitosanın deasetilasyon derecesi incelenmiştir (Şekil 5.17). Ultrasonlu ortamda, ultrasonuz ortama göre artış olduđu ve bu değerin 3M çözelti kullanıldığında %5.3, 1M çözelti kullanıldığında %2.1 olduđu sonucuna varılmıştır.



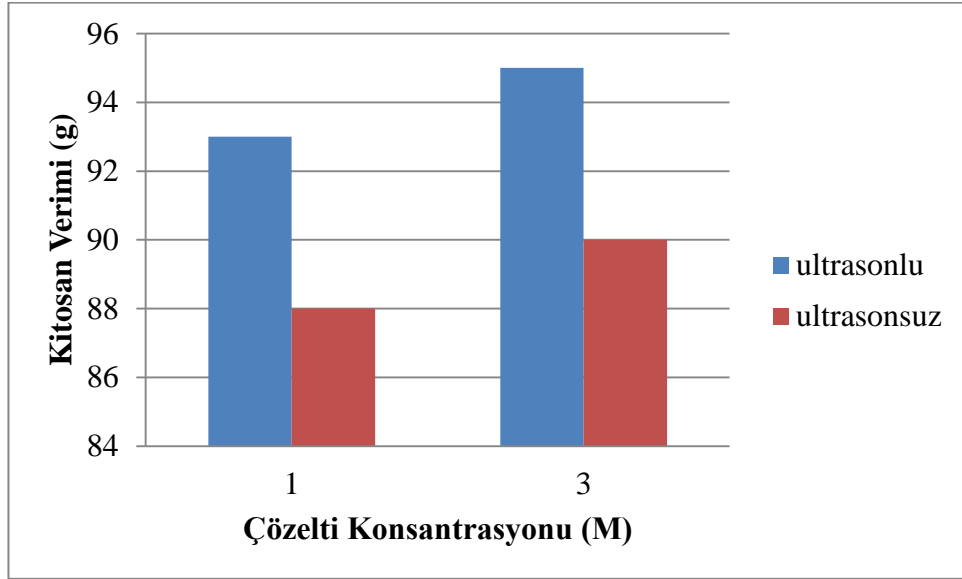
**Şekil 5.17.** Çözelti derişimin fonksiyonu olarak, 20°C sıcaklıkta, 60 dk reaksiyon süresinde, ultrasonlu ve ultrasonuz ortamda elde edilen kitosanın deasetilasyon derecesi.

HPLC analizi sonuçlarından (EK 36-39) faydalanarak, Şekil 5.18’ de çözelti derişiminin fonksiyonu olarak, 20°C’ de ve 30 dk reaksiyon süresinde ultrasonlu ve ultrasonuz ortamlarda kitosan veriminin deęişimi gösterilmiştir. Belirtilen kořullarda kitosan verimi, ultrasonlu ortamda ultrasonuz ortama göre, 3M çözelti kullanıldığında %1.1, 1M çözelti kullanıldığında %12.9 artmıştır.



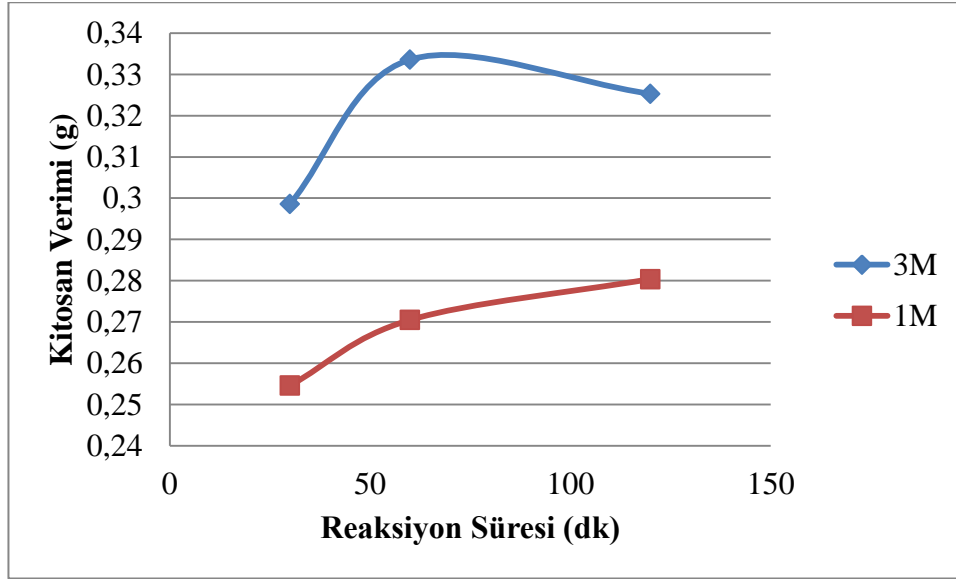
**Şekil 5.18.** Çözelti derişimin fonksiyonu olarak, 20°C sıcaklıkta, 30 dk reaksiyon süresinde, ultrasonlu ve ultrasonuz ortamda elde edilen kitosan verimi.

FTIR analizi sonuçlarından (Ek 72-75), Denklem 2.2' den faydalanarak, çözelti derişiminin fonksiyonu 20°C' de, 30 dk reaksiyon süresinde ultrasonlu ve ultrasonuz ortamda elde edilen kitosanın deasetilasyon derecesi incelenmiştir (Şekil 5.19). Ultrasonlu ortamda, ultrasonuz ortama göre artış olduđu ve bu değerin 3M çözelti kullanıldığında %5.6, 1M çözelti kullanıldığında %5.5 olduđu sonucuna varılmıştır.



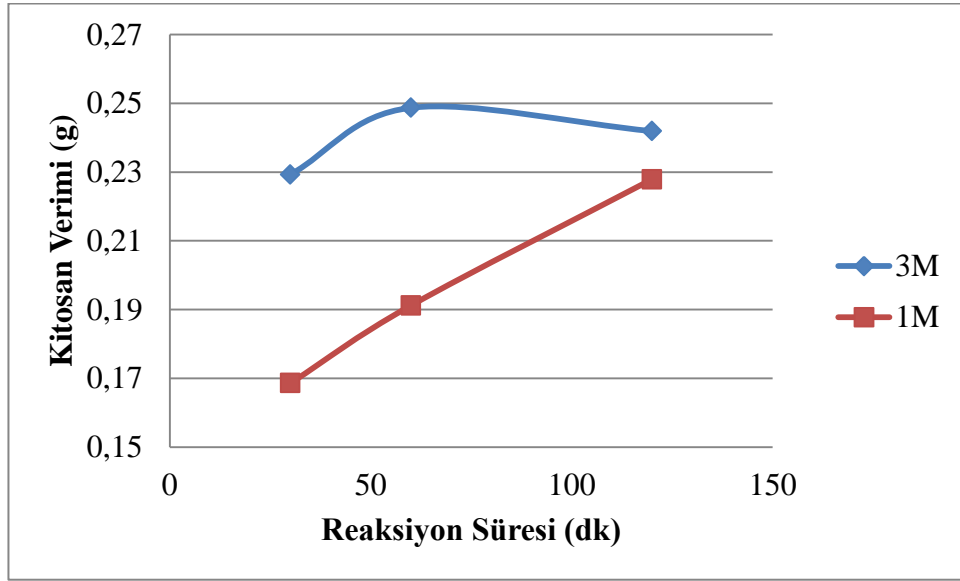
**Şekil 5.19.** Çözelti derişimin fonksiyonu olarak, 20°C sıcaklıkta, 30 dk reaksiyon süresinde, ultrasonlu ve ultrasonuz ortamda elde edilen kitosanın deasetilasyon derecesi.

60°C’ de, sırasıyla 120, 60 ve 30 dk süresinde, 3M ve 1M çözelti kullanılarak ultrasonlu ortamda gerçekleşen reaksiyon verimleri incelendiğinde, 3M çözelti kullanıldığında kitosan veriminin %19 oranında daha yüksek olduğu, bu artışın en fazla olduğu reaksiyon süresinin %23 artış ile 60 dakika süresinde olduğu görülmüştür (Şekil 5.20).



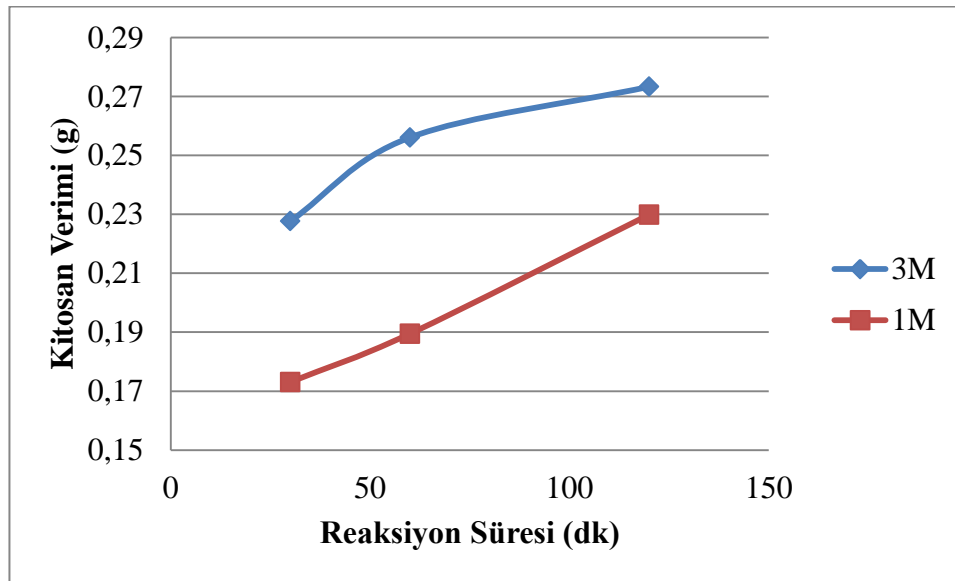
**Şekil 5.20.** Ultrasonlu ortamın fonksiyonu olarak, 60°C sıcaklıkta, 3M ve 1M çözelti kullanılarak 30, 60, 120 dakikada gerçekleşen reaksiyon sonrasında elde edilen kitosanın verimi.

60°C’ de, sırasıyla 120, 60 ve 30 dk süresinde gerçekleşen reaksiyonlar 3M ve 1M çözelti kullanılarak ultrasonuz ortamda gerçekleşen reaksiyon verimi incelendiğinde, 3M çözelti kullanıldığında, 1M çözelti kullanılan reaksiyona göre, kitosan veriminin %22 oranında daha yüksek olduğu görülmektedir (Şekil 5.21). Kitosan veriminin, farklı çözelti konsantrasyonları için en yüksek artışının %36 ile, 30 dk reaksiyon süresinde gerçekleştiği görülmüştür.



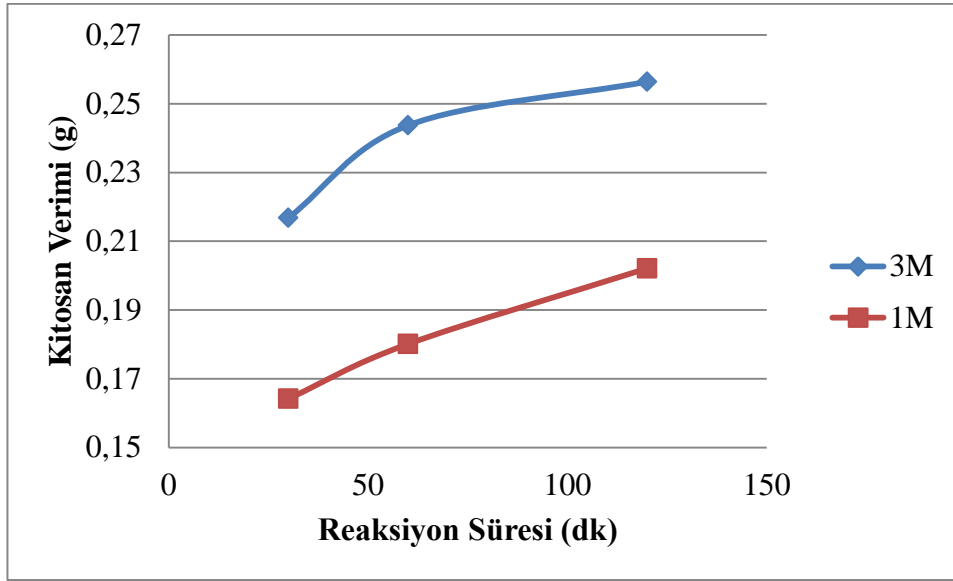
**Şekil 5.21.** Ultrasonuz ortamın fonksiyonu olarak, 60°C sıcaklıkta, 3M ve 1M çözelti kullanılarak 30, 60, 120 dakikada gerçekleşen reaksiyon sonrasında elde edilen kitosanın verimi.

40°C’ de, sırasıyla 120, 60 ve 30 dk süresinde, 3M ve 1M çözelti kullanılarak ultrasonlu ortamda gerçekleşen reaksiyon verimleri incelendiğinde, 3M çözelti kullanıldığında kitosan veriminin %28 oranında daha yüksek olduğu, her iki çözelti ortamı için bu verimin en fazla 120 dakika süresinde olduğu görülmüştür. 1M ve 3M ortamları arasındaki verim artışının %35 ile 30 dk reaksiyon süresinde gerçekleştiği görülmüştür (Şekil 5.22).



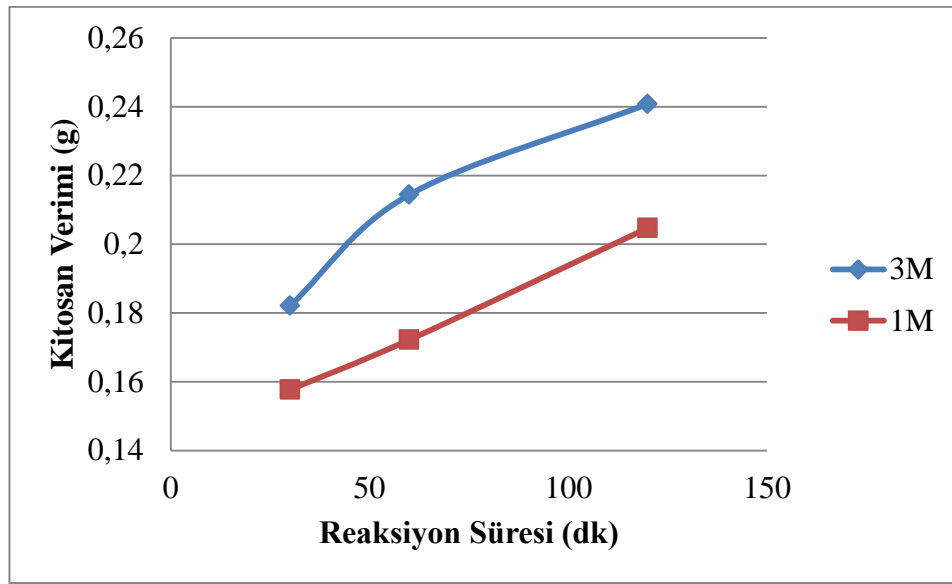
**Şekil 5.22.** Ultrasonlu ortamın fonksiyonu olarak, 40°C sıcaklıkta, 3M ve 1M çözelti kullanılarak 30, 60, 120 dakikada gerçekleşen reaksiyon sonrasında elde edilen kitosanın verimi.

40°C’ de, sırasıyla 120, 60 ve 30 dk süresinde gerçekleşen reaksiyonlar 3M ve 1M çözelti kullanılarak ultrasonuz ortamda gerçekleşen reaksiyon verimi incelendiğinde, 3M çözelti kullanıldığında, 1M çözelti kullanılan reaksiyona göre, kitosan veriminin %31 oranında daha yüksek olduğu görülmektedir (Şekil 5.23). Kitosan veriminin, farklı çözelti konsantrasyonları için en yüksek artışının %35ile, 60 dk reaksiyon süresinde gerçekleştiği görülmüştür.



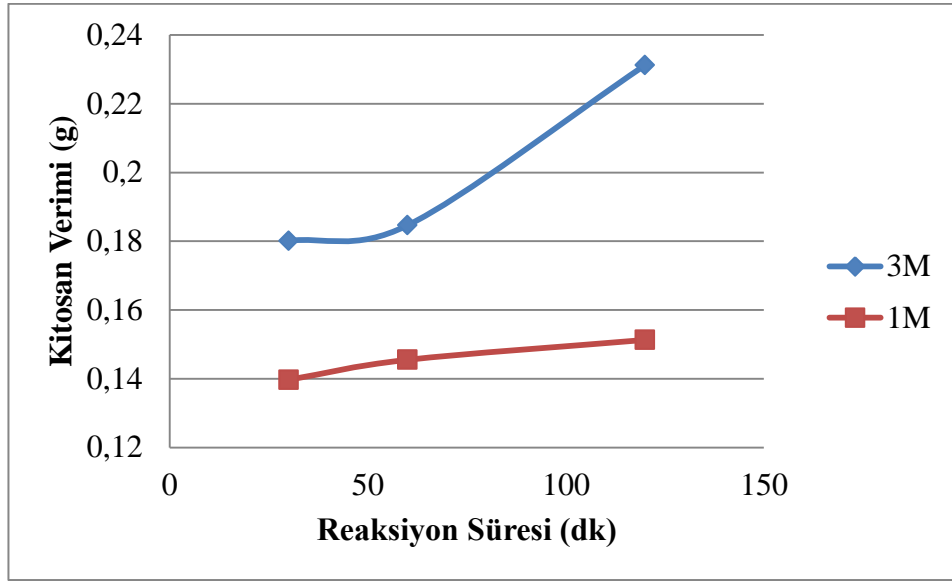
**Şekil 5.23.** Ultrasonuz ortamın fonksiyonu olarak, 40°C sıcaklıkta, 3M ve 1M çözelti kullanılarak 30, 60, 120 dakikada gerçekleşen reaksiyon sonrasında elde edilen kitosanın verimi.

20°C’ de, sırasıyla 120, 60 ve 30 dk süresinde gerçekleşen reaksiyonlar 3M ve 1M çözelti kullanılarak ultrasonlu ortamda gerçekleşen reaksiyon verimi incelendiğinde, 3M çözelti kullanıldığında, 1M çözelti kullanılan reaksiyona göre, kitosan veriminin %19 oranında daha yüksek olduğu görülmektedir (Şekil 5.24). Kitosan veriminin, farklı çözelti konsantrasyonları için en yüksek artışının %24 ile 30dak reaksiyon süresinde gerçekleştiği görülmüştür.



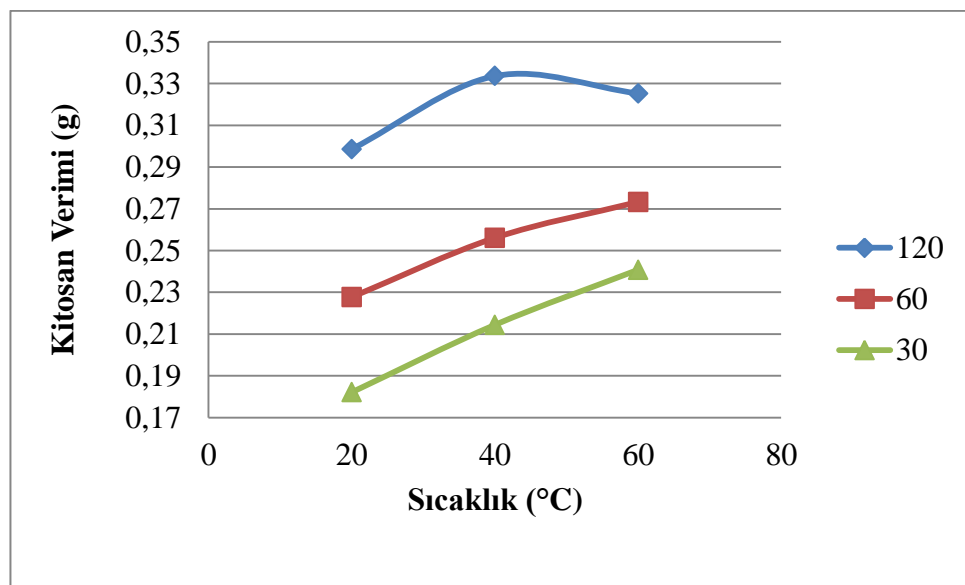
**Şekil 5.24.** Ultrasonlu ortamın fonksiyonu olarak, 20°C sıcaklıkta, 3M ve 1M çözelti kullanılarak 30, 60, 120 dakikada gerçekleşen reaksiyon sonrasında elde edilen kitosanın verimi.

20°C’ de, sırasıyla 120, 60 ve 30 dk süresinde gerçekleşen reaksiyonlar 3M ve 1M çözelti kullanılarak ultrasonuz ortamda gerçekleşen reaksiyon verimi incelendiğinde, 3M çözelti kullanıldığında, 1M çözelti kullanılan reaksiyona göre, kitosan veriminin %36 oranında daha yüksek olduğu görülmektedir (Şekil 5.25). Kitosan veriminin, farklı çözelti konsantrasyonları için en yüksek artışının %52 ile 120 dk reaksiyon süresinde gerçekleştiği görülmüştür.



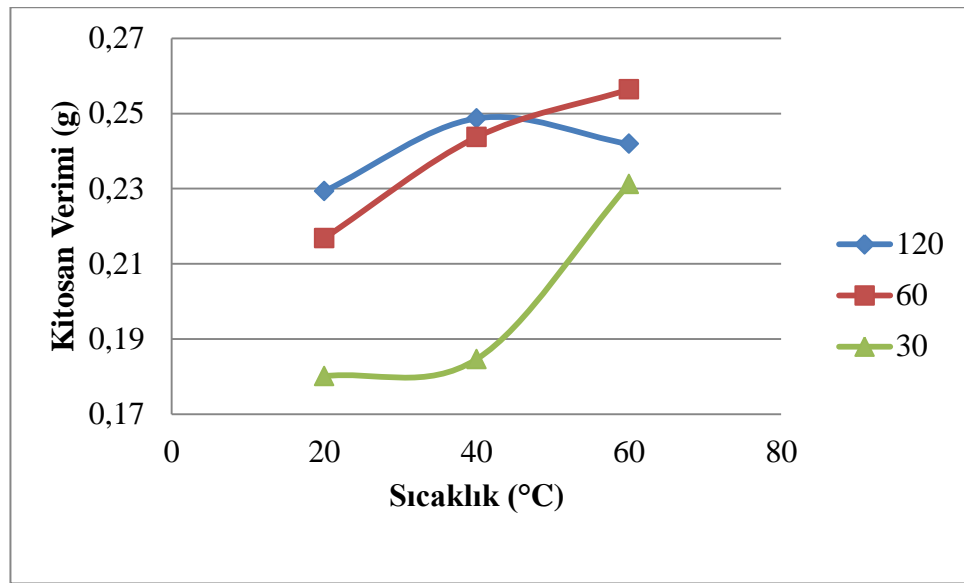
**Şekil 5.25.** Ultrasonuz ortamın fonksiyonu olarak, 40°C sıcaklıkta, 3M ve 1M çözelti kullanılarak 30, 60, 120 dakikada gerçekleşen reaksiyon sonrasında elde edilen kitosanın verimi.

3M çözelti kullanılarak ultrasonlu ortamda, 30-60-120 dakikada gerçekleşen reaksiyonların, 20-40-60°C’ deki kitosan veriminin sıcaklıkla değişim grafiği incelendiğinde hem sıcaklık hem de reaksiyon süresinin artışı verimi artırmaktadır. 60°C’ de, 120 dk reaksiyon süresinde elde edilen kitosan veriminin, aynı sıcaklıktaki 60 dk reaksiyon süresinde elde edilen verimden düşük olduğu görülmektedir. Bu da yüksek sıcaklıkta, yüksek derişimli çözelti ortamında, uzun reaksiyon süresinde kitosan monomerlerine parçalanmaya başladığı için yıkama sırasında suda çözünmeden dolayı madde ve verim kaybı olduğunu göstermektedir (Şekil 5.26).



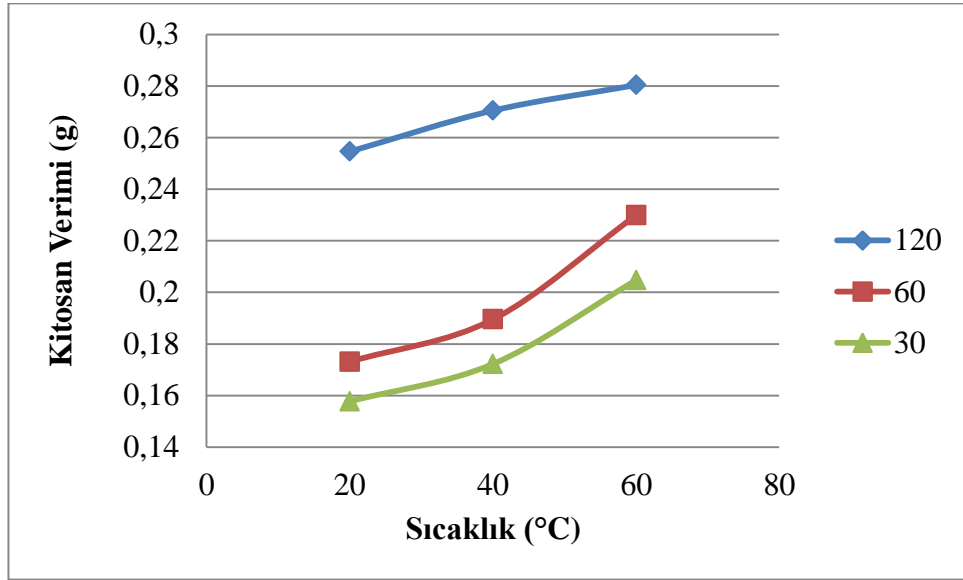
**Şekil 5.26.** 3M çözelti kullanılan ultrasonlu ortamda, 120-60-30 dakikada elde edilen kitosan veriminin sıcaklığa bağlı olarak değişimi.

3M çözelti kullanılarak ultrasonuz ortamda, 30-60-120 dakikada gerçekleşen reaksiyonların, 20-40-60°C’ deki kitosan veriminin sıcaklıkla değişim grafiği incelendiğinde hem sıcaklık hem de reaksiyon süresinin artışı verimi artırmaktadır. 60°C’ de, 120 dk reaksiyon süresinde elde edilen kitosan veriminin, aynı sıcaklıktaki 60 dk reaksiyon süresinde elde edilen verimden düşük olduğu görülmektedir. Bu da yüksek sıcaklıkta, yüksek derişimli çözelti ortamında, uzun reaksiyon süresinde kitosan monomerlerine parçalanmaya başladığı için yıkama sırasında suda çözünmeden dolayı madde ve verim kaybı olduğunu göstermektedir (Şekil 5.27).



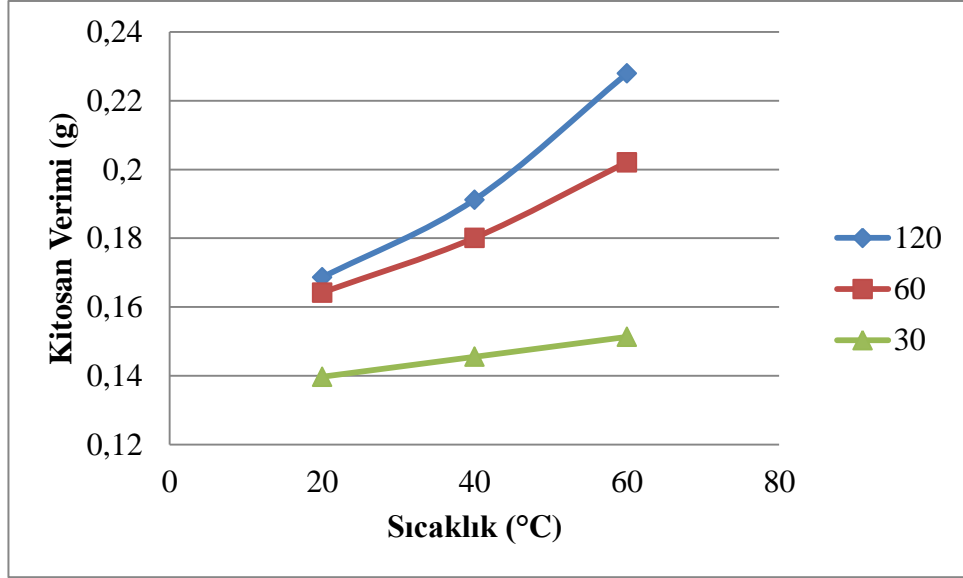
**Şekil 5.27.** 3M çözelti kullanılan ultrasonuz ortamda, 120-60-30 dakikada elde edilen kitosan veriminin sıcaklığa bağlı olarak değişimi.

1M çözelti kullanılarak ultrasonlu ortamda, 30-60-120 dakikada gerçekleşen reaksiyonların, 20-40-60°C' deki kitosan veriminin sıcaklıkla değişim grafiği incelendiğinde artan reaksiyon sürelerinde sıcaklık artışının verimi arttırdığı görülmektedir (Şekil 5.28).



**Şekil 5.28.** 1M çözelti kullanılan ultrasonlu ortamda, 120-60-30 dakikada elde edilen kitosan veriminin reaksiyon süresine bağlı olarak değişimi.

1M çözelti kullanılarak ultrasonuz ortamda, 30-60-120 dakikada gerçekleşen reaksiyonların, 20-40-60°C' deki kitosan veriminin sıcaklıkla değişim grafiği incelendiğinde artan reaksiyon sürelerinde sıcaklık artışının verimi arttırdığı görülmektedir (Şekil 5.29).



**Şekil 5.29.** 1M çözelti kullanılan ultrasonuz ortamda, 120-60-30 dakikada elde edilen kitosan veriminin reaksiyon süresine bağlı olarak değişimi.

Ultrasonlu ortamda farklı sıcaklık, çözelti derişimi ve reaksiyon süresinde elde edilen kitosanın HPLC analizi sonuçları elde edilen verimleri incelendiđi en düşük verim 20°C' de, 1M çözelti kullanılarak, 30 dk reaksiyon süresinde elde edilmiştir. En yüksek verimin ise 60°C' de, 3M çözelti kullanılarak 60 dk reaksiyon süresi sonunda elde edildiđi görülmüştür ve aralarında 2.1 kat fark vardır. Ultrason etkisi ultrasonuz ortamda gerçekleşen reaksiyonlara göre, farklı derişiminde çözeltilerin kullanıldıđı, farklı sıcaklık ve reaksiyon sürelerinde verim artışını sağlamıştır.

Ultrasonlu ortamda farklı sıcaklık, çözelti derişimi ve reaksiyon süresinde elde edilen kitosanın FTIR analizi sonuçları incelendiđinde en düşük deasetilasyon derecesi 20°C' de, 1M çözelti kullanılarak, 30 dk reaksiyon süresinde elde edilen kitosana aittir. En yüksek deasetilasyon derecesi ise 60°C' de, 3M çözelti kullanılarak 120 dk reaksiyon süresi sonunda elde edilen kitosana aittir ve aralarında 1.2 kat fark vardır.

Ultrasonuz ortamda farklı sıcaklık, çözelti derişimi ve reaksiyon süresinde elde edilen kitosanın HPLC analizi sonuçları elde edilen verimleri incelendiđi en düşük verim 20°C' de, 1M çözelti kullanılarak, 30 dk reaksiyon süresinde elde edilmiştir. En yüksek verimin ise 40°C' de, 3M çözelti kullanılarak 120 dk reaksiyon süresi sonunda elde edildiđi görülmüştür ve aralarında 1.8 kat fark vardır.

Ultrasonuz ortamda farklı sıcaklık, çözelti derişimi ve reaksiyon süresinde elde edilen kitosanın FTIR analizi sonuçları incelendiđinde en düşük deasetilasyon derecesi 20°C' de, 1M çözelti kullanılarak, 30 dk reaksiyon süresinde elde edilen kitosana aittir. En yüksek deasetilasyon derecesi ise 60°C' de, 1M çözelti kullanılarak 120 dk reaksiyon süresi sonunda elde edilen kitosana aittir ve aralarında 1.2 kat fark vardır.

60°C sıcaklıđın fonksiyonu olarak farklı çözelti derişimi ve reaksiyon sürelerinde, ultrasonlu ve ultrasonuz ortamlarda elde edilen kitosanın HPLC analizi sonuçları elde edilen verimleri incelendiđinde en düşük verimin ultrasonuz ortamda 30 dk reaksiyon süresinde, 1M çözelti kullanımı sonucu elde edilen kitosana ait olduđu görülmüştür. En yüksek verim ise ultrasonlu ortamda, 3M çözelti kullanılarak 60 dk reaksiyon süresi sonunda elde edilen kitosana aittir ve aralarında 2.0 kat fark vardır. Sıcaklık arttıkça kitosan verimi genellikle artarken, artan reaksiyon süresi ve derişimin etkisiyle 3M çözelti ve 120 dk reaksiyon süresinde verim kaybı yaşanmaktadır.

60°C sıcaklıđın fonksiyonu olarak farklı çözelti derişimi ve reaksiyon sürelerinde, ultrasonlu ve ultrasonuz ortamlarda elde edilen kitosanın FTIR analizi

sonuçları incelendiğinde en düşük deasetilasyon derecesi ultrasonuz ortamda 120 dk reaksiyon süresinde, 1M çözelti kullanımı sonucu elde edilen kitosana ait olduğu görülmüştür. En yüksek deasetilasyon derecesi ise ultrasonlu ortamda, 3M çözelti kullanılarak 30 dk reaksiyon süresi sonunda elde edilen kitosana aittir ve aralarında 1.2 kat fark vardır. Reaksiyon süresi, sıcaklık ve çözelti derişimi arttıkça deasetilasyon derecesi de artmaktadır.

40°C sıcaklığın fonksiyonu olarak farklı çözelti derişimi ve reaksiyon sürelerinde, ultrasonlu ve ultrasonuz ortamlarda elde edilen kitosanın HPLC analizi sonuçları elde edilen verimleri incelendiğinde en düşük verimin ultrasonuz ortamda 30 dk süresinde, 1M çözelti kullanımı sonucu elde edilen kitosana ait olduğu görülmüştür. En yüksek verim ise ultrasonlu ortamda, 3M çözelti kullanılarak 120 dk reaksiyon süresi sonunda elde edilen kitosana aittir ve aralarında 1.7 kat fark vardır.

40°C sıcaklığın fonksiyonu olarak farklı çözelti derişimi ve reaksiyon sürelerinde, ultrasonlu ve ultrasonuz ortamlarda elde edilen kitosanın FTIR analizi sonuçları incelendiğinde en düşük deasetilasyon derecesi ultrasonuz ortamda 30 dk reaksiyon süresinde, 1M çözelti kullanımı sonucu elde edilen kitosana ait olduğu görülmüştür. En yüksek deasetilasyon derecesi ise ultrasonlu ortamda, 3M çözelti kullanılarak 120 dk reaksiyon süresi sonunda elde edilen kitosana aittir ve aralarında 1.2 kat fark vardır.

20°C sıcaklığın fonksiyonu olarak farklı çözelti derişimi ve reaksiyon sürelerinde, ultrasonlu ve ultrasonuz ortamlarda elde edilen kitosanın HPLC analizi sonuçları elde edilen verimleri incelendiğinde en düşük verimin ultrasonuz ortamda 30 dk süresinde, 1M çözelti kullanımı sonucu elde edilen kitosana ait olduğu görülmüştür. En yüksek verim ise ultrasonlu ortamda, 3M çözelti kullanılarak 120 dk reaksiyon süresi sonunda elde edilen kitosana aittir ve aralarında 1.8 kat fark vardır.

20°C sıcaklığın fonksiyonu olarak farklı çözelti derişimi ve reaksiyon sürelerinde, ultrasonlu ve ultrasonuz ortamlarda elde edilen kitosanın FTIR analizi sonuçları incelendiğinde en düşük deasetilasyon derecesi ultrasonuz ortamda 30 dk reaksiyon süresinde, 1M çözelti kullanımı sonucu elde edilen kitosana ait olduğu görülmüştür. En yüksek deasetilasyon derecesi ise ultrasonlu ortamda, 13M çözelti kullanılarak 120 dk reaksiyon süresi sonunda elde edilen kitosana aittir ve aralarında 1.2 kat fark vardır.

120 dakika reaksiyon süresinde farklı çözeltiler ve sıcaklıkta, ultrasonlu ve ultrasonlu ortamlarda elde edilen kitosanın HPLC analizi sonuçları elde edilen verimleri incelendiğinde en düşük verimin 20°C’ de, ultrasonlu ortamda, 1M çözeltiler kullanıldığında elde edilen kitosana ait olduğu görülmüştür. En yüksek verim ise 60°C’ de, ultrasonlu ortamda 3M çözeltiler kullanılarak sonunda elde edilen kitosana aittir ve 2.2 kat fark vardır. Yüksek çözeltiler ve yüksek sıcaklıkta gerçekleşen reaksiyonlar dışında reaksiyon süresi arttıkça, kitosan verimi de artmıştır.

120 dakika reaksiyon süresinde farklı çözeltiler ve sıcaklıkta, ultrasonlu ve ultrasonlu ortamlarda elde edilen kitosanın FTIR analizi sonuçları incelendiğinde en düşük deasetilasyon derecesi incelendiğinde en düşük deasetilasyon derecesi 20°C’ de, ultrasonlu ortamda, 1M çözeltiler kullanıldığında elde edilen kitosana ait olduğu görülmüştür. En yüksek verim ise 60°C’ de, ultrasonlu ortamda 3M çözeltiler kullanılarak sonunda elde edilen kitosana aittir ve 1.2 kat fark vardır. Reaksiyon süresi arttıkça deasetilasyon derecesi de artmıştır.

60 dakika reaksiyon süresinde farklı çözeltiler ve sıcaklıkta, ultrasonlu ve ultrasonlu ortamlarda elde edilen kitosanın HPLC analizi sonuçları elde edilen verimleri incelendiğinde en düşük verimin 20°C’ de, ultrasonlu ortamda, 1M çözeltiler kullanıldığında elde edilen kitosana ait olduğu görülmüştür. En yüksek verim ise 60°C’ de, ultrasonlu ortamda 3M çözeltiler kullanılarak sonunda elde edilen kitosana aittir ve 2.3 kat fark vardır.

60 dakika reaksiyon süresinde farklı çözeltiler ve sıcaklıkta, ultrasonlu ve ultrasonlu ortamlarda elde edilen kitosanın FTIR analizi sonuçları incelendiğinde en düşük deasetilasyon derecesi incelendiğinde en düşük deasetilasyon derecesi 20°C’ de, ultrasonlu ortamda, 1M çözeltiler kullanıldığında elde edilen kitosana ait olduğu görülmüştür. En yüksek verim ise 60°C’ de, ultrasonlu ortamda 3M çözeltiler kullanılarak sonunda elde edilen kitosana aittir ve 1.2 kat fark vardır.

30 dakika reaksiyon süresinde farklı çözeltiler ve sıcaklıkta, ultrasonlu ve ultrasonlu ortamlarda elde edilen kitosanın HPLC analizi sonuçları elde edilen verimleri incelendiğinde en düşük verimin 20°C’ de, ultrasonlu ortamda, 1M çözeltiler kullanıldığında elde edilen kitosana ait olduğu görülmüştür. En yüksek verim ise 60°C’ de, ultrasonlu ortamda 3M çözeltiler kullanılarak sonunda elde edilen kitosana aittir ve 2.1 kat fark vardır.

30 dakika reaksiyon süresinde farklı çözelti derişimi ve sıcaklıkta, ultrasonlu ve ultrasonuz ortamlarda elde edilen kitosanın FTIR analizi sonuçları incelendiğinde en düşük deasetilasyon derecesi incelendiğinde en düşük deasetilasyon derecesi 20°C' de, ultrasonuz ortamda, 1M çözelti kullanıldığında elde edilen kitosana ait olduğu görülmüştür. En yüksek verim ise 60°C' de, ultrasonlu ortamda 3M çözelti kullanılarak sonunda elde edilen kitosana aittir ve 1.2 kat fark vardır.

3M çözelti kullanılarak ultrasonlu ve ultrasonuz ortamlarda farklı çözelti derişimi, sıcaklık ve reaksiyon sürelerinde elde edilen kitosanın HPLC analizi sonuçları elde edilen verimleri incelendiğinde en düşük verimin 20°C' de, ultrasonuz ortamda, 30 dk reaksiyon süresi sonunda elde edilen kitosana ait olduğu görülmüştür. En yüksek verim ise 60°C' de, ultrasonlu ortamda, 60 dk reaksiyon süresi sonunda elde edilen kitosana aittir ve aradaki fark 1.8 kattır. Yüksek sıcaklık ve uzun reaksiyon süresinde ultrasonlu ortamda elde edilen verim dışında, çözelti derişimi arttıkça kitosan verimi artmaktadır.

3M çözelti kullanılarak ultrasonlu ve ultrasonuz ortamlarda farklı çözelti derişimi, sıcaklık ve reaksiyon sürelerinde elde edilen kitosanın FTIR analizi sonuçları incelendiğinde en düşük deasetilasyon derecesi 20°C' de, ultrasonuz ortamda, 30 dk reaksiyon süresi sonunda elde edilen kitosana ait olduğu görülmüştür. En yüksek deasetilasyon derecesi ise 60°C' de, ultrasonlu ortamda, 120 dk reaksiyon süresi sonunda elde edilen kitosana aittir ve aradaki fark 1.3 kattır.

1M çözelti kullanılarak ultrasonlu ve ultrasonuz ortamlarda farklı çözelti derişimi, sıcaklık ve reaksiyon sürelerinde elde edilen kitosanın HPLC analizi sonuçları elde edilen verimleri incelendiğinde en düşük verimin 20°C' de, ultrasonuz ortamda, 30 dk reaksiyon süresi sonunda elde edilen kitosana ait olduğu görülmüştür. En yüksek verim ise 60°C' de, ultrasonlu ortamda, 120 dk reaksiyon süresi sonunda elde edilen kitosana aittir ve aradaki fark 2.0 kattır.

1M çözelti kullanılarak ultrasonlu ve ultrasonuz ortamlarda farklı çözelti derişimi, sıcaklık ve reaksiyon sürelerinde elde edilen kitosanın FTIR analizi sonuçları incelendiğinde en düşük deasetilasyon derecesi incelendiğinde en düşük deasetilasyon derecesi 20°C' de, ultrasonuz ortamda, 30 dk reaksiyon süresi sonunda elde edilen kitosana ait olduğu görülmüştür. En yüksek verim ise 60°C' de, ultrasonlu ortamda, 120 dk reaksiyon süresi sonunda elde edilen kitosana aittir ve aradaki fark 1.3 kattır.

## 6. SONUÇLAR

Farklı konsantrasyonlardaki standart kitosan numunelerinin HPLC analizi sonuçlarına ait kalibrasyon eğrisinden yola çıkarak, elde edilen kitosan verimleri sıcaklık, çözelti derişimi ve reaksiyon süresinin fonksiyonu olarak incelenmiştir.

Sıcaklık arttıkça kitosan verimi genellikle artış göstermiştir. En yüksek verim artışı 40°C’ de yaşanmış, 60°C’ de verimde düşüş görülmüştür. Bu, yüksek sıcaklıkta, reaksiyon süresi ve çözelti derişiminin etkisiyle kitosanın monomerlerine parçalandığını ve yıkama sırasında suda çözünür formların verim kaybına neden olduğunu göstermektedir. Maksimum verim için, 60°C’ de elde edilen verimin 40°C’ deki verime göre 1.2 kat, 20°C’ deki verime göre 1.4 kat fazla olduğu görülmüştür.

Reaksiyon süresi arttıkça kitosan verimi genellikle artış göstermiştir. Verimin en fazla olduğu reaksiyon süresi ultrasonlu ortamda, 3M çözelti kullanılarak, 60°C’ de, 60 dk gerçekleşen reaksiyon sonucu elde edilmiştir. Aynı ortam için reaksiyon süresi arttıkça, kitosan veriminin düştüğü görülmüştür. Bu da reaksiyon süresinin artmasının, yüksek sıcaklık ve çözelti derişiminde, ultrasonun da etkisiyle kitosanın yapısında parçalanmaya, madde kaybından dolayı verimde düşüğe neden olduğunu göstermektedir.

Çözelti derişiminin fonksiyonu olarak ultrasonlu ve ultrasonuz ortamlarda elde edilen kitosan verimleri incelendiğinde ultrasonlu ortamda elde edilen kitosan veriminin, ultrasonuz ortamda elde edilen kitosan veriminden her zaman daha fazla olduğu görülmüştür. 60°C sıcaklık ve 120 dk reaksiyon süresinde yüksek derişimde elde edilen kitosan veriminde artış yerine azalma görülmesi, kitosanın belirtilen koşullarda parçalanma yaptığını, çözünmeden dolayı yıkama sırasındaki madde kaybından bağlı verimde azalma olduğunu göstermiştir.

Ultrasonlu ortamlarda gerçekleşen, farklı sıcaklık, çözelti derişimi ve reaksiyon süresi sonucu elde edilen kitosan veriminin ultrasonuz ortama göre arttığı görülmüştür. Ultrasonun tepkime hızını arttırıcı özelliğinin sonucu olarak yüksek sıcaklık, çözelti derişimi ve uzun reaksiyon süresinin kitosanı monomerlerine ayırdığı reaksiyonda ultrason etkisi de verim azalışına neden olmuştur.

FTIR analizinin sonucu olarak elde edilen deasetilasyon dereceleri incelendiğinde, ultrason ortamı, sıcaklık, çözelti derişimi, reaksiyon süresine bağlı olarak deasetilasyon derecesinin sürekli artış yaptığı görülmüştür.

## KAYNAKLAR

- Agnihotri, S.A., Mallikarjuna, N.N. and Aminabhavi, T.M., “Recent advances on chitosan-based micro- and nanoparticles in drug delivery”, *Journal of Controlled Release*, 100: 5–28 (2004).
- Anderson, C.G., Depablo, N., Romom, C.R. Romo, “Antartic Krill As A Source of Chitin and Chitosan”, *Proceedings of the First International Conference on Chitin/Chitosan*, 78-307, Cambridge, (1978).
- Atkins, E. D. T., Dlugosz, J., “Food S. Electron diffraction and electron microscopy of crystalline  $\beta$ -chitin from the grasping spines of the marine worm *Sagitta*”, *Int. J. Biol. Macromol.*, 1:29-32 (1979).
- Aytekin, A.O., “Kabuklu Katı Deniz Ürünü (*Peneus* sp.) Atığından Kitin Kazanımı”, Yüksek Lisans Tezi, *Ege Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*, İzmir (2007).
- Ayhan, H., “Kompozitler”, *Bilim ve Teknik Dergisi*, 11 (2002).
- Bartnicki-Garcia, S., Persson, J., Chanzy, H., “An electron microscope and electron diffraction study of the effect of calcofluor and congo red on the biosynthesis of chitin in vitro”, *Archives of Biochemistry and Biophysics*, 310: 6-15 (1994).
- Baxter, A., Dillon, M., Taylor, K.D.A., Roberts G.A.F., “Improved Method for i.r. Determination of the Degree of N-Acetylation of Chitosan”, *International Journal of Biological Macromolecules*, 14: 166-169 (1992).
- Beaulieu, C. 2005. Chitin and Chitosan. <http://www.plasticstrends.net/index.php/last-months-mainmenu-28/12-versatile-and-multiplatform-biomolecules..> (Ziyaret Edilme Tarihi: 15/08/2014).

**KAYNAKLAR (Devam ediyor)**

- Berger, J., Reist, M., Mayer, J.M., Fel, O., Peppas, N.A., Gurny, R., “Structure and interactions in covalently and ionically crosslinked chitosan hydrogels for biomedical applications”, *European Journal of Pharmaceutics and Biopharmaceutics*, 57: 19–34 (2004).
- Blackwell, J., Parker, K. D., Rudall, K. M. “Chitin in pogonophore tubes.” *Journal of Marine Biological Association of the United Kingdom*, 45: 659-661 (1965).
- Bough, W.A., Salter, W.L., Wu, A.C.M., Perkins, B.E., “Influence of Manufacturing Variables on the Characteristics of Chitosan Products. I. Chemical Composition, Viscosity, and Molecular Weight Distribution of Chitosan Products”, *Biotechnolgy and Bioengineering*, 20: 1931-1943 (1978).
- Brine, C.J., “Introduction Chitin: Accomplishments and Perspectives in Chitin, Chitosan and Related Enzymes”, *Academic Press Inc.*, Orlando, (1984).
- Büyüktanır, A., “Ultras (Ultrasound)”, Yüksek Lisans Tezi, *Gazi Üniversitesi Fizik Eğitimi Anabilim Dalı*, Ankara (2010).
- Chanzy, H., Domard A., Roberts, G. A. F., Varum, K. M., “Advances in Chitin Science”, Jacques Andre; Fransa, 11-21 (1998).*
- Cho Y.W., Chung S.H., Yoo G., Ko S. W., “Water soluble chitin as a wound healing accelerator”, *Biomaterials*, 20: 2139-2145 (1999).
- Chretiennot-Ninet, M.J., Giraud-Guille, M. M., Vaulot, D., Putaux, J.L., Chanzy,H. “The chitinous nature of filament ejected by *Phaeocystis(Prymnesiophyceae)*”, *Journal of Phycology*, 33: 666-672 (1997).
- Çaklı, Ş., Kılınç, B., “Kabuklu Su Ürünleri Atıklarının Endüstriyel Alanda Değerlendirilmesi”, *E.Ü. Su Ürünleri Dergisi*, 21: 145-152 (2004).

### KAYNAKLAR (Devam ediyor)

- Demir, A., “Kitin, Kitosan Ve Genel Kullanım Alanları”, *Tekstil Teknolojileri Elektronik Dergisi*, 3(2): 92-103 (2009).
- Dinesh K., Singh, Alok R. R., J.M.S,Rev. Macromol. Chem. Phys., “Biomedical Applications of Chitin, Chitosan, and Their Derivatives”, *J. Macromol. Sci.*,40(1): 69–83 (2000).
- Domard A., “Determination of N-Acetyl Content in Chitosan Samples by CD Measurements”, *Int. J. Biol. Macromol*, 9: 333-336 (1987).
- Duman, S.S, Senel, S., “Kitosan ve Veteriner Alandaki Uygulamaları”, *Veteriner Cerrahi Dergisi*, 10: 62-72 (2004).
- El-Tahlawy, K.F., El-bendary, M.A., Elhendawy, A.G., Hudson S.M., “The Antimicrobial Activity of Cotton Fabrics Treated with Different Crosslinking Agents and Chitosan”, *Carbohydrate Polymers*, 60: 421-430 (2005).
- Fouda, M. M., “ Use of Natural Polysaccharides in Medical Textile Applications”, Doktora Tezi, *Essen University*, Almanya (2005).
- Gagne, N., “Production of Chitin and Chitosan from Crustacean Waste and Their Use as A Food Processing Aid”, PhD Tezi, *McGill University*, Canada (1993).
- Gaill, F., Persson, J., Sugiyama,P., Vuong, R., Chanzy, H., “The chitin system in the tubes of deep sea hydrothermal vent worms.” *Journal of Structural Biology*, 109: 116-128 (1992).
- Gökçe, Y., “Kitosanın Nanoparçacıklarının Sentezi”, Yüksek Lisans Tezi, *Ankara Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*, Ankara, (2008).
- Guang, W.Y., “The Effect of Chitosan and Its Derivatives on the Dyeability of Silk”, Ph.D.Tezi, *Hong Kong Polytechnic University*, Hong Kong (2002).

### KAYNAKLAR (Devam ediyor)

- Herrera, J.R., “The Distribution and Quantitative Importance of Chitin in Fungi”, *Proceedings of the First International Conference on Chitin/Chitosan*, Cambridge, (1978).
- Herth, W., Kuppel, A., Schnepf, E., “Chitinous fibrils in the lorica of the flagellate chrysophyte *Poterioochromonas stipitata*(syn. *Ochromonas malhamensis*)” *The Journal Cell Biolog*, 73: 311-321 (1977).
- Hirano, S., Inui, H., Mikami, T., Ishigami, Y., Hisamori, H, “An Alkaline Chitin Solution and Some O-alkylchitin Derivatives”, *Agricultural Biological Chemistry*, 55:2627-2628 (1991).
- Howling, G.I., Dettmar, P.W., Goddard, P.A., Hampson, F.C., Dornish, M., Wood, E.J., “The Effect of Chitin and Chitosan on the Proliferation of Human Skin Fibroblasts and Keratinocytes in Vitro”, *Biomaterials*, 22: 2959-2966 (2001).
- Hwang, J.K., Kim, H-J., Yoon, S.J., Pyun, Y.R., “Bactericidal activity of chitosan on *E. coli*.”, *Advances in Chitin Science*, 340–344 (1998).
- Illanes, A., Ruiz, A., Zuniga, M.E., Aguirre, C., O’Reilly, S., Curotto, E., “Immobilization of lactase for the Continuous Hydrolysis of Whey Permeate”, *Journal of Biomedical Materials Research*, 5: 257-262 (1992).
- Ilgaz S., Duran D., Mecit D., Basal G., Gülümser T., Tarakçioğlu I., “Medikal Tekstiller”, *Tekstil Teknik Dergisi*, 38-162 (2007).
- Johnson, E.L., Peniston, Q.P., “Utilization of Shellfish Waste for Chitin and Chitosan Production”, Westport, CT, (1982).
- Kamil, Y.V.A.J., “Chitosan as an Edible Film for Production of Seafood Quality”, Master Tezi, *Memorial University of Newfoundland*, Canada 9-14 (2000).

### KAYNAKLAR (Devam ediyor)

- Kardos, N., Lache, J., “Sonochemistry of Carbonhydrate Compounds”, *Carbonhydrate Research*, 332: 115-131 (2001)
- Knorr, D., “Functional Properties of Chitin and Chitosan”, *Journal of Food Science and Technology*, 47: 593-595 (1982).
- Knorr, D., “Recovery and Utilization of Chitin and Chitosan in Food Processing Waste Management”, *Food Technology*, 114-122(1991).
- Koide, S. S., “ Chitin-Chitosan: Properties, benefits and risks.”, *Nutrition Research*, 18: 1091-1101 (1998).
- Kumar R.,. “A review of chitin and chitosan applications”, *Reactive and Functional Polymers*, 46: 1-27 (2000).
- Li, Q., Dunn, E.T., Grandmaison, E.W., Goosen, M.F.A., “Application and Properties of Chitosan”, *Journal of Bioactive and Compatible Polymers*, 7: 371-397 (1992).
- Lim, S.H., “Synthesis Of A Fiber-Reactive Chitosan Derivative And its Application to Cotton Fabric as an Antimicrobial Finish and a Dyeing-Improving Agent”, Doktora Tezi, *North Carolina State University*, Raleigh (2002).
- Mahan, F., “Kitosanla Kaplanmış Soyulmuş Sosislerin Mikrobiyolojik Kalitesi Ve Raf Ömürlerinin Araştırılması”, Yüksek Lisans Tezi, *İstanbul Üniversitesi Sağlık Bilimleri Enstitüsü*, İstanbul (2007).
- Maghami, G.G., Roberts, G.A.F., “Evaluation of Viscometric Constants of Chitosan”, *Macromolecular Chemistry*, 189: 195-200 (1988).
- Mason, T.J., “Developments in ultrasound – non-medical”, *Progress in Biophysics and Molecular Biology*, 93:166-175 (2007).
- Montazer, M., Afjeh, G., “Simultaneous X-Linking and Antimicrobial Finishing of Cotton Fabric”, *Journal of Applied Polymer Science*, 103: 178-185 (2007).

**KAYNAKLAR (Devam ediyor)**

- Moore, G.K. ve Roberts, G.A.F., “Determination of the Degree of N-Acetylation of Chitosan”, *International Journal of Biological Macromolecules*, 2: 115-116 (1980).
- Moorjan, M.N.; Achutha, V.; Khasim, D.I.: “Parameters Affecting the Viscosity of Chitosan from Prawn Waste”, *J. Food Sci. Tech.* 12: 187- 189(1975).
- Muzzarelli, R., “Chitin”, *Pergamon Press*, Oxford, UK (1977).
- Muzzarelli, R., Jeuniaux, C., Gooday, G.W., “ Chitin in Nature and Technology” *Plenum Publishing Corporation*,107-120 (1986).
- Muzzarelli, R.A.A., “Modified Chitosans and Their Chromatographic Performances”, PhD Thesis, *McGill University*, Montreal, Canada (1993).
- No, H.K., Meyers, S.P., “Method for Rapid and Accurate Measurements of Chitosan Viscosity”, *Journal of Food Sciences and Nutrition*, 85-87 (1999).
- Queen, H., “Electrospinning Chitosan-based Nanofibers for Biomedical Applications”, MSc Thesis, *Graduate Faculty of North Carolina State University*, (2006).
- Polat, H., “Kitin ve Kitosan Biyosorbentlerinin Pembe Karides (*Parapenaeus longirostris*) Kabuk Atıklarından Sentezlenmesi Karakterizasyonu ve Karşılaştırılmalı Zehirli Metal Adsorpsiyon Çalışmaları”, Tübitak Projesi, *İzmir Yüksek Teknoloji Enstitüsü*, İzmir (2008).
- Rinaudo, M., “Chitin and chitosan: Properties and applications”, *Progress in Polymer Science*, 31: 603-632 (2006).

**KAYNAKLAR (Devam ediyor)**

- Roberts, G.A.F., Domszy, J.G., “Determination of the Viscometric Constants for Chitosan”, *International Journal of Biological Macromolecules*, 4: 374-377 (1982).
- Rout, S.K., “Phsicochemical, Functional, and Spectroscopic Analysis of Crawfish Chitin and Chitosan as Effected by Process Modification”, PhD. Tezi, *Louisianan State University*, USA, 3-6 (2001).
- Sabnis, S., Block, L.H., “Improved Infrared Spectroscopic Method for the Analysis of Degree of N-deacetylation of Chitosan”, *Bulletin of the Polish Academy of Sciences Technical Sciences*, 39: 51-69 (1997).
- Sakamoto, J., Sugiyama, J., Kimura, S., Imai, T., Itoh, T., Watanabe, T., “Artificial chitin spherulites composed of single crystalline ribbons of -chitin via enzymatic polymerization”, *Macromoleculers*, 33: 4155-4160 (2000).
- Samuels, R.J., “Solid-State Characterization of the Ctructure of Chitosan Films”, *Journal of Polymer Science*, 19: 1081-1105 (1981).
- Sannan, T., Kurita, K., Iwakura, Y., Ogura, K., “Studies on Chitin: 7. I.R. Spectroscopic Determination of Degree of Deacetylation”, *Polymers*, 19: 458-459 (1978).
- Shahidi, F., Synowiecki, J., “Isolation and Characterization of Nutrients and Value-Added Products from Snow Crab (*Chionecetes opilio*) and Shrimp (*Pandalus borealis*) Processing Discards”, *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 39: 1527-1532 (1991).
- Shahidi, F., Arachchi J.K.V., Jeon, Y.J., “Food Applications of chitin and chitosans”, *Trends in Food Science &Technology*, 10: 37-51 (1999).

### KAYNAKLAR (Devam ediyor)

- Shahidi, F. ve R. Abuzaytoun, "Chitin, chitosan, and coproducts: chemistry, production, applications, and health effects", *Advances in Food and Nutrition Research*, 49: 93-135 (2005).
- Simpson, B.K., Gagne, N., Simpson, M. V., "Bioprocessing of Chitin and Chitosan", In Kamil, Y.V.A.J. (1994).
- Sudarshan, N.R., Hoover, D.G., Knorr, D., "Antibacterial Action of Chitosan", *Food Biotechnology*, 6: 257-272 (1992).
- Şahin, M., "Kitosanın Schiff Bazı Türevlerinin Sentezi ve Metal Komplekslerinin İncelenmesi", Doktora Tezi, *Selçuk Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*, Konya (2007).
- Şahin, U.K., Gürsoy N.Ç., "Tekstil Endüstrisinde Kitin Ve Kitosan Uygulamaları" *Tekstil Teknik*, İstanbul, 176-245 (2005).
- Şayan, E., "Ultras ses Kullanılarak Reaktif Tekstil Boyar Maddesinin Renk ve KOİ Gideriminin Modellemesi ve Optimizasyonu", *Atatürk Üniversitesi-Kimya Mühendisliği Bölümü*, Erzurum (2005).
- Şenol, M., "İstanbul Çevresinden Elde Edilen Karides Kabuklarından Chitosan Üretilmesi Ve Peynir Suyundan Laktoz Laktoz İzolasyonu İşleminde Kullanılması", Yüksek Lisans Tezi, *Marmara Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*, İstanbul (2005).
- Tan, S.C., Khor, E., Tan, T.K., Wong, S.M., "The Degree of Deacetylation of Chitosan: Advocating the First Derivative UV-Spectrophotometry Method of Determination", *Talanata*, 45: 713-719 (1998).

**KAYNAKLAR (Devam ediyor)**

- Tereyama, H., “Method of Colloid Titration (A New Titration between Polymer İons)”, *Journal of Polymer Science*, 8: 243-253 (1952).
- Toei, K., Kohara, T., “A Conductometric Method for Colloid Titrations”, *Analytica Chimica Acta* 83: 59-65 (1976).
- Tolaimate, A., Desbrieres, J., Rhazi, M., Alagui, A., “Contribution to the Preparation of Chitins and Chitosans with Controlled Physico-Chemical Properties”, *Polymer*, 44: 7939-7952 (2003).
- Tsugita, T., “Chitin/ Chitosan and Their Applications”, PhD Thesis, *McGill University*, Montreal, Canada 4,5 (1993).
- TÜİK, “Su Ürünleri İstatistikleri”, *Türkiye İstatistik Kurumu Yayınları*, Ankara (2011).
- Wollinaa, U., Heideb, M., Müller-Litzb, W., Obenauf D., Ashc. J., “Functional Textiles in Prevention of Chronic Wounds,Wound Healing and Tissue Engineering; Curr Probl Dermatol” *Karger*, 31: 82–97 (2003).
- Zhang, M., A. Haga, “Structure of insect chitin isolated from beetle larva cuticle and silkworm (Bombyx mori) pupa exuvia”, *International Journal of Biological Macromolecules*, 27: 99-105, (2000).

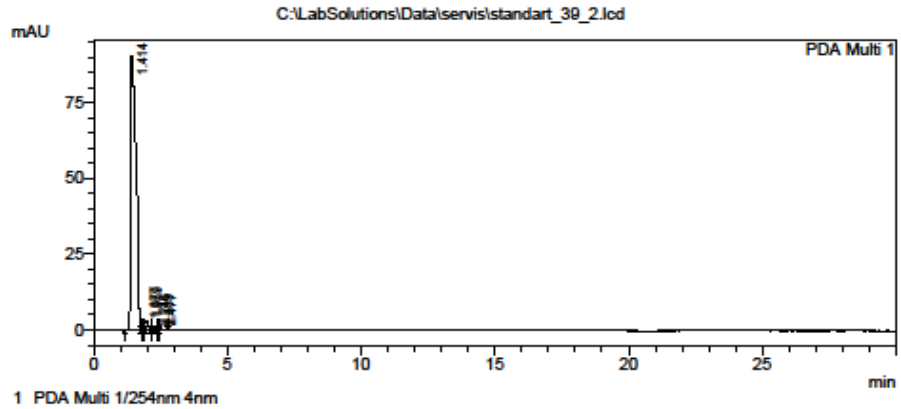
**EK – 1:** Konsantrasyonu %50 olan kitosana ait HPLC analizi

21.10.2014 13:52:37 1 / 1

Picture == **BİLECİK ÜNİVERSİTESİ MERKEZİ LABORATUVARI**

C:\LabSolutions\Data\servis\standart\_39\_2.lcd  
 Acquired by : Admin  
 Sample Name : standart\_39  
 Sample ID :  
 Tray# : 1  
 Vial # : 2  
 Injection Volume : 10 uL  
 Data File Name : standart\_39\_2.lcd  
 Method File Name : Derya\_30092014.lcm  
 Batch File Name : Derya\_30092014.lcb  
 Report File Name : lc report.lcr  
 Data Acquired : 30.09.2014 11:39:21  
 Data Processed : 30.09.2014 12:09:24

## &lt;Chromatogram&gt;



PDA Ch1 254nm 4nm

Peak Table

Peak#	Ret. Time	Area	Height	Area %	Height %
1	1.414	1244183	90563	96.034	92.919
2	1.877	18049	2613	1.393	2.681
3	1.959	24743	3044	1.910	3.123
4	2.246	4376	524	0.338	0.538
5	2.389	1335	323	0.103	0.331
6	2.477	2878	398	0.222	0.408
Total		1295565	97465	100.000	100.000

PDA Quantitative Results

C:\LabSolutions\Data\servis\standart\_39\_2.lcd

## EK – 2: Konsantrasyonu %25 olan kitosana ait HPLC analizi

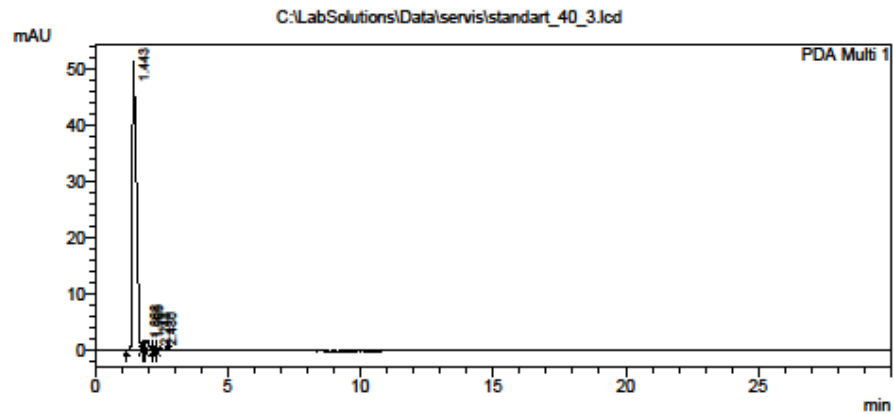
21.10.2014 13:53:31 1 / 1

Picture == BİLECİK ÜNİVERSİTESİ MERKEZİ LABORATUVARI:

C:\LabSolutions\Data\servis\standart\_40\_3.lcd

Acquired by : Admin  
 Sample Name : standart\_40  
 Sample ID :  
 Tray# : 1  
 Vail # : 3  
 Injection Volume : 10 uL  
 Data File Name : standart\_40\_3.lcd  
 Method File Name : Derya\_30092014.lcm  
 Batch File Name : Derya\_30092014.lcb  
 Report File Name : lc report.lcr  
 Data Acquired : 30.09.2014 12:09:53  
 Data Processed : 30.09.2014 12:39:54

## &lt;Chromatogram&gt;



PeakTable

PDA Ch1 254nm 4nm

Peak#	Ret. Time	Area	Height	Area %	Height %
1	1.443	546872	51412	94.688	92.745
2	1.868	10953	1591	1.896	2.869
3	1.985	14156	1820	2.451	3.283
4	2.348	2381	321	0.412	0.579
5	2.480	3188	290	0.552	0.524
Total		577549	55434	100.000	100.000

PDA

Quantitative Results

C:\LabSolutions\Data\servis\standart\_40\_3.lcd

**EK – 3:** Konsantrasyonu %12,5 olan kitosana ait HPLC analizi

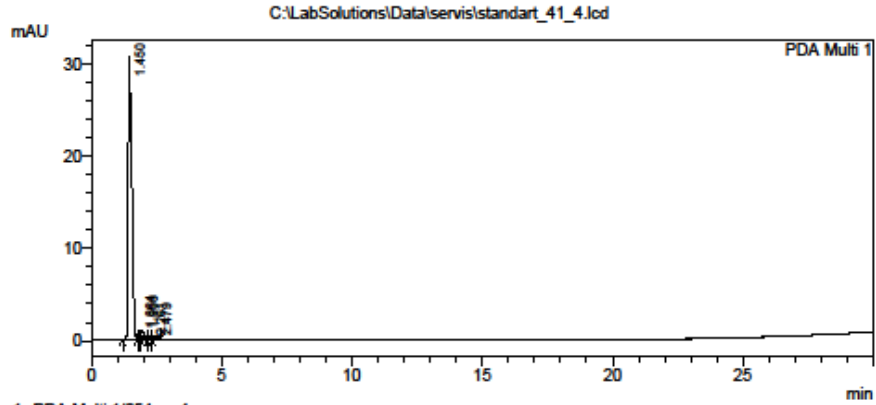
21.10.2014 13:54:17 1 / 1

**== BİLECİK ÜNİVERSİTESİ MERKEZİ LABORATUVARI**

Picture

C:\LabSolutions\Data\servis\standart\_41\_4.lcd

Acquired by : Admin  
 Sample Name : standart\_41  
 Sample ID :  
 Tray# : 1  
 Vial # : 4  
 Injection Volume : 10 uL  
 Data File Name : standart\_41\_4.lcd  
 Method File Name : Derya\_30092014.lcm  
 Batch File Name : Derya\_30092014.lcb  
 Report File Name : lc report.lcr  
 Data Acquired : 30.09.2014 12:40:22  
 Data Processed : 30.09.2014 13:10:23

**<Chromatogram>****Peak Table**

PDA Ch1 254nm 4nm

Peak#	Ret. Time	Area	Height	Area %	Height %
1	1.450	304154	30780	94.591	92.748
2	1.884	6005	946	1.868	2.852
3	1.958	8001	1046	2.488	3.151
4	2.261	1612	189	0.501	0.570
5	2.479	1777	225	0.533	0.679
Total		321549	33186	100.000	100.000

**Quantitative Results**

PDA

C:\LabSolutions\Data\servis\standart\_41\_4.lcd

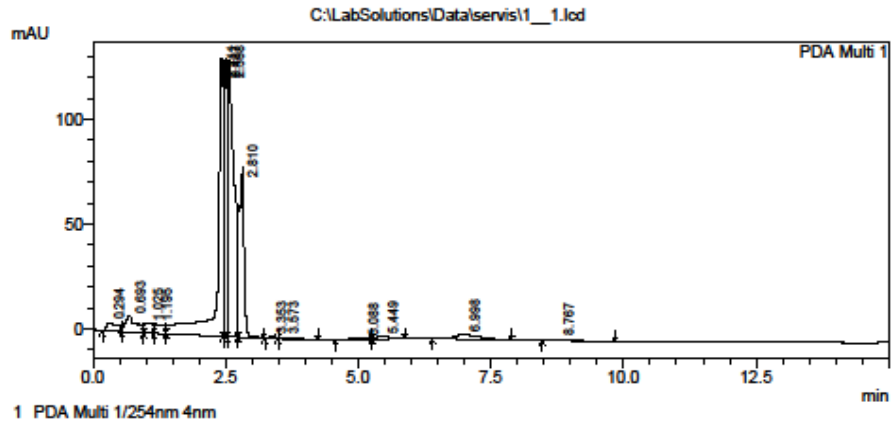
**EK – 4:** Ultrasonlu ortamda, 3M çözelti kullanılarak, 60°C’ de 120 dk elde edilen kitosana ait HPLC analizi

14.10.2014 14:57:09 1 / 2

Picture == **BİLECİK ÜNİVERSİTESİ MERKEZİ LABORATUVARI**

C:\LabSolutions\Data\servis1\_\_1.lcd  
 Acquired by : Admin  
 Sample Name : 1\_  
 Sample ID :  
 Tray# : 1  
 Vial # : 1  
 Injection Volume : 10 uL  
 Data File Name : 1\_\_1.lcd  
 Method File Name : Derya\_30092014.lcm  
 Batch File Name : Derya\_30092014.lcb  
 Report File Name : lc report.lcr  
 Data Acquired : 14.10.2014 13:54:12  
 Data Processed : 14.10.2014 14:09:14

## &lt;Chromatogram&gt;



PeakTable

Peak#	Ret. Time	Area	Height	Area %	Height %
1	0.294	63048	3887	1.731	0.768
2	0.693	116370	7839	3.195	1.549
3	1.025	49566	4357	1.361	0.861
4	1.195	59704	4423	1.639	0.874
5	2.411	1086764	132950	29.833	26.270
6	2.487	481883	132586	13.228	26.198
7	2.558	1125267	132388	30.890	26.159
8	2.810	503752	81363	13.829	16.077
9	3.353	8510	720	0.234	0.142
10	3.573	17692	781	0.486	0.154
11	5.088	15813	548	0.434	0.108
12	5.449	24865	1289	0.683	0.255
13	6.998	69587	2211	1.910	0.437
14	8.767	19986	744	0.549	0.147
Total		3642805	506086	100.000	100.000

PDA

Quantitative Results

C:\LabSolutions\Data\servis1\_\_1.lcd

**EK – 5:** Ultrasonuz ortamda, 3M çözelti kullanılarak, 60°C’ de 120 dk elde edilen kitosana ait HPLC analizi

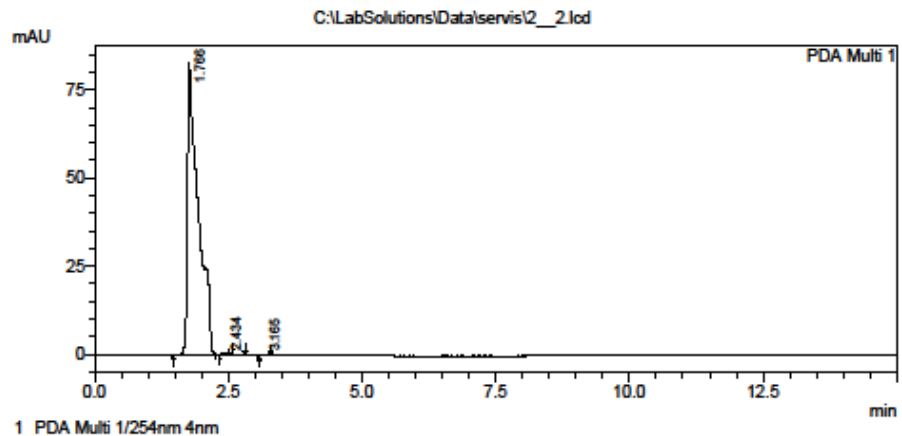
14.10.2014 15:00:15 1 / 1

Picture == **BİLECİK ÜNİVERSİTESİ MERKEZİ LABORATUVARI**

C:\LabSolutions\Data\servis2\_\_2.lcd

Acquired by : Admin  
 Sample Name : 2\_  
 Sample ID :  
 Tray# : 1  
 Vial # : 2  
 Injection Volume : 10 uL  
 Data File Name : 2\_\_2.lcd  
 Method File Name : Derya\_30092014.lcm  
 Batch File Name : Derya\_30092014.lcb  
 Report File Name : lc report.lcr  
 Data Acquired : 14.10.2014 14:09:41  
 Data Processed : 14.10.2014 14:24:44

## &lt;Chromatogram&gt;



PDA Ch1 254nm 4nm

PeakTable

Peak#	Ret. Time	Area	Height	Area %	Height %
1	1.766	1169407	83051	99.717	99.450
2	2.434	2104	251	0.179	0.300
3	3.165	1220	208	0.104	0.249
Total		1172731	83510	100.000	100.000

PDA

Quantitative Results

C:\LabSolutions\Data\servis2\_\_2.lcd

**EK – 6:** Ultrasonlu ortamda, 1M çözelti kullanılarak, 60°C’ de 120 dk elde edilen kitosana ait HPLC analizi

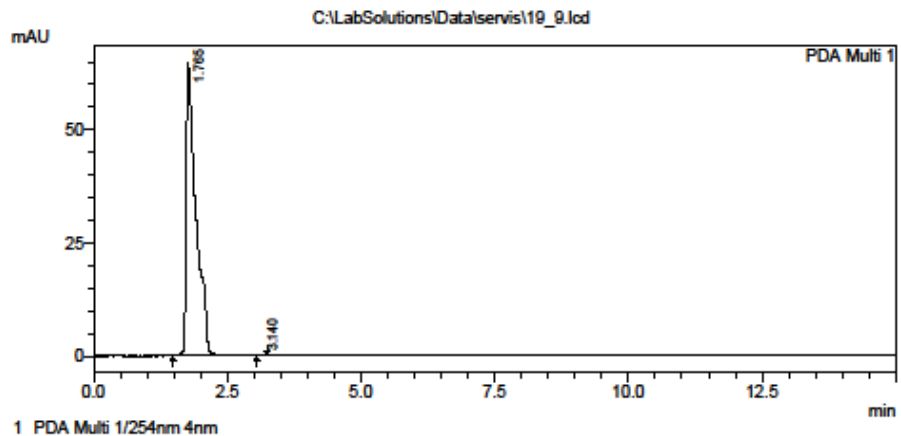
15.10.2014 12:19:22 1 / 1

Picture == **BİLECİK ÜNİVERSİTESİ MERKEZİ LABORATUVARI:**

C:\LabSolutions\Data\servis\19\_9.lcd

Acquired by : Admin  
 Sample Name : 19  
 Sample ID :  
 Tray# : 1  
 Vial # : 9  
 Injection Volume : 10 uL  
 Data File Name : 19\_9.lcd  
 Method File Name : Derya\_30092014.lcm  
 Batch File Name : Derya\_30092014.lcb  
 Report File Name : Default.lcr  
 Data Acquired : 15.10.2014 10:43:51  
 Data Processed : 15.10.2014 10:58:54

## &lt;Chromatogram&gt;



PDA Ch1 254nm 4nm

PeakTable

Peak#	Ret. Time	Area	Height	Area %	Height %
1	1.765	821084	64882	99.861	99.670
2	3.140	1140	215	0.139	0.330
Total		822224	65096	100.000	100.000

PDA

Quantitative Results

C:\LabSolutions\Data\servis\19\_9.lcd

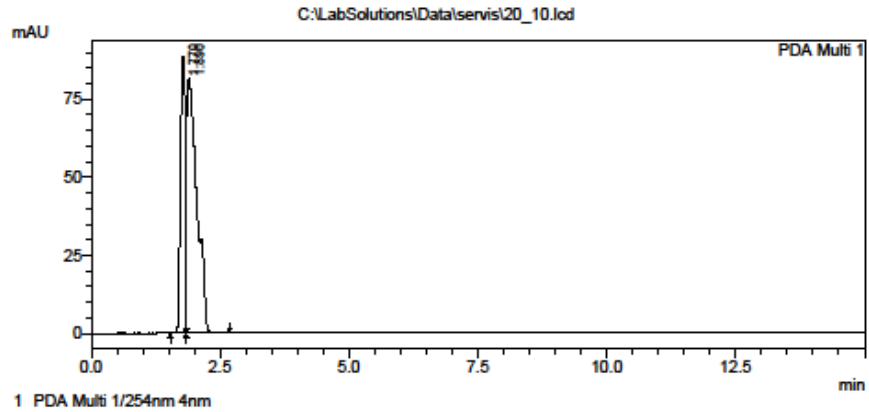
**EK – 7:** Ultrasonuz ortamda, 1M çözelti kullanılarak, 60°C’ de 120 dk elde edilen kitosana ait HPLC analizi

15.10.2014 12:21:07 1 / 1

Picture == **BİLECİK ÜNİVERSİTESİ MERKEZİ LABORATUVARI**

Acquired by : Admin  
 Sample Name : 20  
 Sample ID :  
 Tray# : 1  
 Vial # : 10  
 Injection Volume : 10 uL  
 Data File Name : 20\_10.lcd  
 Method File Name : Derya\_30092014.lcm  
 Batch File Name : Derya\_30092014.lcb  
 Report File Name : Default.lcr  
 Data Acquired : 15.10.2014 10:59:22  
 Data Processed : 15.10.2014 11:14:25

<Chromatogram>



PeakTable

Peak#	Ret. Time	Area	Height	Area %	Height %
1	1.770	631744	88708	37.006	52.055
2	1.890	1075415	81706	62.994	47.945
Total		1707160	170414	100.000	100.000

PDA

Quantitative Results

C:\LabSolutions\Data\servis\20\_10.lcd

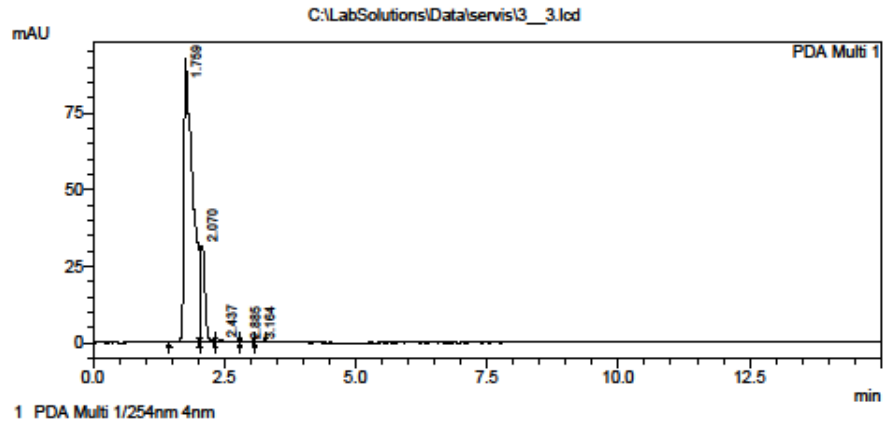
**EK – 8:** Ultrasonlu ortamda, 3M çözelti kullanılarak, 60°C’ de 60 dk elde edilen kitosana ait HPLC analizi

14.10.2014 15:03:04 1 / 1

Picture == **BİLECİK ÜNİVERSİTESİ MERKEZİ LABORATUVARI**

Acquired by : Admin  
 Sample Name : 3\_  
 Sample ID :  
 Tray# : 1  
 Vial # : 3  
 Injection Volume : 10 uL  
 Data File Name : 3\_3.lcd  
 Method File Name : Derya\_30092014.lcm  
 Batch File Name : Derya\_30092014.lcb  
 Report File Name : lc report.lcr  
 Data Acquired : 14.10.2014 14:25:13  
 Data Processed : 14.10.2014 14:40:18

## &lt;Chromatogram&gt;



PeakTable

Peak#	Ret. Time	Area	Height	Area %	Height %
1	1.759	1103504	92985	84.730	73.938
2	2.070	186774	31785	14.341	25.274
3	2.437	9200	629	0.708	0.500
4	2.885	1802	171	0.138	0.136
5	3.164	1094	192	0.084	0.133
Total		1302373	125762	100.000	100.000

PDA

Quantitative Results

C:\LabSolutions\Data\servis\3\_3.lcd

**EK – 9:** Ultrasonuz ortamda, 3M çözelti kullanılarak, 60°C’ de 60 dk elde edilen kitosana ait HPLC analizi

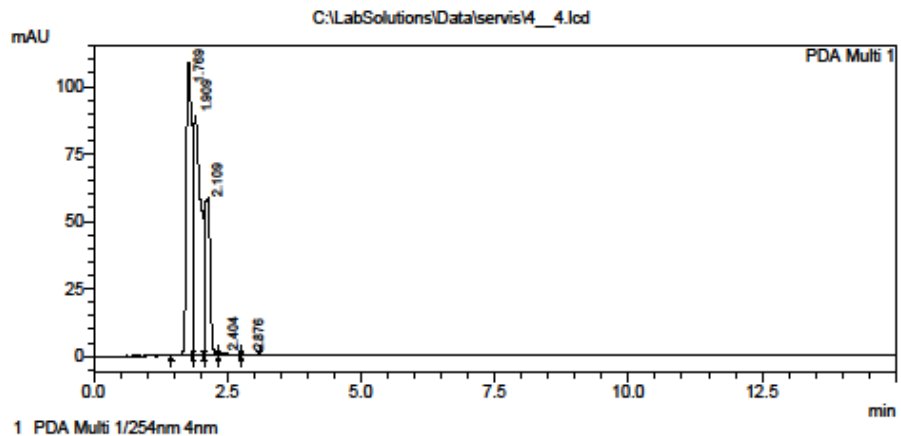
14.10.2014 15:04:54 1 / 1

Picture == **BİLECİK ÜNİVERSİTESİ MERKEZİ LABORATUVARI:**

C:\LabSolutions\Data\servis4\_\_4.lcd

Acquired by : Admin  
 Sample Name : 4\_  
 Sample ID :  
 Tray# : 1  
 Vial # : 4  
 Injection Volume : 10 uL  
 Data File Name : 4\_\_4.lcd  
 Method File Name : Derya\_30092014.lcm  
 Batch File Name : Derya\_30092014.lcb  
 Report File Name : lc report.lcr  
 Data Acquired : 14.10.2014 14:40:44  
 Data Processed : 14.10.2014 14:55:47

## &lt;Chromatogram&gt;



PeakTable

PDA Ch1 254nm 4nm

Peak#	Ret. Time	Area	Height	Area %	Height %
1	1.769	855678	109017	40.865	42.383
2	1.909	825527	89148	39.425	34.659
3	2.109	395955	57816	18.910	22.478
4	2.404	12889	888	0.616	0.345
5	2.876	3877	349	0.185	0.136
Total		2093925	257219	100.000	100.000

PDA

Quantitative Results

C:\LabSolutions\Data\servis4\_\_4.lcd

**EK – 10:** Ultrasonlu ortamda, 1M çözelti kullanılarak, 60°C’ de 60 dk elde edilen kitosana ait HPLC analizi

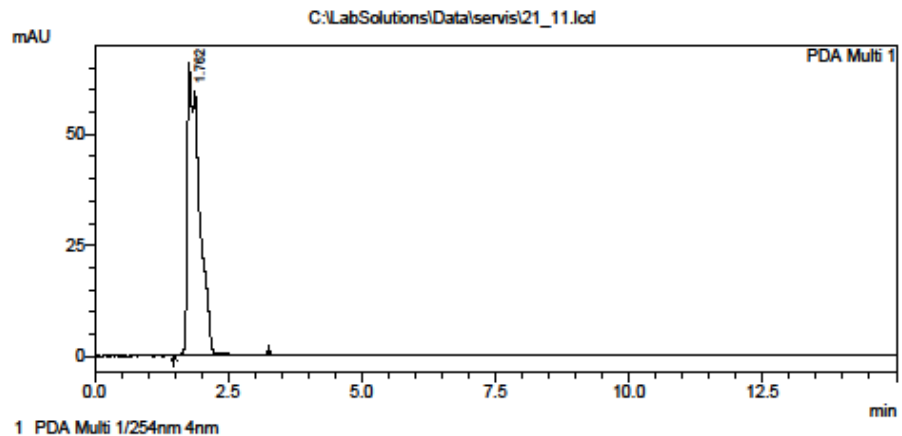
15.10.2014 12:22:21 1 / 1

Picture == **BİLECİK ÜNİVERSİTESİ MERKEZİ LABORATUVARI**

C:\LabSolutions\Data\servis\21\_11.lcd

Acquired by : Admin  
 Sample Name : 21  
 Sample ID :  
 Tray# : 1  
 Vial # : 11  
 Injection Volume : 10 uL  
 Data File Name : 21\_11.lcd  
 Method File Name : Derya\_30092014.lcm  
 Batch File Name : Derya\_30092014.lcb  
 Report File Name : Default.lcr  
 Data Acquired : 15.10.2014 11:14:53  
 Data Processed : 15.10.2014 11:29:55

## &lt;Chromatogram&gt;



PeakTable

PDA Ch1 254nm 4nm

Peak#	Ret. Time	Area	Height	Area %	Height %
1	1.762	1023799	66259	100.000	100.000
Total		1023799	66259	100.000	100.000

PDA

Quantitative Results

C:\LabSolutions\Data\servis\21\_11.lcd

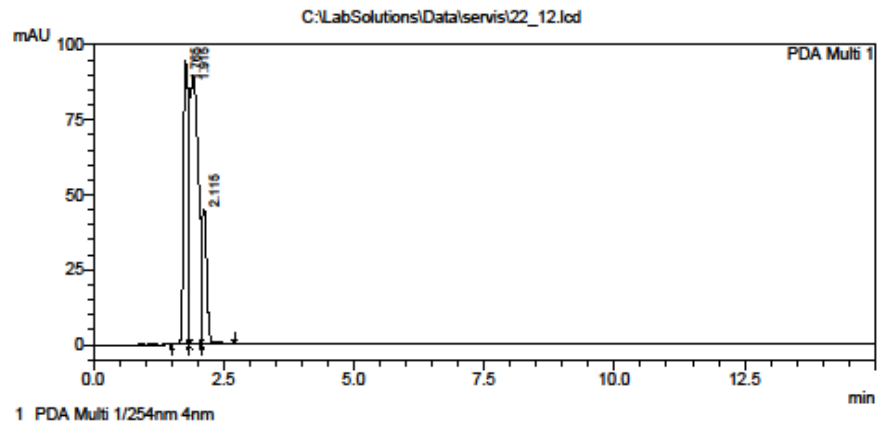
**EK – 11:** Ultrasonuz ortamda, 1M çözelti kullanılarak, 60°C’ de 60 dk elde edilen kitosana ait HPLC analizi

15.10.2014 12:23:38 1 / 1

Picture **== BİLECİK ÜNİVERSİTESİ MERKEZİ LABORATUVARI:**

C:\LabSolutions\Data\servis\22\_12.lcd  
 Acquired by : Admin  
 Sample Name : 22  
 Sample ID :  
 Tray# : 1  
 Vial # : 12  
 Injection Volume : 10 uL  
 Data File Name : 22\_12.lcd  
 Method File Name : Derya\_30092014.lcm  
 Batch File Name : Derya\_30092014.lcb  
 Report File Name : Default.lcr  
 Data Acquired : 15.10.2014 11:30:24  
 Data Processed : 15.10.2014 11:45:28

## &lt;Chromatogram&gt;



PeakTable

PDA Ch1 254nm 4nm

Peak#	Ret. Time	Area	Height	Area %	Height %
1	1.765	679373	94870	34.807	41.325
2	1.915	996060	89495	51.032	38.984
3	2.115	276418	45204	14.162	19.691
Total		1951851	229569	100.000	100.000

PDA

Quantitative Results

C:\LabSolutions\Data\servis\22\_12.lcd

**EK – 12:** Ultrasonlu ortamda, 3M çözelti kullanılarak, 60°C’ de 30 dk elde edilen kitosana ait HPLC analizi

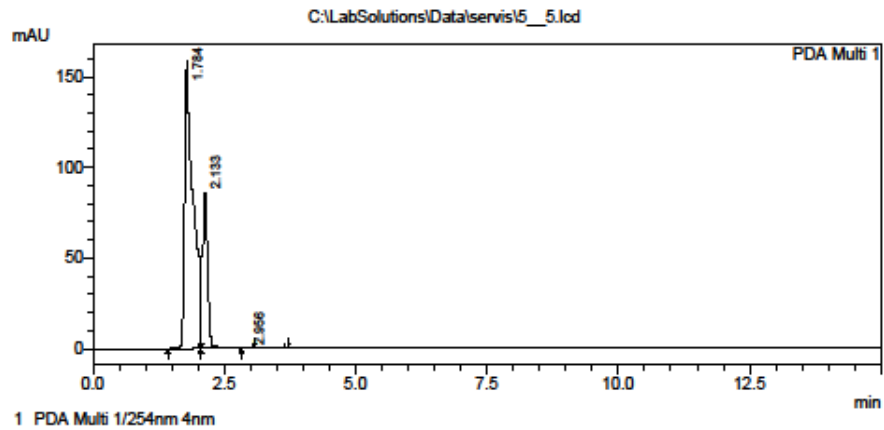
06.11.2014 09:50:41 1 / 1

Picture == **BİLECİK ÜNİVERSİTESİ MERKEZİ LABORATUVARI**

C:\LabSolutions\Data\servis\5\_\_5.lcd

Acquired by : Admin  
 Sample Name : 5\_  
 Sample ID :  
 Tray# : 1  
 Vial # : 5  
 Injection Volume : 10 uL  
 Data File Name : 5\_\_5.lcd  
 Method File Name : Derya\_30092014.lcm  
 Batch File Name : Derya\_30092014.lcb  
 Report File Name : lc report.lcr  
 Data Acquired : 14.10.2014 13:56:15  
 Data Processed : 14.10.2014 14:11:18

## &lt;Chromatogram&gt;



PeakTable

Peak#	Ret. Time	Area	Height	Area %	Height %
1	1.784	1802032	159032	75.544	64.792
2	2.133	582178	86248	24.406	35.139
3	2.956	1212	171	0.051	0.070
Total		2385422	245452	100.000	100.000

PDA

Quantitative Results

C:\LabSolutions\Data\servis\5\_\_5.lcd

**EK – 13:** Ultrasonuz ortamda, 3M çözelti kullanılarak, 60°C’ de 30 dk elde edilen kitosana ait HPLC analizi

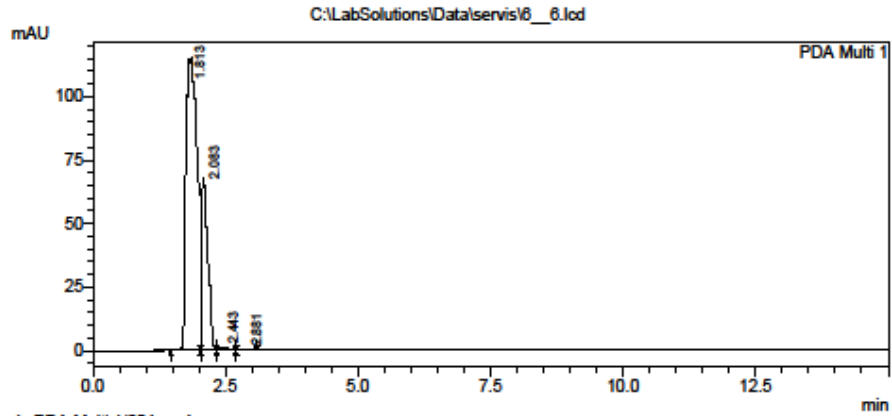
14.10.2014 15:29:35 1 / 1

Picture == **BİLECİK ÜNİVERSİTESİ MERKEZİ LABORATUVARI:**

C:\LabSolutions\Data\servis\6\_\_6.lcd

Acquired by : Admin  
 Sample Name : 6\_  
 Sample ID :  
 Tray# : 1  
 Vial # : 6  
 Injection Volume : 10 uL  
 Data File Name : 6\_\_6.lcd  
 Method File Name : Derya\_30082014.lcm  
 Batch File Name : Derya\_30082014.lcb  
 Report File Name : lc report.lcr  
 Data Acquired : 14.10.2014 15:11:46  
 Data Processed : 14.10.2014 15:26:48

## &lt;Chromatogram&gt;



PeakTable

Peak#	Ret. Time	Area	Height	Area %	Height %
1	1.813	1744538	114891	75.434	62.400
2	2.083	546833	67584	23.645	36.706
3	2.443	15681	1235	0.678	0.671
4	2.881	5621	411	0.243	0.223
Total		2312673	184121	100.000	100.000

Quantitative Results

PDA

C:\LabSolutions\Data\servis\6\_\_6.lcd

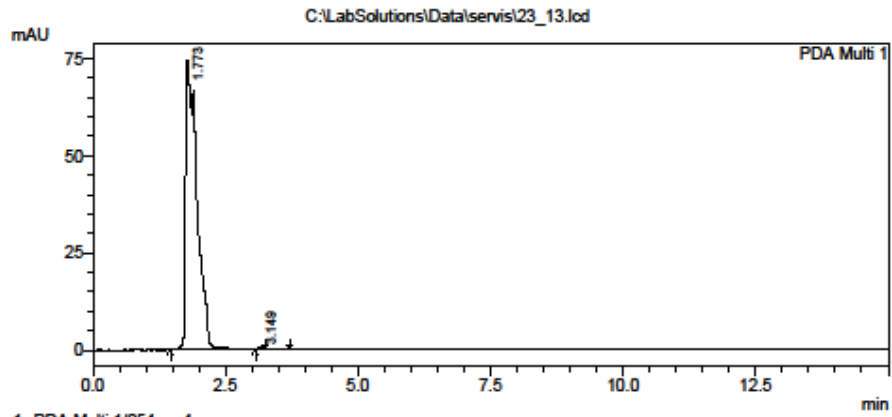
**EK – 14:** Ultrasonlu ortamda, 1M çözelti kullanılarak, 60°C’ de 30 dk elde edilen kitosana ait HPLC analizi

15.10.2014 12:24:45 1 / 1

Picture == **BİLECİK ÜNİVERSİTESİ MERKEZİ LABORATUVARI**

C:\LabSolutions\Data\servis\23\_13.lcd  
 Acquired by : Admin  
 Sample Name : 23  
 Sample ID :  
 Tray# : 1  
 Vial # : 13  
 Injection Volume : 10 uL  
 Data File Name : 23\_13.lcd  
 Method File Name : Derya\_30082014.lcm  
 Batch File Name : Derya\_30082014.lcb  
 Report File Name : Default.lcr  
 Data Acquired : 15.10.2014 11:45:54  
 Data Processed : 15.10.2014 12:00:57

## &lt;Chromatogram&gt;



PeakTable

Peak#	Ret. Time	Area	Height	Area %	Height %
1	1.773	1138726	74645	99.742	99.305
2	3.149	2943	522	0.258	0.695
Total		1141669	75168	100.000	100.000

PDA

Quantitative Results

C:\LabSolutions\Data\servis\23\_13.lcd

**EK – 15:** Ultrasonuz ortamda, 1M çözelti kullanılarak, 60°C’ de 30 dk elde edilen kitosana ait HPLC analizi

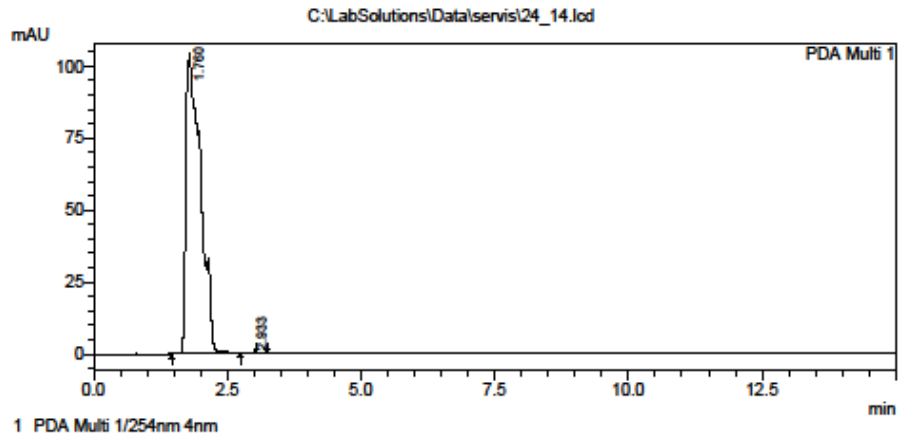
15.10.2014 12:28:10 1 / 1

Picture == **BİLECİK ÜNİVERSİTESİ MERKEZİ LABORATUVARI:**

C:\LabSolutions\Data\servis\24\_14.lcd

Acquired by : Admin  
 Sample Name : 24  
 Sample ID :  
 Tray# : 1  
 Vial # : 14  
 Injection Volume : 10 uL  
 Data File Name : 24\_14.lcd  
 Method File Name : Derya\_30092014.lcm  
 Batch File Name : Derya\_30092014.lcb  
 Report File Name : Default.lcr  
 Data Acquired : 15.10.2014 12:01:27  
 Data Processed : 15.10.2014 12:16:29

## &lt;Chromatogram&gt;



PeakTable

PDA Ch1 254nm 4nm

Peak#	Ret. Time	Area	Height	Area %	Height %
1	1.760	1987140	100015	99.935	99.871
2	2.933	1293	129	0.065	0.129
Total		1988434	100145	100.000	100.000

PDA

Quantitative Results

C:\LabSolutions\Data\servis\24\_14.lcd

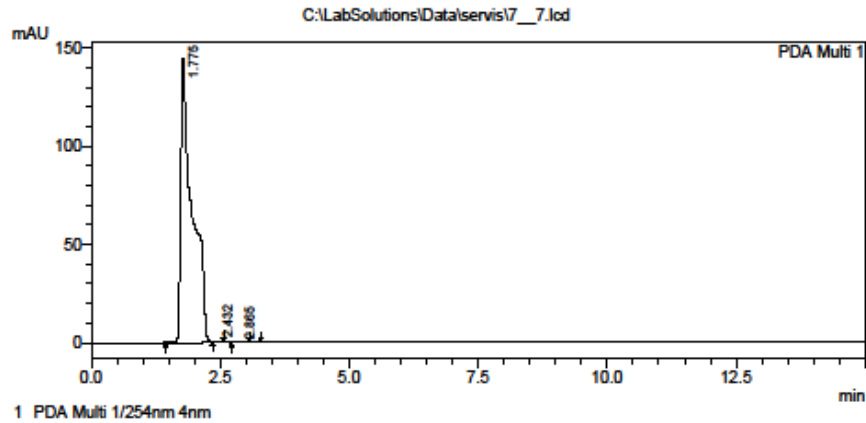
**EK – 16:** Ultrasonlu ortamda, 3M çözelti kullanılarak, 40°C’ de 120 dk elde edilen kitosana ait HPLC analizi

14.10.2014 15:45:28 1 / 1

Picture == **BİLECİK ÜNİVERSİTESİ MERKEZİ LABORATUVARI**

C:\LabSolutions\Data\servis17\_\_7.lcd  
 Acquired by : Admin  
 Sample Name : 7\_  
 Sample ID :  
 Tray# : 1  
 Vial # : 7  
 Injection Volume : 10 uL  
 Data File Name : 7\_\_7.lcd  
 Method File Name : Derya\_30092014.lcm  
 Batch File Name : Derya\_30092014.lcb  
 Report File Name : Default.lcr  
 Data Acquired : 14.10.2014 15:27:16  
 Data Processed : 14.10.2014 15:42:18

## &lt;Chromatogram&gt;



## PeakTable

PDA Ch1 254nm 4nm

Peak#	Ret. Time	Area	Height	Area %	Height %
1	1.775	2242569	144760	99.878	99.763
2	2.432	1134	181	0.051	0.125
3	2.865	1612	164	0.072	0.113
Total		2245316	145105	100.000	100.000

## Quantitative Results

PDA

C:\LabSolutions\Data\servis17\_\_7.lcd

**EK – 17:** Ultrasonuz ortamda, 3M çözelti kullanılarak, 40°C’ de 120 dk elde edilen kitosana ait HPLC analizi

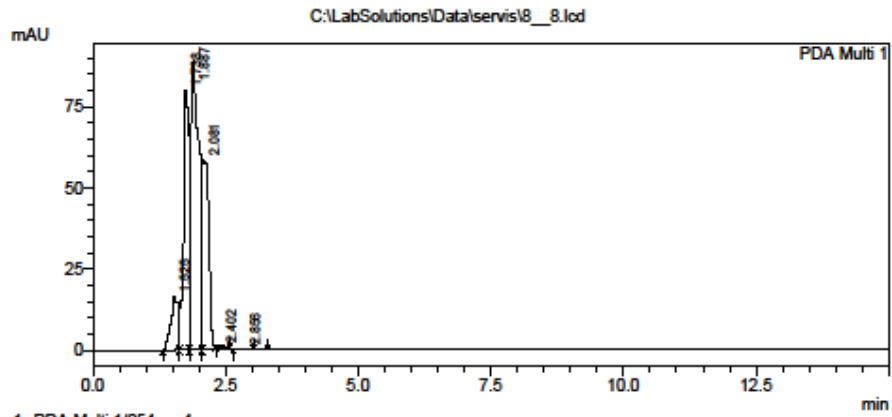
14.10.2014 16:00:19 1 / 1

Picture == **BİLECİK ÜNİVERSİTESİ MERKEZİ LABORATUVARI**

C:\LabSolutions\Data\servis\8\_8.lcd

Acquired by : Admin  
 Sample Name : 8\_  
 Sample ID :  
 Tray# : 1  
 Vial # : 8  
 Injection Volume : 10 uL  
 Data File Name : 8\_8.lcd  
 Method File Name : Derya\_30082014.lcm  
 Batch File Name : Derya\_30082014.lcb  
 Report File Name : Default.rcr  
 Data Acquired : 14.10.2014 15:42:47  
 Data Processed : 14.10.2014 15:57:48

## &lt;Chromatogram&gt;



1 PDA Multi 1/254nm 4nm

## PeakTable

Peak#	Ret. Time	Area	Height	Area %	Height %
1	1.325	169413	16664	7.561	6.774
2	1.738	585056	80230	26.110	32.615
3	1.887	988075	89412	44.097	36.347
4	2.081	490768	58842	21.902	23.921
5	2.402	5548	642	0.248	0.261
6	2.856	1845	203	0.082	0.082
Total		2240706	245991	100.000	100.000

PDA

Quantitative Results

C:\LabSolutions\Data\servis\8\_8.lcd

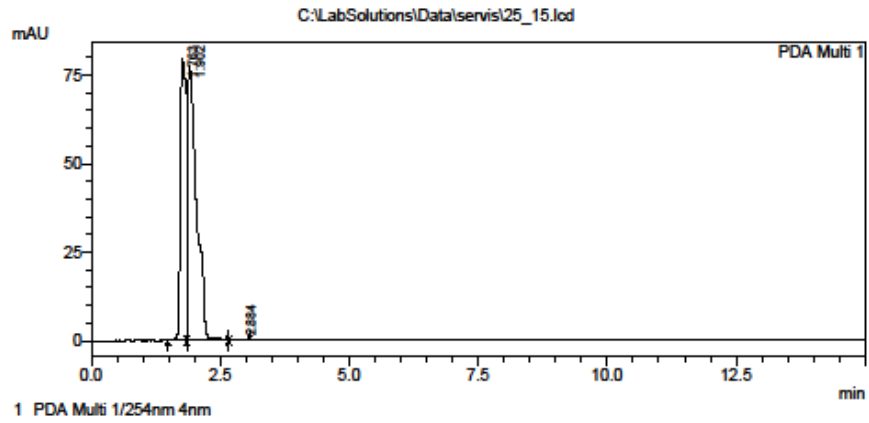
**EK – 18:** Ultrasonlu ortamda, 1M çözelti kullanılarak, 40°C’ de 120 dk elde edilen kitosana ait HPLC analizi

15.10.2014 13:16:57 1 / 1

Picture **== BİLECİK ÜNİVERSİTESİ MERKEZİ LABORATUVARI**

C:\LabSolutions\Data\servis\25\_15.lod  
 Acquired by : Admin  
 Sample Name : 25  
 Sample ID :  
 Tray# : 1  
 Vial # : 15  
 Injection Volume : 10 uL  
 Data File Name : 25\_15.lod  
 Method File Name : Derya\_30092014.lcm  
 Batch File Name : Derya\_30092014.lcb  
 Report File Name : DefaultUcr  
 Data Acquired : 15.10.2014 12:16:58  
 Data Processed : 15.10.2014 12:32:02

## &lt;Chromatogram&gt;



PeakTable

Peak#	Ret. Time	Area	Height	Area %	Height %
1	1.763	645922	79819	40.818	50.625
2	1.902	932147	77593	58.905	49.214
3	2.884	4394	254	0.278	0.161
Total		1582463	157665	100.000	100.000

PDA

Quantitative Results

C:\LabSolutions\Data\servis\25\_15.lod

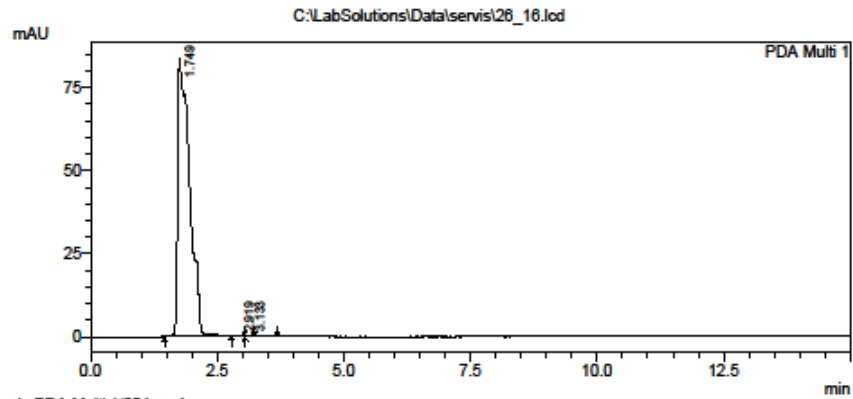
**EK – 19:** Ultrasonuz ortamda, 1M çözelti kullanılarak, 40°C’ de 120 dk elde edilen kitosana ait HPLC analizi

15.10.2014 13:18:13 1 / 1

Picture == **BİLECİK ÜNİVERSİTESİ MERKEZİ LABORATUVARI**

Acquired by : Admin  
 Sample Name : 26  
 Sample ID :  
 Tray# : 1  
 Vial # : 16  
 Injection Volume : 10 uL  
 Data File Name : 26\_16.lcd  
 Method File Name : Derya\_30092014.lcm  
 Batch File Name : Derya\_30092014.lcb  
 Report File Name : Default.lcr  
 Data Acquired : 15.10.2014 12:32:30  
 Data Processed : 15.10.2014 12:47:33

## &lt;Chromatogram&gt;



Peak Table

Peak#	Ret. Time	Area	Height	Area %	Height %
1	1.749	1373836	83900	99.804	99.490
2	2.919	1172	156	0.085	0.185
3	3.133	1533	274	0.111	0.325
Total		1376541	84330	100.000	100.000

PDA

Quantitative Results

C:\LabSolutions\Data\servis\26\_16.lcd

**EK – 20:** Ultrasonlu ortamda, 3M çözelti kullanılarak, 40°C’ de 60 dk elde edilen kitosana ait HPLC analizi

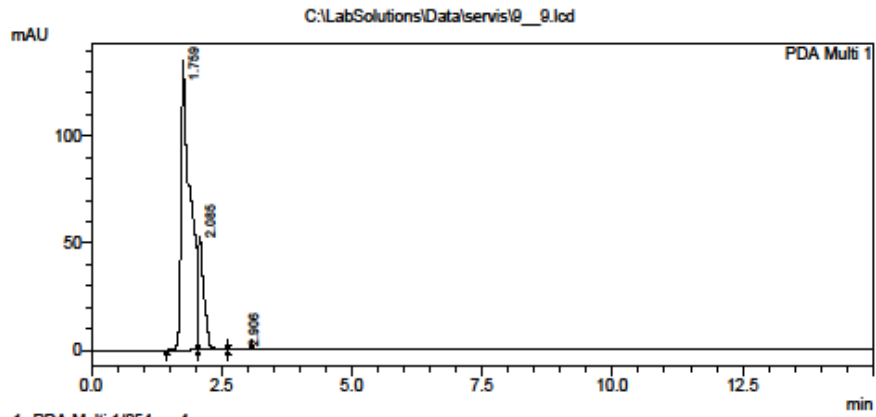
14.10.2014 16:15:14 1 / 1

Picture **== BİLECİK ÜNİVERSİTESİ MERKEZİ LABORATUVARI**

C:\LabSolutions\Data\servis\0\_9.lcd

Acquired by : Admin  
 Sample Name : 0\_  
 Sample ID :  
 Tray# : 1  
 Vial # : 9  
 Injection Volume : 10 uL  
 Data File Name : 0\_9.lcd  
 Method File Name : Derya\_30092014.lcm  
 Batch File Name : Derya\_30092014.lcb  
 Report File Name : Default.lcr  
 Data Acquired : 14.10.2014 15:58:18  
 Data Processed : 14.10.2014 16:13:19

## &lt;Chromatogram&gt;



Peak Table

Peak#	Ret. Time	Area	Height	Area %	Height %
1	1.759	1669182	135489	81.111	71.971
2	2.085	382949	52487	18.609	27.881
3	2.906	5770	280	0.280	0.149
Total		2057900	188256	100.000	100.000

PDA

Quantitative Results

C:\LabSolutions\Data\servis\0\_9.lcd

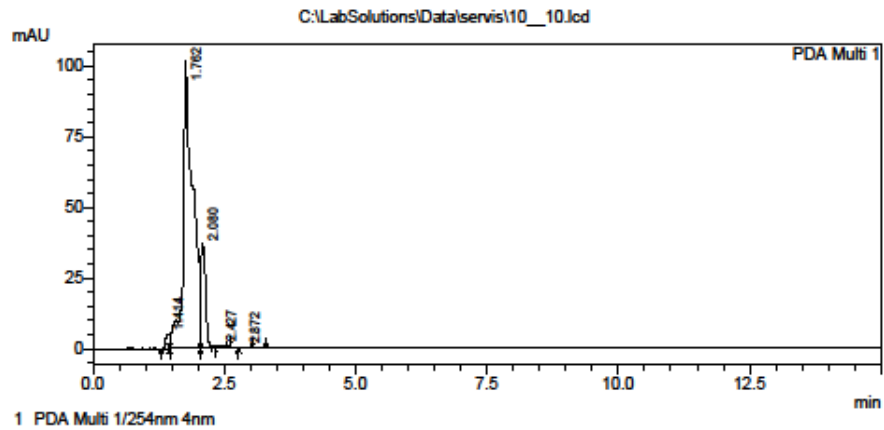
**EK – 21:** Ultrasonuz ortamda, 3M çözelti kullanılarak, 40°C’ de 60 dk elde edilen kitosana ait HPLC analizi

14.10.2014 16:30:48 1 / 1

Picture == **BİLECİK ÜNİVERSİTESİ MERKEZİ LABORATUVARI**

C:\LabSolutions\Data\servis10\_\_10.lcd  
 Acquired by : Admin  
 Sample Name : 10\_  
 Sample ID :  
 Tray# : 1  
 Vial # : 10  
 Injection Volume : 10 uL  
 Data File Name : 10\_\_10.lcd  
 Method File Name : Derya\_30092014.lcm  
 Batch File Name : Derya\_30092014.lcb  
 Report File Name : Default.lcr  
 Data Acquired : 14.10.2014 16:13:48  
 Data Processed : 14.10.2014 16:28:50

## &lt;Chromatogram&gt;



PDA Ch1 254nm 4nm

PeakTable

Peak#	Ret. Time	Area	Height	Area %	Height %
1	1.414	27696	5237	1.745	3.612
2	1.762	1321626	102024	83.291	70.373
3	2.080	231615	36980	14.597	25.308
4	2.427	4161	528	0.282	0.363
5	2.872	1665	209	0.105	0.144
<b>Total</b>		<b>1586763</b>	<b>144976</b>	<b>100.000</b>	<b>100.000</b>

PDA

Quantitative Results

C:\LabSolutions\Data\servis10\_\_10.lcd

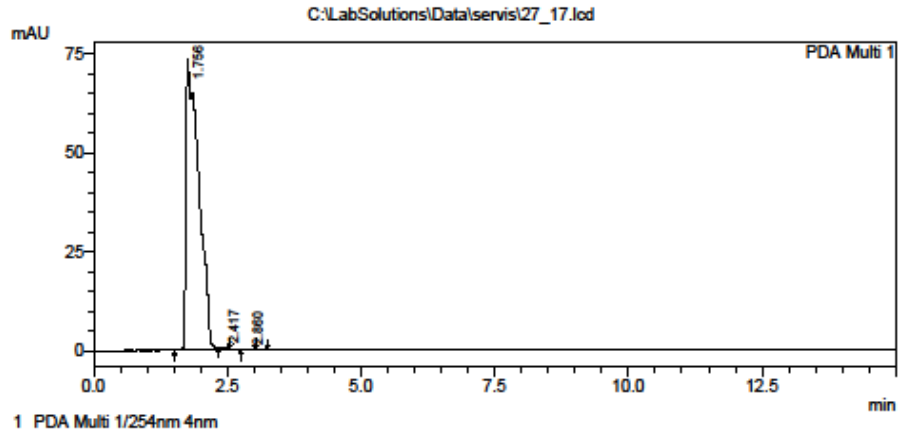
**EK – 22:** Ultrasonlu ortamda, 1M çözelti kullanılarak, 40°C’ de 60 dk elde edilen kitosana ait HPLC analizi

15.10.2014 13:19:28 1 / 1

Picture == **BİLECİK ÜNİVERSİTESİ MERKEZİ LABORATUVARI**

C:\LabSolutions\Data\servis\27\_17.lcd  
 Acquired by : Admin  
 Sample Name : 27  
 Sample ID :  
 Tray# : 1  
 Vial # : 17  
 Injection Volume : 10 uL  
 Data File Name : 27\_17.lcd  
 Method File Name : Derya\_30082014.lcm  
 Batch File Name : Derya\_30082014.lcb  
 Report File Name : Default.lcr  
 Data Acquired : 15.10.2014 12:48:02  
 Data Processed : 15.10.2014 13:03:04

## &lt;Chromatogram&gt;



Peak Table

Peak#	Ret. Time	Area	Height	Area %	Height %
1	1.756	1238208	73710	99.782	99.527
2	2.417	1508	202	0.122	0.272
3	2.860	1198	149	0.097	0.201
Total		1240914	74061	100.000	100.000

PDA

Quantitative Results

C:\LabSolutions\Data\servis\27\_17.lcd

**EK – 23:** Ultrasonuz ortamda, 1M çözelti kullanılarak, 40°C’ de 60 dk elde edilen kitosana ait HPLC analizi

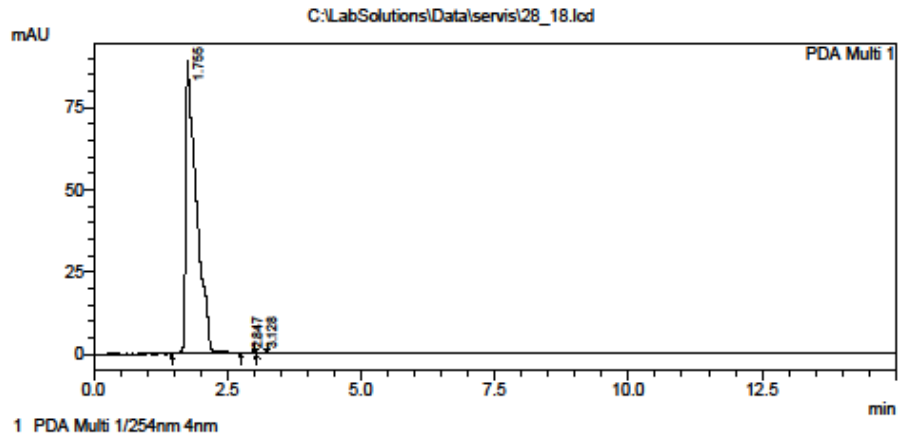
15.10.2014 13:21:27 1 / 1

Picture == **BİLECİK ÜNİVERSİTESİ MERKEZİ LABORATUVARI**

C:\LabSolutions\Data\servis\28\_18.lcd

Acquired by : Admin  
 Sample Name : 28  
 Sample ID :  
 Tray# : 1  
 Vial # : 18  
 Injection Volume : 10 uL  
 Data File Name : 28\_18.lcd  
 Method File Name : Derya\_30092014.lcm  
 Batch File Name : Derya\_30092014.lcb  
 Report File Name : Default.lcr  
 Data Acquired : 15.10.2014 13:03:32  
 Data Processed : 15.10.2014 13:18:35

## &lt;Chromatogram&gt;



PDA Ch1 254nm 4nm

PeakTable

Peak#	Ret. Time	Area	Height	Area %	Height %
1	1.755	1245743	89299	99.786	99.562
2	2.847	1436	156	0.115	0.174
3	3.128	1236	237	0.099	0.264
Total		1248415	89692	100.000	100.000

PDA

Quantitative Results

C:\LabSolutions\Data\servis\28\_18.lcd

**EK – 24:** Ultrasonlu ortamda, 3M çözelti kullanılarak, 40°C’ de 30 dk elde edilen kitosana ait HPLC analizi

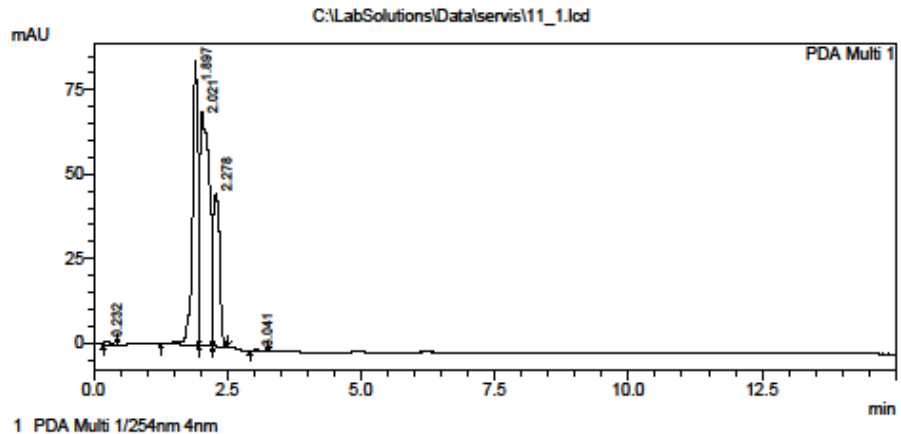
15.10.2014 08:57:25 1 / 1

Picture == **BİLECİK ÜNİVERSİTESİ MERKEZİ LABORATUVARI**

C:\LabSolutions\Data\servis\11\_1.lcd

Acquired by : Admin  
 Sample Name : 11  
 Sample ID :  
 Tray# : 1  
 Vial # : 1  
 Injection Volume : 10 uL  
 Data File Name : 11\_1.lcd  
 Method File Name : Derya\_30092014.lcm  
 Batch File Name : Derya\_30092014.lcb  
 Report File Name : lc report.lcr  
 Data Acquired : 15.10.2014 08:39:47  
 Data Processed : 15.10.2014 08:54:49

## &lt;Chromatogram&gt;



PeakTable

PDA Ch1 254nm 4nm

Peak#	Ret. Time	Area	Height	Area %	Height %
1	0.232	6079	1146	0.331	0.573
2	1.897	617698	84431	33.636	42.200
3	2.021	860465	69070	46.856	34.530
4	2.278	349886	45092	19.053	22.543
5	3.041	2291	269	0.125	0.135
Total		1836421	200029	100.000	100.000

PDA

Quantitative Results

C:\LabSolutions\Data\servis\11\_1.lcd

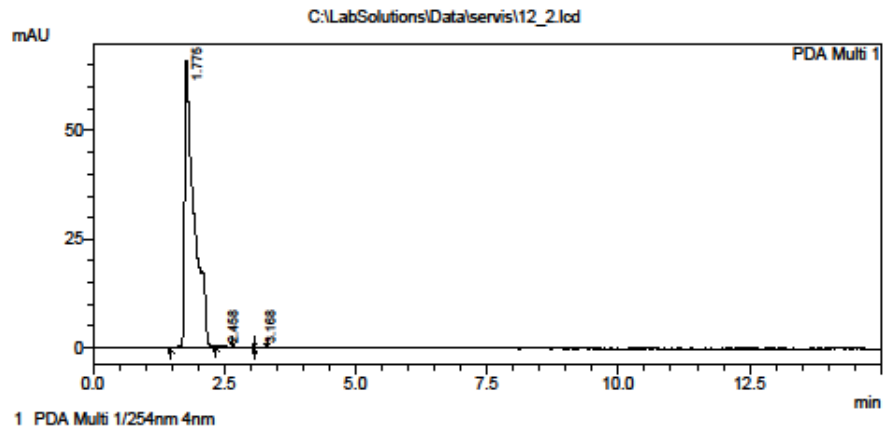
**EK – 25:** Ultrasonuz ortamda, 3M çözelti kullanılarak, 40°C’ de 30 dk elde edilen kitosana ait HPLC analizi

15.10.2014 09:15:14 1 / 1

Picture == **BİLECİK ÜNİVERSİTESİ MERKEZİ LABORATUVARI**

C:\LabSolutions\Data\servis\12\_2.lcd  
 Acquired by : Admin  
 Sample Name : 12  
 Sample ID :  
 Tray# : 1  
 Vial # : 2  
 Injection Volume : 10 uL  
 Data File Name : 12\_2.lcd  
 Method File Name : Derya\_30092014.lcm  
 Batch File Name : Derya\_30092014.lcb  
 Report File Name : lc report.lcr  
 Data Acquired : 15.10.2014 08:55:18  
 Data Processed : 15.10.2014 09:10:19

## &lt;Chromatogram&gt;



PDA Ch1 254nm 4nm

PeakTable

Peak#	Ret. Time	Area	Height	Area %	Height %
1	1.775	835757	66189	99.651	99.334
2	2.458	1693	227	0.202	0.341
3	3.168	1232	217	0.147	0.325
Total		838682	66633	100.000	100.000

PDA

Quantitative Results

C:\LabSolutions\Data\servis\12\_2.lcd

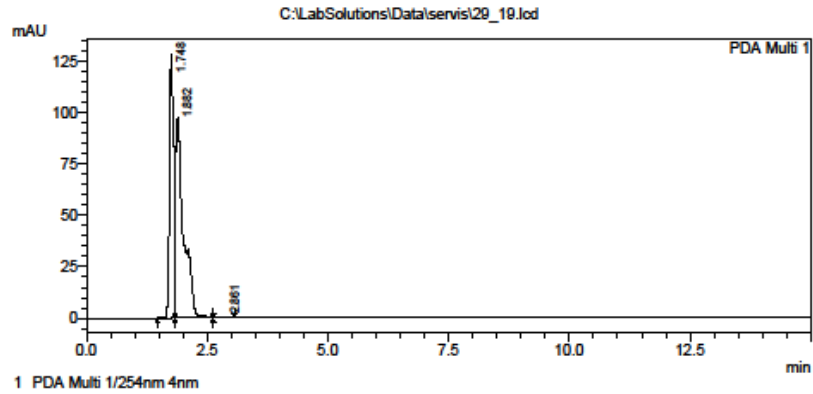
**EK – 26:** Ultrasonlu ortamda, 1M çözelti kullanılarak, 40°C’ de 30 dk elde edilen kitosana ait HPLC analizi

15.10.2014 13:35:02 1 / 1

Picture == **BİLECİK ÜNİVERSİTESİ MERKEZİ LABORATUVARI**

C:\LabSolutions\Data\servis29\_19.lcd  
 Acquired by : Admin  
 Sample Name : 29  
 Sample ID :  
 Tray# : 1  
 Vial # : 19  
 Injection Volume : 10 uL  
 Data File Name : 29\_19.lcd  
 Method File Name : Derya\_30092014.lcm  
 Batch File Name : Derya\_30092014.lcb  
 Report File Name : Default.lcr  
 Data Acquired : 15.10.2014 13:19:03  
 Data Processed : 15.10.2014 13:34:05

<Chromatogram>



PeakTable

Peak#	Ret. Time	Area	Height	Area %	Height %
1	1.748	807314	128777	41.986	56.842
2	1.882	1108457	97390	57.648	42.987
3	2.861	7025	388	0.365	0.171
Total		1922795	226555	100.000	100.000

PDA

Quantitative Results

C:\LabSolutions\Data\servis29\_19.lcd

**EK – 27:** Ultrasonuz ortamda, 1M çözelti kullanılarak, 40°C’ de 30 dk elde edilen kitosana ait HPLC analizi

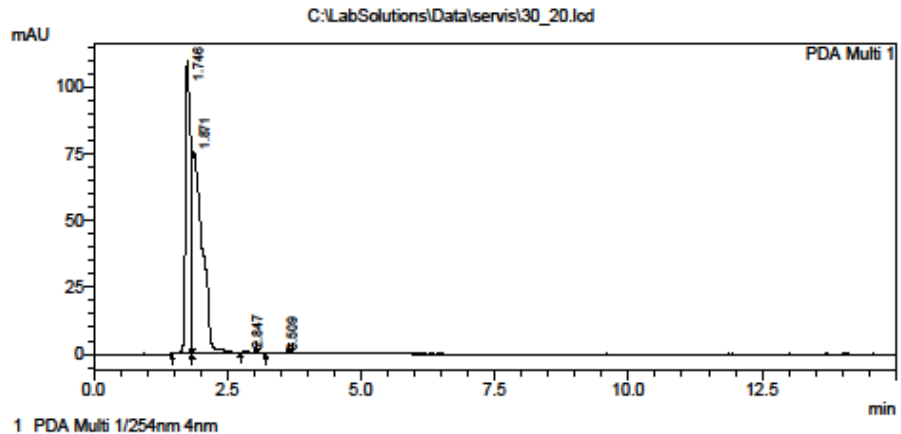
15.10.2014 14:25:59 1 / 1

Picture == **BİLECİK ÜNİVERSİTESİ MERKEZİ LABORATUVARI**

C:\LabSolutions\Data\servis\30\_20.lcd

Acquired by : Admin  
 Sample Name : 30  
 Sample ID :  
 Tray# : 1  
 Vial # : 20  
 Injection Volume : 10 uL  
 Data File Name : 30\_20.lcd  
 Method File Name : Derya\_30092014.lcm  
 Batch File Name : Derya\_30092014.lcb  
 Report File Name : Default.lcr  
 Data Acquired : 15.10.2014 13:34:32  
 Data Processed : 15.10.2014 13:49:35

## &lt;Chromatogram&gt;



PeakTable

PDA Ch1 254nm 4nm

Peak#	Ret. Time	Area	Height	Area %	Height %
1	1.746	786440	109922	44.498	58.997
2	1.871	975196	75689	55.178	40.624
3	2.847	4134	585	0.234	0.303
4	3.509	1595	141	0.080	0.076
Total		1767365	186316	100.000	100.000

PDA

Quantitative Results

C:\LabSolutions\Data\servis\30\_20.lcd

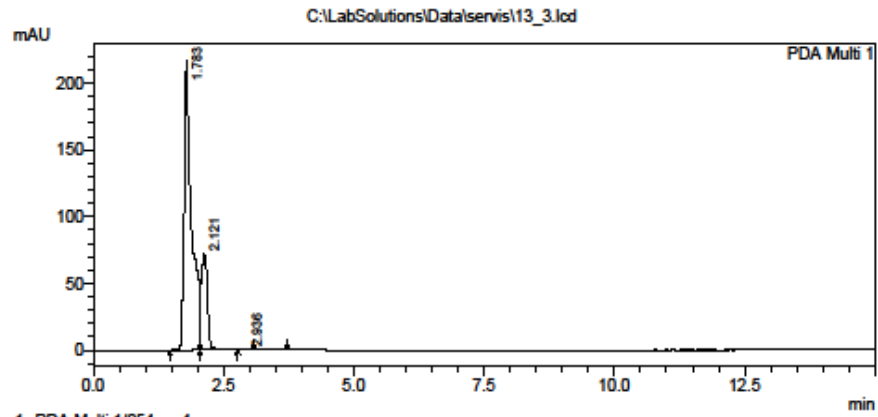
**EK – 28:** Ultrasonlu ortamda, 3M çözelti kullanılarak, 20°C’ de 120 dk elde edilen kitosana ait HPLC analizi

15.10.2014 09:31:24 1 / 1

Picture **== BİLECİK ÜNİVERSİTESİ MERKEZİ LABORATUVARI**

C:\LabSolutions\Data\servis\13\_3.lcd  
 Acquired by : Admin  
 Sample Name : 13  
 Sample ID :  
 Tray# : 1  
 Vial # : 3  
 Injection Volume : 10 uL  
 Data File Name : 13\_3.lcd  
 Method File Name : Derya\_30092014.lcm  
 Batch File Name : Derya\_30092014.lcb  
 Report File Name : lc report.lcr  
 Data Acquired : 15.10.2014 09:10:49  
 Data Processed : 15.10.2014 09:25:51

## &lt;Chromatogram&gt;



Peak Table

Peak#	Ret. Time	Area	Height	Area %	Height %
1	1.783	2104244	217314	77.532	75.103
2	2.121	608195	71853	21.409	24.832
3	2.936	1584	189	0.058	0.065
Total		2714022	289357	100.000	100.000

PDA

Quantitative Results

C:\LabSolutions\Data\servis\13\_3.lcd

**EK – 29:** Ultrasonuz ortamda, 3M çözelti kullanılarak, 20°C’ de 120 dk elde edilen kitosana ait HPLC analizi

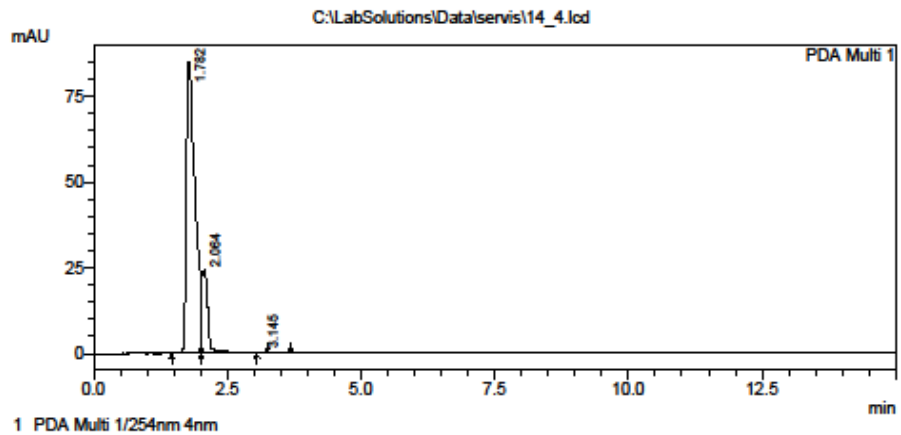
15.10.2014 09:43:58 1 / 1

Picture == **BİLECİK ÜNİVERSİTESİ MERKEZİ LABORATUVARI**

C:\LabSolutions\Data\servis\14\_4.lcd

Acquired by : Admin  
 Sample Name : 14  
 Sample ID :  
 Tray# : 1  
 Vial # : 4  
 Injection Volume : 10 uL  
 Data File Name : 14\_4.lcd  
 Method File Name : Derya\_30082014.lcm  
 Batch File Name : Derya\_30082014.lcb  
 Report File Name : lc report.lcr  
 Data Acquired : 15.10.2014 09:26:20  
 Data Processed : 15.10.2014 09:41:23

## &lt;Chromatogram&gt;



Peak Table

Peak#	Ret. Time	Area	Height	Area %	Height %
1	1.782	969510	85082	83.026	77.572
2	2.064	196115	24228	16.795	21.090
3	3.145	2098	372	0.180	0.339
Total		1167723	109682	100.000	100.000

PDA

Quantitative Results

C:\LabSolutions\Data\servis\14\_4.lcd

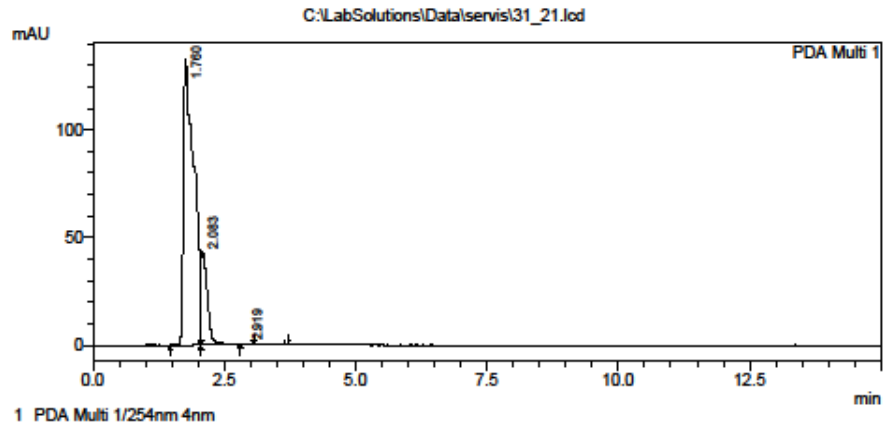
**EK – 30:** Ultrasonlu ortamda, 1M çözelti kullanılarak, 20°C’ de 120 dk elde edilen kitosana ait HPLC analizi

15.10.2014 14:31:59 1 / 1

Picture == **BİLECİK ÜNİVERSİTESİ MERKEZİ LABORATUVARI**

C:\LabSolutions\Data\servis\31\_21.lcd  
 Acquired by : Admin  
 Sample Name : 31  
 Sample ID :  
 Tray# : 1  
 Vial # : 21  
 Injection Volume : 10 uL  
 Data File Name : 31\_21.lcd  
 Method File Name : Derya\_30092014.lcm  
 Batch File Name : Derya\_30092014.lcb  
 Report File Name : Default.lcr  
 Data Acquired : 15.10.2014 13:50:03  
 Data Processed : 15.10.2014 14:05:05

## &lt;Chromatogram&gt;



PDA Ch1 254nm 4nm

Peak#	Ret. Time	Area	Height	Area %	Height %
1	1.760	1880433	133055	84.284	75.231
2	2.083	349243	43617	15.654	24.662
3	2.919	1401	191	0.063	0.108
Total		2231077	176863	100.000	100.000

PDA

Quantitative Results

C:\LabSolutions\Data\servis\31\_21.lcd

**EK – 31:** Ultrasonuz ortamda, 1M çözelti kullanılarak, 20°C’ de 120 dk elde edilen kitosana ait HPLC analizi

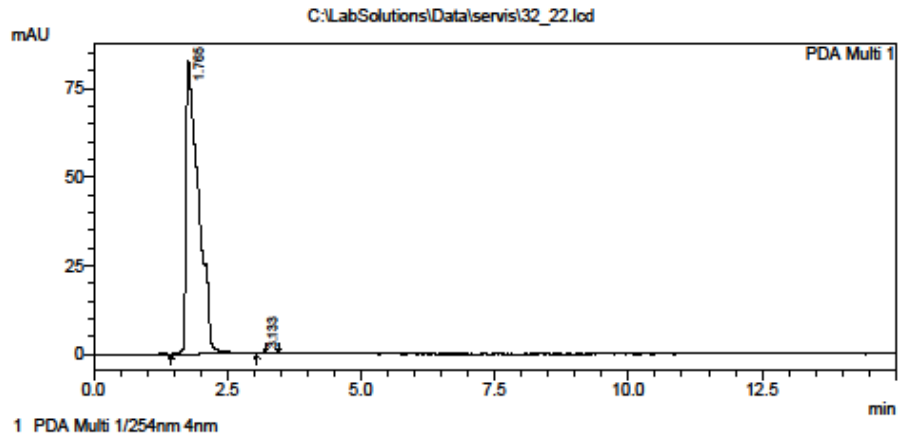
15.10.2014 15:32:14 1 / 1

Picture == **BİLECİK ÜNİVERSİTESİ MERKEZİ LABORATUVARI**

C:\LabSolutions\Data\servis\32\_22.lcd

Acquired by : Admin  
 Sample Name : 32  
 Sample ID :  
 Tray# : 1  
 Vial # : 22  
 Injection Volume : 10 uL  
 Data File Name : 32\_22.lcd  
 Method File Name : Derya\_30092014.lcm  
 Batch File Name : Derya\_30092014.lcb  
 Report File Name : Default.lcr  
 Data Acquired : 15.10.2014 14:05:35  
 Data Processed : 15.10.2014 14:20:36

## &lt;Chromatogram&gt;



PeakTable

PDA Ch1 254nm 4nm

Peak#	Ret. Time	Area	Height	Area %	Height %
1	1.765	1343774	83047	99.925	99.773
2	3.133	1011	189	0.075	0.227
Total		1344786	83236	100.000	100.000

PDA

Quantitative Results

C:\LabSolutions\Data\servis\32\_22.lcd

**EK – 32:** Ultrasonlu ortamda, 3M çözelti kullanılarak, 20°C’ de 60 dk elde edilen kitosana ait HPLC analizi

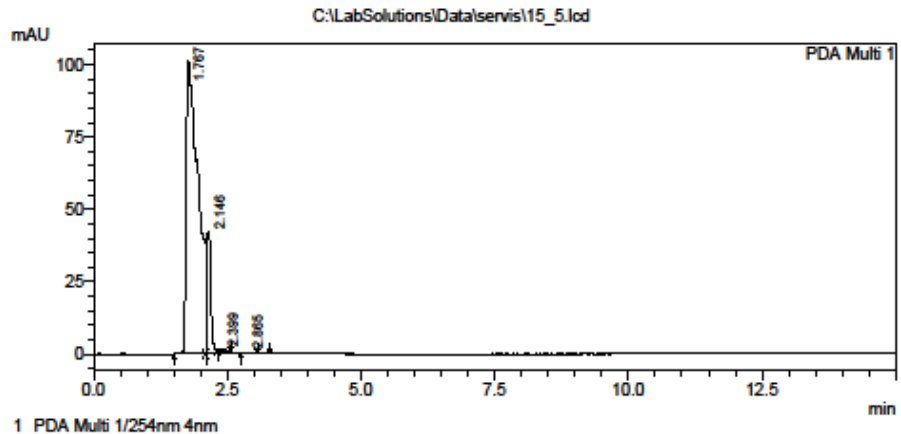
15.10.2014 10:03:57 1 / 1

Picture == **BİLECİK ÜNİVERSİTESİ MERKEZİ LABORATUVARI**

C:\LabSolutions\Data\servis\15\_5.lcd

Acquired by : Admin  
 Sample Name : 15  
 Sample ID :  
 Tray# : 1  
 Vial # : 5  
 Injection Volume : 10 uL  
 Data File Name : 15\_5.lcd  
 Method File Name : Derya\_30092014.lcm  
 Batch File Name : Derya\_30092014.lcb  
 Report File Name : lc report.lcr  
 Data Acquired : 15.10.2014 09:41:51  
 Data Processed : 15.10.2014 09:58:54

## &lt;Chromatogram&gt;



PDA Ch1 254nm 4nm

PeakTable

Peak#	Ret. Time	Area	Height	Area %	Height %
1	1.767	1572154	101471	85.554	70.117
2	2.146	259067	42433	14.098	29.322
3	2.399	4060	504	0.221	0.348
4	2.865	2335	308	0.127	0.213
Total		1837616	144716	100.000	100.000

PDA

Quantitative Results

C:\LabSolutions\Data\servis\15\_5.lcd

**EK – 33:** Ultrasonuz ortamda, 3M çözelti kullanılarak, 20°C’ de 60 dk elde edilen kitosana ait HPLC analizi

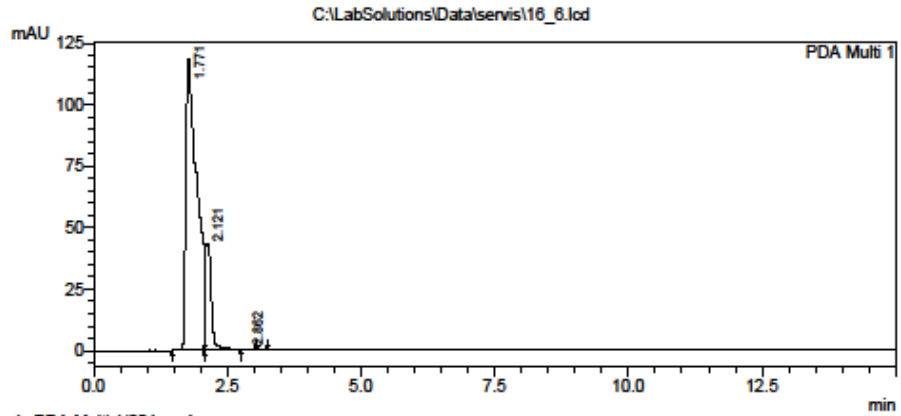
15.10.2014 12:15:08 1 / 1

Picture == **BİLECİK ÜNİVERSİTESİ MERKEZİ LABORATUVARI:**

C:\LabSolutions\Data\servis\16\_6.lcd

Acquired by : Admin  
 Sample Name : 16  
 Sample ID :  
 Tray# : 1  
 Vial # : 6  
 Injection Volume : 10 uL  
 Data File Name : 16\_6.lcd  
 Method File Name : Derya\_30082014.lcm  
 Batch File Name : Derya\_30082014.lcb  
 Report File Name : lc report.lcr  
 Data Acquired : 15.10.2014 09:57:22  
 Data Processed : 15.10.2014 10:12:24

## &lt;Chromatogram&gt;



Peak Table

Peak#	Ret. Time	Area	Height	Area %	Height %
1	1.771	1749039	118631	83.529	73.124
2	2.121	342407	43305	16.352	26.692
3	2.862	2475	297	0.118	0.183
Total		2093921	162232	100.000	100.000

PDA

Quantitative Results

C:\LabSolutions\Data\servis\16\_6.lcd

**EK – 34:** Ultrasonlu ortamda, 1M çözelti kullanılarak, 20°C’ de 60 dk elde edilen kitosana ait HPLC analizi

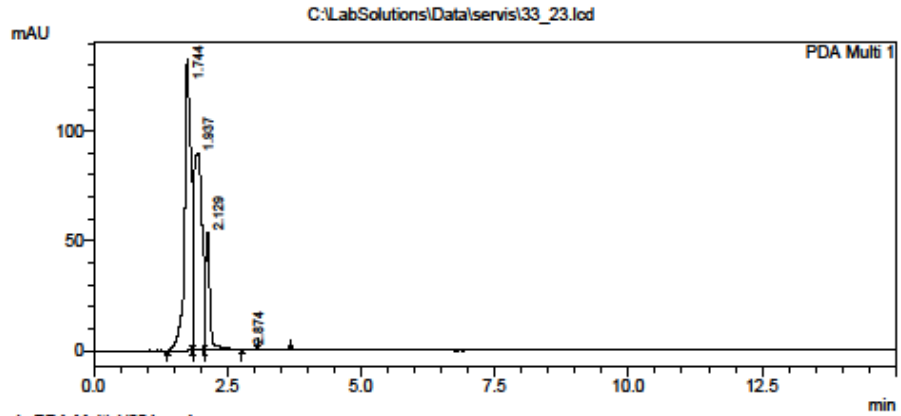
15.10.2014 15:33:28 1 / 1

Picture == **BİLECİK ÜNİVERSİTESİ MERKEZİ LABORATUVARI**

C:\LabSolutions\Data\servis\33\_23.lcd

Acquired by : Admin  
 Sample Name : 33  
 Sample ID :  
 Tray# : 1  
 Vial # : 23  
 Injection Volume : 10 uL  
 Data File Name : 33\_23.lcd  
 Method File Name : Derya\_30082014.lcm  
 Batch File Name : Derya\_30082014.lcb  
 Report File Name : Default.lcr  
 Data Acquired : 15.10.2014 14:21:06  
 Data Processed : 15.10.2014 14:36:08

## &lt;Chromatogram&gt;



Peak Table

Peak#	Ret. Time	Area	Height	Area %	Height %
1	1.744	1122458	133114	46.324	48.133
2	1.937	977550	89627	40.344	33.409
3	2.129	320505	53551	13.227	19.364
4	2.874	2536	260	0.105	0.094
Total		2423049	276552	100.000	100.000

PDA

Quantitative Results

C:\LabSolutions\Data\servis\33\_23.lcd

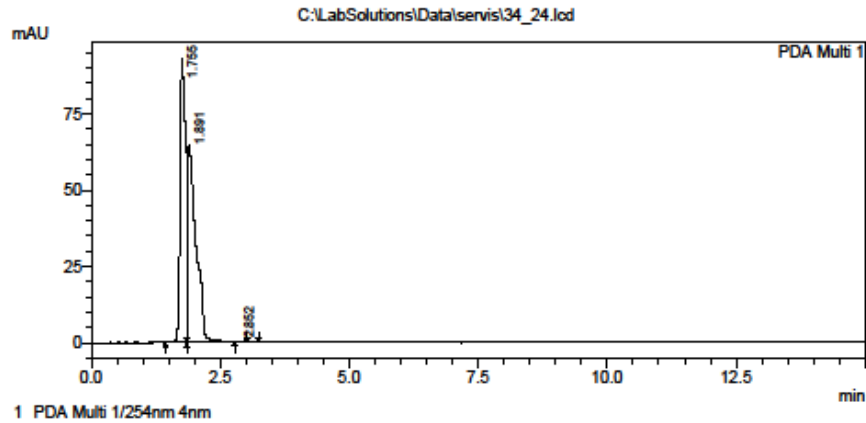
**EK – 35:** Ultrasonuz ortamda, 1M çözelti kullanılarak, 20°C’ de 60 dk elde edilen kitosana ait HPLC analizi

15.10.2014 15:34:43 1 / 1

Picture **== BİLECİK ÜNİVERSİTESİ MERKEZİ LABORATUVARI**

C:\LabSolutions\Data\servis\34\_24.lcd  
 Acquired by : Admin  
 Sample Name : 34  
 Sample ID :  
 Tray# : 1  
 Vial # : 24  
 Injection Volume : 10 uL  
 Data File Name : 34\_24.lcd  
 Method File Name : Derya\_30092014.lcm  
 Batch File Name : Derya\_30092014.lcb  
 Report File Name : Default.lcr  
 Data Acquired : 15.10.2014 14:36:36  
 Data Processed : 15.10.2014 14:51:39

## &lt;Chromatogram&gt;



## PeakTable

PDA Ch1 254nm 4nm

Peak#	Ret. Time	Area	Height	Area %	Height %
1	1.755	698961	93166	48.269	59.036
2	1.891	747967	64506	51.653	40.875
3	2.852	1121	140	0.077	0.088
Total		1448049	157812	100.000	100.000

PDA

Quantitative Results

C:\LabSolutions\Data\servis\34\_24.lcd

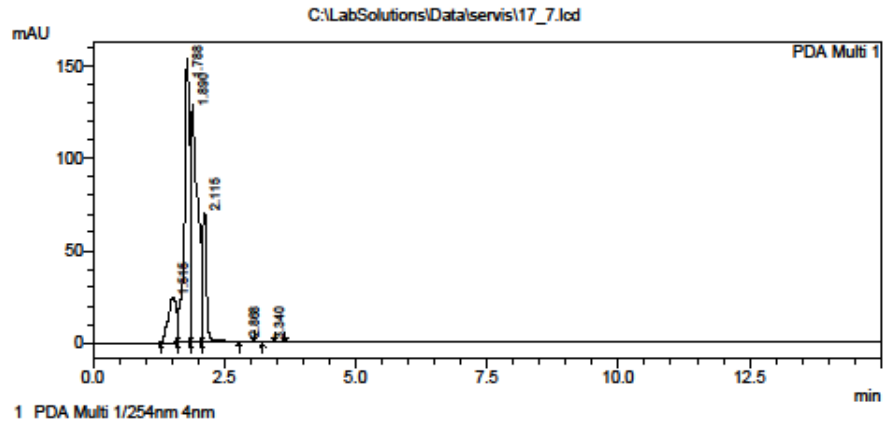
**EK – 36:** Ultrasonlu ortamda, 3M çözelti kullanılarak, 20°C’ de 30 dk elde edilen kitosana ait HPLC analizi

15.10.2014 12:16:44 1 / 1

Picture == **BİLECİK ÜNİVERSİTESİ MERKEZİ LABORATUVARI**

C:\LabSolutions\Data\servis\17\_7.lcd  
 Acquired by : Admin  
 Sample Name : 17  
 Sample ID :  
 Tray# : 1  
 Vial # : 7  
 Injection Volume : 10 uL  
 Data File Name : 17\_7.lcd  
 Method File Name : Derya\_30092014.lcm  
 Batch File Name : Derya\_30092014.lcb  
 Report File Name : Default.lcr  
 Data Acquired : 15.10.2014 10:12:51  
 Data Processed : 15.10.2014 10:27:52

## &lt;Chromatogram&gt;



PeakTable

PDA Ch1 254nm 4nm

Peak#	Ret. Time	Area	Height	Area %	Height %
1	1.515	271827	24156	9.366	6.381
2	1.788	1161388	154585	40.023	40.833
3	1.890	1088730	128998	37.512	34.074
4	2.115	376631	70419	12.977	18.601
5	2.868	2475	253	0.085	0.067
6	3.340	1083	165	0.037	0.044
Total		2902333	378574	100.000	100.000

PDA

Quantitative Results

C:\LabSolutions\Data\servis\17\_7.lcd

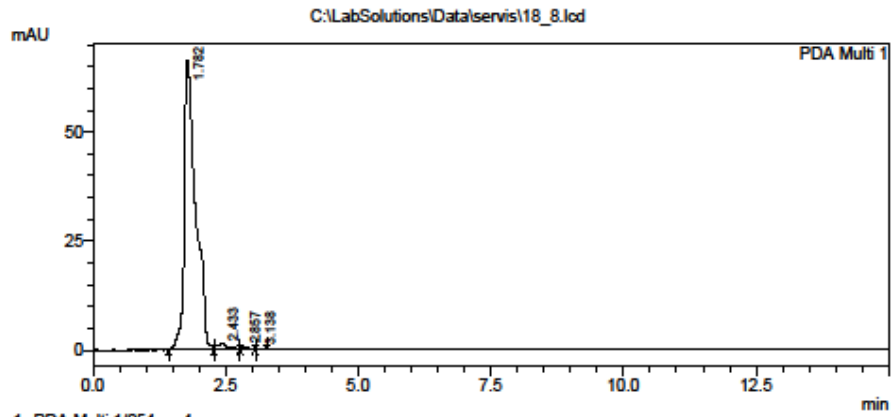
**EK – 37:** Ultrasonuz ortamda, 3M çözelti kullanılarak, 20°C’ de 30 dk elde edilen kitosana ait HPLC analizi

15.10.2014 12:18:06 1 / 1

Picture == **BİLECİK ÜNİVERSİTESİ MERKEZİ LABORATUVARI**

C:\LabSolutions\Data\servis18\_8.lcd  
 Acquired by : Admin  
 Sample Name : 18  
 Sample ID :  
 Tray# : 1  
 Vial # : 8  
 Injection Volume : 10 uL  
 Data File Name : 18\_8.lcd  
 Method File Name : Derya\_30082014.lcm  
 Batch File Name : Derya\_30082014.lcb  
 Report File Name : Default.lcr  
 Data Acquired : 15.10.2014 10:28:21  
 Data Processed : 15.10.2014 10:43:23

## &lt;Chromatogram&gt;



PeakTable

Peak#	Ret. Time	Area	Height	Area %	Height %
1	1.782	995646	66468	97.284	96.893
2	2.433	21101	1336	2.062	1.948
3	2.857	5216	553	0.510	0.807
4	3.138	1477	242	0.144	0.352
Total		1023439	68599	100.000	100.000

PDA

Quantitative Results

C:\LabSolutions\Data\servis18\_8.lcd

**EK – 38:** Ultrasonlu ortamda, 1M çözelti kullanılarak, 20°C’ de 30 dk elde edilen kitosana ait HPLC analizi

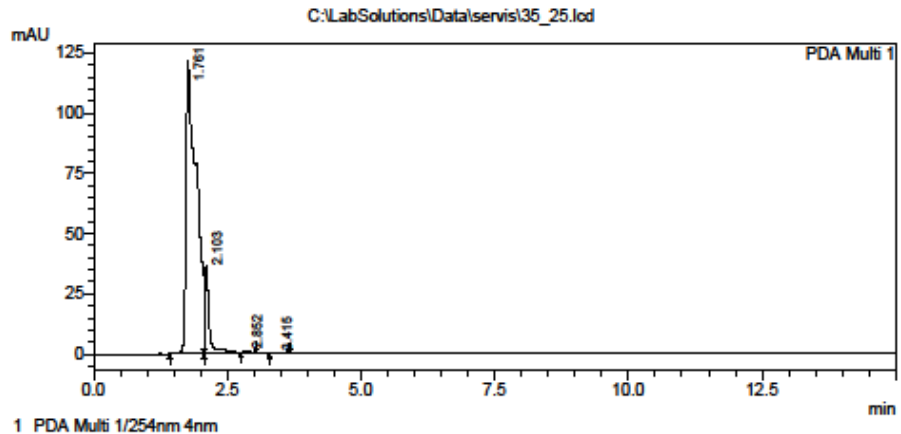
15.10.2014 15:35:50 1 / 1

Picture == **BİLECİK ÜNİVERSİTESİ MERKEZİ LABORATUVARI**

C:\LabSolutions\Data\servis\35\_25.lcd

Acquired by : Admin  
 Sample Name : 35  
 Sample ID :  
 Tray# : 1  
 Vial # : 25  
 Injection Volume : 10 uL  
 Data File Name : 35\_25.lcd  
 Method File Name : Derya\_30092014.lcm  
 Batch File Name : Derya\_30092014.lcb  
 Report File Name : Default.lcr  
 Data Acquired : 15.10.2014 14:52:08  
 Data Processed : 15.10.2014 15:07:10

## &lt;Chromatogram&gt;



PeakTable

PDA Ch1 254nm 4nm

Peak#	Ret. Time	Area	Height	Area %	Height %
1	1.761	1640637	121882	87.379	76.643
2	2.103	231627	36449	13.336	21.920
3	2.852	4124	589	0.220	0.370
4	3.415	1225	106	0.065	0.067
Total		1877613	159026	100.000	100.000

PDA

Quantitative Results

C:\LabSolutions\Data\servis\35\_25.lcd

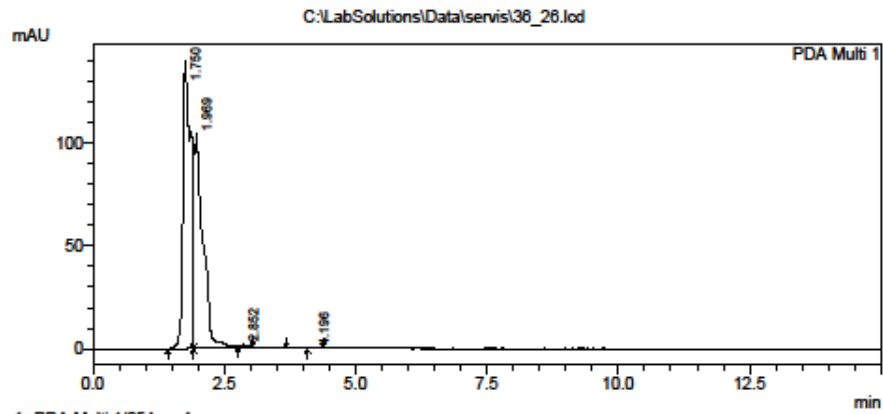
**EK – 39:** Ultrasonuz ortamda, 1M çözelti kullanılarak, 20°C’ de 30 dk elde edilen kitosana ait HPLC analizi

15.10.2014 15:36:59 1 / 1

Picture == **BİLECİK ÜNİVERSİTESİ MERKEZİ LABORATUVARI**

C:\LabSolutions\Data\servis\36\_26.lcd  
 Acquired by : Admin  
 Sample Name : 36  
 Sample ID :  
 Tray# : 1  
 Vial # : 26  
 Injection Volume : 10 uL  
 Data File Name : 36\_26.lcd  
 Method File Name : Derya\_30092014.lcm  
 Batch File Name : Derya\_30092014.lcb  
 Report File Name : Default.lcr  
 Data Acquired : 15.10.2014 15:07:40  
 Data Processed : 15.10.2014 15:22:44

## &lt;Chromatogram&gt;



PDA Ch1 254nm 4nm

PeakTable

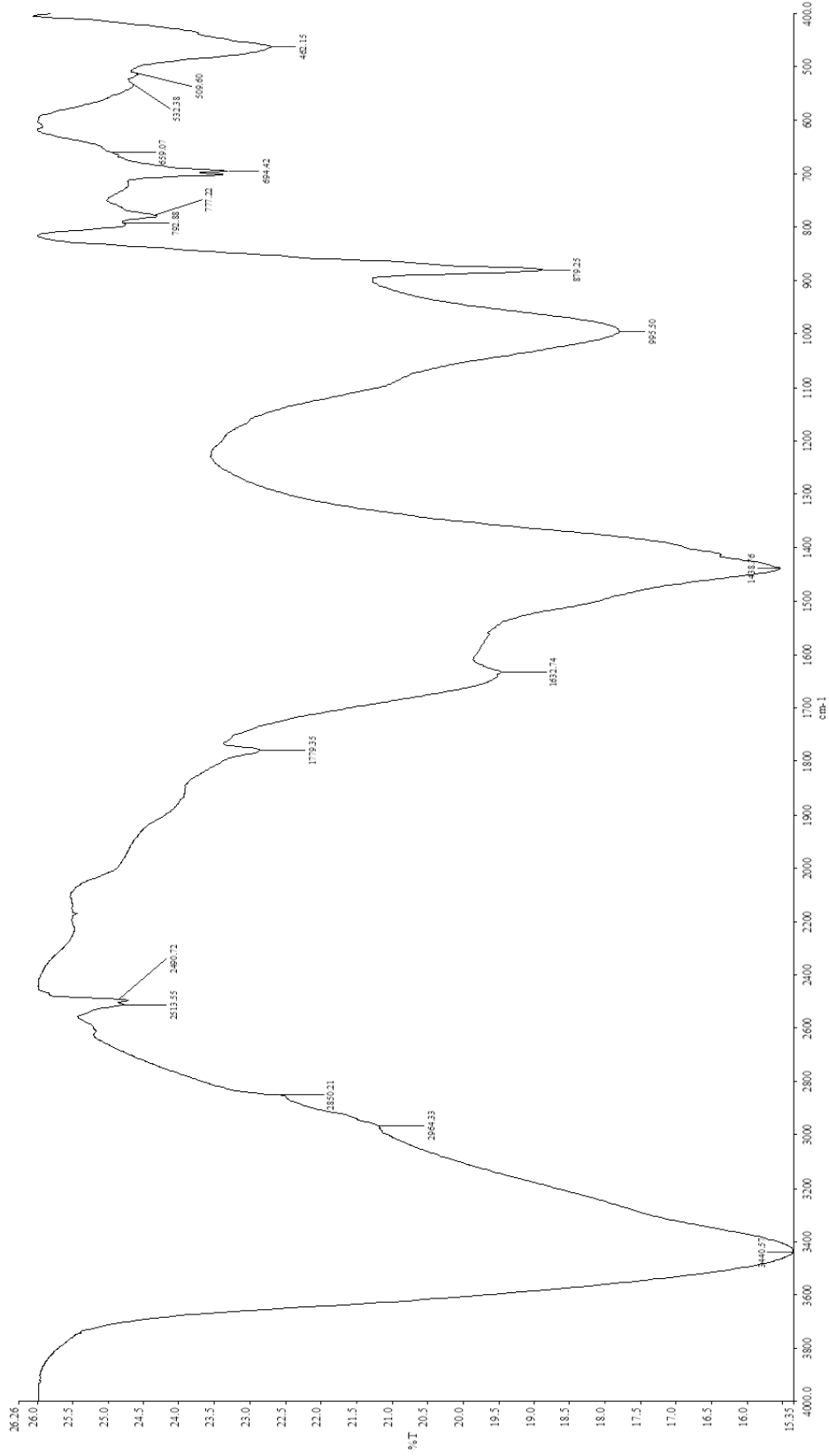
Peak#	Ret. Time	Area	Height	Area %	Height %
1	1.750	1531448	140389	55.412	57.062
2	1.969	1223627	104501	44.274	42.475
3	2.852	7239	929	0.262	0.378
4	4.196	1425	210	0.052	0.085
Total		2763738	246029	100.000	100.000

PDA

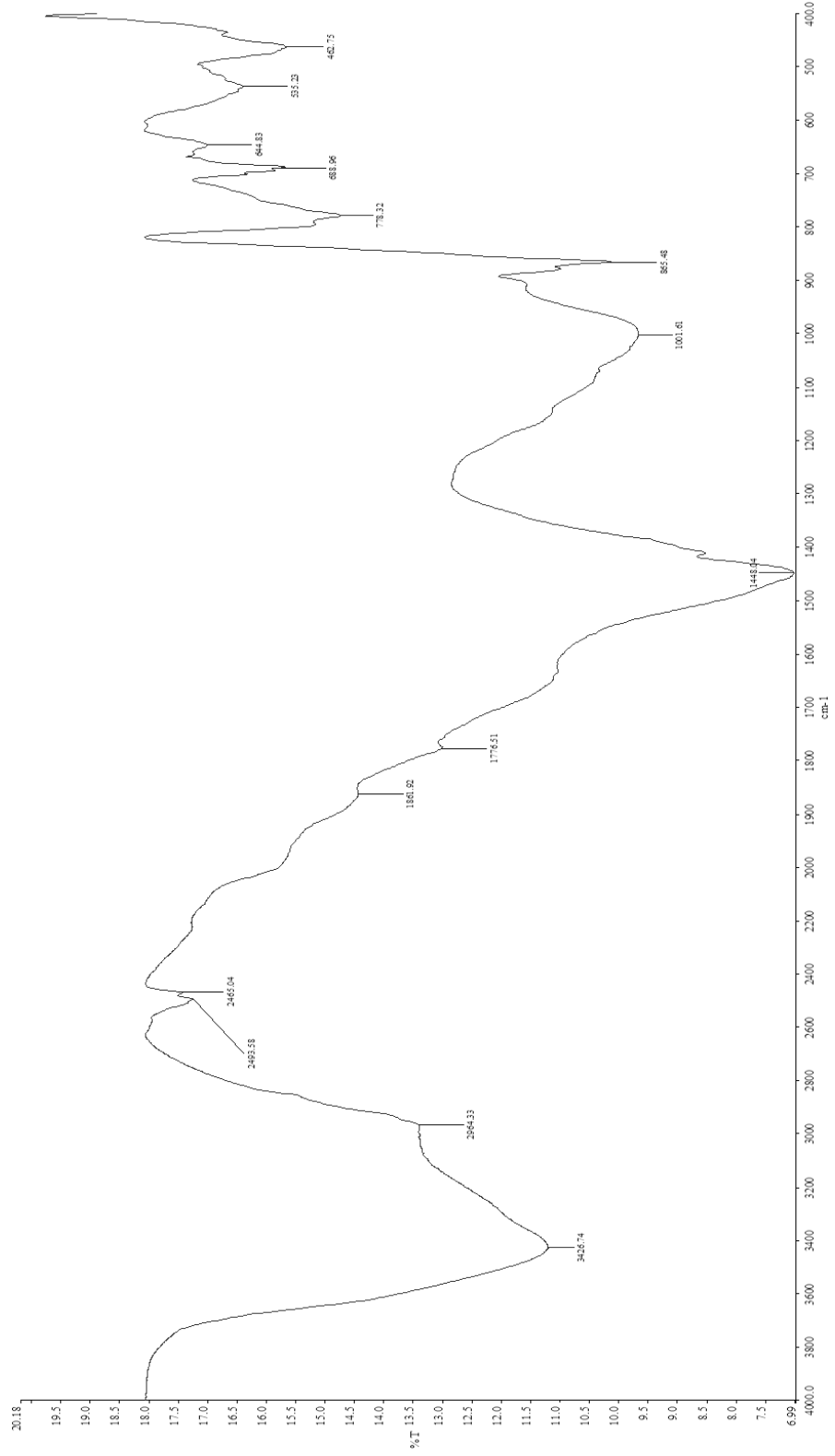
Quantitative Results

C:\LabSolutions\Data\servis\36\_26.lcd

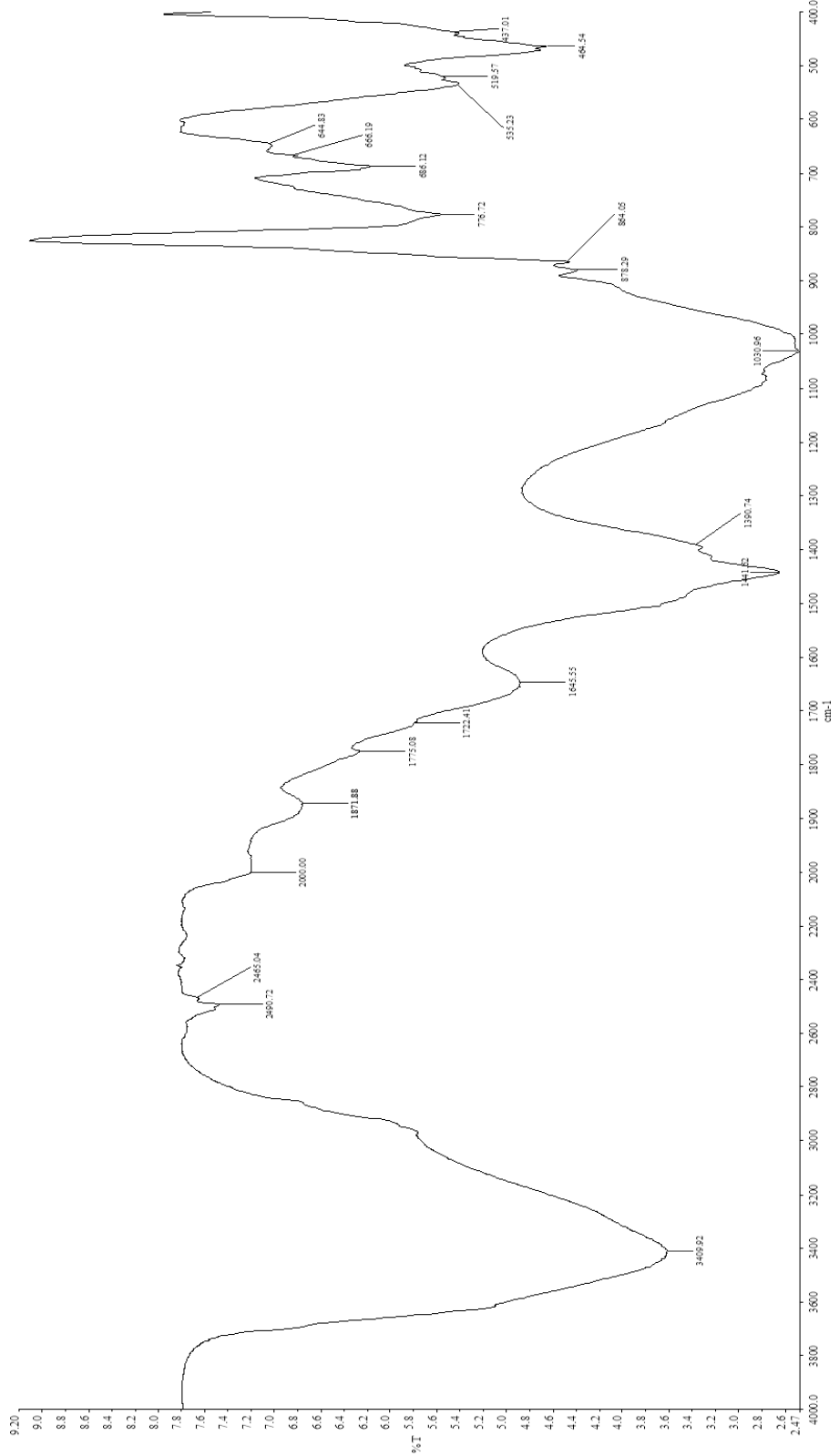
**EK – 40:** Ultrasonlu ortamda, 3M çözelti kullanılarak, 60°C’ de 120 dk elde edilen kitosana ait FTIR analizi



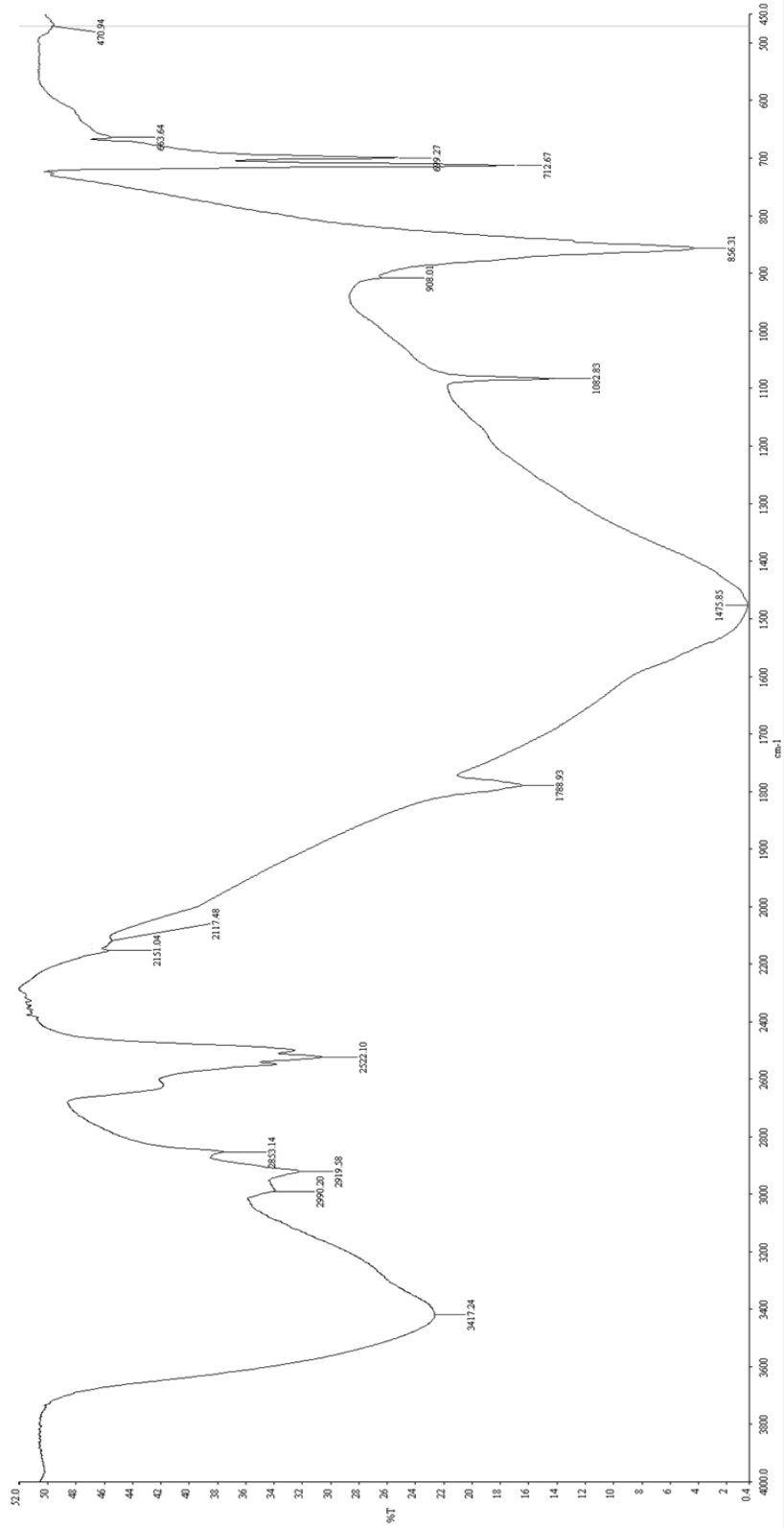
**EK – 41:** Ultrasonuz ortamda, 3M çözelti kullanılarak, 60°C’ de 120 dk elde edilen kitosana ait FTIR analizi



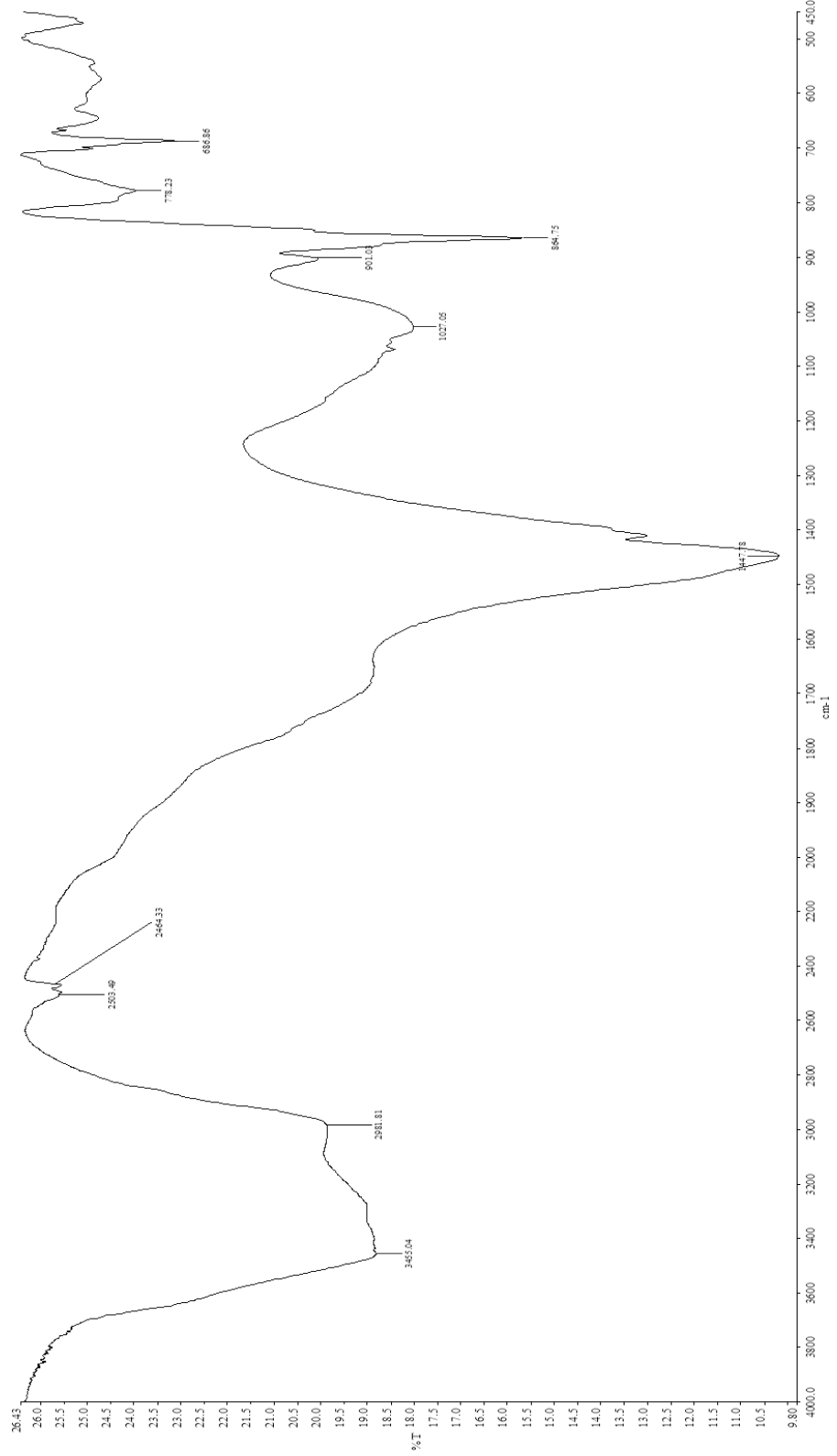
**EK – 42:** Ultrasonlu ortamda, 1M çözelti kullanılarak, 60°C’ de 120 dk elde edilen kitosana ait FTIR analizi



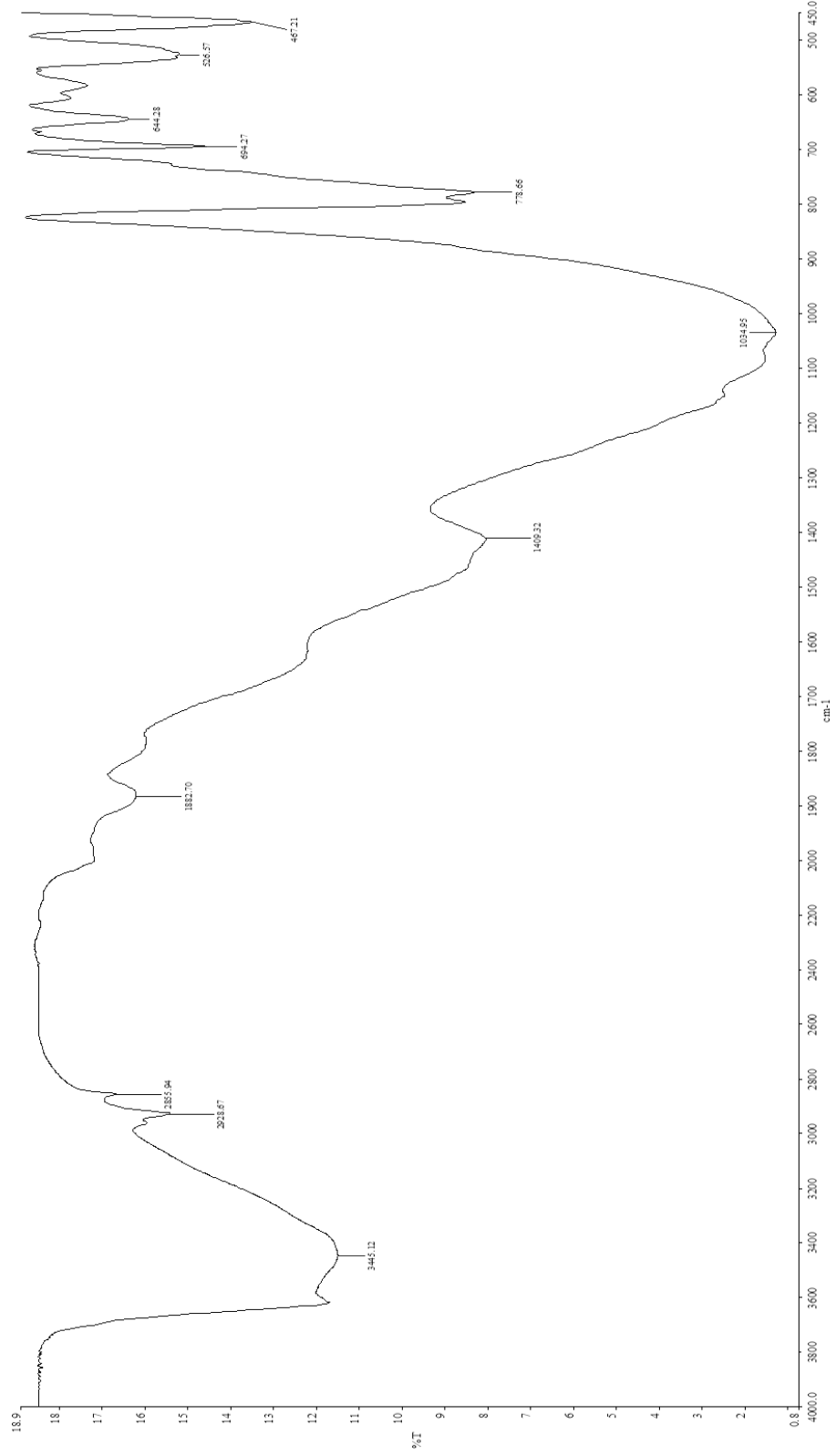
**EK – 43:** Ultrasonuz ortamda, 1M çözelti kullanılarak, 60°C’ de 120 dk elde edilen kitosana ait FTIR analizi



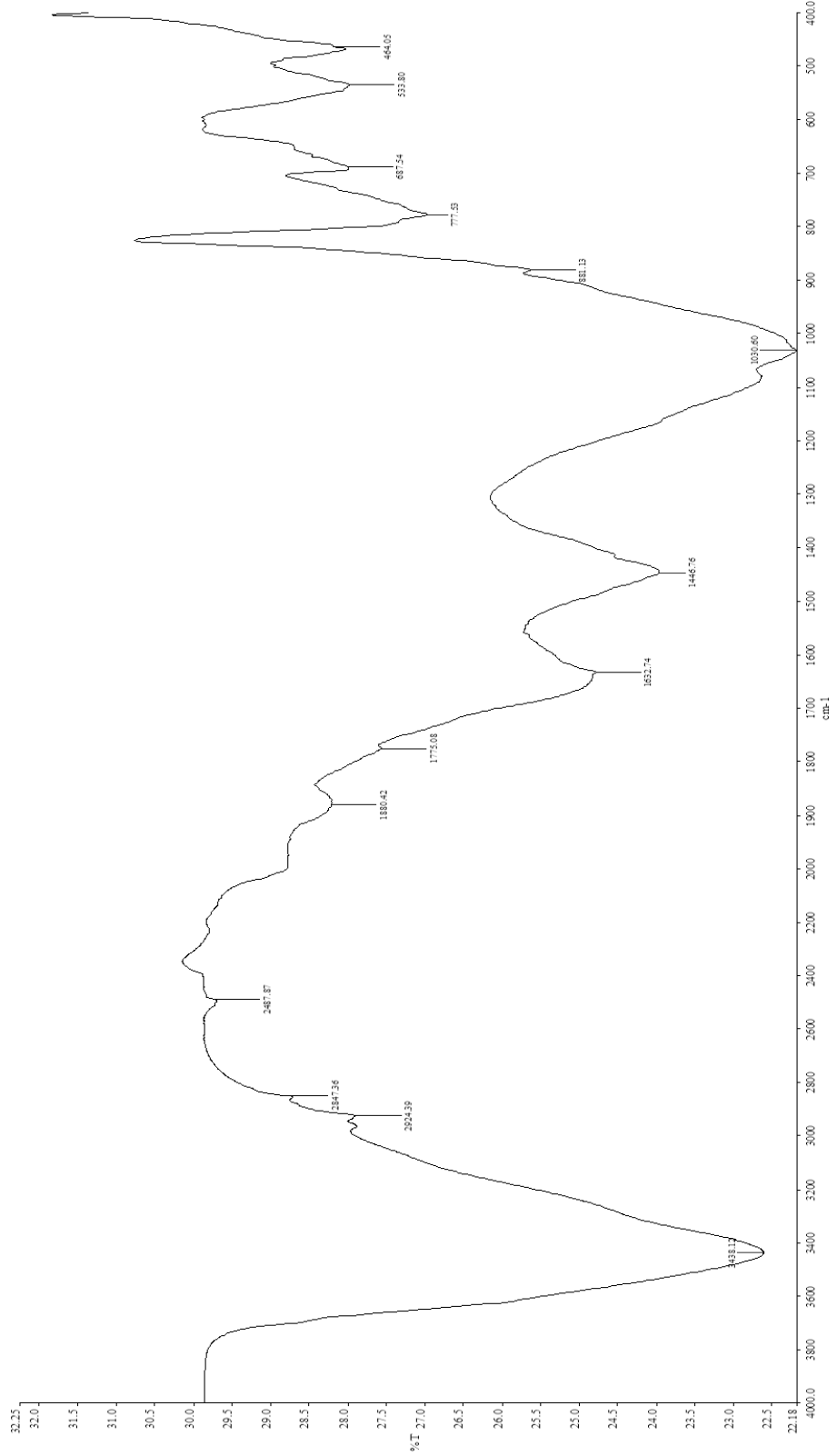
**EK – 44:** Ultrasonlu ortamda, 3M çözelti kullanılarak, 60°C’ de 60 dk elde edilen kitosana ait FTIR analizi



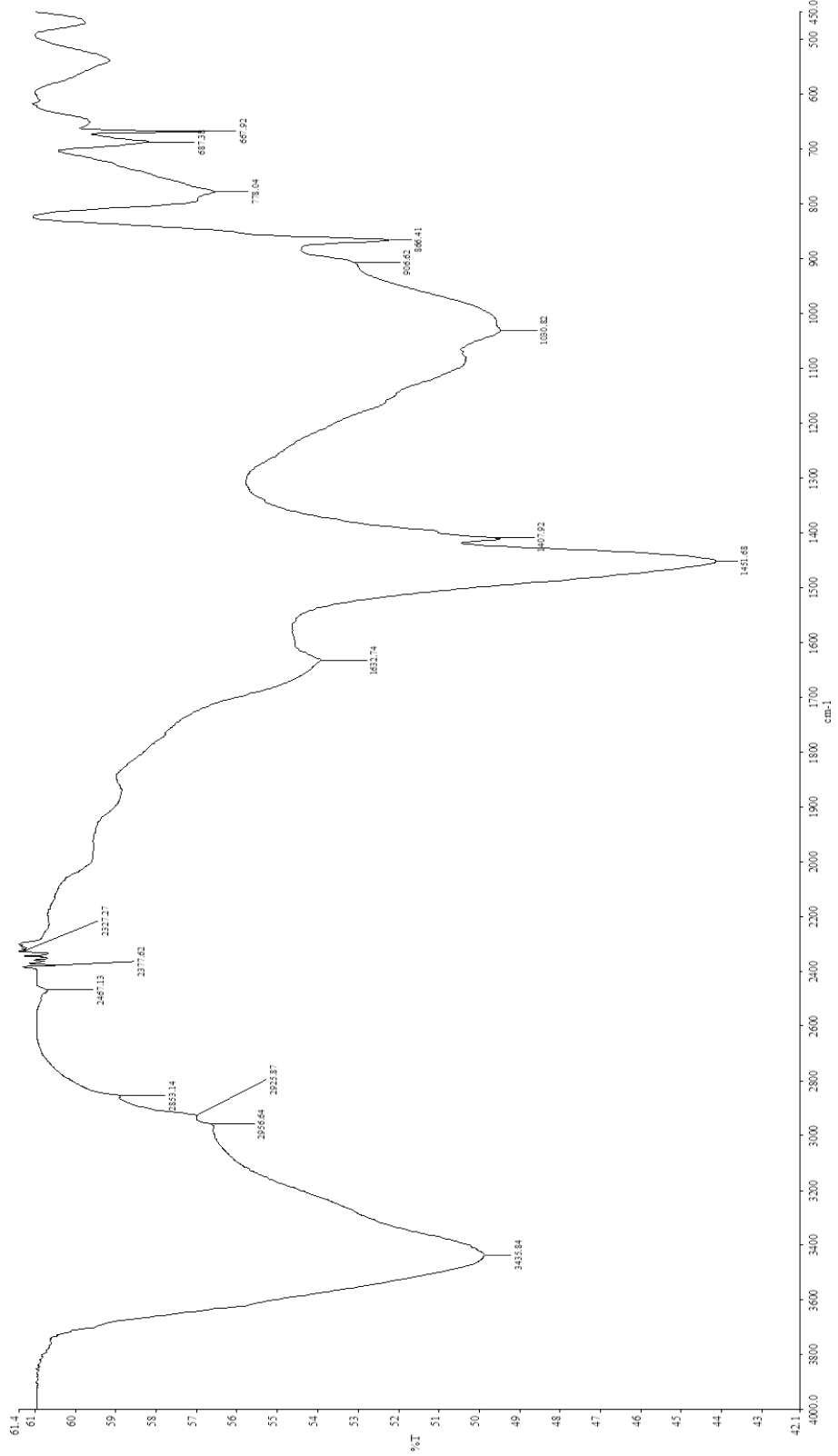
**EK – 45:** Ultrasonuz ortamda, 3M çözelti kullanılarak, 60°C’ de 60 dk elde edilen kitosana ait FTIR analizi



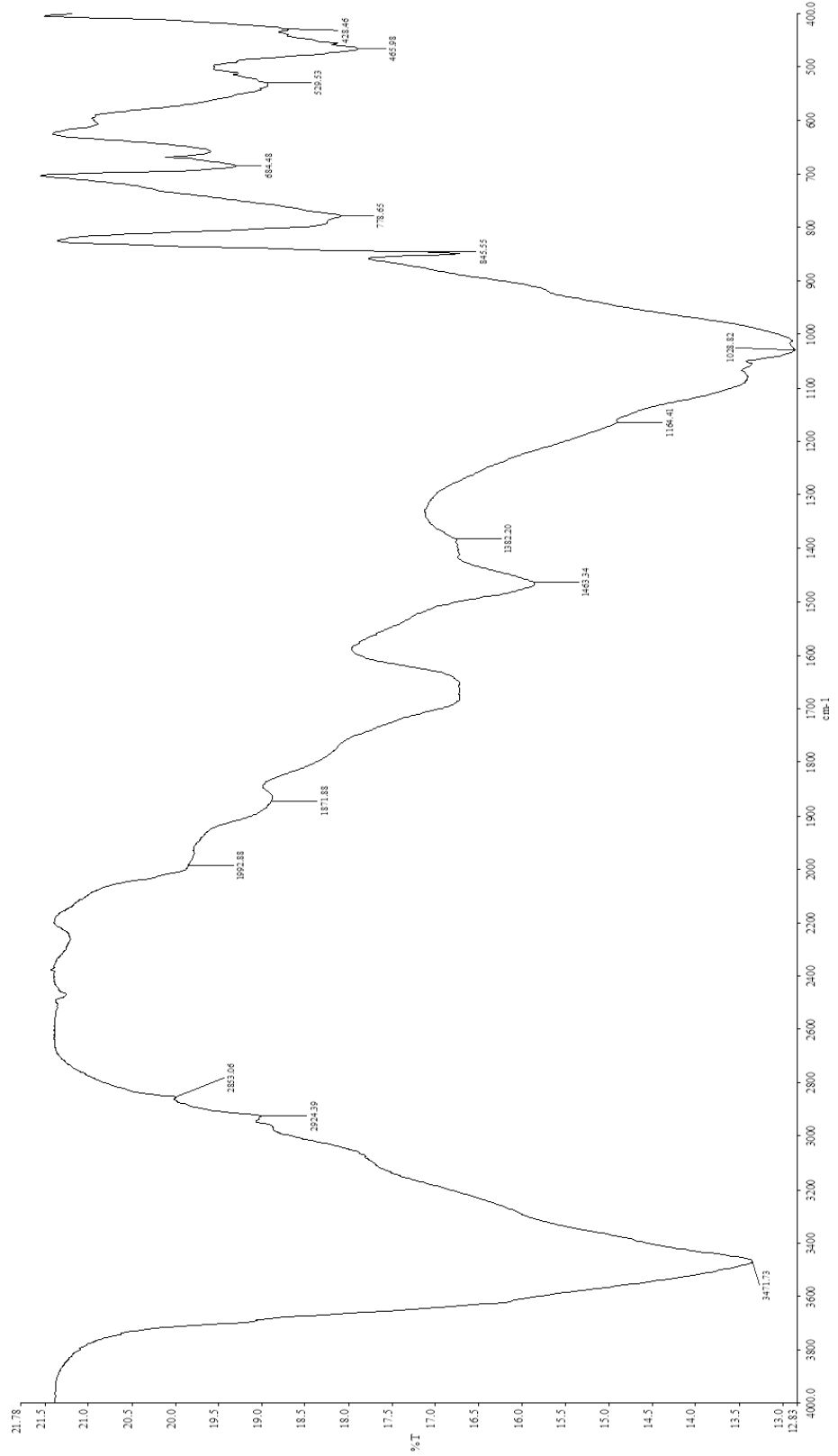
**EK – 46:** Ultrasonlu ortamda, 1M çözelti kullanılarak, 60°C’ de 60 dk elde edilen kitosana ait FTIR analizi



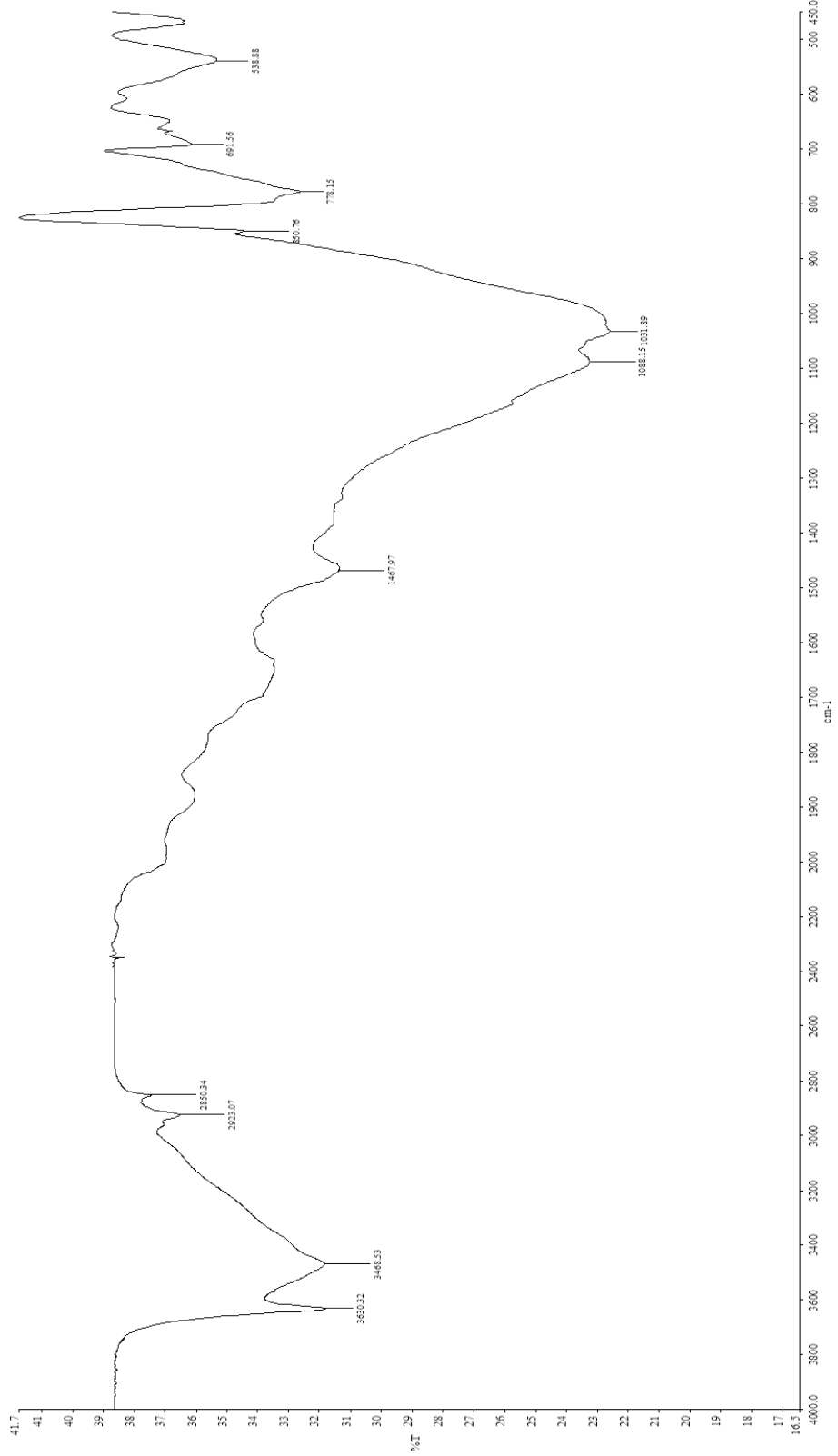
**EK – 47:** Ultrasonuz ortamda, 1M çözelti kullanılarak, 60°C’ de 60 dk elde edilen kitosana ait FTIR analizi



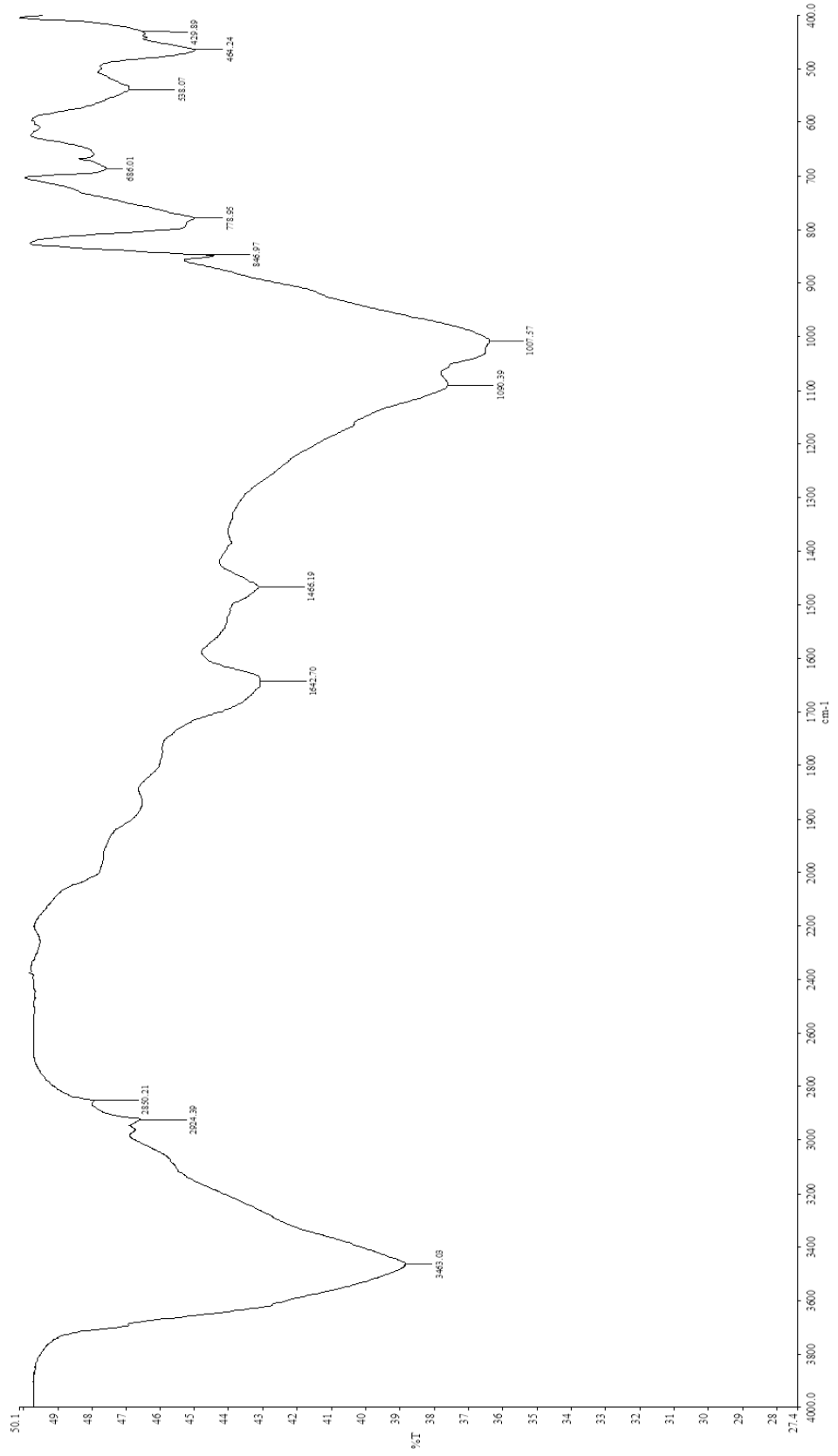
**EK – 48:** Ultrasonlu ortamda, 3M çözelti kullanılarak, 60°C’ de 30 dk elde edilen kitosana ait FTIR analizi



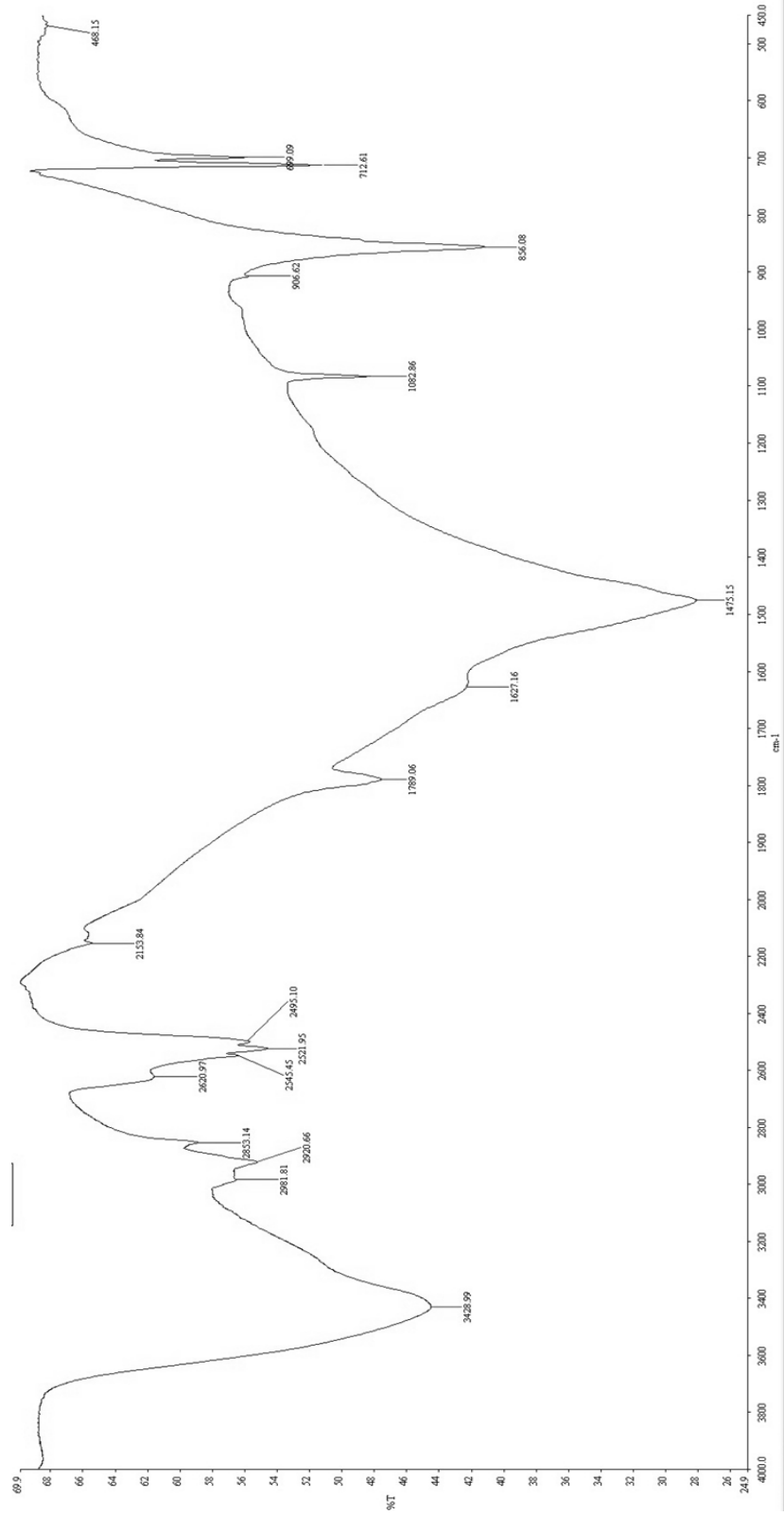
**EK – 49:** Ultrasonuz ortamda, 3M çözelti kullanılarak, 60°C’ de 30 dk elde edilen kitosana ait FTIR analizi



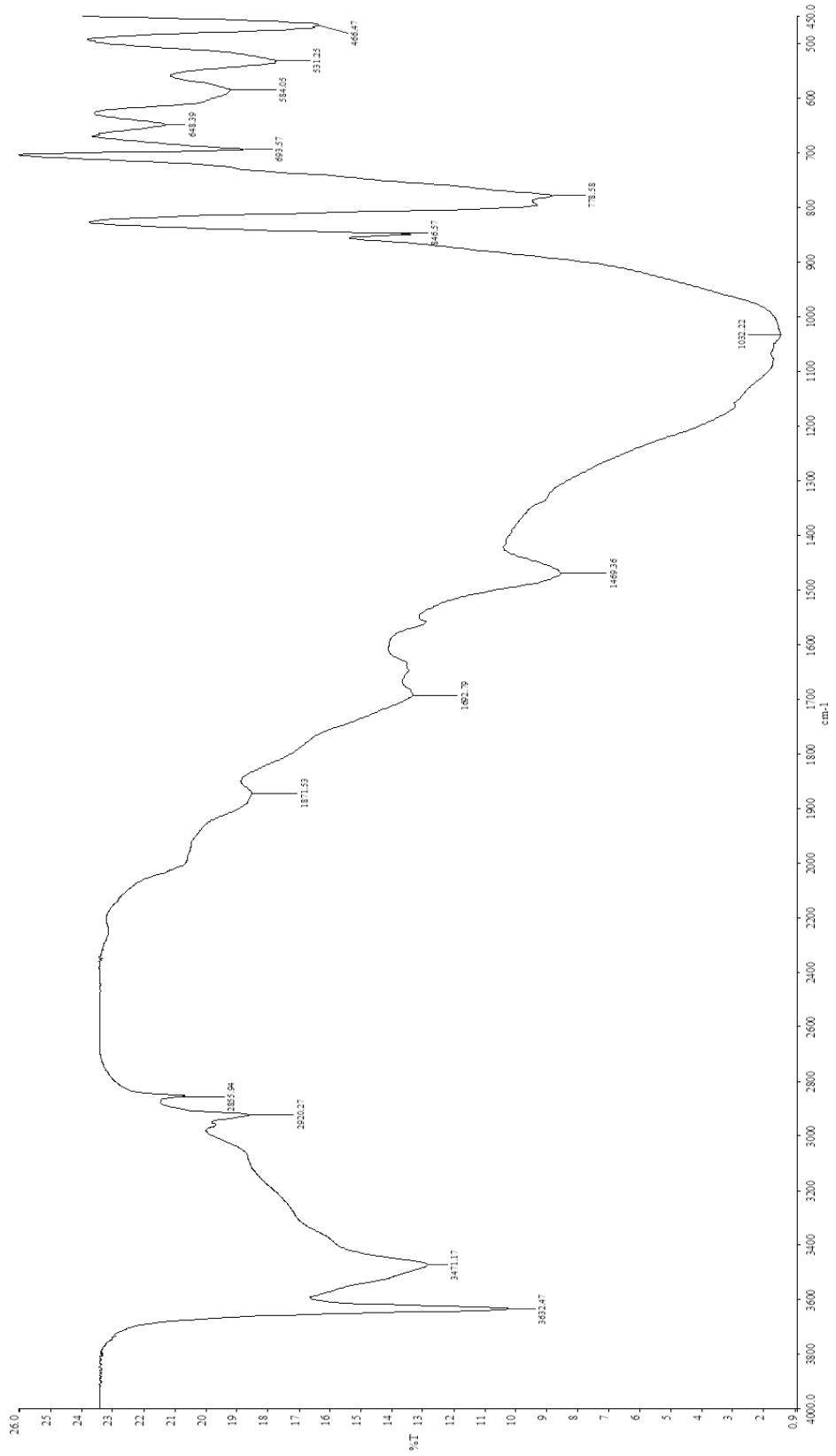
**EK – 50:** Ultrasonlu ortamda, 1M çözelti kullanılarak, 60°C’ de 30 dk elde edilen kitosana ait FTIR analizi



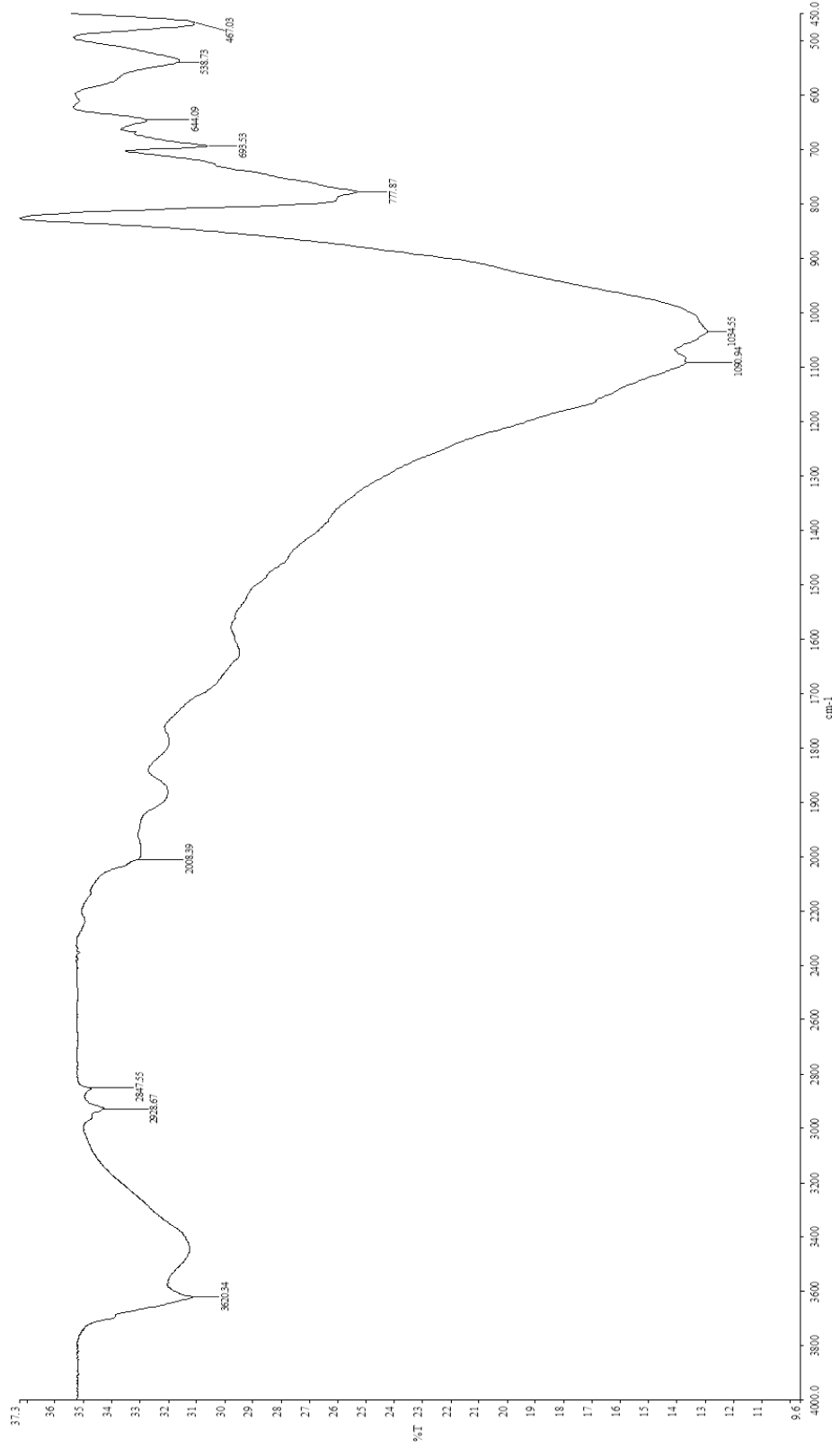
**EK – 51:** Ultrasonuz ortamda, 1M çözelti kullanılarak, 60°C’ de 30 dk elde edilen kitosana ait FTIR analizi



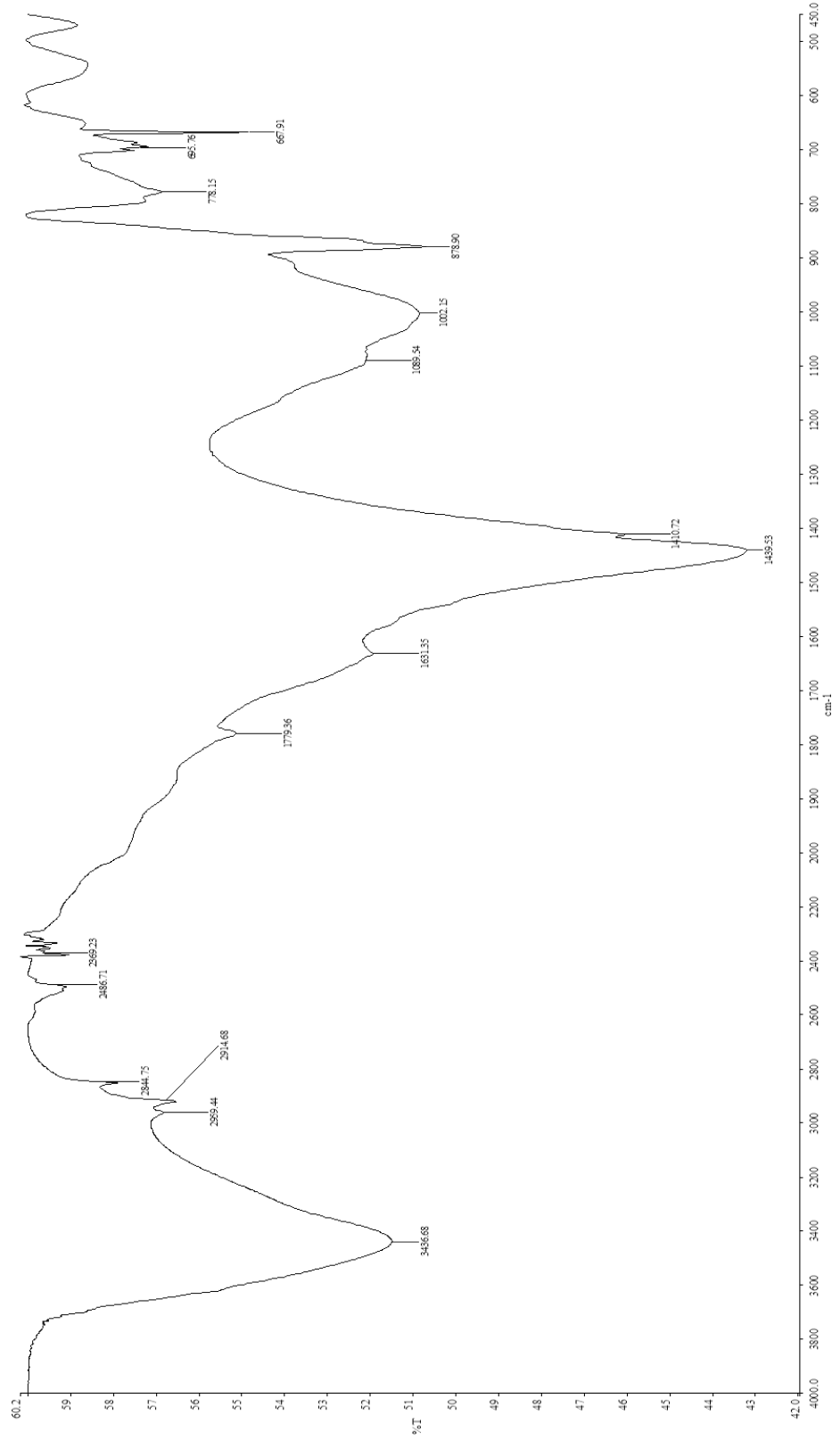
**EK – 52:** Ultrasonlu ortamda, 3M çözelti kullanılarak, 40°C’ de 120 dk elde edilen kitosana ait FTIR analizi



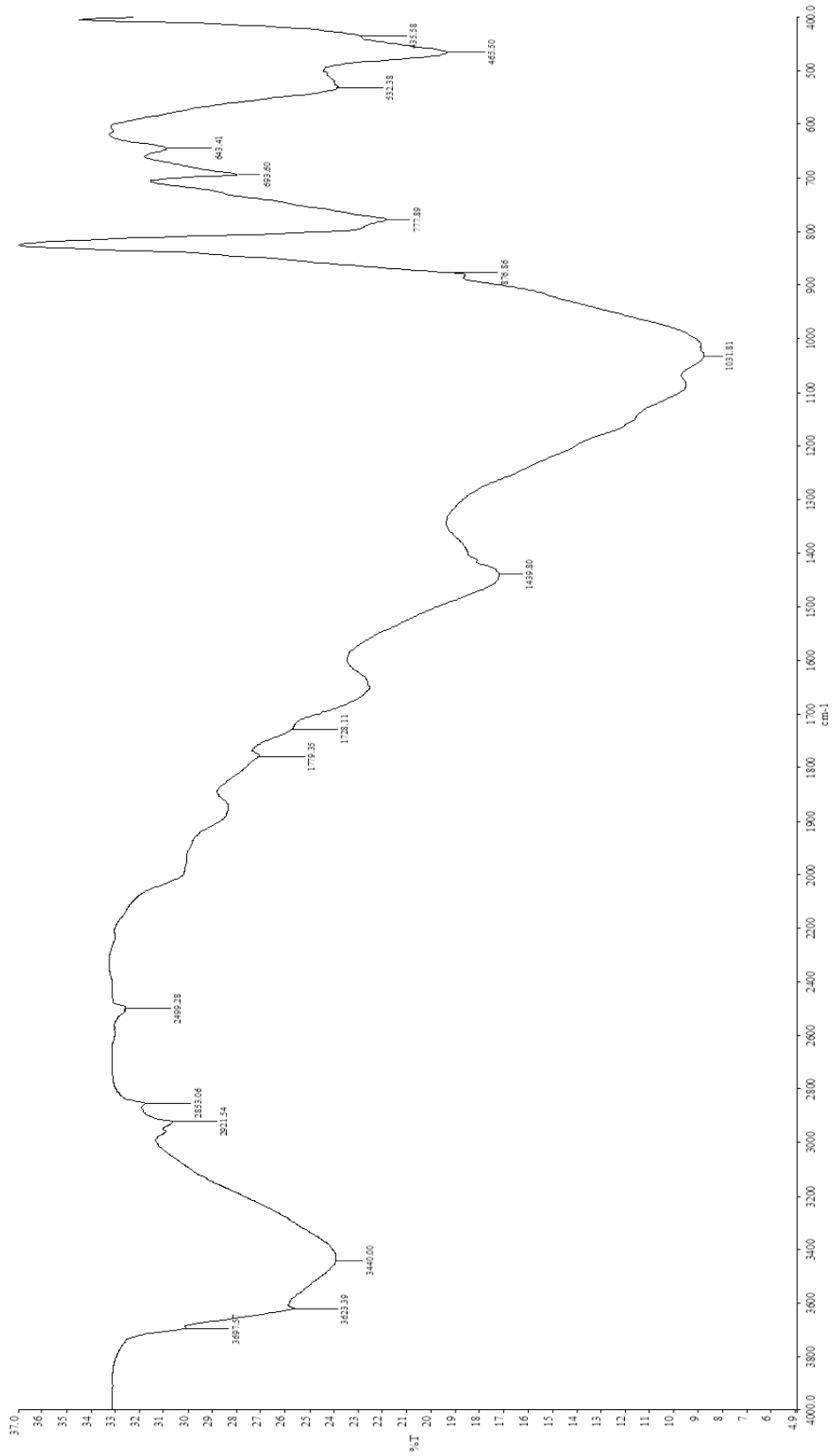
**EK – 53:** Ultrasonuz ortamda, 3M çözelti kullanılarak, 40°C’ de 120 dk elde edilen kitosana ait FTIR analizi



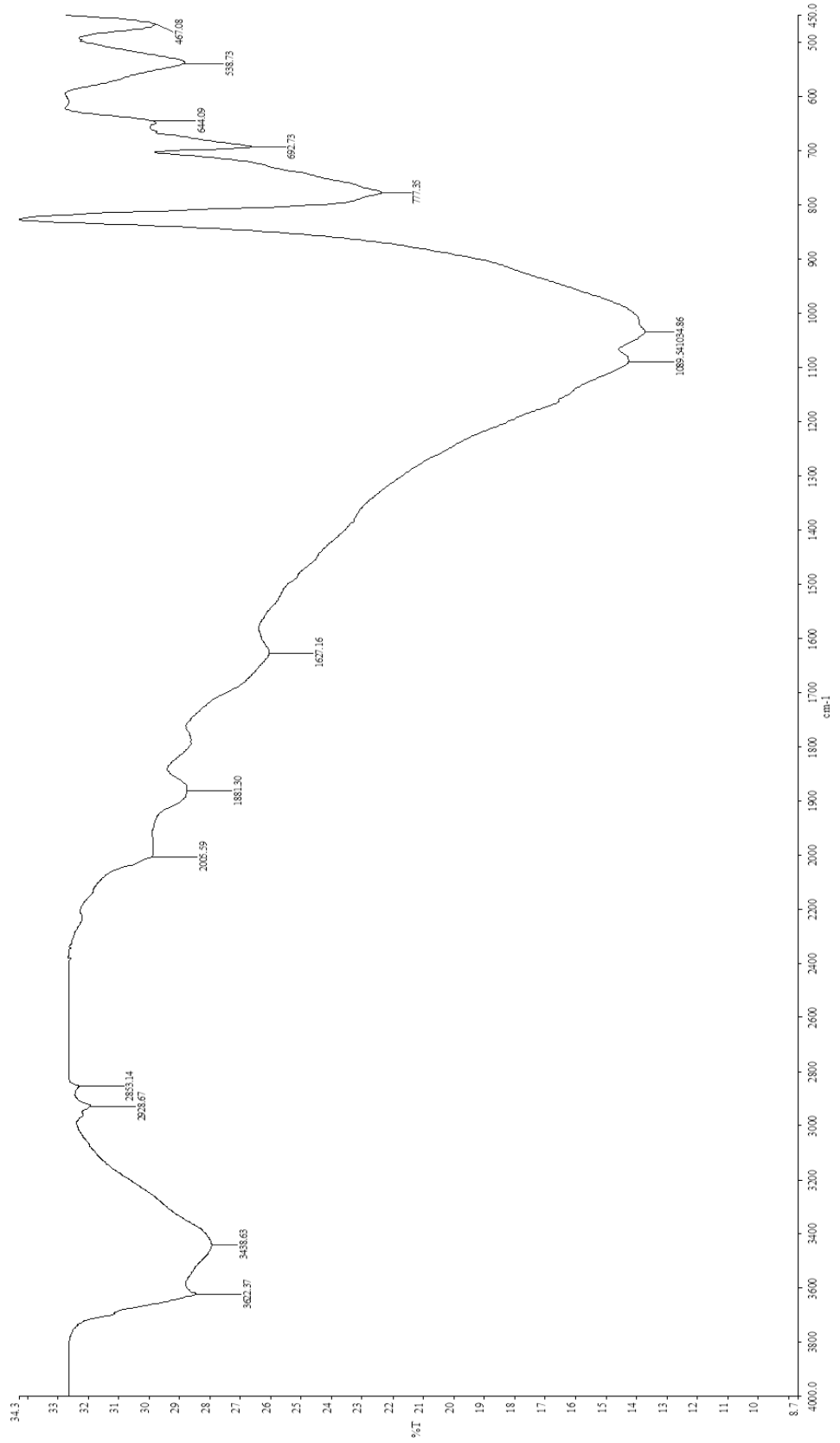
**EK – 54:** Ultrasonlu ortamda, 1M çözelti kullanılarak, 40°C’ de 120 dk elde edilen kitosana ait FTIR analizi



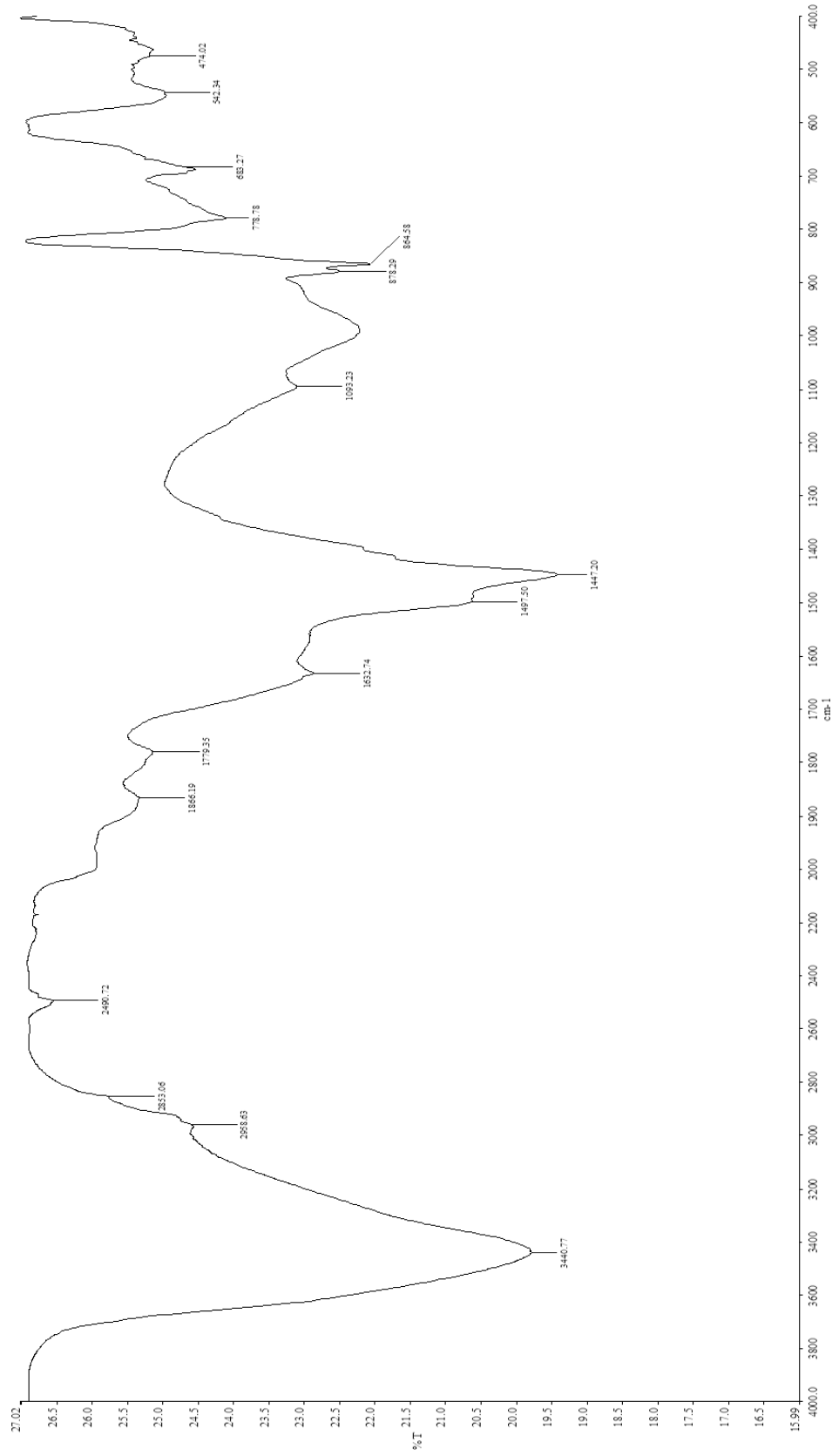
**EK – 55:** Ultrasonuz ortamda, 1M çözelti kullanılarak, 40°C’ de 120 dk elde edilen kitosana ait FTIR analizi



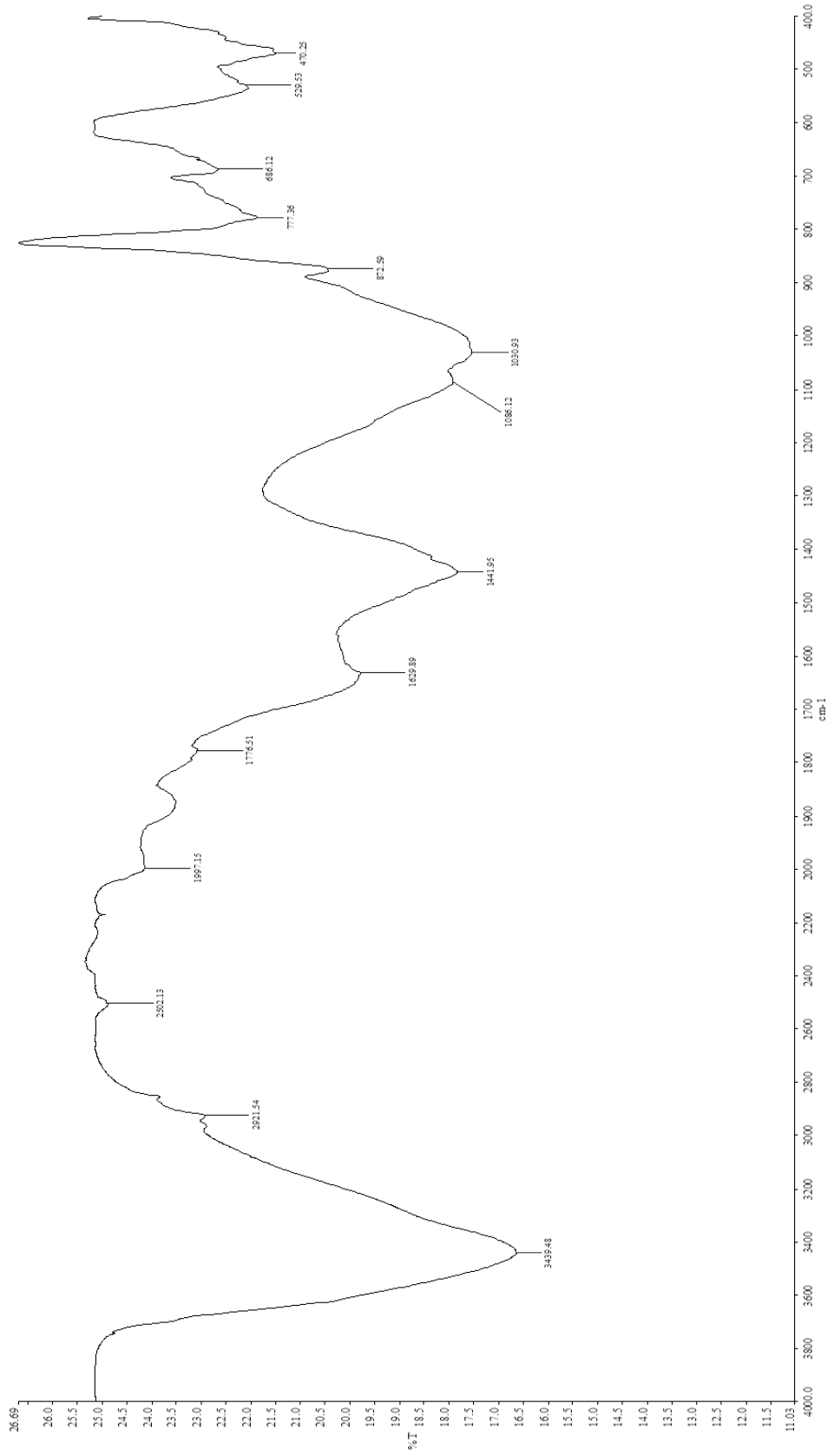
**EK – 56:** Ultrasonlu ortamda, 3M çözelti kullanılarak, 40°C’ de 60 dk elde edilen kitosana ait FTIR analizi



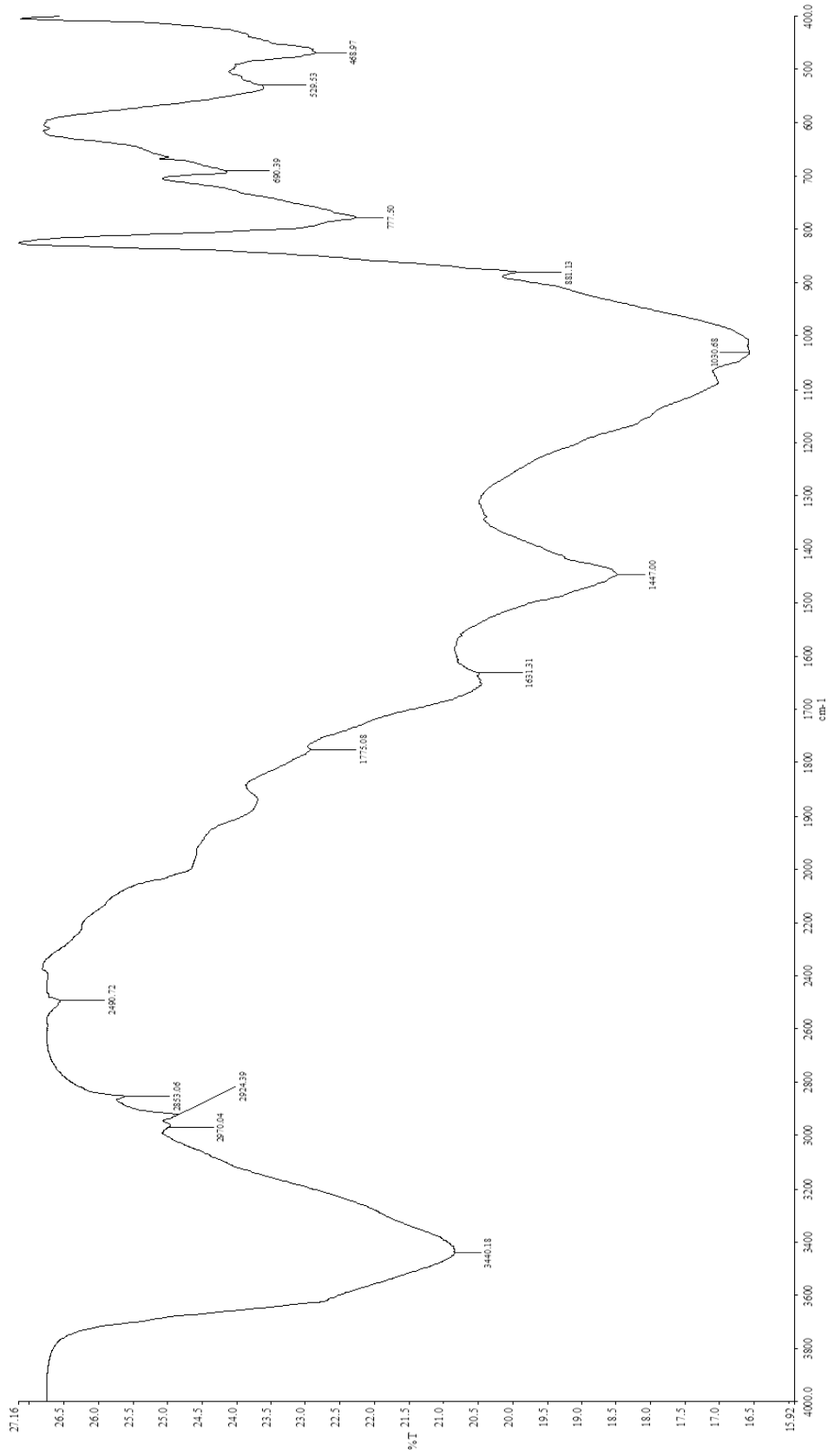
**EK – 57:** Ultrasonuz ortamda, 3M çözelti kullanılarak, 40°C’ de 60 dk elde edilen kitosana ait FTIR analizi



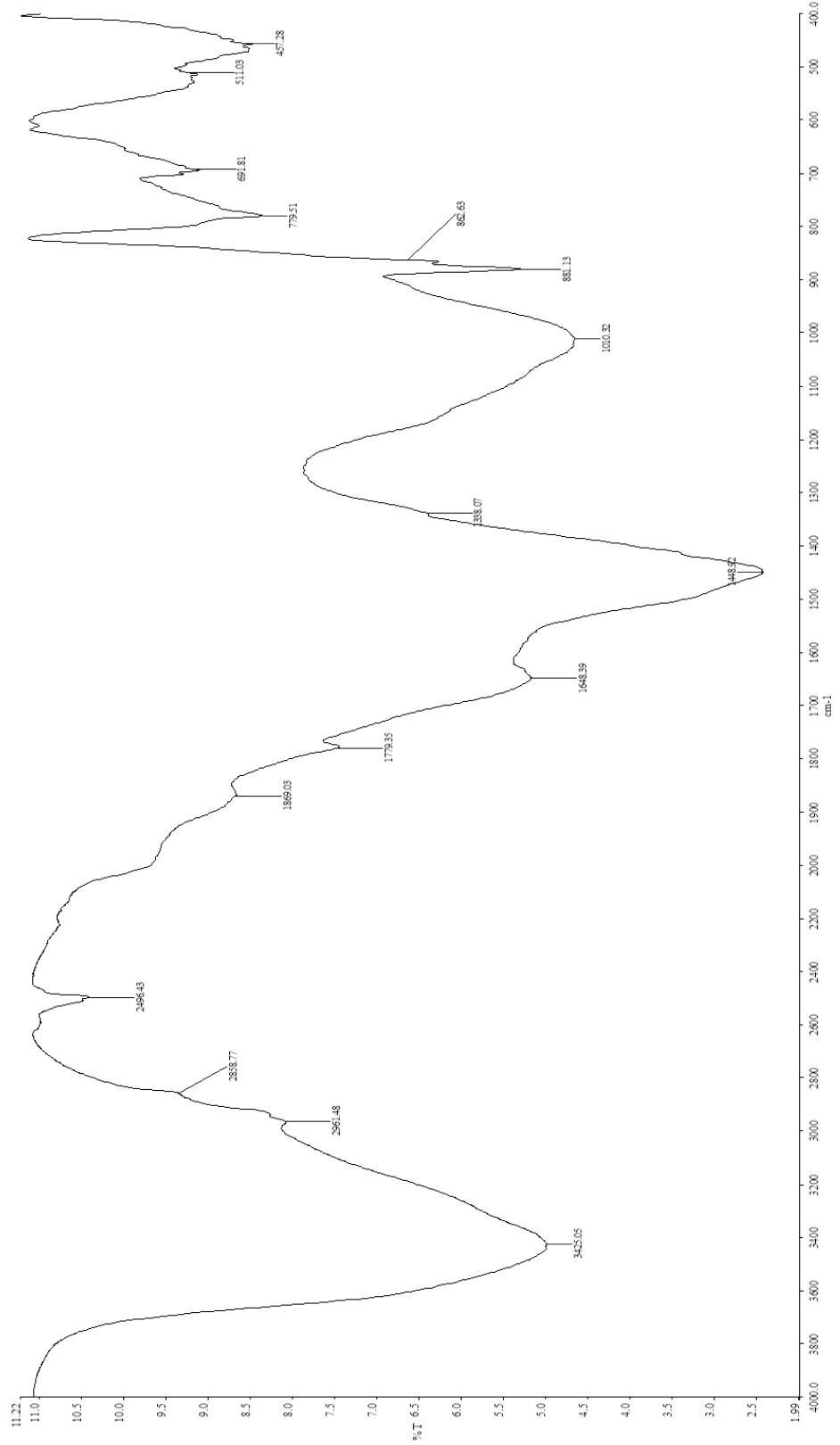
**EK – 58:** Ultrasonlu ortamda, 1M çözelti kullanılarak, 40°C’ de 60 dk elde edilen kitosana ait FTIR analizi



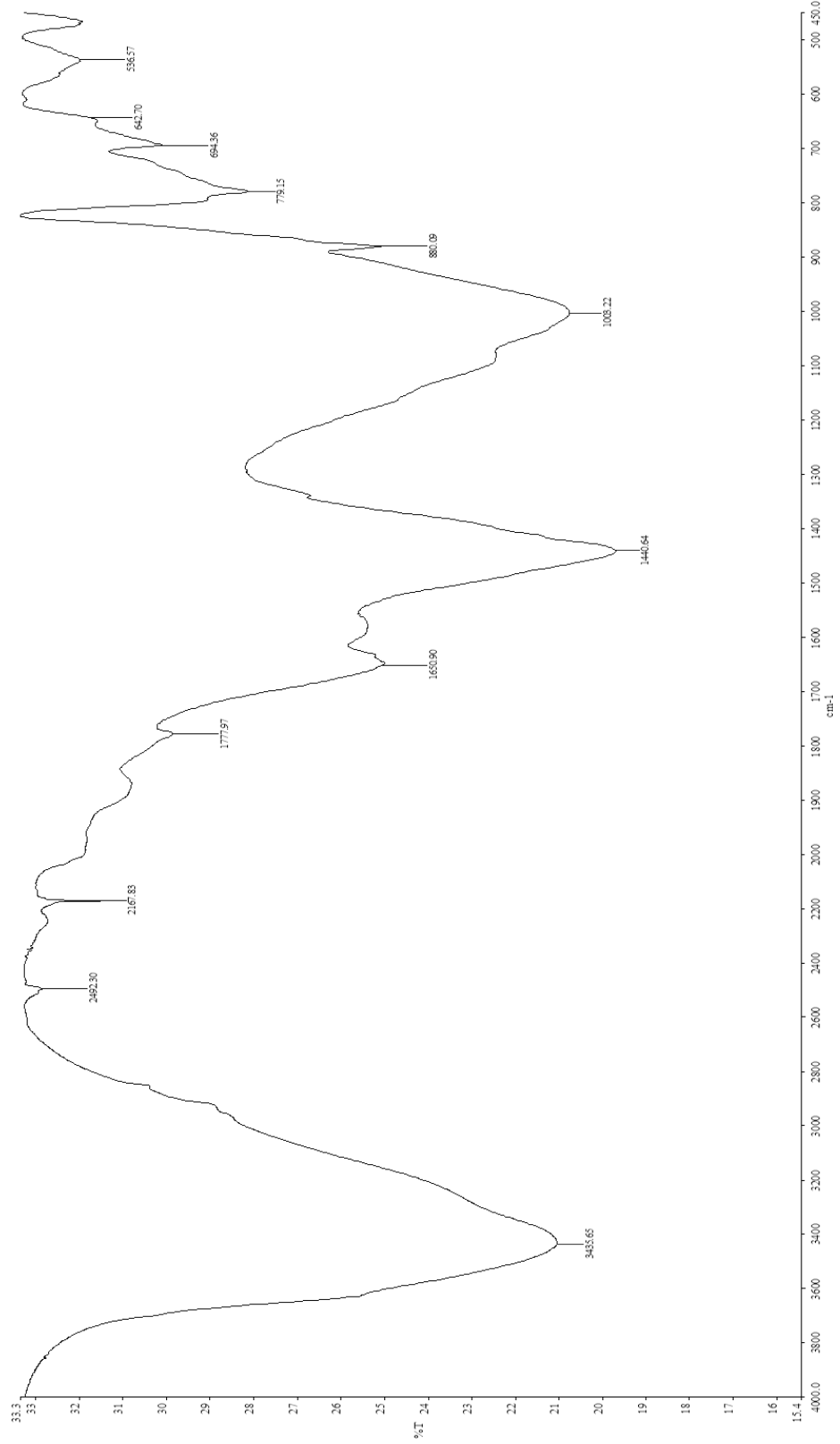
**EK – 59:** Ultrasonuz ortamda, 1M çözelti kullanılarak, 40°C’ de 60 dk elde edilen kitosana ait FTIR analizi



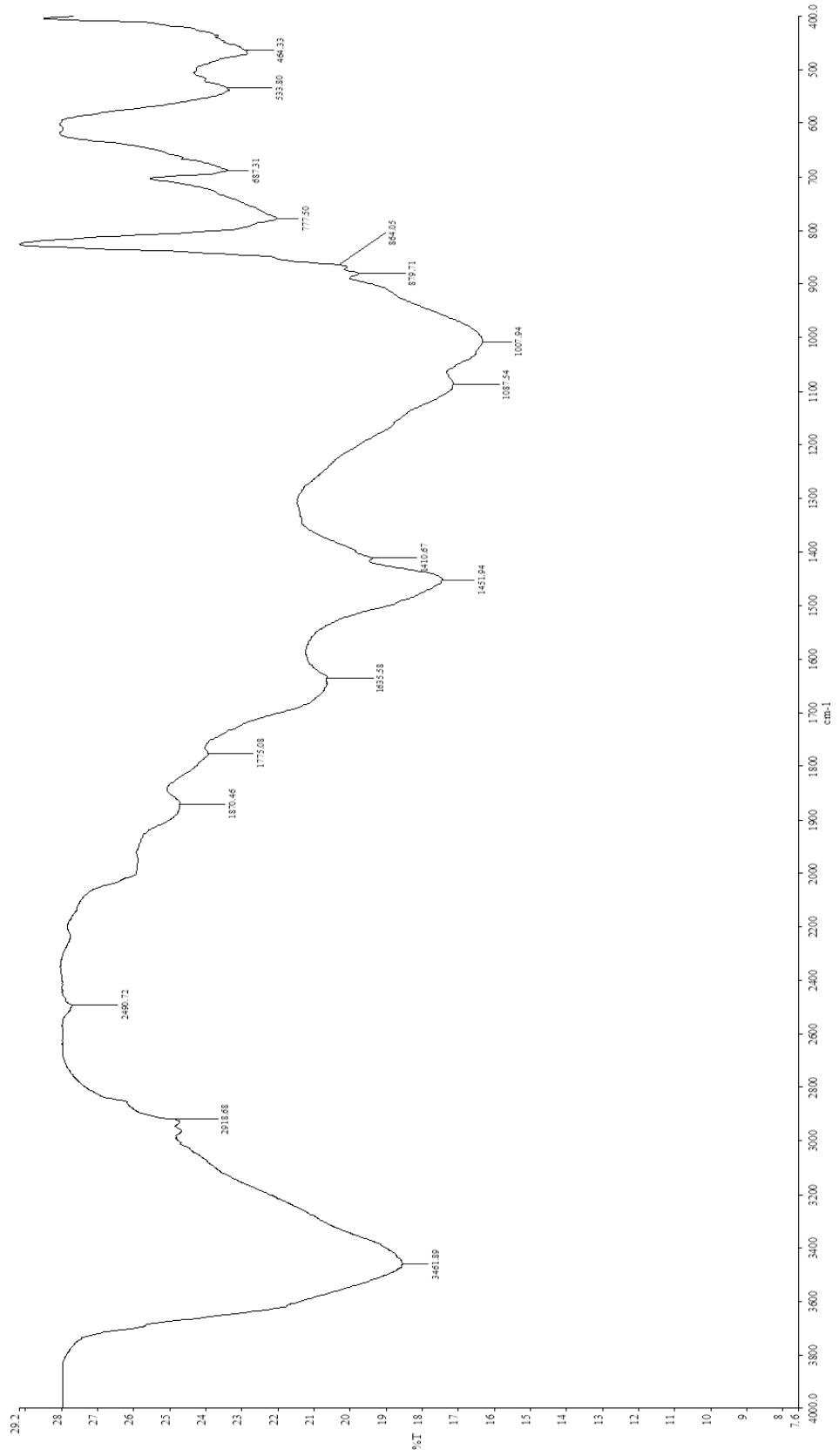
**EK – 60:** Ultrasonlu ortamda, 3M çözelti kullanılarak, 40°C’ de 30 dk elde edilen kitosana ait FTIR analizi



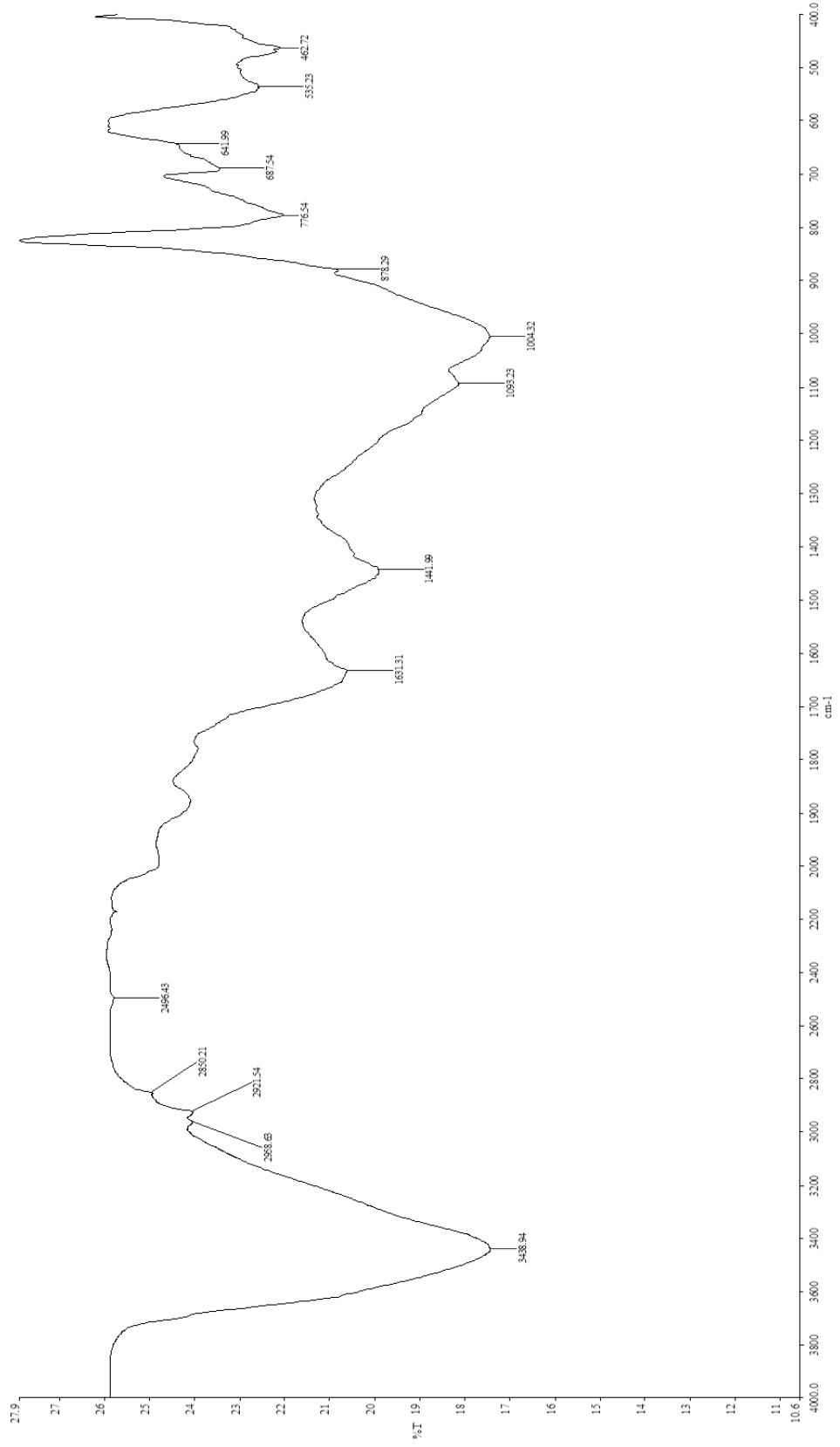
**EK – 61:** Ultrasonuz ortamda, 3M çözelti kullanılarak, 40°C’ de 30 dk elde edilen kitosana ait FTIR analizi



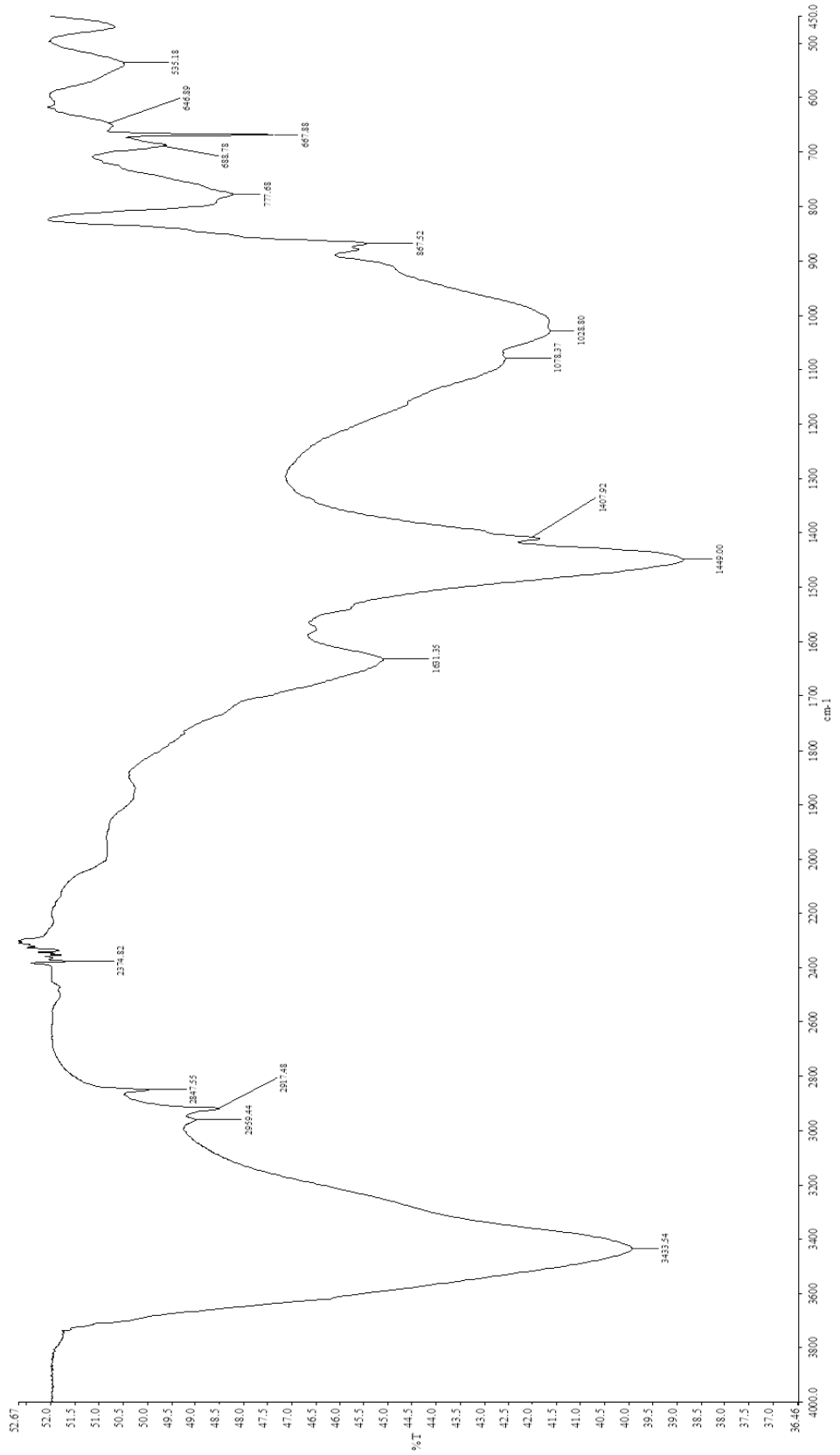
**EK – 62:** Ultrasonlu ortamda, 1M çözelti kullanılarak, 40°C’ de 30 dk elde edilen kitosana ait FTIR analizi



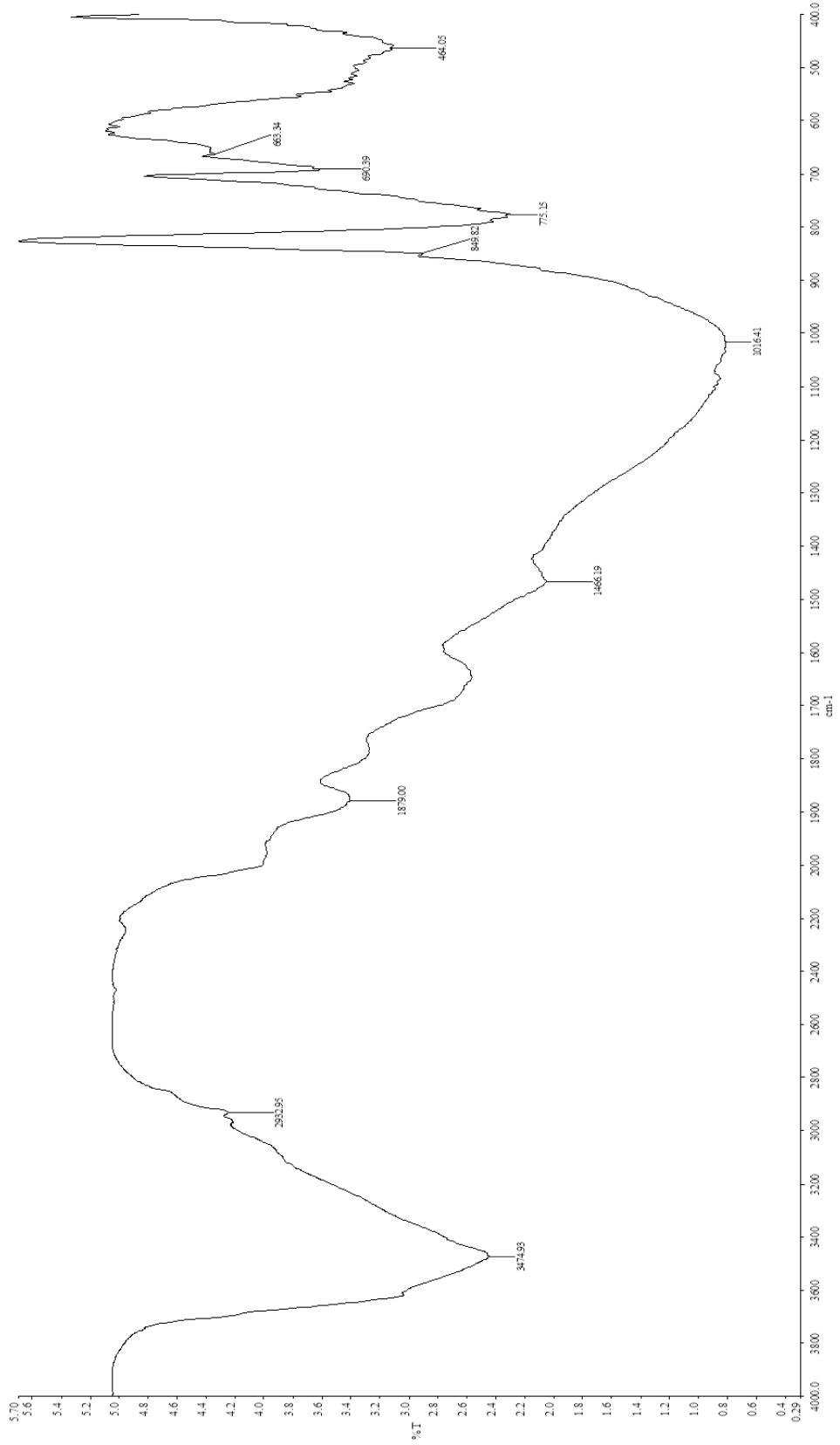
**EK – 63:** Ultrasonuz ortamda, 1M çözelti kullanılarak, 40°C’ de 30 dk elde edilen kitosana ait FTIR analizi



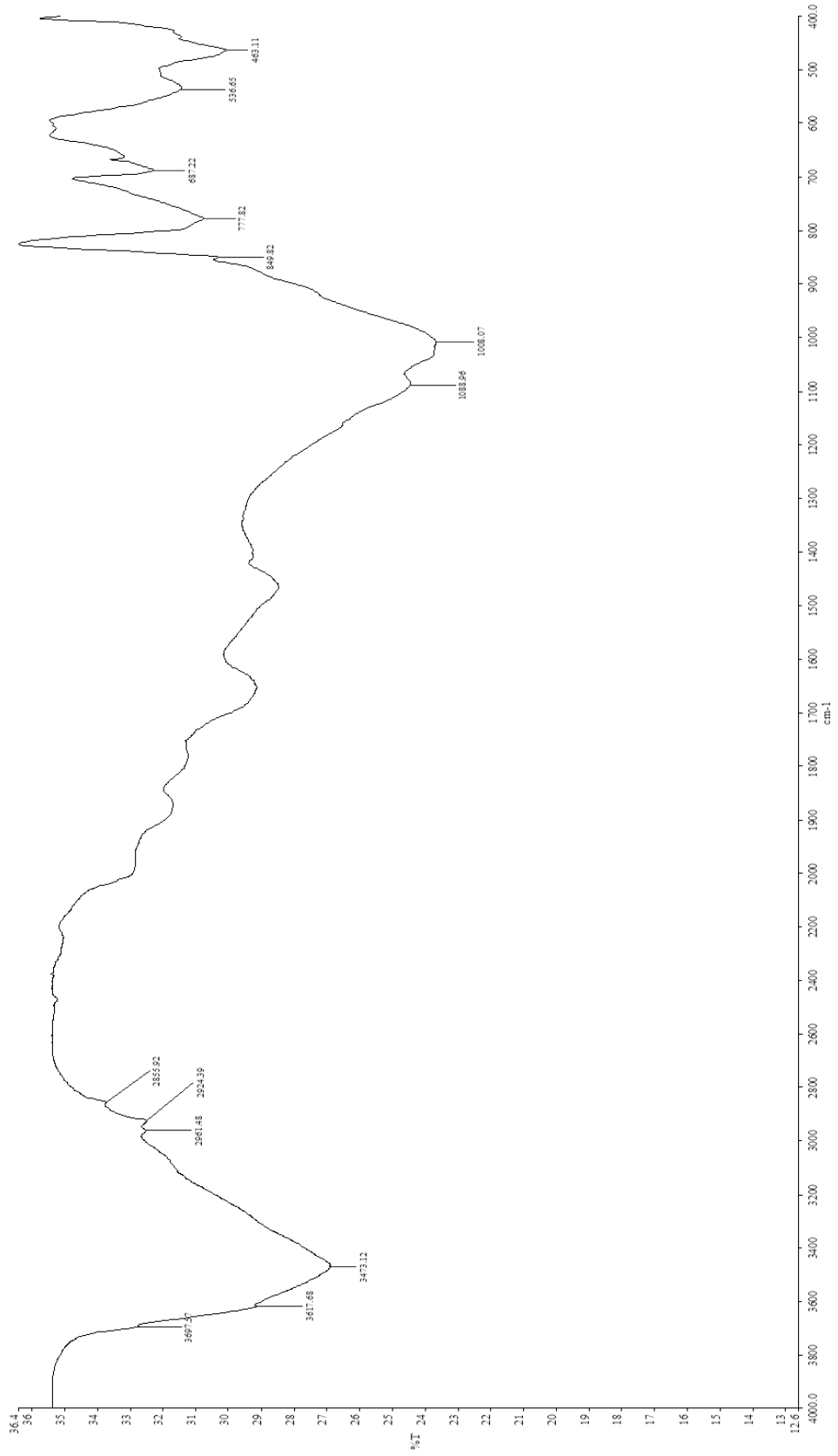
**EK – 64:** Ultrasonlu ortamda, 3M çözelti kullanılarak, 20°C’ de 120 dk elde edilen kitosana ait FTIR analizi



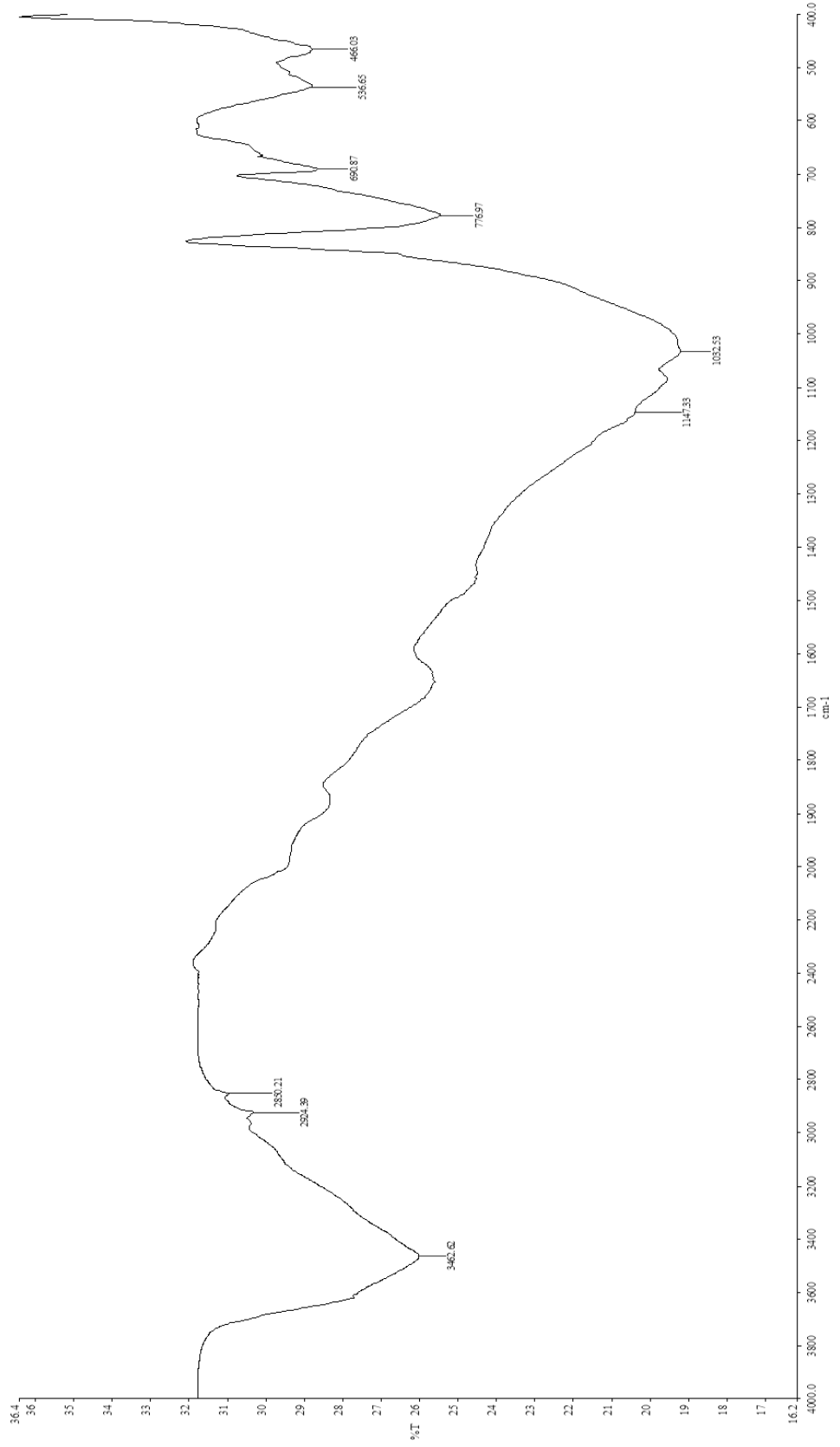
**EK – 65:** Ultrasonuz ortamda, 3M çözelti kullanılarak, 20°C’ de 120 dk elde edilen kitosana ait FTIR analizi



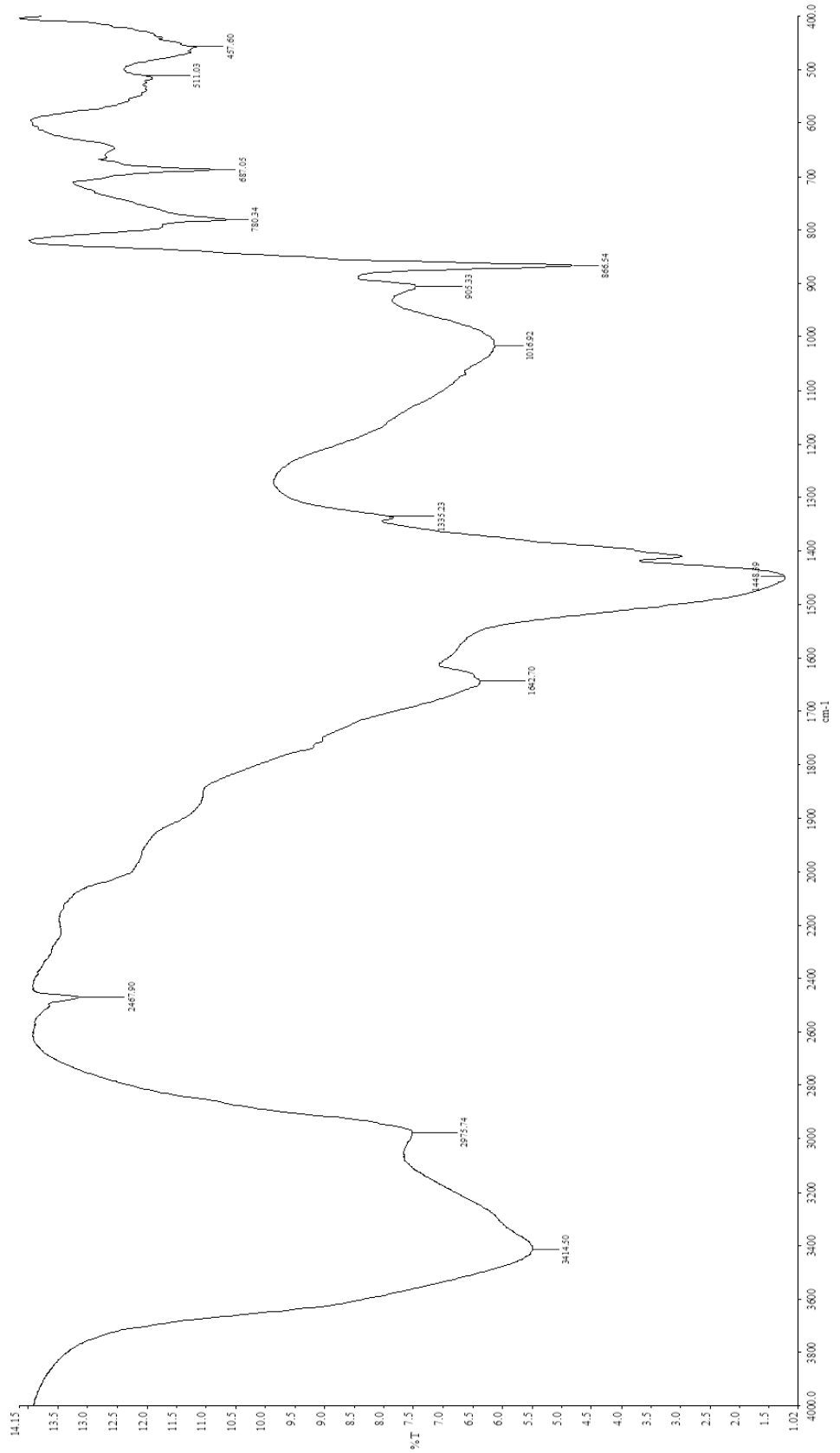
**EK – 66:** Ultrasonlu ortamda, 1M çözelti kullanılarak, 20°C’ de 120 dk elde edilen kitosana ait FTIR analizi



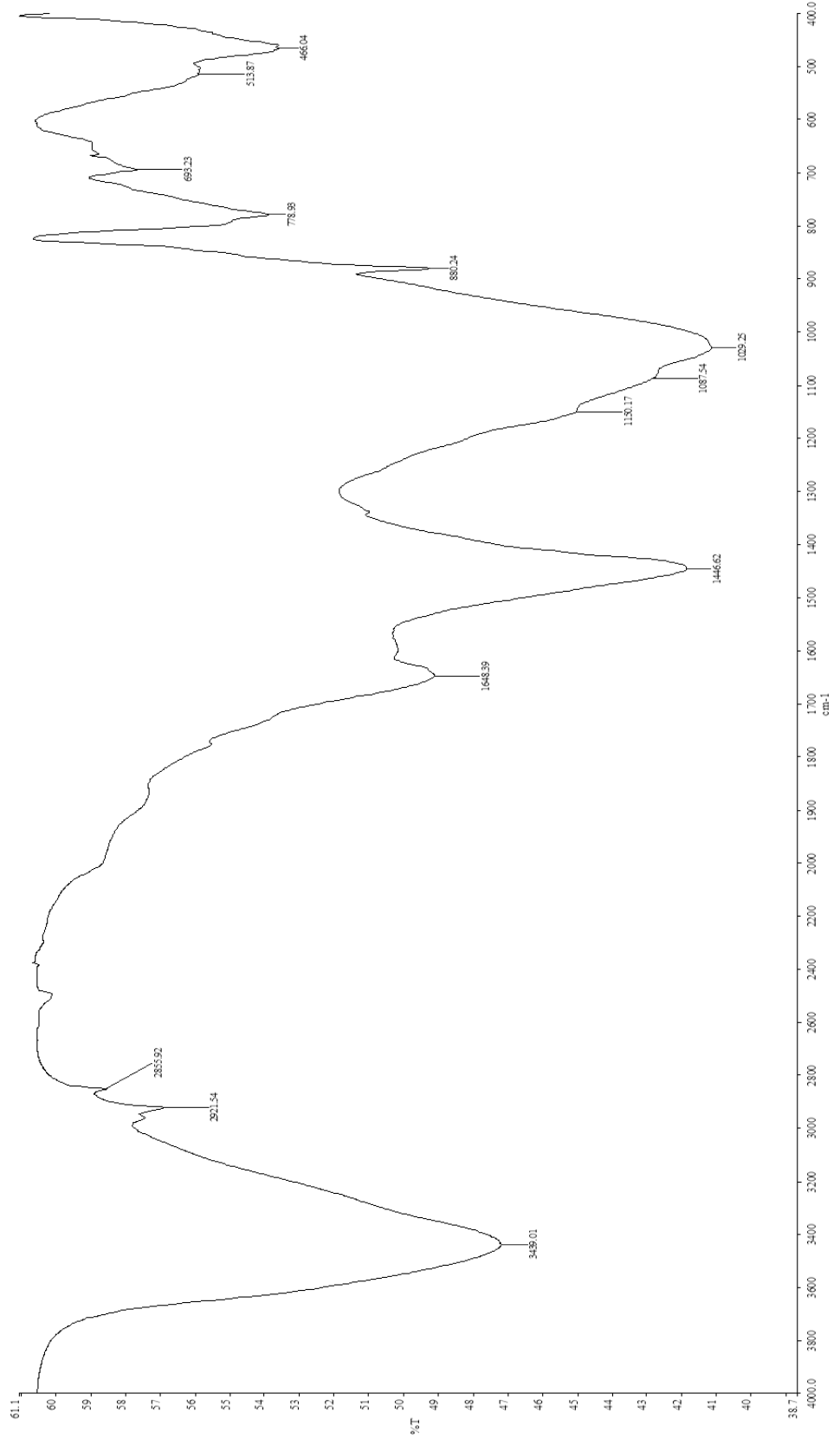
**EK – 67:** Ultrasonuz ortamda, 1M çözelti kullanılarak, 20°C’ de 120 dk elde edilen kitosana ait FTIR analizi



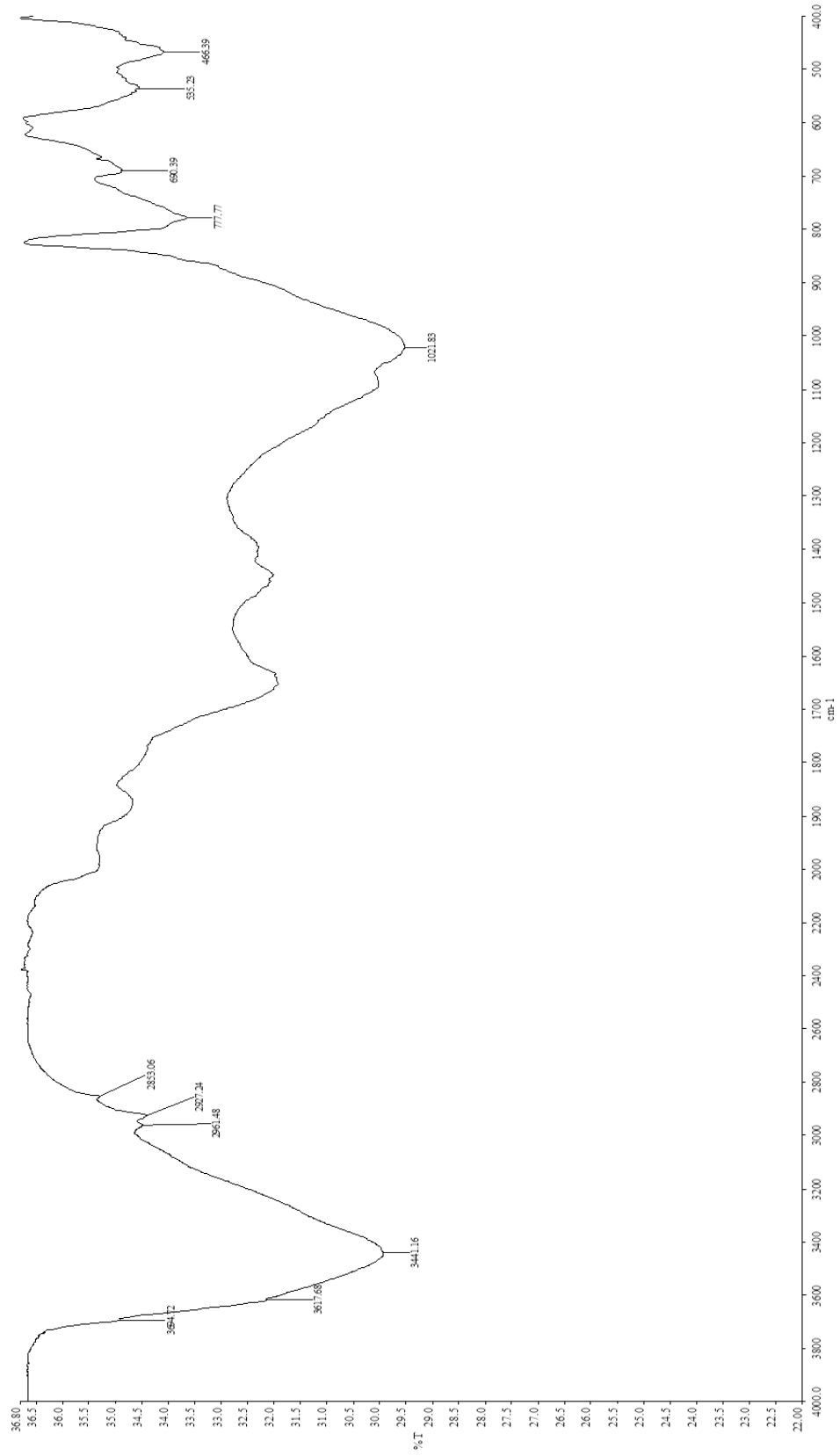
**EK – 68:** Ultrasonlu ortamda, 3M çözelti kullanılarak, 20°C’ de 60 dk elde edilen kitosana ait FTIR analizi



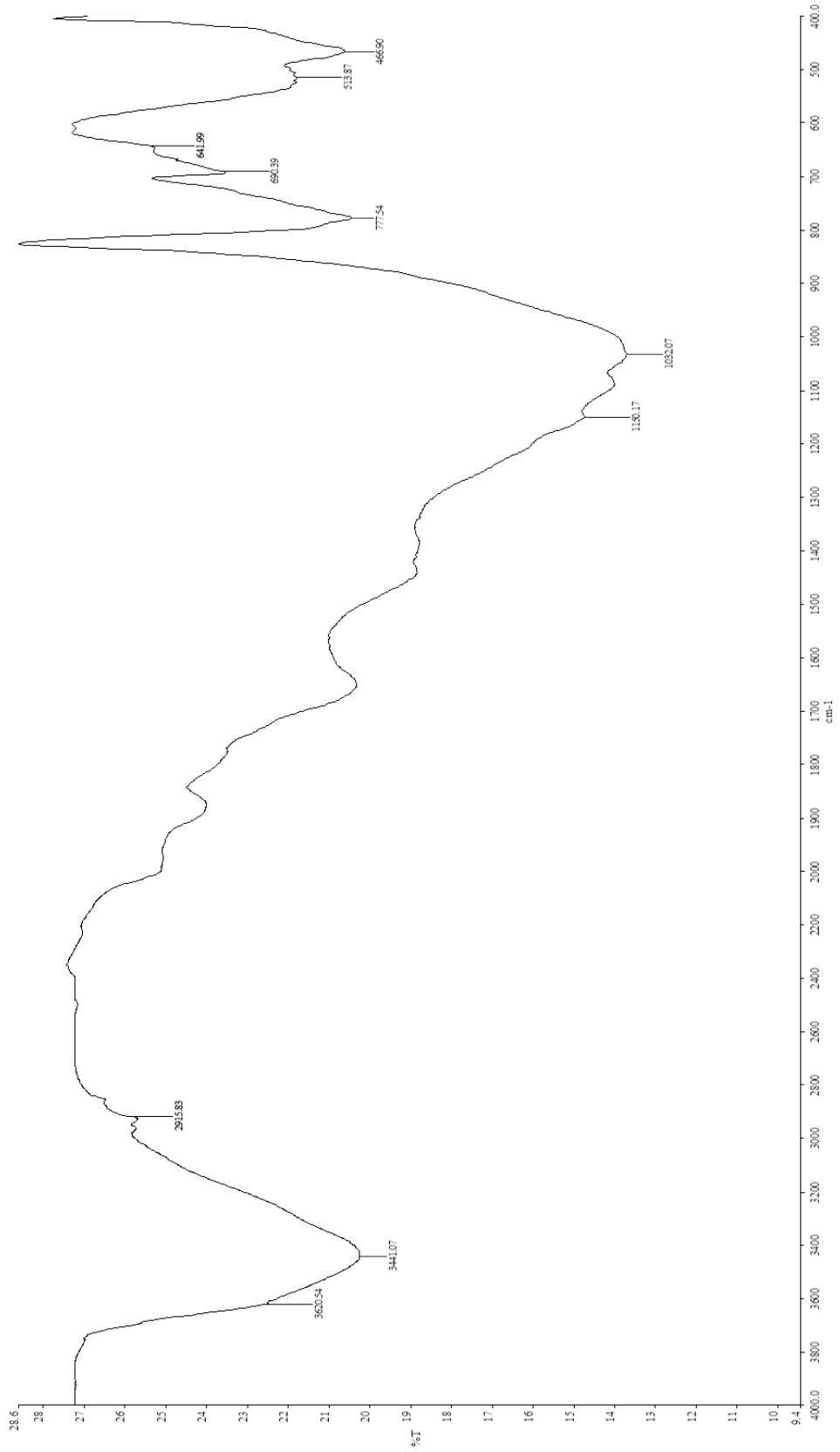
**EK – 69:** Ultrasonuz ortamda, 3M çözelti kullanılarak, 20°C’ de 60 dk elde edilen kitosana ait FTIR analizi



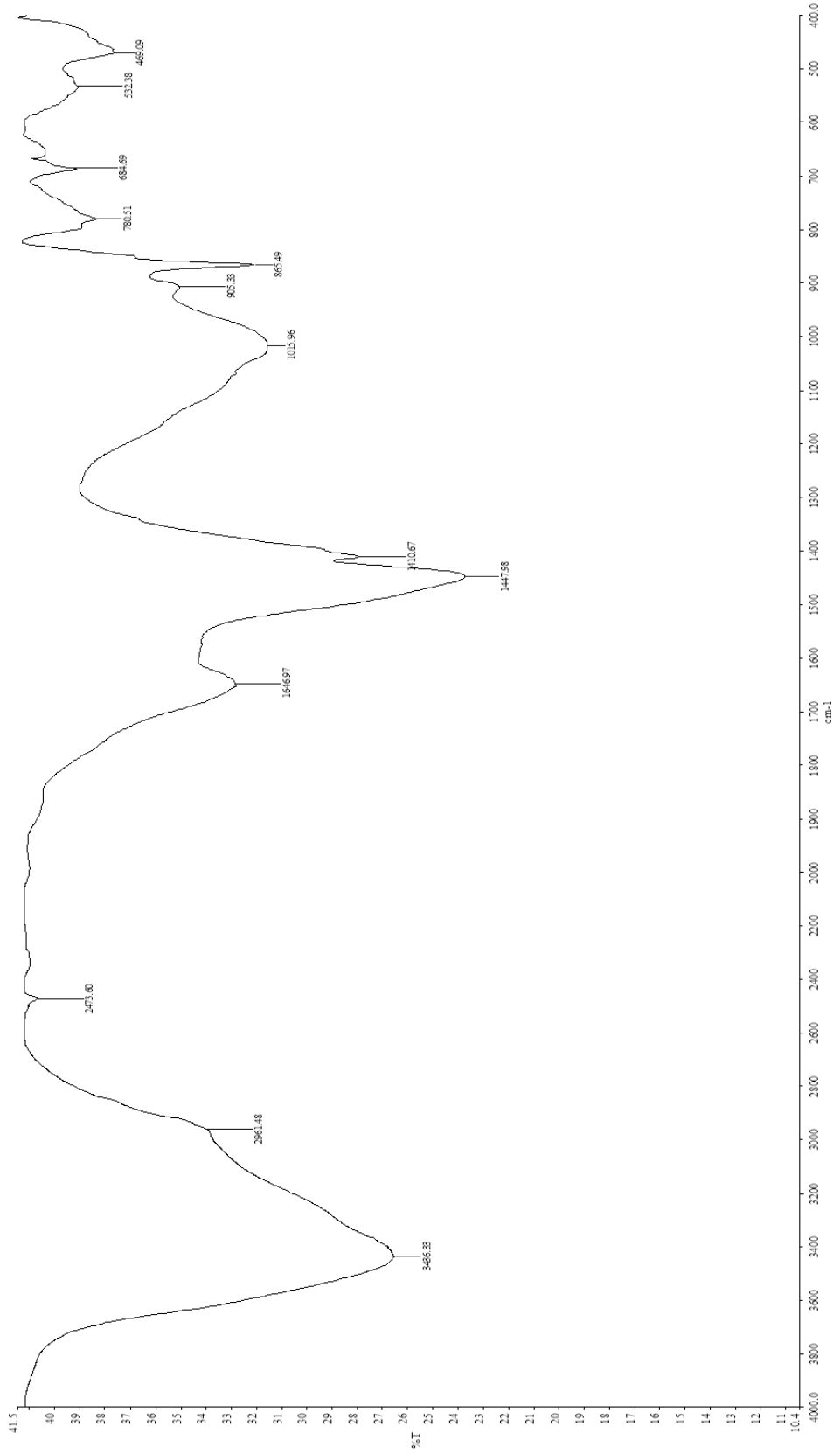
**EK – 70:** Ultrasonlu ortamda, 1M çözelti kullanılarak, 20°C’ de 60 dk elde edilen kitosana ait FTIR analizi



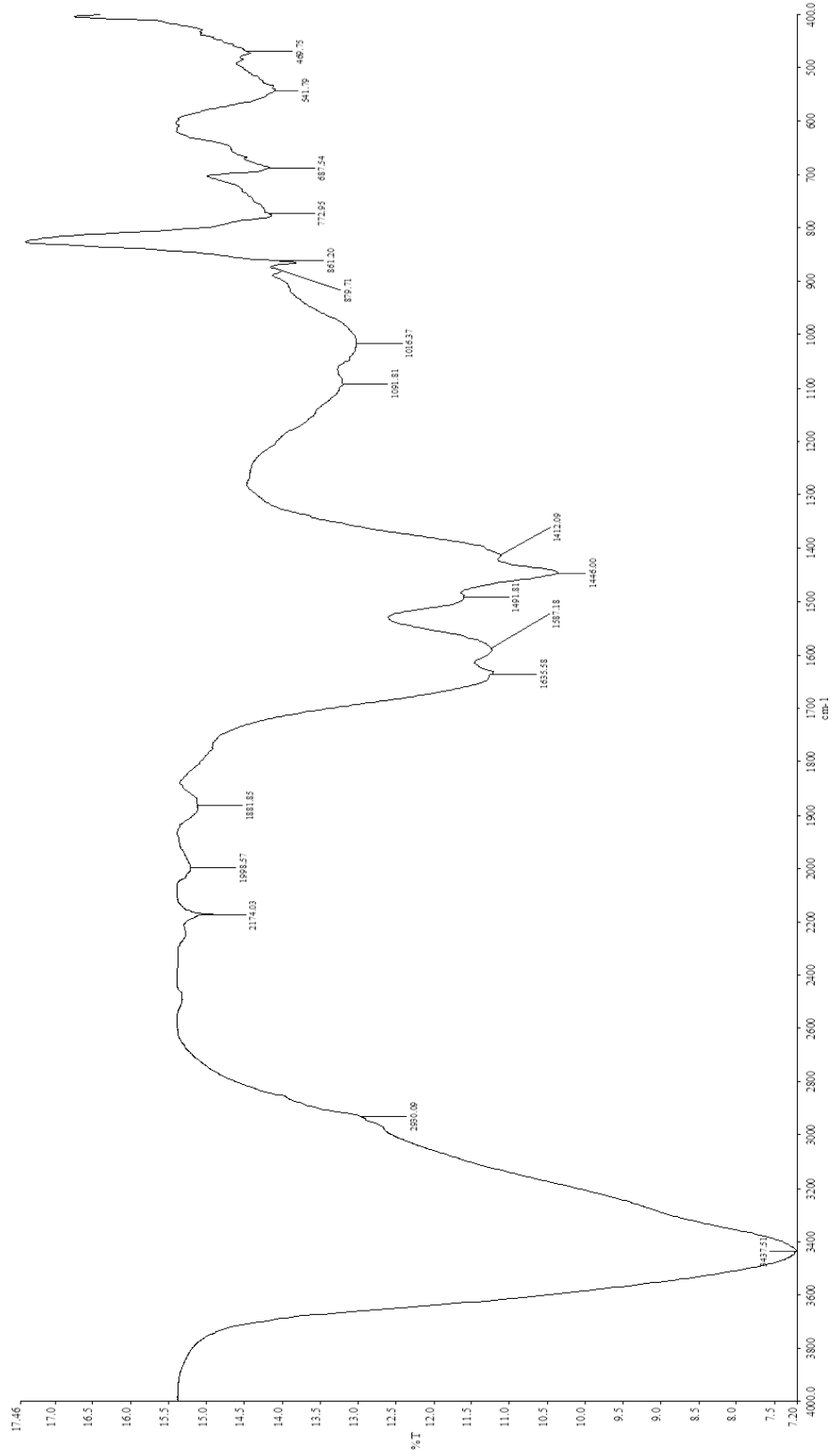
**EK – 71:** Ultrasonuz ortamda, 1M çözelti kullanılarak, 20°C’ de 60 dk elde edilen kitosana ait FTIR analizi



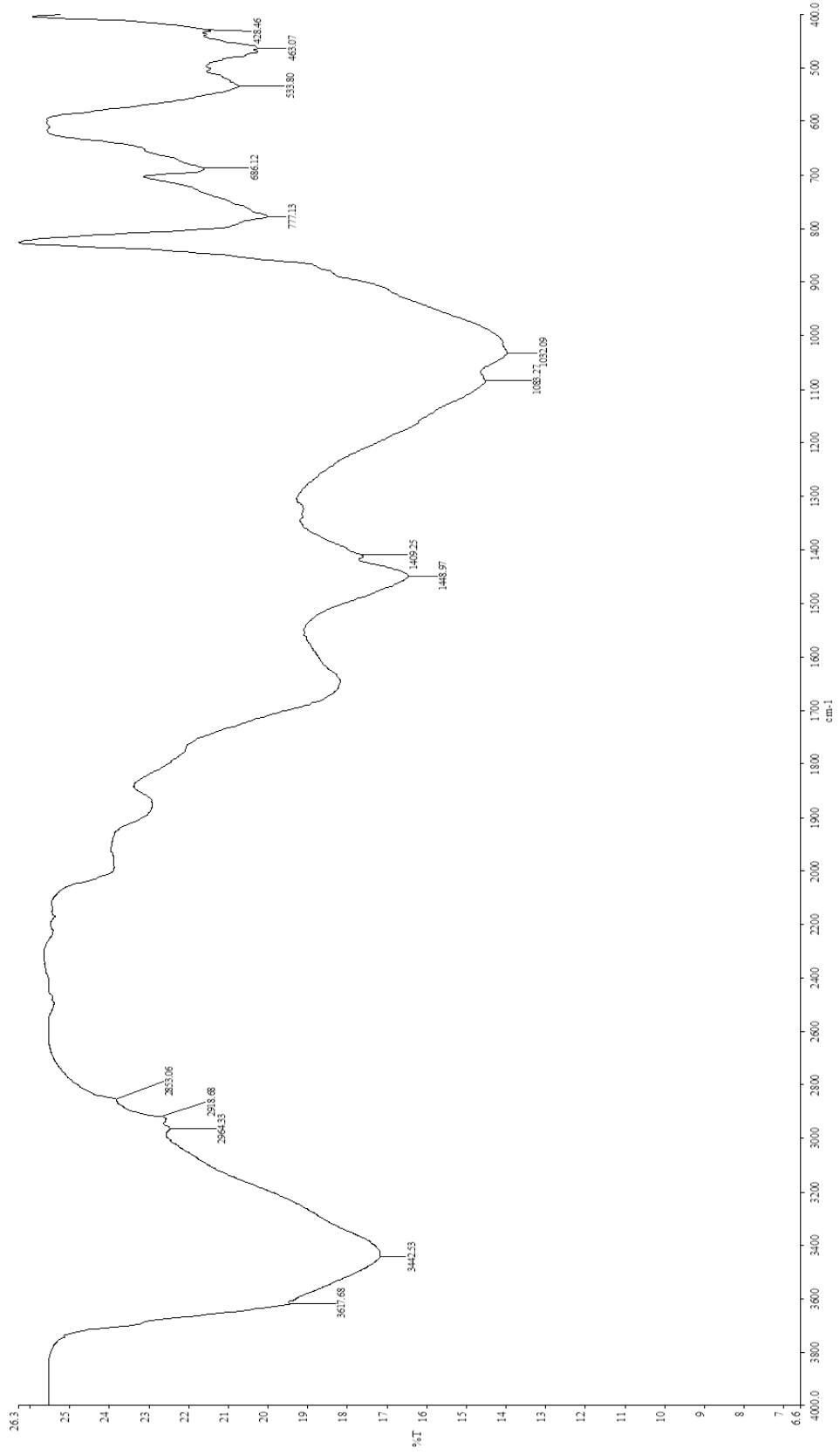
**EK – 72:** Ultrasonlu ortamda, 3M çözelti kullanılarak, 20°C’ de 30 dk elde edilen kitosana ait FTIR analizi



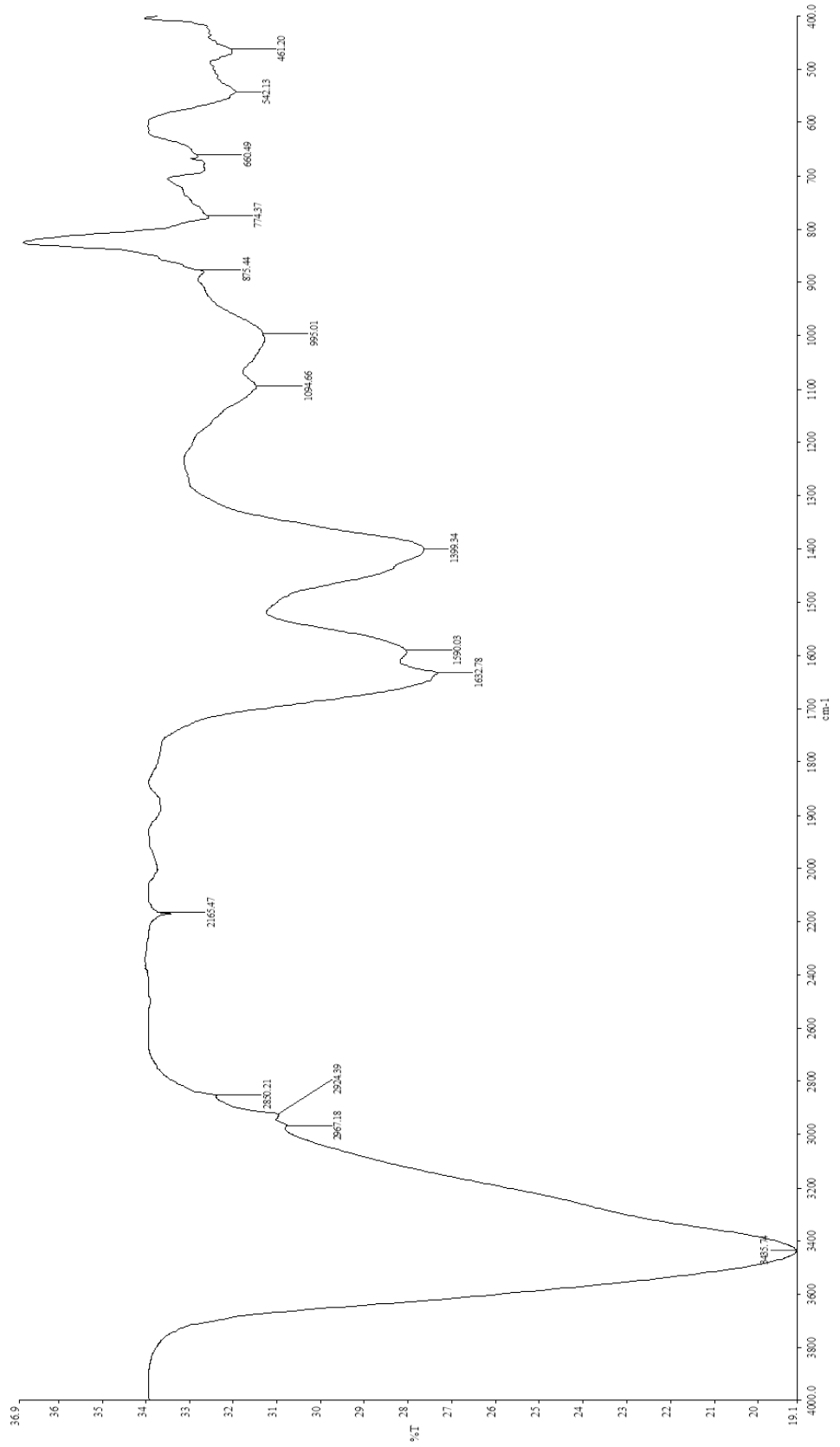
**EK – 73:** Ultrasonuz ortamda, 3M çözelti kullanılarak, 20°C’ de 30 dk elde edilen kitosana ait FTIR analizi



**EK – 74:** Ultrasonlu ortamda, 1M çözelti kullanılarak, 20°C’ de 30 dk elde edilen kitosana ait FTIR analizi



**EK – 75:** Ultrasonuz ortamda, 1M çözelti kullanılarak, 20°C’ de 30 dk elde edilen kitosana ait FTIR analizi



## ÖZGEÇMİŞ

### Kişisel Bilgiler

Adı Soyadı : Tevhide Derya ÇARIKÇI  
Doğum Yeri ve Tarihi : Osmaneli / 1986



### Eğitim Durumu

Lisans Öğrenimi : Gazi Üniversitesi – Fen-Edebiyat Fakültesi – Kimya Bölümü  
Bildiği Yabancı Diller : İngilizce  
Bilimsel Faaliyetleri : 5. Ulusal Öğrenci Kimya Kongresi /Poster Sunumu

### İş Deneyimi

Stajlar : Türk Standartları Enstitüsü  
Projeler : Bilecik Şeyh Edebali Üniversitesi – Bilimsel Araştırma Projesi  
Çalıştığı Kurumlar : 404 Kimya San. Ve Tic. A.Ş.

### İletişim

Adres : Cami Cedit Mh. İsmet Paşa Cd. No:44 Osmaneli/BİLECİK  
Tel : 02284614638  
E-Posta Adresi : t.derya.carikci@hotmail.com

**Tarih:04/12/2014**