

**T.C.
ERCIYES ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ
GIDA MÜHENDİSLİĞİ ANABİLİM DALI**

**ŞEKER PANCARI POSASI SELÜLOZU KULLANILARAK
ÜRETİLEN KARBOKSİMETİL SELÜLOZUN (CMC)
FARKLI MODİFİKASYONLARININ ELDESİ**

**Hazırlayan
Sema SARIDANIŞMET**

**Danışman
Prof. Dr. Mahmut DOĞAN**

Yüksek Lisans Tezi

**Ocak 2021
KAYSERİ**

**T.C.
ERCIYES ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ
GIDA MÜHENDİSLİĞİ ANABİLİM DALI**

**ŞEKER PANCARI POSASI SELÜLOZU KULLANILARAK
ÜRETİLEN KARBOKSİMETİL SELÜLOZUN (CMC)
FARKLI MODİFİKASYONLARININ ELDESİ
(Yüksek Lisans Tezi)**

**Hazırlayan
Sema SARIDANIŞMET**

**Danışman
Prof. Dr. Mahmut DOĞAN**

**Ocak 2021
KAYSERİ**

BİLİMSEL ETİĞE UYGUNLUK

Bu çalışmadaki tüm bilgilerin, akademik ve etik kurallara uygun bir şekilde elde edildiğini beyan ederim. Aynı zamanda bu kural ve davranışların gerektirdiği gibi, bu çalışmanın özünde olmayan tüm materyal ve sonuçları tam olarak aktardığımı ve referans gösterdiğimi belirtirim.

Sema SARIDANIŞMET

YÖNERGEYE UYGUNLUK SAYFASI

“Şeker Pancarı Posası Selülozu Kullanılarak Üretilen Karboksimetil Selülozun (CMC) Farklı Modifikasyonlarının Eldesi” adlı Yüksek Lisans Tezi, Erciyes Üniversitesi Lisansüstü Tez Önerisi ve Tez Yazma Yönergesi’ ne uygun olarak hazırlanmıştır.

Hazırlayan

Sema SARIDANIŞMET

Danışman

Prof. Dr. Mahmut DOĞAN

Gıda Mühendisliği ABD Başkanı

Prof. Dr. Hasan YALÇIN

Prof. Dr. Mahmut DOĞAN danışmanlığında **Sema SARIDANIŞMET** tarafından hazırlanan “**Şeker Pancarı Posası Selülozu Kullanılarak Üretilen Karboksimetil Selülozun (CMC) Farklı Modifikasyonlarının Eldesi**” adlı bu çalışma jürimiz tarafından Erciyes Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü **Gıda Mühendisliği** Anabilim Dalında **Yüksek Lisans** tezi olarak kabul edilmiştir.

... / ... /2021

JÜRİ:

Danışman : Prof. Dr. Mahmut DOĞAN

Üye : Prof. Dr. Kemal SARIOĞLU

Üye : Prof. Dr. Vural GÖKMEN

ONAY:

Bu tezin kabulü Enstitü Yönetim Kurulunun tarih ve sayılı kararı ile onaylanmıştır.

..... / /

Prof. Dr. Mehmet AKKURT

Enstitü Müdürü

TEŞEKKÜR

Yüksek lisans tez çalışmamın planlanmasından tamamlanmasına kadar fikirleri, yardımları ve bilimsel katkılarıyla bana yol gösteren, desteklerini her zaman yanımda hissettiğim ve çalışmaktan büyük onur duyduğum kıymetli danışmanım Prof. Dr. Mahmut DOĞAN'a,

Lisans ve yüksek lisans eğitimim boyunca hayatıma kattığı değerlerle ufkumu açan, bana yol göstericilik yapan ve desteğini hiçbir zaman esirgemeyen saygıdeğer hocam Doç. Dr. Mustafa ÇAM'a,

Çalışmalarım sırasında yardımlarını esirgemeyen çok sevgili Arş. Grv. Duygu ASLAN TÜRKER'e, karşılaştığım sorunlara birlikte kafa yordüğümüz, manevi olarak her türlü desteği gösteren ve laboratuvar çalışmalarımızı eğlenceli hale getiren canım arkadaşım Büşra ÇİĞDEM'e, kıymetli bilgilerini ve yardımlarını esirgemeyen hem laboratuvar hem mesai arkadaşım Aylin ÖZGÜR GÖKSU'ya,

Tez çalışmamın hammaddesi olan şeker pancarı posasını temin eden Kayseri Şeker Fabrikası A.Ş.' ye ve tez çalışmalarım için bana kolaylık sağlayan, destek veren, beni motive eden Kayseri Şeker Fabrikası Ar-Ge Merkezi'ndeki çalışma arkadaşlarıma,

Son olarak, eğitim hayatım boyunca beni hep destekleyen, gösterdikleri sonsuz sabır, sevgi, anlayış ve güvenleri için her an yanımda olan annem Fatma SARIDANIŞMET'e, ek olarak hafta sonları uykusundan feragat edip benimle birlikte gününü laboratuvarında geçiren babam Metin SARIDANIŞMET'e, bu süreçte büyük fedakarlıklar gösteren ve en büyük destekçilerim olan ablalarım Tuğçe SARIDANIŞMET, Sümeyye YILDIZ ve kardeşim Rümeysa SARIDANIŞMET'e, yorulduğum zamanlarda bir gülüşüyle enerjimi yerine getiren biricik yeğenim Meva'ya,

Sonsuz teşekkürlerimi sunarım.

Sema SARIDANIŞMET

Ocak 2021, KAYSERİ

ŞEKER PANCARI POSASI SELÜLOZU KULLANILARAK ÜRETİLEN KARBOKSİMETİL SELÜLOZUN (CMC) FARKLI MODİFİKASYONLARININ ELDESİ

Sema SARIDANIŞMET

**Erciyes Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü
Yüksek Lisans Tezi, Ocak 2021
Danışman: Prof. Dr. Mahmut DOĞAN**

ÖZET

Selüloz doğada en yaygın bulunan, doğal olarak oluşan bir glikoz polimeridir. Tatsız ve kokusuz olmakla birlikte suda ve yaygın pek çok organik çözücünde çözünmez. Kullanım alanını genişletmek ve dezavantajlarını avantaja çevirmek için selüloz türevleri üretilmektedir. En yaygın olarak bilinen selüloz türevi ise karboksimetil selülozdur (CMC). CMC, alkali selülozun karboksimetilasyonu ile elde edilmektedir ve pek çok farklı sektörde farklı amaçlarla kullanım alanına sahiptir. Bu tez çalışması kapsamında şeker pancarı posasından selüloz elde edilerek CMC üretiminde kullanılmıştır. CMC üretim prosesi yanıt yüzey yöntemi ile optimize edilmiştir. Optimizasyonda süstitüsyon derecesi (DS) değeri yanıt olarak seçilmiştir. En yüksek DS değerinin elde edildiği 0.60 değeri optimum proses parametreleri; %10 NaOH konsantrasyonu, 1:1,8 SCA varlığı ve 70°C’de 360 dk karboksimetilasyon süresi olarak belirlenmiştir. Optimum CMC’nin özelliklerini iyileştirmek ve geliştirmek için de alkalizasyon öncesi ve nötralizasyon öncesi %5 ve %10 konsantrasyonlarında borax, saflaştırma sonrası ise %0.1 AgNO₃ kullanılarak modifikasyonlar yapılmıştır. Optimum koşullarda üretilen CMC ve modifikasyonlarının özelliklerini karşılaştırmak için DS değeri analizi, suda çözünürlük özelliği, fizikokimyasal, yapısal, teknolojik ve reolojik analizler gerçekleştirilmiştir. Yapılan modifikasyonlarla DS değerinde herhangi bir iyileştirme gözlenmezken suda çözünürlük özelliği optimum CMC’de %88.28 iken, yapılan modifikasyonlarda %90.58-99.50 arasında hesaplanmıştır. Fizikokimyasal analizlerde optimum CMC ile yapılan modifikasyonlar sonucunda elde edilen örneklerde sadece %kül miktarı açısından farklılık göstermiştir. Diğer nem, protein ve pH değerleri optimum CMC örneği ile benzer bulunmuştur. FTIR spektrumu analizi ile üretilen optimum CMC ve yapılan modifikasyonlar karşılaştırılmış ve alkalizasyon öncesi yapılan modifikasyonun spektrumunda farklı yapılar gözlenmiştir. Diğer taraftan

retilen CMC rneklerinde reolojik analizler yapılmıřtır. zelti ler yatıřkın faz ve dinamik faz kesme reolojik zellikleri bakımından deęerlendirilmiřtir. Reolojik analizlerle belirlenen η_{50} , K, G' ve G" deęerleri optimum řartlarda retilen CMC rneęi iin zelti konsantrasyonu arttıķa artmıř ve bu artıř istatistiksel olarak nemli bulunmuřtur. Ayrıca G'<G" olarak gzlendięi iin optimum CMC rneęinin iyi bir jel yapı sergiledięi gzlenmiřtir. Modifikasyonlar iin belirlenen η_{50} , K, G' ve G" deęerlerinde; alkalizasyon ncesi yapılan modifikasyonlar ve ntralizasyon ncesi %5 borax ile yapılan modifikasyonda optimum CMC rneęine gre azalma gzlenmiřtir. Ntralizasyon ncesi %5 borax ve saflařtırma sonrası %0.1 AgNO₃ ile yapılan modifikasyonda ise η_{50} , K, G' ve G" deęerlerinde belirgin řekilde bir artıř gzlenmiřtir ve bu artıř zelti konsantrasyonu ile orantılı olduęu sonucuna varılmıřtır. Yapılan alıřma sonucunda, ntralizasyon ncesi %5 borax ve saflařtırma sonrası %0.1 AgNO₃ ile modifiye edilen CMC rneklerinin viskozitesi, kıvam katsayısı ve jel yapı zellikleri optimum řartlarda retilen CMC rneęine gre daha iyi sonu verdięi gzlenmiřtir.

Anahtar Kelimeler: řeker Pancarı Posası, Selloz, Karboksimetil Selloz (CMC), Modifikasyon, Reoloji

OBTAINING DIFFERENT MODIFICATIONS OF CARBOXYMETHYL CELLULOSE (CMC) PRODUCED USING SUGAR BEET PULP CELLULOSE

Sema SARIDANIŞMET

Erciyes University, Graduate School of Natural and Applied Sciences

Master Thesis, January 2021

Supervisor: Prof. Dr. Mahmut DOĞAN

ABSTRACT

Cellulose is the most abundant biopolymer in nature and its tasteless, odorless, and insoluble in water and most organic solvents. Cellulose derivatives are produced in order to expand the usage of cellulose and to turn its disadvantages into advantages. CMC is the most widely known cellulose derivatives and obtained by carboxymethylation of alkali cellulose. CMC has different uses in various sectors. The objective of this thesis is to obtain cellulose from sugar beet pulp and this cellulose use in CMC production. The process parameters were optimized using the response surface methodology. The degree of substitution (DS) value in optimization was chosen as the response. The optimum process parameters method is 10% NaOH concentration 1:1,7 cellulose: SCA ratio, 70 °C temperature, and 360 minutes. The DS value of the CMC obtained from these uses was 0.60. In order to improve and better the properties of CMC, modifications were made using 5-10% borax before alkalization and neutralization steps, and 0.1% AgNO₃ after the purification step. Compare the properties of produced under optimum condition CMC and its modifications, DS value analysis, water solubility, physicochemical, structural, technological, and rheological analyzes were carried out. While there was no improvement in DS value with the modifications made, the water solubility property was calculated 88.28% at the optimum CMC, and it was calculated between 90.58-99.50% in the modifications. In the physicochemical analysis, only the ash content of the samples obtained as a result of the modifications made with the optimum CMC differed in terms of their properties. FTIR spectrum was compared CMC and modifications and different structures were observed in the spectrum of the modification before alkalization. On the other hand, rheological analyzes were carried out on CMC samples produced. The solutions were evaluated for their steady phase and dynamic phase shear rheological properties. For the CMC sample produced optimum conditions, as the solution concentration increased,

η_{50} , K, G' and G'' values determined by rheological analysis increased, and this increase was found to be statistically significant. It was also observed that the optimum CMC sample displayed a good gel structure, since was found as $G'' < G'$. In η_{50} , K, G' and G'' values determined for modifications; The modifications made before alkalization and the modification made with 5% borax before neutralization decreased compared to the optimum CMC sample. In the modification with 5% borax before neutralization and 0.1% AgNO_3 after purification, a significant increase was observed in η_{50} , K, G' and G'' values and it was concluded that this increase was proportional to the solution concentration. As a result of the this study, it was observed that the viscosity, consistency coefficient and gel structure properties of CMC samples modified with 5% borax before neutralization and 0.1% AgNO_3 after purification gave better results than CMC samples produced under optimum conditions.

Keywords: Sugar Beet Pulp, Cellulose, Carboxymethyl Cellulose (CMC), Modification, Rheology

İÇİNDEKİLER

ŞEKER PANCARI POSASI SELÜLOZU KULLANILARAK ÜRETİLEN KARBOKSİMETİL SELÜLOZUN (CMC) FARKLI MODİFİKASYONLARININ ELDESİ

BİLİMSEL ETİĞE UYGUNLUK	i
YÖNERGEYE UYGUNLUK SAYFASI	ii
ONAY	iii
TEŞEKKÜR	iv
ÖZET	v
ABSTRACT	vii
İÇİNDEKİLER	ix
KISALTMALAR	xiii
GİRİŞ	1

1. BÖLÜM

GENEL BİLGİLER VE LİTERATÜR ÇALIŞMASI

1.1. Tarımsal Atıklar	3
1.2. Şeker Pancarı ve Şeker Pancarı Posası	5
1.3. Lignoselülozik Materyaller	7
1.4. Selüloz	9
1.4.1. Selüloz Türevleri	11
1.5. Karboksimetil Selüloz (CMC)	14
1.6. Modifikasyon İşlemleri	18
1.7. Reolojik Özellikler	18

2. BÖLÜM

YÖNTEM VE MATERYAL

2.1. Materyal	21
2.1.1. Selüloz, Karboksimetil Selüloz (CMC) ve CMC Modifikasyonlarının Üretiminde Kullanılan Materyal	21
2.2. Yöntem	23
2.2.1. Hammadde Özelliklerinin Belirlenmesi	23
2.2.2. Şeker Pancarı Posasından Selüloz Üretimi	23
2.2.3. Şeker Pancarı Selülozuna Yapılan Analizler	25
2.2.3.1. Nem Tayini	25

2.2.3.2. Kül Tayini	25
2.2.3.3. Protein Tayini	25
2.2.3.4. FTIR Spektrumu Analizi.....	26
2.2.3.5. Yoğunluk Analizleri	26
2.2.3.5.1. Yığın Yoğunluğu ve Sıkıştırılmış Yığın Yoğunluğu.....	26
2.2.3.5.2. Carr İndeks ve Hausner Oranı Değerlerinin Belirlenmesi	27
2.2.3.6. Su Tutma Kapasitesi	27
2.2.3.7. Yağ Tutma Kapasitesi	28
2.2.4. Şeker Pancarı Selülozundan Karboksimetil Selüloz (CMC) ve CMC	
Modifikasyonlarının Üretimi	28
2.2.4.1. Klasik Yöntemle Şeker Pancarı Selülozundan CMC Üretimi ve Yanıt	
Yüzey Yöntemi ile Optimizasyonu	29
2.2.4.2. Şeker Pancarı Posası Selülozundan Boraks Modifikasyonlu CMC	
Üretimi	32
2.2.4.3. Şeker Pancarı Posası Selülozundan AgNO ₃ Modifikasyonlu CMC	
Üretimi	34
2.3. Optimum CMC ve Üretilen CMC Modifikasyonlarına Modifikasyonlara	
Uygulanan Analizler	36
2.3.1. Nem ve Kül Tayini	36
2.3.2. Protein Tayini	36
2.3.3. pH Tayini	37
2.3.4. Süstitüsyon Derecesi Tayini	37
2.3.5. FTIR Spektrumu Analizi.....	38
2.3.6. Yoğunluk Analizleri	38
2.3.6.1. Yığın Yoğunluğu ve Sıkıştırılmış Yığın Yoğunluğu.....	38
2.3.6.2. Carr İndeks ve Hausner Oranı Değerlerinin Belirlenmesi	38
2.3.7. Su Tutma Kapasitesi	39
2.3.8. Yağ Tutma Kapasitesi	39
2.3.9. Karboksimetil Selüloz Örneklerinin Suda Çözünürlüğünün Belirlenmesi	40
2.3.10. Reolojik Özelliklerin Tayini	40
2.3.11. İstatistiksel Analizler	41

3. BÖLÜM

BULGULAR

3.1. Hammaddede Yapılan Analizler	42
3.2. Şeker Pancarı Posasından Üretilen Selüloza Ait Bulgular.....	43
3.2.1. Şeker Pancarı Selülozunun Kimyasal Özellikleri	43
3.2.2. Şeker Pancarı Selülozunun Yoğunluk ve Teknolojik Özellikleri	43
3.2.3. Şeker Pancarı Selülozunun FTIR Spektrumu Analizi	44
3.3. Şeker Pancarı Selülozundan CMC Üretim Yöntemi Optimizasyon Bulguları	45
3.4. Şeker Pancarı Selülozundan Üretilen Optimum CMC ve CMC	
Modifikasyonlarına Ait Bulgular	54
3.4.1. Optimum CMC ve Üretilen CMC Modifikasyonlarının Kimyasal	
Özellikleri	55
3.4.2. Optimum CMC ve Üretilen CMC Modifikasyonlarının Süstitüsyon	
Derecesi Özellikleri	56
3.4.3. Optimum CMC ve Üretilen CMC Modifikasyonlarının Suda Çözünürlük	
Özellikleri	57
3.4.4. Optimum CMC ve Üretilen CMC Modifikasyonlarının FTIR Spektrumu	
Analizi Bulguları	58
3.4.5. Optimum CMC ve Üretilen CMC Modifikasyonlarının Teknolojik	
Özellikleri	63
3.4.6. Optimum CMC ve Üretilen CMC Modifikasyonlarının Toz Akış	
Özellikleri	64
3.4.7. Optimum CMC ve Üretilen CMC Modifikasyonlarının Reolojik	
Özellikleri	65

4. BÖLÜM

TARTIŞMA-SONUÇ ve ÖNERİLER

4.1. Tartışma- Sonuç	71
4.1.1. Selüloz Üretiminde Hammadde Olarak Kullanılan Şeker Pancarı	
Posasının Özellikleri	71
4.1.2. Şeker Pancarı Posasından Üretilen Selülozun Özellikleri.....	72
4.1.2.1. Şeker Pancarı Posasından Üretilen Selülozun Kimyasal Özellikleri ..	72

4.1.2.2. Şeker Pancarı Posasından Üretilen Selülozun Yoğunluk, Teknolojik ve Yapısal Özellikleri.....	72
4.1.2. Şeker Pancarı Selülozundan Üretilen Optimum CMC ve CMC Modifikasyonlarına Ait Özellikler	74
4.1.2.1. Optimum CMC ve Üretilen CMC Modifikasyonlarının Kimyasal Özellikleri	74
4.1.2.2. CMC ve Modifikasyonlarının DS Değeri ve Yapı Özellikleri.....	76
4.1.2.3. CMC ve Modifikasyonlarının Suda Çözünürlük, Toz Akış ve Teknolojik Özellikleri.....	77
4.1.2.4. CMC ve Modifikasyonlarının Reolojik Özellikleri.....	78
4.2. Öneriler	80
KAYNAKÇA	81
ÖZGEÇMİŞ.....	92

KISALTMALAR

°C	: Santigrat Derece
AgNO₃	: Gümüş Nitrat
AGU	: Anhidroglikoz Ünitesi
C	: Karbon
CMC	: Karboksimetil Selüloz
dk	: Dakika
DP	: Polimerizasyon Derecesi
DS	: Süstitüsyon Derecesi
FTIR	: Fourier dönüşümlü kızılötesi spektroskopisi
G'	: Depo Modül
g	: Gram
G''	: Kayıp Modül
H₂O₂	: Hidrojen peroksit
HCl	: Hidroklorik Asit
K	: Kıvam Katsayısı
ml	: Mililitre
NaCl	: Sodyum Klorür
NaOH	: Sodyum Hidroksit
OH	: Hidroksil
Pa	: Pascal
s	: Saniye
SCA	: Sodyum Kloro Asetat
η₅₀	: Görünür Viskozite

ŞEKİLLER LİSTESİ

Şekil 1.1.	Bazı illerin şeker pancarı atık miktarı	4
Şekil 1.2.	Şeker pancarı prosesi	6
Şekil 1.3.	Hücre duvarının yapısı	7
Şekil 1.4.	Ön muamele işleminin lignoselülozik yapıya etkisi	9
Şekil 1.5.	Selülozun yapısı	9
Şekil 1.6.	Selüloz molekülünün yapısı (n= Polimerizasyon Derecesi)	11
Şekil 1.7.	Selüloz türevleri	12
Şekil 1.8.	Selülozdan CMC üretimi reaksiyonu	14
Şekil 1.9.	CMC üretim prosesi	15
Şekil 1.10.	Reolojik davranışların sınıflandırılması	19
Şekil 2.1.	Şeker Pancarı Posasından Selüloz Eldesi.....	24
Şekil 2.2.	CMC üretimi	31
Şekil 2.3.	Borax modifikasyonlu CMC üretimi.....	32
Şekil 2.4.	%1'lik AgNO ₃ modifikasyonlu CMC üretimi denemesi	34
Şekil 2.5.	CMC ve CMC modifikasyonlarının üretimi	35
Şekil 2.6.	CMC ve CMC modifikasyonlarının reolojik analizi.....	41
Şekil 3.1.	Şeker pancarı selülozunun FTIR spektrumu	44
Şekil 3.2.	Klasik yöntem ile üretilen optimum CMC'nin DS değerlerindeki değişimin karboksimetilasyon sıcaklığına göre dağılımı	48
Şekil 3.3.	Klasik yöntem ile üretilen optimum CMC'nin DS değerlerindeki değişimin karboksimetilasyon süresine göre dağılımı	49
Şekil 3.4.	Klasik yöntem ile üretilen optimum CMC'nin DS değerlerindeki değişimin NaOH konsantrasyonuna göre dağılımı	49
Şekil 3.5.	Klasik yöntem ile üretilen optimum CMC'nin DS değerlerindeki değişimin SCA miktarına göre dağılımı.....	50
Şekil 3.6.	Klasik yöntem ile üretilen optimum CMC'nin DS değerinin uygulanan karboksimetilasyon süresi ve sıcaklığına bağlı olarak değişimi	51
Şekil 3.7.	Klasik yöntemle üretilen optimum CMC'nin DS değerinin NaOH konsantrasyonu ve uygulanan karboksimetilasyon sıcaklığına bağlı olarak değişimi	52

Şekil 3.8. Klasik yöntemle üretilen optimum CMC'nin DS değerinin SCA miktarı ve uygulanan karboksimetilasyon sıcaklığına bağlı olarak değişimi	52
Şekil 3.9. Klasik yöntemle üretilen optimum CMC'nin DS değerinin NaOH konsantrasyonu ve uygulanan karboksimetilasyon süresine bağlı olarak değişimi	53
Şekil 3.10. Klasik yöntemle üretilen optimum CMC'nin DS değerinin SCA miktarı ve uygulanan karboksimetilasyon süresine bağlı olarak değişimi	53
Şekil 3.11. Klasik yöntemle üretilen optimum CMC'nin DS değerinin SCA miktarı ve NaOH konsantrasyonuna bağlı olarak değişimi	54
Şekil 3.12. Optimum CMC örneğinin FTIR spektrumu	58
Şekil 3.13. Alkalizasyon öncesi %5 Borax modifikasyonlu (AÖ %5 Borax) CMC örneğinin FTIR spektrumu	59
Şekil 3.14. Alkalizasyon öncesi %10 Borax modifikasyonlu (AÖ %10 Borax) CMC örneğinin FTIR spektrumu	59
Şekil 3.15. Nötralizasyon öncesi %5 Borax modifikasyonlu (NÖ %5 Borax) CMC örneğinin FTIR spektrumu	60
Şekil 3.16. Nötralizasyon öncesi %10 Borax modifikasyonlu (NÖ %10 Borax) CMC örneğinin FTIR spektrumu	61
Şekil 3.17. Saflaştırma sonrası %0.1 AgNO ₃ modifikasyonlu (SFS %0.1 AgNO ₃) CMC örneğinin FTIR spektrumu	62
Şekil 3.18. Optimum CMC ve üretilen CMC modifikasyonlarının karşılaştırmalı FTIR spektrumları	62

TABLolar LİSTESİ

Tablo 1.1.	Şeker pancarı bileşimi	5
Tablo 1.2.	Farklı lignoselülozik materyallerin bileşimleri	8
Tablo 1.3.	CMC'nin kullanım alanları, amacı ve miktarları	17
Tablo 1.4.	Reolojik modeller ve eşitlikleri	20
Tablo 2.1.	Selüloz, CMC ve CMC modifikasyonlarının üretimi için kullanılan materyaller	22
Tablo 2.2.	Tez çalışması süresince kullanılan cihaz, alet-ekipmanların marka ve modelleri	22
Tablo 2.3.	Toz ürünlerin akabilirlik ve yapışkanlık özelliklerinin sınıflandırılması ..	27
Tablo 2.4.	Klasik yöntemle şeker pancarı posası selülozundan CMC üretimi için belirlenen faktörler ve düzeyleri	29
Tablo 2.5.	Klasik yöntemle şeker pancarı posası selülozundan CMC üretimi için yanıt yüzey metodu deney modeli	30
Tablo 3.1.	Şeker pancarı posasının kimyasal özellikleri	42
Tablo 3.2.	Şeker pancarı posasının lignoselülozik madde içeriği	42
Tablo 3.3.	Şeker pancarı selülozunun kimyasal özellikleri	43
Tablo 3.4.	Şeker pancarı selülozunun yoğunluk ve teknolojik analiz özellikleri	43
Tablo 3.5.	Klasik yöntem ile optimum CMC üretiminde DS değerine ait ANOVA tablosu	46
Tablo 3.6.	Deneme noktaları için süstitüsyon derecesi analizi	47
Tablo 3.7.	Optimum CMC ve üretilen CMC modifikasyonlarının kimyasal özellikleri	55
Tablo 3.8.	Optimum CMC ve üretilen CMC modifikasyonlarının DS değeri bulguları	56
Tablo 3.9.	Optimum CMC ve üretilen CMC modifikasyonlarının suda çözünürlüğü	57
Tablo 3.10.	Optimum CMC ve üretilen CMC modifikasyonlarının teknolojik özellikleri	63
Tablo 3.11.	Optimum CMC ve üretilen CMC modifikasyonlarının toz akış özellikleri	64

Tablo 3.12. Optimum CMC ve alkalizasyon öncesi yapılan CMC modifikasyonlarının reolojik özellikleri	69
Tablo 3.13. Nötralizasyon öncesi ve saflaştırma sonrası yapılan CMC modifikasyonlarının reolojik özellikleri	70



GİRİŞ

Çevre dostu, biyolojik olarak parçalanabilen polimerler ve tarımsal artıklardan üretilen malzemeler, petrol bazlı sentetik polimerlerin istenmeyen özellikleri nedeniyle son yıllarda en çok araştırılan konular arasında yer almaktadır. Lignoselülozik tarım artıkları, tarım endüstrisinin yan ürünleridir ve bertarafları ile ilgili sorunlar yaşanmaktadır. Tarımsal artıkların selüloz üretiminde hammadde olarak kullanılması, bu tarımsal atıkların bolluğu, düşük maliyeti ve kolay erişilebilirliği gibi pek çok faydaya sahiptir.

Selüloz doğada en yaygın bulunan polimerdir. Şeker üretim prosesi artığı olan şeker pancarı posası yaklaşık %40 oranında selüloz içermesi dolayısıyla iyi bir selüloz kaynağı olarak kabul edilmektedir. Şeker pancarı posası genellikle, düşük katma değere sahip olan hayvan yemi olarak değerlendirilmektedir. Posanın, katma değerini artırmak amacıyla selüloz ve selülozdan CMC gamı üretilmesi ülkemiz için büyük önem arz etmektedir. Çünkü ülkemizde selüloz üretimi bulunmamakla birlikte CMC üretimi ise ithal edilen selülozdan sağlanmaktadır. Bu nedenle de ülkemiz açısından ciddi döviz kayıpları yaşanmaktadır.

Literatüre bakıldığında; çeşitli kaynaklardan selüloz elde edilmekte ve bu selüloz, türevlerinden biri olan CMC'ye dönüştürülerek yeni özellikler kazandırılmaktadır. Selülozun türevlerine dönüştürülmesinin en temel amacı suda çözünürlük özelliğinin kazandırılmasıdır. CMC'nin çeşitli modifikasyonlarının yapılma amaçları ise; suda çözünürlük özelliğinin artırılması, suda üniform çözünmesini sağlanması, jel yapısının kuvvetlendirmesi, safsızlıkların uzaklaştırılması ve çeşitli endüstrilere özel kullanım alanı sağlanmasıdır.

Bu çalışmada şeker pancarı posasından ekstrakte edilen selülozdan CMC üretimi, CMC'nin fizikokimyasal, teknolojik ve reolojik özelliklerinin iyileştirilmesi veya geliştirilmesi için de CMC üretim prosesi aşamasında birtakım modifikasyonlar

gerçekleştirilmesi amaçlanmıştır. Çalışma nihayetinde ise yeni bir CMC üretim yöntemi geliştirilmesi hedeflenmiştir. Bu amaçla optimum CMC üretim prosesini belirlemek için Design Expert paket programının (StatEase, Inc., Minneapolis, MN, USA) yanıt yüzey yöntemi (Response Surface Methodology) merkezi kompozit dizaynından faydalanılmıştır. Bu modellemelerden elde edilen veriler doğrultusunda optimum CMC üretim yöntemi belirlenmiş ve bu üretim yöntemi üzerinden de modifikasyon çalışmaları yapılmıştır. Optimum CMC ile yapılan modifikasyonlar sonucu elde edilen CMC örnekleri ise fizikokimyasal, teknolojik ve reolojik özellikleri bakımından karşılaştırılmıştır.



1. BÖLÜM

GENEL BİLGİLER VE LİTERATÜR ÇALIŞMASI

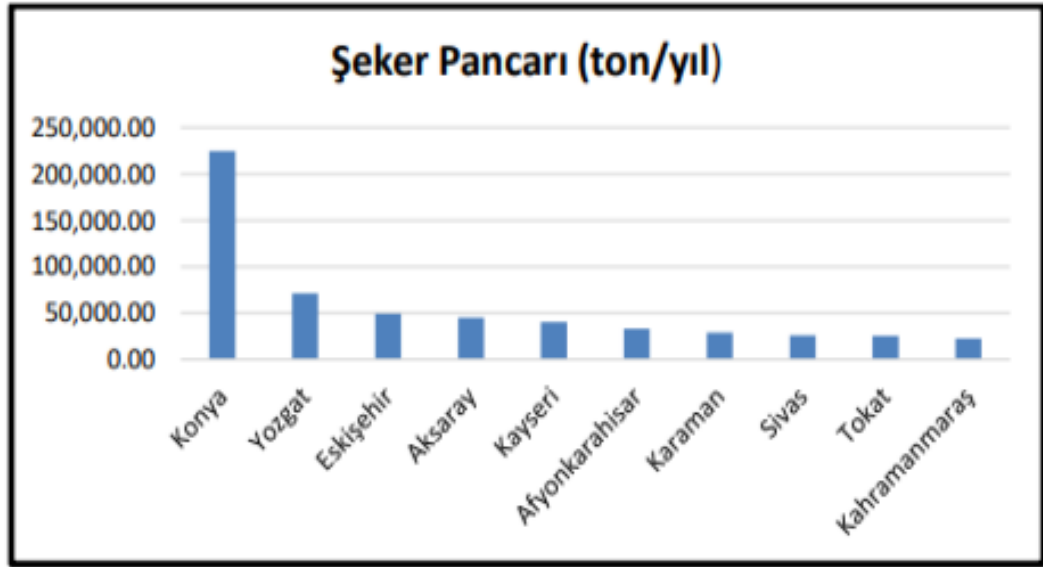
1.1. Tarımsal Atıklar

Tarımsal ürünlerin üretilmesi, işlenmesi ve sonrasında oluşan her türlü sap, saman, yaprak, ot, çöp, çekirdek vb. atıklara tarımsal atık adı verilir. Tarımsal atıklar, diğer atıklarla karşılaştırıldığında daha az tehlikeli, çevreye ve doğal döngüye daha az zarar veren, geri dönüşümleri kısa süreli olan atıklardan oluşmaktadır. Tarımsal atıkların değerlendirilmesi başta çevre kirliliğinin azaltılması, geri dönüşümün önem kazanması ve atıkların katma değer sağlaması amacıyla hammadde girdisi olarak kullanılması büyük önem arz etmektedir [1].

Ülkemizde bulunan toplam orman ve tarım alanların %44,3'ünü ormanlar, %37,6'sını ekili olan tarım arazileri, %10,6'sını nadas alanları ve kalan %7,5'lik alanı ise meyve ve sebze alanları oluşturmaktadır. Bütün bu orman ve tarım alanlarından ise oldukça fazla miktarda atık biyokütle elde edilmektedir [2].

Türkiye bir tarım ülkesi olmakla birlikte tarımsal üretim miktarının fazla olmasına bağlı olarak oluşan tarımsal atık miktarı da fazla olmaktadır. Tarımsal atıklar genel olarak yakılmakta, tarlada kendi haline bırakılmakta veya hayvansal yem olarak kullanılmaktadır. Ancak bu üç halde de herhangi bir ekonomik değere sahip olmamaktadır [3].

Ülkemizde, yıllık toplam 43-50 milyon ton civarında tarımsal atık elde edilmektedir. Bunun yaklaşık 17 milyon tonluk kısmını ise şeker pancarı oluşturmaktadır [2]. Aşağıdaki grafikte bu tez çalışmasının hammaddesi olan şeker pancarı posasının, çeşitli illerde yıllık olarak miktarları gösterilmektedir [4].



Şekil 1.1. Bazı illerin şeker pancarı atık miktarı [4]

Şeker pancarı posası başta olmak üzere, tarımsal atıkların ekonomik yönden büyük avantaj sağlaması ve doğayla uyumlu olması günümüzde inşaat sektöründen kimya sanayiine, gıda sektöründen enerji sanayiine kadar pek çok alanda farklı kullanım amaçlarıyla değerlendirilebilmesini sağlamaktadır. Bu bağlamda da tarımsal atıklar aşağıda belirtilen alanlarda hammadde olarak kullanılabilmektedir [1].

- Yenilenebilir Enerji Kaynağı Olarak Kullanılan Tarımsal Atıklar
- Kompost Olarak Kullanılan Tarımsal Atıklar
- Ağır Metal Gideriminde Kullanılan Tarımsal Atıklar
- Biyobozunur Plastikler Üretiminde Kullanılan Tarımsal Atıklar
- Mantar Üretiminde Kullanılan Tarımsal Atıklar
- Kağıt Sanayiinde Kullanılan Tarımsal Atıklar
- Malç Olarak Kullanılan Tarımsal Atıklar
- Yalıtım ve Yapı Malzemesi Olarak Kullanılan Tarımsal Atıklar

Gün geçtikçe artan çevre sorunları, atıkların yönetimi konusunda bertaraf edilmesi yerine ekonomik öneme sahip ürünlere dönüştürülmesi konusuna odaklanmaktadır. Bu sayede hem atıklar uygun şekilde ortadan kaldırılmakta hem katma değeri yüksek ürünlere dönüştürülmekte hem de pek çok alanda istihdam olanağı sağlamaktadır.

1.2. Şeker Pancarı ve Şeker Pancarı Posası

Şeker pancarı bitkisi (*Beta Vulgaris Saccharifera*) ıspanakgiller familyasına ait olan iki yıllık bir bitkidir. İlk yıl ekilen tohumdan kök ve yapraklar oluşurken kök kısmında besin maddesi olarak sakkaroz toplanır. İkinci yıl ise şeker pancarı çiçek açarak tohum üretmektedir. Şeker üretiminde ise kök kısmında sakkarozun biriktiği şeker pancarın ilk yılından yararlanılmaktadır. Şeker pancarının bileşimi öncelikli olarak genetik faktörlere daha sonra hava şartları ve yapılan tarım uygulamasına göre değişiklik göstermektedir [2]. Şeker pancarının yetişebilmesi için gereken su miktarı oldukça fazla olup pancarın 1 g şeker üretebilmesi için 250-300 g civarında suya ihtiyaç duyulmaktadır. Bu bakımdan ülkemizde yetişme koşulları ve cinsine bağlı olmak koşuluyla ağırlığı 200 ile 2000 g arasında değişmektedir [5].

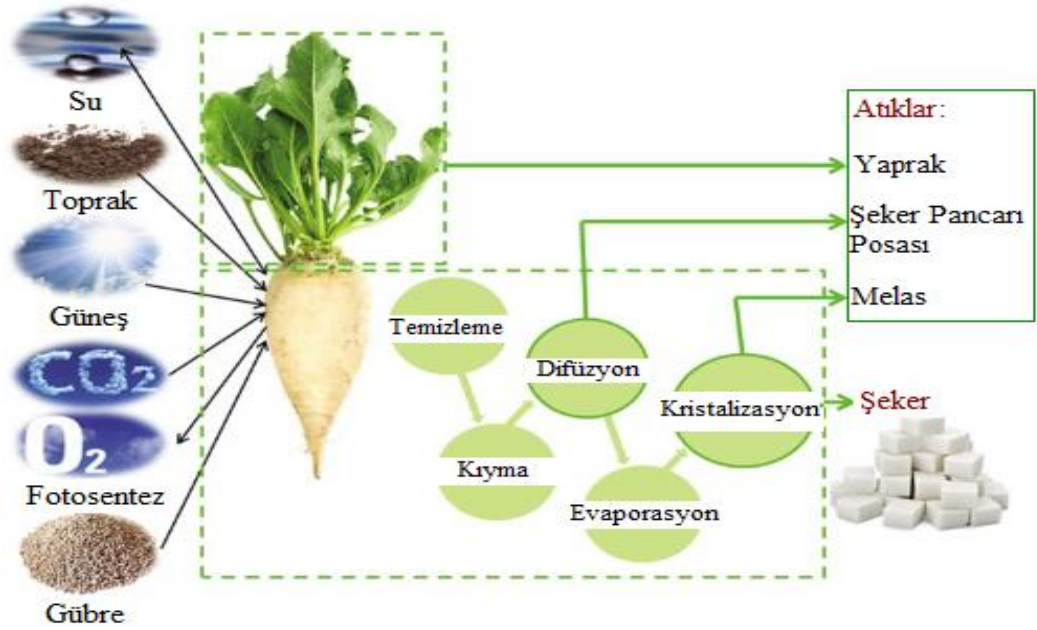
Taze hasat edilmiş bir şeker pancarı bileşiminde; %75-76 su, %15-20 şeker, %4-6 posa ve %2,6 şeker olmayan bileşen içerir. 1 ton şeker pancarının işlenmesi ile yaklaşık olarak 121 kg şeker, 38 kg melas ve 50 kg şeker pancarı posası elde edilmektedir [6]. Taze pancarda ve kuru maddedeki detaylı bileşim miktarları ise Tablo 1.1’de belirtilmiştir.

Tablo 1.1. Şeker pancarı bileşimi [5]

Bileşen	Taze Pancardaki Miktar (%)	Kuru Maddedeki Miktar (%)
Su	76.5	-
Toplam KM	23.5	100
Sakkaroz	16.5	70.2
Pektin	2.5	10.7
Selüloz	1.2	5.1
Azotlu maddeler	1.1	4.6
Elementler	1.7	7.2
Lipidler	0.1	0.4
Digerleri	0.4	1.8

Şeker üretim prosesi, tarladan hasat edilen şeker pancarının fabrikaya ulaştırılarak istif edilmesiyle başlamaktadır. İşlenecek olan şeker pancarları yıkanır ve kıyım makinelerinden geçerek ince dilimler haline getirilir. Burada oluşan ince dilimler kıyım

olarak adlandırılmaktadır. Elde edilen kıyımlar ters akış özelliği prensibinde çalışan difüzyon işlemine gönderilir. Difüzyon işleminde su ile pancarlar ters yönde hareket ettirilerek şekerin suya geçmesi sağlanır. Difüzyon işleminden elde edilen koyu renkli şekerli su ham şerbet olarak isimlendirilir. Ham şerbet eldesinden bir sonraki aşama yapılacak olan uygulamalar ham şerbeti saflaştırma ve berraklaştırma içindir. Bu amaçla ham şerbet iki kere kireçleme ve iki kere karbonatlama işleminden geçirilir. %12-17 civarında bir oranda kuru maddeye sahip olan şerbet vakum altında ısıtılmak suretiyle kuru madde içeriği %60'lara çıkarılarak kıvamı koyulaştırılır. Elde edilen koyu şerbet filtrelendir ve kristalize hale getirmek için kristalizasyon işlemi uygulanır. Kristalize hale getirilen şekerin içinde birtakım safsızlıklar bulunmaktadır. Safsızlıklardan arındırmak için kristalize şeker yıkanır ve santrifüj edilir. Santrifüj işleminin ardından saf olarak elde edilen şeker paketlenerek satılmak üzere hazır hale getirilir [7].



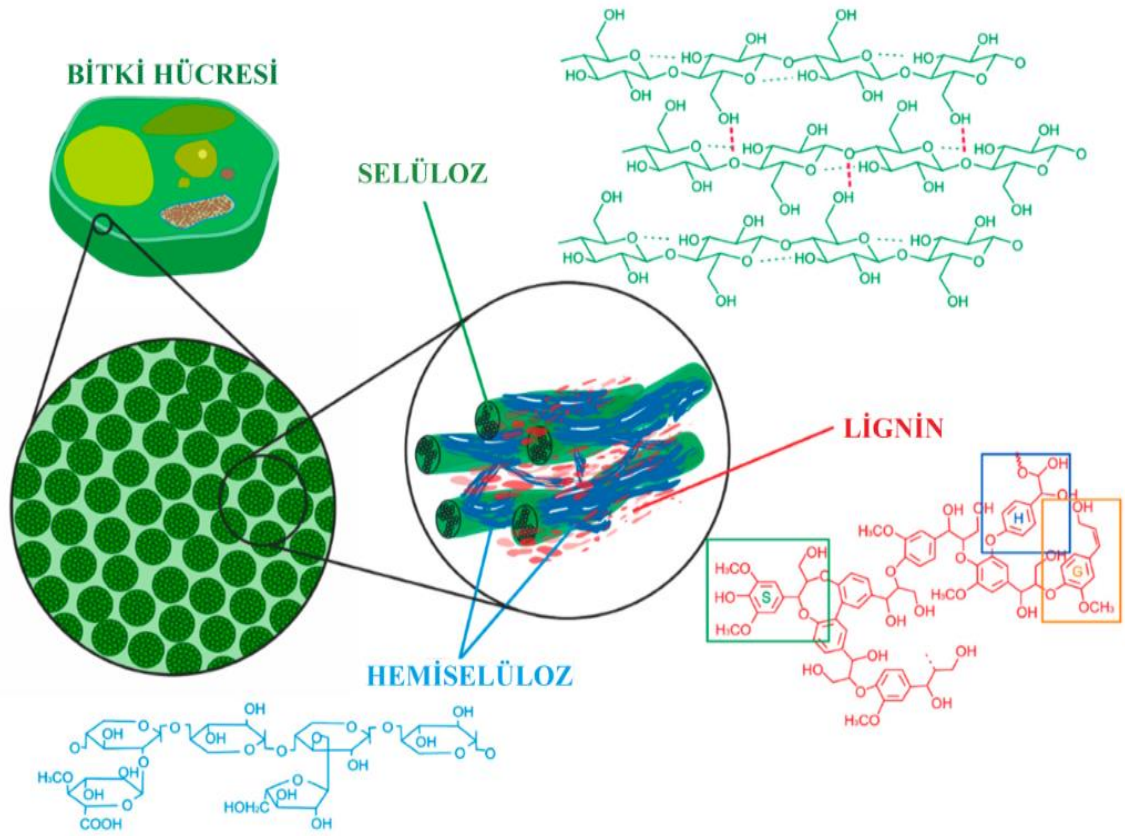
Şekil 1.2. Şeker pancarı prosesi [8]

Şeker pancarı posası; şeker üretim prosesi sonucunda artık olarak ortaya çıkan genellikle hayvan yemi olarak kullanılan bir yan üründür [8]. Kurutulmuş şeker pancarı posasının yapısına bakıldığında %68'ini mark (suda çözünmeyen şeker dışı bileşenler), %10'unu nem, %7'sini protein, %7'sini sakkaroz, %5'ini kül, %2.5'ini çeşitli mineraller ve %0.5'ini yağ oluşturmaktadır. %68'lik en büyük kısmı oluşturan markın

yapısında ise yoğun olarak selüloz, hemiselüoz ve lignin gibi lignoselülozik maddeler bulunmaktadır [9].

1.3. Lignoselülozik Materyaller

Lignoselülozik materyaller, dünyadaki toplam biyokütlenin %50'sini oluşturan, direkt olarak gıda tüketimine uygun olmayan bitkisel kaynaklardır. Lignoselülozik materyaller yapılarında üç temel polimer olarak adlandırılan selüloz, hemiselüoz ve lignin bulundurmaktadır [10]. Bu üç temel biyopolimer, bitki hücre duvarlarının ana bileşenleridir. Şekil 1.3'de gösterildiği üzere lignin ile hemiselüoz, selüloz liflerini örten çapraz bağlı bir matris oluşturarak bitkiye sıkı ve kompakt bir yapı sağlarlar[11].



Şekil 1.3. Hücre duvarının yapısı [11]

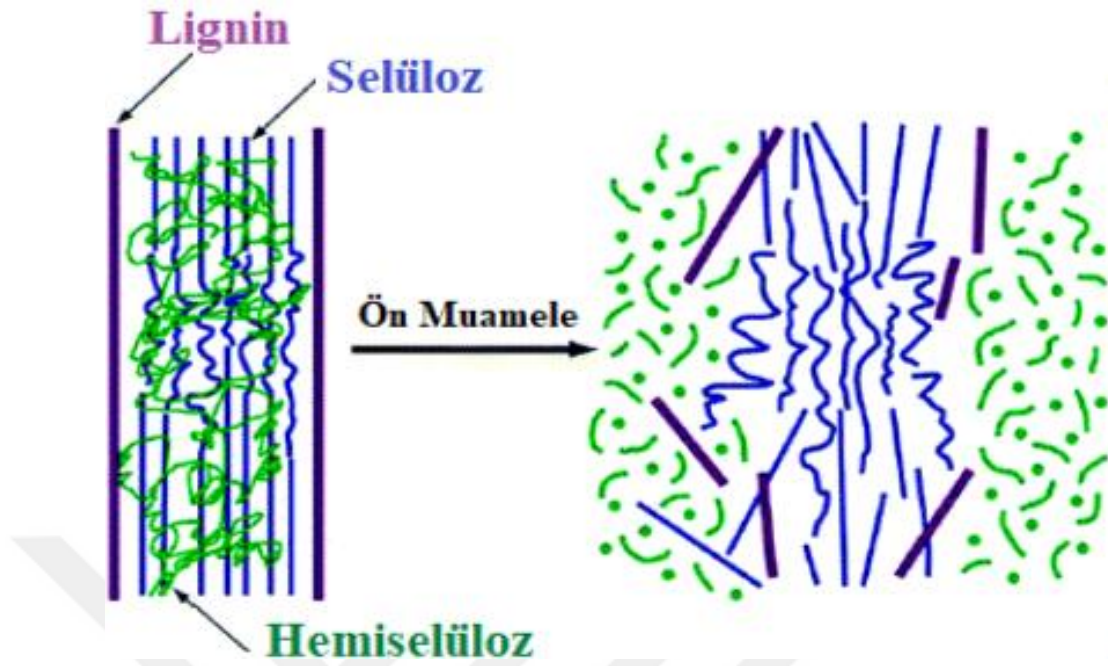
Selüloz; doğada pektin, hemiselüoz ve nişasta gibi farklı polisakkaritlere bağlı olarak bulunur [12]. Hemiselüozlar, galaktoz, mannoz, ksiloz ve arabinoz gibi şekerlerle birlikte üronik asitlerin polimerleri ile heteropolimerlerini içerirler [13]. Ayrıca hemiselüozlar gıda sektöründe, gıdaların lif içeriklerinin artırılması için prebiyotik

olarak kullanılırlar [10]. Lignin ise fenolik bir polimer olup, bitkilere mekanik direnç ve sağlamlık kazandıran, selülozla karışım halinde bulunan bir polimerdir [14]. Lignoselülozik materyaller sap/saman gibi çeşitli tarımsal atıklar, yaprak döken ağaçlar, ormancılık kalıntıları, kağıt ve pulp endüstrisi atıkları, kentsel katı atıklar, gıda işleme atıkları ve diğer endüstriyel atıklardır [15]. Kaynağına göre selüloz, hemiselüloz ve lignin içeriği ile yapısı değişmekle birlikte Tablo 1.2’de bazı lignoselülozik materyallerin oranı verilmiştir.

Tablo 1.2. Farklı lignoselülozik materyallerin bileşimleri [15]

Lignoselülozik Materyal Kaynağı	Selüloz (%)	Hemiselüloz (%)	Lignin (%)
Sert Ağaç Gövdesi	40-55	24-40	18-25
Yumuşak Ağaç Gövdesi	45-50	25-35	25-35
Mısır Koçanı	45	35	15
Buğday Sapı	30	50	15
Pirinç Sapı	32,1	24	18
Küspe (Pancar Posası)	33,4	30	18,9
Çimen	25-40	25-50	10,30

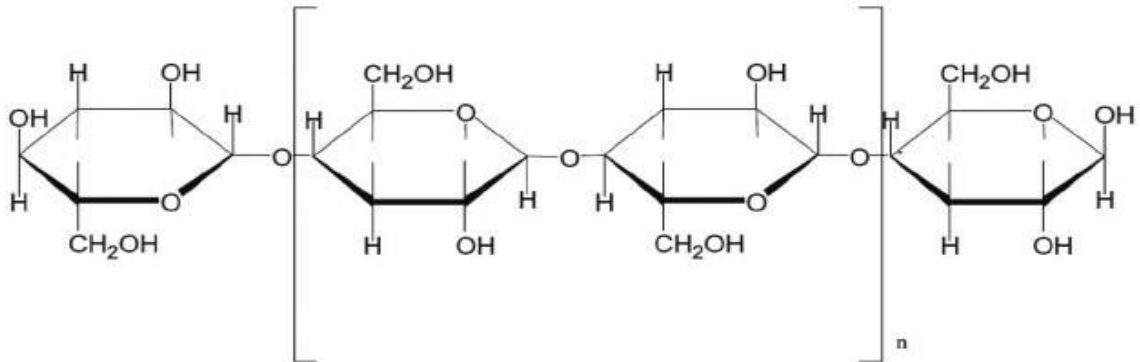
Hammaddeye ulaşmak amacıyla yapısal ve içeriksel engelleyicileri lignoselülozik biyokütleden ayırmak için ön muamele işlemleri yapılmaktadır. Uygulanan ön muamele işlemleri hammadde kullanımını zorlaştıran pek çok yapısal faktörü ortadan kaldırmaktadır [16]. Ön muamele işlemleri temel olarak fiziksel, kimyasal, fizikokimyasal ve biyolojik olarak yapılmaktadır. Bazı durumlarda ön muamele işlemlerinden birinin ya da birkaç tanesinin birlikte kullanılması gerekmektedir [17]. Bunlara örnek olarak fiziksel ön işlem için boyutu küçültme ve öğütme, kimyasal ön işleme için asit/baz ve organosolvent kullanımı, fizikokimyasal ön işleme ise mikrodalga, ultrason uygulamaları ve buhar patlaması yöntemi ve son olarak biyolojik ön işleme için fungal uygulamalar örnek verilebilir [18]. Böylece lignoselülozik biyokütlenin yapısında bulunan selüloz, hemiselüloz ve lignin uygulanan ön muamele işlemleri sonucunda yapıdan ayrılabilir hale geçmektedir (Şekil 1.4).



Şekil 1.4. Ön muamele işleminin lignoselülozik yapıya etkisi [19]

1.4. Selüloz

Selüloz $(C_6H_{10}O_5)_n$ genel formülüne sahip, bitki hücre duvarının temel yapısını oluşturan, yeryüzünde bol miktarda bulunan ve doğal olarak oluşan bir glikoz polimeridir [20]. D-anhidroglukoz (glikopiranoz) ünitelerinin β -1,4-glikozidik bağlarla birbirine bağlanması sonucu oluşur [21]. Tatsız ve kokusuz bir polimer olan selüloz suda ve çoğu organik çözücünde çözünmez ancak konsantre asitlerle yüksek sıcaklıkta işleminden geçirilerek glikoz ünitelerine ayrılabilir [22].



Şekil 1.5. Selülozun yapısı [23]

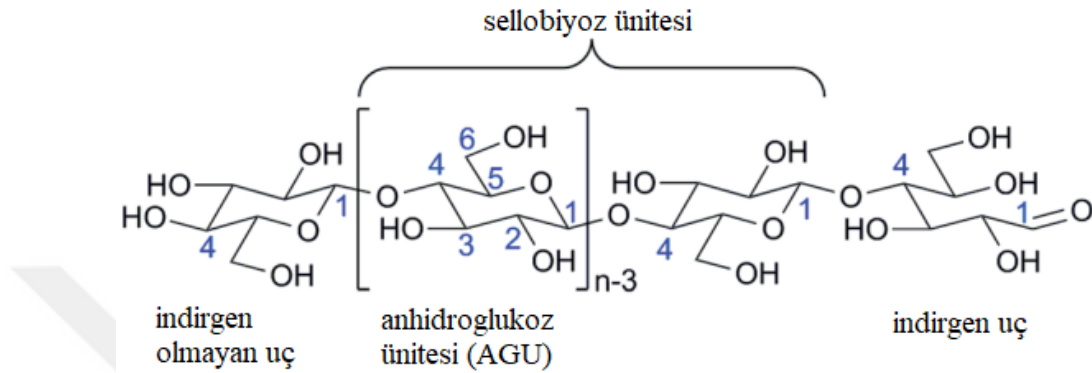
Selülozun yapısı bitkiye göre farklılık göstermektedir. Doğada yaygın olarak bulunan materyallerden odun; yaklaşık %40-50 oranında selüloz içermektedir. Kenevir bitkisi %75-80, keten %70-75, buğday %49-54, bambu %40-55, yulaf %44-53, pirinç %43-49 oranında selüloz içeriğine sahiptir. Şeker pancarı posası yaklaşık %40 selüloz içermektedir. Selülozu en fazla ve en saf olarak içeren kaynak ise pamuk tohumu tüyleridir ve %90-99 oranında selüloz içermektedir [24].

Çevremize baktığımızda, selüloz en yaygın olarak rastlanan doğal polimerdir. Yıllık selüloz biyokütlesi üretimi yaklaşık olarak 1.5×10^{12} tondur ve her geçen yıl selüloza olan talep artmaktadır. Bu nedenle selüloz, artan talebi karşılayabilecek olan ve neredeyse tükenmez bir hammadde kaynağı olarak kabul edilmektedir. Selüloz, her geçen gün daha da fazla önem kazanmaktadır ve bu önemi; geniş ölçekli biyoyararlanımı, iyi biyobozunurluğu, rijit yapısı, ucuz olması ve kolay elde edilebilmesi gibi özelliklerinden kaynaklanmaktadır. Bütün bu özelliklerinin yanı sıra selüloz bazı dezavantajlara sahiptir. Bunlardan başlıcaları, yaygın çözücülerde çözünmemesi, kıvrılma direncinin zayıf olması ve antimikrobiyal özelliklerin bulunmamasıdır [22].

Selüloz molekülünün yapısında, pek çok hidroksil grubu bulunmaktadır. Hidroksil grupları, farklı moleküllerle hidrojen bağları sayesinde kolayca bağlanarak yeni bir yapı meydana getirebilmektedir. Aynı zamanda, uzun hidrojen bağlı yapısı nedeniyle suda ve birçok organik çözücüde çözünmemektedir. Ayrıca akışkan hale geçmeden de dekompoze olduğu için eriyik hale getirilememektedir [25].

Selülozun zincir uzunluğu polimerizasyon derecesi (DP) olarak adlandırılır. DP ise selüloz zincirini oluşturan anhidroglikoz ünitelerinin (AGU) sayısıdır. DP'nin ortalama değeri yalnızca hammaddeye bağlı olmakla kalmayıp uygulanan ekstraksiyon işleminden de etkilenmektedir. Bu yüzden, selülozda farklı zincir uzunluklarında moleküller bulunmakta olup molekül ağırlığı da ortalama esasıyla ifade edilmektedir. Örnek olarak, odundan elde edilen selüloz hamurunun DP'si ortalama 300-1700 arasında olup pamuk gibi diğer bitki türlerinin DP'si ise 800-10.000 değerleri arasında değişmektedir. Şekil 1.6'da da görüldüğü üzere selüloz zincirin iki ucu farklı özellikler sergilemektedir. Bir ucunda bulunan glikoz birimi kapalı bir halka şeklindedir ve C4-OH grubunu göstermektedir. Bu yüzden indirgen olmayan uç olarak ifade edilmektedir. Diğer ucu ise hem C1-OH grubunu gösteren piranoz halka yapısına hem de aldehit

yapısına sahiptir. Bu gruplar yapıya indirgeyici özellikler sağladığı için indirgen uç olarak ifade edilmektedir. C2, C3, ve C6 atomlarına bağlı olan serbest hidroksil grupları, indirgen uçta bulunan piranoz halkası ve glikozidik bağın oksijen atomlarıyla birlikte hidrojen bağına sahip bir ağ yapı oluştururlar [26].



Şekil 1.6. Selüloz molekülünün yapısı (n= Polimerizasyon Derecesi)

1.4.1. Selüloz Türevleri

Selüloz, temel olarak kağıt ve karton gibi endüstrisi dışında polimerik bir ürün olmasından dolayı farklı endüstrilerde birçok kullanım alanı bulunmaktadır [27]. Selülozun sahip olduğu birtakım dezavantajları avantaj haline çevirebilmek ve kullanım alanlarını genişletebilmek amacıyla; kimyasal olarak değişikliklere uğratılması ile oluşturduğu yeni ürünlere “selüloz türevleri” adı verilmektedir [28].

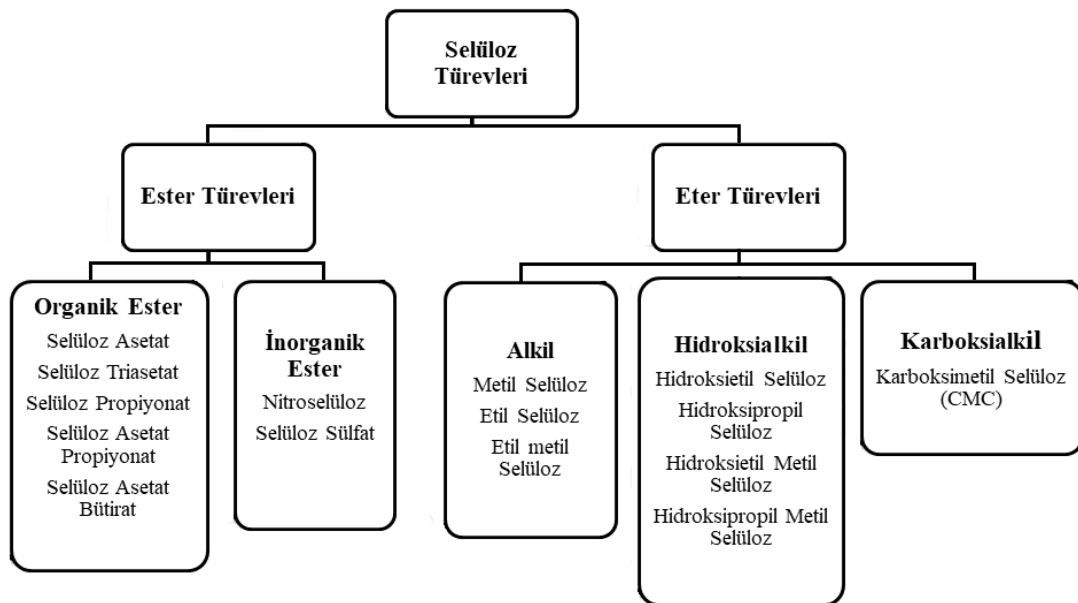
Selüloz türevleri, fonksiyonel gruplarına ve üretim proseslerine göre sınıflandırılmaktadır. Gıda, kozmetik ve eczacılık başta olmak üzere çimento, seramik, tekstil, boya endüstrisi ile ambalaj ve membran malzemeleri gibi alanlarda da başlıca katkı maddesi olarak kullanılmaktadır [29].

Selüloz türevleri, selülozun Şekil 1.6’da da belirtilen, C2, C3, C6 karbonlarına bağlı olan hidroksil gruplarında meydana gelen reaksiyonlar ile oluşur. Ayrıca yapıda bulunan glikoz birimleri arasındaki bağların parçalanarak yeni gruplarla birleşmesi ile de selüloz türevlerine dönüşebilmektedir. Aslında selüloz, temel olarak iki amaç doğrultusunda selüloz türevleri oluşturulmaktadır. Bunlardan birincisi, yaygın pek çok çözelti içinde çözünürlüğünün az olması ve böylece işlenebilirliğinin olmamasıdır. İkincisi ise selülozun sahip olduğu fiziksel özellikler neticesinde türevlerine

dönüştürülerek modifiye edilebilir hale getirilmesidir. Bunlar gibi çeşitli amaçlar doğrultusunda selülozun oluşturduğu türevler sayesinde kaplama ve film üretimi için kullanılabilecek olan çözeltiler ile çeşitli formlarda işlenebilecek farklı materyaller elde edilebilmektedir [30].

Selüloz molekülünde bulunan, AGU'lar 3 adet hidroksil grubuna sahiptir. Bu hidroksil gruplarının varlığı selülozu kimyasal olarak aktif hale getirmektedir. Kimyasal modifikasyonlar, bu üç serbest hidroksil grubu üzerinden gerçekleştirilmektedir. C-6'da bulunan birincil hidroksil grubu ile C-2 ve C-3'te bulunan iki adet ikincil hidroksil grubu, esterleştirme başta olmak üzere eterleştirme ve oksidasyon reaksiyonları vb. bütün reaksiyonlara katılabilir. Kimyasal modifikasyonlar homojen ve heterojen olarak iki koşulda gerçekleştirilmektedir. Homojen koşullarda, selüloz numunesinin orijinal olan molekül yapısı bozulmakta ve reaksiyonun tamamlanması hızlanmaktadır. Bu nedenle homojen koşullarda yapılan kimyasal modifikasyonlarla iyi tanımlanabilen selüloz türevleri elde edilebilmektedir. Heterojen koşullarda yapılan modifikasyonda ise selülozun yalnızca yüzey tabakasında reaksiyon meydana geldiğinden oluşan türevlerde selülozun brüt yapısı büyük oranda korunabilmektedir [28].

Endüstriyel olarak, selülozun en önemli türevleri Şekil 1.7'de gösterildiği üzere selüloz esterleri ve selüloz eterleridir. Selüloz esterleri ve eterleri üretilmeden önceki en önemli başlangıç işlemi ise alkali selüloz oluşturulması basamağıdır [27].



Şekil 1.7. Selüloz türevleri [22]

Selüloz esterleri suda çözünmeyen polimerlerdir ve organik ve inorganik olmak üzere iki gruba ayrılır (Şekil 1.7). Organik selüloz esterleri; selüloz asetat, selüloz triasetat, selüloz propiyonat ve selüloz asetat bütirattır. İnorganik selüloz esterleri ise, selüloz nitrat ve selüloz sülfatı içerir. Selüloz esterleri genellikle ozmotik ve enterik kaplı ilaç dağıtım sistemleri gibi farmasötik preparatlarda yaygın olarak kullanılır [31].

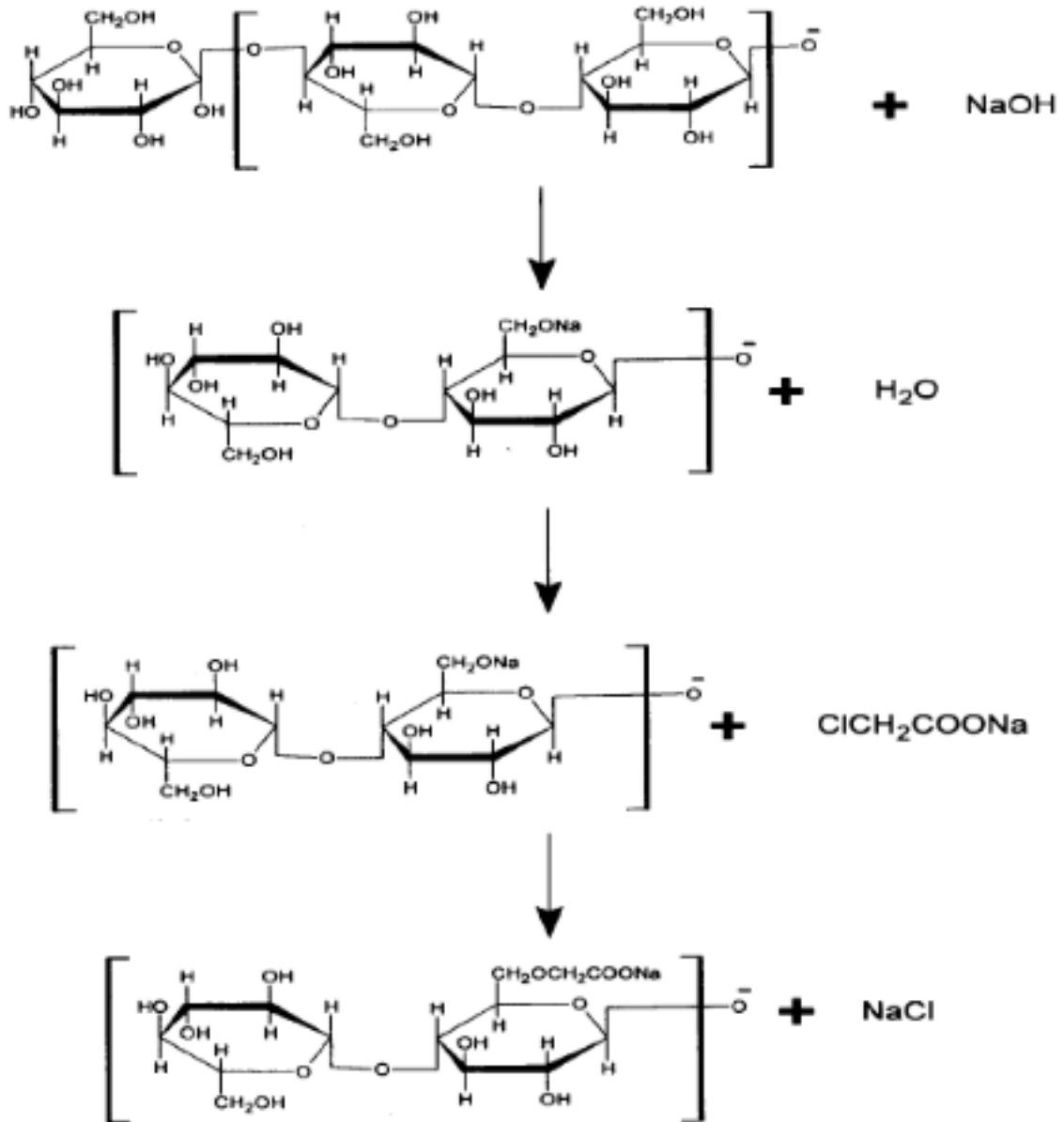
Selüloz eterleri, selülozun anhidroglikoz birimlerindeki hidrojen atomlarını alkil veya süstitüe edilmiş alkil grupları ile değiştirerek üretilen yüksek molekül ağırlıklı bileşiklerdir. Bunlar ayrıca; alkil, hidroksialkil ve karboksialkil olarak 3 gruba ayrılır. Alkil eteri; metilselülozu, etilselülozu, etil metil selülozu içerir. Hidroksialkil eteri; hidroksietil selüloz, hidroksipropil selüloz, hidroksietil metil selüloz, hidroksipropil metil selüloz ve etil hidroksietil selüloz içerir. Karboksialkil eteri ise karboksimetil selülozdan oluşur [9].

Selüloz eterleri ise alkil, hidroksialkil ve karboksialkil adı altında 3 ana başlıkta toplanmaktadır. Selüloz eterleri, selülozun anhidroglikoz birimlerinde bulunan hidroksil gruplarındaki hidrojen atomlarının, alkil veya ikame edilmiş alkil gruplarıyla yer değiştirmesi sonucu üretilen yüksek molekül ağırlığına sahip bileşiklerdir. Selüloz eterlerinin ticari özellikleri; molekül ağırlıklarına, kimyasal yapılarına, ikame gruplarının dağılımına, ikame derecesine ve molar ikamesine göre belirlenmektedir. Bu özellikler ise genellikle çözünürlük, viskozite, termoplastisite, yüzey aktivitesi ile biyolojik olarak bozunma, ısıya karşı direnç, hidroliz olma özelliği ve oksidasyon stabilitesini içermektedir. Endüstride en yaygın kullanılan selüloz eterleri [32]:

- Metil selüloz (MC),
- Etil selüloz (EC),
- Hidroksietil selüloz (HEC),
- Hidroksipropil selüloz (HPC),
- Hidroksipropilmetil selüloz (HPMC),
- Karboksimetil selüloz (CMC)' dir.

1.5. Karboksimetil Selüloz (CMC)

Karboksimetil selüloz (CMC), endüstride en yaygın kullanılan selüloz türevidir. CMC; alkali selülozun sodyum kloroasetat, monokloroasetik asit veya kloroasetik asit ile tepkimesi sonucu elde edilmektedir [33].

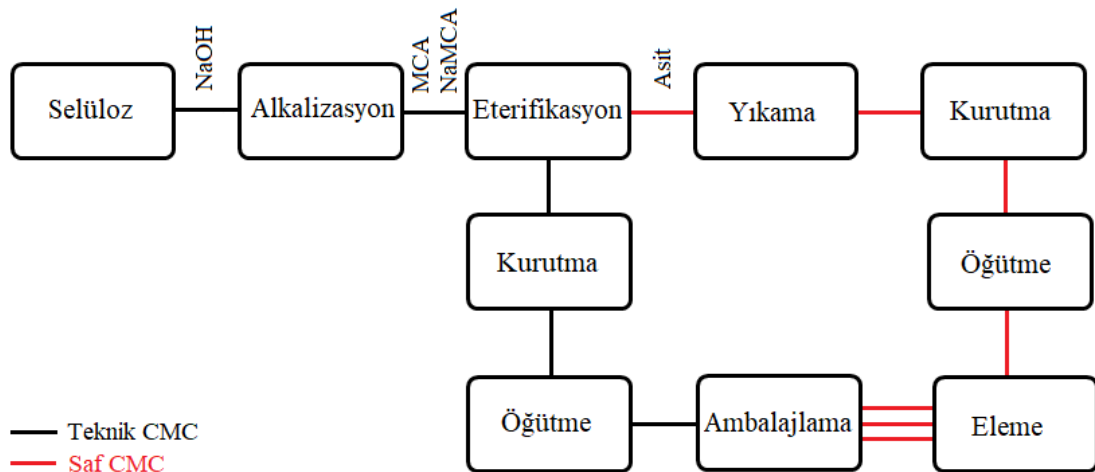


Şekil 1.8. Selülozdan CMC üretimi reaksiyonu [34]

Selüloz eteri olan CMC fizyolojik olarak inert, tatsız, kokusuz, anyonik, mikrobiyal atağa karşı dirençli, su tutma kapasitesi yüksek ve suda çözünebilen bir polimerdir.

CMC, kontrollü şartlar altında alkali hale getirilmiş selülozun sodyum monoklorasetat ya da monoklorasetik asit ile reaksiyonu sonucunda üretilir (Şekil 1.8). CMC, beyaz-krem renkte ve toz forma sahip olup gıda, ilaç, deterjan, petrol sondajı ve kaplamalarda oldukça geniş kullanım alanına sahiptir. Bu alanlarda dolgu maddesi, su tutucu ajan, jelleştirme ajanı, stabilizatör ve kristallenmeyi önleyici özelliklerden yararlanır. Sıcak ve soğuk suda çözünebilir özelliktedir ancak organik çözücülerde çözünmez. Sulu çözeltilerinde ise tuz oluşumunu sağlayarak bazı ağır metalleri çöktürebilmektedir. Ayrıca kullanıldığı bileşimlerinde kullanıldığı ürünlerin viskozitesini jelleştirmeden artırmaktadır. Yaklaşık olarak %5-8 arasında nem içeriğine sahiptir ve higroskopik özellikte olduğu için nemli koşullarda saklanmaması gerekmektedir [35, 36].

CMC üretiminde en önemli parametre kullanılan selülozun yapısal özellikleridir. Selülozun içerdiği hidroksil grupları ve zincir uzunluğu ise en önemli iki parametredir. Karboksimetilasyon reaksiyonunda, eterleştirme ajanlarının selülozdaki reaksiyon merkezlerine ulaşmasını sağlayan etken kullanılan çözücüdür. Alkali selüloz elde edildikten sonraki aşamada gerçekleştirilen karboksimetilasyon işlemi genellikle 25-100°C arası sıcaklıklarda gerçekleştirilmektedir [35]. Karboksimetilasyon işlemi sonucunda CMC elde edilmektedir ve reaksiyon sonucunda NaCl tuzu ve sodyum glikolat olarak iki adet yan ürün ortaya çıkar. Teknik kalitede üretilen CMC içerisinde bu yan ürünler bulunabilirken saf olarak elde edilen CMC’de alkolle yıkama işlemi yapılarak bu ürünler uzaklaştırılmaktadır. Son aşamada ise CMC kurutulurak istenen partikül boyutuna göre öğütülüp elenerek toz hale getirilir (Şekil 1.9) [37].



Şekil 1.9. CMC üretim prosesi [38]

CMC'nin özelliğini belirleyen en önemli özellik sübstütüsyon derecesidir. Sübstütüsyon derecesi (DS), selülozun anhidroglukoz birimlerinde serbest olarak bulunan 3 adet hidroksil grubunun sübstütüte edilme sayısıdır. Her bir anhidroglukoz biriminde reaktif olarak bulunan hidroksil grubu başına üç adet sodyum karboksimetil grubu bağlanması teorik olarak mümkündür. Bu yüzden elde edilen CMC'nin de DS değerinin 3,0 olması beklenmektedir. Ancak pratikte reaksiyon sırasında hidroksil gruplarına bağlanan karboksimetil grupları farklılık göstermektedir. CMC'nin DS değeri minimum 0,2 ile 1,2 optimum ise 0,5 ile 0,8 aralığında değişmektedir. Suda çözünme özelliği sübstütüsyon derecesi ile birebir ilgilidir. Suda çözünürlük DS değeri 0,4'te başlar ve bu değer 0,6-0,7 iken berrak çözelti oluşturarak mükemmel çözünürlük özelliği gösterir. DS değeri 3,0 olan CMC ise suda çözünmezken NaOH çözeltisinde çözünürlük özelliği göstermektedir. Dolayısıyla DS değeri 1,2'den fazla olan CMC'nin ticari açıdan herhangi bir değeri bulunmamaktadır [25, 39].

Petrol sondajından, deterjan endüstrisine ve kağıt sanayiinden gıda endüstrisine kadar kullanılmak istenen alanda ticari kalitelere ve yüksek miktarlarda CMC üretilmektedir. CMC, yüksek su tutma kapasitesi nedeniyle killi toprağın oluşturduğu sulu süspansiyonları stabilize etmektedir. Bu nedenle özellikle petrol endüstrisinde sondaj yapmak amacıyla, çamurun stabilitesini artırmak için yaygın olarak kullanılmaktadır. Deterjan bileşiminde çamaşır yüzeyinden uzaklaşan kirlerin tekrar yüzeye yapışmasını engellemek amaçlı kir stabilizatörü olarak kullanılmaktadır. Tekstil endüstrisinde haşıl kimyasalı ve terbiye prosesinde yaygın olarak yararlanılmaktadır. Kağıt endüstrisinde, güçlendirici ve bağlayıcı görevi başta olmak üzere kaplama karışımlarının su tutma kapasitesini artırarak kağıdın baskı kapasitesini artırmaktadır. Gıda endüstrisinde, yüksek saflık derecelerinde üretilen CMC gıda katkı maddesi olarak kullanılmaktadır. Dondurulmuş süt ürünleri, toz içecek mixleri, krema, şurup üretimi, unlu mamulleri gibi üretim alanlarında; kıvam arttırıcı veya emülsiyon stabilizatörü olarak kullanılmaktadır. Eczacılıkta ise ilaçların son kullanma tarihini uzatmak için biyo-yapışkan bir ajan olarak kullanılmaktadır [33].

Tablo 1.3. CMC'nin kullanım alanları, amacı ve miktarları [40]

Kullanım Alanı	Kullanım Amacı	Kullanım Miktarı (%)
Deterjan Sanayi	Süspansiyon Stabilizörü, Adsorbsiyon ve Yüzey Aktif Ajani	0,5-2
Sondaj İşlemleri	Su Bağlayıcı	0,5-2
Tekstil Endüstrisi	Kıvam Artırıcı, Emülgatör, Yapıştırıcı, Film Oluşturucu, Bağlayıcı	0,3-5
Kağıt Sanayi	Kıvam Artırıcı, Süspansiyon Stabilizatörü, Adsorbsiyon Ajani, Bağlayıcı, Film Oluşturucu	0,2-2
Koruyucu Kaplama	Kıvam Artırıcı, Süspansiyon Stabilizatörü, Adsorbsiyon Ajani, Bağlayıcı, Film Oluşturucu	0,3-4
Yapıştırıcı Sektörü	Kıvam Artırıcı, Su Bağlayıcı, Yapıştırıcı, Bağlayıcı	0,3-5
Yapı malzemeleri	Su Bağlayıcı, Süspansiyon Stabilizatörü, Bağlayıcı	0,2-0,4
Kozmetik Sektörü	Kıvam Artırıcı, Su Bağlayıcı, Emülgatör, Süspansiyon Stabilizatörü	0,5-1
Gıda Sanayi	Kıvam Artırıcı, Su Bağlayıcı, Jelleştirici, Emülgatör, Süspansiyon Stabilizatörü, Film Oluşturucu	0,01-0,8

Tablo 1.3’de belirtildiği üzere pek çok endüstride önemli bir ajan olarak işlev görse de gıda endüstrisi için CMC büyük bir öneme sahiptir çünkü çok geniş kullanım alanı bulunmaktadır. Bisküvi üretiminde, formülasyonda bulunan una CMC ilavesi; hamura esneklik kazandırarak bisküvi yapısını sağlamlaştırır, hamurun kolay şekil almasını sağlar ve bisküvinin gevrekliğini düzenler. Kek hamuruna ilave edilen CMC kekin hacmini artırır, nemli ve yumuşak yapısını koruyarak raf ömrünü artırır aynı zamanda yüzeyde küf oluşumunu da engeller. Tatlılarda, şerbet kıvamını artırıcı, şeker kristallerinin oluşmasını denetleyici olarak kullanılır. Protein içeriği yüksek olan gıdalarda CMC tat artırıcı, kıvam düzenleyici ve su tutucu olarak kullanılmaktadır. Soslarda ve çorbalarda kıvam artırıcı ve serum ayrılmasını önleyici ajan olarak sıklıkla kullanılır. Dondurma üretiminde ise yüksek su tutma kapasitesi sayesinde dondurmanın

kristalleşmesini önler, dondurmanın erimesini engeller ve hacmini artırarak ağız dolgunluğu sağlar [40].

1.6. Modifikasyon İşlemleri

Gıda hidrokolloidleri, yüksek molekül ağırlığına sahip olan hidrofilik biyopolimerlerdir ve gıda endüstrisinde mikroyapı, tekstür, aroma ve raf ömrünü kontrol etmek için kullanılırlar [41]. Hidrokolloidlerin modifikasyonu gıda endüstrisi başta olmak üzere pek çok endüstri için büyük önem arz etmektedir. Modifikasyon; hidrokolloidlerin doğal yapıları gereği uygun olmayan bazı maddeler ile farklı yöntemler kullanılarak yapılmaktadır. Modifikasyonun temel amacı hidrokolloidlerin yapısında bulunan bazı özelliklerinin değiştirilerek, uygulanmak istenen amaca yönelik kullanım potansiyelini artırmaktır [42].

Hidrokolloidlerin modifikasyonuna yönelik en bilinen örnek nişastanın modifikasyonudur. Nişastanın modifikasyonundaki temel amaç; fiziksel ve kimyasal özelliklerini değiştirip teknolojik özelliklerini geliştirmektir [41]. Hidrokolloidlerin modifiye edilmesindeki temel amaç da nişastanın modifikasyonuna benzer şekildedir.

Başlıca modifikasyon teknikleri kimyasal, enzimatik, ultrasonik, hidrolizasyon, mikrodalga ve asit hidrolizidir. Uygulanan modifikasyon işlemi hidrokolloidleri depolimerizasyona uğratar. Depolimerizasyon işlemi, birçok endüstriyel alanda oldukça gerekli bir işlem olarak görülmektedir. Depolimerizasyona uygulanan hidrokolloidlerin ilaç endüstrisi başta olmak üzere birden fazla alanda yaygın olarak kullanım alanı bulunmaktadır. Depolimerizasyon işlemi biyopolimerin yapısında çeşitli değişikliklere yol açmaktadır [43].

1.7. Reolojik Özellikler

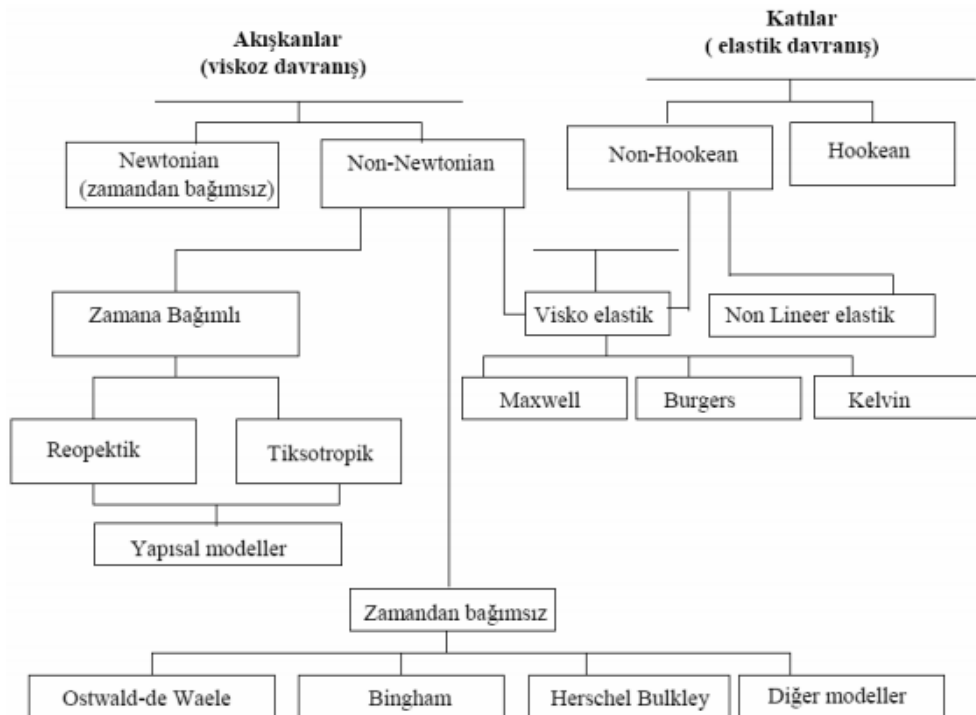
Reoloji; rheos (iş) ve logos (bilim) kelimelerinin birleşiminden oluşan, sıvıların akış katıların ise deformasyon (zamana bağlı şekil değişimi) özelliklerini tanımlayan bir bilim dalıdır [44].

Reoloji maddenin (gıda veya diğer) akışı ile uygulanan kuvvet karşısında gösterdiği direnci ölçer. Viskozite ise bir akışkanın akmaya karşı gösterdiği direnç olarak tanımlanır. Maddeler özelliklerine bağlı olarak bir kuvvet uygulandığında deforme olmaktadır. Gıda sektöründe viskozite önemli bir yere sahip olup Ar-Ge ve Ür-Ge çalışmalarında bileşenlerin özelliklerinin belirlenmesinde, ürünlerin kalite kontrollerinin

sağlanması, raf ömrünün belirlenmesinde ve özellikle duyuşsal analizlerle karşılaştırma yapılarak aralarındaki korelasyonunun belirlenmesinde sıklıkla kullanılır [45].

Sıvılar, akışkanlık özelliklerine göre Newtonian akışkanlar veya Newtonian olmayan akışkanlar (Non-Newtonian) olarak iki grupta incelenirler [46].

Newtonian akışkanlarda, kesme hızı ve kesme stresi arasında doğrusal bir ilişki bulunur. Newtonian akışa sahip olan sıvıların viskozitesi, kesme hızından bağımsızdır ve kesme hızının artışıyla birlikte kesme stresi de doğrusal bir artış sergiler. Newtonian olmayan sıvılar ise zamana bağımlı ve zamandan bağımsız sıvılar olmak üzere iki grupta incelenirler (Şekil 1.10). Zamandan bağımsız akışkanlar, kesme hızına bağılı olarak kesme incelmeleri ve kesme koyulaşması gösteren akışkanlar olarak iki ayrı gruba ayrılır. Newtonian olmayan akışkanların çoğunluğunda, kesme hızı artıka kesme stresinde azalmaların gözlenir. Bu tür sıvıların kesme hızına bağılı olmak koşuluyla viskozitelerinde de azalma meydana gelir. Bu akışkanlar “pseudoplastik (shear-thinning) akışkanlar” olarak da adlandırılır. Kesme koyulaşması gösteren akışkanların artan kesme hızı ile birlikte viskozitelerinde artış gerçekleşir. Kesme koyulaşması Newtonian olmayan akışkanlar içerisinde çok az görülen akışkan tipidir. Bu akışkanlar, dilatant akışkanlar olarak isimlendirilebilirler [47].



Şekil 1.10. Reolojik davranışların sınıflandırılması [48]

Şekil 1.10’da da görüleceği üzere, sıvı ve yarı sıvı gıdaların akış davranış özelliklerinin belirlenmesi için çeşitli modeller kullanılmaktadır. Bu modeller Üslü-Yasa olarak da bilinen Ostwal-de-Walle, Hershel-Bulkey, Casson ve Bingham ‘dır. (Tablo 1.4) [49].

Tablo 1.4. Reolojik modeller ve eşitlikleri [49]

Model	Eşitlik
Ostwal-de-Walle	$\sigma = K \dot{\gamma}^n$
Hershel-Bulkley	$\sigma = K\dot{\gamma}^n + \sigma_Y$
Casson Modeli	$\sigma^{0.5} = K\dot{\gamma}^{0.5} + \sigma_Y^{0.5}$
Bingham Modeli	$\sigma = \eta\dot{\gamma} + \sigma_Y$

$\dot{\gamma}$: kesme hızı (s^{-1}), σ : kesme stresi (Pa), η : akış davranış indeksi, K: kıvam katsayısı ($Pa.s^n$)

Gıda sektöründe kullanılan gamların reolojik özellikleri genellikle, ilave edildiği gıdanın tekstürel özelliklerini geliştirmesi için kullanılır. Sıvı ve yarı sıvı formdaki ürünlerin reolojik özelliklerinin bilinmesi, ürünün işlenmesi ve kalite kontrolünün sağlanması açısından oldukça önemlidir. Gam içeren gıdaların reolojik özellikleri; sıcaklık, gam konsantrasyonu, çözünme özelliği, elektriksel yükü, çeşitli elektrolitlerin varlığı ve ilave edilen diğer gamlarla olan sinerjistik etkileri gibi pek çok faktör etkileyebilir [50].

Bu tez çalışmasında şeker pancarı posasından selüloz elde edilecek ve elde edilen selülozdan matematiksel modelleme yardımıyla CMC üretimi optimizasyonu gerçekleştirilecektir. Matematiksel modelleme ulaşılan optimum CMC’nin ise özelliklerini geliştirebilmek adına, üretim prosesinde yer alan farklı aşamalar kimyasal olarak modifikasyona uğratılacaktır. Optimum olarak elde edilen ve modifikasyonları gerçekleştirilen CMC’ler fizikokimyasal, teknolojik, reolojik, yoğunluk ve toz özellikleri açısından karşılaştırmalı olarak incelenecektir.

2. BÖLÜM

YÖNTEM VE MATERYAL

Bu tez çalışması kapsamında Kayseri Şeker Fabrikası bünyesinde işlenen şeker pancarından, şeker üretim prosesi sonucunda artık olarak ortaya çıkan şeker pancarı posası kullanılarak selüloz elde edilmiştir. Elde edilen şeker pancarı selülozundan ise CMC üretimi yapılmış ve üretilen bu CMC örneği borax ve AgNO_3 ile modifiye edilerek ürünün fizikokimyasal, teknolojik ve reolojik özelliklerinin iyileştirilmesi amaçlanmıştır. CMC modifikasyonlarının üretiminde; borax modifikasyonu alkalizasyon ve nötralizasyon öncesindeki basamaklara, AgNO_3 modifikasyonu ise saflaştırma öncesindeki proses basamağına uygulanmıştır. Böylece elde edilen şeker pancarı posasından elde edilen CMC'nin proses optimizasyonun sağlanması ve ürün özelliklerinin iyileştirilmesi hedeflenmiştir.

2.1. Materyal

2.1.1. Selüloz, Karboksimetil Selüloz (CMC) ve CMC Modifikasyonlarının Üretiminde Kullanılan Materyal

Tez çalışması kapsamında, selüloz, CMC ve CMC modifikasyonlarının üretimi için hammadde olarak şeker pancarı posası kullanılmıştır. Şeker üretim prosesi sonucunda açığa çıkan şeker pancarı posası Kayseri Şeker Fabrikası A.Ş. bünyesinden temin edilmiştir. Kayseri Şeker Fabrikası A.Ş.'den temin edilen şeker pancarı posası hava almayacak şekilde paketlenmiş olup, şeker üretiminin yapıldığı “kampanya dönemi” olarak adlandırılan zaman boyunca kullanılmak üzere ayrılan kısmı $+4^\circ\text{C}$ 'de, kampanya dönemi bittikten sonra kullanılmak üzere olan kısmı da -18°C 'de muhafaza edilmiştir.

Tez çalışma süresince selüloz, CMC ve CMC modifikasyonlarını üretmek, analizlerini yapmak ve özelliklerini belirlemek için kullanılan kimyasal listesi Tablo 2.1'de, cihaz alet-ekipman listesi ise Tablo 2.2'de gösterilmiştir.

Tablo 2.1. Selüloz, CMC ve CMC modifikasyonlarının üretimi için kullanılan materyaller

Materyal	Marka
Asetik Asit	Sigma Aldrich, ABD
Boraks (di-sodyum tetra borat)	Tekkim, Türkiye
Etil Alkol	Sigma Aldrich, ABD
Fenolftalein	Sigma Aldrich, ABD
Gümüş Nitrat	Sigma Aldrich, ABD
Hidrojen Peroksit	Merck, Almanya
Hidroklorik Asit	Merck, Almanya
İzopropil Alkol	Sigma Aldrich, ABD
Kjeldahl Tablet	Sigma Aldrich, ABD
Metanol	Sigma Aldrich, ABD
Metil Oranj	Sigma Aldrich, ABD
Mısır Yağı	Sırma, Türkiye
Nitrik Asit	Sigma Aldrich, ABD
Petrol Eteri	Sigma Aldrich, ABD
Sodyum Kloroasetat	Sigma Aldrich, ABD
Sodyum Hidroksit	Merck, Almanya
Sülfirik Asit	Merck, Almanya

Tablo 2.2. Tez çalışması süresince kullanılan cihaz, alet-ekipmanların marka ve modelleri

Cihaz, Alet- Ekipman	Marka
Etüv	Memmert, Almanya
Hassas Terazı	Precisa LS220A, İsviçre
Isı Kontrollü ve Termometreli Manyetik Karıştırıcı	IKA RCT Classic, Almanya
Isıtıcı Çalkalamalı Su Banyosu	Memmert WNB14, Almanya
Isıtıcı Manyetik Karıştırıcı	Stuart, CC 162, İngiltere
Kjeldahl Distilasyon Ünitesi	Büchi K-350, İsviçre
Kül Fırını	Protherm, Türkiye
Öğütücü	IKA M20, Almanya
pH metre	Ohaus Starter 3100, İsviçre- Hanna HI 2211, USA
Reometre	Thermo-HAAKE Mars III, Almanya
Santrifüj	Hettich-320, Almanya
Vortex	IKA Genius 3, Almanya
Kahve Öğütücü	Arzum, Türkiye

2.2. Yöntem

2.2.1. Hammadde Özelliklerinin Belirlenmesi

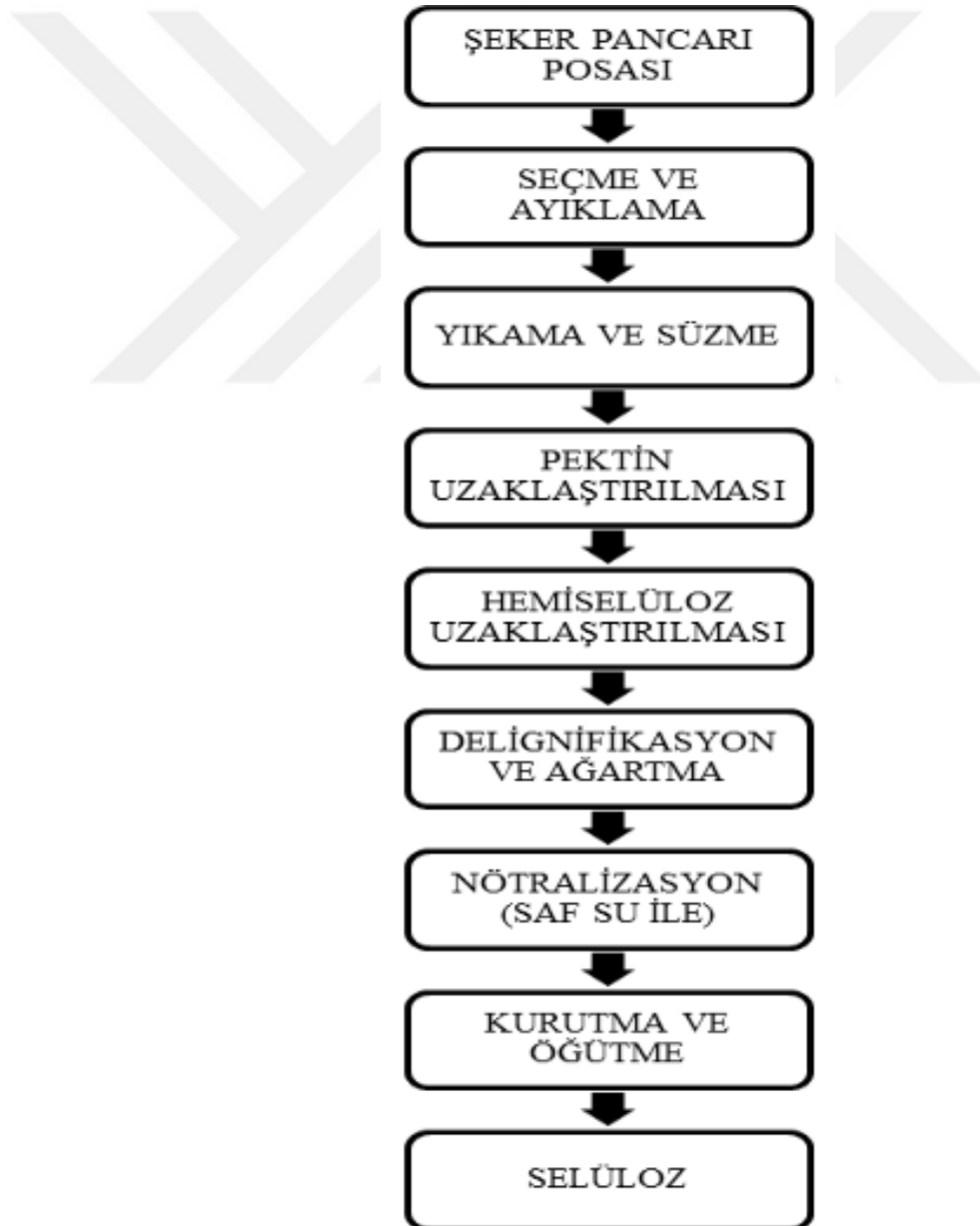
Hammadde olarak Kayseri Şeker Fabrikası A.Ş.'den temin edilen şeker pancarı posası kullanılmıştır. Öncelikli olarak şeker pancarı posasının bileşiminde bulunan pektin, hemiselüloz, lignin ve selüloz içeriği belirlenmiştir. Bu amaçla şeker pancarı posası Eurofins/ İstanbul laboratuvarına gönderilmiş ve pektin, hemiselüloz, lignin, selüloz analizleri burada gerçekleştirilmiştir. Öte yandan şeker pancarı posasının bileşiminde bulunan nem, kül, protein ve yağ miktarı analizleri AOAC 2000 yöntemine göre yapılarak belirlenmiştir [51].

2.2.2. Şeker Pancarı Posasından Selüloz Üretimi

Hammadde olarak kullanılan şeker pancarı posasından, selüloz üretimi için literatürdeki çalışmalarda bulunan selüloz üretim yöntemlerinde bulunan bilgiler temel alınmıştır. Çalışmalardaki üretim yöntemlerine ön çalışmalar yapılarak şeker pancarı posasından selüloz elde etmek için uygun çözelti oranı ve konsantrasyonu, kurutma süresi ve sıcaklığı gibi bazı küçük değişiklikler uygulanarak, laboratuvar ortamında gerçekleştirilen ön çalışmalar sonucunda nihai üretim yöntemi belirlenmiştir. Belirlenen yönteme göre şeker pancarı posasından selüloz üretimi gerçekleştirilmiştir. Ana hatlarıyla şeker pancarı posasından selüloz eldesi Şekil 2.1'de gösterilmiştir.

Yapılan ön çalışmalar sonucunda belirlenen nihai üretim prosesine göre selüloz eldesi için ilk öncelikle; şeker üretim prosesi sonucu açığa çıkan şeker pancarı posası materyalindeki yabancı maddeler (sert parça, ot, çöp vs.) temizlenerek su ile yıkanmış ve materyal süzülmüştür. Ayıklanmış ve yıkanmış şeker pancarı posasından 100g tartılarak üzerine 1:4 oranında olacak şekilde saf su eklenmiş ve derişik HCl ile pH:1.5'e ayarlanmıştır. Ardından 85°C'de 1 saat süreyle pektin uzaklaştırma işlemi gerçekleştirilmiştir. Süre sonunda ise süzülerek filtrat ile pektin uzaklaştırılmış ve posa alınarak işlemlere devam edilmiştir. Pektini uzaklaştırılan posaya, hemiselülozu uzaklaştırmak amacıyla %7'lik NaOH eklenmiş ve 110°C'de 1 saat boyunca otoklavlanmıştır. Otoklavdan çıkan kahverengi renkli bulamaç süzülmüş ve ilave edilen baz uzaklaşana kadar saf su ile yıkanmıştır. Böylece bileşiminde bulunan hemiselüloz posadan uzaklaştırılmıştır. Selüloz üretim işleminin son aşamasında ise

delignifikasyonu sağlamak ve elde edilecek olan ürünün rengini ağartmak amacıyla, pulpa 1:1.5 oranında saf su ile sıvı hacminin %1.5 i olacak şekilde H_2O_2 yavaş yavaş ilave edilmiştir. Ardından 2N NaOH ile ortam pH'sı 12'ye ayarlanarak 65°C'de 1 saat karıştırılmıştır. Daha sonra ilave edilen bazı uzaklaştırmak ve pH'yı nötrlemek amacıyla saf su ile yıkama yapılmıştır. Yıkama sonucunda elde edilen selüloz 70°C'de 1 gece kurutulmuştur ve bıçaklı değirmende öğütülmüştür. Yapılacak analizlerde ve çalışmalarda selülozun homojen olarak kullanılması amacıyla da 35 mesh elekten geçirilmiş ve tüm tez çalışması boyunca aynı boyuttaki selüloz örneğinin kullanılması sağlanmıştır.



Şekil 2.1. Şeker Pancarı Posasından Selüloz Eldesi

2.2.3. Şeker Pancarı Selülozuna Yapılan Analizler

2.2.3.1. Nem Tayini

Şeker pancarı posasından üretilen selülozun nem miktarını belirlemek için AOAC 2000 yöntemi kullanılmıştır [51]. Bu amaçla önceden sabit tartıma getirilen ve darası bilinen bir petriye selüloz örneklerinden 3-5 gram tartılmıştır. Ardından 105°C'deki etüvde sabit tartıma gelene dek kurutulmuştur. Daha sonra örnekler desikatöre alınarak oda sıcaklığına soğutulmuş ve tartılmıştır. Tartımlar arasındaki fark dikkate alınarak % nem miktarı hesaplanmıştır.

2.2.3.2. Kül Tayini

Şeker pancarı posasından elde edilen selüloz örneğinin kül miktarının tayini AOAC 2000 yöntemine göre yapılmıştır [51]. Bu amaçla; sabit tartıma getirilmiş ve darası bilinen porselen krozelere yaklaşık olarak 2 g örnek tartılarak 550 °C'deki kül fırınında yakılmıştır. Yakma işlemi bittikten sonra örnekler desikatörde oda sıcaklığına kadar soğutulmuş ve tartılmıştır. Aradaki ağırlık farkı dikkate alınarak % kül değerleri hesaplanmıştır.

2.2.3.3. Protein Tayini

Şeker pancarı posası kullanılarak elde edilen selülozun protein miktarını belirlemek için AOAC 2000 yöntemine göre Kjeldahl metodu kullanılarak % azot miktarı belirlenmiş ve protein miktarı için 6.25 katsayısıyla çarpılarak hesaplama yapılmıştır [51]. Bu amaçla izlenen işlem basamakları şu şekildedir:

1-Yakma

2-Distilasyon

3-Titrasyon

Yaklaşık 1 g örnek tartılarak Kjeldahl yakma tüpüne alınmıştır. Üzerine katalizör daha sonra 25 ml derişik H₂SO₄ eklenerek yakılmıştır. Yakma işlemi tamamlandıktan sonra yakma tüpleri soğutulmuştur. Distilasyon için üzerine 125 ml %40'lık NaOH çözeltisi eklenmiş ve distilasyon cihazına yerleştirilmiştir. Distilasyonun ardından çözeltiye 50 ml borik asit ile birkaç damla indikatör çözeltisi damlatılmıştır. Elde distilat 0.1 N HCl

ile menekşe rengini alana kadar titre edilmiştir. Aynı zamanda bir de kör deneme yapılmıştır ve hesaplama için ise aşağıdaki denklem kullanılmıştır.

$$\% \text{ Azot} = \frac{(V1 - V0) \times N \times 0.014}{m} \times 100$$

$$\% \text{ Protein} = \% \text{ Azot} \times 6.25$$

V1 = Titrasyonda harcanan HCl hacmi (ml)

V0 = Kör titrasyonunda harcanan HCl hacmi (ml)

N = Titrasyonda kullanılan HCl normalitesi

m = Örnek miktarı (g)

2.2.3.4. FTIR Spektrumu Analizi

Şeker pancarı posası kullanılarak elde edilen selülozun, ana yapısal gruplarını tanımlamak için FTIR spektrumu analizi Erciyes Üniversitesi Teknoloji Araştırma ve Uygulama Merkezinde gerçekleştirilmiştir. Örneklerin FT-IR spektrumu, Perkin-Elmer spektrumu GX FT-IR sisteminde (PerkinElmer, ABD) 4000–400 cm⁻¹ aralığında kaydedilmiştir.

2.2.3.5. Yoğunluk Analizleri

2.2.3.5.1. Yığın Yoğunluğu ve Sıkıştırılmış Yığın Yoğunluğu

Yığın yoğunluğu analizi için önceden darası alınmış plastik bir mezüre herhangi bir basınç uygulamadan selüloz örnekleri doldurularak ağırlıkları belirlenmiştir. Selülozun yığın yoğunluğu, ağırlığının hacmine oranı (g/ml) olacak şekilde belirlenmiştir. Mezür içindeki örneklerin sıkıştırılmış yığın yoğunluğu için; aynı mezür hafif bir şekilde belli bir sayıda vurularak sıkıştırılmış ve mezürdeki son hacim ölçülmüştür. Sıkıştırılmış yığın yoğunluğunun hesabı ise sıkışan örneğin kütlesinin hacmine oranı (g/ml) olacak şekilde belirlenmiştir [52].

2.2.3.5.2. Carr İndeks ve Hausner Oranı Değerlerinin Belirlenmesi

Toz ürünlerin akma ve yapışma özellikleri Carr İndeks (CI) ve Hausner Oranı (HO) değerleriyle belirlenmektedir. Carr İndeks ve Hausner Oranı hesaplamasında yığın yoğunluğu (YY) ile sıkıştırılmış yığın yoğunluğu (SYY) değerlerinin verileri kullanılmıştır. Bu verilere göre selüloz örneğinin akabilirlik ve akış özellikleri belirlenmiştir [53]. Tablo 2.3’de bu özelliklerin değerlerinin sınıflandırılması verilmiştir.

$$CI = \frac{YY - SYY}{YY}$$

$$HR = \frac{YY}{SYY}$$

Tablo 2.3. Toz ürünlerin akabilirlik ve yapışkanlık özelliklerinin sınıflandırılması [53]

Carr İndeks	Akabilirlik	Hausner Oranı	Yapışkanlık
0.05 – 0.15	Çok iyi	1.00 - 1.11	Mükemmel
0.15 – 0.18	İyi	1.12 – 1.18	İyi
0.18 – 0.22	Zayıf	1.19 – 1.25	Orta
0.22 – 0.35	Kötü	1.26 – 1.34	Vasat
0.35 – 0.40	Çok kötü	1.35 – 1.45	Kötü
> 0.40	Oldukça kötü	1.46 – 1.59	Çok kötü
		> 1.60	Oldukça kötü

2.2.3.6. Su Tutma Kapasitesi

Şeker pancarından elde edilen selülozun su tutma kapasitesini analiz etmek için; toz haldeki örneklerden 1’er gram alınarak darası bilinen santrifüj tüplerine konulmuştur. Her bir örneğin üzerine 30 ml saf su eklenmiş ve 1 dk süreyle vortekslenmiştir. Santrifüj tüpleri 24 saat boyunca oda sıcaklığında bekletilmiştir. Ardından 3000 g’de 20 dk santrifüjlenerek üstte kalan su dikkatli bir şekilde alınarak santrifüj tüpü tekrar tartılmıştır. Su tutma kapasitesi her bir örnek için gram başına örneğin bağladığı su miktarı olarak g/g cinsinden aşağıdaki denkleme göre hesaplanmıştır [54].

$$STK (g/g) = \frac{W2 - W1}{W1}$$

W1= Örnek Miktarı (g)

W2= Süpernatant Miktarı (g)

2.2.3.7. Yağ Tutma Kapasitesi

Şeker pancarından elde edilen selülozun yağ tutma kapasitesinin analizi su tutma analizi gibi yapılmıştır. Bunun için; toz haldeki örneklerden 1'er gram alınarak darası bilinen santrifüj tüplerine konulmuştur. Her bir örneğin üzerine 30 ml ayçiçek yağı eklenmiş ve 1 dk süreyle vortekslenmiştir. Santrifüj tüpleri 24 saat süreyle oda sıcaklığında bekletilmiştir. Ardından 3000 g'de 20 dk santrifüjlenerek üstte kalan su dikkatli bir şekilde alınarak santrifüj tüpü tekrar tartılmıştır. Yağ tutma kapasitesi her bir örnek için gram başına örneğin bağladığı yağ miktarı olarak g/g cinsinden aşağıdaki denkleme göre hesaplanmıştır [54].

$$YTK (g/g) = \frac{W2 - W1}{W1}$$

W1= Örnek Miktarı (g)

W2= Süpernatant Miktarı (g)

2.2.4. Şeker Pancarı Selülozundan Karboksimetil Selüloz (CMC) ve CMC Modifikasyonlarının Üretimi

Şeker pancarı posası selülozundan CMC ve CMC modifikasyonlarının üretimi için; yapılan ön deneme çalışmaları sonucunda temel olarak 3 farklı üretim yöntemi belirlenmiştir. Belirlenen üretim yöntemleri şu şekildedir:

1. Klasik Yöntemle Şeker Pancarı Selülozundan Karboksimetil Selüloz Üretiminin Optimizasyonu.
2. Şeker Pancarı Posası Selülozundan Boraks Modifikasyonlu Karboksimetil Selüloz Üretimi.
3. Şeker Pancarı Posası Selülozundan AgNO₃ Modifikasyonlu Karboksimetil Selüloz Üretimi.

Bu üç üretim yönteminden klasik olarak belirlenen üretim yönteminin modellenmesi ve optimum üretim prosesinin şartlarının belirlenebilmesi amacıyla Design Expert 7.0 paket programının (StatEase, Inc., Minneapolis, MN, USA) yanıt yüzey yöntemi (Response Surface Methodology) merkezi kompozit dizaynı (Central Composite Design) kullanılarak modelleme yapılmıştır. Bu amaçla proseslere ait koşullar (faktörler) belirlenip yanıt yüzey metoduyla seçilen bu faktörler ile şeker pancarı selülozundan karboksimetil selüloz üretim prosesinin optimizasyonu yapılmıştır. Üretim prosesine ait optimum koşullar, modellemeyle oluşturulan 27 farklı noktadaki üretim denemelerinin sonucunda belirlenmiştir. Modifikasyon çalışmaları ise modelleme sonucunda elde edilen optimum üretim yöntemi temel alınarak, alkalizasyon öncesi, nötralizasyon öncesi ve saflaştırma sonrasındaki proses aşamalarında gerçekleştirilmiştir.

2.2.4.1. Klasik Yöntemle Şeker Pancarı Selülozundan CMC Üretimi ve Yanıt Yüzey Yöntemi ile Optimizasyonu

Şeker pancarı selülozundan, klasik yöntem ile CMC üretim yönteminin modellenmesi ve optimum üretim şartlarının belirlenmesi amacıyla, yanıt yüzey metoduyla elde edilen deneysel tasarımda; alt ve üst limitler baz alınarak NaOH konsantrasyonu, SCA miktarı karboksimetilasyon sıcaklığı ve karboksimetilasyon süresi olmak üzere dört faktörlü yanıt yüzey deneysel tasarım modellemesi oluşturulmuştur. Deneysel tasarım için kullanılan faktörler ve düzeyleri Tablo 2.4’de, deney deneme noktaları ise Tablo 2.5’te gösterilmiştir.

Tablo 2.4. Klasik yöntemle şeker pancarı posası selülozundan CMC üretimi için belirlenen faktörler ve düzeyleri

Faktör	Birimi	Düzy	
		Alt Limit	Üst Limit
NaOH Konsantrasyonu	%	10	30
SCA Miktarı	Oransal	1	1.8
Süre	Dakika	30	360
Sıcaklık	°C	50	70

Çalışma kapsamında şeker pancarı posasından elde edilen selülozdan CMC üretiminin optimizasyonu amacıyla oluşturulan 27 deneme noktalı modeldeki verilere uygun olacak şekilde karboksimetil selüloz üretimleri gerçekleştirilmiştir (Tablo 2.5).

Tablo 2.5. Klasik yöntemle şeker pancarı posası selülozundan CMC üretimi için yanıt yüzey metodu deney modeli

No	Karboksimetilasyon Sıcaklığı (°C)	Karboksimetilasyon Süresi (°C)	NaOH Konsantrasyonu (%)	SCA Miktarı (Oransal)
1	30	60	10	1
2	70	60	10	1
3	30	360	10	1
4	70	360	10	1
5	30	60	30	1
6	70	60	30	1
7	30	360	30	1
8	70	360	30	1
9	30	60	10	1,8
10	70	60	10	1,8
11	30	360	10	1,8
12	70	360	10	1,8
13	30	60	30	1,8
14	70	60	30	1,8
15	30	360	30	1,8
16	70	360	30	1,8
17	30	210	20	1,4
18	70	210	20	1,4
19	50	60	20	1,4
20	50	360	20	1,4
21	50	210	10	1,4
22	50	210	30	1,4
23	50	210	20	1
24	50	210	20	1,8
25	50	210	20	1,4
26	50	210	20	1,4
27	50	210	20	1,4

Şeker pancarı selülozundan bir miktar tartılmış ve ıslatma için, ön deneme çalışmaları sonucunda en iyi ıslanmayı sağlayan oran olarak belirlenen 1:30 oranında izopropil alkol üzerine eklenmiştir. Islatma işleminin, iyi bir şekilde gerçekleşmesini sağlamak amacıyla bir süre manyetik olarak karıştırılmıştır. Alkalizasyon için, deneysel tasarımda belirlenen konsantrasyonlardaki 1:10, 1:20 ve 1:30 oranlarında NaOH'n (Tablo 2.5) ortama yavaş yavaş, selülozun yapısına bağlanmasına müsaade edecek şekilde eklenmiştir. 1 saat süreyle manyetik karıştırıcıda karıştırılarak alkalizasyon işlemi gerçekleştirilmiştir. Daha sonra karboksimetilasyon işlemi için gerekli olan SCA miktarı, bir önceki aşamada hazırlanan alkali selüloza, Tablo 2.5'te verilen oranlarda olacak şekilde (1:1, 1:1.4, 1:1.8) ilave edilmiştir. SCA ilavesinden sonra yine Tablo 2.5'te verilen sıcaklıklarda ve sürelerde manyetik karıştırıcı ile sürekli bir şekilde karıştırılarak karboksimetilasyon işlemi gerçekleştirilmiştir. Karboksimetilasyon süresince gerçekleşen reaksiyon ekzotermik bir reaksiyon olduğu için, saf su doldurulmuş bir beherin içine daha küçük beher yerleştirilmiş ve ağzı streç film ile kapatılarak su banyosu çalışma prensibi oluşturulmuştur. Manyetik karıştırıcı üzerine yerleştirilip, manyetik balık yardımıyla karıştırılarak CMC üretim prosesi gerçekleştirilmiştir (Şekil 2.2)



Şekil 2.2. CMC üretimi

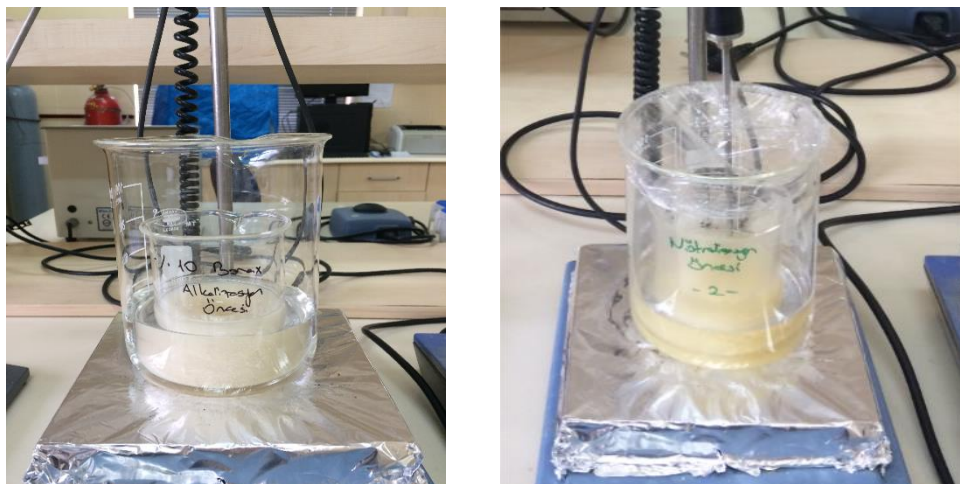
Karboksimetilasyon işlem sürelerinin tamamlanmasıyla oluşan pulp alınarak oda sıcaklığına soğutulmuş ve nötralizasyonu sağlamak amacıyla %90'lık asetik asitle nötrlenerek kaba filtre kağıdından süzölmüştür. Elde edilen karboksimetil selülozun saflaştırılması için, etil alkol ilave edilerek belirli bir süre yıkanmıştır. Böylece reaksiyon esnasında oluşan tuzlardan ve istenmeyen yan ürünlerden arındırılması sağlanmıştır. Saflaştırılan CMC tekrar kaba filtre kağıdından süzölmüş ve 55°C'de 16

saat kurutulmuştur. Kuruyan CMC ise kahve öğütücü ile öğütülerek toz haline getirilmiştir.

Design Expert paket programında yanıt yüzey modeli ile karboksimetilasyon sıcaklığı, karboksimetilasyon süresi, NaOH konsantrasyonu ve SCA miktarı olmak üzere dört faktörlü yanıt yüzey deneysel modellemesinde süstitüsyon derecesi (DS) cevap olarak belirlenmiştir. Elde edilen 27 farklı CMC'ye süstitüsyon derecesi tayini analizi yapılmıştır. Optimizasyon, süstitüsyon derecesi (DS) maximum olacak şekilde gerçekleştirilmiştir. Optimizasyon sonucunda elde edilen optimum üretim noktaları CMC'nin modifikasyonlarının üretilmesinde de kullanılmıştır. Nihai olarak, klasik yöntemle şeker pancarı selülozundan CMC üretiminin prosesi ise Şekil 2.3'te gösterilmiştir.

2.2.4.2. Şeker Pancarı Posası Selülozundan Boraks Modifikasyonlu CMC Üretimi

Şeker pancarı posası selülozundan boraks ile modifiye edilmiş CMC üretimi için, yanıt yüzey modeli ile yapılan optimizasyon sonucu elde edilen optimum parametreler kullanılmıştır. Boraks ile yapılan modifikasyon için kullanılan di-sodyum tetra borat, CMC üretim prosesinin iki aşamasına %5 ve %10 olacak şekilde iki farklı oranda uygulanmıştır ve Şekil 2.3'te gösterilmiştir. Bu aşamalardan biri Şekil 2.4'te de belirtildiği üzere alkalizasyon öncesi boraks ilavesi, diğeri ise nötralizasyon öncesi boraks ilavesidir.



Şekil 2.3. Borax modifikasyonlu CMC üretimi

- Alkalizasyon öncesi boraks modifikasyonu ile CMC üretimi için izlenen yöntem şöyledir:

Öncelikle şeker pancarı posası selülozundan bir miktar tartılmış ve üzerine 1:30 oranında olacak şekilde izopropil alkol ilave edilmiştir. Islanmanın iyi bir şekilde sağlanması için bir süre manyetik olarak karıştırılmıştır. Ardından %5 ve %10 oranlarında olacak şekilde boraks ilaveleri yapılarak bir süre daha manyetik olarak karıştırılmıştır. Daha sonra optimizasyon ile belirlenen optimum karboksimetil selüloz üretim parametreleri (karboksimetilasyon sıcaklığı, karboksimetilasyon süresi, NaOH konsantrasyonu ve SCA miktarı) kullanılarak karboksimetilasyon işleminin tamamlanması sağlanmıştır. Karboksimetilasyonun ardından elde edilen pulp oda sıcaklığına soğutulmuş ve %90'luk asetik asitle nötrlenerek kaba filtre kağıdından süzülmüştür. Üretilen karboksimetil selülozun saflaştırılması amacıyla etil alkol ile birkaç kez belirli sürelerde yıkanarak reaksiyon süresince oluşan tuzlardan ve istenmeyen yan ürünlerden uzaklaştırılmıştır. Ardından tekrar kaba filtre kağıdıyla süzülmüştür. Daha sonra 55 °C'de 16 saat kurutulmuş ve kuruyan CMC kahve öğütücüsü ile öğütülerek toz haline getirilmiştir.

- Nötralizasyon öncesi boraks modifikasyonu ile CMC üretimi için izlenen yöntem şöyledir:

Şeker pancarı posası selülozundan bir miktar tartılmıştır. Islanmayı sağlamak için üzerine 1:30 oranında izopropil alkol ilave edilerek bir süre manyetik olarak karıştırılmıştır. Ardından optimizasyon ile belirlenen optimum karboksimetil selüloz üretim parametreleri (karboksimetilasyon sıcaklığı, karboksimetilasyon süresi, NaOH konsantrasyonu ve SCA miktarı) kullanılarak karboksimetilasyonun gerçekleşmesi sağlanmıştır. Karboksimetilasyonun ardından elde edilen pulpa %5 ve %10 oranlarında olacak şekilde boraks ilavesi yapılarak bir süre karıştırılmıştır. Ardından oda sıcaklığına soğutulmuş ve %90'luk asetik asitle nötrlenerek kaba filtre kağıdından süzülmüştür. Elde edilen karboksimetil selülozun saflaştırılması amacıyla birkaç kez belirli bir süre etil alkol ile yıkanarak reaksiyonda oluşan tuzlardan ve istenmeyen yan ürünlerden uzaklaştırılmıştır. Tekrar kaba filtre kağıdından süzülen karboksimetil selüloz 55 °C'de 16 saat kurutulmuştur. Kuruyan CMC kahve öğütücüsü ile öğütülerek toz haline getirilmiştir.

2.2.4.3. Şeker Pancarı Posası Selülozundan AgNO_3 Modifikasyonlu CMC Üretimi

Şeker pancarı posası selülozundan AgNO_3 modifikasyonu ile CMC üretimi için; ön deneme çalışmaları yapılmış olup %1, %0.5 ve %0.1 oranlarında AgNO_3 ilavesi denenmiştir (Şekil 2.5). Denemeler sonucu elde edilen karboksimetil selüloza uygun olan konsantrasyon, özellikle yapı ve renk bakımından %0.1 olarak belirlenmiştir. Tez çalışması süresince yapılan modifikasyonlarda %0.1 AgNO_3 konsantrasyonu kullanılmıştır.

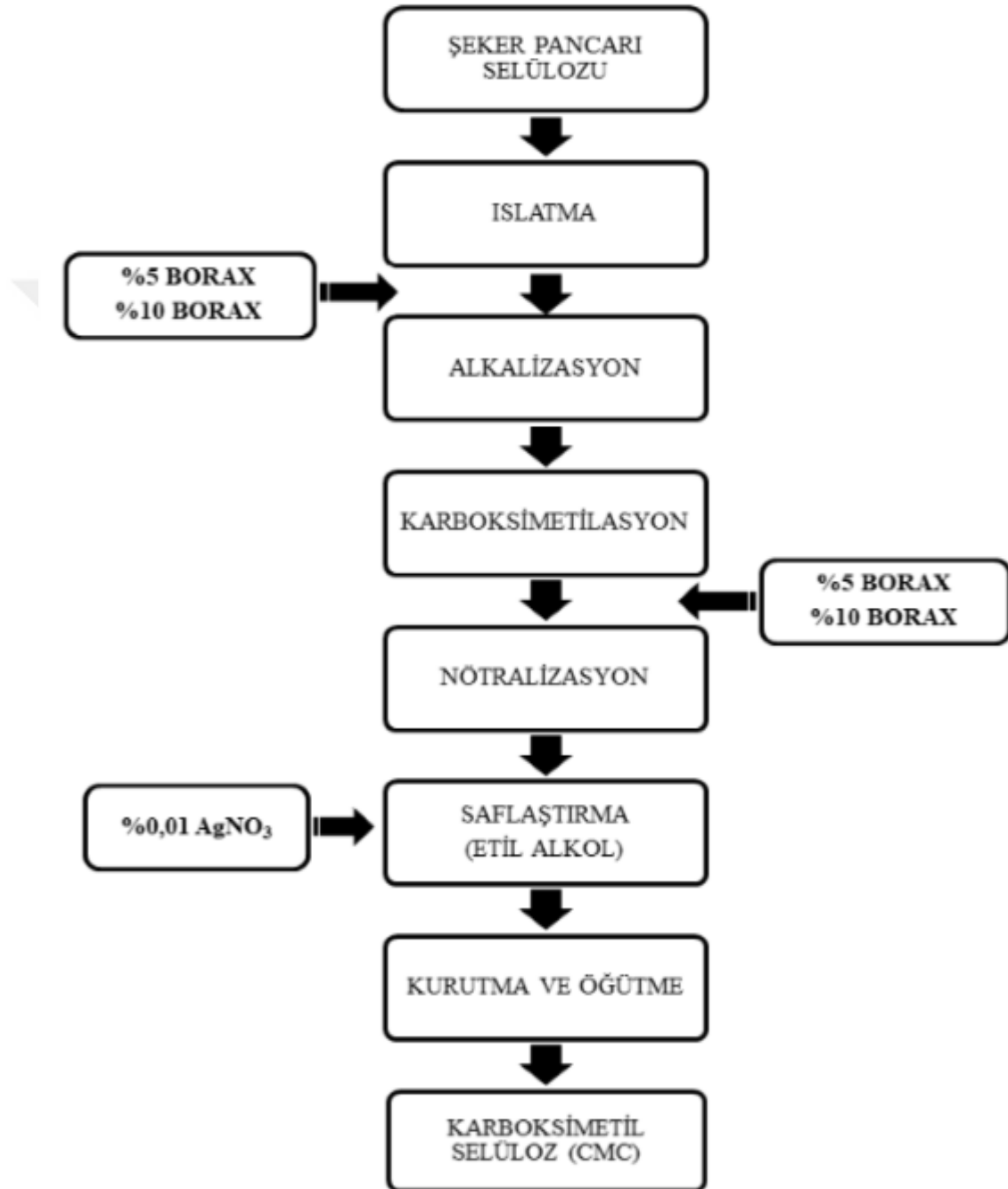
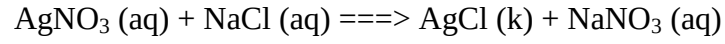


Şekil 2.4. %1'lik AgNO_3 modifikasyonlu CMC üretimi denemesi

- Şeker pancarı selülozundan AgNO_3 modifikasyonu ile CMC üretimi için izlenen yöntem şu şekildedir:

Şeker pancarı posası selülozundan bir miktar tartılmış ve ıslatmayı sağlamak için 1:30 oranında izopropil alkol eklenmiştir. Manyetik karıştırıcı yardımıyla bir süre karıştırılarak selülozun ıslanması sağlanmıştır. Ardından optimizasyon ile belirlenen optimum karboksimetil selüloz üretim parametreleri (karboksimetilasyon sıcaklığı, karboksimetilasyon süresi, NaOH konsantrasyonu ve SCA miktarı) kullanılarak karboksimetilasyonun gerçekleşmesi sağlanmıştır. Karboksimetilasyondan elde edilen pulp oda sıcaklığına soğutulurak %90'luk asetik asit ile nötralize edilmiştir. Kaba filtre kağıdı ile süzildükten sonra saflaştırılmanın sağlanması için belirli bir süre etil alkolle yıkama yapılmış ve reaksiyonda oluşan NaCl tuzu ile istenmeyen yan ürünlerin uzaklaştırılması sağlanmıştır. Daha sonra tekrar filtre kağıdı ile süzülüş ve sonrasında %0.1'lik AgNO_3 çözeltisi ile yıkama yapılmıştır. AgNO_3 ile yıkama yapılmasının temel

amacı, saflaştırma işlemi sonrasında ortamda kalmış olabileceği düşünülen NaCl tuzunun AgCl şeklinde çökeltmek ortamdan uzaklaşması sağlamaktır.



Şekil 2.5.CMC ve CMC modifikasyonlarının üretimi

2.3. Optimum CMC ve Üretilen CMC Modifikasyonlarına Modifikasyonlara Uygulanan Analizler

2.3.1. Nem ve Kül Tayini

Şeker pancarı selülozundan elde edilen CMC ve üretilen CMC modifikasyonların nem ve kül miktarını belirlemek için AOAC 2000 yöntemi kullanılmıştır [51]. Yapılan analiz sonucu elde edilen örneklerin tartımları arasındaki fark dikkate alınarak % nem ve %kül miktarları hesaplanmıştır.

2.3.2. Protein Tayini

Şeker pancarı posası kullanılarak elde edilen CMC ile üretilen CMC modifikasyonlarının protein miktarlarını belirlemek için AOAC 2000 yöntemi kullanılmıştır [51]. Yönteme göre Kjeldahl metodu kullanılarak % azot miktarı belirlenmiş ve protein miktarı için 6.25 katsayısıyla çarpılarak hesaplama yapılmıştır. Bu amaçla izlenen işlem basamakları şu şekildedir:

1-Yakma

2-Distilasyon

3-Titrasyon

Örneklerden 1'er gram tartılarak Kjeldahl yakma tüpüne alınmıştır. Üzerine katalizör ve 25 ml derişik H_2SO_4 eklenerek yakılmıştır. Yakma işlemi tamamlandıktan sonra yakma tüpleri soğutulmuştur. Distilasyon için tüplerin üzerine 125 ml %40'lık NaOH çözeltisi eklenmiş ve distilasyon cihazına yerleştirilmiştir. Distilasyonun ardından çözeltiye 50 ml borik asit ve birkaç damla indikatör damlatılmıştır. Elde distilat 0.1 N HCl ile menekşe rengi gözlenene kadar titre edilmiştir. Öte yandan kör deneme yapılmıştır ve hesaplama için ise aşağıdaki denklem kullanılmıştır.

$$\% \text{ Azot} = \frac{(V1 - V0) \times N \times 0.014}{m} \times 100$$

$$\% \text{ Protein} = \% \text{ Azot} \times 6.25$$

V1 = Titrasyonda harcanan HCl hacmi (ml)

V0 = Kör titrasyonda harcanan HCl hacmi (ml)

N = Titrasyonda kullanılan HCl normalitesi

m = Örnek miktarı (g)

2.3.3. pH Tayini

CMC ve üretilen CMC modifikasyonlarının pH'sı %1'lik solüsyon olacak şekilde hazırlanmış ve kalibre edilmiş pH metre ile oda sıcaklığında ölçülmüştür.

2.3.4. Sübstitüsyon Derecesi Tayini

Sübstitüsyon derecesi (DS), 100 glukoz ünitesindeki ester gruplarının miktarı ya da bir glukoz ünitesindeki sübstitüentin ağırlıkça yüzdesi şeklinde tanımlanmaktadır. Üretilen karboksimetil selüloz ve bunun modifikasyonlarının sübstitüsyon derecesini belirlemek için; %65'lik nitrik asitten 108 ml alınmış, metanol kullanılarak 1 litreye tamamlanmıştır. Üretilen optimum CMC ve modifiye edilen örneklerden 5 g tartılmış, üzerine hazırlanan metanol ve nitrik asit karışımından 200 ml eklemiş ve bir süre karıştırılmıştır. Ardından yaklaşık 3 saat beklenmiştir. Asidin fazlası %80'lik metanol ile yıkanmış ve nötrlüğü metil oranj indikatörü ile kontrol edilmiştir. 105°C'de kurutulduktan sonra 2 g tartılarak üzerine 200 ml saf su, 30 ml 1 N NaOH ilave edilmiştir. Karıştırılarak karışımın tamamen çözünmesi sağlanmıştır. Ardından fenolftalein varlığında 1 N HCl ile titre edilmiş ve aşağıdaki formül ile sübstitüsyon derecesi hesaplanmıştır [55].

$$DS = \frac{0.162 \times A}{1 - (0.0584 \times A)}$$

$$A = \frac{BC - DE}{F}$$

A=Alkalinin eşdeğer ağırlığı/g örnek

B= NaOH çözeltisinin miktarı (ml)

C= NaOH çözeltisinin normalitesi

D=HCl çözeltisinin miktarı (ml)

E= HCl çözeltisinin normalitesi

F= Örneğin ağırlığı (g)

2.3.5. FTIR Spektrumu Analizi

Şeker pancarı posası kullanılarak üretilen karboksimetil selüloz ve modifikasyonlarının ana yapısal gruplarını tanımlamak için FTIR spektrumu analizi Erciyes Üniversitesi Teknoloji Araştırma ve Uygulama Merkezinde gerçekleştirilmiştir. Örneklerin FT-IR spektrumu, Perkin-Elmer spektrumu GX FT-IR sisteminde (PerkinElmer, ABD) 4000–400 cm⁻¹ aralığında kaydedilmiştir.

2.3.6. Yoğunluk Analizleri

2.3.6.1. Yığın Yoğunluğu ve Sıkıştırılmış Yığın Yoğunluğu

CMC ve üretilen CMC modifikasyonlarının yığın yoğunluğu analizi için darası alınan plastik bir mezüre herhangi bir basınç uygulamadan örnekler doldurularak ağırlıkları belirlenmiştir. Örneklerin yığın yoğunlukları, ağırlıklarının hacimlerine oranı (g/ml) olacak şekilde her biri için ayrı ayrı belirlenmiştir. Mezür içindeki örneklerin sıkıştırılmış yığın yoğunluğu için ise aynı mezür hafif bir şekilde belli bir sayıda vurularak sıkıştırılmış ve mezürdeki son hacim ölçülmüştür. Sıkıştırılmış yığın yoğunluğunun hesaplaması için sıkışan örneğin hacminin kütesine oranı (g/ml) olacak şekilde her bir örnek için belirlenmiştir [52].

2.3.6.2. Carr İndeks ve Hausner Oranı Değerlerinin Belirlenmesi

Toz ürünlerin akma özellikleri Carr İndeks ve yapışma özellikleri Hausner Oranı değerleriyle belirlenmektedir. Carr İndeks ve Hausner Oranı hesaplamasında örneklerin yığın yoğunluğu (YY) ile sıkıştırılmış yığın yoğunluğu (SYY) değerlerinin verileri kullanılmıştır. Buna göre karboksimetil selüloz ve üretilen modifikasyonlarının akabilirlik ve akış özellikleri belirlenmiştir [53]. Tablo 2.3'de bu özelliklerin değerlerinin sınıflandırılması verilmiştir.

$$CI = \frac{YY - SYY}{YY}$$

$$HR = \frac{YY}{SYY}$$

2.3.7. Su Tutma Kapasitesi

Şeker pancarı posasından elde edilen karboksimetil selüloz ve üretilen CMC modifikasyonlarının su tutma kapasitesini belirlemek için; toz formdaki örneklerden 1 g alınarak darası bilinen santrifüj tüplerine konulmuştur. Her bir örneğin üzerine 30 ml saf su eklenmiş ve 1 dk boyunca vortekslenmiştir. Santrifüj tüpleri 24 saat oda sıcaklığında bekletilmiştir. Ardından 3000 g'de 20 dk santrifüjlenmiştir. Üstte kalan su dikkatli bir şekilde alınarak santrifüj tüpü tekrar tartılmıştır. Su tutma kapasitesi her bir örnek için gram başına örneğin bağladığı su miktarı olarak g/g cinsinden aşağıdaki denkleme göre hesaplanmıştır [54].

$$STK (g/g) = \frac{W2 - W1}{W1}$$

W1= Örnek Miktarı (g)

W2= Süpernatant Miktarı (g)

2.3.8. Yağ Tutma Kapasitesi

Şeker pancarından elde edilen selüloz karboksimetil selüloz ve bu örneklerin modifikasyonlarının yağ tutma kapasitesinin analizi su tutma kapasitesi analizi gibi yapılmıştır. Bunun için; toz haldeki örneklerden 1 g alınarak darası bilinen santrifüj tüplerine konulmuştur. Her bir örneğin üzerine 30 ml ayçiçek yağı eklenmiş ve 1 dk süreyle vortekslenmiştir. Santrifüj tüpleri 24 saat süreyle oda sıcaklığında bekletilmiştir. Ardından 3000 g'de 20 dk santrifüjlenerek üstte kalan su dikkatli bir şekilde alınarak santrifüj tüpü tekrar tartılmıştır. Yağ tutma kapasitesi her bir örnek için gram başına örneğin bağladığı yağ miktarı olarak g/g cinsinden aşağıdaki denkleme göre hesaplanmıştır [54].

$$YTK (g/g) = \frac{W2 - W1}{W1}$$

W1= Örnek Miktarı (g)

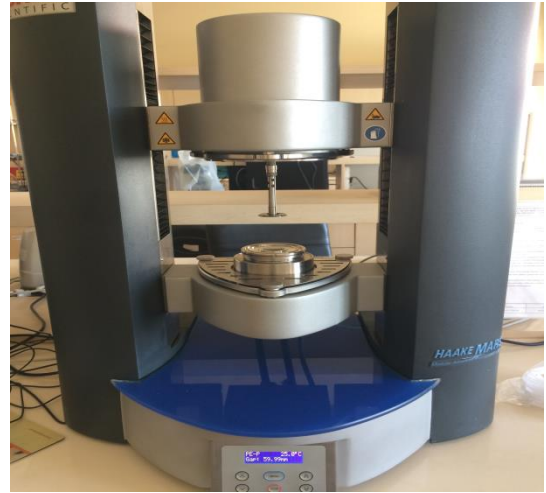
W2= Süpernatant Miktarı (g)

2.3.9. Karboksimetil Selüloz Örneklerinin Suda Çözünürlüğünün Belirlenmesi

Şeker pancarı selülozu kullanılarak elde edilen karboksimetil selüloz ve üretilen karboksimetil selüloz modifikasyonlarının suda çözünürlüklerinin belirlenmesi için örneklerden 0.5 g tartılarak üzerlerine 40 ml su ilave edilmiştir. Vorteks yardımıyla iyice çözündürülmüştür. Ardından 3500 rpm'de 5 dk boyunca santrifüj edilmiştir. Santrifüj sonrası üstte kalan sıvı kısımdan alınarak daha önceden sabit tartıma getirilmiş olan petrilere aktarılmıştır. 70°C'de 24 saat boyunca etüvde bekletilmiştir. Süre sonunda desikatöre alınarak sabit tartıma getirilmiştir. Örneklerin suda çözünürlüğü % olarak hesaplanmış ve ifade edilmiştir [56].

2.3.10. Reolojik Özelliklerin Tayini

Tez çalışması kapsamında üretilen karboksimetil selüloz ve karboksimetil selüloz modifikasyonlarının reolojik özelliklerinin belirlenmesi için %1, %1.5, %2, %2.5 ve %3'lük konsantrasyonlarda solüsyonlar hazırlanmıştır (Şekil 2.6). Bu amaçla saf su içinde CMC örneklerinin çözünmesinin tam anlamıyla sağlanması ve topaklaşmanın oluşmaması için solüsyonlar 24 saat boyunca oda sıcaklığında manyetik olarak karıştırılmıştır. Herhangi bir mikrobiyal kontaminasyonun oluşumunu engellemek için ise örneklerle bir miktar sodyum azid ilave edilmiştir. Hazırlanan CMC örneklerinin reolojik özelliklerini belirlemek için yapılan çalışmalarda kesme kontrollü ve peltier sistemli reometre (Thermo-HAAKE, Mars III, Karlsruhe, Almanya) kullanılmıştır. Steady Sweep ve dinamik özelliklerden Frequency Sweep ölçümleri için gerekli kalibrasyonlar yapılmıştır. Prob olarak plate/plate P35TiL probu kullanılarak oda sıcaklığında ölçümler yapılmıştır. Sabit kesme analizleri 1-100 s⁻¹ kesme hızı aralığında, solüsyonlardan 1'er ml olacak şekilde plaka üzerine enjekte edilmesiyle gerçekleştirilmiştir. Reolojik ölçümler 5-7 paralel olacak şekilde yapılmıştır. Steady Sweep özelliklerinden viskozite (η) ve kıvam katsayısı (K) değerleri Ostwald de Waele matematiksel modeline göre belirlenmiştir. Dinamik özellikleri belirlemek için ise Frequency Sweep testi yapılmıştır. Frequency Sweep testi için depo modülü (G') ile kayıp modülü (G'') değerleri ölçülmüş olup $|\eta^*|$ (kompleks viskozite) ve $\tan(\delta)$ (G''/ G') değerleri de belirlenmiştir. Veri eldesinde RheoWin Data Pro yazılımı ve elde edilen verilerin reolojik modeller vasıtasıyla analizinde ise RheoWin Data Manager yazılımları kullanılmıştır [30, 48, 57].



Şekil 2.6. CMC ve CMC modifikasyonlarının reolojik analizi

2.3.11. İstatistiksel Analizler

Şeker pancarı posası selülozu kullanılarak, klasik yöntemle üretilen karboksimetil selülozun üretim şartlarının optimize etmek için Design Expert 7.0.0 programı yanıt yüzey deneysel modeli kullanılmıştır. Şeker pancarı posasından üretilen selüloz ve bu selüloz kullanılarak üç farklı yöntem ile üretilen karboksimetil selüloz örneklerinin yapılan analizler sonucunda elde edilen özelliklerinin kıyaslanmasında ve bu özelliklerin istatistiksel olarak değerlendirilmesinde IBM SPSS Statistics 22 programı kullanılmıştır. Ortalamaların kıyaslanmasında tek faktör varyans analizi (ANOVA) kullanılmıştır. Gruplar arasındaki farklılıkların belirlenmesi amacıyla da Tukey çoklu karşılaştırma testi yapılmıştır.

3. BÖLÜM

BULGULAR

3.1. Hammaddede Yapılan Analizler

Tez çalışması kapsamında; şeker pancarı posasından selüloz, CMC ve CMC modifikasyonlarının üretimi için hammadde olarak kullanılan şeker pancarı posasının kimyasal özellikleri Tablo 3.1’de, posanın lignoselülozik madde içeriği ise Tablo 3.2’de gösterilmiştir.

Tablo 3.1. Şeker pancarı posasının kimyasal özellikleri

Nem Miktarı (%)	Kül Miktarı (%)	Protein Miktarı (%)	Yağ Miktarı (%)
77.66±0.02	5.68±0.01	8.43±0.09	0.41±0.05

±, standart sapma

Şeker pancarı posasının Nem miktarı %77.66±0.02, Kül miktarı %5.68±0.01, protein miktarı %0.41±0.09 ve yağ miktarı %0.41±0.05 olarak belirlenmiştir.

Tablo 3.2. Şeker pancarı posasının lignoselülozik madde içeriği

Pektin (%)	Hemiselüloz (%)	Lignin (%)	Selüloz (%)
11.15±0.11	34.49±0,06	< 0.1	33.31±0.01

Şeker pancarı posasının bileşiminde bulunan lignoselülozik madde içeriklerinin belirlenmesi için yapılan analizde pektin içeriği %11.15, hemiselüloz miktarı %34.49, lignin içeriği %0.1’den az ve selüloz miktarı %33.31 olarak belirlenmiştir.

3.2. Şeker Pancarı Posasından Üretilen Selüloza Ait Bulgular

3.2.1. Şeker Pancarı Selülozunun Kimyasal Özellikleri

Şeker pancarı selülozunda yapılan kimyasal analiz bulguları Tablo 3.3’de gösterilmiştir.

Tablo 3.3. Şeker pancarı selülozunun kimyasal özellikleri

Nem Miktarı (%)	Kül Miktarı (%)	Protein Miktarı (%)
3.47±0.02	3.27±0.06	0.79±0.12

±, standart sapma

Buna göre şeker pancarı selülozunun nem miktarı %3.47±0.02, kül miktarı %3.27±0.06 ve protein miktarı %0.79±0.12 olarak bulunmuştur.

3.2.2. Şeker Pancarı Selülozunun Yoğunluk ve Teknolojik Özellikleri

Şeker pancarı selülozunun yoğunluk özelliklerinin belirlenmesi amacıyla yığın yoğunluğu ve sıkıştırılmış yığın yoğunluğu analizleri yapılmış olup Carr Index ve Hausner Oranları belirlenmiştir. Teknolojik özelliklerinin belirlenmesi için de su tutma kapasitesi ve yağ tutma kapasitesi analizleri yapılmış olup sonuçlar Tablo 3.4’te gösterilmiştir.

Tablo 3.4. Şeker pancarı selülozunun yoğunluk ve teknolojik analiz özellikleri

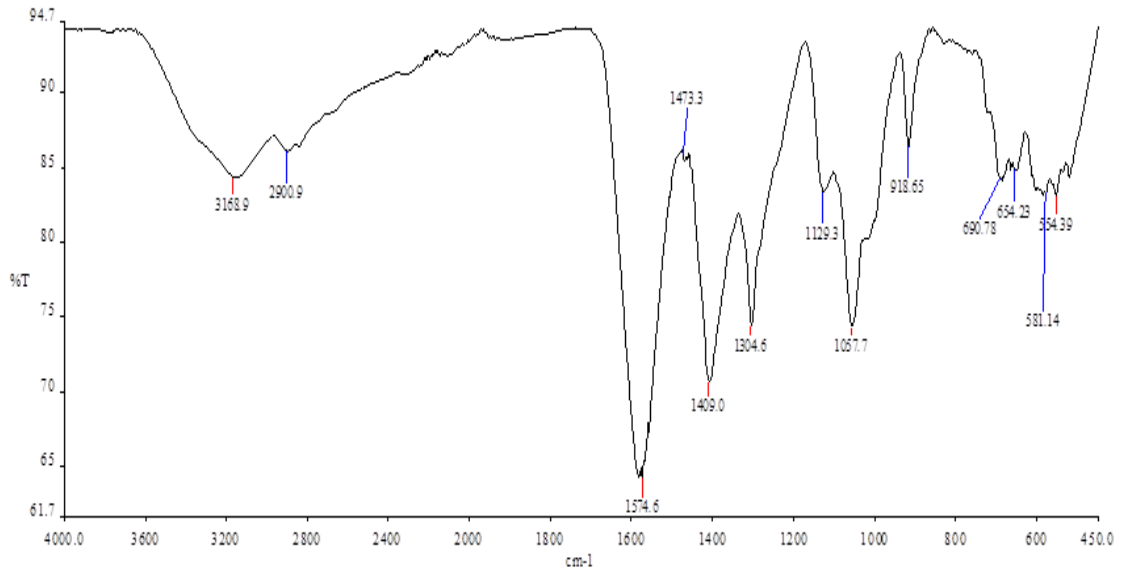
YY (g/ml)	SY (g/ml)	CI (g/ml)	HO (g/ml)	STK (g/g)	YTK (g/g)
0.68±0.00	0.82±0.01	17.33±2.49	0.83±0.02	4.14±0.01	2.31±0.06

YY: Yığın yoğunluğu, SY: Sıkıştırılmış yığın yoğunluğu, CI: Carr index, HO: Hausner oranı, STK: Su tutma kapasitesi, YTK: Yağ tutma kapasitesi, ±, standart sapma

Şeker pancarı selülozunun yığın yoğunluğu 0.68±0.00 g/ml, sıkıştırılmış yığın yoğunluğu 0.82±0.01 g/ml, Carr Index değeri 17.33±2.49 g/ml ve Hausner Oranı 0.83±0.02 g/ml olarak belirlenmiştir. Şeker pancarı selülozunun su tutma kapasitesi 4.14±0.01 g/g ve yağ tutma kapasitesi ise 2.31±0.06 olarak belirlenmiştir.

3.2.3. Şeker Pancarı Selülozunun FTIR Spektrumu Analizi

FTIR, maddeyi oluşturan atomlar arasındaki bağların titreşimi ile oluşan frekanslara karşılık gelen absorpsiyon pikleri ile örneğin yapısında bulunan karakteristik grupların neler olduğunu belirten spektrumlardır. FTIR, örneğin yapısında bulunan bütün grupların gösterildiği, bir nevi örneğin parmak izinin analizidir.



Şekil 3.1. Şeker pancarı selülozunun FTIR spektrumu

Şekil 3.1’de şeker pancarı selülozuna ait FTIR spektrumu verilmiştir. Buna göre; FTIR, maddeyi oluşturan atomlar arasındaki bağların titreşimi ile oluşan frekanslara karşılık gelen absorpsiyon pikleri ile örneğin yapısında hangi karakteristik grupların bulunduğunu belirten spektrumlardır. Toğrul (2002)’un yapmış olduğu çalışma dikkate alınarak pilot ölçekli olarak üretilen selülozun spektrumları yorumlandığında; 920.80 cm⁻¹ deki absorpsiyon bandı β-glikozidik bağların varlığını göstermektedir. 1050.4 cm⁻¹ ve 1054.2 cm⁻¹ deki bantlar C-OH grupları arasındaki bağları göstermektedir. 1101.4 cm⁻¹ ve 1155.1 cm⁻¹ deki bantlar C-O ve C-O-C gerilimlerinden kaynaklanmaktadır. 1310.9 cm⁻¹ deki bant C-O grupları arasında çok zayıf gerilim olduğu anlamına gelmektedir. 1310.9 cm⁻¹ ve 1370.1 cm⁻¹ grupları arasındaki bantlar O-H grupları arasındaki orta gerilmeden kaynaklanmaktadır. 2905.2 cm⁻¹, 3271.6 cm⁻¹ ile 3325.5 cm⁻¹ deki bantlar ise selülozun yapısında çok miktarda OH grubunun varlığına işaret etmektedir [55].

3.3. Şeker Pancarı Selülozundan CMC Üretim Yöntemi Optimizasyon Bulguları

Yanıt yüzey yönteminin merkezi kompozit dizaynı ile oluşturulan modellemede; CMC örneklerinin DS değerlerine ait olan verilere modelde kullanılan lamda değeri, olması gereken değerin altında olmadığı için herhangi bir transformasyon işlemi uygulanmamıştır. DS değeri üzerine etkisi istatistiksel olarak etkisi olmayan faktörleri ortadan kaldırmak için ise geri eleme (backward) yöntemi kullanılmıştır. Geri eleme, $\alpha=0.05$ önem düzeyinde yapılmıştır. Model olarak ise kuadratik model seçilmiştir. Modelleme sonucunda elde edilen faktörlerin DS değerine etkilerini gösteren varyans analiz sonucu Tablo 3.5’de gösterilmiştir. Oluşturulan modelin önemli ($p<0.01$), uyum eksikliği ise istenildiği üzere önemsiz ($p>0.05$) olarak bulunmuştur. Modelin önemli uyum eksikliğinin ise önemsiz olması, oluşturulan optimizasyonun modelinin uygun olduğunu göstermektedir. Faktörlerin DS değeri üzerine olan etkileri dikkate alınarak, CMC’ye ait tahmin edilen DS değerini belirlemek için oluşturulan regresyon denklemi aşağıda verilmiştir. Regresyon denkleminin determinasyon katsayısı olan R^2 değeri ise 0.915 olarak bulunmuştur. Determinasyon katsayısı (R^2) değerinin 0,75’in üzerinde olması başarılı bir model oluşturulduğunun anlamına gelmektedir.

$$DS = 0.30 + 0.048*A + 0.055*B - 0.022*C + 0.056*D + 2.068*A*B - 9.284*A*C + 6.650*A*D - 0.045*B*C - 9.235*B*D + 0.014*C*D + 0.064*A^2 + 0.055*B^2 - 0.046*C^2 - 0.027*D^2$$

Tablo 3.5. Klasik yöntem ile optimum CMC üretiminde DS değerine ait ANOVA tablosu

Kaynak	Kareler toplamı	SD	Kareler ortalaması	F Değeri	p-değeri Prob>F	
Model	0.23	14	0.016	9.23	0.0002	Önemli
A-Sıcaklık	0.041	1	0.041	23.03	0.0004	
B-Süre	0.055	1	0.055	31.32	0.0001	
C-NaOH	0.895	1	0.895	5.08	0.0437	
D-SCA	0.056	1	0.056	31.77	0.0001	
AB	6.840	1	6.840	0.039	0.8472	
AC	1.3791	1	1.3791	0.78	0.3940	
AD	7.077	1	7.077	0.40	0.5384	
BC	0.032	1	0.032	18.13	0.0011	
BD	1.365	1	1.365	0.77	0.3964	
CD	3.110	1	3.110	1.76	0.2089	
A ²	0.011	1	0.011	6.05	0.0300	
B ²	7.778	1	7.778	4.41	0.0576	
C ²	5.849	1	5.849	3.32	0.0936	
D ²	1.831	1	1.831	1.04	0.3283	
Rezidual	0.021	12	1.764			
Uyum eksikliği	0.019	10	1.928	2.04	0.3734	Önemsiz
Standart Sapma	0.04					
Ortalama	0.33					
Varyasyon	12.82					
Katsayısı (%)						
R ²	0,91					

p<0.05, SD: Serbestlik derecesi, R²: Determinasyon katsayısı

Klasik yöntem ile şeker pancarı selülozundan CMC üretiminde, optimum proses şartlarının belirlenmesi için yanıt yüzey yönteminin merkezi kompozit dizaynı ile oluşturulan deneysel modele ait 27 deneme noktasındaki değerlere göre üretilen CMC'de yapılan sübstitüsyon derecesi analizi sonuçları Tablo 3.6'da gösterilmiştir. Klasik yöntem ile CMC üretimi için yanıt yüzey deneysel matematiksel modelde NaOH konsantrasyonu, SCA miktarı karboksimetilasyon sıcaklığı ve karboksimetilasyon süresi olmak üzere dört faktör belirlenmiştir. Sübstitüsyon derecesi (DS) ise yanıt olarak belirlenmiştir. Yapılan analizler sonucunda, Tablo 3.6'ya göre 27 model arasından en yüksek DS değeri; 70°C sıcaklık, 360 dakika süre %10 NaOH konsantrasyonu ve 1.8 oranında SCA miktarı koşullarında elde edilmiştir. Modelleme sonuçlara göre Design Expert programı tarafından, optimum DS değerinin elde edileceği koşullar ise 70°C sıcaklık, 360 dakika süre %13.14 NaOH konsantrasyonu ve 1.72 oranında SCA miktarı

olarak öngörülmüştür. Bu koşullar uygulanarak CMC üretimi uygulandığında DS değerinin 0.57 olacağı program tarafından tahmin edilmiştir.

Tablo 3.6. Deneme noktaları için süstitüsyon derecesi analizi

No	Sıcaklık (°C)	Süre (dk)	NaOH (%)	SCA (oransal)	DS
1	30	60	10	1	0.17
2	70	60	10	1	0.30
3	30	360	10	1	0.35
4	70	360	10	1	0.46
5	30	60	30	1	0.18
6	70	60	30	1	0.22
7	30	360	30	1	0.27
8	70	360	30	1	0.33
9	30	60	10	1.8	0.25
10	70	60	10	1.8	0.32
11	30	360	10	1.8	0.44
12	70	360	10	1.8	0.60
13	30	60	30	1.8	0.35
14	70	60	30	1.8	0.48
15	30	360	30	1.8	0.33
16	70	360	30	1.8	0.41
17	30	210	20	1.4	0.34
18	70	210	20	1.4	0.41
19	50	60	20	1.4	0.33
20	50	360	20	1.4	0.40
21	50	210	10	1.4	0.30
22	50	210	30	1.4	0.22
23	50	210	20	1	0.22
24	50	210	20	1.8	0.34
25	50	210	20	1.4	0.25
26	50	210	20	1.4	0.31
27	50	210	20	1.4	0.28

Tablo 3.6'dan da anlaşılacağı üzere optimum CMC üretiminde en yüksek DS değerinin karboksimetilasyon sıcaklığı ve süresi ile NaOH konsantrasyonu ve SCA miktarlarından yalnızca birinin ya da birkaçının değil, tamamının uygun koşullarda sağlanmasıyla elde edildiği gözlenmiştir. Bu yüzden CMC üretiminde alkalizasyon basamağı, karboksimetilasyon miktarı, sıcaklığı ve süresi büyük önem arz etmektedir.

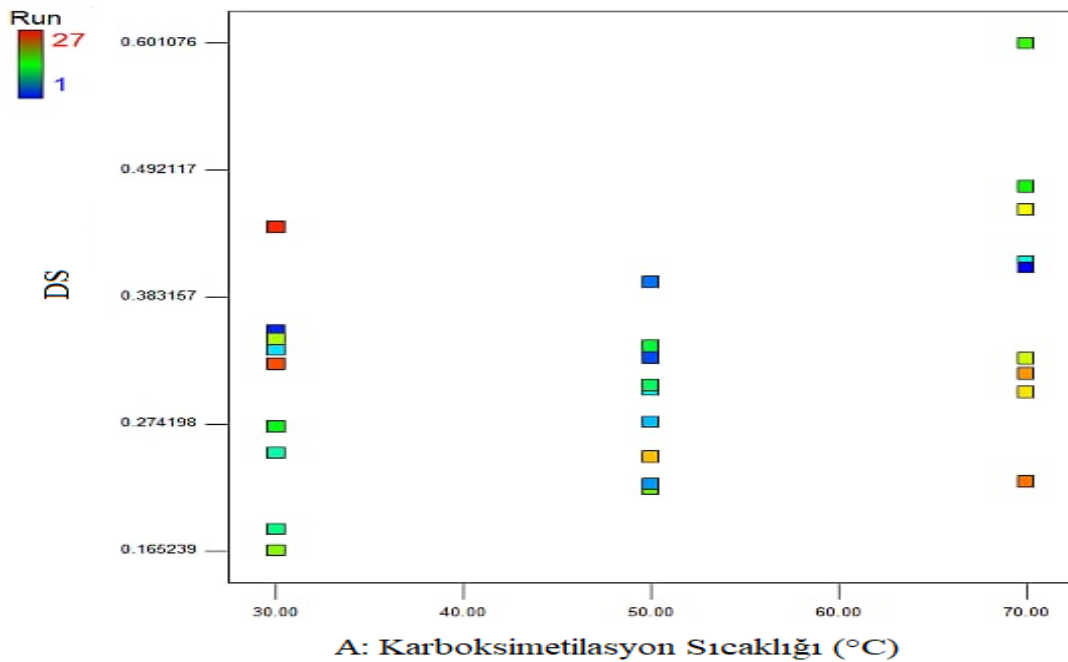
Üretilen CMC örneklerinin DS değerlerinin Şekil 3.2, Şekil 3.3, Şekil 3.4 ve Şekil 3.5'te sırasıyla sıcaklık, süre, %NaOH ve SCA miktarlarına göre dağılım grafikleri verilmiştir.

Şekil 3.2'ye göre CMC örneklerinin DS değerinin karboksimetilasyon sıcaklığına göre dağılım grafikleri incelendiğinde örneklerin düzenli bir dağılım göstermediği gözlenmiştir. Yalnızca sıcaklık göz önüne alındığında en yüksek ve en düşük DS değerinin de 30°C'lik bir karboksimetilasyon sıcaklığı uygulandığında elde edildiği gözlenmiştir. Buna göre tek başına sıcaklık parametresinin DS değeri üzerinde bir etkisi gözlenmemiştir.

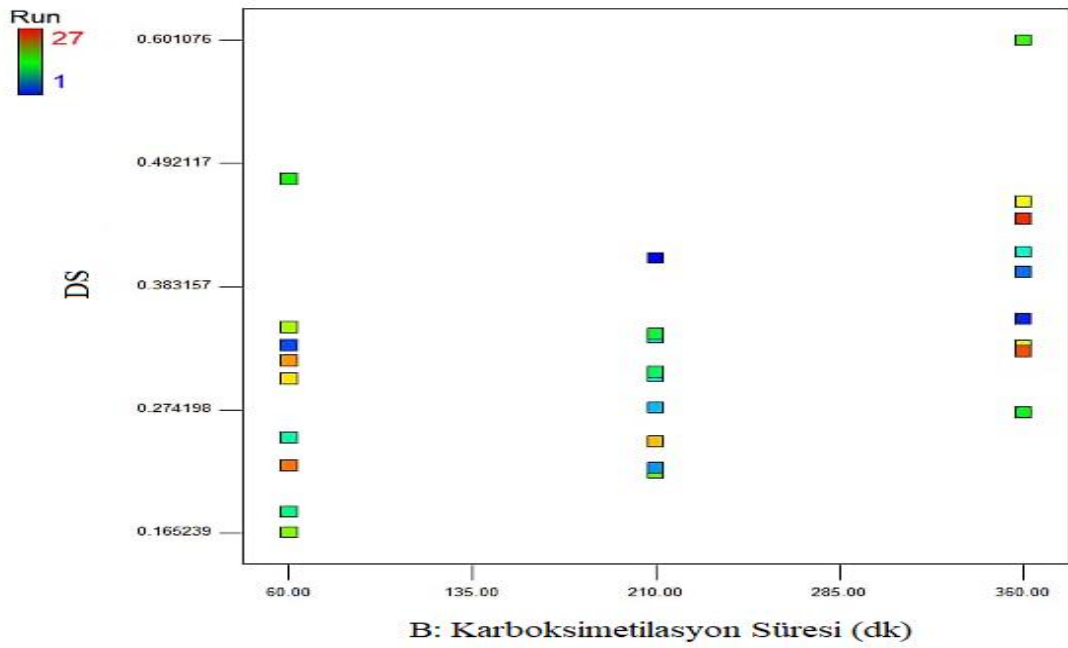
Şekil 3.3'de CMC örneklerinin DS değerlerinin karboksimetilasyon süresine göre dağılım grafikleri incelendiğinde; en düşük DS değeri karboksimetilasyon süresi 210 dk olduğunda, en yüksek DS değeri ise karboksimetilasyon süresi 360 dk olduğunda gözlenmiştir.

Şekil 3.4'deki dağılım grafiğine göre CMC örneklerinin DS değeri %10 NaOH konsantrasyonunda en düşük DS değeri ise %20 NaOH konsantrasyonunda gözlenmiştir.

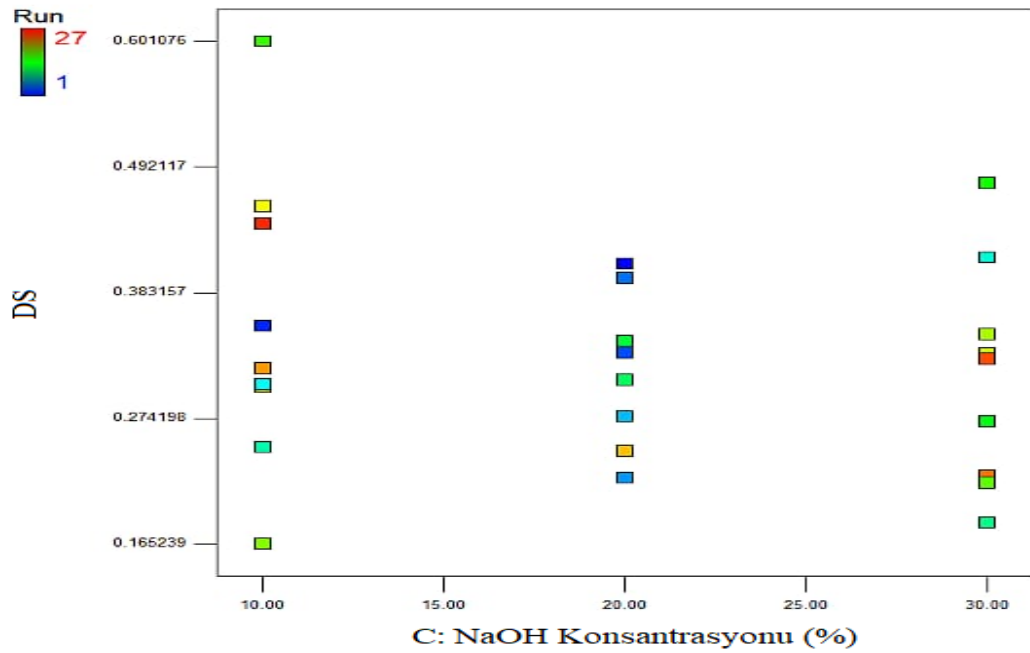
Şekil 3.5'te gösterilen dağılım grafiğinde ise; CMC örneklerinin en düşük DS değeri selüloz miktarına göre 1:1 olarak oranlandığında, en yüksek DS değeri ise 1:1.8 olarak oranlandığında gözlenmiştir.



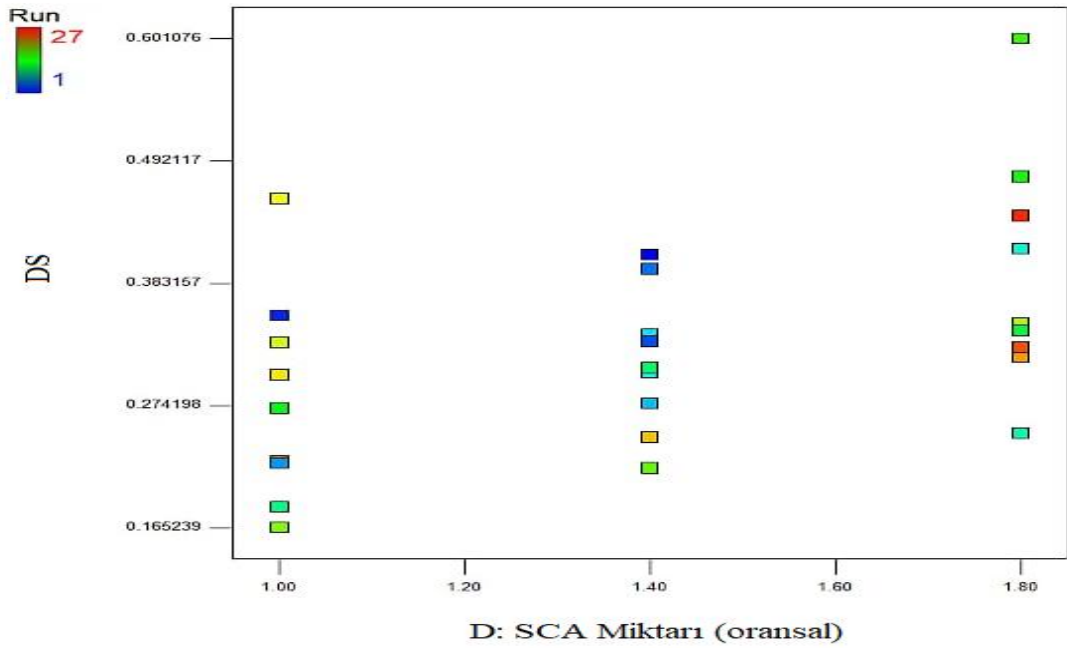
Şekil 3.2. Klasik yöntem ile üretilen optimum CMC'nin DS değerlerindeki değişimin karboksimetilasyon sıcaklığına göre dağılımı



Şekil 3.3. Klasik yöntem ile üretilen optimum CMC'nin DS değerlerindeki değişimin karboksimetilasyon süresine göre dağılımı



Şekil 3.4. Klasik yöntem ile üretilen optimum CMC'nin DS değerlerindeki değişimin NaOH konsantrasyonuna göre dağılımı

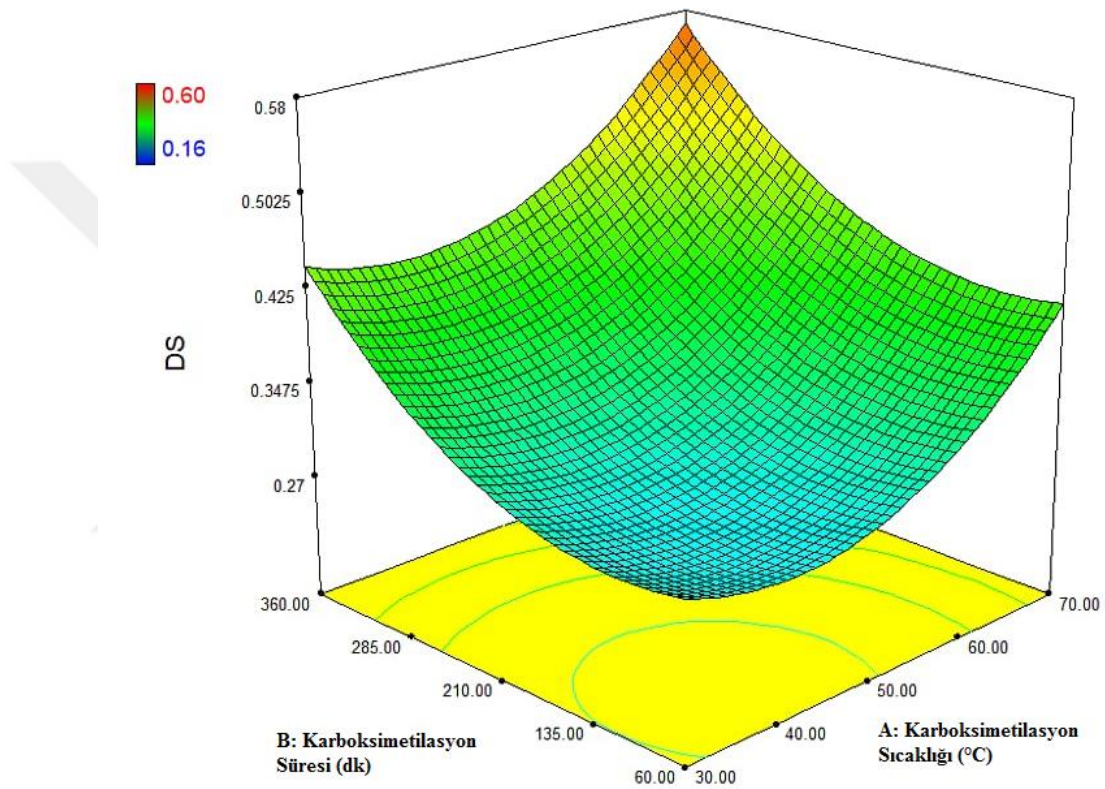


Şekil 3.5. Klasik yöntem ile üretilen optimum CMC'nin DS değerlerindeki değişimin SCA miktarına göre dağılımı

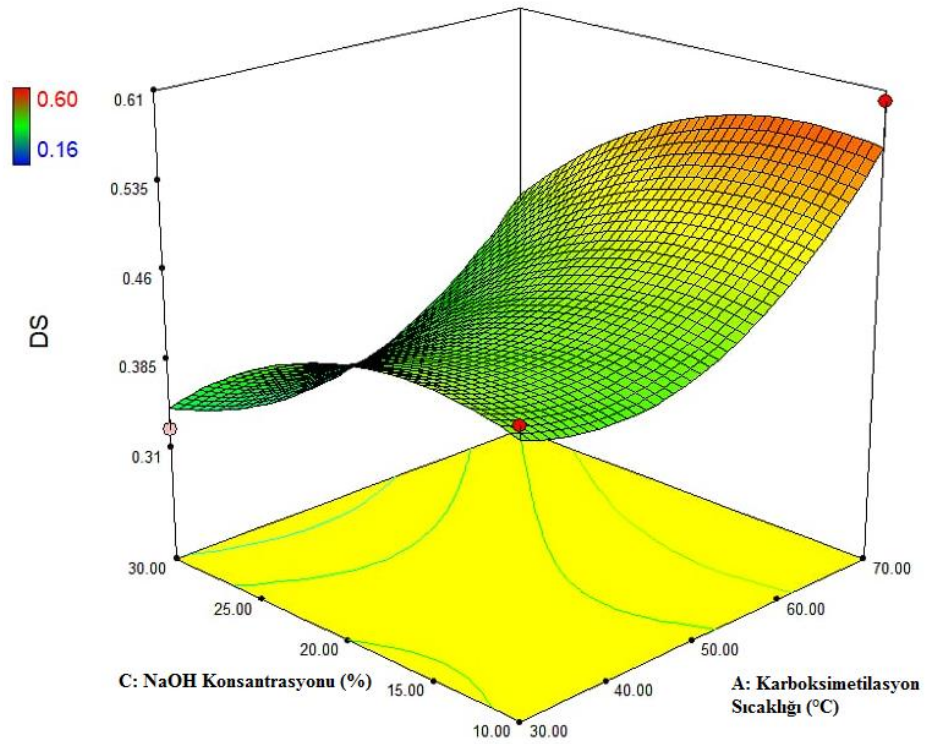
Üretilen CMC'nin DS değerinin; Şekil 3.6'da uygulanan karboksimetilasyon süresi ve karboksimetilasyon sıcaklığına bağlı olarak değişim grafiği, Şekil 3.7'de NaOH konsantrasyonunun karboksimetilasyon sıcaklığına bağlı olarak değişim grafiği, Şekil 3.8'de SCA miktarının karboksimetilasyon sıcaklığına bağlı değişim grafiği, Şekil 3.9'da NaOH konsantrasyonunun karboksimetilasyon süresine bağlı değişim grafiği, Şekil 3.10'da SCA miktarının karboksimetilasyon süresine göre değişim grafiği ve Şekil 3.11'de SCA miktarının NaOH konsantrasyonuna bağlı değişim grafiği verilmiştir.

Şekil 3.6'da görüldüğü üzere yüksek karboksimetilasyon sıcaklığı ve karboksimetilasyon süresi birlikte uygulandığı noktalarda DS değerinin yüksek değerlerde olduğu, düşük karboksimetilasyon sıcaklığı ve süresinin birlikte uygulandığı noktalarda ise düşük seviyelerde olduğu gözlenmiştir. Şekil 3.7'de belirtilen grafikte düşük konsantrasyonda NaOH kullanımı ve yüksek derecede karboksimetilasyon sıcaklığı uygulaması yapıldığı noktalarda DS değerinin yüksek olduğu gözlenmiştir. Şekil 3.8'de gözlemlendiği şekilde, en yüksek DS değeri, en yüksek karboksimetilasyon sıcaklığı olan 70°C ve en yüksek SCA miktarı olan 1.8 oranı uygulandığında elde edilmiştir. Şekil 3.9'a göre elde edilen en yüksek DS değeri, düşük konsantrasyonlarda uygulanan NaOH konsantrasyonu ve 360 dk olarak belirlenen yüksek

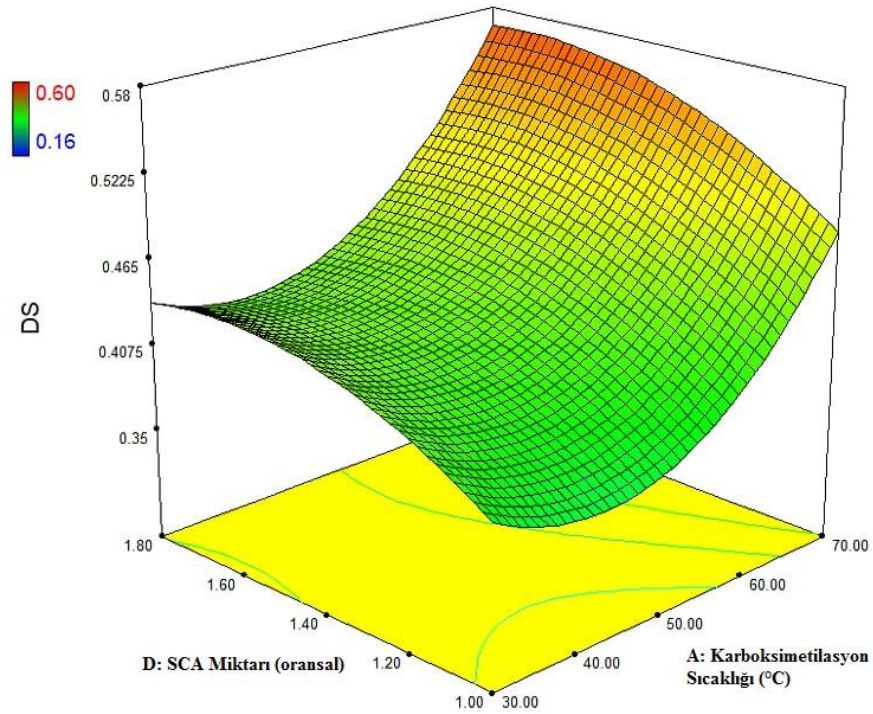
karboksimetilasyon süresinin olduğu noktada gözlenmiştir. Şekil 3.10’da gösterilen grafikte modellemeye belirlenen en yüksek SCA miktarı olan 1.8 oranının ve en fazla süre olan 360 dakikanın birlikte uygulanması sonucu yüksek DS değerlerinin elde edildiğini göstermektedir. Şekil 3.11’de ise düşük konsantrasyonlarda ilave edilen (%10) NaOH’ın ve yüksek oranda ilave edilen SCA miktarının, en yüksek DS değerinin elde edilmesini sağladığı grafikten anlaşılmaktadır.



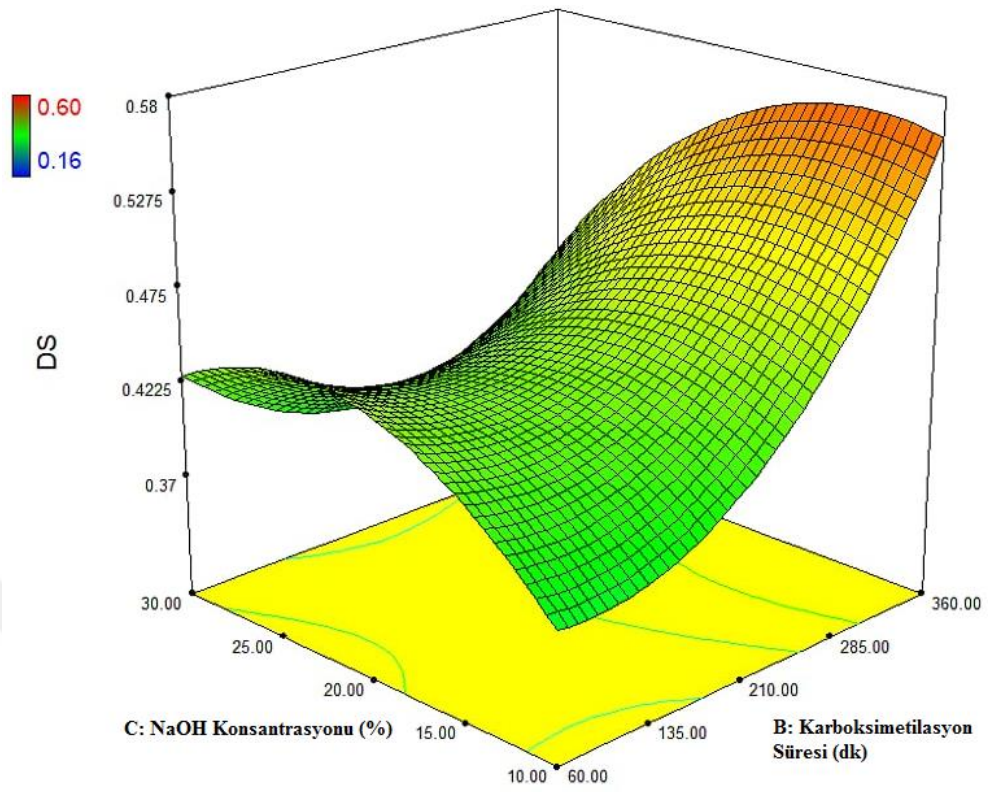
Şekil 3.6. Klasik yöntem ile üretilen optimum CMC’nin DS değerinin uygulanan karboksimetilasyon süresi ve sıcaklığına bağlı olarak değişimi



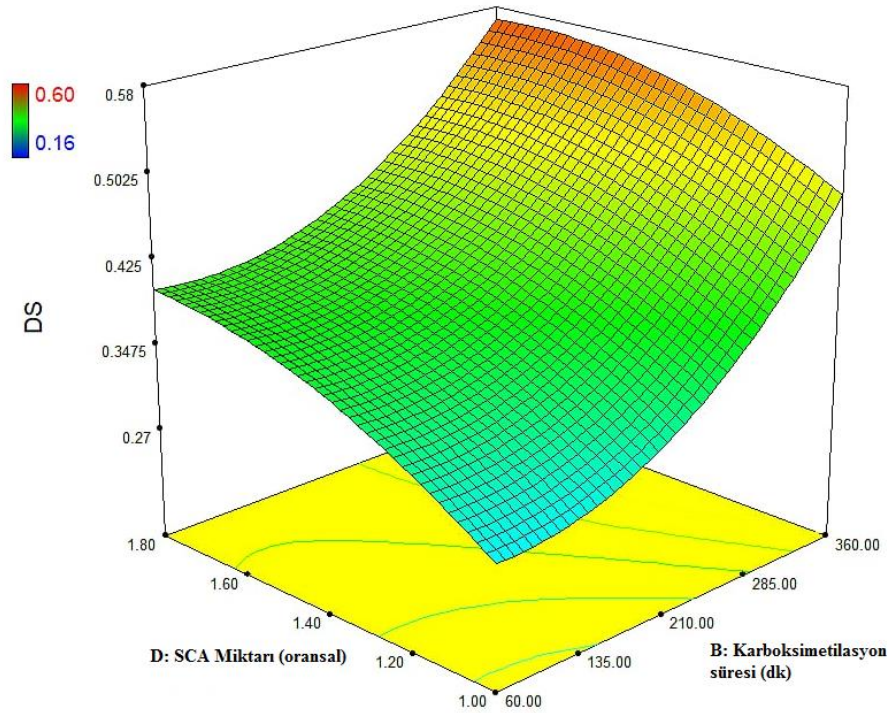
Şekil 3.7. Klasik yöntemle üretilen optimum CMC'nin DS değerinin NaOH konsantrasyonu ve uygulanan karboksimetilasyon sıcaklığına bağlı olarak değişimi



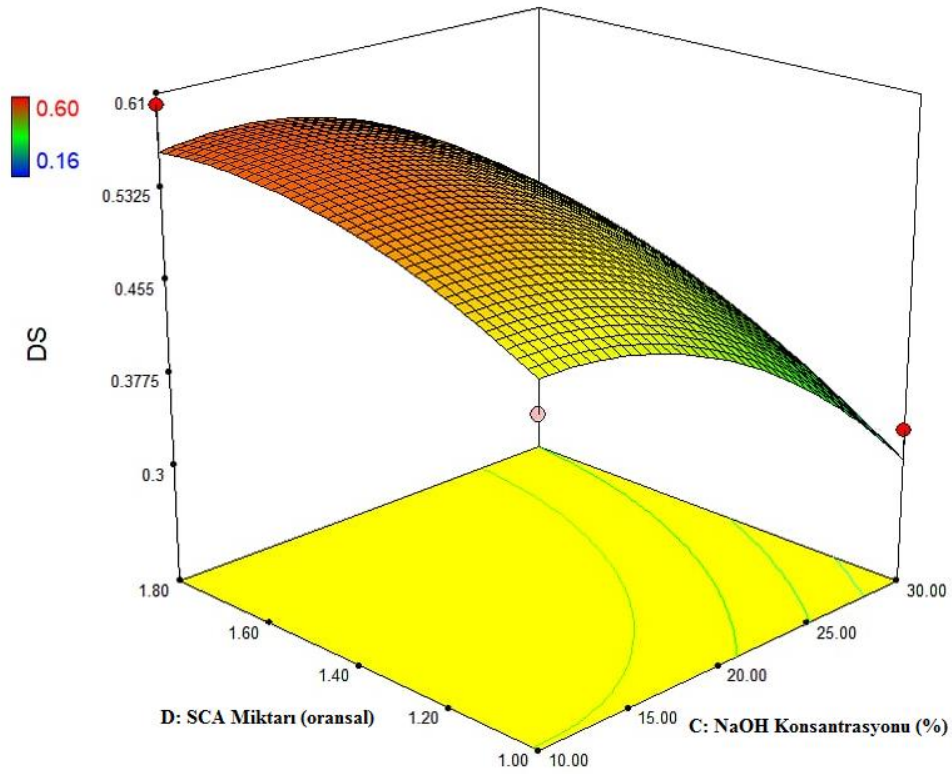
Şekil 3.8. Klasik yöntemle üretilen optimum CMC'nin DS değerinin SCA miktarı ve uygulanan karboksimetilasyon sıcaklığına bağlı olarak değişimi



Şekil 3.9. Klasik yöntemle üretilen optimum CMC'nin DS değerinin NaOH konsantrasyonu ve uygulanan karboksimetilasyon süresine bağlı olarak değişimi



Şekil 3.10. Klasik yöntemle üretilen optimum CMC'nin DS değerinin SCA miktarı ve uygulanan karboksimetilasyon süresine bağlı olarak değişimi



Şekil 3.11. Klasik yöntemle üretilen optimum CMC'nin DS değerinin SCA miktarı ve NaOH konsantrasyonuna bağlı olarak değişimi

3.4. Şeker Pancarı Selülozundan Üretilen Optimum CMC ve CMC Modifikasyonlarına Ait Bulgular

Şeker pancarı selülozundan klasik yöntemle CMC üretimi için bir matematiksel modelleme oluşturulmuş ve modelleme sonucunda elde edilen veriler doğrultusunda optimum CMC üretim yöntemi belirlenmiştir. Modifikasyonlar ise optimum CMC üretimi belirlendikten sonra proseste seçilen basamaklara uygulanmıştır. Bütün bunların sonucunda matematiksel modellemeden elde edilen yöntemle göre üretilen CMC referans olarak belirlenmiştir. Farklı modifikasyonlar yapılarak elde edilen CMC'ye yapılan analizler, optimum olarak belirlenen CMC ile istatistiksel olarak karşılaştırılmıştır.

3.4.1. Optimum CMC ve Üretilen CMC Modifikasyonlarının Kimyasal Özellikleri

Şeker pancarı selülozundan elde edilen CMC ve modifikasyonlarının kimyasal özelliklerini belirlemek amacıyla nem, kül, protein miktarı ve pH değerleri belirlenmiştir.

Tablo 3.7. Optimum CMC ve üretilen CMC modifikasyonlarının kimyasal özellikleri

Örnek Adı	Nem Miktarı (%)	Kül Miktarı (%)	Protein Miktarı (%)	pH (%1'lik)
CMC	5.28±0.08 ^{ab}	7.82±0.15 ^a	0.70±0.00 ^a	7.35±0.00 ^a
AÖ %5 Borax	5.18±0.02 ^a	17.30±0.16 ^b	0.69±0.00 ^a	7.31±0.00 ^a
AÖ %10 Borax	5.56±0.20 ^{ab}	36.21±0.17 ^c	0.60±0.00 ^a	7.93±0.02 ^b
NÖ %5 Borax	5.61±0.08 ^{ab}	19.82±0.08 ^d	0.65±0.05 ^a	6.98±0.02 ^c
NÖ %10 Borax	5.26±0.23 ^{ab}	42.12±0.26 ^e	0.65±0.04 ^a	7.82±0.01 ^d
SFS %0.1 AgNO ₃	5.70±0.03 ^b	15.44±0.28 ^f	0.69±0.00 ^a	7.44±0.00 ^e

AÖ: Alkalizasyon öncesi, NÖ: Nötralizasyon öncesi, SFS: Saflaştırma sonrası, ±, standart sapma
Aynı sütundaki farklı küçük harfler belirtilen değerler arasında istatistiksel olarak önemli bir farklılık olduğunu belirtmektedir ($p < 0.05$).

Tablo 3.7'ye göre nem miktarlarına bakıldığında; en düşük nem miktarı % 5.18±0.02 ile AÖ %5 Borax modifikasyonlu CMC'de, en yüksek nem miktarı ise SFS %0.1 AgNO₃ modifikasyonlu CMC'de % 5.70±0.03 olarak hesaplanmıştır. Optimum CMC, AÖ %10 modifikasyonlu CMC, NÖ %5 borax ile modifiye edilmiş CMC ve NÖ %10 borax ile modifiye edilmiş CMC'nin nem miktarları arasında istatistiksel olarak bir farklılık gözlenmemiştir ($p>0.05$).

CMC örneklerinin kül miktarı değerlerine bakıldığında en düşük kül miktarı % 7.82±0.15 ile optimum CMC'ye en yüksek kül miktarı ise % 42.12±0.26 ile NÖ %10 borax ile modifiye edilmiş CMC'ye aittir. Optimum CMC ile modifikasyonları arasında istatistiksel olarak önemli olarak fark olduğu gözlenmiştir ($p<0.05$).

Üretilen CMC ve modifikasyonlarının % protein miktarları Tablo 3.7'den görüleceği üzere birbirine çok yakın belirlenmiştir. En düşük protein miktarı AÖ %10 modifikasyonlu CMC'de %0.60±0.00 ile en yüksek protein miktarına da % 0.70±0.00 değeri ile optimum CMC'de bulunmuştur. Protein miktarlarına istatistiksel olarak

bakıldığında ise örnekler arasında herhangi bir farklılığın olmadığı tespit edilmiştir ($p>0.05$).

Optimum CMC ve bunun modifikasyonlarının pH değeri AÖ %10 borax modifikasyonunda 7.93 ± 0.02 ve NÖ %5 borax modifikasyonunda 6.98 ± 0.02 olarak gözlenmiştir. Optimum CMC ve AÖ %5 borax modifikasyonlu CMC arasında istatistiksel olarak fark bulunmazken ($p>0.05$), diğer modifikasyonların hem birbirleriyle hem de optimum CMC ile istatistiksel olarak farklı olduğu tespit edilmiştir ($p<0.05$).

3.4.2. Optimum CMC ve Üretilen CMC Modifikasyonlarının Sübstitüsyon Derecesi Özellikleri

Sübstitüsyon derecesi (DS); selüloz molekülünün yapısını oluşturan glikoz birimlerinde bulunan üç hidroksil grubunun sübstitüe edilme sayısını belirtmektedir. Tablo 3.8’de şeker pancarı selülozundan üretilen optimum CMC ve modifikasyonlarının DS analizi sonuçlarını gösterilmiştir.

Tablo 3.8. Optimum CMC ve üretilen CMC modifikasyonlarının DS değeri bulguları

Örnek Adı	Sübstitüsyon Derecesi (DS)
CMC	0.59 ± 0.02^a
AÖ %5 Borax	0.52 ± 0.02^b
AÖ %10 Borax	0.53 ± 0.01^{ab}
NÖ %5 Borax	0.54 ± 0.01^{ab}
NÖ %10 Borax	0.50 ± 0.01^{ab}
SFS %0.1 AgNO ₃	0.57 ± 0.00^{ab}

AÖ: Alkalizasyon öncesi, NÖ: Nötralizasyon öncesi, SFS: Sıfırlama sonrası, $\pm$, standart sapma
Aynı sütundaki farklı küçük harfler belirtilen değerler arasında istatistiksel olarak önemli bir farklılık olduğunu belirtmektedir ($p < 0.05$).

Şeker pancarı selülozundan üretilen optimum CMC ve CMC’nin modifikasyonlarının DS değerlerine bakıldığında (Tablo 3.8), en yüksek değer 0.59 ± 0.02 ile optimum CMC’ye en düşük değer ise 0.50 ± 0.01 ile NÖ %10 Borax modifikasyonu ile üretilen CMC’ye aittir. Değerler istatistiksel olarak karşılaştırıldığında ise Optimum CMC’nin AÖ %5 borax ile istatistiksel olarak farklı olduğu ($p<0.05$) ancak diğer modifikasyonlar ile aralarında istatistiksel olarak önemli bir fark bulunmadığı ($p>0.05$) gözlenmiştir.

3.4.3. Optimum CMC ve Üretilen CMC Modifikasyonlarının Suda Çözünürlük Özellikleri

Şeker pancarı posası selülozundan üretilen optimum CMC ve modifikasyonlarının suda çözünürlük özelliklerinin belirlenmesi için yapılan analiz sonuçları Tablo 3.9’da verilmiştir.

Tablo 3.9. Optimum CMC ve üretilen CMC modifikasyonlarının suda çözünürlüğü

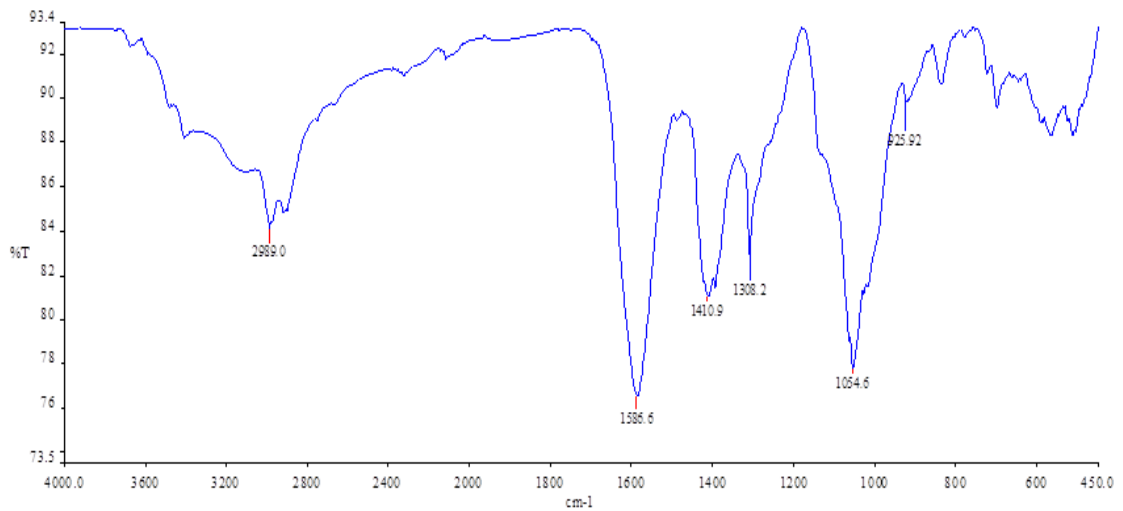
Örnek Adı	Suda Çözünürlük (%)
CMC	88.28±0.26 ^a
AÖ %5 Borax	97.62±1.12 ^b
AÖ %10 Borax	99.50±0.07 ^b
NÖ %5 Borax	98.42±0.04 ^b
NÖ %10 Borax	99.10±0.03 ^b
SFS %0.1 AgNO ₃	90.58±0.26 ^a

AÖ: Alkalizasyon öncesi, NÖ: Nötralizasyon öncesi, SFS: Saflaştırma sonrası, ±, standart sapma
Aynı sütundaki farklı küçük harfler belirtilen değerler arasında istatistiksel olarak önemli bir farklılık olduğunu belirtmektedir ($p < 0.05$).

Optimum CMC örneğinin suda çözünürlüğüne bakıldığında %88.28±0.26 olarak hesaplandığı gözlenmiştir. Modifikasyon sonucu üretilen CMC örneklerinin suda çözünürlük değerleri Tablo 3.9’a göre; alkalizasyon öncesi %5 borax modifikasyonlu CMC için %97.62±1.12, alkalizasyon öncesi %10 borax modifikasyonlu CMC için %99.50±0.07, nötralizasyon öncesi %5 borax modifikasyonlu CMC için %98.42±0.04, nötralizasyon öncesi %10 borax ile modifiye edilen CMC için %99.10±0.03 ve saflaştırma sonrası %0.1 AgNO₃ modifikasyonlu CMC için %90.58±0.26 olarak belirlenmiştir. Bu durumda borax ile modifikasyonu sağlanan CMC örnekleri için suda çözünürlük özelliğinin arttığı gözlemlenmiştir. Örnekler istatistiksel olarak karşılaştırdıklarında ise optimum CMC ile SFS %0.1 AgNO₃ modifikasyonlu CMC arasında istatistiksel olarak önemli bir fark bulunmazken ($p>0.05$), optimum CMC ve borax ile modifiye edilen CMC’ler arasındaki fark istatistiksel olarak önemli olduğu görülmüştür ($p<0.05$).

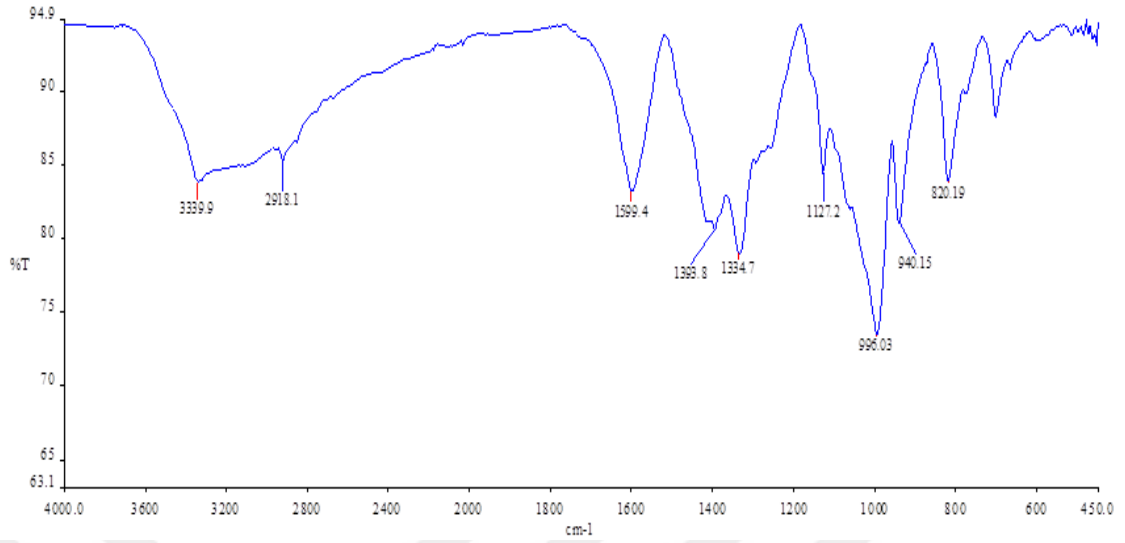
3.4.4. Optimum CMC ve Üretilen CMC Modifikasyonlarının FTIR Spektrumu Analizi Bulguları

Şeker pancarı posası selülozu kullanılarak üretilen CMC ve modifikasyonlarının FTIR analizi spektrum sonuçları Şekil 3.12, Şekil 3.13, Şekil 3.14, Şekil 3.15, Şekil 3.16, Şekil 3.17’de verilmiştir. Optimum CMC ve modifikasyonla üretilen CMC’ler arasındaki farkları gözlemek için ise Şekil 3.18’de spektrumlar toplu olarak verilmiştir.



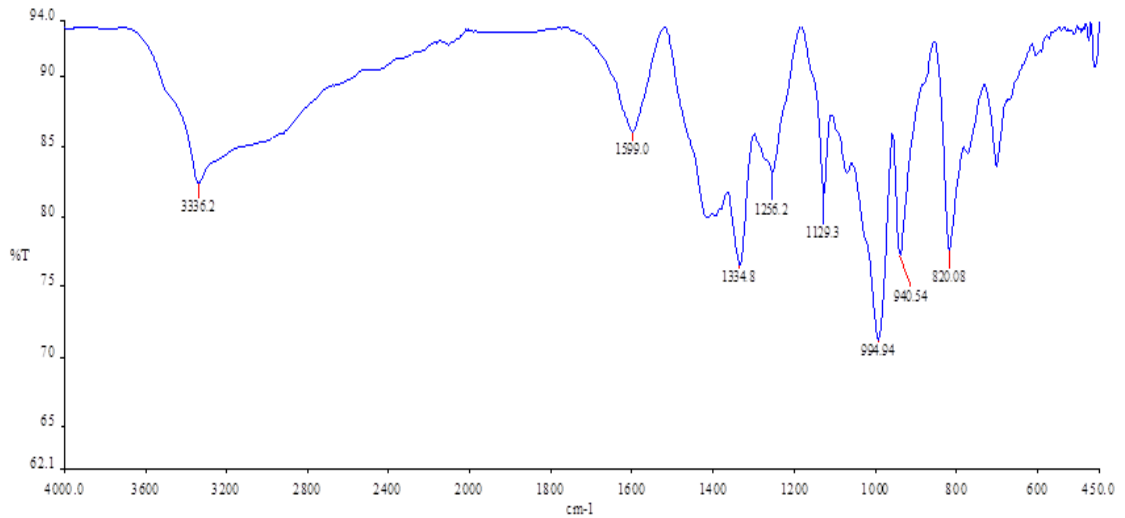
Şekil 3.12. Optimum CMC örneğinin FTIR spektrumu

Optimum CMC örneğinin FTIR spektrumuna bakıldığında (Şekil 3.12), 925 cm⁻¹ bandı şiddetli C=C eğilmesinden kaynaklanmakta olup sübstüte edilen grupların varlığını göstermektedir. 1054 cm⁻¹ ve 1308 cm⁻¹ bantları CMC’nin yapısında bulunan karbonil grubunun simetrik gerilimini göstermektedir. 1410 cm⁻¹ ‘deki pik karboksimetil selülozdaki COOH grubunun asimetrik geriliminden kaynaklanmaktadır. 1585 cm⁻¹ ‘deki bant karboksimetil selülozun yapısının çok az da olsa hidroliz olmasından kaynaklı ortama geçen karboksil grubunun simetrik geriliminden ileri gelmektedir. 2919 cm⁻¹ ‘deki bant ise C-H gruplarının orta şiddetli gerilimlerinden kaynaklanmaktadır [55, 58].



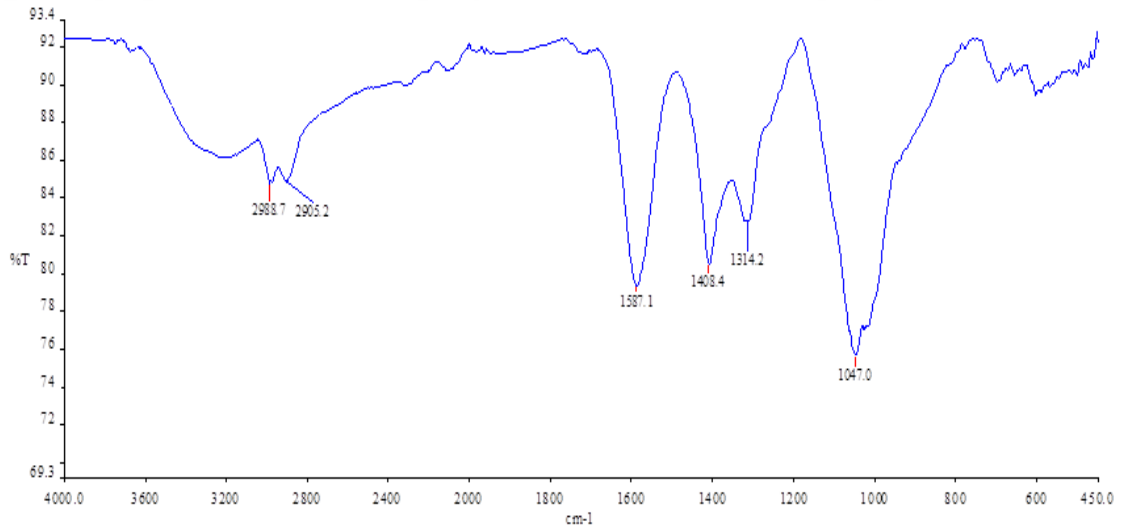
Şekil 3.13. Alkalizasyon öncesi %5 Borax modifikasyonlu (AÖ %5 Borax) CMC örneğinin FTIR spektrumu

AÖ %5 Borax modifikasyon CMC'nin FTIR spektrumları incelendiğinde, 820cm⁻¹ bandı şiddetli C-H eğilmesinden, 940 cm⁻¹, 996 cm⁻¹ 'deki pikler şiddetli C=C eğilmesinden kaynaklanmakta olup CMC'nin yapısındaki sübstüte olan grupların varlığını göstermektedir. 1127 cm⁻¹ ve 1334 cm⁻¹ 'deki bantlar şiddetli C-O gerilmesinden, 1393 cm⁻¹ 'deki pik ise orta O-H eğilmesinden kaynaklanmaktadır. 1599 cm⁻¹ 'de bulunan bant C=C gerilmesinden kaynaklanmaktadır. Sonda bulunan, 2918 cm⁻¹ ve 3339 cm⁻¹ 'deki bant C-H gruplarının orta şiddetli gerilimlerinden kaynaklanmaktadır [55, 58].



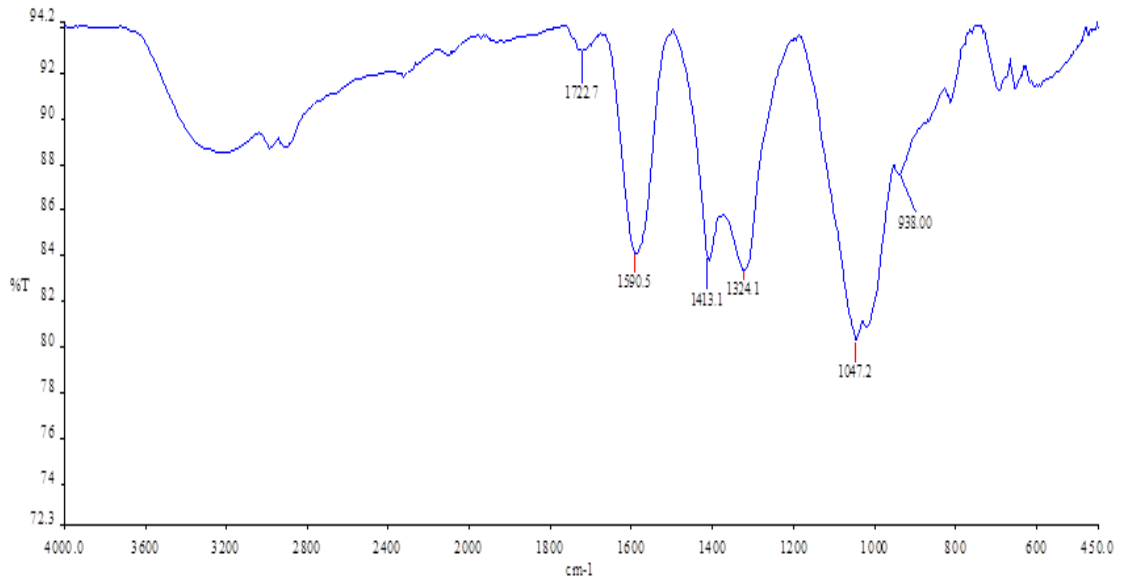
Şekil 3.14. Alkalizasyon öncesi %10 Borax modifikasyonlu (AÖ %10 Borax) CMC örneğinin FTIR spektrumu

Alkalizasyon öncesi %10 Borax kullanılarak modifiye edilen CMC'nin FTIR spektrumu Şekil 3.14'te verilmiştir. AÖ %5 Boraxla yapılan modifikasyon sonucu üretilen CMC ile büyük oranda benzerlik göstermiştir. 820 cm^{-1} bandı şiddetli C-H eğilmesinden, 940 cm^{-1} , 994 cm^{-1} 'deki bantlar ise şiddetli C=C eğilmesinden kaynaklanmakta olup selülozun CMC'ye dönüşürken yapısının iyi bir şekilde sübstüte olduğu anlamına gelmektedir. 1129 cm^{-1} , 1256 cm^{-1} ve 1334 cm^{-1} 'deki bantlar şiddetli C-O gerilmesinden ileri gelmektedir. 1599 cm^{-1} 'de bulunan bant ise C=C gerilmesi sonucu oluşmaktadır. 3336 cm^{-1} 'de gözlenen bant ise C-H gruplarının orta şiddetli gerilimlerinden kaynaklanmaktadır [55, 58].



Şekil 3.15. Nötralizasyon öncesi %5 Borax modifikasyonlu (NÖ %5 Borax) CMC örneğinin FTIR spektrumu

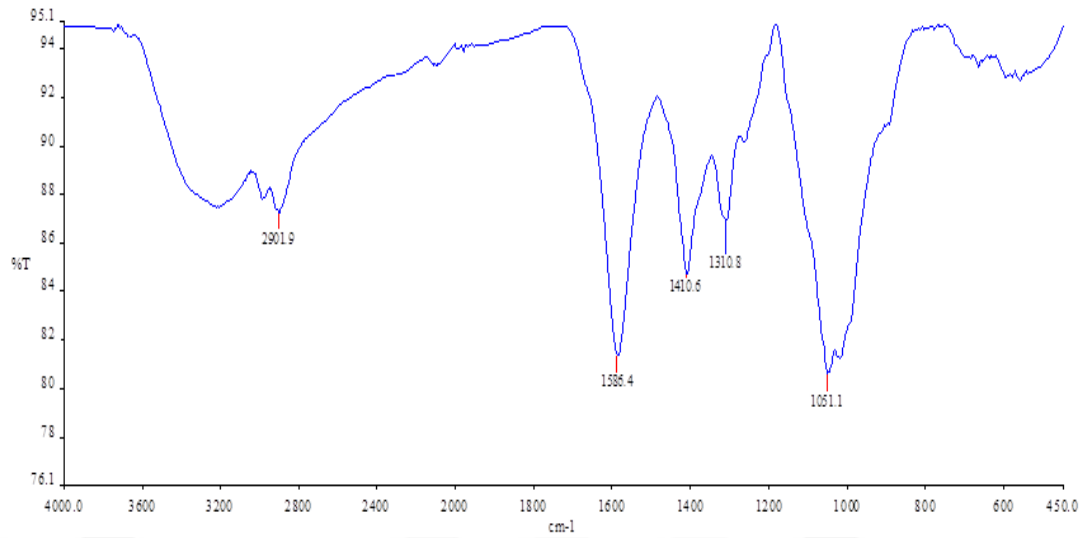
Nötralizasyon öncesi %5 Borax modifikasyonlu CMC örneğinin FTIR spektrumu incelendiğinde (Şekil 3.14), 1047 cm^{-1} 'deki bant şiddetli CO-O-CO gerilmesinden kaynaklı olup CMC'nin yapısında bulunan karbonil grubunun simetrik gerilimini göstermektedir. 1314 cm^{-1} bandı şiddetli C-O gerilmesinden, 1408 cm^{-1} 'deki bant karboksimetil selülozdaki COOH grubunun asimetric geriliminden kaynaklanmaktadır. 1587 cm^{-1} 'de bulunan bant ise karboksimetil selülozun az da olsa hidroliz olmasından dolayı ortama geçen karboksil grubunun simetrik gerilimini ifade eder. 2905 cm^{-1} ve 2988 cm^{-1} 'deki bantlar ise orta C-H gerilimlerinden kaynaklanmaktadır [55, 58].



Şekil 3.16. Nötralizasyon öncesi %10 Borax modifikasyonlu (NÖ %10 Borax) CMC örneğinin FTIR spektrumu

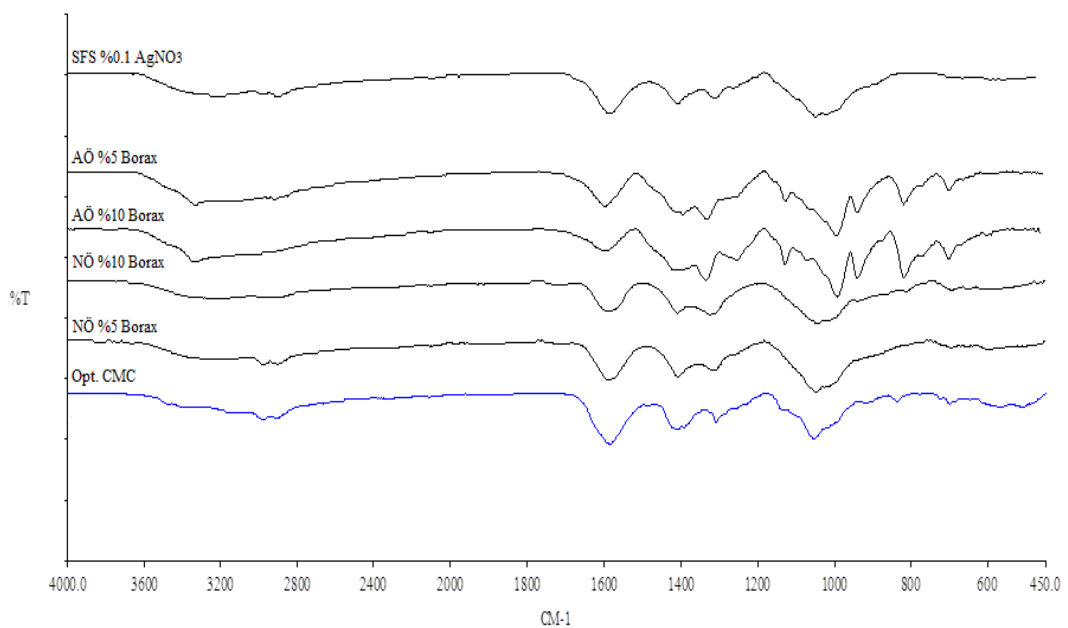
Şekil 3.16'ya göre NÖ %10 Borax modifikasyonu ile üretilen CMC'nin FTIR spektrumu incelendiğinde NÖ %5 Borax modifikasyonlu CMC'nin spektrumuna benzer bantlar gösterdiği tespit edilmiştir.

938 cm^{-1} bandı şiddetli C=C eğilmesinden kaynaklanmakta olup sübstüte edilen grupların varlığını göstermektedir. 1047 cm^{-1} 'deki bant şiddetli CO-O-CO gerilmesinden kaynaklı olup CMC'nin yapısında bulunan karbonil grubunun simetrik gerilimini göstermektedir. 1324 cm^{-1} bandı şiddetli C-O geriliminden ileri gelmektedir. 1413 cm^{-1} 'deki pik karboksimetil selülozdaki COOH grubunun asimetrik geriliminden kaynaklanmaktadır. 1590 cm^{-1} 'deki bant karboksimetil selülozun yapısının çok az da olsa hidroliz olmasından kaynaklı ortama geçen karboksil grubunun simetrik geriliminden ileri gelmektedir. 1727 cm^{-1} 'deki bant ise C=O gruplarının şiddetli gerilimlerinden kaynaklanmakta olduğu söylenebilir [55, 58].



Şekil 3.17. Saflaştırma sonrası %0.1 AgNO₃ modifikasyonlu (SFS %0.1 AgNO₃) CMC örneğinin FTIR spektrumu

Şekil 3.16’da Saflaştırma Sonrası %0.1 AgNO₃ modifikasyonlu CMC’nin FTIR spektrumu verilmiştir. Buna göre; 1061 cm⁻¹ bandı CMC’nin yapısında bulunan karbonil grubunun simetrik gerilimini göstermektedir. 1310 cm⁻¹ bandı şiddetli C-O geriliminden kaynaklanmaktadır. 1410 cm⁻¹’deki bant karboksimetil selülozun yapısındaki COOH grubunun asimetrik geriliminden kaynaklanmaktadır. 1586 cm⁻¹’de bulunan bant ise karboksimetil selülozun az da olsa hidroliz olmasından dolayı ortama geçen karboksil grubunun simetrik gerilimini göstermektedir. 2901 cm⁻¹ bandı ise orta şiddetteki C-H gerilimlerinden kaynaklanmakta olduğu literatür ışığında söylenebilir [55, 58].



Şekil 3.18. Optimum CMC ve üretilen CMC modifikasyonlarının karşılaştırmalı FTIR spektrumları

Tez çalışması kapsamında üretilen CMC örneklerinin karşılaştırmalı olarak FTIR spektrumları Şekil 3.17’de gösterilmiştir. Spektrumlar incelendiğinde, üretilen modifikasyonların optimum CMC örneği ile benzer noktalarda bantlar verdiği gözlenmektedir. Alkalizasyon öncesi yapılan modifikasyon çalışmalarında bir grup optimum CMC ile benzer olmayan pikler; CMC üretimi sırasında alkalizasyondan önce yapılan çalışmaların yapıyı bozabileceği bu nedenle modifikasyonda iyi sonuç vermeyebileceği anlamına gelmektedir.

3.4.5. Optimum CMC ve Üretilen CMC Modifikasyonlarının Teknolojik Özellikleri

Şeker pancarı selülozundan optimum şartlarda üretilen CMC ve CMC’nin modifikasyonlarının teknolojik özelliklerini belirlemek amacıyla su tutma ve yağ tutma kapasitesi analizleri gerçekleştirilmiştir (Tablo 3.10).

Tablo 3.10. Optimum CMC ve üretilen CMC modifikasyonlarının teknolojik özellikleri

Örnek Adı	Su Tutma Kapasitesi (g/g)	Yağ Tutma Kapasitesi (g/g)
CMC	13.41±0.10 ^{ac}	4.44±0.18 ^a
AÖ %5 Borax	16.52±0.12 ^b	1.93±0.04 ^b
AÖ %10 Borax	13.15±0.17 ^a	2.86±0.10 ^c
NÖ %5 Borax	14.31±0.58 ^c	2.07±0.04 ^b
NÖ %10 Borax	11.70±0.05 ^d	2.46±0.01 ^d
SFS %0.1 AgNO ₃	13.69±0.19 ^{ac}	4.45±0.00 ^a

AÖ: Alkalizasyon öncesi, NÖ: Nötralizasyon öncesi, SFS: Saflaştırma sonrası, ±, standart sapma
Aynı sütundaki farklı küçük harfler belirtilen değerler arasında istatistiksel olarak önemli bir farklılık olduğunu belirtmektedir ($p < 0.05$).

Şeker pancarı selülozundan üretilen optimum CMC ve CMC modifikasyon örneklerinin su tutma kapasitesi analizi için elde edilen sonuçlara bakıldığında; referans olarak alınan optimum CMC için bu değer 13,41±0,10 g/g olarak bulunurken, su tutma kapasitesi en düşük 11,70±0,05 g/g ile NÖ %10 Borax modifikasyonuna ait olup, en yüksek su tutma kapasitesi değeri ise 16,52±0,12 g/g ile AÖ %5 Borax modifikasyonu ile üretilen CMC örneğinde görülmüştür.

Tablo 3.10'a göre şeker pancarı selülozundan üretilen CMC ve modifikasyonlarının yağ tutma kapasitesi bulgularına bakılacak olunursa, en yüksek yağ tutma kapasitesi SFS %0.1 AgNO₃ modifikasyonlu CMC'de 4.45 ± 0.00 g/g olarak bulunurken, en düşük yağ tutma kapasitesi ise AÖ %5 Borax modifikasyonlu CMC örneğinde 1.93 ± 0.04 olarak hesaplanmıştır. Optimum CMC örneği ile SFS %0.1 AgNO₃ modifikasyonlu CMC örneği arasında ve AÖ %5 Borax modifikasyonlu CMC örneği ile NÖ %5 Borax modifikasyonlu CMC örneği arasında istatistiksel olarak önemli bir fark bulunmamıştır ($p > 0.05$).

3.4.6. Optimum CMC ve Üretilen CMC Modifikasyonlarının Toz Akış Özellikleri

Tez çalışması kapsamında üretilen CMC örneklerinin toz akış özelliklerini belirlemek için örneklerin yığın yoğunluğu, sıkıştırılmış yığın yoğunluğu, Carr İndeks ve Hausner oranı değerleri hesaplanmış ve Tablo 3.11'de verilmiştir

Tablo 3.11. Optimum CMC ve üretilen CMC modifikasyonlarının toz akış özellikleri

Örnek Adı	YY (g/ml)	SY (g/ml)	CI (g/ml)	HO (g/ml)
CMC	0.24 ± 0.00^a	0.29 ± 0.00^a	19.78 ± 0.22^a	0.81 ± 0.02^a
AÖ %5 Borax	0.51 ± 0.02^b	0.58 ± 0.03^b	11.57 ± 0.65^b	0.88 ± 0.01^b
AÖ %10 Borax	0.40 ± 0.01^c	0.50 ± 0.01^c	21.00 ± 1.00^a	0.80 ± 0.03^a
NÖ %5 Borax	0.34 ± 0.02^d	0.42 ± 0.02^d	20.00 ± 0.00^a	0.81 ± 0.01^a
NÖ %10 Borax	0.78 ± 0.01^e	1.00 ± 0.00^e	21.05 ± 0.00^a	0.78 ± 0.01^a
SFS %0.1 AgNO ₃	1.04 ± 0.01^f	1.08 ± 0.01^f	3.59 ± 0.04^c	0.96 ± 0.00^c

AÖ: Alkalizasyon öncesi, NÖ: Nötralizasyon öncesi, SFS: Sıfırlama sonrası, $\pm$, standart sapma

YY: Yığın yoğunluğu, SY: Sıkıştırılmış yığın yoğunluğu, CI: Carr index, HO: Hausner oranı Aynı sütundaki farklı küçük harfler belirtilen değerler arasında istatistiksel olarak önemli bir farklılık olduğunu belirtmektedir ($p < 0.05$).

Yığın yoğunluğu, optimum CMC örneğinde 0.24 ± 0.00 g/ml olarak bulunurken CMC'nin alkalizasyon öncesi ve nötralizasyon öncesi %5 Borax ile alkalizasyon öncesi ve nötralizasyon öncesi %10 modifikasyonlarında sırasıyla 0.51 ± 0.02 g/ml, 0.34 ± 0.02 g/ml ve 0.40 ± 0.01 g/ml, 0.78 ± 0.01 g/ml olarak hesaplanmıştır. En yüksek yığın yoğunluğu değeri SFS %0.1 AgNO₃ ile modifiye edilen CMC örneğinde 1.04 ± 0.01 olarak belirlenmiştir. Ayrıca CMC örnekleri arasında istatistiksel olarak anlamlı derecede farklılık bulunmaktadır ($p < 0.05$).

Tablo 3.11'e göre optimum CMC, alkalizasyon öncesi %5 borax, alkalizasyon öncesi %10 borax, nötralizasyon öncesi %5 borax, nötralizasyon öncesi %10 borax ve SFS %0.1 AgNO₃ ile modifiye edilen CMC örneklerinin sıkıştırılmış yığın yoğunluğu değerleri sırasıyla, 0.29±0.00 g/ml, 0.58±0.03 g/ml, 0.50±0.01 g/ml, 0.42±0.02 g/ml, 1.00±0.00 g/ml ve 1.08±0.01 g/ml olarak tespit edilmiştir. Nötralizasyon öncesi %10 borax ve SFS %0.1 AgNO₃ ile modifiye edilen CMC örneklerinin yığın yoğunluğu değerleri optimum CMC örneğine göre daha yüksek gözlenmiştir. Örnekler arasındaki fark ise istatistiksel olarak önemli olduğu tespit edilmiştir (p<0.05).

Carr Index ve Hausner oranının hesaplanmasında, yığın yoğunluğu ve sıkıştırılmış yığın yoğunluğu değerleri kullanılmıştır. Tablo 3.11'de görüldüğü gibi optimum CMC, alkalizasyon öncesi %10 borax, nötralizasyon öncesi %5 borax, nötralizasyon öncesi %10 borax ile modifiye edilen CMC örnekleri arasında Carr Index ve Hausner oranı değerleri için istatistiksel açıdan önemli bir fark olmadığı gözlenmektedir.

3.4.7. Optimum CMC ve Üretilen CMC Modifikasyonlarının Reolojik Özellikleri

Şeker pancarı selülozundan üretilen optimum CMC ile alkalizasyon öncesi %5 Borax, alkalizasyon öncesi %10 borax, nötralizasyon öncesi %5 borax, nötralizasyon öncesi %10 borax ve SFS %0.1 AgNO₃ ile modifiye edilen örneklerin reolojik özelliklerini belirlemek için; %1-3'lük örnek çözeltileri hazırlanmış ve bir gece oda sıcaklığında manyetik olarak karıştırılmıştır. Analizlerde öncelikli olarak yatışkın faz kesme reolojik özellikleri ve dinamik faz kesme reolojik özellikleri belirlenmiştir. Reolojik analiz sonuçları Tablo 3.12 ve Tablo 3.13'de verilmiştir.

Tablo 3.12'ye göre, optimum CMC örneğinin görünür viskozite (η_{50}) değerleri 0.022±0.00 Pa.s ile 0.440±0.02 Pa.s arasında bulunmuştur. Örnek konsantrasyonu arttıkça görünür viskozite değerinde de artış olduğu gözlemlenmiştir. Bu artış %1 ile %1.5 için istatistiksel olarak önemli olmasa da diğer konsantrasyonlar için istatistiksel olarak önemli bulunmuştur (p<0.05). Kıvam katsayısı K değeri; hazırlanan %1-3 arasında hazırlanan konsantrasyonlar için sırasıyla 0.042±0.00 Pa.sⁿ, 0.068±0.00 Pa.sⁿ, 0.123±0.00 Pa.sⁿ, 0.685±0.06 Pa.sⁿ, 1.989±0.20 Pa.sⁿ olarak bulunmuştur. Kıvam katsayısı değerleri arasındaki fark %1, %1.5 ve %2 oranlarındaki konsantrasyonlara sahip örnekler için önemli olmadığı, %2.5 ve %3 oranlarındaki konsantrasyonlarında hazırlanan çözeltiler için farkın önemli olduğu gözlenmiştir. Optimum CMC

örneklerinin dinamik reolojik analiz sonuçlarında ise hazırlanan çözeltilerin depo modülü (G') değeri, 0.086 ± 0.01 Pa ile 5.985 ± 1.05 Pa arasında bulunmuştur. G' değeri hazırlanan çözelti konsantrasyonlarından yalnızca % 1.5'lik konsantrasyonda azalma gösterirken diğer çözelti konsantrasyonları için konsantrasyon arttıkça artmıştır. Kayıp modül (G'') değeri %1'lik çözelti için 0.189 ± 0.02 Pa, %1.5'lik çözelti için 0.166 ± 0.01 Pa, %2'lik çözelti için 0.283 ± 0.02 Pa, %2.5'lik çözelti için 1.735 ± 0.01 Pa ve %3'lük çözelti için 5.414 ± 0.67 Pa olarak gözlenmiştir.

AÖ %5 Borax ile modifiye edilen CMC örneği için yatışkın faz kesme reolojik özellikleri için görünür viskozite (η_{50}) değerleri çözelti konsantrasyonuna bağlı olarak artış göstermiştir. Örnekler arasında %1, %2.5 ve %3'lük konsantrasyonlu çözeltiler arasında istatistiksel olarak anlamlı bir fark bulunmuştur ($p < 0.05$). Kıvam katsayısı değeri (K), %1-3 olarak hazırlanan çözeltiler için 0.041 ± 0.00 Pa.sⁿ ile 0.420 ± 0.01 Pa.sⁿ arasında bulunmuştur. Kıvam katsayısı değerinde çözelti konsantrasyonu arttıkça bir artış gözlenmiş fakat bu artışın %2 ve %2.5 konsantrasyonu arasında istatistiksel olarak anlamlı bir fark olmadığı sonucuna varılmıştır ($p > 0.05$). G' değerleri incelendiğinde %1-3 konsantrasyonunda hazırlanan çözeltilerin değerleri 0.085 ± 0.00 - 0.222 ± 0.02 Pa arasında değişmektedir. G'' kayıp modül değeri 0.152 ± 0.03 - 0.652 ± 0.02 Pa arasında olduğu belirlenmiştir. Konsantrasyon arttıkça G'' değerinde düzgün bir artış olduğu ancak bu artışın istatistiksel olarak anlamlı olmadığı gözlenmiştir ($p > 0.05$). G'' değerlerinin, G' değerlerinden büyük olması ile iyi bir jel yapı özelliği gösterdiği belirlenmiştir. Ancak alkalizasyon öncesinde %5 borax ile modifiye edilen CMC'nin reolojik özellikleri bakımından optimum CMC'den daha iyi olmadığı sonucuna varılmıştır.

Tablo 3.12'de görüleceği üzere AÖ %10 borax ile yapılan modifikasyon örneklerinde, görünür viskozite değerleri sırasıyla 0.003 ± 0.00 Pa.s, 0.003 ± 0.00 Pa.s, 0.006 ± 0.00 Pa.s, 0.006 ± 0.00 Pa.s ve 0.042 ± 0.00 Pa.s olarak gözlenmiştir. Görünür viskozite değerlerinde %1 ile %1.5 ve %2 ile %2.5 konsantrasyonuna sahip olan çözeltiler arasında herhangi bir artış söz konusu olmamıştır. Kıvam katsayısı değerleri, 0.004 ± 0.00 - 0.699 ± 0.09 Pa.sⁿ arasında bulunmuş ve konsantrasyonla birlikte bir artış göstermiştir. Ancak bu artışın istatistiksel olarak anlamlı olmadığı sonucuna varılmıştır ($p > 0.05$). Dinamik reolojik özellikleri, yatışkın faz reolojik özelliklerine göre daha iyi sonuç göstermiştir. G' değeri 0.193 ± 0.01 - 1.733 ± 0.10 Pa arasında ve G'' değeri 0.114 ± 0.01 - 1.159 ± 0.09 Pa

arasında belirlenmiştir. Ancak $G' > G''$ olduğu için iyi bir jel yapı sergileyememiştir. Bu modifikasyon reolojik özellikleri bakımından incelendiğinde hem optimum CMC hem de diğer CMC modifikasyonlarına göre başarısız olarak bulunmuştur.

Nötralizasyon öncesi borax ile yapılan modifikasyonlardan NÖ %5 borax örneği için Tablo 3.13'den inceleneceği üzere, görünür viskozite (η_{50}) değerleri konsantrasyonlara göre sırasıyla 0.032 ± 0.00 Pa.s, 0.083 ± 0.00 Pa.s, 0.166 ± 0.00 Pa.s, 0.248 ± 0.00 Pa.s ve 0.492 ± 0.01 Pa.s olarak bulunmuştur. Kıvam katsayısı (K) değerleri ise en düşük konsantrasyon en yüksek konsantrasyona doğru 0.056 ± 0.00 Pa.sⁿ ile 1.977 ± 0.03 Pa.sⁿ arasında bulunmuştur. NÖ %5 Borax modifikasyonlu CMC'nin bu iki özelliği konsantrasyona bağlı olarak lineer bir artış göstermiş olup bu artışlar istatistiksel olarak anlamlı olduğu gözlenmiştir ($p < 0.05$). Dinamik reolojik özellikleri incelendiğinde; G' değerleri 0.035 ± 0.00 - 7.541 ± 0.35 arasında ve G'' değerlerinde ise 0.288 ± 0.01 - 10.536 ± 0.10 arasında olduğu bulunmuştur. Hazırlanan CMC çözeltilerinin konsantrasyonu arttıkça G' ve G'' değerlerinin arttığı gözlemlenmiştir. Bu artışlar ve çözelti konsantrasyonu arttıkça elde edilen değerlerin farklılığı istatistiksel olarak önemli bulunmuştur ($p < 0.05$). Öte yandan NÖ %5 Borax modifikasyonlu CMC örneklerinin her bir çözelti konsantrasyonundaki depo modül ve kayıp modül değerlerinin $G' < G''$ olması iyi bir jel yapıya sahip olduğunu göstermektedir. Optimum CMC ile karşılaştırıldığında ise NÖ %5 Borax modifikasyonlu CMC'nin reolojik özelliklerinin daha iyi olduğu anlaşılmaktadır. Buna göre de yapılan modifikasyonun CMC'nin reolojik özelliğini başarılı bir şekilde iyileştirdiği sonucuna varılmıştır.

Nötralizasyon öncesindeki üretim basamağına %10 oranında yapılan modifikasyonla elde edilen CMC'nin reolojik özelliklerine bakıldığında (Tablo 3.13); görünür viskozite (η_{50}) değeri 0.008 ± 0.00 - 0.111 ± 0.01 Pa.s arasında belirlenmiştir. Çözelti konsantrasyonu arttıkça η_{50} değeri artmıştır ve %1 ile %1.5 konsantrasyonunda hazırlanan CMC örnekleri dışında bu artış istatistiksel olarak anlamlı bulunmuştur ($p < 0.05$). K değeri %1-3 çözelti konsantrasyonları için sırasıyla 0.020 ± 0.010 Pa.sⁿ, 0.027 ± 0.01 Pa.sⁿ, 0.056 ± 0.00 Pa.sⁿ, 0.118 ± 0.01 Pa.sⁿ, 0.344 ± 0.03 Pa.sⁿ olarak gözlenmiştir. Tıpkı görünür viskozite değerinde olduğu gibi K değeri de konsantrasyon arttıkça artış göstermiş ancak %1 ve %1.5 konsantrasyonlu çözeltiler için istatistiksel olarak anlamlı bir fark gözlenmemiştir ($p > 0.05$). Dinamik faz kesme reolojik özelliklerine bakıldığında G' değeri 0.017 ± 0.00 - 0.199 ± 0.02 Pa arasında ve G'' değeri

0.014±0.00-0.750±0.01 Pa arasında değişmiştir. Her iki özellik için de en düşük değerlerin %1'lik konsantrasyonda en yüksek değerlerin %3'lük konsantrasyonda olduğu gözlenmiştir. Çözelti konsantrasyonu arttıkça değerler yükselmiş ancak %1 ile %1.5 konsantrasyonunda hazırlanan CMC örneklerinde istatistiksel olarak önemli bir fark gözlenmemiştir ($p>0.05$).

SFS %0.1 AgNO₃ ile modifiye edilen CMC'nin yatışkın faz kesme reolojik özelliklerine bakıldığında, görünür viskozite (η_{50}) değeri sırasıyla 0.210±0.01 Pa.s, 0.320±0.01 Pa.s, 0.530±0.01 Pa.s, 0.670±0.00 Pa.s ve 1.150±0.05 Pa.s olarak bulunmuştur. Viskozitenin konsantrasyon arttıkça artmış olduğu ve bu artışın da istatistiksel olarak ($p<0.05$) önemli olduğu belirlenmiştir. Kıvam katsayısı değerlerine bakıldığında, artan konsantrasyona göre sırasıyla 0.570±0.02 Pa.sⁿ, 1.060±0.02 Pa.sⁿ, 2.720±0.03 Pa.sⁿ, 3.870±0.03 Pa.sⁿ ve 8.530±0.44 Pa.sⁿ olarak bulunmuştur. K değerine göre örnekler arasındaki farkın %1 ve %1.5 konsantrasyonları için istatistiksel olarak önemli derecede olmadığı ($p>0.05$) ancak diğer konsantrasyonlar için önemli olduğu sonucuna varılmıştır. Referans olarak optimum CMC ile karşılaştırıldığında hem viskozitenin hem de kıvam katsayısının SFS %0.1 AgNO₃ kullanılarak yapılan modifikasyonda, üretilen CMC örneğinde çok daha iyi sonuçlar elde edilmiştir ve buna bağlı olarak da AgNO₃ ile yapılan modifikasyonla üretilen CMC örneğinin reolojik özelliklerini iyileştirildiği gözlenmiştir. Dinamik faz kesme reolojik özelliklerinin analiz sonuçlarına bakıldığında G' değeri en düşük konsantrasyonlu AgNO₃ ile yapılan modifiye CMC çözeltisi için 0.670±0.01 Pa, en yüksek konsantrasyonlu CMC çözeltisi için 35.670±0.44 Pa olarak ölçülmüştür. G'' değeri için ise en düşük konsantrasyonda 2.080±0.06 Pa en yüksek konsantrasyonda ise 18.280±0.26 Pa olarak bulunmuştur. Konsantrasyonla birlikte bu değerlerin de neredeyse lineer bir şekilde arttığı gözlenmiştir. Depo modül ve kayıp modülün konsantrasyona bağlı olarak değerleri de istatistiksel açıdan önemli bir fark göstermektedir ($p<0.05$). Optimum CMC ile karşılaştırıldığında SFS %0.1 AgNO₃ ile modifiye edilmiş CMC örneğinin dinamik faz kesme reolojik özellikleri daha iyi bulunmuştur. Bu doğrultuda da yapılan modifikasyonun başarılı sonuç verdiği gözlenmiştir.

Tablo 3.12. Optimum CMC ve alkalizasyon öncesi yapılan CMC modifikasyonlarının reolojik özellikleri

Örnek Adı	Kons. (%)	τ (Pa)	η_{50} (Pa.s)	K (Pa.s ⁿ)	n	R ²	G' (Pa)	G'' (Pa)	$ \eta^* $ (Pa.s)	Tan (δ)
CMC	1	1.083±0.09 ^a	0.022±0.00 ^a	0.042±0.00 ^a	0.829±0.02 ^a	0.9996	0.086±0.01 ^a	0.189±0.02 ^a	0.033±0.00 ^a	2.198±0.23 ^a
	1.5	1.427±0.03 ^a	0.029±0.00 ^a	0.068±0.00 ^a	0.780±0.01 ^b	0.9992	0.074±0.01 ^a	0.166±0.01 ^a	0.026±0.00 ^a	2.243±0.09 ^b
	2	2.485±0.08 ^b	0.050±0.00 ^b	0.123±0.00 ^a	0.770±0.00 ^b	0.9998	0.122±0.01 ^{ab}	0.283±0.02 ^a	0.045±0.00 ^a	2.319±0.06 ^{ab}
	2.5	10.630±0.93 ^c	0.213±0.02 ^c	0.685±0.06 ^b	0.701±0.00 ^c	0.9999	0.569±0.07 ^b	1.735±0.01 ^b	0.292±0.00 ^b	3.049±0.39 ^c
	3	21.616±1.43 ^d	0.440±0.02 ^d	1.989±0.20 ^c	0.618±0.02 ^d	0.9999	5.985±1.05 ^c	5.414±0.67 ^c	1.285±0.20 ^c	0.905±0.05 ^d
AÖ %5 Borax	1	0.853±0.02 ^a	0.017±0.00 ^a	0.041±0.00 ^a	0.789±0.00 ^a	0.9996	0.085±0.00 ^a	0.152±0.03 ^a	0.028±0.00 ^a	1.788±0.38 ^a
	1.5	1.307±0.07 ^{ab}	0.026±0.00 ^{ab}	0.064±0.00 ^b	0.773±0.01 ^b	0.9984	0.150±0.01 ^b	0.170±0.01 ^a	0.036±0.00 ^b	0.134±0.04 ^a
	2	1.658±0.07 ^{bc}	0.033±0.00 ^{bc}	0.094±0.00 ^c	0.733±0.01 ^c	0.9999	0.012±0.00 ^c	0.235±0.00 ^b	0.035±0.00 ^{ab}	13.583±0.54 ^b
	2.5	1.912±0.14 ^c	0.039±0.00 ^c	0.100±0.00 ^c	0.766±0.00 ^b	0.9999	0.078±0.01 ^a	0.261±0.00 ^b	0.042±0.00 ^b	3.346±0.48 ^c
	3	5.695±0.55 ^d	0.114±0.01 ^d	0.420±0.01 ^d	0.673±0.01 ^d	0.9999	0.222±0.02 ^d	0.652±0.02 ^c	0.110±0.00 ^c	2.937±0.37 ^c
AÖ %10 Borax	1	0.135±0.01 ^a	0.003±0.00 ^a	0.004±0.00 ^a	0.925±0.06 ^a	0.9998	0.193±0.01 ^a	0.114±0.01 ^a	0.037±0.01 ^a	0.590±0.05 ^a
	1.5	0.196±0.13 ^{ab}	0.003±0.00 ^a	0.042±0.03 ^a	0.647±0.30 ^{ab}	0.9987	0.171±0.01 ^a	0.083±0.01 ^a	0.030±0.00 ^a	0.485±0.09 ^a
	2	0.295±0.03 ^b	0.006±0.00 ^b	0.065±0.02 ^{ab}	0.463±0.12 ^{bc}	0.9999	0.227±0.07 ^a	0.035±0.00 ^a	0.067±0.01 ^a	0.154±0.05 ^b
	2.5	0.312±0.04 ^b	0.006±0.00 ^b	0.141±0.03 ^b	0.270±0.13 ^c	0.9984	1.828±0.18 ^b	1.760±0.14 ^b	0.412±0.13 ^b	0.963±0.12 ^c
	3	2.104±0.12 ^c	0.042±0.00 ^c	0.699±0.09 ^c	0.292±0.03 ^c	0.9940	1.733±0.10 ^b	1.159±0.09 ^c	2.764±0.15 ^c	0.669±0.02 ^a

AÖ: Alkalizasyon öncesi, ±, standart sapma

Aynı sütundaki farklı küçük harfler belirtilen değerler arasında istatistiksel olarak önemli bir farklılık olduğunu belirtmektedir ($p < 0.05$).

Tablo 3.13. Nötralizasyon öncesi ve saflaştırma sonrası yapılan CMC modifikasyonlarının reolojik özellikleri

Örnek Adı	Kons. (%)	τ (Pa)	η_{50} (Pa.s)	K (Pa.s ⁿ)	n	R ²	G' (Pa)	G'' (Pa)	$ \eta^* $ (Pa.s)	Tan (δ)
NÖ %5 Borax	1	1.599±0.03 ^a	0.032±0.00 ^a	0.056±0.00 ^a	0.855±0.01 ^a	1.0000	0.035±0.00 ^a	0.288±0.01 ^a	0.045±0.00 ^a	8.228±1.07 ^a
	1.5	4.249±0.20 ^b	0.083±0.00 ^b	0.210±0.00 ^b	0.763±0.00 ^b	1.0000	0.118±0.01 ^b	0.704±0.02 ^b	0.114±0.00 ^{ab}	5.966±0.11 ^b
	2	8.523±0.44 ^c	0.166±0.00 ^c	0.546±0.02 ^c	0.705±0.00 ^c	0.9999	0.619±0.02 ^c	1.565±0.05 ^c	0.268±0.01 ^b	2.530±0.05 ^c
	2.5	12.377±0.23 ^d	0.248±0.00 ^d	0.933±0.02 ^d	0.662±0.00 ^d	0.9998	3.494±0.08 ^d	4.505±0.33 ^d	0.941±0.10 ^c	1.289±0.09 ^d
	3	24.625±0.34 ^e	0.492±0.01 ^e	1.977±0.03 ^e	0.645±0.00 ^e	0.9999	7.541±0.35 ^e	10.536±0.1 ^e	2.013±0.10 ^d	1.397±0.05 ^e
NÖ %10 Borax	1	0.378±0.02 ^a	0.008±0.00 ^a	0.020±0.01 ^a	0.760±0.07 ^a	0.9994	0.017±0.00 ^a	0.014±0.00 ^a	0.033±0.00 ^a	0.874±0.04 ^a
	1.5	0.565±0.03 ^a	0.011±0.00 ^a	0.027±0.01 ^a	0.784±0.06 ^a	0.9997	0.031±0.00 ^a	0.038±0.02 ^a	0.060±0.01 ^b	1.248±0.42 ^a
	2	1.318±0.04 ^b	0.026±0.00 ^b	0.056±0.00 ^b	0.808±0.00 ^a	0.9997	0.044±0.01 ^a	0.162±0.00 ^b	0.027±0.00 ^a	3.738±0.48 ^b
	2.5	2.336±0.20 ^c	0.047±0.00 ^c	0.118±0.01 ^c	0.766±0.00 ^a	0.9998	0.151±0.03 ^b	0.328±0.01 ^c	0.052±0.00 ^b	2.170±0.48 ^c
	3	5.534±0.54 ^d	0.111±0.01 ^d	0.344±0.03 ^d	0.711±0.01 ^b	0.9999	0.199±0.02 ^b	0.750±0.01 ^d	0.124±0.00 ^c	3.777±0.24 ^b
SFS %0.1 AgNO₃	1	10.250±0.49 ^a	0.210±0.01 ^a	0.570±0.02 ^a	0.740±0.00 ^a	1.000	0.670±0.01 ^a	2.080±0.06 ^a	0.350±0.01 ^a	3.105±0.03 ^a
	1.5	16.230±0.32 ^a	0.320±0.01 ^b	1.060±0.02 ^a	0.700±0.00 ^b	1.000	2.440±0.24 ^b	4.380±0.17 ^b	0.800±0.04 ^a	1.798±0.11 ^b
	2	25.630±0.46 ^b	0.530±0.01 ^c	2.720±0.03 ^b	0.590±0.00 ^c	1.000	10.930±0.89 ^c	9.630±0.59 ^c	2.320±0.17 ^b	0.881±0.01 ^c
	2.5	34.900±0.04 ^c	0.670±0.00 ^d	3.870±0.03 ^c	0.550±0.01 ^d	1.000	21.210±0.22 ^d	14.580±0.59 ^d	3.910±0.36 ^c	0.688±0.02 ^d
	3	57.620±0.30 ^d	1.150±0.05 ^e	8.530±0.44 ^d	0.490±0.00 ^e	1.000	35.670±0.44 ^e	18.280±0.26 ^e	6.070±0.58 ^d	0.513±0.01 ^e

NÖ: Nötralizasyon öncesi, SFS: Saflaştırma sonrası, ±, standart sapma

Aynı sütundaki farklı küçük harfler belirtilen değerler arasında istatistiksel olarak önemli bir farklılık olduğunu belirtmektedir ($p < 0.05$).

4. BÖLÜM

TARTIŞMA-SONUÇ ve ÖNERİLER

4.1. Tartışma- Sonuç

Yapılan tez çalışması kapsamında, Kayseri Şeker Fabrikasından şeker üretim prosesi sonucu ortaya çıkan şeker pancarı posasından selüloz elde edilip bu selülozla CMC üretimi optimize edilmiştir. Ardından optimum CMC üretim prosesinde seçilen çeşitli basamaklara farklı oranlarda Borax ve AgNO_3 uygulanmıştır. Şeker pancarı selülozuna; fiziksel, kimyasal ve teknolojik ve yapısal analizler uygulanarak özellikleri belirlenmiştir. Üretilen optimum CMC ve modifikasyonları için ise fiziksel, kimyasal, teknolojik, reolojik ve yapısal analizler sonucunda özellikleri ortaya konmuştur.

4.1.1. Selüloz Üretiminde Hammadde Olarak Kullanılan Şeker Pancarı Posasının Özellikleri

Hammadde olarak kullanılan şeker pancarı posasının nem değeri %77.66, kül miktarı % 5.68, protein içeriği %8.43 ve yağ miktarı %0.41 olarak bulunmuştur. Literatürde şeker pancarı posası ile yapılan çalışmalara bakıldığında; şeker pancarı posasının nem miktarını %80 [59], %88-90 [60], %78.29 [54] olarak belirtmişlerdir. Literatürde şeker pancarı posasının kül miktarı %5.49 [61], %5 [62] ve %5.55 [54] olarak belirten çalışmalar mevcuttur. Şeker pancarı posasının protein miktarı ile ilgili çalışmalara bakıldığında Maravia et al.(2018) % 9.09 olarak [60], Martínez et al. (2018) % 9.5 [63] olarak belirtmiştir. Şeker pancarı posasının yağ içeriği için çeşitli çalışmalarda %1 [60], % 1.10 [61], % 1.4 [64] olduğu görülmüştür. Sonuç olarak çalışmamızda gözlenen sonuçların literatürden çok farklı bulunmadığı tespit edilmiştir.

Tez kapsamında yapılan şeker pancarı posası örneğinde pektin içeriği % 11.15, hemiselüloz içeriği % 34.49, lignin içeriği % 0.1'den az olduğu gözlenmiştir. Adetunji et al.(2017) şeker pancarı posasının pektin içeriğinin %15-30

arasında değiştiğini, Van der Poel et al. (1998) ise %25 olduğunu bildirmişlerdir [65, 66]. Literatürde yapılan çalışmalara bakıldığında, şeker pancarı posasının hemiselüloz içeriğini % 27.60 [67] ve %25 [68] olarak bildirilmiştir. Bertin et al. (1988) şeker pancarı posasının lignin içeriğini çok düşük miktarlarda olduğunu bildirmiştir [68]. Şeker pancarı posasının selüloz içeriği %33.31 olarak belirlenmiştir. Literatürde ise şeker pancarı posasının selüloz içeriği %20 [68], %24 [69], % 22 [70], % 40 [71], %36.7 [72] ve %22-30 [73] olarak farklı oranlarda gözlenmiştir. Şeker pancarı posasının lignoselülozik materyal içeriği kısmi farklılıklar gösterse de literatürle uyum içerisinde olduğu görülmüştür. Öte yandan pektin, hemiselüloz, lignin ve selüloz içeriğindeki farklılıklar başta biyokütle türüne, iklime, ortalama sıcaklığa, toprak cinsine ve rakıma göre farklılıklar gösterebildiği ifade edilmektedir [67].

4.1.2. Şeker Pancarı Posasından Üretilen Selülozun Özellikleri

4.1.2.1. Şeker Pancarı Posasından Üretilen Selülozun Kimyasal Özellikleri

Şeker pancarı posası kullanılarak üretilen selülozun nem miktarı % 3.47, kül miktarı % 3.27 ve protein içeriği % 0.79 olarak hesaplanmıştır. Mondal et al. (2015) ürettikleri selülozun nem oranını % 4,4 olarak belirtmişlerdir [74]. Literatürde yer alan bir çalışmada şeker pancarından edilen selülozun nem miktarı % 3.96 ile % 4.03 arasında bulunmuştur [75]. Tez çalışması kapsamında elde edilen selülozun nem miktarı literatürde bulunan çalışmalara benzer şekilde bulunmuştur. Kül miktarı literatürle karşılaştırıldığında, Bicu ve Mustata (2011), portakal kabuğundan elde ettikleri çalışmada selülozun kül miktarını %5.70- 6.39 arasında olduğunu bildirmişlerdir [76]. Literatürde yer alan başka çalışmalarda %4.7 [75], %0.75-1,37 [77] aralığında değiştiğini belirtmişlerdir. Buna göre selülozun kül miktarı için farklı değerler bildirilse de tez çalışması kapsamında elde edilen şeker pancarı selülozunun literatürle uyumlu olduğu gözlenmiştir. Selülozun protein miktarı %0.79 olarak tespit edilmiştir. Şeker pancarı posasının protein miktarının %8.43 olduğu göz önüne alınırsa üretim aşamasında uygulanan ısı işlemler ve asit uygulamalarının yapıda bulunan proteini denatüre ettiği düşünülmektedir. Bu nedenle elde edilen değer protein olarak değil serbest aminoasit ve peptidlerden ileri geldiği düşünülmektedir.

4.1.2.2. Şeker Pancarı Posasından Üretilen Selülozun Yoğunluk, Teknolojik ve Yapısal Özellikleri

Yığın yoğunluğu, bir birim hacmi kaplayan toz örneğin kütlesi olarak ifade edilmektedir. Toz ürünlerin yapılarının ne kadar sıkı olduğu hakkında bilgi verir. Toz örneğe herhangi bir sallama hareketi ve kuvvet uygulamadan belirlenen hacme yığın yoğunluğu adı verilmektedir. Sıkıştırılmış yığın yoğunluğu ise yığın yoğunluğu değeri elde edildikten sonra belli oranda kuvvet uygulanarak sıkıştırılan örneğin hacminin belirlenmesi ile hesaplanmaktadır [78]. Carr indeks, sıkıştırılmış yığın yoğunluğu ile yığın yoğunluğu arasındaki farkın sıkıştırılmış yığın yoğunluğuna oranlanması ile elde edilmektedir. Hausner Oranı ise sıkıştırılmış yığın yoğunluğunun, yığın yoğunluğuna bölünmesi ile hesaplanmaktadır. Kısacası Carr Index değeri toz ürünlerin akabilirlik özelliklerini, Hausner oranı ise toz ürünlerin yapışkanlık özelliklerini ifade etmektedir [79].

Şeker pancarı posasından elde edilen selülozun yığın yoğunluğu 0.68 g/ml ve sıkıştırılmış yığın yoğunluğu 0.82 g/ml olarak belirlenmiştir. Yıldırım ve ark. (2020) Rheum ribes L. bitkisinden elde ettikleri toz ekstraktının yığın yoğunluğunu 0.37 g/ml ve sıkıştırılmış yığın yoğunluğu 0.46 g/ml olarak bildirmişlerdir [80]. Tez çalışması kapsamında elde edilen şeker pancarı selülozunun yığın yoğunluğu ve sıkıştırılmış yığın yoğunluğu değerleri, Yıldırım ve ark. (2020) yapmış oldukları çalışmadan yaklaşık 2 kat daha iyi olduğu gözlenmiştir [80]. Literatürde direkt olarak selülozunun toz özellikleriyle ilgili herhangi bir çalışmaya rastlanmamıştır. Çünkü selüloz sahip olduğu dezavantajlar dolayısıyla elde edildiği toz haliyle sıklıkla kullanılmamakta ve çoğunlukla çeşitli türevlerine dönüştürülmektedir.

Şeker pancarı selülozunun Carr Index değeri 17.33 g/ml ve Hausner oranı 0.83 g/ml olarak hesaplanmıştır. Tablo 2.3'e göre bu değerlere bakılacak olursa Carr Index değeri olarak ifade edilen akabilirlik özelliği oldukça kötü, Hausner değeri olarak ifade edilen yapışkanlık değeri ise mükemmel olarak gözlenmiştir. Literatürde partikül boyutu küçük olan toz ürünlerin akış özelliklerinin düşük olduğu belirtilmektedir [81]. Bu nedenle şeker pancarı selülozunun Carr Indeks değerinin kötü olarak belirlenmesi partikül boyutunun küçük olmasından kaynaklanmaktadır. Partikül boyutunun artırılmasıyla bu problemin çözüleceği düşünülmektedir.

Şeker pancarı selülozunun su tutma kapasitesi 4.14 g/g, yağ tutma kapasitesi ise 2.31 g/g olarak hesaplanmıştır. Literatürde şeker pancarı posasından elde edilen

diyet lifin su tutma kapasitesini 4.74 g/g [54], 3.5 g/g [82] ve 4 g/g [83] olarak belirtilmiştir. Özgür Göksu (2019) yapmış olduğu tez çalışmasında şeker pancarı lifinin yağ tutma kapasitesinin 1.68-2.15 g/g arasında değiştiğini bildirmiştir [54]. Buna göre şeker pancarı posasından elde edilen selülozun su tutma ve yağ tutma kapasitesi literatürle uyumlu olarak bulunmuştur.

Şeker pancarı selülozunun yapısını analiz etmek için FTIR analizi yapılmış ve bir spektrum elde edilmiştir (Şekil 3.1). Spektrum sonucunda, şeker pancarı posasından üretilen selülozun yapısını anlayabilmek ve yapılan üretim ile elde edilen materyale selüloz diyebilmek için pikler karakterize edilmiştir. Elde edilen spektrumlar aynı zamanda literatürde bulunan çalışmalarda farklı kaynaklardan elde edilen selülozların spektrumları ile de karşılaştırılmıştır. Buna göre şeker pancarı posasından üretilen selülozun FTIR spektrumunun, literatürde Hong (2013)'un şeker kamışı posasından ürettiği selüloz ile, Toğrul (2002)'un şeker pancarı küspesinden ürettiği selüloz ile, Doğan (2019)'ın şeker pancarı posasından ürettiği selüloz ve Golbaghi (2017)'nin şeker kamışından çalışmalarıyla uyum içinde olduğu gözlenmiştir [55,75, 77, 84].

4.1.2. Şeker Pancarı Selülozundan Üretilen Optimum CMC ve CMC Modifikasyonlarına Ait Özellikler

4.1.2.1. Optimum CMC ve Üretilen CMC Modifikasyonlarının Kimyasal Özellikleri

Şeker pancarı selülozu kullanılarak optimum şartlarda üretilen CMC ve üretilen modifikasyonlarının nem değeri %5.18-5.70 arasında değişiklik göstermektedir. Literatürde şeker pancarı posasından üretilen CMC'nin nem değerinin %4.04-4.10 arasında olduğu bildirilmiştir [75]. Mondal (2015) mısır yaprakları kullanarak CMC ürettiği çalışmada, nem miktarını %2.82 ile %3.02 arasındaki değerlerde değiştiğini belirtmiştir [84]. FAO'ya göre ticari olarak üretilen CMC'nin nem miktarının %12'nin altında bir değerde olması gerektiği vurgulanmıştır [85]. Bu verilere göre CMC ve modifikasyonlarının nem miktarları ticari olarak uygun, literatüre göre ise yüksek bulunmuştur. Ancak nem miktarı, kurutma sıcaklığı ve kurutma süresi parametrelerine bağlı olarak değişebilen bir özellik olduğu için istenen değere ayarlanabilmektedir.

CMC ve modifikasyonlarının kül miktarı optimum koşullarda üretilen CMC için %7.82, modifikasyonlar için ise %15.44-42.12 arasında hesaplanmıştır. Literatüre bakıldığında CMC için kül miktarı değerleri %22,34 [75], %20,01 [84] olarak belirtilmiştir. Mondal et al. (2020) kitosan ile modifiye ettikleri CMC'nin kül miktarını %14.39 olarak bildirmişlerdir [86]. Suryadi et al. (2019) ürettikleri CMC'nin kül miktarını %31.29 ve %32.64 olarak bildirmişlerdir [87]. Ardiyanita et al. (2020) kapok bitkisinden ürettikleri CMC'nin kül miktarını %36.43 olarak belirtmişlerdir [88]. CMC ve üretilen modifikasyonlarının kül içeriğinin yüksek olmasının nedeni karboksimetilasyon aşamasında Na-karboksilat gruplarının ikame olmasından, yapıda kalabilecek sodyum tuzlarından ve modifikasyon esnasında kullanılan kimyasallardan kaynaklandığı düşünülmektedir.

Optimum CMC ve üretilen modifikasyonlarının protein içerikleri %0.60-0.70 arasında bulunmuştur. Protein içeriği bakımından CMC ve modifikasyonları arasında istatistiksel olarak da hiçbir farklılık bulunmamaktadır ($p < 0.05$). CMC üretiminde hammadde olarak kullanılan selülozun protein içeriğinin düşük olması ve CMC üretim prosesi aşamalarındaki ısı işlem, asit ve baz uygulamaları neticesinde proteinin denatüre olarak yapısı bozulmuştur. Optimum CMC ve üretilen modifikasyonlarının protein içeriği de beklendiği üzere düşük bulunmuştur.

Üretilen CMC ve modifikasyonlarının %1'lik çözeltileri hazırlanarak okunan pH değerleri 6.98-7.82 arasında değişmekte olup örnekler arasında da istatistiksel olarak farklılıklar bulunmaktadır. Ticari olarak üretilen saf CMC'nin pH değerinin 6.5-8.5 arasında olması gerektiği bilinmektedir. Ayrıca Parid ve ark. (2018) %1'lik CMC çözeltisinin pH değerinin 6-8 arasında olduğunu bildirilmiştir [89]. Bu değerlere göre şeker pancarı selülozundan üretilen optimum CMC ve üretilen modifikasyonlarının pH değerleri literatür ile uyumluluk göstermektedir. Ancak pH değerlerinin örnekler arasında farklılık göstermesinin nedeni, nötralizasyon aşamasında kullanılan asetik asit miktarının sabit bir oranda kullanılmamasından kaynaklanmaktadır.

4.1.2.2. CMC ve Modifikasyonlarının DS Değeri ve Yapı Özellikleri

Şeker pancarı selülozundan optimum CMC eldesi için yapılan modellemede DS değeri 0.17-0.60 arasında bulunmuştur. Modelleme sonucu elde edilen optimum CMC'nin DS değeri 0.60 olarak hesaplanmıştır. CMC'nin üretilen modifikasyonlarının DS değeri ise 0.50-0.57 arasında bulunmuştur. CMC'nin modifiye edilmesi DS değerinde herhangi bir değişikliğe sebep olmamıştır. Günal (1999) farklı ıslatma aşaması için çeşitli çözgenler kullanarak CMC üretmiş ve ıslatıcı olarak borax çözeltisi kullandığında ürettiği CMC'nin DS değerinde herhangi bir değişiklik gözlenmediğini bildirmiştir [40]. Toğrul (2002) yapmış olduğu tez çalışmasında şeker pancarı posası kullanarak ürettiği CMC'nin DS değerini 0.10-0.66 arasında bulmuştur [55]. Ayten ve Arslan (2016) limon kabuğundan elde ettikleri CMC'nin sübstitüsyon derecesini 0.84 olarak bildirmişler ve farklı tiplerdeki CMC'nin sübstitüsyon derecesi 0.4-1.5 arasında değiştiğini belirtmişlerdir [90]. Candido et al. (2016) şeker kamışından ürettiği CMC'nin DS değerini 0.40 olarak bildirmişlerdir [91]. Başka bir çalışmada ise Malezya sago posasından üretilen selülozdan, optimum DS değeri 0.62 olan CMC elde edilmiştir [92]. Mondal (2015) mısır yapraklarından farklı partikül boyutlarında selüloz üretilen bunlarla CMC elde ettiği çalışmada DS değerini 0.21-2.39 arasında tespit etmiş ve selülozun partikül boyutu küçüldükçe CMC'nin DS değerinin arttığını bildirmiştir [84]. Ambjörnsson et al. (2013) Norwegian spruce adlı bitkiden elde ettikleri selülozdan çeşitli alkalizasyon koşullarında CMC üretmiş ve DS değerlerini 0.42-1.05 arasında bildirmişlerdir [93]. Shui et al. (2017) mısır sapları kullanarak farklı proses oranlarında ürettikleri CMC'nin DS değerini 0.57 ve 0.85 olarak bildirmişlerdir [94]. Bütün bu çalışmalar dikkate alındığında tez çalışması kapsamında, şeker pancarı selülozundan üretilen CMC ve CMC modifikasyonlarının DS değeri literatür ile uyumlu bulunmuştur.

Şeker pancarı selülozu kullanılarak üretilen CMC ve modifikasyonlarının yapısal özelliklerini karakterize etmek için yapılan FTIR analizi sonucunda elde edilen spektrumlar, birbiri içinde karşılaştırıldığında tek farklılığa sahip olan piklerin alkalizasyon öncesinde yapılan modifikasyona ait olduğu gözlenmiştir. Alkalizasyon öncesinde yapıya boraxın ilavesi yapıyı değiştirerek optimum CMC'den farklı yerlerde de pik vermesine neden olmuştur. Bu sebeple alkalizasyon öncesinde Borax ile yapılan modifikasyon istenen iyileştirme sonucunu yapı analizi olan FTIR'da verememiştir. Optimum CMC ve diğer CMC modifikasyonları ise hem birbirleriyle hem de literatürde

yer alan Toğrul (2002), Hong (2013), Lakshmi et al. (2016), Mondal (2015) ve Asl et al. (2017)'nin yaptıkları çalışmalarda ürettikleri CMC ile uyumlu bulunmuştur [55, 75, 84, 95]

4.1.2.3. CMC ve Modifikasyonlarının Suda Çözünürlük, Toz Akış ve Teknolojik Özellikleri

Şeker pancarı selülozundan elde edilen CMC ve CMC modifikasyonlarının suda çözünürlük özellikleri incelendiğinde, optimum koşullarda üretilen CMC'nin suda çözünürlüğü %88.28 olarak hesaplanmıştır. Üretilen modifikasyonların suda çözünürlük değerleri %90.58-99.50 arasında değişiklik göstermiştir. Borax ile modifiye edilmiş CMC örneklerinin suda çözünürlükleri optimum CMC'ye artış göstermiştir. AgNO_3 ile modifiye edilen CMC örneğinin suda çözünürlüğü artış sergilese de optimum CMC ile aralarında istatistiksel olarak bir farklılık yoktur ($p>0.05$). Majewicz (1981), yapmış olduğu çalışmada kontrol örneğine göre borax kullanımının CMC'nin çözünürlük özelliğini minimum %1.5 maksimum %10 seviyelerinde artırdığını vurgulamıştır [96]. Jannatyha et al. (2020) biyofilm üretmek için kullandıkları CMC'nin suda çözünürlüğünü % 91 olarak bildirmişlerdir [97]. Günal (1999), yapmış olduğu tez çalışmasında CMC'nin sudaki çözünürlüğünü artırmak için ıslatma aşamasında etil alkol, izopropil alkol, dodesil hidrojen sülfat, borax ve anyonik, katyonik, noniyonik polielektrolitler kullanarak CMC üretimi modifikasyonları gerçekleştirmiştir ve borax kullanarak ürettiği CMC'nin çözünürlüğünün %88'lere yükseldiğini bildirmiştir. CMC'lerin suda çözünürlüğünün artmasındaki etkinin süstitüsyon dağılımının üniformluğunun artması ile açıklamıştır [40]. Yapılan tez çalışması kapsamında modifiye edilen CMC örneklerinin suda çözünürlük özelliği optimum CMC'ye göre artış göstermiştir.

Optimum CMC ve üretilen CMC modifikasyonlarının su tutma kapasitesi değerleri 11.70-16.72 g/g arasında belirlenmiştir. Yağ tutma kapasitesi değerleri ise 1.93-4.45 g/g olarak hesaplanmıştır. Mondal et al. (2015) mısır kabuğu kullanarak gıda tipi CMC ürettikleri çalışmada, CMC örneklerinin su tutma kapasitelerini 5.11 g/g olarak, yağ tutma kapasitelerini ise 1.59 g/g olarak bildirmişlerdir [98]. Bu çalışmaya göre, tez çalışması kapsamında üretilen CMC ve modifikasyonlarının su ve yağ tutma kapasiteleri yüksek bulunmuştur. Bu durumun nedeninin üretilen CMC ve

modifikasyonlarının yüksek derecede hidrofilik olmasından ve alkalizasyon esnasında hidroksil gruplarıyla karboksimetil gruplarının iyi bir şekilde yer değiştirmesinden kaynaklandığı düşünülmektedir. Bir başka deyişle suda çözünürlük özelliğinde de olduğu gibi süstitüsyon dağılımının üniformluğundan kaynaklanmaktadır.

Yığın yoğunluğu ve sıkıştırılmış yığın yoğunluğu ambalajlamada büyük öneme sahip olup, toz forma sahip ürünlerin sabit hacimdeki ambalaj malzemesine sığabilecek miktarı hakkında bilgi vermektedir. Şeker pancarı selülozundan üretilen CMC ve CMC modifikasyonlarının toz akış özelliklerinden yığın yoğunluğu değeri; optimum koşullarda üretilen CMC için 0.24 g/ml olarak belirlenirken üretilen CMC modifikasyonları için ise 0.34-1.04 g/ml arasında bulunmuştur. Yığın yoğunluğu özelliği optimum CMC için 0.29 g/ml ve üretilen CMC modifikasyonları için en düşük değer 0.42 g/ml en yüksek değer 1.08 g/ml olarak belirlenmiştir. Yığın yoğunluğu ve sıkıştırılmış yığın yoğunluğu, optimum CMC'de, üretilen CMC modifikasyonlarına göre daha düşüktür ve istatistiksel olarak da fark bulunmaktadır ($p < 0.05$). Carr Index ve Hausnerr oranı değerleri için optimum CMC ile üretilen CMC modifikasyonları için Tablo 2.3'e göre yorumlanacak olursa, örneklerin Carr Index olarak bilinen akabilirlik özellikleri oldukça kötü, Hausner Oranı olarak bilinen yapışkanlık özellikleri ise mükemmeldir. Carr Index değerinin oldukça kötü olması, mükemmel derecede yapışkanlık özelliğinden toz olarak akmaya karşı direnç göstermesinden kaynaklandığı düşünülmektedir.

4.1.2.4. CMC ve Modifikasyonlarının Reolojik Özellikleri

Mevcut tez çalışması kapsamında şeker pancarı posası selülozundan üretilen CMC ve CMC modifikasyonları için reolojik özelliklerinin belirlenmesin için %1, %1.5, %2, %2.5 ve %3'lük konsantrasyonları hazırlanmıştır. Yapılan modifikasyon sonucu, yapıda meydana gelen değişimleri belirlemek için hem yatışkın faz hem de dinamik faz kesme reolojik özellikleri belirlenmiş ve istatistiksel olarak karşılaştırılmıştır.

Reolojik analiz sonucunda optimum şartlarda üretilen CMC'nin görünür viskozite (η_{50}) değeri 0.022-0.440 Pa.s arasında bulunmuştur ve konsantrasyon arttıkça görünür viskozitesi artmıştır. Optimum CMC'nin kıvam katsayısı (K) 0.042-1.989 Pa.s arasında değişmiş ve yine konsantrasyon arttıkça bu değer artmıştır. Üretilen CMC modifikasyonlarının görünür viskozite ve kıvam katsayısı değerleri incelendiğinde;

alkalizasyon öncesi borax ve nötralizasyon öncesi %10 borax ile yapılan modifikasyonlarda azaldığı, nötralizasyon öncesi %5 borax ve saflaştırma sonrası %0.1 AgNO₃ ile yapılan modifikasyonlarda önemli ölçüde arttığı gözlenmiştir. Dinamik reolojik analiz sonuçlarında ise optimum CMC'nin depo modül (G') değeri 0.086-5.985 Pa arasında, kayıp modül (G'') değeri 0.189-5.414 Pa arasında değişmiştir. Değerler konsantrasyon artışıyla birlikte artış göstermiştir. Ayrıca G'' > G' olmasından dolayı optimum şartlarda üretilen CMC'nin iyi bir jel yapı gösterdiği sonucuna varılmıştır. Modifikasyonlar optimum CMC ile karşılaştırıldığında tıpkı yatışkın faz kesme reolojik özelliklerinde olduğu gibi alkalizasyon öncesi borax modifikasyonlarının azalma gösterdiği, nötralizasyon öncesi ise %5 borax ile yapılan modifikasyon ve saflaştırma sonrası %0.1 AgNO₃ ile yapılan modifikasyonun artış gösterdiği belirlenmiştir. Bu bağlamda reolojik özellikler açısından, modifikasyonun en iyi sonuç verdiği CMC örnekleri NÖ %5 Borax ve SFS %0.1 AgNO₃ kullanılarak üretilen CMC'lere aittir.

Literatürde AgNO₃ kullanılarak modifikasyon gerçekleştirilen bir çalışmaya rastlanmamıştır. Borax ile ilgili olarak ise Majewicz (1981) yaptığı çalışmada, çözünürlüğü artırmak için borax kullanarak ürettiği CMC'lerin viskozite değerlerinde artış olduğunu belirtmiştir, ancak reolojik özellikleriyle ilgili bir çalışma yapmamıştır [96].

Doğan (2019) yapmış olduğu çalışmada, ürettiği CMC'nin görünür viskozite değerini 0,0343-0.3180 Pa.s arasında, kıvam katsayısını 0.051-0.617 Pa.sⁿ olarak bildirmiştir. Dinamik reolojik özelliklerinden depo modül değerini 0.147-0.468 Pa ve kayıp modül değerini 0.200-2.563 Pa aralığında bildirmiştir. Ayrıca ultrasound ile modifiye ettiği CMC'lerin reolojik özelliklerinin iyileştiğini belirtmiştir [99].

Karaman (2014), glukomannan ve galaktomannan yapılı biyopolimerlere asit ve enzim modifikasyonları uyguladığı çalışmada, kullandığı biyopolimerlerin konsantrasyonları arttıkça görünür viskozitelerinde ve kıvamlarında artış olduğunu vurgulamıştır. Ksantan gam örneklerin görünür viskozite değerlerini 0,056-1,432 Pa.s ve kıvam katsayısını 0,798-13,203 Pa.sⁿ aralığında bildirmiştir. Salep solüsyonlarının ise görünür viskozite değerlerini 0,035-1,185 Pa.s ve kıvam katsayısı değerini 0,079-16,115 Pa.sⁿ aralığında bildirmiştir. Ancak örnekleri asit ve enzim ile

modifiye ettikten sonra hem reolojik özelliklerinde azalma hem de molekül ağırlıklarında düşüş olduğunu vurgulamıştır [42].

Souza et al. (2019), yapmış oldukları çalışmada CMC'nin konsantrasyonlarının artmasıyla hem görünür viskozite hem de G' değerinin doğrusal olarak arttığını bildirmişlerdir [100].

Tez çalışması kapsamında üretilen CMC ve CMC modifikasyonlarının reolojik özelliklerinin literatürle uyumlu olduğu sonucuna varılmıştır.

4.2. Öneriler

Tez çalışması kapsamında ilk aşamada şeker pancarı posasından selüloz elde edilmiş ve elde edilen selüloz kullanılarak CMC üretim aşaması optimize edilmiştir. Ardından alkalizasyon öncesi ve nötralizasyon öncesi olarak belirlenen proses aşamalarına %5 ve %10 olacak şekilde borax modifikasyonu, saflaştırma öncesi ise %0.1 AgNO₃ modifikasyonu gerçekleştirilmiştir. Modifikasyonların gerçekleştirilmesindeki ana amaç optimum şartlarda üretilen CMC'nin fizikokimyasal, teknolojik ve reolojik özelliklerinin modifikasyonlar ile iyileştirilmesi veya geliştirilmesiydi. Bu kapsamda yapılan analizler ile özellikleri ortaya konulan CMC örneklerine yapılan modifikasyonların olumlu yönde sonuçlar verdiği saptanmıştır. Daha sonra yapılacak çalışmalara ışık tutabilmesi amacıyla verilebilecek öneriler aşağıda sıralanmıştır.

- Ülkemizde her yıl büyük miktarlarda tarımsal atık ortaya çıktığı için bu çalışma farklı tarımsal atıklara uyarlanabilir.
- Ülkemizde selüloz üretimi bulunmadığı ve üretilen CMC'lerin ithal olarak elde edilen selülozdan üretildiği için çalışma sanayiye aktararak döviz kaybı yatırım maliyeti olarak kullanılabilir.
- Bu çalışmada modifikasyon için Borax ve AgNO₃ kimyasalları kullanılmıştır. Modifikasyon için farklı kimyasallar seçilerek denemesi yapılabilir.
- Borax ve AgNO₃ kullanım miktarları için optimizasyon çalışması yapılabilir.
- Tez çalışmasında CMC üretim aşamalarının 3 basamağı seçilerek ayrı ayrı modifiye etme işlemi uygulanmıştır. Bundan sonra gerçekleştirilecek çalışmalarda bu tez çalışmasından farklı CMC üretim basamaklarında modifikasyon çalışması ya da uygulanan yöntemlerin birlikte kullanıldığı bir modifikasyon çalışması yapılabilir.

KAYNAKÇA

1. Çolakoğlu, B., 2018. Tarımsal Atıkların Alternatif Kullanım Alanları Konusunda Üretici Eğilimleri, Yüksek Lisans Tezi, Namık Kemal Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Tekirdağ, 107 s.
2. Çimen, H., 2010. Şeker Üretim Sürecinde Şerbetlerdeki Şeker Dışı Maddelerin İletkenlik ve Gravimetrik Yöntemle Tayini, Yüksek Lisans Tezi, Selçuk Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Konya, 43
3. Erdoğan, K., 2007. Tütün Saplarından Ksilooligosakkarit Üretimi, Yüksek Lisans Tezi, Gaziosmanpaşa Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Tokat, 76 s.
4. Yılmaz, E., 2019. Türkiye’de Biyoetanol Üretiminde Kullanım Potansiyeli Olan Tarımsal Atık Miktarının Belirlenmesi, Yüksek Lisans Tezi, Gebze Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Gebze, 60 s.
5. Yaşar, M. M., 2003. Şeker Teknolojisi. <https://www.foodelphi.com/seker-teknolojisi-m-mirac-yasar/>, (Erişim Tarihi: Eylül 2020).
6. Şen, F., 2019. Şeker Pancarı (Beta Vulgaris L.) Kromozomlarının Mikrosatelit Lokusları Bakımından Karakterize Edilmesi, Yüksek Lisans Tezi, Necmettin Erbakan Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Konya, 59 s.
7. Dutton, J., Huijbregts, T., 2006. Root Quality and Processing, 409-442. In: Sugar beet (Eds: Draycott, A.P.). Willey, USA.
8. Joanna, B., 2018. Sugar beet pulp as a source of valuable biotechnological products, pp. 359-392. In: Advances in Biotechnology for Food Industry (Eds: A.M., Holban, A. M., Grumezescu). Academic Press, United Kingdom.
9. Asadi, M., 2007. Beet-Sugar Handbook. Willey-Interscience, USA, 868 s
10. Çalışkan, R., Yağcı, S., Sutay Koçbaş, D., 2019. Lignoselülozik Biyokütlenin Ekstrüzyon ile Ön işlemi ve Enzimatik Yolla Ksilooligosakkarit Üretimi. KMÜ Mühendislik ve Doğa Bilimleri Dergisi, 1 (1): 156-171.
11. Hasanov, I., Raud, M., Kikas T., 2020. The Role of Ionic Liquids in the Lignin Separation from Lignocellulosic Biomass, Energies, 13:4864.

12. M, Kurtuluş., 2010. Lignoselülozik Materyallerden Termokatalitik İşleme Suda Çözündürülen Polisakkaritlerin Moleküler Yapılarının İncelenmesi, Yüksek Lisans Tezi, Çukurova Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Adana, 91 s.
13. A, Adıgüzel., 2013. Lignoselülozik materyallerden biyoetanol üretimi için kullanılan ön-muamele ve hidroliz yöntemleri, Sakarya Üniversitesi Fen Bilimleri Dergisi, 17(3): 381-397.
14. Ergün, F., Kaşıkara Pazarlıoğlu, N., 1998. Phanerochaete Chrysosporium'uu Ligninolitik Enzimlerinin İncelenmesi ve Lignin Peroksidazın İzolasyonu. 12. Ulusal Kimya Kongresi, Edirne, 1.
15. Günay,K., Lignoselülozik Materyallerden Otohizoliz ve Enzimatik Hidrolizle Ksilooligosakkarit Üretimi, 2010. Gaziosmanpaşa Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Yüksek Lisans Tezi, Tokat,70 s.
16. Kumar, A., Sharma, S., 2017. Recent Updates On Different Methods Of Pretreatment of Lignocellulosic Feedstocks: A Review, **Bioresources** and Bioprocessing, 4:7.
17. Prasad, A., Sotenko, M., Blenkinsopp, T., Coles, S., 2016. Life Cycle Assessment Of Lignocellulosic Biomass Pretreatment Methods In Biofuel Production, The International Journal of Life Cycle Assessment, 21: 44–50.
18. Mosier, N., Wyman, C., Dale, B., Elands, R., 2005. Features Of Promising Technologies For Pretreatment of Lignocellulosic Biomass, **Bioresource Technology**, 96: 673–686.
19. Ji, X., Huang, H., Nie, Z., Qu, L., Xu, O., Tsao G., 2012. Fuels and Chemicals from Hemicellulose Sugars, **Advances In Biochemical Engineering**, 128: 199–224.
20. Kester, J. J., Fennema, O. R., 1986. Edible Films and Coatings, **Food Technology**, 40(12): 47-59.
21. Eichhorn, S. J., Baillie C. A., Zafeiropoulos N., Mwaikambo L. Y., 2001. Review Current International Research Into Cellulosic Fibres and Composites, **Journal Of Materials Science**, 36: 2107 – 2131.

22. D, M. Prabhu., W, Li., 2015. The most abundant natural resource: cellulose and its derivatives and their applications, pp. 3-15. In: Cellulose and Cellulose Derivatives Synthesis, Modification and Applications (Eds: Mondal, İ.). Nova Science Publishers, New York.
23. Thakur, V. K., Thakur, M. K., Gupta, R. K., 2014. Review: Raw Natural Fiber-Based Polymer Composites, **International Journal of Polymer Analysis and Characterization**, **19**: 256–271.
24. Kumar, P., Diane, M. B., Michael, J. D., Stroeve, P., 2009. Methods for Pretreatment of Lignocellulosic Biomass for Efficient Hydrolysis and Biofuel Production, *Industrial & Engineering Chemistry Research*, 48 (8): 3713-3729.
25. Kurt, E., 2018. Karboksimetil Selüloz Esaslı Polimerlerin Sentezi Ve Karakterizasyonu, Yüksek Lisans Tezi, İstanbul Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul, 68 s.
26. Credou, J., Berthelot, T., 2014. Cellulose: From Biocompatible To Bioactive Material, *Journal of Materials Chemistry B*, 2: 4767–4788
27. Kırıcı, H., Ateş, S., Akgül, M., 2001. Selüloz Türevleri ve Kullanım Yerleri, *Fen ve Mühendislik Dergisi*, 4(2): 119-130.
28. Qui, X., Hu, S., 2013. Smart Materials Based on Cellulose: A Review of the Preparations, Properties and Applications, *Materials*, 6: 738-781
29. Koç, A., Zıba, C. A., Akarsu, S., Orhan, B., 2016. Tekstil Atıklarından Selüloz Eldesi, Metil Selüloz Sentezi, Karakterizasyonu ve Çimento Pastasında Kullanımı, *KSU Mühendislik Bilimleri Dergisi*, 19(3): 115-123
30. Toğrul, H., Arslan, N., 2003. Production of Carboxymethyl Cellulose from Sugar Beet Pulp Cellulose and Rheological Behaviour of Carboxymethyl Cellulose, **Carbohydrate Polymers**, **54**: 73–82.
31. Heinamaki, J. T., Iraizoz, C. A., Nordstrom, A. J., Yliruusi, J. K. 1994. Comparative evaluation of ammoniated aqueous and organic-solvent-based cellulose ester enteric coating systems: a study on free films. *International Journal of Pharmaceutics*, 109: 9-16.

32. Javad, S., Khosro, A., 2013. Application of cellulose and cellulose derivatives in pharmaceutical industries, *Cellulose – Medical, Pharmaceutical and Electronic Applications*, 47-66.
33. Edali, M., Esmail, M. N., Vatistas, G. H., 2001. Rheological properties of high concentrations of carboxymethyl cellulose solutions, *Journal of Applied Polymer Science*, 79: 1787-1801.
34. Eliza, M. Y., Shahrudin, M., Noormaziah, J., Wan Rosli, W. D., 2015. Carboxymethyl Cellulose (CMC) from oil palm empty fruit bunch (opefb) in the new solvent dimethyl sulfoxide (dmso)/tetrabutylammonium fluoride (tbaf), ***Journal of Physics: Conference Series***, 622: 1-10.
35. Savage, A. B., Young, A. E., Maasberg, A. T., 1954. IX. Derivatives of cellulose , pp. 882-958. In: *Cellulose and Cellulose Derivatives* (Eds: Ethers E.) Interscience Publishers, Inc., New York.
36. Salarifar, B., 1992. Karboksi Metil Selüloz Üretimi ve Üretimdeki Gelişmeler, Yüksek Lisans Tezi, Gazi Üniversitesi Sağlık Bilimleri Enstitüsü, Ankara, 124 s.
37. Yasar, F., Togrul, H., Arslan, N., 2007. Flow properties of cellulose and carboxymethyl cellulose from orange peel, ***Journal of Food Engineering***, 81: 187-199.
38. Delgado, K., World's Leading Hydrocolloid Solutions Provider, CP Kelco. https://www.academia.edu/37111625/Worlds_Leading_Hydrocolloid_Solutions_Provider (erişim tarihi: Ekim 2020)
39. Ayten, A., Arslan, N., 2016. Limon kabuğundan elde edilen selüloz ve karboksimetil selülozun reolojik özellikleri, *Fırat Üniversitesi Mühendislik Bilimleri Dergisi*, 28 (2): 119-133.
40. Günal, B., 1999. Karboksimetil Selülozun Çözünürlüğünün Artırılması. İstanbul Teknik Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Yüksek Lisans Tezi, İstanbul, 88 s.
41. Dickinson, E., 2003. Hydrocolloids at interfaces and the influence on the properties of dispersed systems. ***Food Hydrocolloids***, 17 (1): 25-39.

42. Karaman, S., 2014. Farklı Modifikasyon Yöntemlerinin Glukomannan Ve Galaktomannan Yapılı Biyopolimerlerin Yapısal ve Reolojik Özellikleri Üzerine Etkisinin İncelenmesi. Erciyes Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Doktora Tezi, Kayseri, 262 s.
43. Karaman, S., Kesler, Y., Göksel, M., Dogan, M. and Kayacier, A. 2014. Rheological and some physicochemical properties of selected hydrocolloids and their interactions with guar gum: Characterization using principal component analysis and viscous synergism. **International Journal of Food Properties**, **17**(8): 1655-1667.
44. Çelebi, N., 2009. Reoloji, pp. 391-405. In: Modern Farmasötik Teknoloji (Eds: Acartürk F.) TEB Eczacılık Akademisi, Ankara.
45. Çakmak, H., Gıda Reolojisi, Hitit Üniversitesi. <http://web.hitit.edu.tr/dosyalar/duyurular/hulyacakmak@hititedutr010320193G0S2B3D.pdf> (Erişim Tarihi: Eylül 2020)
46. Steffe, J. F., 1996. Rheological methods in food process engineering. Freeman press.
47. Aslan, D., 2015. Ultrason Tekniği ile Farklı Fonksiyonel Yağlar Kullanılarak Yeni Süt Bazlı Emülsiyonların Geliştirilmesi. Erciyes Üniversitesi, Fen Bilimleri Entitüsü, Yüksek Lisans Tezi, Kayseri, 86 s.
48. Özgür, A., 2013. Organik Asit ve Şeker Model Ortamında Farklı Gamların Sinerjik Etkilerinin Reolojik Yönden İncelenmesi. Erciyes Üniversitesi, Fen Bilimleri Entitüsü, Yüksek Lisans Tezi, Kayseri, 113 s.
49. Steffe, J.F., 1996. Rheological Methods in Food Process Enginering. Freen Press, US, 428 pp
50. Kayacier, A., Doğan, M., 2006. Rheological properties of some gums-salep mixed solutions, **Journal of Food Engineering**, **72**: 261–265.
51. AOAC, 2000. Official Methods of Analysis. Association of Official Analytical Chemists, 17th Ed., Washington

52. Huang, X., Dou, J., Li, D., Wang, L., 2018. Effects of superfine grinding on properties of sugar beet pulp powders. **Food Science and Technology**, **87**: 203-209
53. Çiğdem, B., Kırmızı Pancardan Ultrason Ön Uygulamalı Protein İzolatı Eldesi, Erciyes Üniversitesi Fen bilimleri Enstitüsü, Yüksek Lisans Tezi, Kayseri, 83 s.
54. Özgür Göksu, A., Ultrason Ön Uygulamalı ve Mikrodalga Kurutma Yöntemi ile Şeker Pancarı Posasından Diyet Gıda Lifli Eldesi, Erciyes Üniversitesi Fen bilimleri Enstitüsü, Doktora Tezi, Kayseri, 83 s
55. Toğrul, H., (2002). Şeker pancarı küspesi selülozundan karboksimetil selüloz üretimi ve meyvelerin bozulmalarının geciktirilmesinde koruyucu film tabakası olarak kullanılması, Fırat Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Doktora Tezi, Elazığ, 298 s.
56. Alaşalvar, H., Tıbbi ve Aromatik Nane Türlerinden Buzlu Çay Üretimi, Erciyes Üniversitesi Fen bilimleri Enstitüsü, Yüksek Lisans Tezi, Kayseri, 80 s.
57. Alghooneh, A., Razavi, S. M. A. & Kasapis, S. (2018). Hydrocolloid clustering based on their rheological properties. **Journal of Texture Study**, **49**: 619–638.
58. K, M, Hong., (2013). Preparation and characterization of carboxymethyl cellulose from sugarcane bagasse. Department of Chemical Science Faculty of Science Universiti Tunku Abdul Rahman. Project of the degree of Bachelor of Science (Hons.) Chemistry, pp 1-88.
59. Li, G., Sun, Y., Guo, W., Yuan, L., 2018. Comparison of various pretreatment strategies and their effect on chemistry and structure of sugar beet pulp. **Journal of Cleaner Production**, **181**: 217–223.
60. Maravia, N., Šereš, Z., Vidović, S., Mišan, A., Milovanović, I., Radosavljević, R., Pavlić, B., 2018. Subcritical water hydrolysis of sugar beet pulp towards production of monosaccharide fraction. **Industrial Crops and Products**, **115**: 32–39

61. Peng, X., Mu, T., Zhang, M., Sun, H., Chen, J., 2016. Effects of pH and high hydrostatic pressure on the structural and rheological properties of sugar beet pectin. **Food Hydrocolloids**, **60**: 161–169
62. Dinand E., Chanzy, H., Vignon, M.R., 1999. Suspensions of cellulose microfibrils from sugar beet pulp. **Food Hydrocolloids**, **13**: 275–283
63. Martínez, C.M., Cantero, D.A., Cocero, M.J., 2018. Production of saccharides from sugar beet pulp by ultrafast hydrolysis in supercritical water. **Journal of Cleaner Production**, **204**: 888–895.
64. Sivapragasam, N., Thavarajah, P., Ohm, J., 2014. Enzyme resistant carbohydrate based micro-scale materials from sugar beet (*Beta vulgaris* L.) pulp for food and pharmaceutical applications. *Bioactive Carbohydrates and Dietary Fibre*, **3** (2): 115–121.
65. Adetunji, L.R., Adekunle, A., Orsat, V., Raghavan, V., 2017. Advances in the pectin production process using novel extraction techniques: A review. **Food Hydrocolloids**, **62**: 239–250.
66. Van der Poel, P. W., Schiweck, H., Schwartz, T., 1998. Sugar technology. Beet and cane sugar manufacture. Verlag Dr. Albert martens KG, Berlin, 1005 p.
67. Ceylan, Z., Taşar, Ş., Kaya, F., Özer, A., 2020. Farklı Biyokütle Atıklarının Alkali Ön İşlem Etkinliklerinin İncelenmesi, *Düzce Üniversitesi Bilim ve Teknoloji Dergisi*, **8**: 2296-2312.
68. Bertin, C., Rouau, X., J, Thibault., 1988. Structure and properties of sugar beet fibres, **Journal of the Science of Food and Agriculture**, **44**: 15-29.
69. Hançer, A., 2010. Besinsel Liflerin Tarhana Üretiminde Kullanımı, İnönü Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Yüksek Lisans Tezi, Malatya, 68s.
70. Dinand, E., Chanzy, H., M.R. Vignon., 1999. Suspensions of cellulose microfibrils from sugar beet pulp, **Food Hydrocolloids**, **13**:275–283.
71. Sun, R., Hughes, S., 1998. Fractional extraction and physico-chemical characterization of hemicelluloses and cellulose from sugar beet pulp. **Carbohydrate Polymers**, **36**: 293–299

72. Dongowski, G., Plass, R., Bleyl, D.W.R., 1998. Biochemical parameters of rats fed dietary fibre preparation from sugar beet. *Lebensm Unters Forsch*, 206: 393–398.
73. Spagnuolo, M., Crecchio, C., Pizzigallo, M.D.R., Ruggiero, P., 1997. Synergistic effects of cellulolytic and pectinolytic enzymes in degrading sugar beet pulp. **Bioresource Technology**, **60**: 215–222.
74. H, Mondal., M, Rahman., S, Yeasmin., M, Sayeed., 2015. Synthesis of carboxymethyl cellulose from corn leaves based on particle size- a new aspect. *Cellulose and Cellulose Derivatives Synthesis Modification Application*, 1-23.
75. Doğan, F., Ultrasound Ön Uygulamasının Şeker Pancarı Posasından Elde Edilen Selüloz Ve Karboksimetil Selüloz (CMC)'nin Verim ve Kalitesi Üzerine Etkisi, Erciyes Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Yüksek Lisans Tezi, Kayseri, 91 s.
76. Bicu, İ., Mustata, F., 2011. Cellulose extraction from orange peel using sulfite digestion reagents. **Bioresource Technology**, **102**: 10013–10019.
77. I, Golbaghi., M, Khamforoush., T, Hatami., 2017. Carboxymethyl Cellulose Production from Sugarcane Bagasse with Steam Explosion Pulping: Experimental, Modeling, and Optimization. **Carbohydrate Polymers**, **174**: 780–788.
78. Atalar, İ., 2018. İstant Yoğurt Tozu Üretim Koşullarının Optimizasyonu. Ondokuz Mayıs Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Doktora Tezi, Samsun, 104 s.
79. Caliskan Koc G., Dirim S. N., 2017. Influence of the different drying agents on the production of spinach powder by spray drying. *Innovations in Food Science and Technology*, 82: 2873-2884.
80. Yıldırım, M., Derici Eker, E., Çobanoğlu, E., Özlen Şahin, N., 2020. Rheum Ribes L. Ekstratını İçeren Sert Jelatin Kapsüllerin Kalite Kontrolünün Yapılması ve 1,1-Difenil 2-Pikril Hidrazil Serbest Radikal Süpürücü Aktivitesinin Değerlendirilmesi, *Lokman Hekim Dergisi*, 10 (1): 91-98.

81. Fitzpatrick, J. J., Iqbal, T., Delaney, C., Twomey, T. and Keogh, M. K., 2004. Effect of powder properties and storage conditions on the flowability of milk powders with different fat content. **Journal of Food Engineering**, **64**: 435–444.
82. Açar, B., Gençcelep, H., Sarıcaoğlu, F.T., Turhan S., 2016. Effect of sugar beet fiber concentrations on rheological properties of meat emulsions and their correlation with texture profile analysis. **Food and Bioproducts Processing**, **100** (2): 118–131
83. The Organic Center for the USDA National Organic Program, 2012. Sugar Beet Fiber Technical Evaluation Report. 1–16
84. Mondal, İ., 2015. Synthesis of carboxymethyl cellulose from corn leaves based on particle size –a new aspect, pp.205-226. In: Cellulose and Cellulose Derivatives Synthesis, Modification and Applications (Eds: İ., Mondal, S., Rahman, S., Yeasmin, A., Sayeed). Nova Science Publishers, New York.
85. Sodium Carboxymethyl Cellulose, Prepared at the 28th JECFA 1984. http://www.fao.org/fileadmin/user_upload/jecfa_additives/docs/Monograph1/additive-396-m1.pdf (erişim tarihi: Kasım 2020)
86. Mondal, I., Ahmed F., 2020. Cellulosic fibres modified by chitosan and synthesized ecofriendly carboxymethyl chitosan from prawn shell waste, The Journal of The Textile Institute, 111:1, 49-59.
87. Suryadi, H., Fauziah, G., 2019. Characterization Sodium Carboxymethyl Cellulose from Alpha Cellulose Betung Bamboo (*Dendrocalamus asper*), Pharmacognosy Journal, 11(5):894-900.
88. Ardiyanita, P., Sutriyo, S., Suryadi, H., 2020. Preparation And Characterization Of Sodium Carboxymethyl Cellulose From Kapok (*Ceiba Pentandra*) Alpha-cellulose, International Journal of Applied Pharmaceutics, 12(1): 9-14.
89. Parid, D. M. et al. 2018. Synthesis and Characterization of Carboxymethyl Cellulose from Oil Palm Empty Fruit Bunch Stalk. *Fibres*. 13, 535–554

90. Ayten, A., Arslan, N., 2016. Limon Kabuğundan Elde Edilen Selüloz ve Karboksimetil Selülozun Reolojik Özellikleri, *Fırat Üniversitesi Mühendislik Bilimleri Dergisi*, 28 (2): 119-133.
91. Candido, R.,G., Gonçalves, A.,R., 2016. Synthesis of cellulose acetate and carboxymethyl cellulose from sugarcane straw. **Carbohydrate Polymers**, 152 (2016): 679–686.
92. Veeramachineni, A.K., Sathasivam, T., Muniyandy, S., Janarthanan, P., Langford, S.J., Yan, L.Y., 2016. Optimizing extraction of cellulose and synthesizing pharmaceutical grade carboxymethyl sago cellulose from malaysian sago pulp, *Applied Sciences* 2016 (6): 1-18.
93. Ambjörnsson, H. A., Schenzel, K., Germgard, U., 2013. Carboxymethyl Cellulose Produced at Different Mercerization Conditions and Characterized by NIR FT Raman Spectroscopy in Combination with Multivariate Analytical Methods, **Bioresources**, 8(2): 1918-1932.
94. Shui, T., Feng, S., Chen, G., Li, A., 2017. Synthesis of sodium carboxymethyl cellulose using bleached crude cellulose fractionated from cornstalk, *Biomass and Bioenergy*, 105: 51-58.
95. Asl, S. A., Mousavi, M., Labbafi, M., 2017. Synthesis and Characterization of Carboxymethyl Cellulose from Sugarcane Bagasse, *Journal of Food Processing & Technology*, 8(8): 687-693.
96. Majewicz, T. G., 1981. Preparation of CMC with Improved Substituent Uniformity Using Borax, U.S. Patent Documents.
97. Jannatyha, N., Shojaee-Aliabadi, S., Moslehishad, M., Moradi E., 2020. Comparing mechanical, barrier and antimicrobial properties of nanocellulose/CMC and nanochitosan/CMC composite films, **International Journal of Biological Macromolecules**, 164: 2323–2328.
98. Mondal, H. I., Yeasmin, S., Rahman, S., 2015. Preparation of food grade carboxymethyl cellulose from corn husk agrowaste, **International Journal of Biological Macromolecules**, 79: 144–150.

99. Dođan, F., Ultrasound Ön Uygulamasının Şeker Pancari Posasından Elde Edilen Selüloz Ve Karboksimetil Selüloz (CMC)'nin Verim Ve Kalitesi Üzerine Etkisi, Erciyes Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Yüksek Lisans Tezi, Kayseri, 91 s.
100. Souza, S.F., Mariano, M., Farias, M.A., Bernardes, J.S., 2019. Effect of depletion forces on the morphological structure of carboxymethyl cellulose and micro/nano cellulose fiber suspensions. **Journal of Colloid and Interface Science**, **538**: 228-236.



ÖZGEÇMİŞ

KİŞİSEL BİLGİLER

Adı Soyadı: Sema SARIDANIŞMET
Uyruğu: Türkiye (T.C)
Doğum Tarihi ve Yeri: 01.02.1994 - Kayseri
Medeni Durum: Bekar
e-mail: semasaridanismet@gmail.com
Yazışma Adresi: Gülük Mah. Bulut 1. Sok. Beyaz İnci Konağı 7/32
 Melikgazi/KAYSERİ

EĞİTİM

Derece	Kurum	Mezuniyet Tarihi
Yüksek Lisans	Erciyes Üniversitesi, Gıda Mühendisliği	2021
Lisans	Erciyes Üniversitesi, Gıda Mühendisliği	2017
Lise	Aydınlıkevler Lisesi, Kayseri	2012

İŞ DENEYİMLERİ

Yıl	Kurum	Görev
2018-Halen	Kayseri Şeker Fabrikası A.Ş. Ar-Ge Merkezi	Ar-Ge Mühendisi

YABANCI DİL

İngilizce

YAYINLAR

- Sarıdanışmet S.**, Yavuz E., Özgür Göksu A., Herdem H., Kaplan M., 2020. Şeker Pancarı Posasından Selüloz ve Karboksimetil Selüloz (CMC) Gamı Üretimi, Türkiye 13. Gıda Kongresi, Çanakkale, 43
- Kaya B., Sökmen F., **Sarıdanışmet S.**, Alaşalvar H., Çam M., 2018. Susam ve Yer Fıstığı ile Zenginleştirilmiş Pekmez Karışımlarının Fiziksel ve Biyoaktif Özelliklerinin Belirlenmesi, Harran Üniversitesi Ziraat Fakültesi Dergisi, 22: 525-532