



T.C.

HİTİT ÜNİVERSİTESİ

LİSANSÜSTÜ EĞİTİM ENSTİTÜSÜ

KİMYA ANABİLİM DALI

**ELEKTROSPİNLEME YÖNTEMİ İLE GIDALARA
UYGULANABİLEN YENİLEBİLİR FİLM ELDESİ**

Yüksek Lisans Tezi

Aylin YAVUZ

Çorum - 2024

**ELEKTROSPİNLEME YÖNTEMİ İLE GIDALARA UYGULANABİLEN
YENİLEBİLİR FİLM ELDESİ**

Aylin YAVUZ

Lisansüstü Eğitim Enstitüsü

Kimya Anabilim Dalı

Yüksek Lisans Tezi

TEZ DANIŞMANI

Prof. Dr. Ebru GÖKMEŞE

Çorum 2024

Aylin YAVUZ tarafından hazırlanan “Elektrospinleme Yöntemi İle Gıdalara Uygulanabilen Yenilebilir Film Eldesi” adlı tez çalışması 26/06/2024 tarihinde aşağıdaki jüri üyeleri tarafından oy birliği ile Hitit Üniversitesi Lisansüstü Eğitim Enstitüsü Kimya Anabilim Dalında Yüksek Lisans tezi olarak kabul edilmiştir.

Prof. Dr. Ebru GÖKMEŞE (Danışman)

.....

Prof. Dr. Nihan KAYA

.....

Prof.Dr. Sevil ÖZKINALI

.....

Hitit Üniversitesi Lisansüstü Eğitim Enstitüsü Yönetim Kurulunun .../.../..... tarih ve sayılı kararı ile Aylin YAVUZ'un Kimya Anabilim Dalında Yüksek Lisans derecesi alması onanmıştır.

(İmza)

Prof. Dr. Osman ÇUBUK

Lisansüstü Eğitim Enstitüsü Müdürü

TEZ BİLDİRİMİ

Tez içindeki bütün bilgilerin etik davranış ve akademik kurallar çerçevesinde elde edilerek sunulduğunu, ayrıca tez yazım kurallarına uygun olarak hazırlanan bu çalışmada bana ait olmayan her türlü ifade ve bilginin kaynağına eksiksiz atıf yapıldığını beyan ederim.

(İmza)

Aylin YAVUZ



**ELEKTROSPİNLEME YÖNTEMİ İLE GIDALARA
UYGULANABİLEN YENİLEBİLİR FİLM ELDESİ**

Aylin YAVUZ

ORCID:0000-0002-5890-1974

HİTİT ÜNİVERSİTESİ
LİSANSÜSTÜ EĞİTİM ENSTİTÜSÜ

Yüksek Lisans Tezi

Mayıs 2024

ÖZET

Yenilenebilir nanolif malzemeleri üretimi ile ilgili yapılan çalışmalar gıdaların ambalajlanmasında ve raf ömürlerinin uzun olması bakımından önemlidir. Yenilenebilir nanolif çalışmalarının artması ve uygulama alanının geliştirilmesi ile gıda endüstrisinde ambalaj malzeme çeşitliliğinin artmaktadır. Ayrıca, yenilebilir filmler ve kaplamalar gıdaların kaliteli olmasını, bozunma olayının engellenmesini, raf ömrünün uzamasını sağlayan gıdanın içinde ya da gıdanın yüzeyinde bulunan protein, lipit ve polisakkarit yapıları polimerik malzemelerdir. Gıdaların ambalajlanmasında daha çok petrokimyasal kaynaklı ürünlerin tercih edilmesi oluşan atıkların çevresel sorunlara neden olmaktadır. Doğa dostu olarak kabul edilen ambalajlama malzemelerinin biyobozunur ve biyoyumlu özellikte olması doğa ve çevre açısından çok önemlidir.

Bu tez çalışmasında, belli oranlarda polivil alkol (PVA), kitosan (CS) ve zeytinyağı maddelerinden polimerik, biyoyumlu ve biyoçözünür çözelti hazırlanarak elektrospınleme yöntemiyle yenilebilir nanolif elde edilmeye çalışılmıştır. Zeytinyağının ve kitosanın viskozite seviyeleri yüksektir. Bu bileşenler, PVA/CS (70:30) çözeltisine %1'lik ve %2'lik oranlarda zeytinyağı ilave edilerek biyopolimer çözeltileri hazırlanmış nanolifler elde edilmiştir.

Elde edilen nanoliflerin yapısal karakterizasyonunda yapıda bulunan organik yapıları fonksiyonel gruplar Infrared Spektropisi (FTIR) ile yüzey yapısının aydınlatılması ise Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) ile yapılmıştır. Nanoliflerin sıcaklığa bağlı termal karakterizasyonu Diferansiyel Taramalı Kalorimetre (DSC) ile aydınlatılmıştır. Nanoliflerin

teksür analizi ile yapısal özellikleri ve nem tayini ile yapılarındaki su miktarı ölçülmüştür. Su miktarı, malzemenin raf ömrünü etkilemektedir. Nem miktarına göre gıda malzemesinin işlenebilirliği, raf ömrü, kullanılabilirliği ve ürün kalitesi tespit edilmektedir. Peroksit analizi ile nanoliflerin yapısında bulunan aktif oksijenin tespit edilmiştir. Aktif oksijen miktarı nanolifin bozunmuşluk miktarını tespit edilmesini sağlar. Nanoliflerin üç Gram-pozitif, üç Gram-negatif ve iki fungus tipi ile antibakteriyel ve antifungal aktivite çalışmaları ile antimikrobiyal aktiviteleri incelenmiştir.

Elde edilen nanoliflerin gıda analizleri ve antimikrobiyal çalışmaları ile gıdaların ambalajında yenilebilir bir malzeme olabileceği önerilmektedir.

Anahtar Kavramlar: Nanoteknoloji, Yenilebilir film, Elektrospınleme, Kitosan, Zeytinyağı,

Bilim Kodu: 20112, 90808



FOODS WITH ELECTROSPINING METHOD

GET APPLICABLE EDIBLE FILM

Aylin YAVUZ

ORCID: 0000-0002-5890-1974

HITIT UNIVERSITY

GRADUATE SCHOOL

Master of Science Thesis

May 2024

ABSTRACT

Studies on producing renewable nanofibre materials are essential in terms of the packaging of foods and long shelf life. With the increase in renewable nanofibre studies and the development of the application area, the variety of packaging materials in the food industry is increasing. In addition, edible films and coatings are polymeric materials with protein, lipid, and polysaccharide structures in the food or on the surface of the food, which ensure the quality of food, the prevention of degradation, and the prolongation of shelf life. The preference for petrochemical-derived products in the packaging of foods causes environmental problems. It is essential for nature and the environment that packaging materials, considered environmentally friendly, are biodegradable and biocompatible.

In this thesis, polymeric, biocompatible, and biodegradable solutions were prepared from polyvolatile alcohol (PVA), chitosan (CS), and olive oil in certain ratios, and edible nanofibres were obtained by electrospinning. Olive oil and chitosan have high viscosity levels. These components were added to the PVA/CS (70:30) solution at %1 and %2 ratios of olive oil, and nanofibres were obtained by preparing biopolymer solutions.

In the structural characterization of the obtained nanofibres, the organic functional groups in the structure were investigated by Infrared Spectrophotography (FTIR), and the surface structure was investigated by Scanning Electron Microscopy (SEM). The temperature-dependent thermal characterization of the nanofibres was investigated by Differential Scanning Calorimetry (DSC). The structural properties of nanofibres were analyzed using texture analysis, and the amount of water in their structure was measured using moisture

determination. The amount of water affects the shelf life of the material. The amount of moisture determines the food material's processability, shelf life, usability, and product quality. The active oxygen in the structure of nanofibres was determined by peroxide analysis. The amount of active oxygen allows the amount of degradation of the nanofibre to be determined. The antimicrobial activities of nanofibres were investigated by antibacterial and antifungal activity studies with three Gram-positive, three Gram-negative, and two fungal types.

It is suggested that the obtained nanofibres can be an edible material in food packaging, based on food analyses and antimicrobial studies.

Key Terms: Nanotechnology, Edible film, Electrospinning, Chitosan, Olive oil,

Science Code: 20112, 90808



TEŞEKKÜR

Yüksek lisans öğrenim sırasında ve tez çalışmalarım boyunca büyük katkıları olan, bilimin ve bilginin yayılması için emek veren, öneri ve tespitleriyle rehberlik eden başta danışman hocam Prof. Dr. Ebru GÖKMEŞE'ye en içten dileklerle çok teşekkür ederim.

Tez çalışmam sırasında yardımlarını esirgemeyen Kimya Bölüm Başkanı Prof. Dr. Faruk GÖKMEŞE hocama ve Kimya Bölümü öğretim elemanlarına çok teşekkür ederim.

Tez çalışması sürecince desteğini hiç esirgemeyen kıymetli eşim Dr. Öğr. Üyesi Şenol YAVUZ'a ve tüm aileme çok teşekkür ederim.

Aylin YAVUZ
Gıda Mühendisi



Bu tez çalışmasına, **FEF19004.22.002 (MİTEK)** numaralı proje kapsamında vermiş oldukları destekten dolayı, Hitit Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri Koordinatörlüğü'ne teşekkür ederiz.

İÇİNDEKİLER

	Sayfa
ÖZET	iv
ABSTRACT	vi
TEŞEKKÜR.....	viii
İÇİNDEKİLER	x
TABLolar DİZİNİ.....	xii
ŞEKİLLER DİZİNİ	xiv
RESİMLER DİZİNİ	xv
SİMGELER VE KISALTMALAR	xvi
GİRİŞ.....	1

1. BÖLÜM

KURAMSAL TEMELLER VE LİTERATÜR ARAŞTIRMASI

1.1. Nanolifler	3
1.1.1. Nanoliflerin kullanım alanları	4
1.2. Elektrospınleme (Elektroęirme) Metodu.....	5
1.2.1. Elektrospınleme Metoduna Etki Eden Etmenler	6
1.3. Gıda Ambalajlama	9
1.4. Yenilebilir Filmler	10
1.5. Sol-jel Çözeltisi	13
1.6. Polivinil alkol (PVA)	14
1.7. Kitosan	14
1.7.1. Kitosan ve Kitin	14
1.7.2. Kitin ve Kitosanın Özellikleri	15
1.8. Zeytinyaęı Hakkında Genel Bilgi	16
1.8.1. Zeytinyaęı İle İlgili Çalışmalar	17

2. BÖLÜM

MATERYAL VE YÖNTEM

2.1. Materyal	19
2.1.1. Polivinil Alkol (PVA).....	19
2.1.2. Kitosan (CS)	19
2.1.3. Zeytinyağı	19
2.1.4. Asetik asit	20
2.1.5. Saf su.....	20
2.1.6. Hassas Terazî.....	21
2.1.7. Isıtıcı Manyetik Karıştırıcı.....	21
2.1.8. Fourier Transform Infrared Spektrometresi (FTIR)	21
2.1.9. Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM).....	22
2.1.10. Diferansiyel Taramalı Kalorimetre (DSC).....	23
2.1.11. Elektrospinleme Sistemi.....	24
2.1.12. Antibakteriyel ve Antifungal Aktivite İçin Kullanılan Bakteriler	25
2.2. Yöntem.....	25
2.2.1. %10'luk Polivinilalkol (PVA) Çözeltisinin Hazırlanması	26
2.2.2. %1,5'luk Kitosan (CS) Çözeltisinin Hazırlanması	26
2.2.3. Polivinilalkol/Kitosan (70:30) Çözeltisinin Hazırlanması	26
2.2.4. %1'lik Zeytinyağı İçeren PVA/CS Çözeltisinin Hazırlanması	27
2.2.5. %2'lik Zeytinyağı İçeren PVA/CS Çözeltisinin Hazırlanması.....	27
2.2.6. Çözeltilerden Elektrospinleme Metodu ile Nanolif Eldesi.....	27
2.2.7. Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM).....	28
2.2.8. Fourier Transform Infrared Spektrometresi (FTIR)	28
2.2.9. Diferansiyel Taramalı Kalorimetre (DSC)	28
2.2.10. Nanoliflerin Antibakteriyel ve Antifungal Aktivitesinin Belirlenmesi.....	28
2.2.11. Tekstür Analizi.....	29

2.2.12. Nem Tayini ve Peroksit Analizi	29
2.2.13. Zeytinyağı Bileşenlerinin Kromatografik (GC-FID)Analizi.....	29

3. BÖLÜM

ANALİZ SONUÇLARI VE TARTIŞMA

3.1. Zeytinyağı Bileşenlerinin Kromatografik (GC-FID)Analiz Sonuçları	32
3.2. Nanoliflerin SEM Analiz Sonuçları	34
3.3. Nanoliflerin FTIR Analiz Sonuçları	36
3.4. Nanoliflerin Antibakteriyel ve Antifungal Aktivite Analiz Sonuçları.....	39
3.5. Nanoliflerin Tekstür Analiz Sonuçları	40
3.6. Nanoliflerin Nem Analiz Sonuçları.....	41
3.7. Nanoliflerin Peroksit Analiz Sonuçları	43
3.8. Nanoliflerin DSC Analiz Sonuçları	43
SONUÇ/SONUÇ VE ÖNERİLER	46
KAYNAKÇA	50

TABLolar DİZİNİ

Tablo	Sayfa
Tablo 1.1. Elektrospinleme metoduna etki eden faktörler	7
Tablo 1.2. Yenilebilir film ve kaplamaları içeren unsurların aktif ambalajlamada kullanılması ve etkileri.....	10
Tablo 1.3. Yenilebilir film ve kaplamaların kullanım alanları	12
Tablo 1.4. Zeytinyağı çeşitleri ve saflık oranları.....	17
Tablo 2.1. Mesafe, gerilim, pompa hızı parametre verileri	28
Tablo 3.1. Zeytinyağı numune bilgileri ve analiz koşulları	32
Tablo 3.2. Zeytinyağındaki yağ asidi kompozisyonu.....	32
Tablo 3.3. Zeytinyağındaki yağ asitlerinin doymuşluk oranları	33
Tablo 3.4. Test edilen nanoliflerin MIC değerleri ($\mu\text{g/mL}$).....	40
Tablo 3.5. Nanoliflerin tekstür analiz sonuçları	40
Tablo 3.6. Nanoliflerin nem analiz sonuçları	42
Tablo 3.7. Nanoliflerin peroksit analiz sonuçları	43
Tablo 3.8. Literatürde yapılan çalışmalar	48

ŞEKİLLER DİZİNİ

Şekil	Sayfa
Şekil 1.1. Nanoliflerin uygulama alanları.....	4
Şekil 1.2. Elektrospinleme cihazı ile nanolif üretim şeması	5
Şekil 1.3. Şırınga ucundaki çözeltiyi etkileyen unsurlar	9
Şekil 1.4. Yenilebilir film ve kaplamanın üretilmesinde kullanılan malzemeler.....	11
Şekil 1.5. Sol yapının spinlemesi ve kullanım alanları	14
Şekil 1.6. A: Kitin ve B: Kitosanın kimyasal bileşimi.....	14
Şekil 1.7. Kitosanın kitinden elde edilmiş yöntemi	15
Şekil 1.8. Kitosanın farklı fiziksel yapıları.....	16
Şekil 1.9. Zeytinyağı yapısında bulunan bileşikler	16
Şekil 2.1. Polivinil alkol çözeltisi.....	19
Şekil 2.2. Kitosanın yapısal formülü	19
Şekil 2.3. Asetik asitin yapısal formülü	20
Şekil 2.4. PVA/CS (70:30) Sol-jel çözeltisi hazırlama şeması.....	27
Şekil 3.1. Zeytinyağının GC-FID kromatogramı	34
Şekil 3.2. PVA/CS (70:30) nanoliflerinin FTIR analiz spektrumu	37
Şekil 3.3. PVA/CS /zeytinyağı (%1'lik) nanoliflerinin FTIR analiz spektrumu	38
Şekil 3.4. PVA/CS /zeytinyağı (%2'lik) nanoliflerinin FTIR analiz spektrumu	39
Şekil 3.5. Tekstür analizinde Nanolif 1'e uygulanan kuvvet eğrisi	41
Şekil 3.6. Tekstür analizinde Nanolif 2'ye uygulanan kuvvet eğrisi.....	41
Şekil 3.7. PVA/CS/zeytinyağı %2'lik nanolifin DSC analiz eğrisi.....	44
Şekil 3.8. PVA/CS/zeytinyağı %1'lik nanolifin DSC analiz eğrisi.....	45

RESİMLER DİZİNİ

Resim	Sayfa
Resim 1.1. Nanolifin insan saçına göre boyut farkı.....	3
Resim 1.2. 300-400 nm çaplı nanolif görüntüsü.....	3
Resim 1.3. Kılcal boru ucundaki polimerik damlanın değişen voltaj ile Taylor Konisi ve jet oluşum aşamaları.....	6
Resim 1.4. Voltajın nanolif yapısına etkisi	8
Resim 1.5. Şırınga ucu ve toplar arasındaki mesafeye bağlı nanolif yapı değişimi.....	8
Resim 1.6. Yenilebilir film ve kaplamalara örnekler	13
Resim 1.7. Sol-jel çözeltisinin yapısı.....	13
Resim 2.1. Zeytinyağı görselleri.....	20
Resim 2.2. Kullanılan manyetik karıştırıcı ısıtıcılar	21
Resim 2.3. Fourier transform infrared spektrometresi (FTIR) cihazı.....	22
Resim 2.4. Taramalı elektron mikroskobu (SEM) cihazı	23
Resim 2.5. Diferansiyel taramalı kalorimetre (DSC) cihazı	24
Resim 2.6. Elektrospinleme sistemi cihazı elemanları	24
Resim 2.7. Elektrospinleme sistemi düzeneği.....	25
Resim 2.8. Gaz kromatografisi-Alev iyonizasyon dedektörü (GC-FID) cihazı.....	30
Resim 3.1. PVA/CS (70:30) nanoliflerinin SEM analiz görüntüsü	35
Resim 3.2. PVA/CS /zeytinyağı (%1'lik) nanoliflerinin SEM analiz görüntüsü.....	35
Resim 3.3. PVA/CS /zeytinyağı (%2'lik) nanoliflerinin SEM analiz görüntüsü.....	36

SİMGELER VE KISALTMALAR

Simgeler

µm	Mikrometre
cm	Santimetre
kV	Kilovolt
mg	Miligram
nm	Nanometre
°C	Santigrat derece
G	Gram
mm	Milimetre
V	Hacim
%	Yüzde

Kısaltmalar

FTIR	Fourier Transform Infrared Spektroskopisi
PVA	Polivinil alkol
SEM	Taramalı Elektron Mikroskobu
GC-FID	Gaz Kromatografisi-Alev İyonlaşma Dedektörü Sistemi
CS	Kitosan
DSC	Diferansiyel Taramalı Kalorimetre
MİC	Minimum İnhibitör Konsantrasyonu
Zy	Zeytinyağı
Nanolif 1	PVA/CS/ zeytinyağı (%1'lik)
Nanolif 2	PVA/CS/ zeytinyağı (%2'lik)

GİRİŞ

Gıdaların üretiminden tüketiciye kadar ulaşımı sırasındaki tedarik zinciri sürecinde bozunmadan, kalitesi düşmeden ve herhangi olumsuzluk ile karşılaşmadan tüketiciye ulaşması gerekmektedir. Tüketici tarafından tüketilmesinden sonra doğayı korumak ve atıkların engellenmesi bakımından gıda ambalaj malzemelerinin yenilebilir olması önem arz etmektedir. Günümüzde daha çok petrol kaynaklı ambalaj malzemeleri kullanılmaktadır. Bu tür malzemelerin geri dönüşümü mümkün değildir. Yapılan akademik çalışmalar ile çevre dostu yenilebilir filmlerin elde edilmesi ile gıda endüstrisinde bir uygulama alanı olarak önem kazanmaktadır (Khaneghah vd., 2018)

Nanoliflerin üretilmesinde en fazla tercih edilen metot elektrospinleme metodudur. Elektrospinleme de, elektro-spin teknolojisi kullanılır ve nano ölçekte polimerik malzeme üretmek amacıyla çözeltiye elektrostatik çekim kuvveti uygulanmasıyla lif üretilmektedir. Bir elektrospinleme düzeneği besleme ünitesi, toplaç ve güç kaynağı olmak üzere üç bölümden oluşmaktadır (Kozanoğlu vd., 2006). Elektro-spin teknolojisi, sol-jel metodu ile beraber uygulandığında seramik veya polimer bir solüsyonunun belirli bir elektrik akımında elektrik alana maruz kalması sonucunda, nanolif veya dolgulu nanolif üretimi gerçekleşmektedir. Literatürde elektrospinleme yöntemi kullanmadan pleksiglas petri kutularına çözeltiyi döküp belli bir süre etüvde çözünün uzaklaştırılması ile nanolifin elde edildiği çalışmalar mevcuttur. Ancak elektrospinleme metodu sayesinde; daha uzun ebatlı, homojen çaplı, katı ve gözenekli yapıya sahip nanolif üretilmesini sağlar (Gökmeşe vd., 2013).

Polivinilalkol (PVA), suda çözünebilen (hidrofilik), yarı kristal ve biyoyumlu olması, fiziksel ve kimyasal direnci yüksek olması bakımından polimer üretiminde, gıda katkı liflerin eldesinde çok tercih edilen bir maddedir (Zarghami, 2014). Polivinil asetatın hidrolizinden elde edilen polar yapıda ve yapısında çok sayıda hidroksi gruplarının olmasından dolayı suda çözünen bir maddedir. Çözeltinin hazırlanması sırasında saf su kullanılır (Gökmeşe vd., 2013).

Polimer çözeltisinin ikinci bileşeni kitinden elde edilen ve katyonik bir gıda maddesi olan kitosandır. Toksikite özelliğinin olmaması, biyoyumlu ve biyoçözünür bir madde olması bakımından ilaç, gıda ve beslenme, kozmetik, ambalaj, tıp, ziraat, tekstil gibi çeşitli alanlarda kitosan ve türevleri tercih edilmektedir (Bostan vd., 2007). Irak savaşı sırasında yaralıların kanamalarının durdurulmasında kitosan bazlı bandajlar kullanılmıştır. Bu bandajlar hem kanamayı durdurmuş hem de yaraların iyileşme sürecini kısaltarak askerlerin hayatını kurtamıştır (Güler, 2012). Yenilebilir lifler ile kaplamada kullanılan kitosanın antifungal ve antibakteriyel aktivitesi, doğal oluşu ve bitkilerin doğal olarak içerdiği savunma yapılarını harekete geçirmesi sebebiyle, meyve ve sebzelerin ambalajlanmasında gelecek için farklı bir yöntem olarak uygulama haline gelecektir (Zhang vd., 2011).

Zeytinyağı, yapısında oleik asit gibi tekli doymamış yağ asitleri ve linoleik asit gibi çoklu doymamış yağ asitlerini içermesi bakımından diğer yağlara göre farklılık göstermektedir

İçerisinde fenolik yapılı organik bileşiklerin olması zeytinyağlarının anti-enflamatuar, antiproliferatif, antioksidan ve antimikrobiyal özellikleri içermesine neden olur. Zeytinyağların hidroksitirozol ve oleuropeinlerinin yüksek antioksidan kapasiteleri ve metal şelatlama ve serbest radikal süpürme aktivitelerine sahip olduğu bilinmektedir (Romani vd. 2019). Zeytinyağı, antioksidan, antienflamatuar ve antibakteriyel etkiye sahip olduğu belirtilmiştir. Ayrıca, A, E, K grubu vitaminleri, temel mineral maddeler (kalsiyum, potasyum, demir vb) ve aminoasitler ile doymamış yağ asitleri ve mikro ölçekteki besin maddelerini yapısında bulundurması sebebiyle günlük diyetlerde kullanılması önerilen gıda maddesidir (Khymentets 2010). Hayvan modelleri üzerine yapılan çalışmalarda zeytinyağın içerisinde bulunan squalenlerin kolon, akciğer ve deri tümörünü azalttığını yönünde çalışmalar yapılmıştır (Chugh ve ark., 2003).

Bu çalışmada, belli oranlarda polivil alkol (PVA), kitosan (CS) ve zeytinyağı maddelerinden polimerik, biyouyumlu ve biyoçözünür çözelti hazırlanarak elektrospinleme yöntemiyle yenilebilir nanolif elde edilmeye çalışılmıştır. Kitosan, deniz ürünlerinin yapısında bulunan polisakkarit biyopolimeri ile zeytinyağı gıda maddesini bir arada tutmak ve PVA lif oluşumunu sağlamak amacıyla kullanılmıştır. Zeytinyağının ve kitosanın viskozite seviyeleri yüksektir. Bu bileşenler, PVA/CS (70:30) çözeltisine %1'lik ve %2'lik zeytinyağı ekleyerek iki farklı oranda biyopolimer çözeltileri hazırlanarak nanolifler elde edilmiştir.

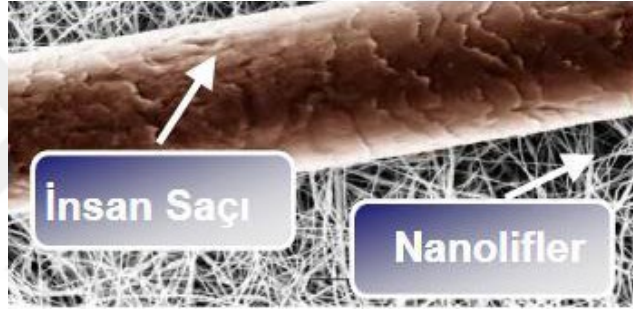
Elde edilen nanoliflerin yapısal karakterizasyonu ve yüzey çalışmaları yapılmış, gıda analizleri ile de su miktarı, aktif oksijen seviyesi, yağ oranlarına bakılarak yenilebilir film olarak kullanılabilir olduğu tespit edilmiştir. Antimikrobiyal aktivite çalışmaları ile bakterilere karşı duyarlılıkları incelenmiştir. Literatürde, kitosan, polivinil alkol ve zeytinyağı çalışmaları mevcuttur ancak bu çalışmalar farklı yağlar ile çalışılmıştır. PVA, kitosan ve zeytinyağının birlikte kullanıldığı ve elektrospinleme ile film eldesi çalışması tespit edilememiştir. Yenilebilir filmlerin elastiki yapıda olması, nem ve aktif oksijen oranının düşük olması, termal olarak kararlı olması ve antibakteriyel ajanlara karşı dayanıklı olması ambalajlama da aranılan özelliklerdir. Bu optimum özelliklerin sağlanması ile Türk Gıda kodeksi tarafından belirtilen yasal sınırlara da uyum sağlamaktadır.

1. BÖLÜM

KURAMSAL TEMELLER VE LİTERATÜR ARAŞTIRMASI

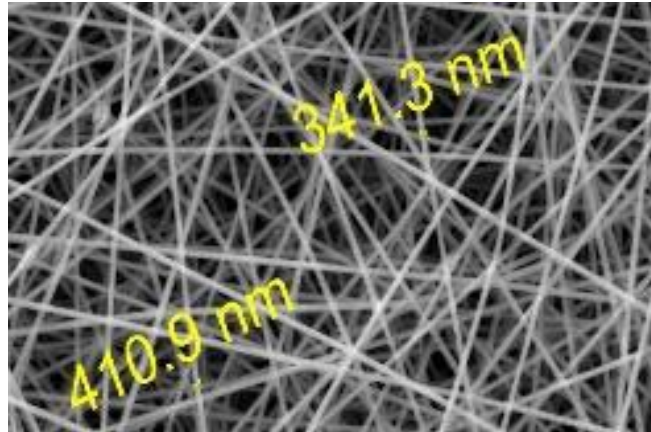
1.1. Nanolifler

Bir mikron veya daha küçük çapa sahip, farklı yöntemler vasıtasıyla polimer solüsyonlarından elde edilen liflere nanolif (nanofiber) denilmektedir (Ramakrishna vd., 2005). Nanolifler, nano malzeme bileşiklerine göre farklı özelliklere sahiptir ve biyolojik dokuların sahip olduğu özellikleri içermesinden dolayı uygulama alanı geniş yapılardır (Leung ve Ko, 2010). Hacimlerine oranla yüzey alanlarının geniş ve gözenekli yapıda olmasından dolayı birçok fizikokimyasal özellikler de göstermektedirler (Huang 2023; Rao; 2005). Geniş yüzey alanları ile kendisi dışındaki molekül, iyon veya grupları tutar ve liflerinin uzunluklarına bağlı olarak farklı iletkenlik dereceleri gösterirler (Ko, 2017). Nanolifler, yüksek mekanik özelliklere sahip ve boyut olarak insan saçından daha küçük boyutlara sahiptirler (Resim 1.1). Boyutları 1 ile 100 nm arasında değişmektedir.



Resim 1.1. Nanolifin insan saçına göre boyut farkı (Dinç vd., 2023)

Nanolif malzemeler, mekanik olarak daha kararlı, mekanik yapısı mikro ve mili düzeylere göre daha yüksek olan yeni nesil polimerik malzemelerdir.



Resim 1.2. 300-400 nm çaplı nanolif görüntüsü (Öztürk, 2019)

1.1.1 Nanoliflerin kullanım alanları

Nanolifler, yüksek mekanik düzeye sahip olmaları, polimerik madde olarak farklı bileşenler ile kullanılabilirliği geniş kullanım alanı sağlamaktadır (Göktepe & Mülayim, 2015). Elektrospınleme ile elde edilen nanoliflerin; çapının küçük olması, gözenekli yapıya sahip olması ve sağlık alanında biyoçözünür madde olarak sargı bezlerinde kullanılması bakımından önemli bileşiklerdir. Biyoçözünür madde olarak yapısında polilaktik asit, kitin vb. maddeler tercih edilmektedir (Can & Ersoy, 2014).

Nanometre boyutundaki nanolifler, vücuttaki yapıları referans olarak yaraları iyileştirmede örnek yapı olarak tercih edilmektedir. Nanoliflerin yüksek temas yüzeyi alanına sahip olmasından dolayı emilim kapasiteleri yüksektir. Canlıların yapısındaki dokunun baz alınmasıyla tasarlanan ve nanolif yapısına sahip yara örtüleri biyoçözünür polimerik yapılardan biyoyumlu özelliğe sahip olacak şekilde üretilerek tedavi edici olarak tercih edilmektedir (Tort & Acartürk, 2015).

Nanoliflerin fiziksel, biyolojik ve kimyasal olarak özelliklerinin diğer malzemelere göre daha fazla olması ve farklı özelliklere sahip olması çeşitli sanayi alanlarında kullanılabilmesi bakımından önemlidir. Nanoliflerin kullanılması elde edilen ürünlerin katma değerinin ülke ekonomisine değer katması ve özelliklerinin fazla olduğu tespit edilmiştir (Şekil 1.1) (Wei, 2012).



Şekil 1.1 Nanoliflerin uygulama alanları (Sunar & Hasçıçek, 2017)

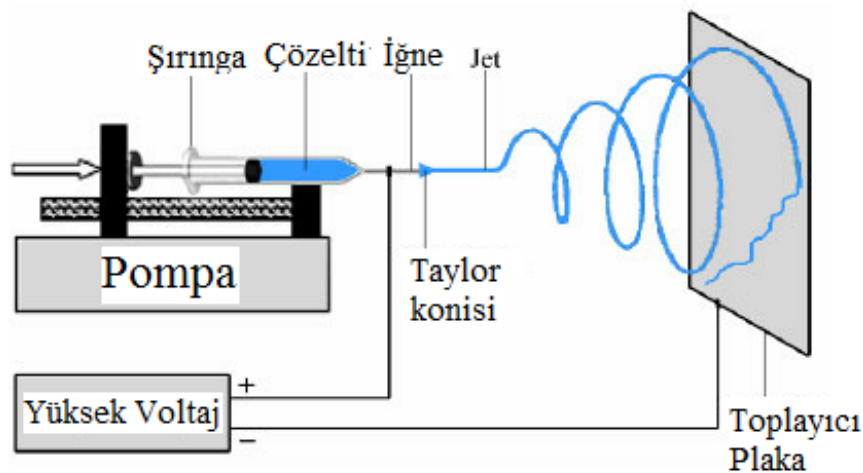
Nanolif bazlı üretilen ürünlerin geliştirilebilir olması ve özellikli olması bakımından sağlık, tekstil ve biyosensör sistemlerinde yeni ürünlerin elde edilmesinde ve geliştirilmesinde hammadde ve malzeme olarak kullanılmaya başlanmıştır (Li vd., 2006).

İlaçların vücutta emilimi sırasında salınım özelliğinin araştırılmasında ve uygulanmasında nanoliflerden yararlanır. Nanoliflerin salınım hızını belirlemesi sayesinde kemoterapi gibi önemli tedavi yöntemlerinde tercih edilmektedir (Okuda vd., 2010). Yarayı tedavi edici bantlar, yaraların tedavisinde kullanılan yara bezleri, nano ölçekteki araçlar ile tedavi, suni kan damarları ve ilaç salınımı kontrolü için üretilen yeni ürünler kullanılmaktadır (Zhang vd., 2005). Sensör sistemlerinde elektriksel sinyallerin üretiminde ve elektriğin sinyale dönüştürülmesinde kullanılmaktadır (Ding vd., 2010).

Literatürdeki verilere göre nanoliflerin elde edilmesinde çeşitli yöntemler mevcuttur. Bu yöntemler; elektrospinleme, nano-kalıp, faz ayırma, eriyik püskürtme, çizme, kendiliğinden tutunma ve lazer buharlaştırma yöntemleridir (Ramakrishna vd., 2005).

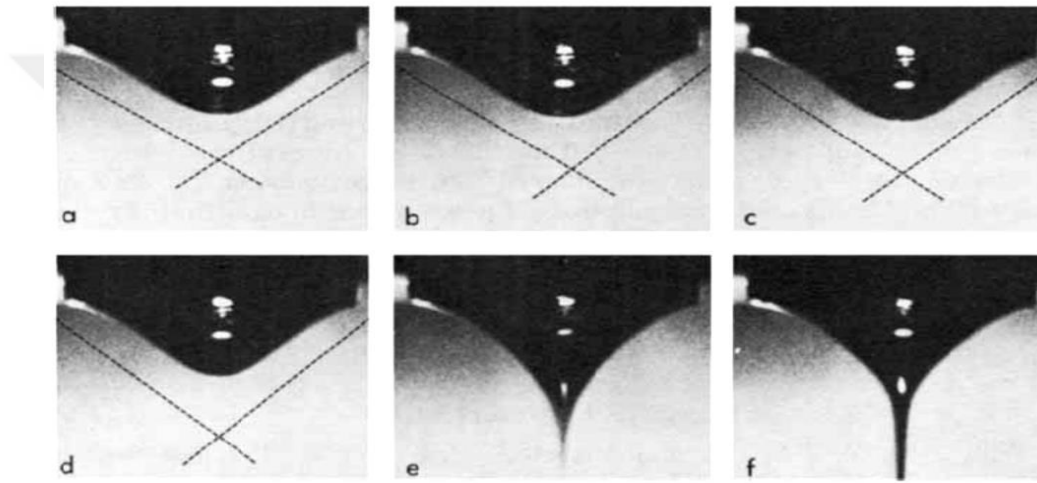
1.2. Elektrospinleme (Elektroçizme) Metodu

Elektro-spin teknolojisi, nano ölçekte polimerik malzeme üretmek amacıyla çözeltiliye elektrostatik çekim kuvveti uygulanmasıyla nanolif elde edilmesi yöntemidir. Elektrospinleme yöntemiyle nanolif üretim şeması Şekil 1.2'de görüldüğü gibi, besleme ünitesi, toplaç ve güç kaynağı olmak üzere üç bölüm oluşmaktadır (Kozanoğlu vd., 2006). Bu bölümlerin düzenli olarak çalışması ile nanolif üretilmesi sağlanır (Dan vd., 2004). Elektro-spin teknolojisi, sol-jel metodu ile beraber uygulandığında seramik veya polimer bir solüsyosunun belirli bir elektrik akımında elektrik alana maruz kalması sonucunda nanolif veya dolgulu nanolif üretimi gerçekleşmektedir. Elektrospinleme metodu sayesinde; daha uzun ebatlı, homojen çaplı, katı ve gözenekli yapıya sahip nanolif üretilmesi sağlanır.



Şekil 1.2. Elektrospinleme cihazı ile nanolif üretim şeması (Kozanoğlu vd., 2006)

Elektrospınleme yönteminde proses uygulanırken ilk olarak polimerik maddenin ideal bir çözücüde çözünmesi sağlanır, Çözünme sağlandıktan sonra çözelti besleme kısmındaki düzeneğe yerleştirilip, metal toplayıcı levha ve güç kaynağına bağlanıp elektrostatik çekim uygulanması yapılır. Voltaj gücü seviyesi ve besleme ünitesindeki çözeltinin çekim gücü planlanan seviyeye getirilerek elektrospınleme düzeneği çalıştırılır. Yüksek gerilim sebebiyle besleme bölümünün ucundaki polimerik çözelti küreye benzer bir şekile dönüşür. Uygulanan voltajın bir seviyeye ulaşması ile çözeltinin yüzey gerilim kuvvetleri ve uygulanan elektrostatik kuvvetler dengelenir. Kuvvetlerin eşitlenmesi ile besleme bölümünün ucundaki polimer damlası konik şekline dönüşür. Polimer damlasının konik şekil alması ile oluşturduğu yapıya Taylor konisi denir. Taylor konisinin oluşum evreleri Resim 1.3'de aşamalı olarak verilmiştir (Kozanoğlu, 2006).



Resim 1.3. Kılcal boru ucundaki polimerik damlanın değişen voltaj ile Taylor Konisi ve jet oluşum aşamaları (Larrondo & Manley, 1981)

Elektrospınleme sisteminde voltaj sınır değerine ulaştığında Taylor konisinden kopan nanolifler uzayarak inceler, lifin yapısındaki çözelti buharlaşır ve toplayıcıya doğru gider. Uzama sonucunda kopan nanolifler toplayıcı levhasında toplanır. Liflerin besleme ünitesi ve toplayıcı arasında giderken toplayıcı üzerinde farklı noktalara da gidip toplanarak nano ölçekte tesadüfi lifler oluşur (Kozanoğlu, 2006). Elektrospınleme düzeneği kullanılırken ortam koşullarının (sıcaklık, nem, rüzgar) optimum seviyede olması önemlidir (Deitzel vd., 2001).

Elektrospınleme sistemi ile nanolif üretilirken çeşitli yöntemlerin kullanılması ile amaca uygun farklı nanoliflerin üretilmesi mümkündür.

1.2.1 Elektrospınleme Metoduna Etki Eden Etmenler

Elektrospınleme metoduyla polimerik çözeltiden nanolif elde edilirken liflerin homojen olması, çap boyutlarının birbirine yakın olması, kontrol edilebilir olması ve boncuklu(kürelî) yapıda olmaması beklenen özelliklerdendir. Ancak spin yöntemiyle ideal lifin üretilmesi zordur (Huang vd., 2003).

Elektrospin metoduyla nanolif elde edilirken polimerik çözeltinin fiziksel özellikleri ve kimyasal bileşimi, ortam şartları ve prosesin işlemlerine bağlıdır. Çözeltinin yapısı ve gerilim voltajı ile doğrudan bağlı iken ortam şartlarına bağlı değildir (Chong vd., 2007). Elektrospinleme yöntemini etkileyen faktörler Tablo 1.1’de verilmiştir.

Tablo 1.1 Elektrospinleme metoduna etki eden faktörler (Öztürk, 2019)

Çözelti Özellikleri	Vizkozite, iletkenlik, molekül ağırlığı, yüzey gerilimi, çözücü cinsi
İşlem Parametreleri	Uygulanan voltaj, pompa hızı, çözelti sıcaklığı, besleme ünitesi ile toplayıcı arası mesafe, iğne ucu iç çapı
Çevre Şartları	Sıcaklık, nem, basınç, atmosfer

1.2.1.1 Çözeltinin Özellikleri

Nanolif üretimi sırasında jet oluşumunu etkileyen unsurlardan biri çözeltinin viskozitesidir. Molekül ağırlığı büyük ancak viskozluğu düşük olduğunda liflerin oluşumu sırasında boncuklanma oluşmaktadır. Viskozluğu yüksek olduğunda ince uzun lifler oluşurken düşük viskozlukta ise kalın lifler oluşmaktadır. Çözeltinin viskozluğu yoğunluğa bağlıdır. Polimer çözeltinin viskozluğu çok düşük olduğunda ünitenin ucundaki damlanın yere düşmesine, viskozluğu düşük olduğunda ise toplayıcıda birikme lif şeklinde olmayıp sprey halde birikmesinden dolayı viskozite önemlidir (Hsu & Shivkumar, 2004).

Spinleme sırasında jet oluşumu çözeltinin iletkenliğine ve elektriksel yük yoğunluğuna bağlı olarak değişmektedir. Yük yoğunluğu yüzey alana yaklaştıkça jet şekil oluşumu kolaylaşarak Taylor koni şeklinin gerilim direncini yükseltir. Jet şeklinin daha fazla uzaması sonucu boncuksuz ve küçük boyutta nanolif oluşmaktadır (Zong vd., 2003)

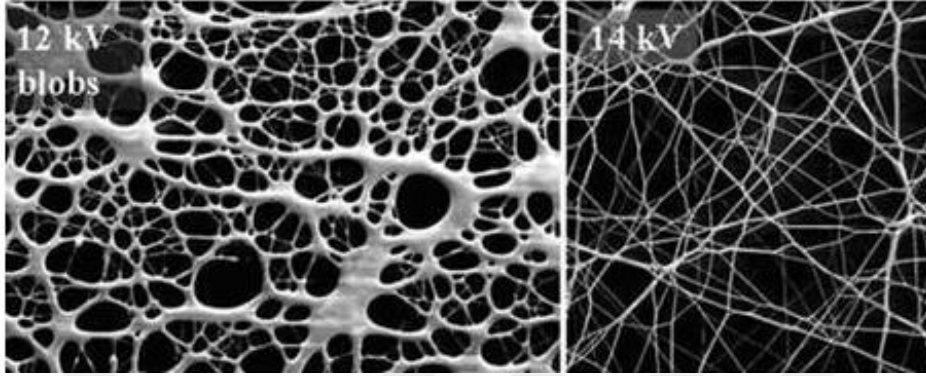
Çözeltinin molekül ağırlığına bağlı olarak liflerin düzenliliği değişir. Çözeltinin molekül ağırlığı azaldıkça yani konsantrasyon düştükçe düzensiz lifler oluşmaktadır. Deitzel ve arkadaşları (2001) tarafından yapılan çalışmada %10'luk polietilen çözeltisinden elde edilen liflerin %4'lük polietilen çözeltisinden elde edilen liflere göre daha düzenli ve değişken olduğu tespit edilmiştir. Molekül ağırlığı değiştikçe çözeltinin viskozitesinin değişmesi nanolif oluşumuna da etki etmektedir (Deitzel vd., 2001).

Boncuksuz ve düzgün bir nanolif elde edilmesi için çözeltinin yüzey geriliminin düşük olması gerekmektedir. Yüzey gerilimi ile nanolifde boncuk oluşumu ters orantılıdır. Polimerik çözeltinin cinsi ve dielektrik sabiti de nanolif oluşumunda önemli bir unsurdur. Dielektrik sabiti yüksek olan çözeltilerin liflerinde çapın küçülmesinden dolayı boncuksuz lifler elde edilebilmektedir (Üstündağ, 2009)

1.2.1.2 Elektrospinleme İşlemine Etki Eden Etkenler

Spinleme işlemi sırasında besleyici ünitenin uç bölümüne uygulanan gerilim kuvveti nanolif oluşumunda önemli unsurlardan biridir (Beypazar, 2013). Uygulanan bu gerilim kuvveti çözeltideki liflerin toplayıcıya doğru uzayarak kopmasını sağlayan elektrostatik kuvveti meydana getirir. Bu kuvvet yüzey gerilim kuvvetini aşmaya başladığı zamandan itibaren

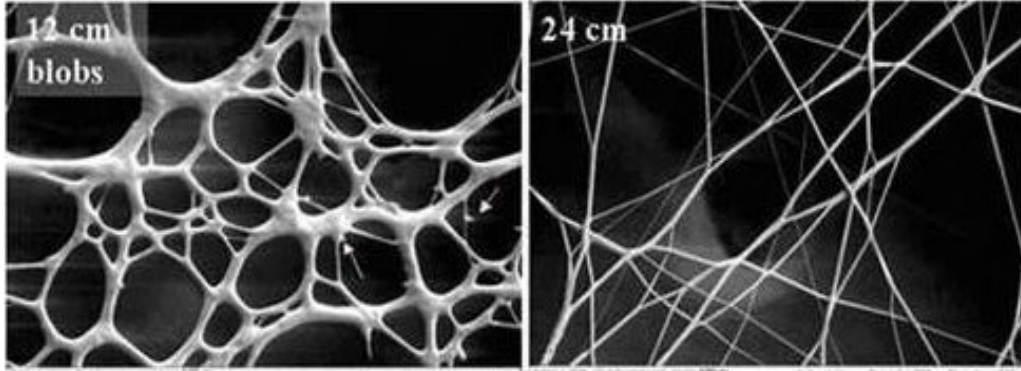
elektrospınleme sreci bařlar. Gerilim kuvveti arttıka nanolif apı klmeye bařlar. Voltajın yksek olması boncuk olayının oluřmasına sebep olur (Resim 1.4). Boncuklanmanın bařlamasından itibaren nanolifte kopmalar oluřur. Kopmaların olması istenmeyen bir durumdur ve nanolif elektrosprey haline gemeye bařlar (Bahardwaj & Kundu, 2010).



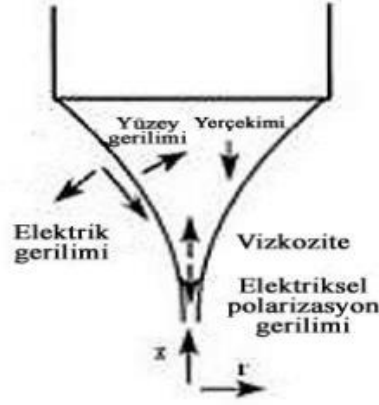
Resim 1.4. Voltajın nanolif yapısına etkisi

Elektrospınleme sırasında pompanın hızının yksek olması zcnn buharlařmasını zorlařtırır. Voltajın yksek olması halinde lifler boncuklu ve kalın Őekilde oluřur (Taylor, 1969). zeltinin sıcaklıęı, viskoziteyi etkilemesinden dolayı nemli bir faktrdr. Sıcaklıęın artmasıyla buharlařma artarak viskozite dřer ve lifin apı klr.

Besleyici nite ve topla arasındaki uzaklıęın deęiřimi de lifin apında deęiřimlere sebep olur (Resim 1.5). İęne ucundaki damlayı etkileyen kuvvetler nite ve topla arasındaki uzaklıęa baęlı olarak deęiřir (Resim 1.8) (Huang vd., 2003; Li vd.,2004).



Resim 1.5. Őırınga ucu ve topla arasındaki mesafeye baęlı nanolif yapı deęiřimi



Şekil 1.3. Şırınga ucundaki çözeltiyi etkileyen unsurlar (Süslü vd., 2009)

1.2.1.3 Çevreye bağlı etkenler

Nanoliflerin oluşumunda ortam sıcaklığının yüksek olması ile viskozitenin artması düzgün nanolif oluşumunu sağlar (Zong vd., 2003).

Nem oranının yüksek olması ise nanolif üzerinde su taneciklerinin yoğunlaşmasına neden olur. Su taneciklerinin yoğunluğu ile buharlaşma gücü zayıflar. Casper ve arkadaşları (2004) tarafından yapılan çalışmada, nanolifdeki gözenek miktarı ile nem düzeyi arasında olumlu bir bağlantı olduğu belirtilmiştir. Lifte nem oranı düştükçe lifin daha düzgün olduğu tespit edilmiştir (Casper vd., 2004). Ayrıca, atmosfer basıncına bağlı olarak da jet oluşumunda değişimler gözlenmiştir. Çözeltinin düşük atmosfer basıncına maruz kalması ile kararsız jet oluşur. Basıncın düşmesi olumsuz bir durumdur ve düşük basınçta elektrospinning olmaz (Chiu vd., 2005).

1.3 Gıda Ambalajlama

Gıdaların güvenli olarak ambalajlanması, taşınması ve üreticiye ulaşması sırasında en çok tercih edilen malzemelerden birisi plastiklerdir. Plastikler maliyeti düşük, mukavemeti yüksek ve hafif malzemelerdir. 2020 yılı itibarı ile toplam 367 milyon ve 2022 yılı itibarı ile 390 milyon ton plastik maddesi üretilmiştir. Üretilen plastiğin yaklaşık %40'ı tek kullanımlık ve kısa süreli uygulamalarda paketlenme malzemesi olarak tercih edilmiştir. Plastik malzemelerin geri dönüşümü, çevreye ve insanlara zararları bakımından incelendiğinde önemli bir problem olarak dünyayı etkilediği tespit edilmiştir (Ali vd., 2023). Canlı organizmalar ve ekosistem için hem günümüzde hem de gelecek için önemli bir sorun teşkil etmektedir. Hızlı ve sürdürülebilir çözümlerin üretilmesi gerekmektedir (Li vd., 2023). Biyolojik olarak parçalanabilen, tarımsal atıklar ve hammaddeler gibi yenilebilir ve geri dönüşümü olan malzemelerden ambalajlama ürünleri elde edilmesi gelecek için önemlidir. Bu tür malzemelerin geri dönüşümü fosillere göre daha kısa sürelidir (Yanat & Schroen, 2023).

Gıda ürünleri için üreticiden tüketiciye kadar geçen süre önemlidir ve bu süre zarfında gıdaların bozunmaması gerekir. Gıdanın oksijenden, su buharından, ultraviyole (UV) nin zararlı

ışanlarından, mikroorganizmalardan ve kimyasal bileşimli karışımların zararlarından koruyacak uygun ambalaj maddesinin seçilmesi gereklidir (Dutta ve Sit, 2023).

Biyoçözünür filmler ve kaplama malzemeleri plastiğe göre daha çevreye daha az zarar veren bir malzeme olarak tercih edilir. Çevreye zarar vermeyen ambalaj malzemeleri, polisakkaritler, proteinler ve yağlar gibi polimerik yapılardır. Bu malzemeler toksik olma ve alerji yapma özellikleri olmayan, biyoçözünür ve biyouyumluluğu yüksek olan malzemelerdir (Li vd., 2023).

Gıdaların raf ömrünü uzatmak için kitosan, aljinat, nişasta, jelatin, selüloz, pektin, soya proteini ve dekstran gibi filmler ve kaplamalarda kullanılan biyopolimer maddeler mevcuttur. Bu malzemelere alternatif olarak polivinilklorür, poliamid, polietilen, polipropilen gibi petrol esaslı polimerler tercih edilmektedir (Riseh vd., 2023).

1.4 Yenilebilir Filmler

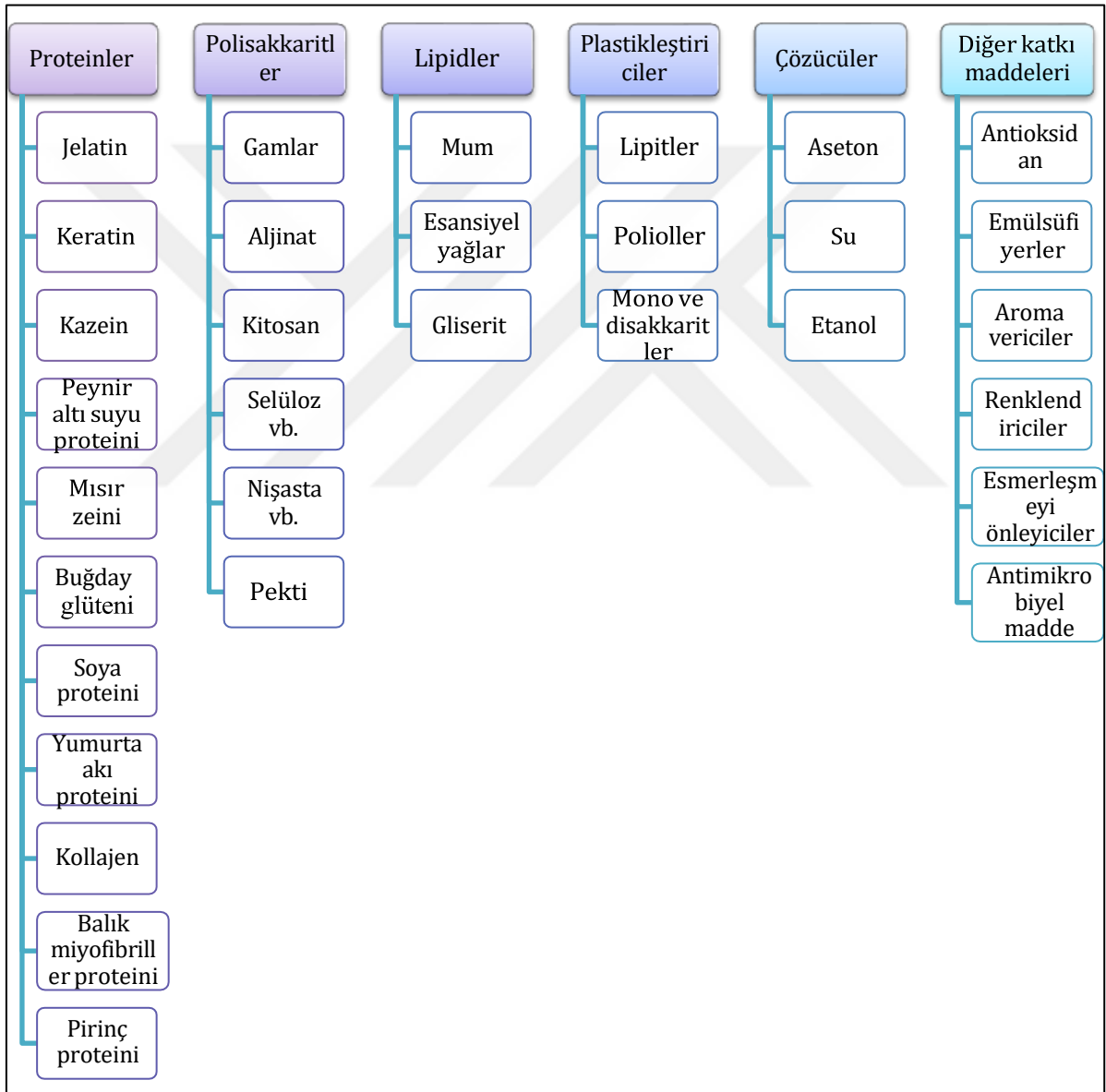
Gıdaların raf ömrünü uzatmak için gıdayı kaplamada kullanılan ve gıda ile beraber tüketilen malzemeler yenilebilir film olarak ifade edilmektedir. Son dönemlerde yenilebilir filmlerin önemi artmasına rağmen kullanımı geçmişe dayanmaktadır. Yenilebilir filmler, geçmişte gıdaların depolanması ve taşınması sırasında nem oranının düşmesini engellemek amacıyla kullanılırken, şimdilerde ise biyoçözünür malzemelerden elde edilmiş polimerik yenilebilir filmler gıdaların bozunmasını engellemek ve raf ömrünü uzatmak amacıyla kullanılmaktadır. 15.yyda Japonya'da Yuba olarak adlandırılan yenilebilir film, kaynatılmış soya sütünden türetilmiş ve gıdaların fiziki görünümünü daha iyi hale getirmek ve kalitesini arttırmak amacıyla kullanılmıştır (Pavlath & Orths, 2009).

Yenilebilir filmler kendi içerisinde; tabakalar, torbalar, kaplamalar ve ambalajlar olmak üzere dört farklı uygulama alanına sahiptir. İnceliği 254 μm 'den küçük olanlar film, büyük olanlar ise tabaka olarak ifade edilir. Kullanım olarak filmler gıda bileşenlerinin arasında ya da yenilebilir torba olarak kullanılırken tabakalar ise gıdanın yüzeyinde ince tabaka olarak kaplamasında kullanılır (Robertson, 2013). Yenilebilir film ve kaplamaları oluşturan unsurlar ve paketlemedeki avantajları Tablo 1.2'de verilmiştir.

Tablo 1.2. Yenilebilir film ve kaplamaları içeren unsurların aktif ambalajlamada kullanılması ve etkileri (Falguera vd., 2011)

Bileşen	Fonksiyon
Gellan Gam	Fenolik bileşenleri artırma
Aljinat ve Gellan Gam	Gaz geçirgenliğinin modifikasyonunu sağlama
Sorbik Asit, Benzoik Asit, Sodyum Benzoat, Potasyum Sorbat ve Sitrik Asit	Antimikrobiyal etki
Nisin ve Pediosin	Antimikrobiyal etki

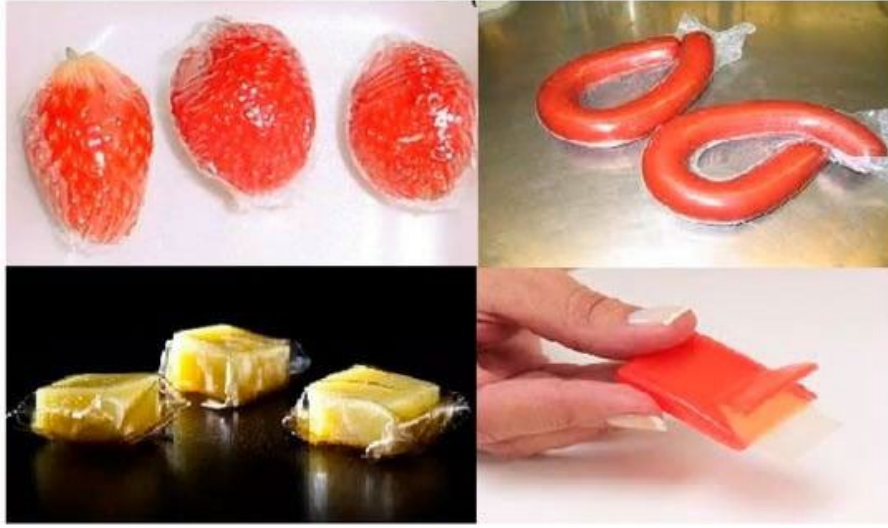
Kitosan	Antimikrobiyal etki Raf ömrünü uzatma Doku sertliğini koruma Solunum hızını azaltma Fungistatik
Uçucu Yağlar	Antimikrobiyal ve antioksidan etki



Şekil 1.4. Yenilebilir film ve kaplamanın üretilmesinde kullanılan malzemeler (Robertson, 2013).

Tablo 1.3. Yenilebilir film ve kaplamaların kullanım alanları (Suput vd., 2015)

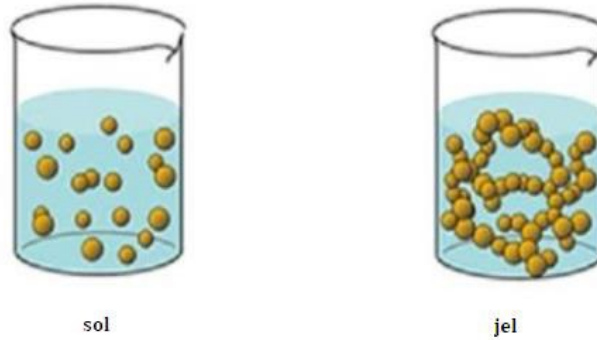
Kullanılan Materyal	Gıda
Meyve ve Sebze	
Nişasta	Çilek Mandalina
Mısır nişastası + Balmumu	Ahududu
Kitosan	Kuşkonmaz Nar Brokoli Elma dilimleri
Pektin	Kavun Şeftali Mango
Kazein	Kurutulmuş ananas
Aljinat	Mantar Kiraz
Jelatin	Hurma
Et, Kümes Hayvanları ve Balık	
Kitosan	Sazan balığı, Sosis
Jelatin	Dondurulmuş balık
PASP izolatu	Kurutulmuş balık
PASP konsantresi	Dondurulmuş somon
Kırmızı algler	Domuz pastırması
Fırıncılık, Atıştırmalık Ürünler ve Süt Ürünleri	
Pektin	Kızartılmış patates cipsi
PASP izolatu	Peynir
Kırmızı algler	Peynir



Resim 1.6. Yenilebilir film ve kaplamalara örnekler (Nešić vd., 2019).

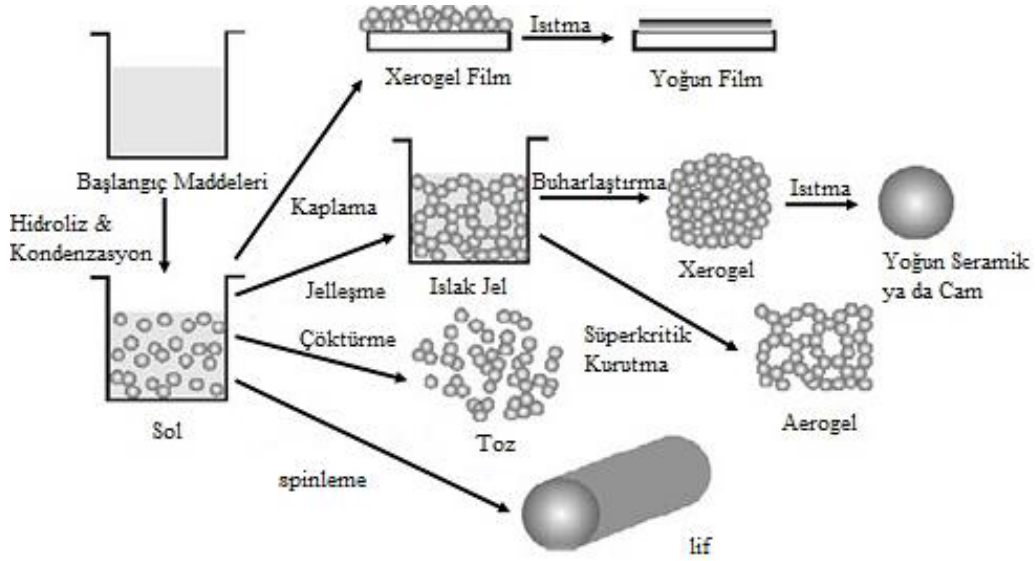
1.5 Sol-jel Çözeltisi

Sol-jel çözeltisi, metal alkoksit çözeltileri, hidroksitler ve oksitler gibi inorganik yapıdaki doğal bileşiklerin belirli oranlarda su ve asitle etkileşimi sonucu oluşan çözeltidir. Oluşan çözelti belirli bir sıcaklık seviyesinde kontrollü olarak karıştırılması sonucunda, çözeltideki bileşenler arasında etkileşimler meydana gelir. Çözeltideki taneciklerin yüzey yüklerinin elektrokimyasal olarak etkileşmeleri sonucunda bir ağ meydana gelir. Bu ağ yapısına jelleşme adı verilir. Ağ yapının büyümesi sonucunda çözeltinin her tarafı ve noktası tamamen jelleşir (Aurobind ve ark., 2006).



Resim 1.7. Sol-Jel çözeltisinin yapısı

Sol-jel oluşumunda ilk adım sol oluşumudur. Sol, katı parçacıkların olduğu bir süspansiyon halidir. Sıvı içerisinde bulunan boşluklu yapı jeldir. Jel oluşumu ile beraber çözeltinin akışkanlığı kaybolarak katılaşır. Polimer çözeltinin jel haline dönmesiyle beraber çözelti spinlenmeye hazır duruma gelir (Pierre, 1998). Sol-jel prosesindeki sol yapının kullanım alanları Şekil 1.5'de mevcuttur.



Şekil 1.5. Sol yapının spinlenmesi ve kullanım alanları (Niederberger ve ark., 2009)

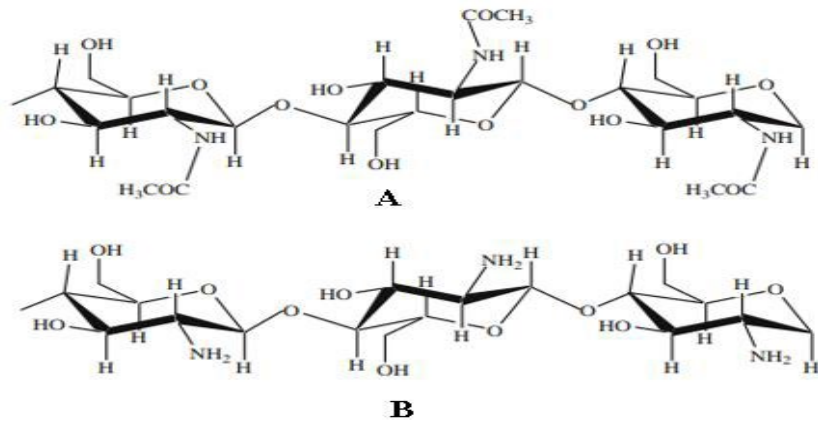
1.6 Polivinil alkol (PVA)

Suda çözünebilir (hidrofilik), yarı kristal ve biyoyumlu olan polivinil alkol fiziksel özellikleri ve kimyasal direnci yüksek olması bakımından polimer üretiminde tercih edilen bir maddedir. Fibrilleşmesi, toksik özelliği göstermemesi nedeniyle bir polimer modifikasyon elemanıdır (Zarghami, 2014; Zu, 2017).

1.7 Kitosan

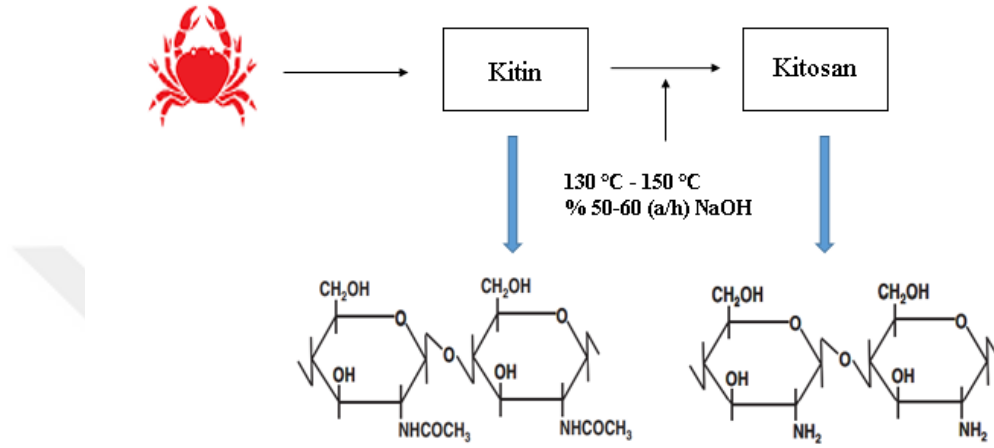
1.7.1 Kitin ve Kitosan

Kitosan tarihsel olarak ilk defa 1859 yılında Rouget tarafından derişik potasyum hidroksit çözeltisinde (KOH) bulunan kitinin kaynatılması yöntemiyle elde edilmiştir (Tokatlı, 2016). Bazı mantarların hücre çeperinde kitosan bulunmaktadır (Demir vd., 2020). Ticari olarak faydanılan ve gıda sanayinde boş yere kullanılan kitinin kaynakları, yengeç, kerevit, karides, kril kabukları ve mantarlardır (Bakshi vd., 2020).



Şekil 1.6. A: kitin, B: kitosanın kimyasal bileşimi (Jayakamura vd., 2010)

Kitosan, kitinin yapısından asetil grubunun çıkarılmasıyla elde edilebilen bir polisakkarit olan ve doğada çözünebilen bir polimerdir. Selülozdan sonra doğada en çok yer alan karbonhidrat polimeridir. Kitin, 2-asetamido-2-deoksiglukopiranoz biyopolimeridir, kitosan ise kitinin N-deasetil türevi polimeridir (Jayakamura vd., 2010). 130-150°C sıcaklıkta ve %50-60 derişimindeki NaOH çözeltisinde deasetilleme ile kitinden kitosan elde edilmektedir (Şekil 1.7)(Muxiko, 2017).

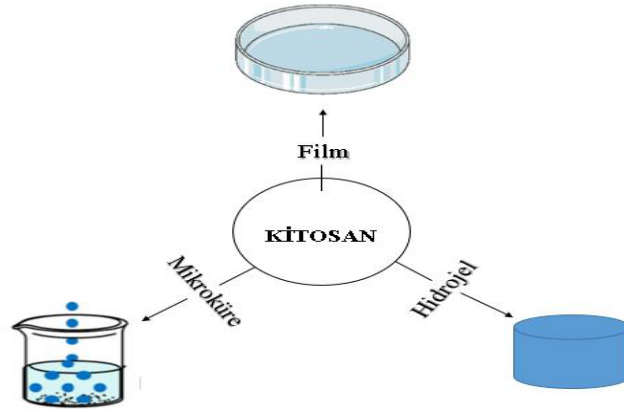


Şekil 1.7. Kitosanın kitinden elde edilış yöntemi.

1.7.2 Kitin ve Kitosanın özellikleri

Kitosan ve kitin polimerleri doğal aminopolisakkarittir, emsali olmayan yapılara, kompleks işlemlere, sağlık ve sanayi alanlarında çok geniş bir uygulama alanına sahiptir (Pillai vd., 2009). Ayrıca, kitosan ve kitin, biyoçözünürlük, biyoyumluluk, zehirsiz ve emilim gibi birçok özelliklere sahip olması bakımından önemlidir (Dutta vd., 2004).

Kitosan içeren biyofilmler, gıdaların raf ömrünün uzamasında ve kaplamasında önemli bir malzemedir. Sebzelerin, meyvelerin ve balıkların antimikrobiyal aktiviteye sahip kitosan ile kaplanması ile kitosan, mikrobiyal yayılımı yavaşlatır ya da durdurur ve koruyucu bir duvar gibi hareket ederek gıdaların hissel ve besin olarak kalitesini yükseltir (Hammed vd., 2016). Kitosan ve kitin karışımları, reçine, hidrojel, film ve lif gibi fiziksel yapılarda olabilirler. Fiziksel yapı, uygulama alanına, karışımın oranına ve şekil verme yöntemlerine göre farklılık gösterir (El-hefiam vd., 2011).

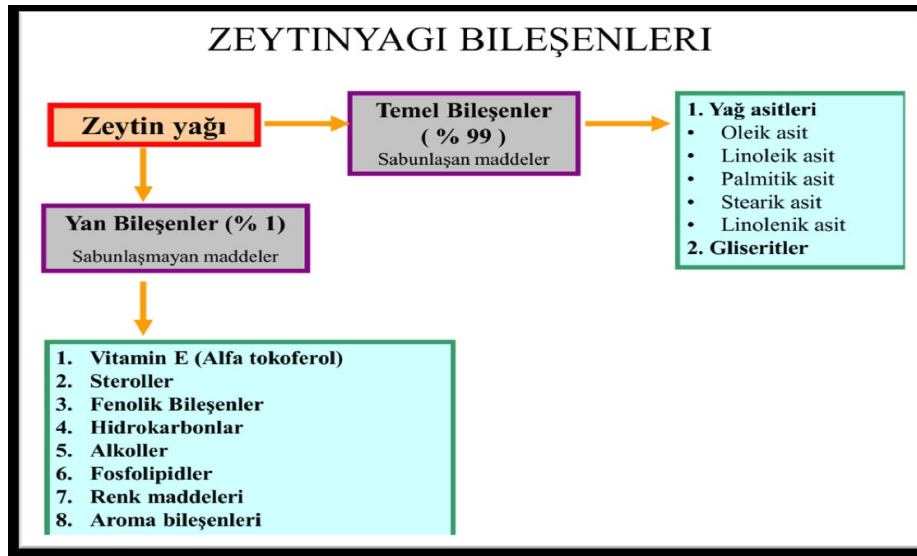


Şekil 1.8. Kitosanın farklı fiziksel yapıları (El-hefiam vd., 2011).

1.8 Zeytinyağı Hakkında Genel Bilgi

Zeytinyağı, zeytin ağacının meyvesinden fiziksel yöntemler vasıtasıyla elde edilen sıvı şeklinde bir yağdır. İşlem görmeden tüketilebilen tek ve en eski yağ olan zeytinyağının kendine has bir tadı ve uzun raf ömrüne sahip olma özellikleri vardır. Bileşiminde bulunan etken maddelerin özelliklerinde değişime neden olmayacak bir sıcaklıkta, uygun yöntemlerin uygulanmasıyla zeytinden üretilen zeytinyağının berrak ve haki renk görünümüne sahiptir (Matos vd., 2007; Viola, 2009).

Zeytinyağı, bileşiminde yaklaşık %98 trigliseritin yanı sıra %2 civarında fenol türevi bileşikler, serbest yağ asitleri, düz zincirli ve triterpenik alkoller, steroller, hidrokarbonlar, uçucu bileşenler ve antioksidan gibi 230 civarında farklı bileşenden oluşan bir karışımdır. Linoleik, oleik, stearik ve palmitik asitler zeytinyağlarının temel yağ asitlerini oluşturmaktadır. Zeytinyağında miristik, palmitoleik, heptadesenoik, heptadekanoik, gadoleik, linolenik, behenik ve lignoserik asitler daha düşük oranlarda bulunmaktadır (Yavuz 2008; Yıldırım 2009). Şekil 1.9'da zeytinyağının bileşenleri verilmiştir.



Şekil 1.9. Zeytinyağının yapısında bulunan bileşenler (Boztaş, 2017)

Zeytinyağının tek doymamış yağ asit türü oleik asittir ve yağ asitlerinin %55-83 oranını oluşturmaktadır. Tıbbi açıdan Akdeniz Bölgesindeki oleik asit kullanımı koroner arter hastalığına iyi geldiği belirtilmiştir. Ayrıca zeytinyağı kullanımı, LDL/HD kolesterol oranını azaltarak kardiyovasküler riskin yağ profilini geliştirmektedir (Yıldırım, 2009). Zeytinyağı, antioksidan, antienflamatuar ve antibakteriyel etkiye sahip olduğu belirtilmiştir. Ayrıca, A, E, K grubu vitaminleri, temel mineral maddeler (kalsiyum, potasyum, demir vb) ve aminoasitler ile doymamış yağ asitleri ve mikro ölçekteki besin maddelerini yapısında bulundurması sebebiyle günlük diyetlerde kullanılması önerilen gıda maddesidir (Khymentets 2010).

Türk Gıda Kodeksi Yönetmeliğine göre yemeklik zeytinyağı hakkındaki tebliğ (No: 98/7)'e göre zeytinyağlarının kalite ve saflık kriterleri Tablo 1.4'de belirlenmiştir (Anonim 1998).

Tablo 1.4. Zeytinyağı çeşitleri ve saflık oranları

	Naturel Zeytinyağı (virgine oil)	Rafine Zeytinyağı (Refined Olive Oil)	Riviera Zeytinyağı (Pure Olive Oil)
Nem Uçucu Madde %	Max 0,2	Max 0,1	Max 0,1
Peroksit Değeri (meq aktif oksijen / kg yağ)	Max 20	Max 5	Max 15
Sabunlaşmayan Madde (g/kg)	Max 15	Max 15	Max 15
Kırılma İndisi Nd 20°C	1,4677 - 1,4700		
Sabunlaşma Sayısı (mg KOH/kg)	184 - 196		
İyot Sayısı	78 - 88		

1.8.1 Zeytinyağı ile ilgili çalışmalar

Zeytin meyvesinden (*Olea europaea L*) elde edilen sızma zeytin yağının yapısında bulunan yüksek fenolik bileşikler sayesinde antioksidan özellik gösterdiği ve toksisiteyi engellediği yönünde araştırmalar mevcuttur (Bozdoğan & Altan 2008; Kalogeropoulos, 2010).

Zeytinyağı, Akdeniz diyetinin uygulanmasında önemli olduğu belirtilmiştir. Zeytinyağı, vücudumuzdaki insulin direncini, lipit seviyesini, DNA oksidasyonunu, trombotik etkenleri ve kan basıncını olumlu yönde etkilediği yapılan çalışmalar ile belirtilmiştir (Barbaro vd., 2014; Bozdoğan & Altan, 2008; Covas vd., 2015).

Zeytinyağının yapısında bulunan yağ asitleri ve gliserol apolar yapıda olmasından dolayı suda çözünmeyen hidrofobik yağlardır. Suda çözünemediğinden adipoz dokuda depolanarak biyolojik zarların yapısına katılır ve kardiyovasküler hastalık olasılığına karşı direnç gösterdiği yapılan çalışmalarda belirtilmiştir (Harper vd., 2006; Hashmi vd., 2015).

Trichopol ve ark. (1995), Yunanistan'da kadınlara yönelik yaptıkları bir çalışmada günde en az bir kere ve daha fazla zeytinyağı tüketen kadınlarda meme kanseri olasılığının %25'den daha

az olduğunu tespit etmişlerdir. Bisignano (1999) tarafından yapılan çalışmada, solunum yolları ve özellikle bağırsak yolunda oluşabilecek bakteriyel enfeksiyonlara karşı zeytinyağının etkili olduğu belirtilmiştir. Hayvan modelleri üzerine yapılan çalışmalarda zeytinyağının içerisinde bulunan squalenlerin kolon, akciğer ve deri tümörünü azalttığını yönünde çalışmalar yapılmıştır (Chugh ve ark., 2003).

Zeytinyağı, yağda çözünen A, D, E ve K vitaminleri açısından çok yoğun, yağ asidi seviyesi bakımından ise diğer bitkisel yağlara göre daha yüksektir. Yapısındaki E vitamini; vücudu yağlanmaya karşı korurken akciğer, beyin ve prostat kanseri riskini azaltır (Göbel vd., 2003).



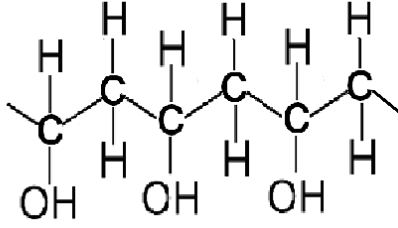
2. BÖLÜM

MATERYAL VE YÖNTEM

2.1. Materyal

2.1.1 Polivinil Alkol (PVA)

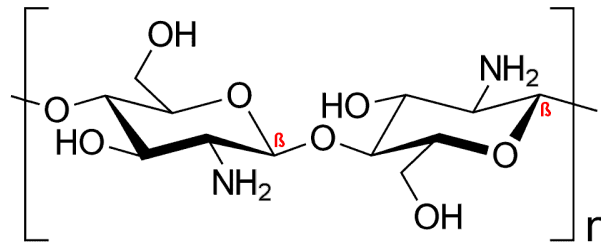
Polivinil alkol (PVA), su gibi polar bir bileşik olduğundan su içerisinde çözünebilmesi, toksik etki göstermemesi ve reaksiyon ortamında kullanımı kolay bir polimerik madde olması sebebi ile seçilmiştir. Biyoyouymlu, biyoçözünür ve nanolif üretiminde önemli bir destekleyici polimer kimyasaldır. Polivinil alkol (PVA) reçine bir tür ağır polimerdir. Genellikle beyaz veya hafif sarı bir floküle, pul, granül veya toz halinde bir görünümdeydir. Polivinil alkolün (PVA) ticari olanı kullanılmıştır. PVA'nın molekül ağırlığı 85000-124000 g/mol ve molekül formülü $(C_2H_4O)_n$ dir. Yoğunluğu 1,19-1,31 g/cm³ olup kokusuzdur. Polivinil alkolün (PVA) yapı formülü Şekil 2.1'de mevcuttur.



Şekil 2.1. Polivinil alkol çözeltisi

2.1.2. Kitosan (CS)

Sigma-Aldrich'den ticari olarak temin edilmiş olan kitosan nanopartikülleri, yengeç kabuğunda bulunan kitinin deasetilasyonu sonucu elde edilen bir lineer aminopolisakkarittir. Toz görünümlü, bej renginde, kokusuz ve erime noktası 102,5°C'dir. Yoğunluğu 1 g/cm³ tür.



Şekil 2.2. Kitosanın yapısal formülü

2.1.3. Zeytinyağı

Bu çalışmada Mersin ili Aydınçık ilçesinde yetiştirilen zeytin ağacının meyvesinden elde edilen sıзма zeytinyağı kullanılmıştır. Zeytinyağı son bir defa daha süzülerek içerisindeki

2.1.6. Hassas terazi

Zeytinyağı, polivinil alkol (PVA) ve kitosan çözeltilerini hazırlama aşamasında kütle ölçümleri için Gibertini marka Europe 200 model terazi kullanılmıştır.

2.1.7. Isıtıcılı manyetik karıştırıcı

Polivinil alkol, kitosan ve zeytinyağı çözeltilerinin çözünmesi ve karışımların hazırlanması sırasında Wisestir MSAH-20A ve Heidolph MR Hei-Standard modelinde manyetik karıştırıcılı ısıtıcılar kullanılmıştır. Resim 2.2'de ısıtıcılı manyetik karıştırıcılar verilmiştir.



Resim 2.2. Kullanılan manyetik karıştırıcı ısıtıcılar

2.1.8. Fourier transform infrared spektrometresi (FTIR)

Moleküldeki taneciklerin sürekli titreşim hareketi sonucunda molekülde gerilme ve eğilme hareketleri oluşur. Bu hareketler sonucunda moleküllerin kızıl ötesinde absorpsiyon bandları meydana gelir. Moleküllerin absorpsiyon bandlarındaki yarılmalarda yapıda fonksiyonel gruplar hakkında bilgi verir. Elde edilen PVA /kitosan/zeytinyağı çözeltilerinin nanolifindeki fonksiyonel gruplar THERMO Scientific marka 4700/5700/6700/8700 model FTIR spektrometresi ile analiz edilmiştir. Nanoliflerin spektrumlarındaki pik yarılmalardan yararlanarak nanoliflerin sahip olduğu fonksiyonel grupların kalitatif analizi yapılmıştır (Resim 2.3).



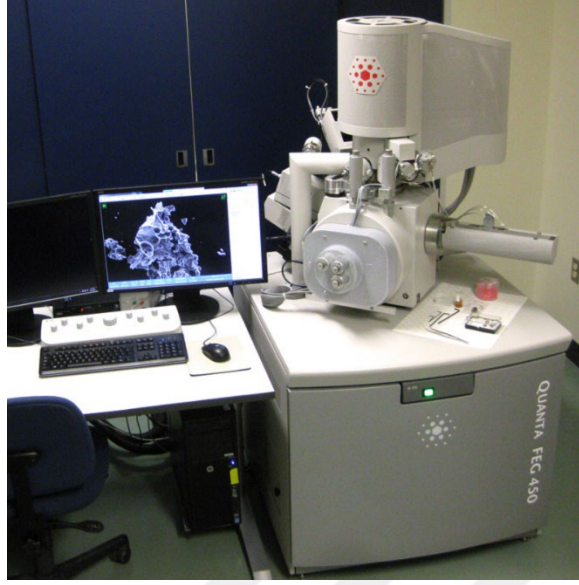
Resim 2.3. Fourier transform Infrared spektrometresi (FTIR) cihazı

2.1.9. Taramalı elektron mikroskobu (SEM)

Taramalı elektron mikroskobu cihazı; optik kolon, numune bölgesi ve görüntüleme sistemleri olmak üzere üç kısımdan oluşmaktadır. Optik kolon bölümünde elektron üreten elektron kaynağı yer almaktadır.

Taramalı elektron mikroskobu veya SEM (scanning electron microscope), odaklanmış bir elektron demeti ile nanolif yüzeyini tarayarak görüntü oluşturan bir elektron mikroskobu çeşidir. Elektronlar nanolifdeki atomlarla etkileşerek nanolif yüzeyindeki topografi ve kompozisyon hakkında bilgiler içeren farklı sinyaller üretir. Elektron demeti raster tarama ile yüzeyi tarar ve demetin konumu, algılanan sinyalle eşleştirilerek görüntü oluşturulur.

Elde edilen nanoliflerin yüzey görüntüleri FEI marka QUANTA 450 FEG model cihaz ile incelenmiştir. Nanoliflerin morfolojik analizleri Hitit Üniversitesi Bilimsel Teknik Uygulama ve Araştırma Merkezinde hizmet alımı yoluyla yaptırılmıştır.



Resim 2.4. Taramalı elektron mikroskobu (SEM) cihazı

2.1.10. Diferansiyel taramalı kalorimetre (DSC)

Elde edilen nanoliflerin camsı geçiş sıcaklığı (T_g), kristallenme sıcaklığı (T_c), erime sıcaklığı (T_m), termal kararlılığı gibi özelliklerinin analizi için METTLER-TOLEDO marka DSC 1/700 model diferansiyel tarama kalorimetresi kullanılmıştır. Diferansiyel Taramalı Kalorimetre Cihazı (DSC); numune ısıtılırken, soğutulurken veya sabit bir sıcaklıkta tutulurken soğurulan veya salıverilen enerji miktarını ölçer. Bu teknikte, referans ile numuneden gelen veya uzaklaşan ısı farkı sıcaklığa veya zamana bağlı olarak gösterilir. Eğer numune ile referans arasında bir sıcaklık farkı saptanırsa, sıcaklığı aynı tutmak için numuneye verilen enerji miktarı değiştirilir. Bu yolla numunedeki faz değişimi sırasındaki ısı transferi miktarı saptanabilir. Bu yöntem ile termal kararlılığı incelenmiş olur.

Teknik Özellikler:

Sıcaklık Aralığı (Hava Soğutmasıyla)	: 25 °C / 700 °C
Sıcaklık Aralığı (Kriyostat Soğutmasıyla)	: -50 °C / 700 °C
Sıcaklık Aralığı (İçindeki Soğutucuyla)	: -100 °C / 550 °C
Sıcaklık Aralığı (Sıvı Azot Soğutmasıyla)	: -150 °C / 700 °C
Sıcaklık Doğruluğu	: $\pm 0,2$ K
Sıcaklık Kesinliği	: ± 0.02 K
Fırın Sıcaklık Çözünürlüğü	: $\pm 0,00006$ K
Dijital Çözünürlüğü	: 16,8 milyon nokta

Naanoliflerin termal kararlılık analizleri Hitit Üniversitesi Bilimsel Teknik Uygulama ve Araştırma Merkezinde hizmet alımı yoluyla yaptırılmıştır



Resim 2.5. Diferansiyel taramalı kalorimetre (DSC) cihazı

2.1.11. Elektrosinleme Sistemi

Nanolif elde etmek için kullanılan elektrosinleme sistemi üç bölüme oluşmaktadır. Birinci bölüm 0-30 KV aralığında potansiyel gerilim uygulayan Gamma High Voltage Research marka ES30P-10W modelindeki güç kaynağıdır.

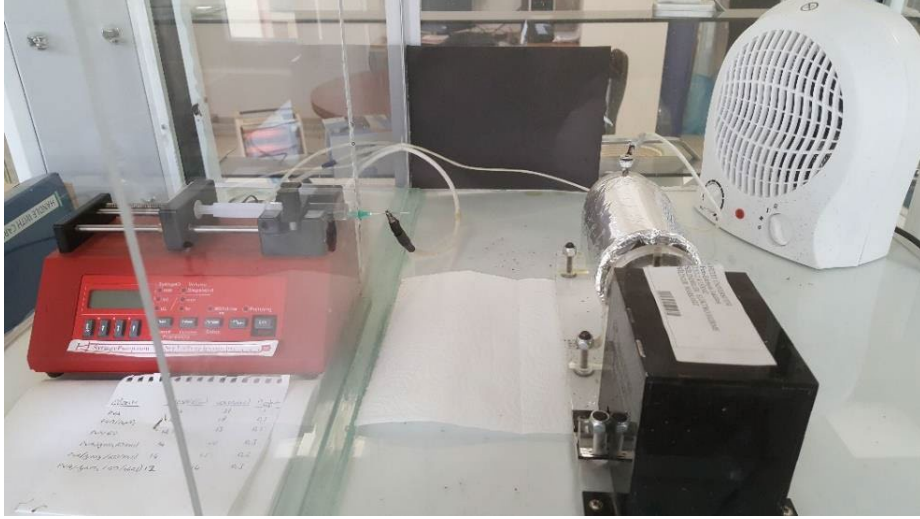
İkinci bölümde, polimer çözeltisini sisteme veren ve şırınganın yer aldığı besleme kısmıdır. Besleme kısmı, polimer çözeltisinin akış hızının ayarlanması ile uygun nanolifin elde edilmeye çalışıldığı bölümdür. New Era marka NE-300 model şırınga pompası kullanılmıştır.

Sistemin üçüncü bölümü ise sistemin karşısında belirli uzakta olan ve nanolifleri toplayan toplayıcı levhadan oluşmaktadır. Toplayıcı levha, hareketli dönen bir silindir ya da sabit bir toplayıcı olabilmektedir. Bu çalışma sırasında dönen silindir şeklindeki toplayıcı kullanılmıştır. Toplayıcının üzeri alüminyum folyo ile kaplanarak nanoliflerin folyo üzerinde toplanması ve folyo ile beraber nanoliflerin kolay bir şekilde alınması sağlanmıştır.

Sistem içerisinde bir gerilim kuvveti olduğundan ve araştırmacının yüksek gerilimden korunması için sistem bir kabin içerisinde bulunur ve kullanılır. Günümüzde, daha gelişmiş elektrosinleme sistemleri mevcuttur. Resim 2.6'da elektrosinleme sistemi elemanları ve Resim 2.7'da elektrosinleme düzeneği mevcuttur.



Resim 2.6. Elektrosinleme sistemi cihazı elemanları



Resim 2.7. Elektrospinleme sistemi düzeneği

2.1.12. Antibakteriyel ve Antifungal aktivite için kullanılan bakteriler

Elde edilen nanoliflerin antimikrobiyal aktivitelerinin analizinde gram-pozitif bakterilerden *Bacillus subtilis* ATCC 6623, *Staphylococcus aureus* ATCC 25923, *Enterococcus faecalis* ATCC 29212, Gram negatif bakterilerden *Escherichia coli* ATCC 25922, *Klebsiella pneumoniae* ATCC 70060, *Pseudomonas aeruginosa* ATCC 27853, funguslardan *Candida albicans* ATCC 10231 ve *Aspergillus niger* ATCC 16404 antimikrobiyal aktivite çalışmasında kullanıldı. Tüm test tip türleri ATCC (American Type Culture Collection) kültür koleksiyonundan elde edilmiştir.

2.2. Yöntem

Yenilenebilir nanolif sentezin ilk aşamasında 90:10, 80:20 ve 70:30 oranlarında polivinil alkol (PVA) ve kitosan (CS) çözeltisi hazırlama çalışması yapılmıştır. 90:10, 80:20 ve 70:30 oranlarında hazırlanan PVA ve kitosan çözeltilerinin spinleme düzeneğinde uygun voltaj, uygun mesafeve pompa hızı denemeleri yapılarak düzgün görünümlü ve boncuklanma olmadan nanolif elde edilmeye çalışılmıştır. Optimizasyon çalışmaları sonucunda 70:30 oranındaki PVA/CS polimerik çözeltinin elektrospinleme sistemi için uygun olduğu tespit edilmiştir.

Deneme çalışmaları sonucunda, su içerisinde %10'luk polivinil alkol (PVA) çözeltisi hazırlanmıştır. %2'lik asetik asit çözücü içerisinde %1,5'luk kitosan çözeltisi hazırlandı (Pornpra, vd., 2010). %10 luk PVA çözeltisi (42 g) ile %1,5'luk kitosan çözeltisi (18 g) manyetik karıştırıcıda karıştırılarak sol-jel çözeltisi elde edilmiştir. Elde edilen PVA / kitosan (%2 asetik asit)çözeltisinde PVA/kitosan ağırlıkça 70:30 oranı sabit tutularak çözelti hazırlanmıştır. Hazırlanan çözeltiye %1 ve %2 oranında zeytinyağı ilave edilerek oluşturulan çözeltilerin elektrospinleme çalışması yapılmıştır. Bu çözeltiler aşağıda verilmiştir:

1. %10'luk polivinil alkol çözeltisi(PVA)
2. %1,5'luk kitosan çözeltisi (CS)

3. Polivinil alkol/kitosan (%2'lik asetik asit)(m/m 70:30) çözeltisi
4. PVA/CS/zeytinyağı(70:30:1) çözeltisi
5. PVA /CS /zeytinyağı (70:30:2) çözeltisi

2.2.1 %10'luk Polivinil alkol (PVA) çözeltisinin hazırlanması

Polivinil alkol çözeltisi elde etmek için, 85°C sıcaklıkta manyetik karıştırıcıdaki beher içerisinde bulunan 45 gr saf su çözücü içine azar azar 5 gram polivinil alkol ilave edildi. PVA çözüldükçe behere ilave edilmiştir ve bu işlem 5 saat sürdü. Çözünme işlemi tamamlanıp saydam bir görüntü elde edildikten sonra manyetik karıştırıcının ısıtıcı bölümü kapatılıp sol-jel yapısının oluşması için oda sıcaklığında 20 saat karıştırılmıştır. Elde edilen sol-jel yapı çözeltisi parafilm ile kaplandı, kitosan çözeltisi hazırlanmasında ve spinleme sisteminde kullanılmıştır.

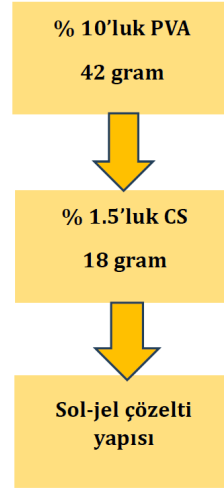
2.2.2 %1.5 'luk Kitosan (CS) çözeltisinin hazırlanması

Kitosan çözeltisi elde etmek için, 65 °C sıcaklıktaki manyetik karıştırıcıdaki beher içerisinde bulunan 39,4 g %2'lik asetik asit çözeltisine 0,6 gram kitosan yavaş yavaş ilave edilmiştir. Kitosan çözüldükçe behere ilave edildi ve bu işlem 5 saat sürmüştür. Çözünme işlemi sırasında %2'lik asetik asit çözeltisi seviyesi azaldıkça asetik asit çözeltisi ilave edilmiştir. Çözünme işlemi tamamlanıp saydam bir görüntü elde edildikten sonra manyetik karıştırıcının ısıtıcı bölümü kapatılıp oda sıcaklığında 20 saat karıştırılmıştır. Oluşan çözelti diğer çözelti çalışmaları ve spinleme sistemi için bekletilmiştir (Çiftçi vd., 2015).

2.2.3 Polivinil alkol/kitosan (m/m 70:30) çözeltisinin hazırlanması

Polivnil alkol/kitosan çözeltisi hazırlarken PVA/kitosan oranı 70:30 olarak tespit edilerek bu oran üzerinde deneme çalışmaları yapılmıştır (Pornpra, vd., 2010).

PVA/kitosan (70:30) çözeltisi hazırlamak için, 65°C sıcaklıktaki manyetik karıştırıcıdaki beher içerisinde bulunan %10'luk polivinil alkol (42g) çözeltisine %1,5'luk kitosan (18g) (%2'lik asetik asit) yavaş yavaş ilave edilmiştir. Oluşan çözelti karışımı manyetik karıştırıcılı ısıtıcıda 5 saat karıştırılmıştır. Karıştırma işlemi sırasında %2'lik asetik asit çözeltisi seviyesi azaldıkça asetik asit çözeltisi ilave edilmiştir. Çözünme işlemi tamamlanıp saydam bir görüntü elde edildikten sonra manyetik karıştırıcının ısıtıcı bölümü kapatılıp oda sıcaklığında 20 saat karıştırılmıştır. Elde edilen sol-jel çözeltisi zeytinyağı ilavesine kadar bekletilmiştir (Şekil 2.4)



Şekil 2.4. PVA/CS (70:30) Sol-jel çözeltisi hazırlama şeması

2.2.4 %1'lik zeytinyağı içeren PVA/CS çözeltisinin hazırlanması

PVA/CS oranı ağırlıkça 70:30 oranı sabit tutularak içerisinde %1 oranında zeytinyağı ilavesi yapılmıştır. %1'lik zeytinyağı çözeltisini hazırlamak için, 45°C sıcaklıkta manyetik karıştırıcılı ısıtıcıda 24,75 gram PVA/CS çözeltisi (70:30) 30 dakika karıştırılarak çözeltinin sıcaklığının yükselmesi ve zeytinyağını çözmesi amacıyla ısıtılmıştır. Daha sonra 45°C sıcaklıktaki PVA/CS çözeltisine %1 oranında zeytinyağı (0,25g) ilave edilerek çözelti karışımı 3 saat karıştırılmış ve tam çözünme sağlanmıştır. Çözelti homojen görünümde olduktan sonra oda sıcaklığında 20 saat karıştırılması sağlanmıştır. Karıştırılma işleminden sonra PVA/CS/zeytinyağı çözeltisi dinlendirilmeye bırakılmıştır.

2.2.5 %2'lik zeytinyağı içeren PVA/CS çözeltisinin hazırlanması

PVA/CS oranı ağırlıkça 70:30 oranı sabit tutularak içerisinde %2 oranında zeytinyağı ilavesi yapılmıştır. %2'lik zeytinyağı çözeltisini hazırlamak için, 45°C sıcaklıkta manyetik karıştırıcılı ısıtıcıda 19,6 gram PVA/CS çözeltisi (70:30) 30 dakika karıştırılarak çözeltinin sıcaklığının yükselmesi ve zeytinyağını çözmesi amacıyla ısıtılmıştır. Daha sonra 45°C sıcaklıktaki PVA/CS çözeltisine %2 oranında zeytinyağı (0,4g) ilave edilerek çözelti karışımı 3 saat karıştırılmış ve tam çözünme sağlanmıştır. Çözelti homojen görünümde olduktan sonra oda sıcaklığında 20 saat karıştırılması sağlanmıştır. Karıştırılma işleminden sonra PVA/CS/zeytinyağı çözeltisi dinlendirilmeye bırakılmıştır.

2.2.6 Çözeltilerden elektrospinleme metodu ile nanolif eldesi

PVA/CS/zeytinyağı çözeltisinden elde edilen polimerik yapıdaki çözeltilerden elektrospinleme düzeneği vasıtasıyla rahatlıkla nanolif elde edilmektedir. Tablo 2.1'de nanolif elde edilmesinde kullanılan ideal parametre verileri verilmiştir.

Tablo 2.1. Mesafe, gerilim, pompa hızı parametre verileri

Çözelti karışımı	Mesafe(cm)	Gerilim(kV)	Pompa hızı(mL/sa)
PVA	14	16	0.5
PVA/CS (70:70)	14	17	0.5
PVA/CS/ %1'lik z.y.	18	25	0.5
PVA/CS/ %2'lik z.y.	18	25	0.5

2.2.7 Taramalı elektron mikroskobu (SEM)

PVA/CS/zeytinyağı çözeltilerinden elde edilen nanoliflerin SEM görüntüleri alınarak liflerin yapıları, spinleme işlemindeki lif yoğunluğu ve çap ölçüleri incelenmiştir. Nanoliflerin SEM analizleri hizmet alım ile Hitit Üniversitesi Bilimsel Teknik Uygulama ve Araştırma Merkezinde yaptırılmıştır.

2.2.8 Fourier transform infrared spektrometresi (FTIR)

FTIR spektrokopisi ile PVA/CS/zeytinyağı çözeltilerinden elde edilen nanoliflerin yapısında bulunan süstitüe grupların bağ şekilleri, yapıdaki atomların titreşim frekansları ve spektrumdaki piklerin bulunduğu bölgeye göre nanolifin yapısı incelenmiştir. Elde edilen spektrumlar literatür ile karşılaştırılıp nanolifin yapısal karakterizasyonu yapılmaya çalışılmıştır. Nanoliflerin FTIR analizi Hitit Üniversitesi Kimya Bölümünde bulunan FTIR cihazı ile yapılmıştır.

2.2.9 Diferansiyel taramalı kalorimetre (DSC)

Elde edilen PVA/CS/zeytinyağı nanoliflerinin sıcaklığa bağlı olarak kararlılık düzeyi DSC cihazı ile analiz edilmiştir. Nanoliflerin DSC analizleri hizmet alımı ile Hitit Üniversitesi Bilimsel Teknik Uygulama ve Araştırma Merkezinde yaptırılmıştır. DSC analizi, 25°C ile 600°C sıcaklık aralığında 10°C sıcaklık artışı ile N₂ gazı atmosferinde ölçümler yapılmıştır.

2.2.10 Nanoliflerin Antibakteriyel ve Antifungal Aktivitesinin Belirlenmesi

PVA/CS/zeytinyağı (70:30:%1) ve PVA/CS/zeytinyağı (70:30:%2) oranında polimer çözeltilerinden elektrospinleme yöntemiyle elde edilen nanoliflerin antimikrobiyal aktivitelerinin analizinde gram pozitif baktareilerden *Bacillus subtilis* ATCC 6623; *Staphylococcus aureus* ATCC 25923; *Enterococcus faecalis* ATCC 29212, gram negatif bakterilerden *Escherichia coli* ATCC 25922; *Klebsiella pneumoniae* ATCC 70060; *Pseudomonas aeruginosa* ATCC 27853, funguslardan *Candida albicans* ATCC 10231 ve *Aspergillus niger* ATCC 16404 kullanılmıştır. Tüm test tip türleri ATCC (American Type Culture Collection) kültür koleksiyonundan tedarik edilmiştir.

Antimikrobiyal aktivite çalışmaları sırasında nanolifler saf su içerisinde 60°C ısı uygulanarak çözülmüştür. Antimikrobiyal aktivite, 96 kuyucuklu mikropalakalarda gerçekleştirilen sıvı besiyeri mikrodilüsyon yöntemi (MIC) (Schwalbe vd., 2007) kullanılarak gerçekleştirilmiştir.

Tüm patojen mikroorganizmalar, %25 (v/v) gliserol içeren stok tüplerinde çalışılıncaya kadar 80°C'de tutulmuştur. Bakteri kültürlerini aktifleştirmek için Muller Hinton Agar (MHA) ve mantarlar için Sabouraud Dextrose Agar (SDA) (Difco) kullanılmıştır. Testten önce mikroorganizmalar, bakteriler için Muller Hinton Broth'a (MHB) ve funguslar (Difco) için Sabouraud Dextrose Broth'a (SDB) aktarılmış ve gece boyunca 37°C'de (mantar için 28°C) gelişmeye bırakılmıştır. Test suşlarının hazırlanan süspansiyonların bulanıklığı 0.5 McFarland'a eşdeğer ($1,5 \times 10^8$ kob/mL) ayarlanmıştır. Kontrol kuyucukları olarak saf mikroorganizmalar ve saf su kullanılmıştır. Her bir mikroorganizmanın 100 µL süspansiyonu ve test edilen nanolif 100 µL süspansiyonu kuyucuklara eklenmiştir. Mikroplakta mikroorganizma üremesinin görülmediği, µg/mL cinsinden ifade edilen minimum inhibitör konsantrasyonunu (MIC) temsil edecek şekilde kaydedilmiştir. Deney iki kopya halinde gerçekleştirilmiştir. Antibakteriyel aktivite için referans standart olarak Amoksisilin ve Tetrasiklin kullanılırken, antifungal aktivite için referans standart olarak Ketokonazol kullanılmıştır.

2.2.11 Tekstür analizi

Elde edilen PVA/CS/zeytinyağı nanoliflerinin yüzey ve yapı özellikleri tekstür analizi ile ölçülmüştür. Teksür analizi, gıda, sağlık, eczacılık, yapışkan malzeme ve diğer tüketici malzemelerin germe ve basınç altında yapılan fiziksel testlerdir. Teksür analizi, Stable Micro Systems, Godalming Surrey İngiltere marka TA.XTPlus model cihazı ve probu ile Exponent 32 yazılımı kullanılarak yapılmıştır. Ölçümlerde 30 kg load cell kullanılmıştır. Bu analiz Hitit Üniversitesi Bilimsel Teknik Uygulama ve Araştırma Merkezinde hizmet alım yoluyla yaptırılmıştır.

2.2.12 Nem tayini ve Peroksit analizi

Elde edilen nanoliflerin yapısındaki su miktarı % nem ve aktif oksijen ise peroksit sayısı ile tespit edilmiştir. % nem miktarına göre gıda malzemesinin işlenebilirliği, raf ömrü, kullanılabilirliği ve ürün kalitesi tespit edilmektedir. Yağlarda ise yapıda bulunan aktif oksijenin düzeyi yağın bozunmuşluk düzeyi hakkında bilgi vermektedir. Nanoliflerin nem ve peroksit analizi hizmet alımı ile Kastamonu Üniversitesi Merkezi Araştırma Laboratuvarı Uygulama ve Araştırma Merkezinde yaptırılmıştır. Nanolifin yapısındaki nem miktarı ile gıdanın mikrobiyolojik gelişiminin kontrol ederek tazeliğin korunması ve görünümün düzgün olması sağlanmaktadır (Dursun ve Erkan, 2009).

2.2.13. Zeytinyağı Bileşenlerinin Kromatografik (GC-FID) Analizi

Nanolif eldesi sırasında zeytinyağı üçüncü bileşen olarak kullanılmıştır. Kullanılan zeytinyağı, yağ asitleri ve çeşitli organik bileşiklerden oluşmaktadır. Zeytinyağının yapısında bulunan yağ asitlerinin kombinasyonu kromatografik cihazlarla belirlenmekte ve ağırlıklı olarak Gaz Kromatografisi (GC-FID)-Alev İyonlaştırma Dedektörü sistemi kullanılmaktadır. Bu analizde, zeytinyağının yapısında bulunan yağ asitlerinin alkollü ortamda KOH çözeltisi kullanılarak

metil estere dntrlmesi yntemi ile analiz yapılmaktadır. Zeytinyađı bileenlerinin kromatografik (GC-FID) analizi, Terme Scientific marka cihaz kullanılarak yapılmıtır (Resim 2.8). Bu analiz Hitit niversitesi Bilimsel Teknik Uygulama ve Aratırma Merkezinde hizmet alım yoluyla yaptırılmıtır.



Resim 2.8. Gaz kromatografisi-Alev iyonizasyon dedektr (GC-FID) cihazı

3. BÖLÜM

ANALİZ SONUÇLARI VE TARTIŞMA

PVA/CS/zeytinyağı çözeltilerinden elektrospınleme yöntemiyle elde edilen nanoliflerin yapısal analizi, termal kararlılıkları, lif yapıları, nem analizi, peroksit tayini ve antimikrobiyal aktivite çalışmaları yapılarak sonuçlar yorumlanmaya çalışılmıştır.

Nanolif eldesinde üçüncü bileşen olarak Mersin ili Aydıncık ilçesinde üretilen zeytinden elde edilen zeytinyağı, yağ asitleri ve fenolik bileşiklerden oluştuğu bilinmektedir. Zeytinyağının bileşimi bilinmesine rağmen doğrulamak amacıyla Gaz Kromatografisi (GC-FID)-Alev İyonlaştırma Dedektörü sistemi kullanılarak yağ asitlerinin oranları ve çeşitleri aydınlatılmaya çalışılmıştır.

PVA/CS/zeytinyağı çözeltilerinin iki farklı oranlarından iki tane nanolif elde edilmiştir. Elde edilen nanoliflerin SEM görüntüleri, hizmet alım yoluyla Hitit Üniversitesi Bilimsel Teknik Uygulama ve Araştırma Merkezinde yaptırılmıştır. SEM görüntülerine bakılarak liflerin boyutu ve nanolif yapısında olup olmadığı literatüre bakılarak kontrol edilmiştir. SEM görüntülerinden liflerin ortalama çapı tespit edilmiştir. Nanolif eldesi sırasında boncuklanma olup olmadığı kontrol edilerek yapısal karakterizasyonu yapılmıştır. Liflerin kalınlıkları, ağ yapıları ve doğrusal olup olmadığı SEM görüntülerinden elde edilmiştir.

Fourier transform infrared spektrometresi (FTIR) ile nanoliflerin yapısındaki kimyasal bağların titreşim frekansları ölçülerek yapıda bulunan fonksiyonel gruplar analiz edilmiştir. FTIR spektroskopisi ile elde edilen spektrumlar ile yapıdaki bağ türleri ve atom türleri tespit edilmiştir. Elde edilen bulgular literatürdeki nanolif çalışmaları ile kıyaslanarak nanolifdeki grupların yapıları teyit edilmeye çalışılmıştır.

Elektrospınleme yöntemi ile elde edilen nanoliflerin sıcaklığa bağlı olarak termal kararlılık düzeyi DSC cihazı ile analiz edilmiştir. Nanoliflerin DSC analizleri hizmet alım yolu ile Hitit Üniversitesi Bilimsel Teknik Uygulama ve Araştırma Merkezi tarafından yapılmıştır. DSC analizi, 25°C ile 600°C sıcaklık aralığında 10°C sıcaklık artışı ile N₂ gazı atmosferinde ölçümler yapılmıştır.

Elde edilen nanolifin tekstür analizi ile yapısal özellikleri (pürüzlülük, sertlik, yapışkanlık, gözeneklilik ve parlaklık) incelenmeye çalışılmıştır. Nanoliflerin gerilme ve basınç altında dayanıklılık testi yapılmıştır. Nem tayini ile nanolifin yapısında bulunan su miktarı ölçülmeye çalışılmıştır. Su miktarı, malzemenin raf ömrünü etkilemektedir. Nem miktarına göre gıda malzemesinin işlenebilirliği, raf ömrü, kullanılabilirliği ve ürün kalitesi tespit edilmektedir. Peroksit analizi ile nanoliflerin yapısında bulunan aktif oksijenin tespit edilmeye çalışılmıştır. Aktif oksijen miktarı nanolifin bozunmuşluk miktarını tespit edilmesini sağlar.

Elde edilen nanoliflerin antimikrobiyal aktivitelerinin analizinde gram-pozitif bakterilerden *Bacillus subtilis* ATCC 6623, *Staphylococcus aureus* ATCC 25923, *Enterococcus faecalis* ATCC

29212, Gram negatif bakterilerden *Escherichia coli* ATCC 25922, *Klebsiella pneumoniae* ATCC 70060, *Pseudomonas aeruginosa* ATCC 27853, funguslardan *Candida albicans* ATCC 10231 ve *Aspergillus niger* ATCC 16404 antimikrobiyal aktivite çalışmasında kullanılmıştır. Tüm test tip türleri ATCC (American Type Culture Collection) kültür koleksiyonundan elde edilmiştir. Minimum İnhibitör Konsantrasyonu (MIC), Ulusal Klinik Laboratuvar Standartları Komitesi'nde (Wayne, 2007) açıklandığı üzere 96 oyuklu mikro plakalarda broth mikrodilüsyon metodu kullanılarak belirlenmiştir.

3.1. Zeytinyağı Bileşenlerinin Kromatografik (GC-FID) Analiz Sonuçları

Zeytinyağının yapısında bulunan yağ asitlerinin kombinasyonu ağırlıklı olarak Gaz Kromatografisi (GC-FID)-Alev İyonlaştırma Dedektörü sistemi kullanılmıştır. Bu analizde, yağ örneği hekzan içerisinde çözdürülmüştür. Metil esteri oluşturmak amacıyla, 5ml metanol içerisinde hazırlanmış 2N KOH (Potasyum Hidroksit) ilave edildi ve kuvvetlice karıştırıldı. Üst faz filtre edilerek Gaz Kromatografisi- Alev İyonizasyon Detektörü (GC-FID) ile analiz edilmiştir. Tablo 3.1 'de zeytinyağı örneğinin bilgileri ve analiz koşulları verilmiştir.

Table 3.1. Zeytinyağı numune bilgileri ve analiz koşulları

Ürün adı	Yağ örneği	
Ürün malzemesi	Sıvı	
Kolon akış hızı	1 mL/dk- He (Helyum)	
Kolon özellikleri	Rtx-2330; 30 meter, 0,25mmID, 0,2µmdf	
Analiz süresi	65 dk	
Enjeksiyon Bloğu Sıcaklığı	250°C	
FID Sıcaklığı	260°C	
Sıcaklık Programı		
Akış Hızı (°C/dk)	Sıcaklık (°C)	Bekleme Süresi (dk)
	70	2,00
4,00	120	0,00
2,00	180	3,00
4,00	200	3,00
7,00	230	5,21

PVA/CS/zeytinyağı nanolifinin elde edilmesi sırasında kullanılan zeytinyağının yapısındaki yağ asidi bileşimi Gaz Kromatografisi (GC-FID) ile tespit edilmeye çalışılmıştır. Zeytinyağının yapısındaki yağ asitleri çeşitleri ve oranları Tablo 3.2'de verilmiştir. Zeytinyağının yapısında en fazla Oleik Asit Metil Esteri (%63,581) bulunmaktadır. Oleik asit metil esterinden sonra ise Palmitik Asit Metil Esteri (%16,433) ve Linoleik Asit Metil Esteri (%12,692) bulunmaktadır.

Tablo 3.2. Zeytinyağındaki yağ asidi kompozisyonu

Alıkonma süresi	Yağ Asidi Türü	Oran %
22,78	C14:0 (Miristik Asit Metil Esteri)	0,020
25,86	C15:0 (Pentadekanoik Asit Metil Esteri)	0,010
29,31	C16:0 (Palmitik Asit Metil Esteri)	16,433
30,69	C16:1 (Palmitoleik Asit Metil Esteri)	1,364

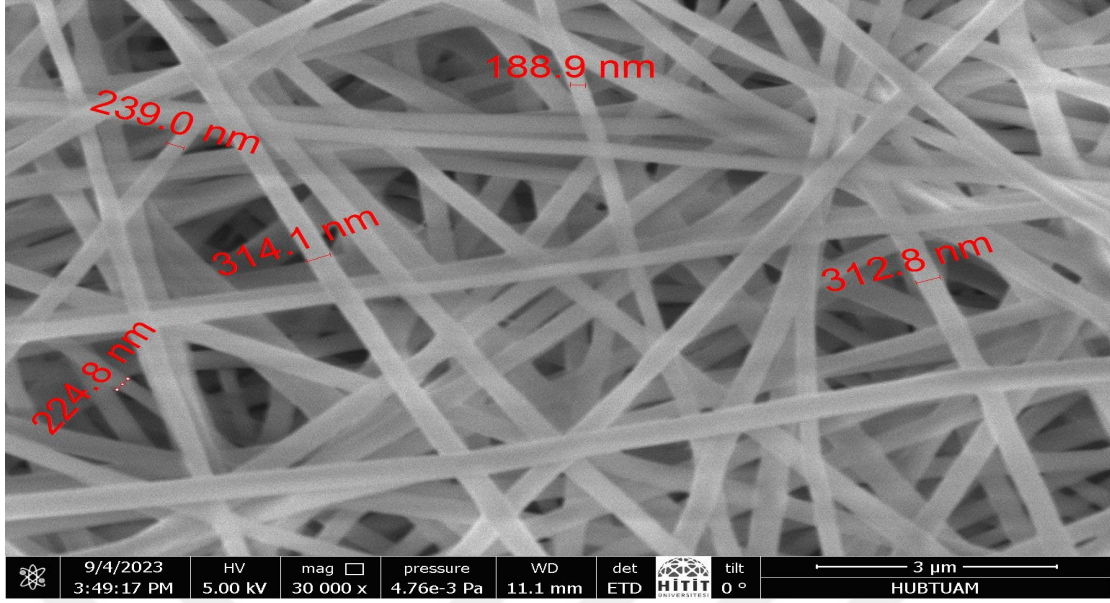
32,27	C17:0 (Heptadekanoik Asit Metil Esteri)	0,109
33,70	C17:1 (cis-10-Heptadekanoik Asit Metil Esteri)	0,136
35,89	C18:0 (Stearik Asit Metil Esteri)	3,457
37,38	C18:1n9c (Oleik Asit Metil Esteri)	63,581
39,36	C18:2n6c (Linoleik Asit Metil Esteri)	12,692
41,72	C20:0 (Arakidik Asit Metil Esteri)	0,501
41,94	C18:3n3 (α -Linolenik Asit Metil Esteri)	0,681
42,09	C20:1n9 (cis-11-Eikosenoik Asit Metil Esteri)	0,001
47,91	C20:3n6 (cis-8,11,14-Eikosatrienoik Asit Metil Esteri)	0,121
51,57	C20:5n3 (cis-5,8,11,14,17-Eikosapentaenoik Asit Metil Esteri)	0,825
53,21	C24:0 (Lignoserik Asit Metil Esteri)	0,069

Zeytinyağının yapısında bulunan yağ asitlerinin doymuş yağ asidi ve doymamış yağ asidi oranlarına bakıldığında ise %79,4 oranında doymamış yağ asitlerinin olduğu tespit edilmiştir. Doymuş yağ asidi oranı ise %20,6 oranındadır. Zeytinyağının GC-FID analizindeki yağ asitlerinin doymuşluk/doymamışlık oranı Tablo 3.3'de mevcuttur.

Tablo 3.3. Zeytinyağındaki yağ asitlerinin doymuşluk oranları

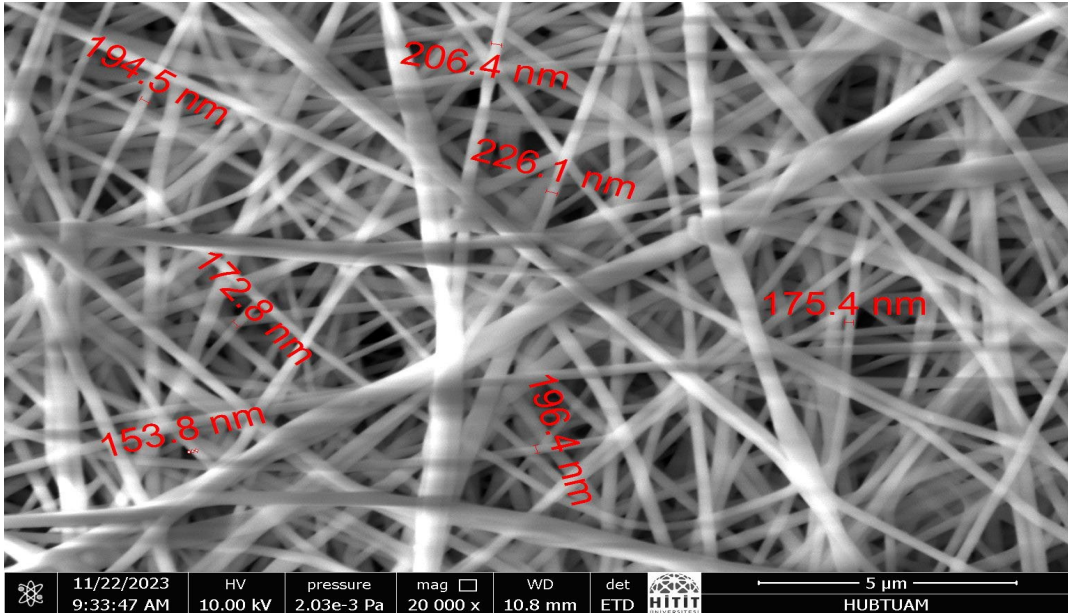
Doymuş Yağ Asitleri (SFA) %	20,60
Doymamış Yağ Asitleri (UFA) %	79,40
Doymuş/Doymamış Yağ Asidi Oranı (SFA/UFA)%	0,26
Mono Unsaturated Fatty Acid (MUFA) %	65,08
Poli Unsaturated Fatty Acid (PUFA) %	14,32

Zeytinyağının yapısında bulunan yağ asitlerinin analizinin yapılması sırasında kullanılan Gaz Kromatografisi (GC-FID)-Alev İyonlaştırma Dedektörü sistemine ait kromatogramlar Şekil 3.1'de verilmiştir. GC-FID analizi ile zeytinyağının bileşenlerinin analizi yapılmıştır. GC-FID analizi ile kullandığımız zeytinyağının bileşimi, oranları ve saflık durumu incelenmeye çalışılmıştır.



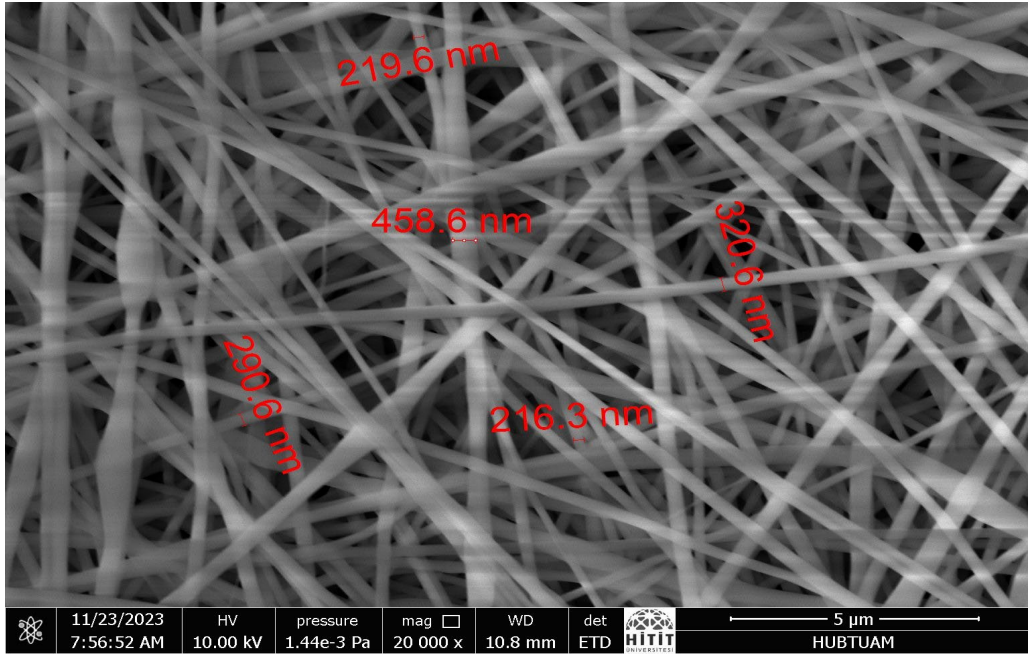
Resim 3.1. PVA/CS (70:30) nanoliflerinin SEM analiz görüntüsü

PVA/CS/zeytinyağı (70:30:%1'lik) polimer çözeltisinden elektrospınleme yöntemi ile elde edilen nanolifin SEM analiz görüntüsü Resim 3.2'de mevcuttur. SEM analizine göre nanoliflerin biraz daha bozunmalar görünmesine rağmen nanolif yapısı mevcuttur ve naoliflerin yapısı korunmuştur. Nanoliflerin yerleşimi rastgele olmuş ve az da olsa boğumlanma görülmektedir. Zeytinyağının eklenmesi nanolif yapısının ve boyutunun değişmesine neden olmaktadır. Nanoliflerin çap boyutları 153,8 nm ile 226,1 nm aralığında değişmektedir. Nanoliflerin ortalama çap boyutu ise 189,9 nm olmaktadır.



Resim 3.2. PVA/CS/ zeytinyağı (%1'lik) nanoliflerinin SEM analiz görüntüsü

PVA/CS/zeytinyağı (70:30:%2'lik) polimer çözeltisinden elektrospınleme yöntemi ile elde edilen nanolifin SEM analiz görüntüsü Resim 3.3'de mevcuttur. SEM analizine göre nanoliflerin biraz daha bozunmalar görünmesine rağmen nanolif yapısı mevcuttur ve naoliflerin yapısı korunmuştur. Nanoliflerin yerleşimi rastgele olduğu görülmektedir. Zeytinyağının eklenmesi nanolif yapısının ve boyutunun değişmesine neden olmaktadır. Nanoliflerin çap boyutları 216,3 nm ile 458,6 nm aralığında değişmektedir. Nanoliflerin ortalama çap boyutu ise 337,4 nm olmaktadır.



Resim 3.3. PVA/CS/ zeytinyağı (%2'lik) nanoliflerinin SEM analiz görüntüsü

Elde edilen nanoliflerin SEM analiz görüntüleri incelendiğinde, zeytinyağının farklı oranlarında eklenmesi ile elde nanoliflerin biraz daha renginin koyulaşmasına ve lif yapısının değişmesine neden olmaktadır. PVA/CS nanolifleri daha düzgün ve açık renkte görünür iken zeytinyağı ilave edilmiş nanoliflerin koyu renkli olarak görünmektedir. Zeytinyağının derişimine bağlı nanoliflerin boyutu değişmektedir. Derişim arttıkça nanoliflerin ortalama boyut ölçüsü de artmaktadır.

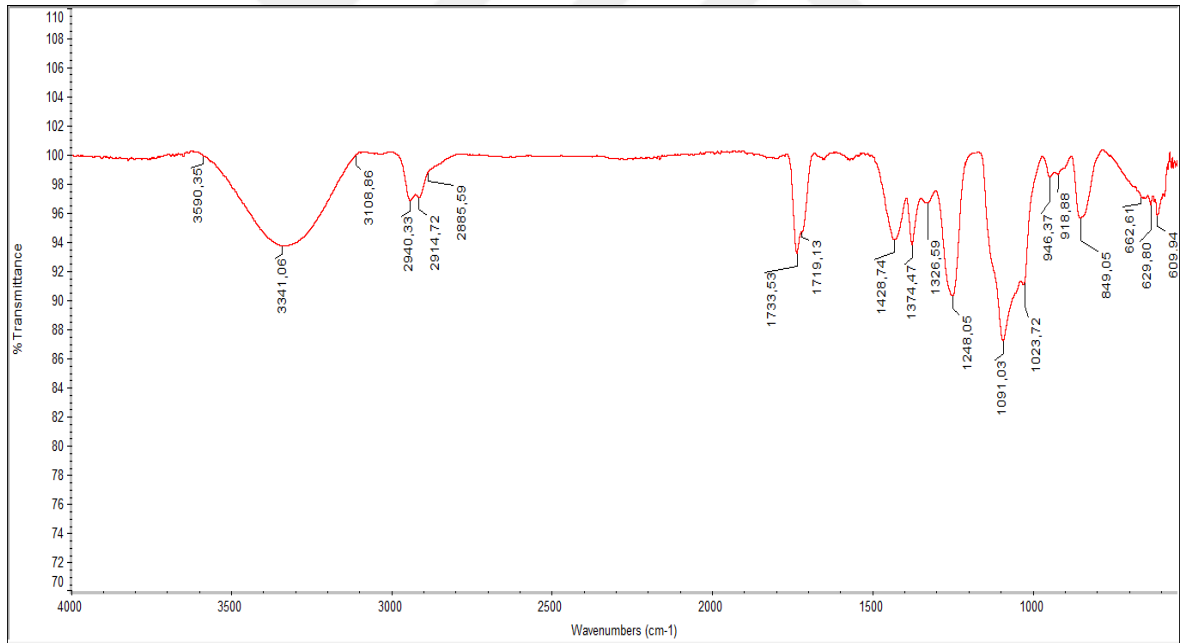
3.3. Nanoliflerin FTIR Analizi Sonuçları

Infrared (Kırmızı Ötesi) Spektroskopisi, karbon, hidrojen, oksijen gibi atomlardan oluşan organik yapıdaki fonksiyonel grupların türü, kütleleri ve aralarındaki bağların karakterizasyonu yaparken infrared spektrumlarından yararlanır. Infrared spektrumu ile iki organik bileşiğin aynı olup olmadığını anlayabilir ve bilinen grup ile bilinmeyen grubun yapısı tahmin edilebilir. Moleküldeki C=O, C-O, N-H, C-H gibi atomların türü ve aralarındaki bağa göre gerilme ve eğilme

titreşim frekanları farklı bölgelerde olmasından yararlanılarak organik yapıdaki bileşikler aydınlatılmaktadır.

Elektrospınleme yöntemiyle elde edilen nanoliflerin yapısal karakterizasyonu İnfrared spektropsisi ile alınan spektrumların değerlendirilmesiyle aydınlatılmıştır. Nanolifde bulunan sübstitüe grupların bağı olduğu atomlar, bağı çeşidi ve bağı konumları infrared spektrumu ile açıklanmıştır. İnfrared spektroskopisi ile nanolifdeki kimyasal bağların titreşim frekansları ölçülüp literatürdeki çalışmalar ile kıyaslanarak yapı analizi yapılmıştır.

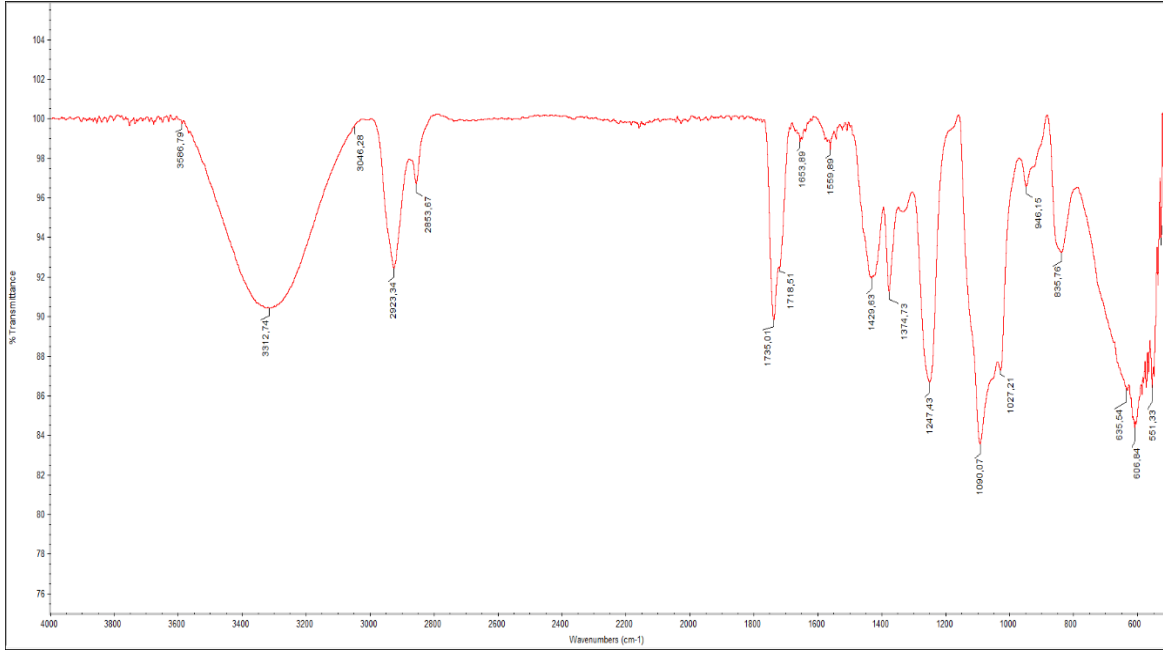
PVA/CS (70:30) nanolifine ait İnfrared spektrumu incelendiğinde yapıda yer alan -OH gruplarına ait O-H gerilme piki 3341 cm^{-1} tepe noktası olmak üzere 3590 – 3108 cm^{-1} bölgesinde kuvvetli bir pik şeklinde olduğu tespit edilmiştir. C-H simetrik ve asimetric gerilme pikleri 2940 ve 2914 cm^{-1} bölgesinde, PVA'dan kaynaklanan karbonil gurubuna ait C=O gerilme piki 1733, 1719 cm^{-1} 'de, kitosandan kaynaklanan N-H eğilme pikleri 1567 cm^{-1} bölgesinde zayıf pik şeklinde görülmektedir. PVA'dan farklı olarak 1567 cm^{-1} 'de görülen N-H eğilme pikleri yapıya kitosanın eklendiğini göstermektedir. 1428 ve 1374 cm^{-1} 'de C-H eğilme pikleri, 1248, 1091, 1023 cm^{-1} bölgesinde C-O gerilme pikleri ve CH_2 sallanma bandı PVA/CS nanolifi için 849 cm^{-1} 'de literatüre uygun olarak tespit edilmiştir (Şekil 3.2).



Şekil 3.2. PVA/CS (70:30) nanolifinin FTIR analiz spektrumu

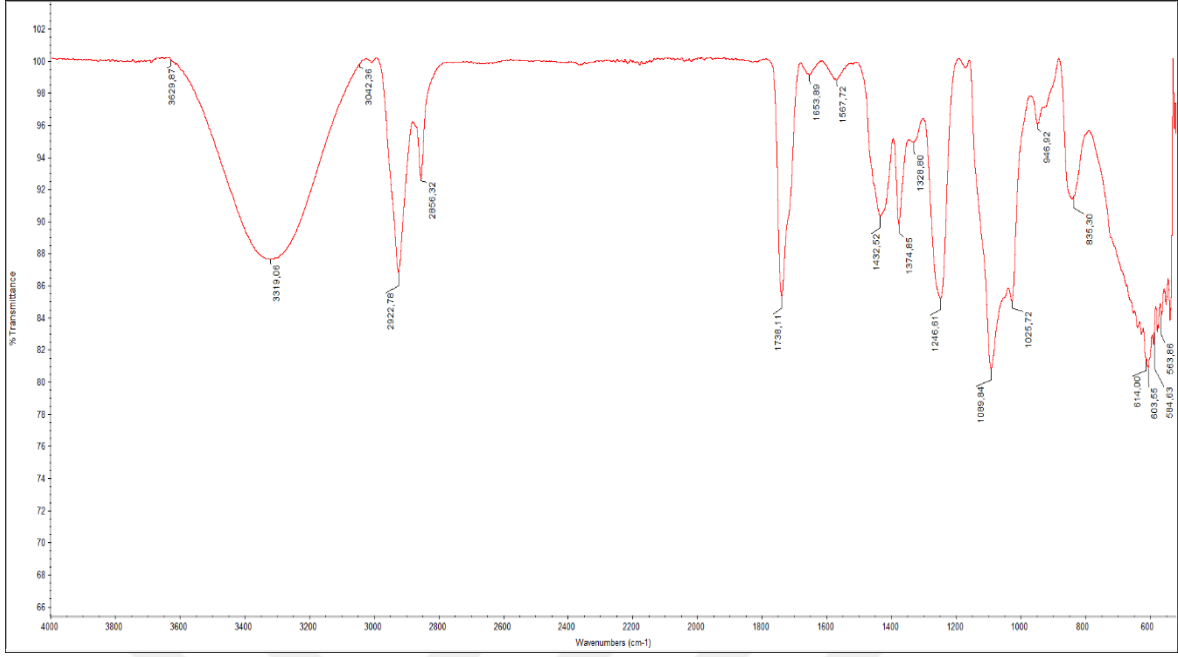
PVA/CS/Zeytinyağı (%1'lik) nanolifine ait infrared spektrumu incelendiğinde, zeytinyağının eklenmesi ile PVA/CS nanolifindeki piklere göre daha şiddetli pik verdiği tespit edilmiştir. Nanolifin yapısındaki hirdoksil gruplarına ait gerilme bandı 3312 cm^{-1} 'de, C-H alifatik gruplara ait simetrik ve asimetric gerilme bandı 2923, 2853 cm^{-1} 'de daha keskin pik olarak tespit edilmiştir. Karbonil gruplarına ait (C=O) gerilme titreşim bandları 1735, 1717 cm^{-1} 'de ve C=C gruplarına ait titreşim bandları 1653, 1559 cm^{-1} 'de daha şiddetli pik vermiştir. C-H bağlarına

ait eğilme titreşimleri orta şiddette olarak 1429, 1374 cm^{-1} 'de, 1429 ve 1374 cm^{-1} 'de C-H eğilme pikleri, 1247, 1090, 1027 cm^{-1} bölgesinde C-O gerilme pikleri ve CH_2 sallanma bandı PVA/CS/zeytinyağı nanolifi için 835 cm^{-1} 'de literatüre uygun olarak tespit edilmiştir. Zeytinyağı, fenolik yapıda organik bileşiklerden meydana gelmesi ve yapısında hidroksi gruplarının (O-H) varlığı ile Infrared spektrumunda piklerin şiddetinin artmasını sağlarken, aynı zamanda O-H grubunun daha geniş bir aralıkta ve yayvan bir pik vermesini sağlamıştır. O-H grubuna ait pikin tepe noktasının 3312 cm^{-1} 'ye kayması yapıdaki O-H grupların sayısının arttığını ifade etmektedir (Şekil 3.3).



Şekil 3.3. PVA/CS/ zeytinyağı (%1'lik) nanolifinin FTIR analiz spektrumu

PVA/CS/Zeytinyağı (%2'lik) nanolifine ait Infrared spektrumu incelendiğinde, %2'lik zeytinyağının eklenmesi ile PVA/CS ve PVA/CS/zeytinyağı %1'lik nanoliflerindeki piklere göre daha şiddetli pik verdiği tespit edilmiştir. Nanolifin yapısındaki hidroksil gruplarına ait gerilme bandı 3319 cm^{-1} 'de, C-H alifatik gruplara ait simetrik ve asimetric gerilme bandı 2922, 2856 cm^{-1} 'de daha keskin pik olarak tespit edilmiştir. Karbonil gruplarına ait ($\text{C}=\text{O}$) gerilme titreşim bandları 1738 cm^{-1} 'de ve $\text{C}=\text{C}$ gruplarına ait titreşim bandları 1653, 1567 cm^{-1} 'de daha şiddetli pik vermiştir. C-H bağlarına ait eğilme titreşimleri orta şiddette olarak 1432, 1374 cm^{-1} 'de, 1246, 1089, 1025 cm^{-1} bölgesinde C-O gerilme pikleri ve CH_2 sallanma bandı PVA/CS/zeytinyağı (%2'lik) nanolifi için 835 cm^{-1} 'de literatüre uygun olarak tespit edilmiştir. Zeytinyağının derişiminin artması ile fenolik yapılu organik bileşiklerin miktarının artışının meydana gelmesi ve yapısında hidroksi gruplarının (O-H) varlığı ile Infrared spektrumunda piklerin şiddetinin artmasını sağlarken aynı zamanda O-H grubunun daha geniş bir aralıkta ve yayvan bir pik vermesini sağlamıştır. %1'lik zeytinyağı nanolifindeki O-H grubuna ait pikin tepe noktasının 3312 cm^{-1} iken %2'lik zeytinyağı nanolifindeki O-H grubunun pikin 3319 cm^{-1} 'ye kayması yapıdaki O-H grupların sayısının arttığını ifade etmektedir (Şekil 3.4).



Şekil 3.4. PVA/CS/ zeytinyağı (%2'lik) nanolifinin FTIR analiz spektrumu

3.4. Nanoliflerin Antibakteriyel ve Antifungal Aktivite Analiz Sonuçları

Nanoliflerin antibakteriyel ve antifungal aktivite sonuçları Minimum İnhibitör Konsantrasyonu (MIC), Ulusal Klinik Laboratuvar Standartları Komitesi'nde (Wayne, 2007) açıklandığı üzere 96 oyuklu mikro plakalarda broth mikrodilüsyon metodu kullanılarak tespit edilmiştir.

Test edilen nanoliflerin üç Gram-pozitif, üç Gram-negatif ve iki fungus tip türüne karşı minimum inhibitör konsantrasyon (MIC) değerleri belirlenmiş ve sonuçlar Tablo 3.4'de verilmiştir. Yapılan testlere göre PVA/CS/zeytinyağı %2'lik nanolifi, Gram-pozitif, Gram-negatif ve fungus tip türlerinin tümüne karşı PVA/CS/zeytinyağı %1 'lik nanolifine göre daha yüksek antimikrobiyal aktiviteye sahip olduğu belirlenmiştir. PVA/CS/zeytinyağı %2'lik ve PVA/CS/zeytinyağı %1'lik nanolifleri, Gram-pozitif olan *Bacillus subtilis*'e karşı Amoksisilin antibiyotiğinden daha az aktivite gösterirken her iki nanolifinde (%1'lik zeytinyağı ve %2'lik zeytinyağı nanolifleri) Gram-negatif olan *Pseudomonas aeruginosa*'ya karşı Amoksisilin antibiyotiğinden daha fazla aktiviteye sahip olduğu tespit edilmiştir. %1'lik zeytinyağı ve %2'lik zeytinyağı nanolifleri, Gram-pozitif olan *B. subtilis*, *S. aureus*, *E. faecalis*, ve Gram-negatif olan *E. coli*, *K. pneumoniae*' ya karşı tetrasiklin antibiyotiğinden daha az aktivite sergilemiştir. %2'lik zeytinyağı nanolifi, *P. aeruginosa*' ya karşı tetrasiklin antibiyotiğinden daha yüksek aktiviteye sahip olduğu gözlenmiştir. Ayrıca %2'lik zeytinyağı nanolifinin bir fungus olan *Aspergillus niger*'a karşı ketokonazol antibiyotiğinden daha az aktivite içerdiği belirlenmiştir.

Table 3.4. Test edilen nanoliflerin MIC deęerleri ($\mu\text{g}/\text{mL}$)

Nanolifler ve standartlar	A	B	C	D	E	F	G	H
Nanolif 1	2048	2048	2048	2048	2048	128	-	-
Nanolif 2	1024	1024	1024	1024	1024	32	-	1024
Amoksisilin	<2	>1024	>1024	>1024	>1024	>1024	-	-
Tetrasiklin	<2	64	64	<2	64	64	-	-
Ketokonazol	-	-	-	-	-	-	1	2

A: *Bacillus subtilis* ATCC 6623; **B:** *Staphylococcus aureus* ATCC 25923; **C:** *Enterococcus faecalis* ATCC 29212; **D:** *Escherichia coli* ATCC 25922; **E:** *Klebsiella pneumoniae* ATCC 70060; **F:** *Pseudomonas aeruginosa* ATCC 27853; **G:** *Candida albicans* ATCC 10231; **H:** *Aspergillus niger* ATCC 16404.

3.5. Nanoliflerin Tekstür Analiz Sonuçları

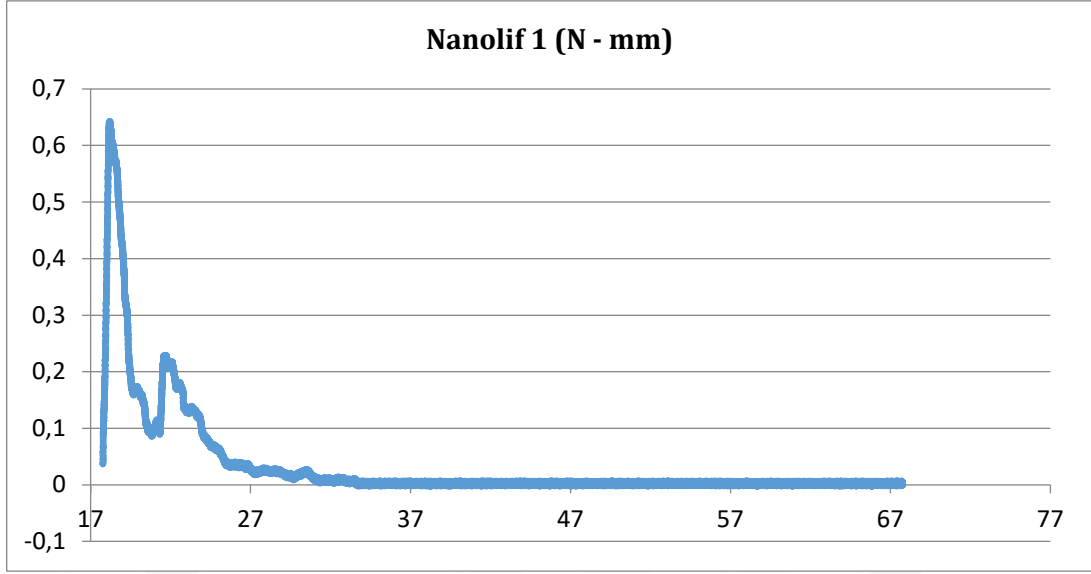
Elde edilen nanoliflerin tekstür analizi ile mekanik özellikleri incelenmiştir. Gıda malzemelerinin sertlik, yapışkanlık, viskozite, elastiki gibi özellikler gıdanın raf ömrü bakımından üreticiler için önemlidir. PVA/CS/zeytinyağı polimer çözeltilerinden elde edilen nanolifler de bir gıda maddesidir ve gıdaların ambalajında kullanılıp gıda ile beraber yenilebilir olmasından dolayı elastiki yapısı önemlidir (Altan & Kasım, 2023; Demir & Şahin, 2021).

Tekstür analiz sonuçları Tablo 3.5'de belirtilmiştir. Teksür analizinde nanoliflerin yüzde uzama deęerine bakıldığında, Nanolif 2, Nanolif 1'ye göre 17,8 kat daha elastik olduęu belirlenmiştir. Ayrıca çekme gerilimi deęeri de yaklaşık 10 kat daha yüksektir. Bu veriler Nanolif 2'nin Nanolif 1'e göre çok daha elastik ve sağlam bir yapısının olduğunu göstermektedir. Bunun sebebi, nanolif 2'de zeytinyağı oranının daha yüksek olmasından kaynaklanmaktadır. Ayrıca, Nanolif 2'de zeytinyağı oranı %2 olması, nanolifin daha yumuşak ve daha az sağlam olmasını sağlamaktadır. Zeytinyağı viskozitesi yüksek ve doymamış yağ asitlerinden oluşan bir yağ olması nedeniyle çekme geriliminin azalmasını sağlamaktadır.

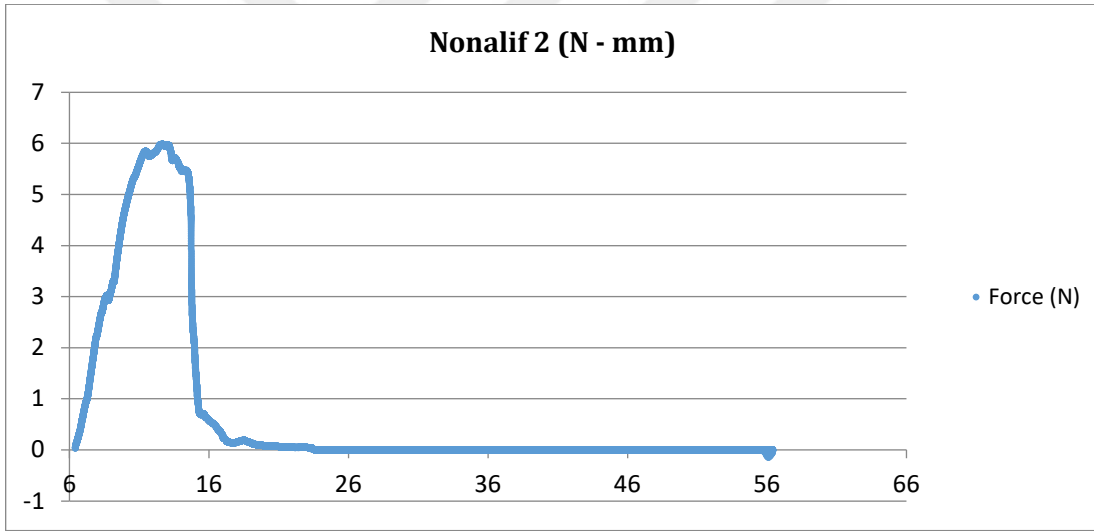
Table 3.5. Nanoliflerin tekstür analiz sonuçları

Nanolif	Max Force (g)	Mesafe (mm)	Max Force (N)	Alan (m ²)	Çekme Gerilimi ($\sigma = F_n/A$) (N/m ²)	% Uzama
Nanolif 1	62,8	0,376	0,6158	0,0270	22,8074	%0,06
Nanolif 2	609,4	6,134	5,9760	0,0270	221,3333	%1,02

Tekstür analizi sırasında nanolif 1 ve nanoli 2'ye uygulan birim alandaki kuvvet miktarı Şekil 3.5 ve Şekil 3.6'de verilmiştir.



Şekil 3.5. Nanolif 1'e uygulanan kuvvet eğrisi



Şekil 3.6. Nanolif 2'ye uygulanan kuvvet eğrisi

3.6. Nanoliflerin Nem Analiz Sonuçları

Yenilebilir nanoliflerin yapısındaki nem oranı gıdaların ambalajlanmalarında kullanılan ambalajın uzun ömürlü olması, dış etkenlerden korunması gıdanın bileşimindeki nemin dış etkenlerden korunması ve ürünün kalitesinin sağlanması bakımından önemlidir (Masamba vd, 2016). Yenilebilir nanoliflerin nem düzeyini ve nem kaybını engelleyen su aktivitesinin kontrol edilmesi zorunludur (Dursun ve Erkan, 2009).

PVA/CS/zeytinyağı nanoliflerinin yapısında bulunan nem miktarının tayini rutubet analizi yapılarak nanolifde meydana gelen kütle kaybı ile hesaplanmıştır. Beş ölçüm sonucunda kütle kaybı sabitlenmiştir. Nanolifdeki kütle kaybı yapıdaki nem miktarı hakkında bilgi vermektedir. Tablo 3.6'da nanoliflerin yapısında bulunan nem oranları hakkında veriler mevcuttur.

Tablo 3.6. Nanoliflerin nem analiz sonuçları

Numune	Numune miktarı (g)	Ölçüm No	Nem kaybı
PVA/CS/zy (%1)	0,0773	Ölçüm 1	0,0019
		Ölçüm 2	0,0004
		Ölçüm 3	0,0002
		Ölçüm 4	0,0001
		Ölçüm 5	0,0001
PVA/CS/zy (%2)	0,0938	Ölçüm 1	0,0030
		Ölçüm 2	0,0009
		Ölçüm 3	0,0004
		Ölçüm 4	0,0002
		Ölçüm 5	0,0001

PVA/CS/zy %1'lik nanolifinin yapısında 0.0027 gram nem ve PVA/CS/zy %2' lik nanolifinin yapısında 0.0046 gram nem bulunmaktadır. Nanoliflerdeki yüzde nem miktarı ise;

$$\text{PVA/CS/zy \%1 nanolifinin \% nem} = \frac{\text{Nem miktarı}}{\text{Toplam kütle}} = \frac{0.0027}{0.0773} \times 100 = \%3,5$$

$$\text{PVA/CS/zy \%2 nanolifinin \% nem} = \frac{\text{Nem miktarı}}{\text{Toplam kütle}} = \frac{0.0046}{0.0938} \times 100 = \% 4,9\text{'dur.}$$

Nanolif içerisindeki zeytinyağının oranının artması yapıdaki nem oranının artmasına neden olmaktadır. Zeytinyağı içerisinde çok sayıda yağ asitleri ve fenolik bileşikler mevcuttur. Yapıda bulunan hidroksi gruplarının artışı ile hidrofilik moleküllerin su molekülleri ile etkileşimi arttığından nem miktarı yükselmiştir. Nem miktarının artışı ise mabalajlı gıdanın raf ömrünü kısaltmaktadır.

Martins ve arkadaşları tarafından (2012) nişastaya guar gam eklenmesiyle elde edilen nişasta yenilebilir filmin fiziksel, optik gibi özelliklerini incelemeye yönelik yapılan çalışmada moleküller arası etkileşim ile çapraz bağların oluşması ile hidroksil gruplarının azaldığını tespit etmiştir. Bundan dolayı hidrofilik moleküllerin su molekülleri arasındaki etkileşim oranının azaltılması ile filmlerin nem düzeyini etkilediği tespit edilmiştir (Martins vd., 2012). Ayrıca, su aktivite düzeyi düşük olan gıdaların raf ömrünün tespit edilmesi için gıdanın içindeki bağıl nem (RH) önemlidir (Singh vd., 2015).

Sun ve arkadaşları (2017) tarafından yapılan elma polifenollerini bazlı kitosan içeren nanolif çalışmasında kitosan içeren kontrol grubunun yapısında %29,58 tespit edilmiştir (Sun vd., 2017). Bizim yaptığımız zeytinyağı çalışmalarındaki nem oranının düşük bir değerde olması ürettiğimiz nanoliflerin gıdaların ambalajında uygunabilirliği hakkında bilgi vermektedir.

3.7. Nanoliflerin Peroksit Analiz Sonuçları

Yağların yapısında bulunan peroksit miktarının hesaplanması ile yağların bozunmuşluk düzeyi değerlendirilmektedir. Yağların içeriğinde bulunan aktif oksijen miktarı sayesinde peroksit miktarı hesaplanmaktadır. Peroksit miktarı, bir gram yağdaki aktif oksijenin mikrogram (μg) olarak ölçüsüdür. Yağların bozunması yani oksidasyonu sonucu peroksitler açığa çıkmaktadır. Yağların bozunmuşluğu ile yağın içerisindeki peroksit miktarı ile pozitif yönde bir ilişkisi sözkonusudur.

Tablo 3.7. PVA/CS/zeytinyağı nanoliflerinin peroksit analiz sonuçları

PVA/CS/zy (%1) Peroksit Sayısı	0,266	-	meq/kg	-	AOCS 8b-90	DY
PVA/CS/zy (%2) Peroksit Sayısı	0,191	-	meq/kg	-	AOCS 8b-90	DY

%1 'lik zeytinyağına ait peroksit miktarı %2'lik zeytinyağına göre daha yüksek olması yağdaki aktif oksijenin yüksek olmasındandır. Aktif oksijenden dolayı peroksit miktarının fazla olması %1'lik zeytinyağına ait nanolifinin bozunma düzeyi %2'lik zeytinyağı nanolifine göre daha fazla olduğu görülmektedir. Gıdaların ambalajlanmasında peroksit seviyesine bakılarak % 2'lik zeytinyağı nanolifinin daha uygun olduğu sonucunu çıkarabiliriz.

Türk Gıda Kodeksi tarafından belirtilen "*Bitki Adı ile Anılan Yağlar Tebliği*"ne göre rafine edilmiş yağlarda en fazla 10 meq/kg ve soğuk sıkma yağlarda ise en fazla 15 miliekivolan aktif oksijen/kg yağ olabileceğini belirtmiştir (Türk Gıda Kodeksi, 2004).

Kaya ve arkadaşları (2017) tarafından fındık, zeytin ve pamuk yağlarının yağ asitlerine yönelik yapılan çalışmada kullanılan yağların peroksit analizi yapılmıştır. Yapılan analize göre zeytin ve pamuk yağlarında maksimum peroksit değerleri yaklaşık 35 meq O_2 /kg yağ düzeyine ulaşırken fındık yağında peroksit miktarı 18,67 meq O_2 /kg seviyesine ulaşmıştır (Kaya vd., 2017).

Ranalli ve arkadaşları (2001) tarafından farklı yöntemlerle elde edilen natürel zeytinyağlarının α - ve γ - tokoferol içeriklerini sırasıyla, 74,5-125,2 mg/kg yağ ve 0,1-0,3 mg/kg yağ arasında değiştiğini bulmuşlardır (Ranalli vd., 2001).

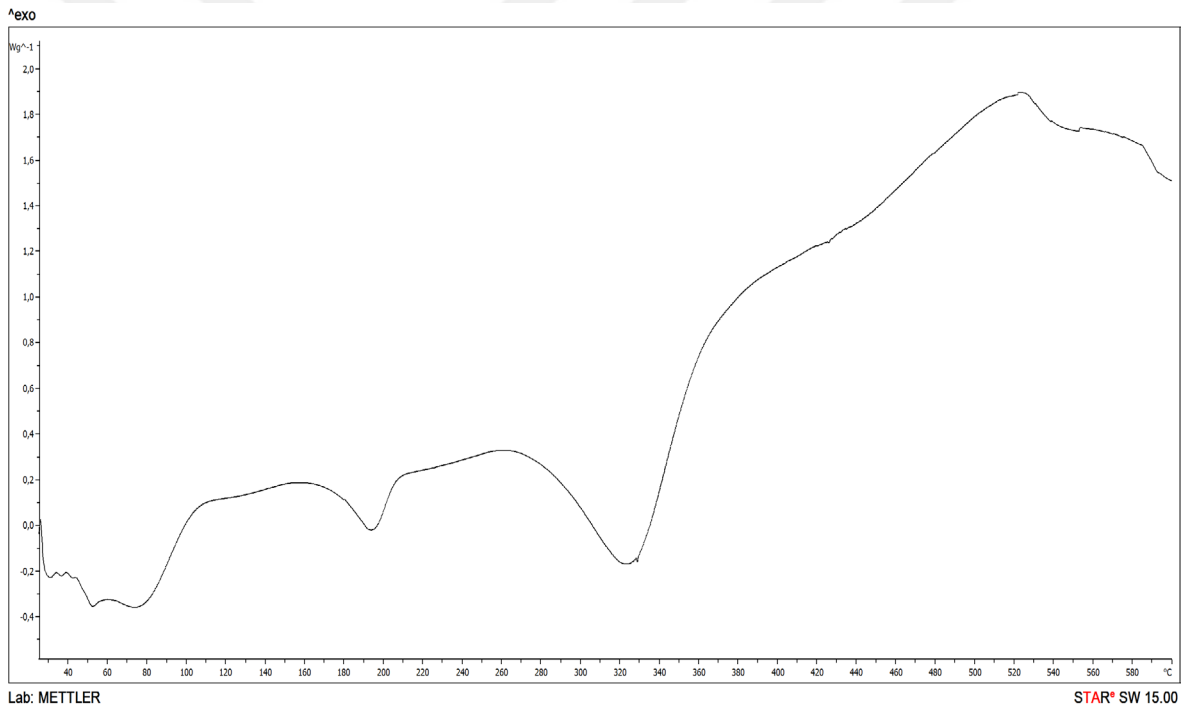
Çeşitli çalışmalar, nanoliflerle kapsüllenmiş yağların peroksit değerlerinin oldukça düşük olduğunu göstermektedir. Örneğin, bazı araştırmalarda, nanoliflerle kaplanmış yağların peroksit değerleri 0,1 mEq/kg gibi düşük seviyelerde bulunmuştur

3.8. Nanoliflerin DSC Analiz Sonuçları

Örnek ve referans maddeye kontrollü biçimde aynı sıcaklık programı uygulanırken örnek ile referans madde arasında birim zamandaki enerji girdisi (mJ/s) farkının (mW olarak güç farkı, P), sıcaklığın fonksiyonu olarak ölçüldüğü bir teknik olan Diferansiyel Taramalı Kalorimetre

(Differential Scanning Calorimeter, DSC) analizi için kaydedilmiş olan DSC eğrileri Şekil 3.7 ve Şekil 3.8' de verilmiştir.

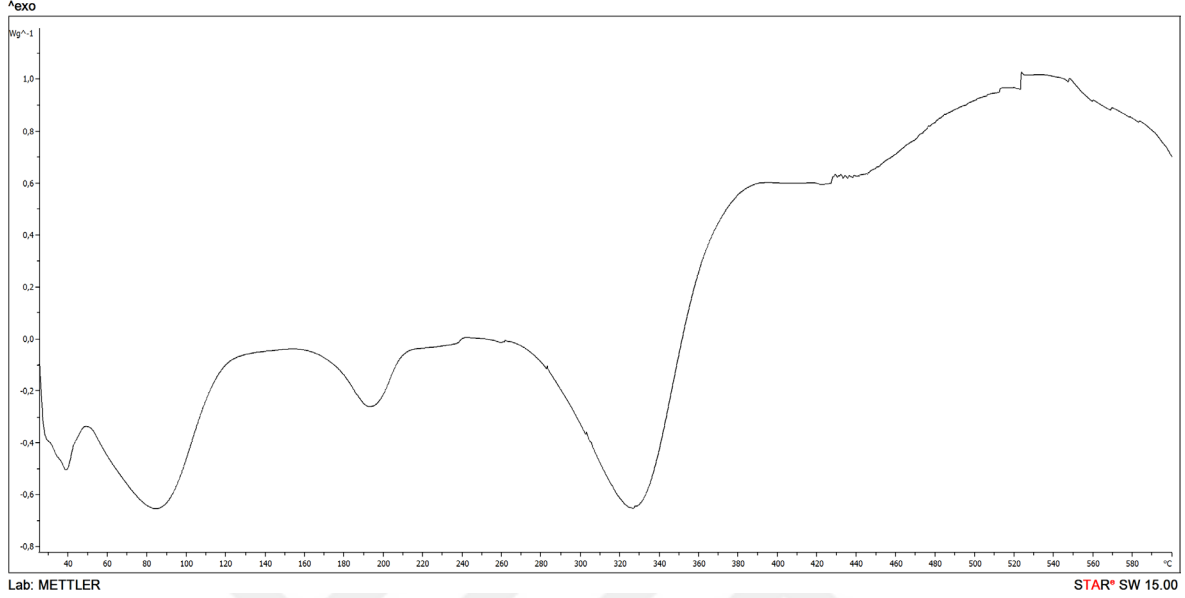
PVA/CS/zeytinyağı % 2'lik nanolifinin DSC eğrisi incelendiğinde 55 °C, 75 °C, 200 °C ve 325 °C sıcaklık bölgelerine denk gelen dört farklı keskin denilebilecek endotermik bozunma basamağı ve tepe noktası yaklaşık olarak 530°C sıcaklık bölgesine denk gelen yayvan bir ekzotermik pik saptanmıştır. Özellikle 55°C ve 75°C'deki endotermik sıcaklık tepelerine denk gelen pikler malzemenin katı-katı faz değişimine yorumlanabilir. 110°C sıcaklık bölgesinde başlayan sıcaklık platosu ise camsı geçiş bölgesi olarak düşünülebilir. 200°C ve 325°C'de saptanmış olan iki adet keskin endotermik pik ise dışarıdan ısı alarak malzemenin sırasıyla erime ve buharlaşma sıcaklıklarının tepe noktası olarak düşünülebilir ki bu pikler PVA yapısının literatür verisi ile uyum göstermektedir. Son sıcaklık tepe noktası olan ekzotermik özellikteki 530°C sıcaklık bölgesi malzemenin tekrar kristalizasyona uğraması olarak yorumlanabilir.



Şekil 3.7 PVA/CS/zeytinyağı %2'lik nanolifin DSC analiz eğrisi

PVA/CS/zeytinyağı %1'lik nanolifi için yapılan termal analiz DSC eğrisi %2'lik zeytinyağı içeren örnek ile çok fazla benzerlik göstermektedir. %1'lik nanolifinin DSC eğrisinde gözlemlenen 40°C ve 85°C'lerdeki endotermik sıcaklık bölgeleri malzemenin katı-katı faz değişimlerine atfedilebilirken %2'lik zeytinyağı içeren yapıya göre çok az da olsa sıcaklık bölgelerinin tepe noktalarındaki kaymalar zeytinyağı katkısının oransal değişimi ile yorumlanabilir. 110°C'de %2'lik zeytinyağı için kaydedilen camsı geçiş sıcaklığının yine zeytinyağı katkı oranının artırılması ile malzemenin yoğunluğunun ve katı fazının artmasına bağlı 128°C sıcaklık bölgesine yükseldiği görülmüştür. Bu camsı geçiş bölgesinin bariz farklılaşması malzemenin zeytinyağı katkısının oransal artışının net sonucu olarak

yorumlanabilir. PVA yapısının karakteristik iki adet keskin endotermik DSC pikleri de %1'lik nanolifi için 195°C ve 327°C sıcaklık bölgelerinde tespit edilmiştir. 527°C'de tespit edilen sıcaklık bölgesi malzemenin tekrar kristalizasyona uğraması olarak yorumlanabilir.



Şekil 3.8 PVA/CS/zeaytinyağı %1'lik nanolifi DSC analiz eğrisi

Dragan ve arkadaşları (2012) tarafından CS'ın Tg değerini DSC yöntemi ile 207°C, Bhat ve arkadaşları (2011) tarafından saf CS'ın Tg'sini 149.1°C, Sakurai ve arkadaşları (2000) tarafından ise 203°C olarak tespit etmişlerdir. 250°C'in üzerindeki sıcaklıklara çıktıkça kitosan bozunmaya başlamaktadır. Kitosanın DSC termal eğrisi ortalama 150°C civarında olduğu tespit edilmiştir (Dragan vd., 2012; Bhat vd., 2011; Sakurai vd., 2000).

Cam geçişi ve erime, malzemelerdeki işleme şartlarına ve ilave maddelerinden etkilenen polimerlerde iki önemli etkidir. Daha yüksek moleküler ağırlık (M_A) ve etkili kristal yapı PVA'nın erime sıcaklığının daha yüksek sıcaklıklara çıkmasına sebep olur (Lewandowska, 2009). 260°C değerindeki endotermik tepe, kullanılan %99,9 hidroliz derecesine sahip olan PVA fazının erimesine yorumlanır. Literatürdeki çalışmalara göre elektrospinnemeden sonra, erime sıcaklığı artar çünkü fiber agregasındaki moleküler yönelim PVA tozuna göre daha yüksektir (Ding vd., 2002). PVA/CS/zeaytinyağı nanolifinde yağ oranı arttıkça camsı geçiş sıcaklığı düşmektedir. PVA/CS içerisine eklenen zeaytinyağının derişimine bağlı olarak erime sıcaklıkları değişmektedir. %1'lik zeaytinyağında 88°C'de iken %2'likte ise 80°C civarında yağın erimesi değişmektedir.

SONUÇ/SONUÇ VE ÖNERİLER

Yenilebilir filmlerin gıdaların ambalajında, raf ömrünün uzaması ve tüketici tarafından tüketiminden sonra atıkların doğada geri dönüşümü bakımından önemlidir. Vücutta sindirildikten sonra zarar vermeden atılması gerekmektedir. Bu yüzden gıda ambalajında kullanılan malzemelerin çok iyi biyoyumlu ve biyoçözünür polimer malzemeleri tercih edilmektedir.

Elektrospindleme sistemi kullanılarak yenilebilir film eldesi için yapılan çalışmalarda genel olarak üç bileşen seçilmeye çalışılmıştır. Bu üç bileşenden en az ikisi polimerik yapıda bir malzeme seçilmiştir. Üç bileşenin ikisi genel olarak gıda maddesidir. Sağlığa zarar vermeyen, gıda ile uyum sağlayan biyoyumlu malzemeler tercih edilmiştir. Üç bileşenden bir tanesi ise lif oluşumunu ve lifleri bir arada tutan polivinil alkol seçilmiştir. Polivinil alkolün yapısında çok sayıda hidroksi gruplarının bulunması, toksik özelliğe sahip olmaması ve diğer bileşenler ile molekül içi ve moleküller arası etkileşimi sağladığından tercih edilmiştir. Elektrospindleme düzeneği kullanılmadan polimer çözeltisini cam beherlere dökme yöntemiyle de nanolif üretimi mevcuttur ancak düzgün ve homojen lif yapısı elektrospindleme ile daha iyi olmaktadır.

PVA/CS oranı üzerinde çalışmalar yapılarak SEM analiz ve Infrared analizi sonucunda liflerin boyutu ve görünümün optimum olduğu 70:30 oranı seçildi ve bu oran sabit tutularak zeytinyağı ekleme çalışmaları yapıldı. PVA/CS polimer çözeltisi 70:30 oranında sabit tutulup içerisine %1 ve %2 oranlarında Mersin bölgesinden elde edilen sızma zeytinyağı ilavesi yapılarak çalışma yapılmıştır. %1 ve %2'nin dışında oranlar denenmiştir ancak zeytinyağı oranı arttıkça polimer çözeltisinin donmaya başlamasından dolayı oran arttırılmamıştır. Zeytinyağı içerisinde çok sayıda fenolik bileşiklerin ve yağ asitlerinin olması polimer çözeltisinin donmasına neden olmaktadır.

PVA/CS polimer çözeltisine eklenen zeytinyağının içerisindeki yağ asitlerinin oranı ve türünü Gaz Kromatografisi (GC-FID) ile tespit edilmiştir. GC-FID kromatografisi verilerine kullandığımız zeytinyağında Oleik Asit Metil Esteri (%63,581), Palmitik asit metil esterleri (%16,433) ve Linoleik Asit Metil Esteri (%12,692) bulunmaktadır. Ayrıca zeytinyağının %79,4 oranında doymamış yağ asitlerinden ve %20,6 oranında doymuş yağ asitlerinden oluştuğu tespit edilmiştir.

Infrared spektrumlarındaki fonksiyonel gruplar incelendiğinde PVA'dan farklı olarak 1567 cm^{-1} 'de görülen N-H eğilme pikleri yapıya kitosanın eklendiğini göstermektedir. Zeytinyağı, fenolik yapıda organik bileşiklerden meydana gelmesi ve yapısında hidroksi gruplarının (O-H) varlığı ile Infrared spektrumunda piklerin şiddetinin artmasını sağlarken aynı zamanda O-H grubunun daha geniş bir aralıkta ve yaygın bir pik vermesini sağlamıştır. O-H grubuna ait pikin tepe noktasının 3312 cm^{-1} 'ye kayması yapıdaki O-H gruplarının sayısının arttığını ifade etmektedir. %1'lik zeytinyağı nanolifindeki O-H grubuna ait pikin tepe noktasının 3312 cm^{-1}

iken %2'lik zeytinyağı nanolifindeki O-H grubunun pikin 3319 cm⁻¹'ye kayması yapıdaki O-H grupların sayısının arttığını ifade etmektedir.

SEM görüntüleri incelendiğinde, PVA/CS nanolifinde liflerin çap boyutları 188,9 nm ile 314,1nm aralığında değişirken ortalama çap boyutu ise 251,5 nm olduğu görülmüştür. PVA/CS polimer çözeltisine %1'lik zeytinyağı eklediğimizde oluşan nanolifin çap boyutları 153.8 nm ile 226,1 nm aralığında ve ortalama çap boyutu ise 189,9 nm'dir. %2'lik zeytinyağı eklendiğinde oluşan nanoliflerin çap boyutları 216,3 nm ile 458,6 nm aralığında ve ortalama çap boyutu ise 337,4 nm olarak tespit edilmiş ve farklı oranlardaki nanoliflerin SEM analizi ile lif boyutları incelenmiştir.

Nanoliflerin DSC analizinde termal kararlılıkları incelendiğinde, %1'lik nanolifinin DSC eğrisinde gözlemlenen 40°C ve 85°C'lerdeki endotermik sıcaklık bölgeleri malzemenin katı-katı faz değişimlerine atfedilebilirken %2'lik zeytinyağı içeren yapıya göre çok az da olsa sıcaklık bölgelerinin tepe noktalarındaki kaymalar zeytinyağı katkısının oransal değişimi ile yorumlanabilir. 110°C'de %2'lik zeytinyağı için kaydedilen camsı geçiş sıcaklığının yine zeytinyağı katkı oranının arttırılması ile malzemenin yoğunluğunun ve katı fazının artmasına bağlı 128°C sıcaklık bölgesine yükseldiği görülmüştür. Bu camsı geçiş bölgesinin bariz farklılaşması malzemenin zeytinyağı katkısının oransal artışından dolayı olduğu tespit edilmiştir. DSC analizinde sonuçlar birbirine yakın olması bileşenlerin aynı ve zeytinyağı oranının birbirine yakın olmasından kaynaklanmaktadır.

Nanoliflerin mekanik özellikleri tekstür, nem ve peroksit analizi yapılarak incelenmiştir. Tekstür analizinden %2'lik zeytinyağı içerenin %1'lik oranına göre yaklaşık on kat daha elastiki yapıda olduğu hesaplanmıştır. Nem analizinde %2'lik yağ içeren nanolifin yapısında % 4,9 oranında nem olduğu ve %1'lik içeren nanolifin yapısında %3,5 oranında nem olduğu tespit edilmiştir. Peroksit analizine göre %1'lik zeytinyağı içeren nanolifin aktif oksijen miktarı (0,266 meq/kg) daha yüksek iken %2 'lik nanolifin aktif oksijen miktarı (0,191 meq/kg) daha düşüktür. Aktif oksijen miktarı ile numunenin bozunma hızı doğru orantılıdır. Tekstür analizine göre nanolif 2, nem analizine göre nanolif 1 ve peroksit analizine göre nanolif 2 yenilebilir film olarak kullanılması daha uygun olmaktadır.

Nanoliflerin antibakteriyel ve antifungal aktivite sonuçları Minimum İnhibitör Konsantrasyonu (MIC), Ulusal Klinik Laboratuvar Standartları Komitesi'ne göre değerlendirildiğinde, PVA/CS/zeytinyağı %2'lik nanolifi, Gram-pozitif, Gram-negatif ve fungus tip türlerinin tümüne karşı PVA/CS/zeytinyağı %1'lik nanolifine göre daha yüksek antimikrobiyal aktiviteye sahip olduğu belirlenmiştir. Dolayısıyla %2'lik zeytinyağı içeren nanolif yenilebilir film için daha uygun olduğu düşünülebilir. Zeytinyağı oranının artması antimikrobiyal aktivitenin artmasını sağladığı görülmektedir.

Tez çalışması sırasında elde edilen nanoliflerin verimliliği yüksek olması, antimikrobiyal aktivite özelliği göstermesi ve mekanik özelliklerinin uygun olmasından dolayı gıda

malzemelerinin kaplanmasında kullanılabilir. PVA'nın toksik özelliği olmaması, kitosan ve zeytinyağının sağlığa yararlı malzemeler olmasından dolayı ve çevre dostu olması bakımından gıdaların kaplanmasında kullanılması gerekmesi bakımından bu çalışma literatüre katkı sağlayacaktır.

Literatürde yapılmış çalışmalar spinlemesiz (dökme yöntemi) ve antibakteriyel aktivite çalışmasında daha az bakteri kullanılırken bu tez çalışmasında spinleme yöntemi kullanılmış ve daha geniş antimikrobiyal aktivite çalışmalarının yapılması bakımından önemli bir çalışma olmuştur. Literatürdeki benzer çalışmalar Tablo 3.5'de örneklendirilmeye çalışılmıştır. PVA/CS oranlarının farklı tutularak iki bileşenli çalışmalarda yapılmıştır. Bu iki bileşenli çalışmalarda yüzey analizleri yapılırken bu çalışmada üç bileşen kullanılması, tekstür, peroksit, nem analizi, DSC ve GC-FID analizleri ile daha kapsamlı bir çalışma yapılmıştır.

Tablo 3.5. Literatürde yapılan çalışmalar

Çalışma adı	Voltaj (kv)	Mesafe (cm)	Akış hızı	İğne çapı (mm)	Antimikrobiyal Aktivite (zon çapı)	Referans
Kitosan /PEO/ aynısefa (%2)	18-20	15	0,1-0,3mL	1,2	S. Aureus, E. Coli 22.0 ± 0.4 (mm), 20.9 ± 1.1 (mm)	Kharat vd., 2021
PVA/CS/Inula viscosa özütü (0,3-0,4-0,5)	14-14,5	12,5-13	0.5 mL	-	Escherichia coli, Staphylococcus aureus, 11,88-10,1-9,22 8,71- 9,40-8,50	Ünsal BERK, 2022
Kitosan/jelatin/sarı kantoran (%1, %5)	Spinlemesiz (Dökme Yöntemi)				S.Aureus / B.Cereus / E.Coli /S.Typhi (inhibisyon çapları 21-14 arası)	Yıldırım & Küçük, 2020
PVA /CS (0,5-1; 6-7) Enzim çalışması	13-16	16-20	0,2-0,6	-		Nur KUTLU, 2017
%10 PVA/ %5 Ozon yağı	30	15	5 mL	-		Doğancı vd., 2022
Poliamid6/kitosan	34	15	0,5	-		Erdem & Sancak, 2013
PEO/CS/PLC/zeytinyağı	15-25	7,5-20	0,6-1	-	E. Coli, S. Aureus,	Zargham i vd., 2015

PVA/CS/ zy (%1,%2)	25	18	0,5	-	B. subtilis, S. aureus, E. faecalis, E. coli, K. pneumoniae, P. aeruginosa, C. albicans, A. niger,	Tez çalışması 1
--------------------	----	----	-----	---	--	--------------------

Yapılan çalışmalarda spinleme cihazına ait voltaj, mesafe ve akış hızı polimer çözeltisinin viskozitesine ve yoğunluğuna bağlı olarak değişmektedir. Spinleme sırasında enjektör ucunda koninin oluşması ve boncuklanma olmamasına bağlı olarak parametreler değişiklik gösterebilmektedir.

Bu tez çalışması, yenilebilir nanolif örneklerine yeni nanoliflerin üretilmesi ve zeytinyağının kullanılması ile ambalajlama çeşitliliğini oluşturmasından dolayı gıda sektörüne önemli katkı yapacaktır.

KAYNAKÇA

- Ali, W., Ali, H., Souissi, S., Zinck, P. (2023). Are bioplastics an ecofriendly alternative to fossil fuel plastics? *Environmental Chemistry Letters*, 21, 1991–2002.
- Altan, E., & Kasım, K. (2023). Yenilebilir Nanolif Ambalajların Gıda Güvenliği ve Elastikiyet Üzerindeki Etkileri. *Gıda Bilimi ve Teknolojisi Dergisi*, 15(4), 123-135.
- Anonim 1998. Türk Gıda Kodeksi Yemeklik Zeytinyağı ve Yemeklik Prina Yağı Hakkında Tebliğ. (Tebliğ No: 98/7). 23323 Sayılı Resmi Gazete. ([http://www.istanbul saglik.gov.tr/w/mev/mev_tibl/tebl_temel_saglik/yemeklik_zeytinyagi.pdf\(30/03/2024\)](http://www.istanbul saglik.gov.tr/w/mev/mev_tibl/tebl_temel_saglik/yemeklik_zeytinyagi.pdf(30/03/2024))).
- Aurobind, S.V., Amirthalingam, K.P., & Gomathi, H., (2006). Sol-gel based surface modification of electrodes for electro analysis. *Advances in Colloid and Interface Science*, 121, 1-7.
- Bahardwaj, N., & Kundu, S. C. (2010). Electrospinning: A Fascinating Fiber Fabrication Technique. *Biotechnology Advances*, 325-247.
- Bakshi, P.S., Selvakumar, D., Kadirvelu, K., & Kumar, N.S., (2020). Chitosan as an environment friendly biomaterial – a review on recent modifications and applications. *Int. J. Biol. Macromol.* 150, 1072–1083.
- Barbaro, B., Toietta, G., Maggio, R., Arciello, M., Tarocchi, M., Galli, A., & Balsano, C., (2014). Effects of the Olive-Derived Polyphenol Oleuropein on Human Health. *Int. J. Mol. Sci.*, 15: 18508-18524.
- Beypazar, Ö. (2013). *Nanolif Üretiminde Çap Kontrolü*. (Yüksek Lisans Tezi). Tekirdağ: Namık Kemal Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü.
- Bisignano, G., Tomaino, A., Cascio, R.L., Crisafi, G., Uccella, N., & Saija, A., (1999). On the In-vitro Antimicrobial Activity of Oleuropein and Hydroxytyrosol. *Journal of Pharmacy and Pharmacology*, 51 : 971–974.
- Bhat, A.H., Bhat, I.U.H., Abdul Khalil, H.P.S., Mishra, R.K., Datt, M., & Banthia, A.K., (2011). Development and Material Properties of Chitosan and Phosphomolybdic Acid-Based Composites, *Journal of Composite Materials*, 45, 39-49.
- Bostan, K., Aldemir, T., & Aydın, A., (2007). Kitosan ve antimikrobiyal aktivitesi. *Türk Mikrobiyol Cem. Derg.* 37(2), 118–127.
- Boztaş, M., (2017). *Çok düşük doğum ağırlıklı pretermelerde anne sütü zenginleştirici olarak kullanılan eoprotin ve zeytinyağının immünolojik ve antropometrik parametreler üzerindeki etkileri*, (Uzmanlık Tezi), Van: Yüzüncü Yıl Üniversitesi Dursun Odabaş Tıp Merkezi, Çocuk Sağlığı ve Hastalıkları Anabilim dalı.
- Can, N., & Ersoy, M. (2014). Nanolif Yapılı Polimerik Doku İskeleleri. *Tekstil ve Mühendis*, 21(95), 37-50
- Casper, C. L., Stephens, J. S., Tassi, N. G., & Chase, D. B. (2004). Controlling Surface Morphology Of Electrospun Polystyrene Fibers: Effect Of Humidity and Molecular Weight in The Electrospinning Process. *Macromolecules*, 573-578.
- Chiu, J. B., Luu, Y. K., Fang, D., & Hsiao, B. S. (2005). Electrospun Nanofibrous Scaffolds For Biomedical Applications. *Journal Of Biomedical Nanotechnology*, 115-132.
- Chugh, A., Ray, A., Gupta, J.B., (2003). Squalene epoxidase as hypocholesterolemic drug target revisited. *Progress in Lipid Research*, 41: 37–50.
- Deitzel, J. M., Kleinmeyer, J., & Harris, D. (2001). The Effect The Effect Of Processing Variables On The Morphology of Electrospun Nanofibers And Textiles. *Polymer*, 261-272.
- Demir, N.A., Hefni, H.H.H., Abd-Elaal, A.A.A., Badr, E.A., & Abou Kana, M.T.H., (2020). Advancement on modification of chitosan biopolymer and its potential applications. *Int. J. Biol. Macromol.* 152, 681–702.

- Demir, M., & Şahin, S. (2021). Nanoteknoloji ve Gıda Ambalajlama: PVA/CS/Zeytinyağı Polimer Çözeltilerinin Kullanımı. *Nanoteknoloji ve Gıda Güvenliği*, 3(1), 67-80.
- Dinç, H. (2013). *Polivinilborat sentezi elektrospin yöntemiyle nanofiber hazırlanması ve karakterizasyonu*, (Yüksek Lisans tezi), Konya: Selçuk Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü.
- Ding, B., Wang, M., & Wang, X. (2010). Electrospun Nanomaterials For Ultrasensitive Sensors. *Materials today*, 16-27.
- Ding, B., Kim, H. Y., Lee, S. C., Shao, C. L., Lee, D. R., Park, S. J., Kwag, G. B., & Choi, K. J. (2002). Preparation and characterization of a nanoscale poly(vinyl alcohol) fiber aggregate produced by an electrospinning method. *Journal of Polymer Science, Part B: Polymer Physics*, 40(13).
- Dogancı, E., Dandan Dogancı, M., Sakarya Bulus, G., Bulus, E. (2022). Ozon Yağı İçeren Nanoteknolojik Yara Örtüsü Üretimi ve Karakterizasyonu. *Ata-Kimya Dergisi*, 2(1), 1-5.
- Dragan, E.S., Perju, M.M., & Dinu, M.V., (2012), Preparation and Characterization of IPN Composite Hydrogels Based on Polyacrylamide and Chitosan and Their Interaction with Ionic Dyes, *Carbohydrate Polymers*, 88 (1), 270-281
- Dursun, S., & Erkan, N. (2009). Yenilebilir Protein Filmler ve Su Ürünlerinde Kullanımı. *Journal of Fisheries Sciences*, 3. 352-373.
- Dutta, D., & Sit, N. (2023). Application of natural extracts as active ingredient in biopolymer based packaging systems. *Journal of Food Science and Technology*, 60(7), 1888-1902.
- Dutta, P.K., Dutta, J. & Tripathi, V.S. (2004). Chitin and chitosan: Chemistry, properties and applications, *Journal of Scientific & Industrial Research*, 63, 20-31.
- El-hefiam, E.A., Nasef, M. & Yahaya, A.H. (2011). Chitosan physical forms: A short review, *Australian Journal of Basic and Applied Sciences*, 5 (5), 670-677.
- Erdem, R., & Sancak, E. (2013). Elektroçekim yöntemiyle elde edilen poliamid 6/kitosan bazlı nanoliflerin morfolojik özelliklerinin incelenmesi. *İstanbul Ticaret Üniversitesi Fen Bilimleri Dergisi*, 12(24), 53-65
- Falguera, V., Quintero, J. P., Jiménez, A., Muñoz, J. A., & Ibarz, A. (2011). Edible films and coatings: Structures, active functions and trends in their use. *Trends in Food Science & Technology*, 22(6), 292-303.
- Göbel, Y., Koletzko, B., Böhles, H. J., Engelsberger, I., Forget, D., Le Brun, A., Peters, J., & Zimmermann, A. (2003). Parenteral fat emulsions based on olive and soybean oils: a randomized clinical trial in preterm infants. *Journal of pediatric gastroenterology and nutrition*, 37(2), 161-167.
- Gökmeşe, F., Uslu, İ., & Aytimur, A. (2013). Preparation and Characterization of PVA/PVP Nanofibers as Promising Materials for Wound Dressing. *Polymer-Plastics Technology and Engineering*, 1259-1265.
- Göktepe, F., & Mülayim, B. (2015). Elektrik Alan Lif Çekimi (Elektrospinning) ile Nano Liflerden İplik Üretim Yöntemleri. *Tekstil ve Mühendis*, 22(99), 50-67.
- Güler, S., (2012). *Kitosan Türevlerinde İmmobilize Edilen Lakkaz Enziminin Aktiviteleri, Stabiliteleri ve Reaksiyon Kinetiklerinin İncelenmesi*. (Yüksek Lisans Tezi). Manisa: Celal Bayar Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Kimya bölümü.
- Hamed, I., Özsoğul, F. & Regenstien, J.M. (2016). Industrial applications of crustacean by-products (chitin, chitosan and chitooligosaccharides): A review, *Trends in Food Science & Technology*, 48, 40-50.
- Harper, C.R., Edwards, M.C., & Jacobson, T.A., (2006). Flaxseed oil supplementation does not affect plasma lipoprotein concentration or particle size in human subjects. *J Nutr.*, 136: 2844–2848.
- Hashmi, M.A., Khan, A., Hanif, M., Farooq, U., & Perveen, S., (2015). Traditional Uses, Phytochemistry, and Pharmacology of *Olea europaea* (Olive). *Evidence-Based Complementary and Alternative Medicine*, 29.

- Huang, Z. M., Zhang, Y. Z., Kotaki, M., and Ramakrishna, S., (2003). A review on polymer nanofibers by electrospinning and their applications in nanocomposites, *Compos. Sci. Technol.* 63(15), 2223-2253.
- Jayakumar, R., Prabakaran, M., Nair, S.V., Tokura, S., Tamura, H. & Selvamurugan, N. (2010). Novel carboxymethyl derivatives of chitin and chitosan materials and their biomedical applications, *Progress in Material Science*, 55, 675-709.
- Kalogeropoulos, N. (2010). Recovery and distribution of macro-and selected microconstituents after pan-frying of vegetables in virgin olive oil. *In Olives and olive oil in health and disease prevention (pp. 767-776)*. Academic Press.
- Kaya, S., Bakkalbaşı, E., & Cavidođlu, İ. (2017). Fındık, Zeytin ve Pamuk Yağlarında Peroksit Oluşum Kinetiđi. *Akademik Gıda*, 15(1), 36-42.
- Khaneghah, A.M., Hashemi, S.M.B. & Limbo, S. (2018). Antimicrobial agents and packaging systems in antimicrobial active food packaging: An overview of approaches and interactions, *Food and Bioproducts Processing*, 111, 1-19.
- Ko, F. K., & Wan, L. Y. (2017), "Nanofiber Technology: Bridging the Gap Between Nano and Macro World", *Nanomaterials Handbook*, Second Edition, 603–628.
- Konuşkan, D. B. ., & Altan, A. . (2008). Zeytin ve Zeytinyağında Doğal Olarak Bulunan Biyoaktif Bileşikler ve Fizyolojik Etkileri. *Gıda*, 33(6), 297-302.
- Kozanođlu, G.S., (2006), *Elektrospinning yöntemiyle nanolif üretim Teknolojisi* (Yüksek Lisans Tezi), İstanbul Teknik Üniversitesi, 35-37.
- Khymenets, O. (2010). *Health benefits of olive oil: contribution of phenolic compounds and transcriptomic response in humans*. (Doctoral Thesis), Barcelona: Pompeu Fabra University. Department of Experimental and Health Science,
- Kharat, Z., Goushki, M. A., Sarvian, N., Asad, S., Dehghan, M. M., & Kabiri, M. (2021). Chitosan/PEO nanofibers containing Calendula officinalis extract: Preparation, characterization, in vitro and in vivo evaluation for wound healing applications. *International Journal of Pharmaceutics*, 609, 121132.
- Kutlu, N. (2017). *Elektroejirme (Electrospinning) yöntemi ile hazırlanan polivinil alkol/kitosan nanofiberlerin sentezi, karakterizasyonu ve üreaz immobilizasyonu için kullanılabilirliđinin araştırılması*. Yüksek Lisans tezi, Muđla Sıtkı Koçman Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü.
- Larrondo, L., & Manley, J. (1981). Electrostatic Fiber Spinning From Polymer Melts. Experimental Observations On Fiber Formation And Properties. *Journal of Polymer Science*, 909-920.
- Lewandowska, K. (2009). Miscibility and thermal stability of poly(vinyl alcohol)/chitosan mixtures. *Thermochimica Acta*, 493(1–2).
- Leung, V., & Ko, F., (2011). Biomedical applications of nanofibers, *Polym Adv Technol*, 22, 350-365.
- Li, D., McCann, J. T., & Xia, Y. N. (2006). Electrospinning: a simple and versatile technique for producing ceramic nanofibers and nanotubes. *Journal of American Ceramic Society*, 1861-1869.
- Li D., Wang Y., & Xia Y., (2004), Electrospinning Nanofibers as Uniaxially Aligned Arrays and Layer by Layer Stacked Films, *Advanced Materials*, 16, 4.
- Li, X. L., Shen, Y., Hu, F., Zhang, X. X., Thakur, K., Rengasamy, K. R., Khan M. R., Busquets R., & Wei, Z. J. (2023). Fortification of polysaccharide-based packaging films and coatings with essential oils: A review of their preparation and use in meat preservation. *International Journal of Biological Macromolecules*, 124767.
- Loizzo, M. R., Tundis, R., Leporini, M., D'Urso, G., Gagliano Candela, R., Falco, T., T, Piacente S., Bruno M., & Sottile, F. (2021). Almond (*Prunus dulcis* cv. casteltermini) skin confectionery by-products: New opportunity for the development of a functional blackberry (*Rubus ulmifolius* schott) jam. *Antioxidants*, 10(8), 1218.

- Matos, L.C., Cunha, S.C., Amaral J.S., Pereira J.A., Andrade, P.B., Seabra, R.M. & Oliveira, B.P.P. (2007), Chemometric characterization of three varietal olive oils (Cvs. Cobrançosa, Madural and Verdeal Transmontana) extracted from olives with different maturation indices. *Food Chemistry*, 102; 406-414.
- Martins, J. T., Cerqueira, M. A., Bourbon, A. I., Pinheiro, A. C., Souza, B. W. S., & Vicente, A. A. (2012). Synergistic effects between κ -carrageenan and locust bean gum on physicochemical properties of edible films made thereof. *Food Hydrocolloids*, 29(2), 280-289. Nawab, A., Alam,
- Masamba, K., Li, Y., Hategekimana, J., Zehadi, M., Ma, J. & Zhong, F. 2016. Evaluation of mechanical and water barrier properties of transglutaminase cross-linked zein films incorporated with oleic acid. *International Journal of Food Science and Technology*, 51: 1159-1167.
- Muxiko, A., Etxabide, A., Uranga, J., Guerrero, P. & De La Caba, K. (2017). Chitosan as a bioactive polymer: Processing, properties and applications, *International Journal of Biological Macromolecules*, 105, 1358-1368.
- NCCLS Standarts. (2007). Clinical and Laboratory Standards Institute, *Methods for dilution antimicrobial susceptibility tests for bacteria that grow aerobically; approved standard*, 7th edition, CLSI document M7-A7, Clinical Laboratory Standards Institute, Wayne, PA.
- Nešić, A., Cabrera-barjas, G., Dimitrijević-Branković, S., Davidović, S., Radovanović, N., & Delattre, C. (2019). Prospect of polysaccharide-based materials as advanced food packaging, *Molecules*, 25(1), 135.
- Niederberger, M., & Pinna, N., (2009). *Metal Oxide Nanoparticles in Organic Solvents*. Springer-Verlang London, New York, 219p.
- Okuda, T., Tominaga, K., & Kidoaki, S. (2010). Time-Programmed Dual Release Formulation By Multilayered Drug-Loaded Nanofibermeshes. *J Control Release*, 258-264.
- Öztürk, N. K. (2019). *Elektrospinleme Yöntemi İle Grafen Katkılı Seramik Nanolif Üretimi Ve Karakterizasyonu*. (Yüksek Lisans Tezi). Çorum: Hitit Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü.
- Pavlath, A.E., & Orts, W., (2009). Edible Films and Coatings: Why, What, and How? In Edible Films and Coatings for Food Applications, Edited by Milda E. Embuscado, Kerry C. Huber, *Springer Dordrecht Heidelberg London New York*, 403p.
- Pierre, A.C., (1998). *Introduction to Sol-Gel Processing*. Kluwer Academic Publishers, Boston, MA.
- Pillai, C.K.S., Paul, W. & Sharma, P. (2009). Chitin and chitosan polymers: Chemistry, solubility and fiber formation, *Progress in Polymer Science*, 34, 641-678.
- Ramakrishna, S., Fujihara, K., Teo, W.E., Lim, T.C. and Ma, Z. (2005) *An Introduction to Electrospinning and Nanofibers*. World Scientific Publishing, Singapore.
- Ranalli, A., Paolo, C., Iannucci, E., & Contento, S., (2001). Lipochromes, vitamins, aromas and other components of virgin olive oil are affected by processing technology. *Food Chemistry* 73: 445-451.
- Rao, C.N., Müller, A., & Cheetham, A.K. (2004). The Chemistry of Nanomaterials: Synthesis, Properties and Applications, *Wiley-VCH* 2, 761.
- Riseh, R. S., Vatankhah, M., Hassanisaadi, M., & Kennedy, J. F. (2023). Chitosan-based nanocomposites as coatings and packaging materials for the postharvest improvement of agricultural product: A review. *Carbohydrate Polymers*, 120666.
- Romani, A., Ieri, F., Urcioli, S., Noce, A., Marrone, G., Nediani, C., & Bernini, R. (2019). Health effects of phenolic compounds found in extra-virgin olive oil, by-products, and leaf of *Olea europaea* L. *Nutrients*, 11(8), 1776.
- Sakurai, K., Maegawa, T., & Takahashi, T., (2000). Glass Transition Temperature of Chitosan and Miscibility of Chitosan/Poly(N-Vinyl Pyrrolidone) Blends, *Polymer*, 41, 7051-7056.
- Schwalbe, R., Steele-Moore, L., Goodwin, A.C., (2007). *Antimicrobial susceptibility testing protocols*, Crc Press.

- Singh, T. P., Chatli, M. K., & Sahoo, J. (2015). Development of chitosan based edible films: Process optimization using response surface methodology. *Journal of Food Science and Technology*, 52(5), 2530–2543.
- Sun, L., Hou, H., Li, B., Zhang, Y. (2017). Characterization of acid-and pepsin-soluble collagen extracted from the skin of Nile tilapia (*Oreochromis niloticus*). *Int J Biol Macromol*, 99: 8-14.
- Sunar, B. S., & Hasçıçek, C. (2017). Elektroeğrilmış Nanoliflerin İlaç Taşıyıcı Sistem Olarak ve Doku Mühendisliğinde Kullanımı. *Marmara Pharmaceutical Journal*, 425-435.
- Suput, D. Z., Lazić, V. L., Popović, S. Z., & Hromiš, N. M. (2015). Edible films and coatings: Sources, properties and application. *Food and Feed Research*, 42(1), 11-22.
- Süslü, A., (2009), Elektro eğirme yöntemi ile nanofiber ve nanotüp üretimi, (Yüksek Lisans), İzmir: Dokuz Eylül Üniversitesi, 4-21.
- Tarım ve Orman Bakanlığı Türk Gıda Kodeksi Yönetmeliği Resmi Gazete: 9/3/2004, R sayısı:25397 Revize Edilen TS 341 Yemeklik Zeytinyağı Standardının Dış Ticarete Zorunlu Uygulamaya Konulmasına İlişkin Tebliğ, Tebliğ No: 2004/21,
- Taylor, G. I. (1969). Electrically driven jets. *Proceedings of the Royal Society of London Series A. Mathematical and Physical Sciences*, 453-475.
- Tokatlı, K., (2016). *Karides Atıklarından Kitosan Üretim Koşullarının Optimizasyonu ve Kitosandan Elde Edilen Yenilebilir Film Kaplamanın Kirazların Raf Ömrüne Etkisi*, (Doktora Tezi). Tokat: Gazi Osmanpaşa Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Gıda Mühendisliği.
- Tort, S., & Acartürk, F. (2015). Yara Tedavisi ve Nanolif Yapısındaki Yara Örtüleri. *Journal of Literature Pharmacy Sciences*, 68-78.
- Trichopoulou, A., Katsouyanni, K., Stuver, S., Tzala, L., Gnardellis, C., Rimm, E., & Trichopoulos, D., (1995). Consumption of olive oil and specific food groups in relation to breast cancer risk in Greece. *J Natl Cancer Inst*, 87:110-116.
- Ünsal, Ü. (2023). *Polivinil alkol (PVA) Esaslı Kitosan Katkılı Nanoliflere, Inula Viscosa Bitki Özütünün Yara İyileştirici Etkisinin İncelenmesi*. (Yüksek Lisans Tezi). Çorum: Hitit Üniversitesi Lisansüstü Eğitim Enstitüsü.
- Üstündağ, G. C. (2009). *Elektrospinning Yöntemi İle Biyomedikal Kullanıma Yönelik Nanolif Yüzey Üretimi ve Uygulaması*. (Yüksek Lisans Tezi). Bursa: Uludağ Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü.
- Viola, P., & Viola, M. (2009). Virgin olive oil as a fundamental nutritional component and skin protector. *Clinics in dermatology*, 27(2), 159–165.
- Wei, Q. (2012). *Functional nanofibers and their applications*. Woodhead Publishing Limited , UK, 448 p.
- Yanat, M., & Schroën, K. (2023). Advances in chitin-based nanoparticle use in biodegradable polymers: A review. *Carbohydrate Polymers*, 312, 120789.
- Yavuz, H. (2008). *Türk Zeytinyağlarının Bazı Kalite Ve Sağlık Kriterleri'nin Belirlenmesi* (Yüksek Lisans Tezi) Ankara: Ankara Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü.
- Yıldırım, G. (2009). *Effect Of Storage Time On Olive Oil Quality* (Master Thesis), İzmir: Izmir Institute of Technology, The Graduate School of Engineering and Sciences.
- Yıldırım, N., & KÜÇÜK, İ., (2020). Preparing and characterization of St. John's Wort (*Hypericum perforatum*) incorporated wound dressing films based on chitosan and gelatin. *Journal of The Faculty of Engineering and Architecture of Gazi University*, vol.35, no.1, 127-135
- Zarghami, S., Tofighy, M. A., & Mohammadi, T. (2014). Adsorption of Zinc and Lead Ions from Aqueous Solutions Using Chitosan/Polyvinyl Alcohol Membrane Incorporated via Acid-Functionalized Carbon Nanotubes, *Journal of Dispersion Science and Technology*, 36:12, 1793-1798.

Zarghami, A., Irani, M., Mostafazadeh, A., Golpour, M., Heidarinasab, A., & Haririan, I. (2015). Fabrication of PEO/chitosan/PCL/olive oil nanofibrous scaffolds for wound dressing applications. *Fibers and Polymers*, 16, 1201-1212.

Zhang, Y., Lim, C. T., Ramakrishna, S., & Huang, Z. M. (2005). Recent Development Of Polymer Nanofibers For Biomedical And Biotechnological Applications. *Journal of Materials Science. Materials In Medicine*, 933-946.

Zhang, H., Li, R. & Liu, W., (2011). Effects of chitin and its derivative chitosan on postharvestdecay of fruits: A review, *International Journal of MolecularSciences*, 12 (2), 917-934.

Zong, X., Ran, S., Fong, D., Hsiano, B., & Chu, B. (2003). Control Of Structure Morphology And Property In Electrospun Poly(Glycolide-Colactide) Non Woven Membranes Via Post-Draw Treatment. *Polymer*, 4959-4967.

Zu, J., Yuvaraja, G., & Zhang, W., (2017). Application of Chitosan/Poly(vinyl alcohol)/CuO (CS/PVA/CuO) Beads as An Adsorbent Material for The Removal of Pb(II) from Aqueous Environment, *Colloid and Surfaces B: Biointerfaces*, 149, 184-195.



